ISSN 2708-731X

НАЦІОНАЛЬНА АКАДЕМІЯ НАУК УКРАЇНИ
ІНСТИТУТ НАДТВЕРДИХ МАТЕРІАЛІВ
ім. В. М. Бакуля

# Інструментальне матеріалознавство

# Tooling materials science

*Збірник наукових праць*

## *Випуск 25*



***Київ 2022***




Національна академія наук України
Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля

# ІНСТРУМЕНТАЛЬНЕ МАТЕРІАЛОЗНАВСТВО

# TOOLING MATERIALS SCIENCE

***Збірник наукових праць***

***Випуск 25***

Київ 2022

УДК 622.243.051.64
ББК 34.7 я43
П59

*Рекомендовано до друку Вченою радою ІНМ ім. В.М. Бакуля НАН України*

*Головний редактор*: *акад. НАН України В. З. Туркевич*
*Заст. головного редактора: акад. НАН України Є. І. Крижанівський*
*Відповідальний редактор: д.т.н. М. О. Бондаренко*

*Редакційна колегія:*

| | | |
|---|---|---|
| О. О. Шульженко | - | чл.-кор. НАН України, д.т.н., професор |
| А. Л. Майстренко | - | чл.-кор. НАН України, д.т.н., професор |
| С. О. Івахненко | - | чл.-кор. НАН України, д.т.н., професор |
| В. П. Бондаренко | - | чл.-кор. НАН України, д.т.н., професор |
| Г. М. Ефендієв | | чл.-кор. НАН Азербайджана, д.т.н., професор |
| О. О. Бочечка | - | д.т.н. |
| Я.-Е. Шталь | - | професcор |
| Вень Ю | - | професор |
| Л. Яворска | - | професор |
| С. Поровский | - | професор |
| Р. А. Гасанов | - | д.т.н., професор |
| О. М. Давиденко | - | д.т.н., професор |
| Б. Т. Ратов | - | д.т.н., професор |
| О. М. Соколов | - | к.т.н. |

П59 **Інструментальне матеріалознавство: Збірник наукових праць. – Вип. 25. – Київ: ІНМ ім. В. М. Бакуля НАН України, 2022. – 364 с.**
ISSN 2708-731X
DOI: https://doi.org/10.33839/2708-731X-2022-25-1
http:/altis-ism.org.ua

У збірнику наведені наукові та практичні результати і перспективи розвитку робіт в області розробки, виготовлення, застосування бурового породоруйнівного, метало- та каменеобробного інструменту, нових матеріалів для їх виготовлення, технології буріння свердловин і методів їх контролю, інструментів для очисних і прохідницьких комбайнів.
Розглянуто актуальні питання теорії і практики отримання монокристалічних, дисперсних, керамічних і композиційних надтвердих матеріалів (НТМ) в широкому діапазоні температур і тисків; питання розвитку нанотехнологій, наноматеріалів та наноструктурних систем. Показані досягнення та шляхи розвитку наукових основ створення новітніх технологій обробки металів і неметалів інструментом з НТМ, включаючи породоруйнівний інструмент, методів і технологій застосування НТМ в базових галузях промисловості.
Розглянуто також сучасний стан техніки і технології виробництва твердих сплавів, твердосплавного інструменту для обробки металів і сплавів, сучасних керамічних матеріалів для інструментальної промисловості, їх властивості, ефективні області застосування.
Збірник призначений для фахівців, що працюють в області створення, виробництва і застосування породоруйнівного, метало- та каменеобробного інструменту, НТМ і твердих сплавів, а також для викладачів, аспірантів і студентів вищих навчальних закладів.

**УДК 622.243.051.64**
**ББК 34.7 я43**

Свідоцтво про державну реєстрацію друкованого засобу масової інформації КВ № 24398-14238 ПР від 22.04.2020 р.
04074 Київ-74, вул Автозаводська, 2

ISSN 2708-731X

©Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, 2022

УДК 621.921.34:001.4:001.92 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-3-7

**В.М. Колодницький,** канд. фіз.-мат. наук

*Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська, 2, м. Київ,04074, Україна, e-mail: vasylkolod56@gmail.com*

# ДВОМОВНИЙ УКРАЇНСЬКО-АНГЛІЙСЬКИЙ СЛОВНИК КЛЮЧОВИХ СЛІВ ЖУРНАЛУ «НАДТВЕРДІ МАТЕРІАЛИ»

*З метою пошуку наукової інформації для створення перспективних надтвердих матеріалів з покращеними фізико-механічними властивостями і експлуатаційними характеристиками та відбору поданих для опублікування статей в журналі «Надтверді матеріали», що найбільше відповідають його тематичній спрямованості, створено двомовний українсько-англійський словник ключових слів за тематикою статей журналу «Надтверді матеріали», опублікованих в 2008–2021 рр. Наведено рейтинг ключових слів, що найбільш вживаються.*

***Ключові слова**: матеріалознавство, надтверді матеріали, наукове видання, предметна класифікація, ключові слова.*

Надтверді матеріали – матеріали, створені на основі речовин, твердість яких перевищує твердість еталонної речовини. Еталонною надтвердою речовиною більшість дослідників вважають корунд ($Al_2O_3$), величина твердості якого за шкалою Мооса складає 9 одиниць. Найпоширенішим способом визначення твердості є метод Віккерса. Твердість корунду, визначена цим методом, складає 20,6 ГПа. До надтвердих матеріалів зараховують передусім матеріали, виготовлені на основі фаз високого тиску. Такими є алмаз, кубічний нітрид бору (cBN) та вюрцитоподібний нітрид бору (wBN). Надтвердими є також ковалентні карбіди та нітриди (SiC, $B_4C$, $Si_3N_4$), бориди ($AlB_{12}$), силіциди ($B_4Si$). Серед металоподібних тугоплавких сполук відомо 57 надтвердих боридів, 15 карбідів, 2 нітриди [1].

Журнал «Надтверді матеріали», заснований в липні 1979 року в Інституті надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, є науково-теоретичним виданням в галузі створення та застосування надтвердих матеріалів. Тематика журналу охоплює всі фундаментальні і технологічні аспекти синтезу, вивчення властивостей надтвердих матеріалів і областей їх застосування, безпосередньо теоретичні і експериментальні дослідження структури і властивостей моно- і полікристалів синтетичного алмазу і кубічного нітриду бору, тугоплавких сполук, високощільної кераміки і твердих сплавів, застосування їх в інструментальному виробництві. У журналі представлені сучасні результати фундаментального дослідження фізико-хімічних процесів формування і росту однокомпонентних, полікристалічних і дисперсних речовин, алмазних і алмазоподібних плівок; розробки методів безпосереднього і спрямованого регульованого синтезу надтвердих матеріалів і методів статичного, вибухового і епітаксіального синтезу цих матеріалів. На його сторінках обговорюються пріоритетні розробки в області створення великих монокристалів синтетичних алмазів; полікристалів і композиційних надтвердих матеріалів на основі алмазу і кубічного нітриду бору; алмазних і твердосплавних різців для високоефективної обробки металів, свердління, обробки каменів, алмазовмісних композиційних матеріалів для бурових коронок і доліт [2].

З 1983 р журнал «Надтверді матеріали» перевидається в США видавництвом «Allerton Press, Inc.» англійською мовою під назвою «Journal of Superhard Materials». Починаючи з 2007 року, журнал набув високого рівня підготовки і видання: публікацію в друкованій та електронній формі з використанням сучасних світових стандартів; поширення матеріалів за

допомогою однієї з найбільших світових баз наукової інформації – Springerlink (тепер Springer Nature).

З 2008 року за оцінкою авторитетної експертної комісії журнал «Journal of Superhard Materials» внесений до бази даних наукового цитування Web of Science компанії Thomson Reuters в м Філадельфії, США, та інших більше двадцяти баз наукової інформації, зокрема, Google Scholar, INSPEC, SCImago, SCOPUS, Science Citation Index Expanded. Так, бази Web of Science відвідують за рік понад 20 мільйонів користувачів, а колективними користувачами Web of Science є понад 3500 наукових установ з 90 країн.

Відповідно до вимог управління базами даних представлення в них наукових статей потребує застосування ключових слів. Ключове слово – це слово, або сталий вислів природної мови, яке використовують для вираження деякого аспекту змісту документа (або запиту); слово, яке має істотне смислове навантаження. Воно може служити ключем під час пошуку інформації в інтернеті чи на сторінці сайту. Накопичення ключових слів шляхом змістовного аналізу текстів, або алгоритмічно, наприклад, порівнянням слів тексту з фіксованим переліком неключових слів, є важливим етапом при виборі вихідної лексики дескрипторних інформаційно-пошукових мов; відібрані ключові слова об'єднуються далі в дескриптори. Таким чином формується предметна область – множина всіх предметів, властивості яких і відношення між якими розглядаються в науковій теорії, в даному випадку в галузі одержання і застосування надтвердих матеріалів.

З часу заснування в світ вийшло 259 випусків журналу «Надтверді матеріали». Починаючи з першого номера за 2008 рік кожна стаття оснащена ключовими словами як обов'язковим атрибутом. За період 2008–2021 рр. тематика опублікованих статей була охарактеризована приблизно 3900 ключовими словами у вигляді слів, словосполучень, абревіатур, формул хімічних сполук. Із них близько 2077 слів не дублювалися. Це великий масив термінів, що практично охоплює всю сферу одержання надтвердих матеріалів, вивчення їхніх властивостей та застосування, який складає спеціалізований словник предметної області. Словник предметної області – це поняття об'єктно-орієнтованого аналізу і проєктування. Саме він лежить в їхній основі та може слугувати для пошуку наукової інформації для вчених і спеціалістів, зокрема журнальних статей, з метою створення перспективних матеріалів з покращеними фізико-механічними властивостями і експлуатаційними характеристиками та відбору поданих для опублікування статей в редакційний портфель журналу «Надтверді матеріали», що найбільше відповідають його тематичній спрямованості. Створено двомовний українсько-англійський словник ключових слів за тематикою журналу «Надтверді матеріали» обсягом понад 1100 слів і словосполучень.

В таблиці представлено рейтинг ключових слів, що відображають матеріалознавчі проблеми, до статей рубрики «Одержання, структура, властивості».

**Рейтинг ключових слів до статей журналу «Надтверді матеріали» (2008–2021 рр.)**

| № п/п | Ключові слова | | Кількість повторювань |
|---|---|---|---|
| | Українською мовою | Англійською мовою | |
| 1 | 2 | 3 | 4 |
| 1 | Алмаз, алмазний | Diamond | 194 |
| 2 | Структура | Structure | 116 |
| 3 | Високі тиски і температури | High pressures and temperatures | 111 |
| 4 | Твердість | Hardness | 98 |
| 5 | Композити | Composites | 79 |
| 6 | Карбіди | Carbides | 69 |

*Закінчення таблиці*

| 1 | 2 | 3 | 4 |
|---|---|---|---|
| 7 | Бор, бориди | Bor, borides | 64 |
| 8 | Детонаційні алмази | Detonation diamonds | 59 |
| 9 | Нітриди | Nitrides | 58 |
| 10 | Кубічний нітрид бору | Cubic boron nitride | 53 |
| 11 | Спікання | Sintering | 51 |
| 12 | Оксиди | Oxides | 41 |
| 13 | Тверді сплави | Hard alloys | 38 |
| 14 | Надтверді матеріали | Superhard materials | 29 |
| 15 | Синтез під високим тиском | Synthesis under high pressure | 23 |

Перші три місця рейтингу посідають терміни «алмаз», «структура» та «високі тиск і температура» відповідно. Цілком закономірно, адже саме ці терміни в повній мірі відображають наукову спрямованість журналу «Надтверді матеріали». Алмаз є найтвердішим мінералом, унікальним матеріалом за фізико-механічними властивостями. Він має високі модуль Юнга (1064 ГПа) [3] та твердість (10 одиниць за шкалою Мооса) [4] і є флагманом надтвердих матеріалів.

Термін «структура» є основним поняттям матеріалознавства – міждисциплінарної галузі науки, що встановлює співвідношення між структурою, складом і властивостями матеріалів у зв'язку з технологією їх отримання, умовами експлуатації та вартістю.

Технологією отримання надтвердих матеріалів є синтез під високим тиском за високої температури в апаратах високого тиску. Цій задачі присвячена переважна більшість статей, зокрема, формуванню полікристалічних матеріалів із високим рівнем фізико-механічних властивостей методом спікання алмазних порошків в умовах високого тиску та вирощуванню великих за розмірами монокристалів алмазу.

Втім, базуючись на засадах надтвердості, тематика опублікованих статей, охарактеризована понад двома тисячами оригінальних ключових слів, надзвичайно широка, що свідчить про застосування надтвердих матеріалів практично в усіх сферах життєдіяльності людини і незгасаючу до них увагу [5].

Наприклад, запит у Google Scholar – вільній доступній пошуковій системі, яка індексує повний текст наукових публікацій всіх форматів і дисциплін, понять «diamond», «high pressures and temperatures», «polycrystalline diamond» та «polycrystalline diamond tools», починаючи з 2018 року, тобто, за останні 5 років, дає приблизну кількість результатів, відповідно, 493000, 91700, 19800 та 19600. Створений словник ключових слів надасть змогу авторам та упорядникам статей журналу «Надтверді матеріали» в ручному або в алгоритмічному режимі вести пошук та відбір за релевантністю статей із предметної області «Надтверді матеріали», орієнтуватися на кращі зразки наукових публікацій та новітніх результатів, що сприятиме підвищенню рейтингу журналу.

Так, за інформацією Journal Citation Reports (Web of Science) журнал «Надтверді матеріали» (Journal of Superhard Materials) за 2021 рік набув імпакт-фактор – 0,903, а в системі Scopus – 0,972. Це найкращі показники за всю історію журналу. Метою діяльності редакції журналу «Надтверді матеріали» є подолання одиничного бар'єру імпакт-фактора журналу і перехід на середній рівень рейтингу. За розробленими критеріями предметної класифікації та інтелектуального аналізу публікацій у вітчизняних та міжнародних рейтингових періодичних виданнях з метою підбору провідних матеріалознавців в галузі надтвердих матеріалів з

високим індексом Гірша для формування банку даних [6] та створеним двомовним українсько-англійським словником ключових слів цієї мети можна досягти в найближчій перспективі.

**V.M. Kolodnitskyi**
*Bakul Institute for Superhard Materials, National Academy of Sciences of Ukraine, Kyiv, Ukraine*

**BILINGUAL UKRAINIAN-ENGLISH DICTIONARY OF KEYWORDS OF THE JOURNAL OF SUPERHARD MATERIALS**

*In order to search for scientific information to create promising superhard materials with improved physical and mechanical properties and performance characteristics and to select articles submitted for publication in the Journal of Superhard Materials that are most relevant to its thematic focus, a bilingual Ukrainian-English dictionary of keywords has been created on the subject of the articles of the Journal of Superhard Materials published in 2008–2021. The rating of the most used keywords is given.*

***Key words**: materials science, superhard materials, scientific publication, subject classification, key words*

## Література

1. *Бочечка О.О.* Надтверді матеріали // Енциклопедія Сучасної України: електронна версія [веб-сайт] / гол. редкол.: І.М. Дзюба, А.І. Жуковський, М.Г. Железняк та ін.; НАН України, НТШ. Київ: Інститут енциклопедичних досліджень НАН України, 2006. URL: http://esu.com.ua/search_articles.php?id=71574
2. *Колодницкий В.Н.* Научно-теоретический журнал «Сверхтвердые материалы» в мировом информационном пространстве // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника, технология его изготовления и применения: сб. науч. тр. – К. : ИСМ НАН Украины, 2011. – Вып. 14. – С. 417–422.
3. Field J.E., Telling R.H. The Young modulus and Poisson ratio of diamond: Research note. – Cambridge: PCS Cavendisch Laboratory, Dep. of Physics, 1999.
4. Физические свойства алмаза: справочник / Под ред. Н. В. Новикова; АН УССР, Ин-т сверхтвердых материалов. – К. : Наук. думка, 1987. – 189 с.
5. Turkevych V.Z., Kolodnitskyi V.M. On the achievements of the Bakul Institute for Superhard Materials in the field of synthesis and sintering of superhard materials for the period of the activity in the composition of the National Academy of Science of Ukraine // *J. Superhard Materials.* –2018. – Vol. 40, no. 5. – P. 299–303.
6. *Колодніцький В.М.* Критерії предметної класифікації та інтелектуального аналізу публікацій у вітчизняних та міжнародних рейтингових періодичних виданнях з метою підбору провідних матеріалознавців в галузі надтвердих матеріалів з високим індексом Гірша для формування банку даних // Інструментальне матеріалознавство: зб. наук. пр. – К. : ІНМ НАН України, 2021. – Вип. 24. – С. 10–18.

*Надійшла 30.08.22*

## References

1. Bochechka, O.O. (2020). *Nadtverdi materialy* [Superhard materials]. *Entsyklopediia Suchasnoi Ukrainy – Encyclopedia of Modern Ukraine*. Kyiv: Institute of Encyclopedic Research of the NAS of Ukraine. [in Ukrainian].
2. Kolodnitskyi, V.M. (2011). *Nauchno-teoretycheskii zhurnal «Sverkhtverdye materialy» v mirovom informatsionnom prostranstve* [Scientific-theoretical Journal of Superhard Materials in the global information space]. *Porodorazrushaiushchyi y metalloobrabatыvaiushchyi ynstrument–tekhnyka y tekhnolohyia eho yzghotovlenyia y*

*prymenenyia – Rock-cutting and metal-working tools–technology of manufacture and use. 14*. 417–422. Kyiv: ISM NAS Ukraine. [in Russian].
3. Field J.E., Telling R.H. The Young modulus and Poisson ratio of diamond: Research note. – Cambridge: PCS Cavendisch Laboratory, Dep. of Physics, 1999.
4. (1987) *Fyzycheskye svoistva almaza: Spravochnyk* [Physical properties of diamond: A Handbook]. Ed. by N. V. Novikov. Kyiv: Naykova Dumka. [in Russian].
5. Turkevych V.Z., Kolodnitskyi V.M. On the achievements of the Bakul Institute for Superhard Materials in the field of synthesis and sintering of superhard materials for the period of the activity in the composition of the National Academy of Science of Ukraine // *J. Superhard Materials*. – 2018. – Vol. 40, no. 5. – P. 299–303.
6. Kolodnitskyi, V.M. (2021). Kryterii predmetnoi klasyfikatsii ta intelektualnoho analizu publikatsii u vitchyznianykh ta mizhnarodnykh reitynhovykh periodychnykh vydanniakh z metoiu pidboru providnykh materialoznavtsiv v haluzi nadtverdykh materialiv z vysokym indeksom Hirsha dlia formuvannia banku danykh [Criteria for subject classification and intellectual analysis of publications in domestic and international rating periodicals in order to select leading materials scientists in the field of superhard materials with a high Hirsch index for the formation of a databank] *Instrumentalne materialoznavstvo – Tooling materials science. 24*. 10–18. Kyiv: ISM NAS Ukraine. [in Ukrainian].

УДК 004.738.5-004.732-621.391 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-7-14

**В. В. Цегельнюк**, **І.В.Скворцов**, інженери; **В. М. Кулаківський**, канд. техн. наук

*Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська 2, 04074, м. Київ, e-mail: verav@ism.kiev.ua*

## АВТОМАТИЗАЦІЯ ПРОЦЕСІВ УПРАВЛІННЯ НАУКОВОЮ, ПЛАНОВО-ФІНАНСОВОЮ, БУХГАЛТЕРСЬКО-ОБЛІКОВОЮ ТА КАДРОВОЮ ДІЯЛЬНІСТЮ ІНСТИТУТУ НАДТВЕРДИХ МАТЕРІАЛІВ

*Предметом дослідження статті є аналіз створених в ІНМ баз даних DBF-формату та баз знань формату MySQL , аналіз функціонування програмних пошукових систем, розроблених на основі цих баз даних з метою управління науковою діяльністю інституту, а також з метою оптимізації управління його фінансовою, обліковою та кадровою діяльністю, оптимізації програмного пошуку в предметній області «надтверді матеріали».*

***Ключові слова:*** *бази даних, бази знань, система пошуку, багаторівневий довідник, наукові напрями, DBF, MySQL, наукові документи.*

**Постановка задачі**. З метою управління науковою, планово-фінансовою, бухгалтерсько-обліковою та кадровою діяльністю в інституті надтвердих матеріалів (ІНМ) виникла необхідність в створенні відповідних баз даних для зберігання та використання необхідної інформації, а також у створенні систем обліку та пошуку. Крім того, виникла необхідність в систематизації та аналізі накопичених наукових знань у предметній області «надтверді матеріали» та в зберіганні та відкритому доступі до наукових публікацій і звітів різних наукових напрямів роботи інституту.

**Метод вирішення**. Методом вирішення таких завдань є розробка структури відповідних баз даних та створення на їх основі програмних систем управління науковою, фінансовою та кадровою діяльністю інституту. Відповідні програми системи спираються на

бази даних формату DBF для фінансової, облікової та кадрової інформації, а на бази даних формату MySQL – для інформації з наукової діяльності інституту. Всі програмні системи вміщують сервісні програми редагування, розрахунків, складання запитів, програми пошуку інформації в базах та програми друку знайденої інформації. Для розробки програм використовується мова Delphi 7 та мова PHP для баз даних, розміщених у відкритому доступі на інститутському сайті. Програмні системи управління науковою, фінансовою і кадровою діяльністю інституту та відповідні їм бази даних розміщені на внутрішньому сервері інституту (Windows 2003 Server, H:\PPO\); програмні системи пошуку в наукових базах, як і самі бази, розташовані на сайті ІНМ з доступом через інтернет (http://zois.ism.kiev.ua).

**Вирішення задачі.** В інституті надтвердих матеріалів створено і функціонує програмне забезпечення, яке охоплює наукові напрямки і завдання, роботу бухгалтерії, планового відділу, відділу кадрів, аспірантуру, відділ координації тощо. В свою чергу, програмне забезпечення інституту спирається на електронні бази даних відповідних структур та форматів. Бази даних наукової документації та архіву інституту розташовані в базі MySQL. Облікові бази даних планового відділу, бухгалтерії, відділу кадрів та інші мають структуру файлів dBASE формату DBF.

В ІНМ детально розроблена і створена знання-орієнтована інформаційна система ЗОІС, яка складається з програмного забезпечення та електронної бази знань у предметній області «надтверді матеріали». База знань розташована в межах бази даних MySQL із застосуванням технологій ADO.

Сама MySQL являє собою одну з найбільш поширених сьогодні систем управління базами даних в мережі Інтернет. Дана система використовується для роботи з досить великими обсягами інформації. Однак MySQL ідеально підходить як для невеликих, так і для великих інтернет-проектів. Надійність, висока швидкість і гнучкість - основні якості MySQL.

СУБД MySQL розгорнуто на термінальному і веб-серверах ІНМ. Це дозволяє виробляти заповнення і редагування баз даних ЗОІС за допомогою розробленого програмного забезпечення в локальній мережі інституту, а також, після розробки веб-інтерфейсу, проводити пошук і аналіз наукових документів в мережі Інтернет.

Структура бази знань ЗОІС складається з двох частин, пов'язаних між собою. Першу частину складає трирівнева структура баз даних онтології наукової діяльності ІНМ або так званий довідник наукових напрямів, другу частину – система взаємопов'язаних між собою баз даних, що становлять головну базу знань наукових документів (рис. 1).

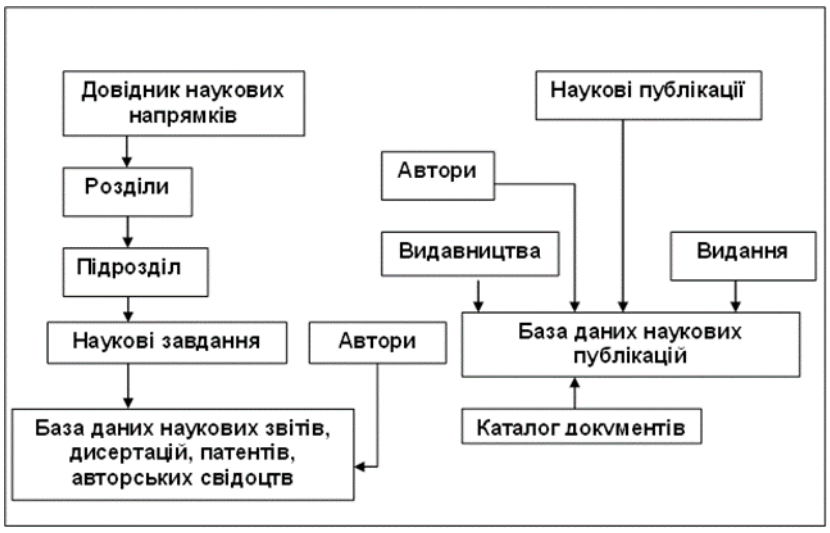



*Рис 1. Бази даних наукових документів ІНМ в СУБД MySQL*

Трирівневий довідник наукових напрямків є онтологією предметної області «надтверді матеріали» і складається з розділів, підрозділів і наукових напрямів (завдань) діяльності інституту. Перший рівень – розділи – включає напрямки науково-дослідної роботи ІНМ, затверджені Президією НАН України, другий рівень – підрозділи, та третій рівень – основні наукові напрями діяльності відділів інституту або так звані завдання відділів.

Третій рівень, крім назв наукових напрямів, включає в себе ретельно підібрані набори ключових слів, які найбільш коректно характеризують як напрями наукової діяльності інституту в цілому, так і наукові завдання відділів зокрема. На підставі сформульованого набору ключових слів проведено патентний пошук по методикам створення цифрових депозитаріїв, баз знань і онтологій. Використання проміжних реляційних баз при створенні загальної архітектури знання-орієнтованої інформаційної системи допомагає в подальшому створити дуже гнучкий програмний інтерфейс при її використанні. Це також дає можливість проведення швидких і успішних пошукових операцій в системі баз ЗОІС.

Програмна пошукова система створена на мові програмування PHP і орієнтована на пошук інформації у базах наукового архіву ІНМ та базах даних наукових публікацій ІНМ [1, 2]. Сама база MYSQL розміщена на веб-сервері ІНМ. При виклику пошукової системи (адреса сайту zois.ism.kiev.ua) на сервері відкривається головна сторінка з гіперпосиланнями до сторінки пошуку в знання-орієнтованій інформаційній системі наукового архіву ІНМ (пошук по звітах) і до сторінки з пошуковою системою у базах даних наукових публікацій ІНМ (пошук по публікаціях) (рис. 2).

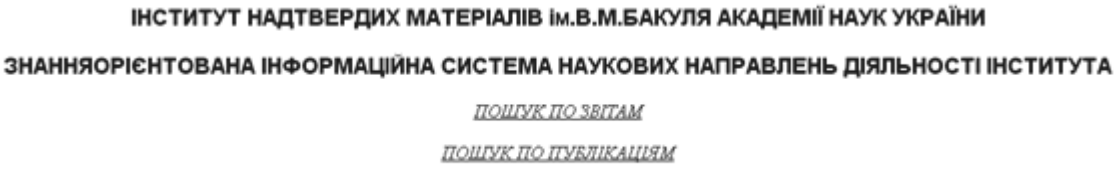



*Рис 2. Виклик головної сторінки пошукової системи*

При зверненні до баз даних наукового архіву системи ЗОІС через гіперпосилання здійснюється перехід або на сторінку пошуку по довіднику наукових напрямів системи ЗОІС, або на сторінку формування пошукового запиту за умовами в цій системі (рис. 3).

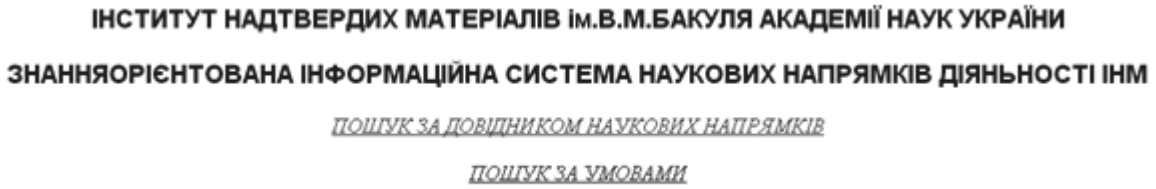



*Рис 3. Виклик сторінки пошукової системи наукового архіву ІНМ*

При переході на сторінку, що містить довідник наукових напрямів ІНМ, пошук інформації здійснюється згори-вниз, по трьом рівням довідника, шляхом вибору необхідного розділу наукового напряму зі списку розділів, підрозділу наукового напряму, що відповідає йому, зі списку підрозділів, і далі вибору наукового завдання зі списку наукових завдань, що відповідають вибраному підрозділу. На третьому рівні наукових завдань під кожним завданням автоматично формується перелік наукових документів, що відносяться до нього. Далі вибирається науковий документ, що цікавить користувача, і перехід на посилання «Відкрити документ в новому вікні» (рис. 4).

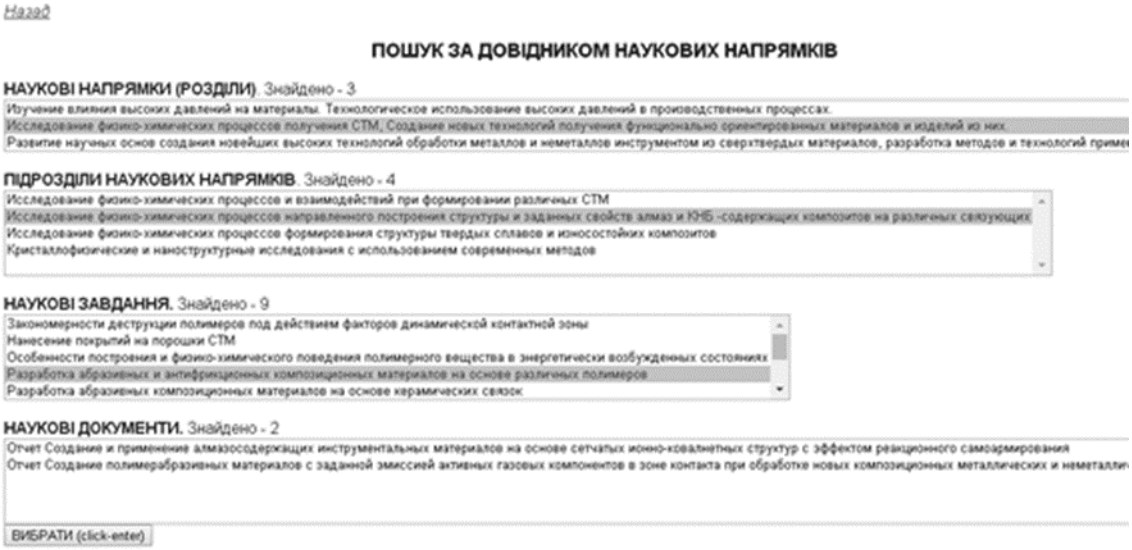



*Рис 4. Виклик сторінки пошуку по довіднику наукових напрямів ІНМ*

Результатом пошуку буде відкрита сторінка, що містить інформацію про науковий документ з гіперпосиланням на файл, який містить повний текст документу (рис. 5).

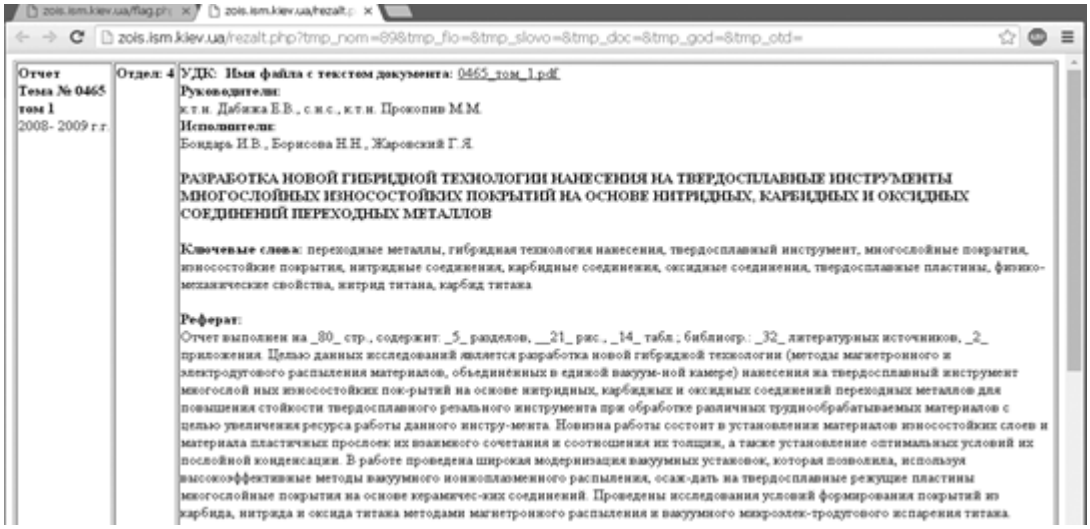



*Рис. 5. Виклик сторінки з інформацією про науковий звіт архіву ІНМ*

Пошук у базах наукового архіву за умовами або ключовими словами здійснюється через сторінку формування пошукового запиту на веб-сервері [2]. Вхідними даними пошукового запиту можуть бути ключові слова, відділ, ПІБ керівника або виконавця, вид документу, рік публікації, які вводяться в командний рядок запиту, розташований вгорі сторінки, за допомогою кнопки управління «Ввести дані для запиту» (рис. 6).

Результатом пошуку буде автоматичне формування списку наукових документів, що задовольняють умовам запиту (рис. 6). За допомогою гіперпосилання «Відкрити документ в новому вікні», як і в першому випадку, здійснюється перехід на сторінку, що містить інформацію про вибраний науковий документ (рис. 5).

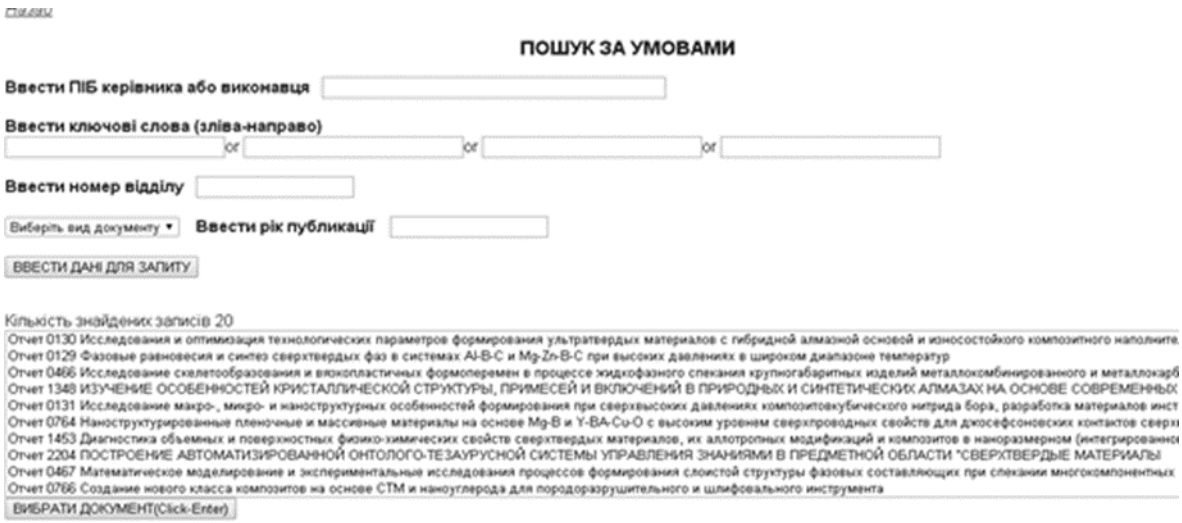



*Рис. 6. Виклик сторінки формування пошукового запиту наукового архіву*

У програмній системі пошуку наукових документів є перехід по гіперпосиланню на сторінку пошуку по базах даних наукових публікацій ІНМ, яка налічує близько 10000 наукових публікацій співробітників (рис. 1, 2). Пошуковий запит може формуватися за ключовими словами або умовами (рік публікації, період публікації, автор публікації, вид документу, назва видання наукового документу та назва видавництва документу) на веб-сторінці і надсилатися у вигляді параметрів командного рядка на веб-сервер [4]. Після посилання сформованого пошукового запиту на веб-сервер здійснюється зворотне відсилання результатів пошуку у вигляді переліку наукових документів на сторінку користувачеві (рис. 7).

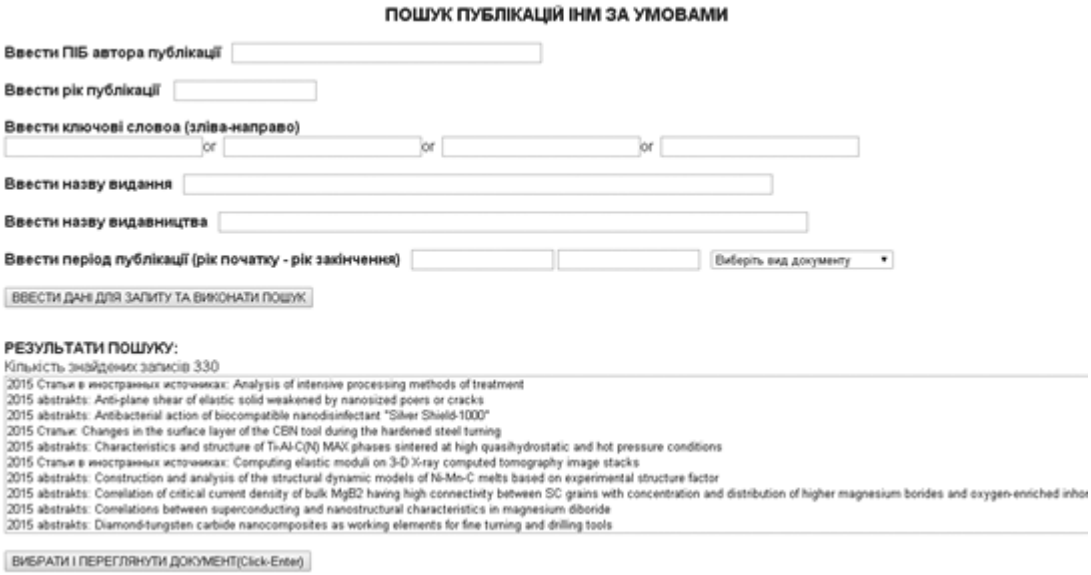



*Рис. 7. Формування пошукового запиту для бази даних наукових публікацій*

Вибираючи потрібний науковий документ з переліку, користувач через гіперпосилання відкриває нову сторінку з інформацією про вибраний документ (рис. 8).

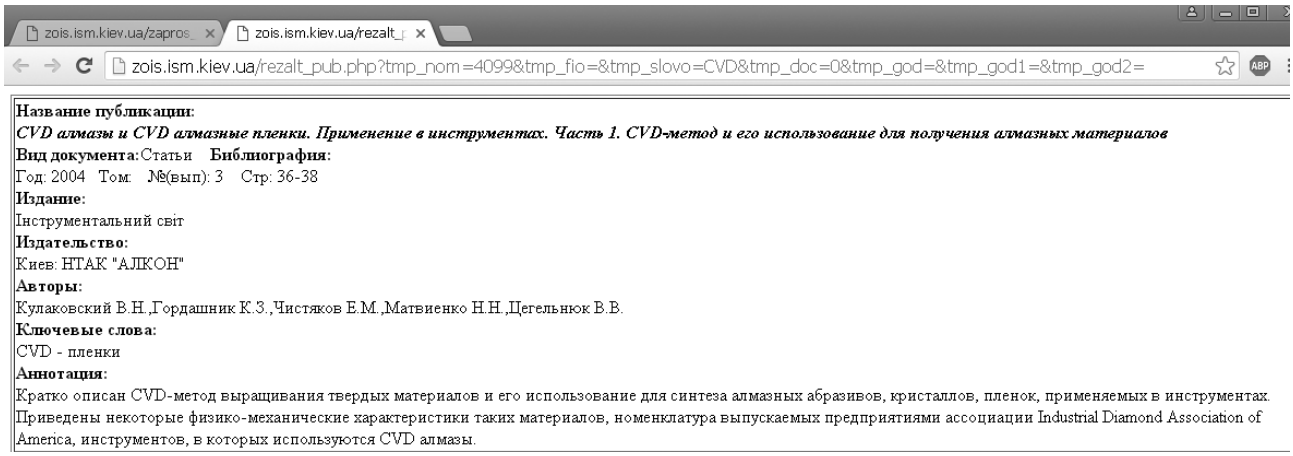



*Рис. 8. Сторінка з інформацією про науковий документ*

Програмні системи і бази даних адміністративних підрозділів і бухгалтерії ІНМ відносяться до систем управління базами даних (СУБД) dBASE і розташовані в файлах формату DBF (рис. 9).

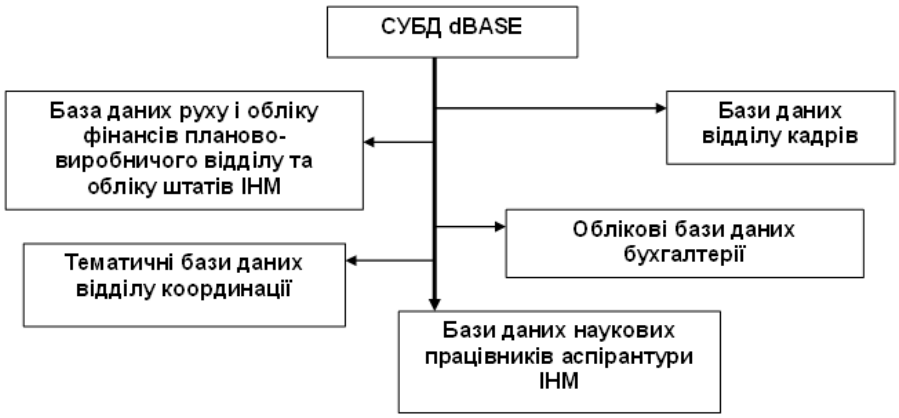



*Рис. 9. СУБД dBase ІНМ*

Формат DBF належить до форматів зберігання даних; його використовують в ролі одного з декількох стандартних методів зберігання і передачі інформації за допомогою систем управління базами даних, електронних таблиць і так далі. Цей формат є звичайним плоским файлом *.dbf [5]. Записи розташовані в порядку додавання, оскільки нові записи поміщаються завжди в кінець файлу. Якщо Ви хочете переглядати записи в порядку, відмінному від природного, то Ви повинні побудувати індекс. Індекс має структуру B-дерева, елементами якого є ключові значення і номери відповідних записів в DBF-файлі. Таким чином, при пошуку або перегляді даних за індексом з індексу береться номер запису, відповідний конкретному значенню ключа, і здійснюється вибірка потрібної записи з DBF-файлу.

На цьому принципі побудовані пошукові операції програмних облікових систем бухгалтерії, планового відділу, відділу кадрів та інших структур інституту [1]. Оскільки бази даних цих структур інституту не є великими, для вирішення економічних завдань, організації структури баз, посилального зв'язку, зберігання інформації і системи пошуку використання формату DBF більш зручніше, ніж використання інших форматів, хоч DBF і вважається застарілим форматом [6]. Слід додати, що операції пошуку в цих програмних системах

організовані не тільки за допомогою індексних файлів, але й з використанням системи простих і складних SQL-запитів, а також об’єднання SQL-запитів, виходячи з того, що вибірки інформації з баз даних планових, бухгалтерських чи кадрових програмних систем бувають дуже складними. Організувати складні вибірки інформації зручніше в базах даних DBF-формату, виходячи з його простої організації. Такі складні вибірки часто використовуються для автоматичного формування і генерації планових, бухгалтерських та кадрових звітів в програмних системах інституту.

Дуже важливо, що DBF-формат баз даних інституту дозволяє використовувати доступ до записів в базах на фізичному рівні. Це буває необхідно для знаходження і виправлення помилок безпосередньо в конкретному записі бази даних. Відкрити DBF в операційній системі Windows для перегляду і редагування можливо за допомогою такого програмного забезпечення як Microsoft Excel і Microsoft Access або DBF Viewer Plus, DBFShow, Visual FoxPro тощо.

**Висновки**

Розроблений програмний комплекс автоматизації управління інформацією ІНМ дозволив автоматизувати облік фінансових операцій для планового відділу, генерацію фінансових звітів, бухгалтерський облік, керування кадрами (автоматизація кадрових наказів, облік співробітників), обмін даними між відділом кадрів та плановим відділом. Розміщена на веб-сайті ІНМ пошукова система значно прискорила пошук інформації з публікацій співробітників та звітів по темам. Система автоматизації управління інформацією у ІНМ побудована з використанням двох мов програмування (Delphi, PHP) та двох систем керування базами даних (dBase, MySQL). Для активного і швидкого пошуку в базах даних та генерації на основі цього програмних звітів оптимізовано організацію структури баз і спрощено формування зв’язків між ними, а також використовуються оптимально сформовані індексні файли і ключі для пошуку в БД. Велике значення для швидкого пошуку інформації щодо контексту має використання можливостей мови запитів до баз даних SQL – а саме створення складних запитів та об'єднання декількох запитів. Використання DBF-формату не втратило своєї актуальності у деяких випадках, де використання MySQL недоцільно.

**V.V. Tsehelniuk, I. V. Skvortsov, V. M. Kulakivskyy**
*V. Bakul Institute for Superhard Materials of the National Academy of Sciences of Ukraine*

**AUTOMATION OF MANAGEMENT PROCESSES OF SCIENTIFIC, PLANNING AND FINANCIAL ACCOUNTING AND PERSONNEL ACTIVITIES OF THE INSTITUTE OF SUPERHARD MATERIALS**

*The subject of the research of the article is the analysis of the DBF-format databases and knowledge bases of the MySQL format created in the OSI, the analysis of the functioning of software search systems developed on the basis of these databases in order to manage the scientific activities of the institute, as well as to optimize the management of its financial, accounting and personnel activities, and to optimize program search in the subject area «superhard materials».*

***Key words:*** *databases, knowledge bases, search system, multi-level directory, research areas, DBF, MySQL, scientific documents.*

**Література**

1. Цегельнюк В.В., Кулаковский В.Н. Система управления базами данных Института сверхтвердых материалов им. В.Н. Бакуля НАН Украины // Інструментальний світ. – 2010. – № 4 (48). – С. 37–38.

2. Кулаківський В.М., Скворцов И.В., Цегельнюк В.В. Інформаційна система керування науковими даними у предметній галузі «Надтверді матеріали». // Штучний інтелект. – 2015. – № 3-4. – С. 160–166.
3. Кулаковский В.Н., Цегельнюк В.В., Скворцов И.В. Поиск научной документации в информационной системе управления научными данными в предметной области «Сверхтвердые материалы» / Проблемы информатики и компьютерной техники (ПИКТ – 2016): Труды V-ой Международной научно-практической конференции. – Черновцы, 2016. – С.155–157.
4. Кулаковский В.Н., Колодницкий В.Н., Цегельнюк В.В., Скворцов И.В. Об одном подходе к построению информационной системы управления научными знаниями в предметной области «Сверхтвердые материалы» // Сверхтвердые материалы. – 2016. – № 6. – С. 66–69.
5. DBF [Електронний ресурс]. – Режим доступу: https://dic.academic.ru/dic.nsf/ruwiki/197089/.
6. Особенности внутренней организации таблиц dBase и Paradox. [Електронний ресурс]. – Режим доступу: http://www.hardline.ru/2/22/664/.

*Надійшла 16.09.22*

**References**

1. Cegelniuk, V.V. & Kulakovskii, V.N. (2010). Sistema upravleniia bazami dannykh Instituta sverhtverdykh materialov im. V.N. Bakulia NAN Ukrainy [Database management system of the V.N. Bakul Institute for Superhard Materials of National Academy of Sciences of Ukraine]. *Instrumentalnyi svit – Instrumental world, 4, 37–38* [in Russian].
2. Kulakivskyi, V.M., Skvortsov, I.V. & Cegelniuk, V.V. (2015). Informaciina systema keruvannia naukovymy danymy u predmetnii galuzi «Nadtverdi materialy». *Shtuchnyi intellekt – Artificial intelligence, 3-4, 160–166* [in Ukrainian].
3. Kulakovskii, V.N., Cegelniuk, V.V. & Skvortsov, I.V. (2016). Poisk nauchnoi dokumentazii v informacionnoi sisteme upravleniia nauchnymi dannymi v predmetnoi oblasti «Sverkhtverdye materialy» [Search for scientific documentation in the information management system for scientific data in the subject area «Superhard materials»]. Proceedings from Problems of informatics and computer technology'16: *V Mezhdunarodnaia nauchnoprakticheskaia konferentsiia (2016 hod) – 2nd International Scientific and Practical Conference.* (pp. 155–157). Chernovtsy [in Russian].
4. Kulakovskii, V.N., Kolodnickii, V.N., Cegelniuk, V.V. & Skvortsov, I.V. (2016). Ob odnom podkhode k postroeniiu informacionnoi sistemy upravleniia nauchnymi znaniiami v predmetnoi oblasti «Sverkhtverdye materialy» [About one approach to the construction of an information system for managing scientific knowledge in the subject area «Superhard materials». *Sverkhtverdye materialy – Superhard materials, 6, 66–69* [in Russian].
5. DBF (n.d.). *dic.academic.ru*. Retrieved from https://dic.academic.ru /dic.nsf/ruwiki/197089/ [in Russian].
6. Osobennosti vnutrennei organitsii tablits dBase i Paradox [Features of the internal organization of dBase and Paradox tables] (n.d.). *hardline.ru*. Retrieved from http://www.hardline.ru/2/22/664/ [in Russian].

УДК 004.738.5-004.732-621.391 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-14-20

**В.М. Кулаківський**, канд. техн. наук; **О.М. Давидов**, **І.В. Скворцов,** інженери

*Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська 2, 04074, м. Київ, e-mail: ivan@ism.kiev.ua*

# ВИКОРИСТАННЯ РЕКУРСИВНОЇ МАРШРУТИЗАЦІЇ ДЛЯ РЕЗЕРВУВАННЯ ТА БАЛАНСУВАННЯ НАВАНТАЖЕННЯ МІЖ КАНАЛАМИ ДЛЯ РОЗПОДІЛЕНОЇ ГЕТЕРОГЕННОЇ МЕРЕЖІ ПІДПРИЄМСТВА НА ПРИКЛАДІ МЕРЕЖІ ІНМ НАН УКРАЇНИ

*Предметом дослідження статті є взаємодія локальної комп'ютерної мережі Інституту надтвердих матеріалів із глобальною мережею Internet. Метою дослідження є оптимізація взаємодії локальної та глобальної комп'ютерних мереж, балансування навантаження між каналами зв'язку із глобальною мережею. Надано рекомендації щодо налаштування маршрутизації в мережі, підвищення надійності зв'язку між локальною та глобальною мережами.*

***Ключові слова:*** *рекурсивна маршрутизація, балансування навантаження, інтернет трафік, routerOS, ECMP.*

**Постановка задачі.** Одна з найважливіших характеристик локальної обчислювальної мережі підприємства – це надійність зв’язку локальної мережі (intranet) з глобальною мережею (internet). А забезпечення безперебійного доступу до Internet на даний час є особливо важливим. Зазвичай це питання вирішується створенням декількох незалежних підключень до глобальної мережі Інтернет. Мережа нашого інституту належить до середніх або великих локальних мереж (близько 300 користувачів). На даний час корпоративні мережі таких розмірів мають, як правило, не менше двох незалежних підключень. Надалі ми будемо використовувати назву «*Підключення1»* для основного каналу та «*Підключення2*» для резервного каналу. На перших етапах побудови мережі ІНМ НАНУ ми використовували у якості маршрутизаторів сервери на платформах x86 та x64 під керуванням *FreeBSD (4.0 4.3, 6.2, 12)*. Однак дана операційна система, як і інші серверні ОС для платформи x86/x64, не мали (і не мають досі) вбудованих засобів для зручного перемикання між каналами, отже, для перемикання у разі відмов одного з каналів було необхідно або ручне втручання, або використання написаних скриптів.

**Метод вирішення.** Використання апаратних маршрутизаторів. Найбільш доступні на українському ринку маршрутизатори, які дозволяють гнучке конфігурування згідно з нашими завданнями – це сімейство маршрутизаторів *MikroTik.*

Обидва способи – і ручне втручання, і використання скриптів – мають суттєві недоліки, тому зі зростанням локальної мережі ІНМ став здійснюватися поетапний перехід на апаратні маршрутизатори *MikroTik* під керуванням *RouterOS*. *RouterOS* має вбудовані засоби моніторингу шлюзів:

1) за допомогою пошуку в таблиці *arp* (таблиці відповідностей фізичних адрес мережевих пристроїв та IP адрес);

2) за допомогою ping (утиліта для перевірки з'єднань у мережах *TCP/IP*).

Для використання цих засобів достатньо встановити два (або більше) *default route* (маршрут за замовчуванням) на *Підключення1* і *Підключення2* з різними метриками. За такої конфігурації трафік відправлятиметься через основний канал – маршрут з меншою метрикою. У разі відмови основного каналу, коли *ping* на його шлюз за замовчуванням зникає, маршрут стає неактивним, і трафік перенаправляється через резервний канал. Таким чином, немає

необхідність ручної зміни *default route*. Однак це тільки часткове вирішення проблеми резервування каналів доступу до Інтернету. Проблема в тому, що така конфігурація дозволяє відслідковувати лише стан каналу до найближчого шлюзу *default route*. У разі проблем або із зовнішнім каналом самого *uplink*-провайдера, або навіть далі, на магістральному каналі Інтернет (таке хоч і дуже рідко, але все ж таки трапляється) дана конфігурація не зможе автоматично переключитися з основного каналу на резервний або навпаки, оскільки *default router* відповідатиме на запити *ping*. Зазвичай таке завдання вирішується за допомогою різних протоколів динамічної маршрутизації [1]. Однак для їх використання необхідне бажання *uplink*-провайдерів, а вони не завжди мають бажання та технічну можливість анонсування своїх маршрутних таблиць – наприклад, дана конфігурація може бути не передбачена автоматизованою системою управління політикою мережі.

**Вирішення задачі.** Обладнання *MikroTik* дає можливість вносити рекурсивні маршрути вручну, як статичні, і при цьому перевіряти їх працездатність за допомогою *ping*. Для реалізації цієї можливості в налаштуваннях маршрутизатора *MikroTik* передбачені два параметри: «*scope*» – «поточна область маршруту», та «*target scope*» – «область пошуку». Будь-який маршрут має свої *scope* і *target-scope*. Для рекурсивних *default route* у різних джерелах (Інтернеті або документації), зокрема тут [2–4], можна зустріти рекомендацію використовувати «високодоступні» хости, наприклад, DNS *Google* 8.8.8.8, 8.8.4.4 або *Cloudflare* DNS 1.1.1.1 . На наш погляд, дана рекомендація має певний мінус: дані DNS-сервера нерідко використовуються як у налаштуваннях сервера *DHCP* як на самому центральному маршрутизаторі, так і на «малих» маршрутизаторах підключених клієнтів і навіть на робочих станціях, і при відмові каналу одного з провайдерів визначення стане недоступними. Тому в нашому випадку було взято сервер dns для доменної зони *com.ua*, що знаходиться в США, в Санта-Кларі – *ua-ba1.na.colo.net* (74.123.224.37). Це досить «далеко» від нашої мережі, що певною мірою забезпечує показник надійності: якщо даний сервер доступний, тобто ping на нього проходить, можна вважати, що і «весь Інтернет» через даний канал підключення доступний. Крім того, хости за запитами DNS до кореневих серверів звертаються порівняно нечасто – в більшості випадків дана інформація зберігається в кеші dns, а якщо й станеться так, що цей сервер не буде доступний, тобто інші основні авторитативні сервери dns для доменів верхнього рівня. Звичайно, тільки *ping*, без додаткових параметрів, недостатньо ефективний, проте це краще, ніж взагалі нічого. Другий маршрут можна вказати і більшою метрикою, просто з моніторингом шлюзу за замовчуванням: якщо вже так станеться, що відмовить одночасно 2 канали доступу, то тут не допоможуть ніякі «хитрощі». Методика даного налаштування детально описана у різних блогах, на форумах в Інтернеті та в офіційній документації для *MikroTik* у прикладах [4], тому не будемо зупинятися на ній детально. Зазначимо лише загальне правило: значення *target scope* має бути **більшим або рівним**, ніж *scope* попереднього маршруту. Значення за замовчуванням для статичних маршрутів *scope = 30, target-scope = 10*. Отже, зі значеннями за замовчуванням маршрути не працюватимуть, як рекурсивні – значення *scope* та *target scope* необхідно корегувати вручну. Для маршруту до сервера dns нами було обрано значення *scope = 10, target-scope = 10,* для *default route – scope = 30, target-scope = 11*. Тим самим було досягнуто досить ефективне і надійне резервування каналів доступу до Інтернету: достатньо «віддалене» розташування точки моніторингу гарантує доступність, інакше основний канал переключається на резервний.

Однак у процесі спостереження за трафіком у мережі ми дійшли висновку, що цього недостатньо. Недоліки такої конфігурації:

1) у разі відмови зовнішнього магістрального каналу на США uplink-провайдера, у нашому випадку це *Підключення1*, або навіть за його межами, або проблем на самому сервері *ua-ba1.na.colo.net* (74.123.224.37) цей маршрут як непрацездатний і переключить увесь трафік на резервний канал, незважаючи на те, що сама мережа *Підключення1* залишалася б робочою;

2) швидкість резервного каналу вчетверо менша, ніж основного, проте у цій конфігурації він буде "простоювати", бо через нього будуть відправлятися лише контрольні ping-запити на сервер, а незважаючи на меншу швидкість, було б бажано, щоб він також використовувався, а не просто простоював в очікуванні відмови основного каналу.

Зазвичай для досить великих мереж, що мають власні, зареєстровані в *RIPE*, номери автономної системи (AS), таке завдання також вирішується за допомогою протоколу *BGP*, точніше *E-BGP* – протоколу граничного шлюзу [5], зовнішньої версії, для маршрутизації між *AS* [1, 6]. Однак зовнішній блок IP-адрес, що використовується в корпоративних мережах середніх масштабів, як правило, становить до 30 адрес (у *CIDR* підмережа /27); реєструвати окрему AS для такого блоку неможливо. Альтернативні ж рішення – використання «приватних» номерів AS, або маршрутизація всередині самої *AS* з використанням внутрішньої версії протоколу *BGP*, *I-BGP* – виявилися не передбаченими автоматизованою системою управління мережею uplink-провайдера *Підключення1*, тому основний uplink-провайдер відмовився анонсувати маршрути *BGP-4*.

Проте операційна система *RouterOS*, використовувана на маршрутизаторах *MikroTik*, як було зазначено у прикладі з *default route*, дозволяє реалізувати статичну маршрутизацію з допомогою рекурсивних статичних маршрутів. Отже, є можливість запровадити статичні маршрути для потрібних мереж, причому так, щоб працездатність даних статичних маршрутів також перевірялася за допомогою *ping*. Цей підхід і був реалізований під час заповнення статичних маршрутів на центральному, тобто безпосередньо підключеним до обох мереж uplink-провайдерів.

Перший і найбільш очевидний крок – це прописування статичних маршрутів до мереж, що входять в AS безпосередньо підключених uplink-провайдерів. Така інформація доступна за допомогою on-line служб як самої *RIPE*, так і інших – зокрема, *2ip.ua* або *db-ip.com*. Оскільки анонсування даних таблиць «зовні» не передбачається, можливе використання досить великих агрегатів маршрутів [6, с. 185].

При цьому на виборі IP-адреси хоста для перевірки доступності маршрутів слід зупинитися більш детально. Звичайно, в ідеалі було б варто для перевірки доступності конкретної мережі використовувати IP-адресу максимально доступного хоста з цієї мережі. Однак таке не завжди є можливим. Якщо в даній мережі за допомогою мережевих утиліт *nslookup* або *dig* вдається виявити сервер *WWW*, *DNS* або інших Інтернет-служб, то з досить великою ймовірністю можна вважати, що цей хост буде доступним практично 24/7, і його можна використовувати для перевірки доступності мережі. Найчастіше такий хост виявити не вдається. Крім того, для такого рішення необхідно попередньо вказувати, якщо, звичайно, це вже не було зроблено шляхом агрегації маршрутів, окремий маршрут до даного хосту, що збільшує розмір таблиці маршрутизації і, відповідно, обсяг необхідної ручної роботи. В цьому випадку доводиться перевіряти маршрут за допомогою утиліти *traceroute* та за результатами трасування вирішувати, чи перевіряти найближчий до цієї мережі маршрутизатор, або навіть магістральний вузол найближчої мережі uplink-провайдера. Звичайно, у разі використання вузлів самого uplink-провайдера існує ймовірність того, що в разі відмови «далі» хоста, що перевіряється, дана мережа виявиться недоступною у разі проблем у мережі самого uplink-провайдера: *ping* на даний проміжний хост буде проходити, проте мережа за ним буде недоступною, якщо до цієї мережі немає інших альтернативних маршрутів у тій самій мережі uplink-провайдера. Якщо ця мережа є «шлейфною» [1, 7], тобто має лише одне з'єднання з глобальною мережею Інтернет, це не має значення, оскільки при відмові єдиного з'єднання мережа буде недоступною у будь-якому випадку, за будь-яких записів таблиці маршрутів. Однак у випадку, якщо у цієї мережі все ж таки є альтернативні маршрути, і ці маршрути не анонсуються *AS* uplink-провайдера, то можливі проблеми з доступом. Якщо ж як хост для ping вказати більш «віддалений» хост, то є ймовірність «хибної відмови» даного маршруту: якщо через відмову каналу за межами мережі маршрут до цієї мережі виявляється неактивним.

Доводиться шукати якийсь компроміс, враховуючи належність мережі – цю інформацію можна отримати або через он-лайн службу 2ip.ua, або, наприклад, за іменами зворотнього перетворення dns в процесі виконання трасування, а також враховуючи довжину префікса мережі – відсутність порівняно невеликої мережі з префіксом /24 менш критична, ніж більшою.

Далі заповнення таблиці маршрутизації здійснювалось виходячи з політики анонсування маршрутних таблиць, взятої з *2ip.ua*. При цьому, з метою зменшення числа записів, застосовувалася більша агрегація, аж до префікса /3 – незважаючи на те, що при цьому включалися можливі "чужі" підмережі. В даному випадку це навіть корисно, оскільки як default route вказано gateway «резервного» uplink, і на ті «чужі» підмережі трафік буде направлено також через "основний" канал. Крім того, у разі великих агрегатів маршрутів вказують 2 або більше альтернативних маршрутів з різними метриками, вказуючи при цьому як *next-hop* для ping 2 різних, що знаходяться досить «далеко», за даними traceroute, хоста – це гарантує досить надійний «захист» від хибної відмови даних маршрутів. Також окремо вказані рекурсивні статичні маршрути до найбільш відомих джерел трафіку – зокрема, позитивною виявилася обставина, що *cdn*-сервери відеохостингу *YouTube* знаходяться в межах AS основного uplink-провайдера (*Підключення1*). Також вказані маршрути до відомих мереж: UA-IX (українська точка обміну Інтернет-трафіком), мережі доставки контенту *CloudFlare, Clarivate* (*Web of Science*) та інших. Для контролю доступності мереж у сумнівному випадку краще вказувати *ping next-hop* далі, бо при перемиканні на резервний канал мережа все одно залишиться доступною, в той час як якщо *next-hop* буде досить близьким, є ймовірність того, що маршрут виявиться активним, проте через проблеми далі IP-адреси next-hop мережа виявиться недоступною.

**ECMP протокол.** Окремо слід зупинитися на технології *ECMP*, точніше, на її реалізації в *RouterOS MikroTik*. Технологія ECMP (Equal Cost Multipath Routing) дозволяє теоретично балансувати трафіком між двома або більше шлюзами за алгоритмом «round robin» або «по пакетах», або «по потоках», детальніше [8]. Однак при цьому в реалізації *ECMP RouterOS* не працює перевірка працездатності каналу за допомогою arp або ping [8, 9, 10]. Однак цей мінус також можна компенсувати саме встановленням рекурсивних маршрутів, тому що в разі падіння одного з каналів роутер автоматично переключить рекурсивний маршрут на інший інтерфейс. Однак використання даної технології на більшості маршрутів недоцільне з таких причин:

1) внаслідок використання технології *NAT* та протоколу *TCP*, коли з'єднання встановлюється між конкретними хостами, трафік просто не може балансуватися між різними інтерфейсами, доки сеанс *TCP* не буде завершений і не буде ініційований новий.

2) пропускна спроможність каналів *Підключення1* (основне) і *Підключення2* (резервне) помітно відрізняються, тому ділити весь трафік «наполовину» за алгоритмом «*round robin*» також недоцільно.

Виходячи з цього, *ECMP*-маршрути встановлювали не на всі мережі, а на деякі, зокрема на мережу *YouTube*. За спостереженнями за характером трафіку, багато користувачів переглядають відео *YouTube* за допомогою мобільних гаджетів – при цьому використовується протокол *udp*, а не *tcp*, а отже, передача пакетів може здійснюватися через різні канали за алгоритмом «round robin», оскільки протокол udp працює без встановлення з'єднання. Також вони були встановлені на AS сервера конференцій *Zoom*, оскільки даний сервіс став стандартом «де-факто» для дистанційного проведення різноманітних зустрічей – голосовий та відеотрафік також передається за протоколом udp [11]. Для компенсації ж відмінності у пропускній спроможності каналів можна також вказати кілька «рекурсивних» шлюзів, маршрути на які вказують на інтерфейс основного каналу *Підключення1* – у разі відмови одного з каналів він автоматично переключиться на резервний канал *Підключення2*.

**Висновок**

Таким чином, можна зробити висновок, що встановлення статичних рекурсивних маршрутів, хоча повною мірою і не замінює протокол міждоменної динамічної маршрутизації E-BGP, є простішим в реалізації і не вимагає прямого узгодження з технічною службою uplink-провайдерів та реєстрації унікальної AS, дозволяючи при цьому організувати резервування маршрутів та балансування трафіку між різними каналами. Крім того, цей спосіб має достатню масштабованість, бо досить просто організувати резервування та балансування трафіку більш ніж між двома підключеннями.

Ця технологія була реалізована при підключенні розподіленої гетерогенної корпоративної мережі *Інституту надтвердих матеріалів НАН України* [12], а також дочірніх підприємств.

**V. M. Kulakivskyy, O. M. Davydov , I. V. Skvortsov**
*V. Bakul Institute for Superhard Materials of the National Academy of Sciences of Ukraine*

**APPLYING OF RECURSIVE ROUTING FOR REDUNDANCY AND LOAD BALANCING FOR A DISTRIBUTED HETEROGENEOUS NETWORK OF AN ENTERPRISE ON THE EXAMPLE OF V.BAKUL INSTITUTE FOR SUPERHARD MATERIALS**

*The article's subject of the study is the interaction of the local computer network of the Institute of Superhard Materials with the global Internet network. The purpose of the study is to optimize the interaction of local and global computer networks, as well as to balance the load between channels of communication with the global network. Recommendations are given for setting up routing in the network, increasing the reliability of communication between local and global networks.*

***Key words:*** *recursive routing, load balancing, internet traffic, routerOS, ECMP.*

**Література**

1. Хелеби С., Мак-Ферсон Д. Принципы маршрутизации в Internet. – М: Издательский дом «Вильямс», 2001. – 448 с.
2. Основы статической маршрутизации в Mikrotik RouterOS [Електронний ресурс]. – Режим доступу: https://temofeev.ru/info/articles/osnovy-staticheskoy-marshrutizatsii-v-mikrotik-routeros/.
3. Резервирование каналов в Mikrotik при помощи рекурсивной маршрутизации [Електронний ресурс]. – Режим доступу: https://interface31.ru/tech_it/2020/04/rezervirovanie-kanalov-v-mikrotik-pri-pomoshhi-rekursivnoy-marshrutizacii.html.
4. Manual: Using scope and target-scope attributes [Електронний ресурс]. – Режим доступу: https://wiki.mikrotik.com/wiki/Manual:Using_scope_and_target-scope_attributes.
5. A Border Gateway Protocol 4 (BGP-4) [Електронний ресурс]. – Режим доступу: https://datatracker.ietf.org/doc/html/rfc4271.
6. Манн С., Крелл М. Linux. Администрирование сетей TCP/IP. – М.: ООО «Бином-Пресс», 2003. – 656 с.
7. Остерлох Х. Маршрутизация в IP-сетях. Принципы, протоколы, настройка. СПб.: ООО «ДиаСофтЮП», 2002. – 512 с.
8. Сибгатулин М. ECMP и превратности балансировки на сетевом оборудовании [Електронний ресурс]. – Режим доступу: https://nag.ru/material/36217.
9. Mikrotik. Failover. Load Balancing [Електронний ресурс]. – Режим доступу: https://habr.com/ru/post/244385/.
10. ECMP load balancing with masquerade [Електронний ресурс]. -- Режим доступу: https://wiki.mikrotik.com/wiki/ECMP_load_balancing_with_masquerade.
11. Koryachko V., Perepelkin, D., Perepelkin D., Saprykin A. Ivanchikova M. Development of Cloud Video Conferencing System Based on Two-Phase Routing Networks / 2021 10th

Mediterranean Conference on Embedded Computing (MECO), 07-10 June 2021, Budva, Montenegro. – IEEE, 2021. – INSPEC Accession Number: 20738312; DOI: 10.1109/MECO52532.2021.9460189.

12. Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України [Електронний ресурс]. – Режим доступу: http://www.ism.kiev.ua.

*Надійшла 15.09.22*

## References

1. Helebi, S. & Mak-Ferson, D. (2001). *Principy marshrutizatsii v Internet [Internet Routing Principles]*. Moskva: Vilyams [in Russian].
2. Osnovy staticheskoi marshrutizatsii v Mikrotik RouterOS [Basics of Static Routing in Mikrotik RouterOS]. (n.d.). *temofeev.ru*. Retrieved from https://temofeev.ru/info/articles/osnovy-staticheskoy-marshrutizatsii-v-mikrotik-routeros/ [in Russian].
3. Rezervirovanie kanalov v Mikrotik pri pomoshchi rekursivnoi marshrutizatsii [Reserving channels in Mikrotik using recursive routing]. (n.d.). *interface31.ru*. Retrieved from https://interface31.ru/tech_it/2020/04/rezervirovanie-kanalov-v-mikrotik-pri-pomoshhi-rekursivnoy-marshrutizacii.html [in Russian].
4. Manual: Using scope and target-scope attributes. (n.d.). *wiki.mikrotik.com*. Retrieved from https://wiki.mikrotik.com/wiki/Manual:Using_scope_and_target-scope_attributes.
5. A Border Gateway Protocol 4 (BGP-4). (n.d.). *datatracker.ietf.org*. Retrieved from https://datatracker.ietf.org/doc/html/rfc4271.
6. Mann, S. & Krell, M. Linux. (2003). *Administrirovanie setei TCP/IP [TCP/IP network administration]*. Moskva: «Binom-Press» [in Russian].
7. Osterloh, H. (2002). *Marshrutizatsiia v IP-setsakh. Printsipy, protokoly, nastroika [Routing in IP networks. Principles, protocols, customization]*. Sankt-Peterburh: DiaSoftYuP [in Russian].
8. Sibgatulin, M. *ECMP i prevratnosti balansirovki na setevom oborudovanii [ECMP and the vicissitudes of balancing on network equipment]*. (n.d.). *nag.ru*. Retrieved from https://nag.ru/material/36217 [in Russian].
9. Mikrotik. Failover. Load Balancing. (n.d.). *habr.com*. Retrieved from https://habr.com/ru/post/244385/
10. ECMP load balancing with masquerade. (n.d.). *wiki.mikrotik.com.* Retrieved from https://wiki.mikrotik.com/wiki/ECMP_load_balancing_with_masquerade.
11. Koryachko V., Perepelkin, D., Perepelkin D., Saprykin A. Ivanchikova M. (2021). Development of Cloud Video Conferencing System Based on Two-Phase Routing Networks. Proceedings from 10th Mediterranean Conference on Embedded Computing (MECO)'21. (4 p.). IEEE.
12. Institut nadtverdikh materialiv im. V.M. Bakulia NAN Ukrainy [V.N. Bakul Institut for superhard materials of NAS of Ukraine]. (n.d.). *ism.kiev.ua*. Retrieved from http://www.ism.kiev.ua [in Ukrainian].

# Розділ 1

# *ПОРОДОРУЙНІВНИЙ ІНСТРУМЕНТ З НАДТВЕРДИХ МАТЕРІАЛІВ І ТЕХНОЛОГІЯ ЙОГО ЗАСТОСУВАННЯ*

УДК 621.921.34, 622.24.051 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-21-27

**О.М. Ісонкін, Г.Д. Ільницька**, кандидати технічних наук; **Г.А. Петасюк**, д-р техн. наук

*Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, м. Київ, вул. Автозаводська 2. E-mail: almis343@ukr.net*

# ДОСЛІДЖЕННЯ ВЗАЄМОЗВ'ЯЗКУ ВЛАСТИВОСТЕЙ АЛМАЗНИХ ШЛІФПОРОШКІВ З ХАРАКТЕРОМ ЇХНЬОГО ЗНОСУ ПРИ РУЙНУВАННІ ГІРСЬКОЇ ПОРОДИ

*Мета роботи, результати якої відображено в цій статті, полягала в зіставленні статичної міцності з геометричною формою проєкції зерен стандартних високоміцних алмазів і характером зносу їх ріжучої кромки.*

*Для досягнення поставленої мети після буріння алмазними імпрегнованими коронками, оснащеними високоміцними синтетичними алмазами, граніту Коростишівського родовища X категорії буримості з використанням растрового електронного мікроскопу Zeiss EVO 50 виконано дослідження характеру зносу алмазів. Дослідження морфології поверхні синтетичних алмазів АСТ200 показує, що сумарна кількість зерен високої міцності із проекцією у формі правильного шестикутника та квадрата складає 95–96 %. Зношування кристалів алмазу високої міцності згаданої форми зерен відбувається у результаті мікросколювань їх вершин за механізмом крихкого руйнування, внаслідок чого зерна набувають округлу форму і фрагментаційну поверхню конхоїдального типу.*

***Ключові слова**: синтетичні алмази, формоподібність проекції зерен, руйнування, характер зносу, бурові коронки.*

## Вступ

Продуктивність алмазного буріння і зносостійкість породоруйнівного інструменту при бурінні свердловин в твердих гірських породах значною мірою залежить від якості використовуваних для оснащення бурових коронок високоміцних синтетичних алмазів [1].

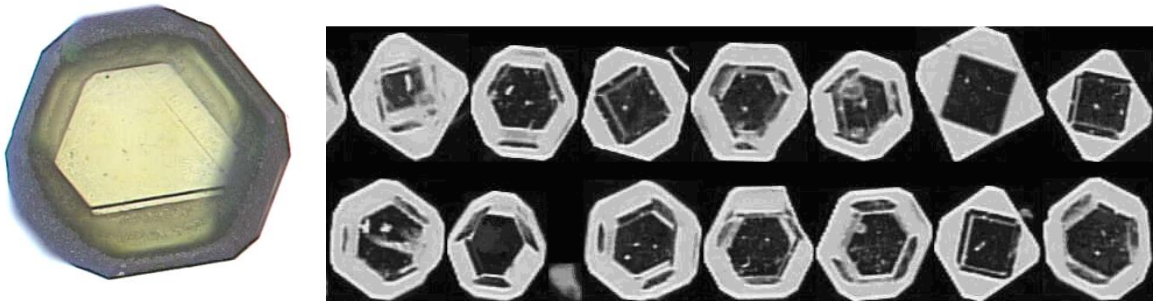
Основними характеристиками якості алмазних порошків АС160–АС300, які застосовують для оснащення породоруйнівного геологорозвідувального інструменту, є крупність (зернистість та зерновий склад) та міцнісні характеристики (міцність, однорідність порошку за міцністю, термостабільність).

Раніше проведеними дослідженнями встановлено, що для синтетичних алмазів 3D форма їх зерен є важливим методичним елементом при опосеред-кованому діагностуванні їх технологічних властивостей, морфометричних характеристик та характеристик різальних кромок. Відомо, що зерна високомі-цних шліфпорошків СА мають 3D форму переважно кубооктаедрів, рідше ніж октаедрів [2].

Особливістю цього дослідження формоподібності проекції зерен було те, що розглядався укрупнений перелік базових фігур аналогів (БФА) фактичної проекції зерен [3]. В цей перелік входило десять БФА з наступною нумерацією: 1 – овалоподібні фігури (коло та еліпс); 2 – прямокутник; 3 – ромб; 4 – рівнобедрена трапеція; 5 – квадрат, 6 – правильний п’ятикутник, 7 – правильний шестикутник; 8 – правильний восьмикутник; 9 – трикутник; 10 – паралелограм.

Дослідження форм проекції зерен, наведені в [4], свідчать про те, що для шліфпорошків алмазів разом зі збільшенням статичної міцності має місце тенденція до зростання показника формоподібності зерен до базової фігури аналогів (БФА) їх проекції у формі правильного чотирикутника та шестикутника. При цьому має місце тенденція до швидкого зростання міцності з уповільненням росту на фоні високого її значення в області більш високих марок АС125–АС200. Це свідчить про те, що наявність у складі шліфпорошка більшої кількості зерен із проекцією такої форми є ознакою високої статичної міцності.

У якості прикладу наведено фотографії окремих зерен шліфпорошку високоміцних марок (рис. 1).



*а* *б*

*Рис. 1. DiaInspect-фотографії зерен шліфпорошків АС200 500/400 з БФА у формі шестикутника (а) та з БФА у формі шестикутника та чотирикутника (б)*

У цій роботі зроблено спробу зіставити геометричну формоподібність проекції зерен синтетичних алмазів з характеристиками їхньої міцності та характером їх зносу при бурінні гірської породи алмазними коронками.

**Методи дослідження**

Об'єктом досліджень було обрано алмазні шліфувальні порошки зернистістю 500/400 і 400/315 мкм марки АС200. Автоматизовану діагностику морфометричних характеристик зерен шліфпорошків СА здійснювали за допомогою приладу *DiaInspect.OSM* [4].

Для отримання партії синтетичних алмазів з високою міцністю та низьким ступенем дефектності поверхні застосовували метод адгезійно–магнітного сортування вихідної партії алмазних шліфпорошків [5–8]. Випробування на статичну міцність проводили на приладах ДА-2, ДА-2М та ДДА-33 [9].

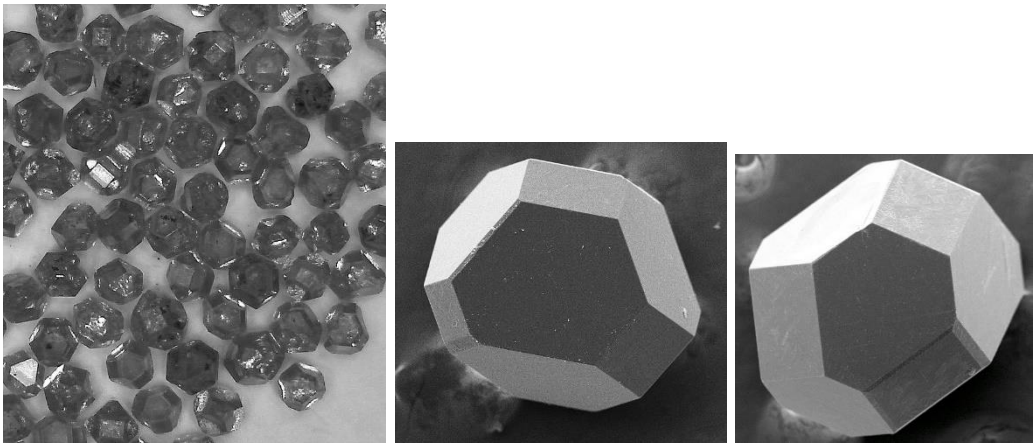
Бурові коронки, оснащені алмазами з відібраної партії, відпрацьовували в лабораторних умовах на поєднанні параметрів режиму буріння, які забезпечували найбільш ефективне руйнування гірської породи. Буріння з високою механічною швидкістю 4,8 м/год забезпечувало мінімальні витрати енергії на руйнування гірської породи та відповідало процесу роботи алмазних бурових коронок у виробничих умовах.

Характер зносу окремих ділянок робочої поверхні породоруйнівних елементів бурових коронок і поверхні алмазних зерен після буріння граніту Коростишівського родовища X категорії буримості досліджували на растровому електронному мікроскопі *Zeiss EVO 50*.

**Дослідження та результати**

Спочатку з вихідної партії алмазів кожної зернистості в результаті проведення адгезійно-магнітного сортування за величиною питомої магнітної сприйнятливості, вмісту домішок і включень в кристалах було відібрано партії синтетичних алмазів високої міцності і низьким ступенем дефектності поверхні.

Як видно із рис. 2, в більшості випадків кристали відібраних алмазів мають гладкі поверхні граней і не мають в собі видимих дефектів.



*а* *б*

*Рис. 2. Вигляд алмазів вихідної партії (а) та алмазів, відібраних у результаті сортування (б)*

За результатами виконаних досліджень в таблиці подано всі показники диференціальної формоподібності проекції зерен до БФА для шліфпорошків марок АС200 500/400 та 400/315.

**Показники диференціальної формоподібності ( , %) проекції зерен шліфпорошків марок АС200 зернистості 500/400 та 400/315**

| Базові фігури аналогів (БФА) | Зернистість алмазів, мкм | |
|---|---|---|
| | 400/315 | 500/400 |
| коло та еліпс | 10,21 | 0,37 |
| прямокутник | 0,00 | 0,73 |
| ромб | 0,00 | 0,37 |
| рівнобедрена трапеція | 1,21 | 1,10 |
| квадрат | **12,50** | **10,62** |
| правильний п’ятикутник | 2,02 | 0,73 |
| правильний шестикутник | **82,66** | **85,71** |
| правильний восьмикутник | 0,00 | 0,00 |
| трикутник | 0,40 | 0,37 |
| паралелограм | 0,00 | 0,00 |
| квадрат + правильний шестикутник | **95,16** | **96,33** |
| Статична міцність алмазів Р, Н | 350,0 | 402,5 |

Аналіз даних, наведених у таблиці, свідчить про те, що для досліджених алмазів характерне домінуюче значення показників формоподібності до БФА у формі квадрата та правильного шестикутника. При цьому подібна поляризація показників досить істотна і може бути пояснена подальшим переходом в цій області до шліфпорошків високоміцних марок. Для кожної зернистості спостерігається аналогічна картина розподілу зерен (з незначними відхиленнями) за диференціальним показником формоподібності до укрупнених БФА проекцій, а також співвідношення між показниками формоподібності. На підставі цього можна зробити висновок про те, що форма проекції зерен більш пов'язана з міцністю шліфпорошку, чим з його зернистістю. Серед виявлених форм проекції зерен шліфпорошків СА переважають правильний шестикутник та квадрат. При цьому проекцію у формі квадрата дає кубооктаедр, який лежить на грані у формі квадрата, на площину, паралельну цій грані. Якщо ж кристал у формі кубооктаедра лежить на грані у формі правильного трикутника, то проекцією буде правильний шестикутник. Таку ж форму проекції завжди дає октаедр.

Для шліфпорошків СА марок АС200 сумарна кількість зерен із проекцією у формі правильного шестикутника та квадрата складає 95–96 %. Оскільки проекцію у формі зазначених 2D фігур дають кристали у формі кубооктаедра та октаедра, це дає підстави зробити висновок про те, що саме така 3D форма зерен характерна для високоміцних шліфпорошків синтетичного алмазу.

Для дослідження характеру зносу зерен високоміцних алмазів було виготовлено алмазні імпрегновані бурові коронки діаметром 76 мм з відносною концентрацією алмазів у робочому шарі 100. Оскільки досліджувані алмази двох зернистостей мають фактично однакову кількість зерен з проекцією у формі правильного шестикутника та квадрата (таблиця), для оснащення коронок використовували лише їхню партію зернистістю 500/400.

Дослідження морфології породоруйнівних елементів робочої поверхні бурової коронки, проведені після буріння граніту Коростишевського родовища, показали високий ступінь оголення алмазів. Макросколи вершин найбільше виступаючих з матриці алмазів, що беруть активну участь у руйнуванні гірської породи, спостерігаються в мінімальній кількості (рис. 3).

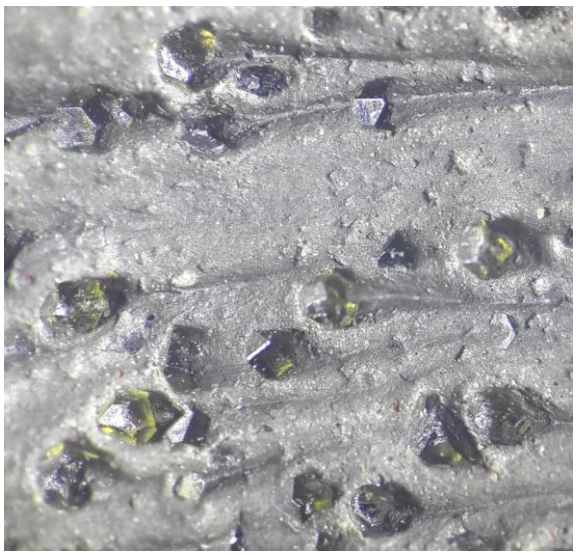
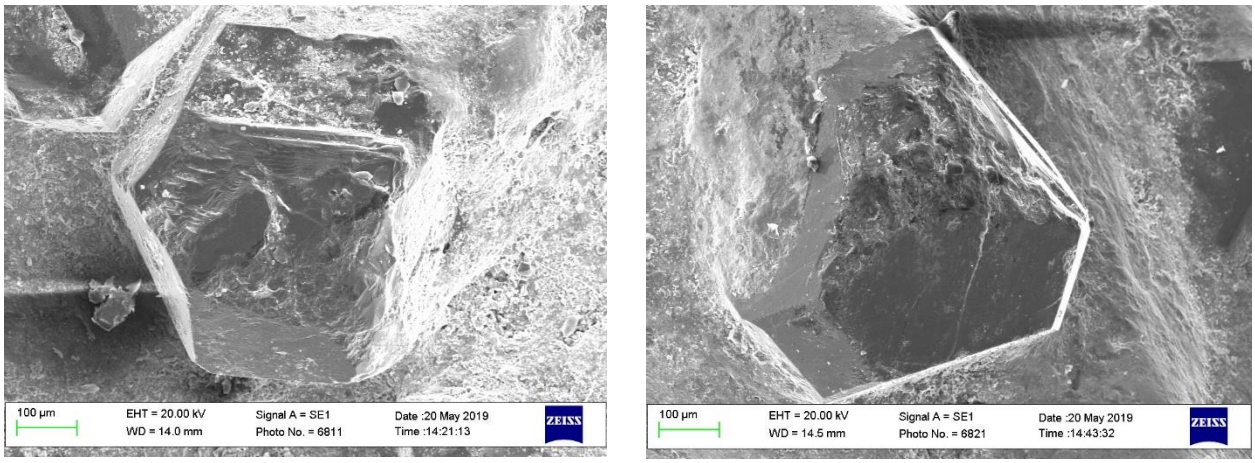


*Рис. 3. Вигляд фрагмента робочої поверхні бурової коронки, оснащеної алмазами відібраної партії*

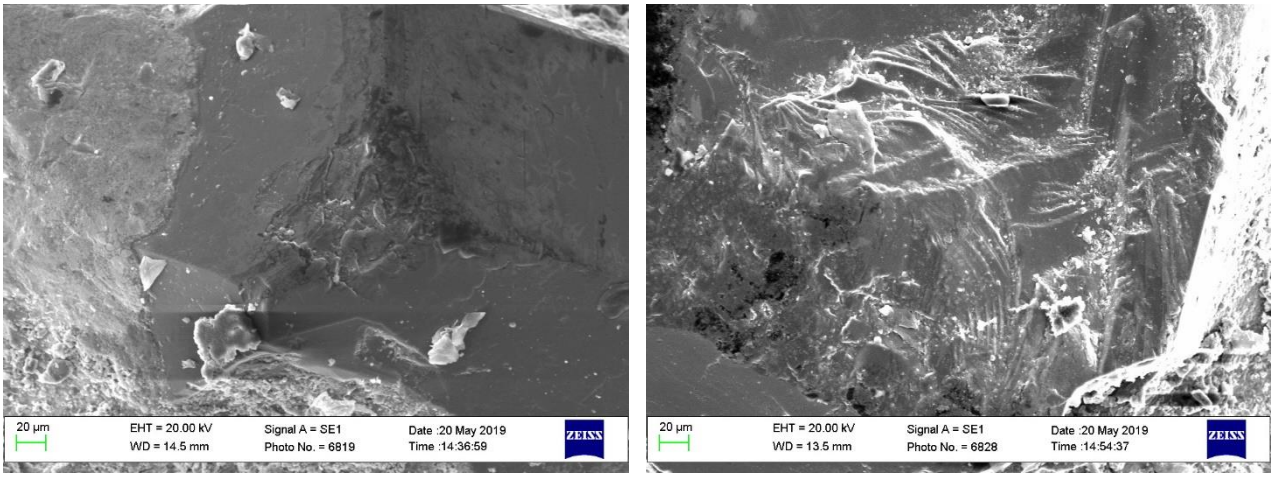
Більшість високоміцних алмазних зерен на робочій поверхні коронки під час руйнування гірської породи зберігають свою форму і цілісність. На підставі аналізу зображення фрагмента робочої поверхні коронки, наведеного на рис. 3, можна зробити висновок, що зерна алмазу, що зберегли цілісність, забезпечують ефективне руйнування гірської породи. У більшості випадків в результаті гідроабразивного зносу матриці, прилеглої безпосередньо до алмазів, спостерігається практично повне фронтальне їхнє оголення.

На основі аналізу слідів руйнування поверхні алмазних зерен, наведених на рис.3, можна відзначити, що найбільш характерним видом зносу високоміцних алмазів є мікросколи окремих елементів на їх гранях, що безпосередньо руйнують гірську породу (рис. 4).




*а* *б*

*Рис. 4. Вигляд окремих зерен алмазів з характерними слідами зношування*




*в* *г*

*Рис. 4 (закінчення)*

На наш погляд, це пояснюється тим, що через шорстку поверхню гірської породи на вибої свердловини алмази при руйнуванні її виступів зазнають циклічних навантажень. Крихке руйнування алмазів відбувається внаслідок утворення та розвитку мережі дефектів у їх поверхневому шарі. Множинні зіткнення поверхні алмазу з гірською породою, що мають стохастичний характер, призводять до періодичного виникнення в місцях зіткнень напруг стиснення – розтягування, підвищення температури поверхні кристала, утворення порушеного приповерхневого шару. Накопичення в приповерхневому шарі дефектів у формі окремих мікротріщин призводить до утворення порушеного шару з об'ємної мережі мікротріщин.

Це призводить до утворення мікросколів на гранях вершин алмазів, що безпосередньо руйнують гірську породу, з утворенням (рис. 4 *г*) фрагментів лускатого виду. Останнє може бути обумовлено високими температурними напругами на поверхні алмазів при безпосередньому контакті з гірською породою в процесі її руйнування. В результаті мікросколювання вершина алмазного зерна набуває округлу форму і фрагментаційну поверхню конхоїдального типу. При цьому морфологія поверхні зносу кристалів алмазу може свідчити про наявність механізму втомного руйнування.

**Висновки**

Дослідження морфології поверхні синтетичних алмазів АСТ200 з високим показником статичної міцності зерен та низким ступенем дефектності їх поверхні показали, що у їх пробі сумарна кількість зерен із проекцією у формі правильного шестикутника та квадрата складає 95–96 %.

Зношування кристалів алмазу за механізмом втомного руйнування призводить до того, що кристали руйнуються до затуплення вершин і граней. Переважний механізм зносу високоміцних алмазів, що найбільш виступають на робочій поверхні і беруть активну участь у руйнуванні гірської породи – крихке руйнування, яке супроводжується механізмом втомного руйнування.

При руйнуванні гірської породи в міру збільшення кількості контактів алмазу з її виступами в результаті циклічного термодинамічного впливу в його приповерхневому шарі виникають локальні області термодинамічних напруг, що сприяють утворенню мережі мікротріщин з подальшим утворенням фрагментів зносу лускатого виду.

**A.M. Isonkin, H.D. Ilnytska, G.A. Petasyuk**

*V. Bakul Institute for superhard materials of NAS of Ukraine, Kyiv*

**STUDY OF THE RELATIONSHIP OF THE PROPERTIES OF DIAMOND GRINDING POWDER WITH THE CHARACTER OF THEIR WEAR IN THE DESTRUCTION OF ROCKS**

*The purpose of the work, the results of which are reflected in this article, was to compare the static strength with the geometric shape of the projection of the grains of standard high-strength diamonds and the nature of wear of their cutting edge.*

*To achieve the goal, after drilling the granite of the Korostyshivsky deposit of the X drillability category with diamond-impregnated bits, equipped with high-strength synthetic diamonds, a study of the nature of diamond wear was performed using a Zeiss EVO 50 scanning electron microscope.*

*A study of the surface morphology of AST200 synthetic diamonds shows that the total number of high-strength grains with a regular hexagon and square projection is 95–96%. Wear of high-strength diamond crystals of the mentioned grain shape occurs as a result of microchipping of their tops by the mechanism of brittle fracture, as a result of which the grain acquires a rounded shape and a fragmentation surface of the conchoidal type.*

***Key words**: synthetic diamonds, shape similarity of grain projection, destruction, character of wear, drill bits.*

**Література**

1. Зыбинский П.В., Богданов Р.К., Исонкин А.М., Закора А.П.Сверхтвердые материалы в геологоразведочном бурении. – Донецк: Норд-Пресс, 2007. – 244 с.
2. Физические свойства алмаза / Под ред. Н. В. Новикова. – Киев: Наук. думка, 1987. – 187 с.
3. Petasyuk G.A. System–Analogue Method of Identification of Geometric Shape of the AbrasiveGrain Projection // Journal of Superhard Materials. – 2016. – Vol. 38, N 4. – P. 277–287.
4. List E., Frenzel J, Vollstadt H. A new system for single particle strength testing of grinding powders // Industrial diamond review. – 2006. – N 1. – P. 42–47.
5. ТУ У 28.4-05417344-2003. Шлифпорошки синтетических алмазов марок АС200, АС250, АС300, АС350, АС400. Технические условия. Введ. 01.09.03. – К.: Госстандарт Украины, 2003. – 10 с.
6. ДСТУ 3292–95 «Порошки алмазні синтетичні. Загальні технічні умови» – Введ. 01.01.96. Держстандарт України. – 72 с.
7. М88 Украины 90.256–2004. Методика определения удельной магнитной восприимчивости порошков сверхтвердых материалов. – К.: Изд-во ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2004. – 10 с.
8. Novikov N.V., Nikitin Y.I., Petasyuk G.A. Computer-based diagnostic sieve for identification of grit size and grit size distribution in microscopic samples of diamond grits // Journal of Superhard Materials. – 2003. – Vol. 25, N 3. – P. 68–78.
9. Лошак М.Г., Александрова Л.О., Косенчук Т.О. Міцність кристалів алмазу за статичного навантаження // Метрологія та прилади. – 2013.– № 2 (40).– С. 11–15.

*Надійшла 26.07.22*

**References**

1. Zybinskii, P.V., Bogdanov R.K., Isonkin A.M., et. al. (2007). *Sverkhtverdye materialy v geologorazvedochnom burenii.* –Donetsk: Nord-Press, [in Russian].

2. Novikov, N.V. (Eds). (1987). *Fizicheskie svoistva almaza [Physical properties of diamond]*. Kiev: Nauk. dumka [in Russian].
3. Petasyuk G.A. (2016). System-Analogue Method of Identification of Geometric Shape of the Abrasive Grain Projection. *Journal of Superhard Materials*. *38, 4*, 277–287.
4. List, E., Frenzel, J., & Vollstadt, H. (2006). A new system for single particle strength testing of grinding powders. *Industrial diamond review. 1*, 42–47.
5. Shlifporoshki sinteticheskikh almazov marok AS200, AS250, AS300, AS350, AS400 [Grinding powders of synthetic diamonds grades AS200, AS250, AS300, AS350, AS400] (2003). *TU U 28.4-05417344-2003 from 01th September 2003*. Kiev: Gosstandart Ukrainy [in Russian].
6. Poroshky almazni syntetychni. Zahalni tekhnichni umovy. [Synthetic Diamond Powders. General Technical Specifications] (1995*). DSTU 3292–95 from 01th January 1996*. Kiev: Derzhstandart Ukrainy. [in Ukrainian].
7. Metodika opredeleniia udelnoi magnitnoi vospriimchivosti poroshkov sverhtverdykh materialov (STM) [Method for determining the specific magnetic susceptibility of powders of superhard materials (SHM)]. (2004). *M88 Ukrainy 90.256-2004*. Kiev: ISM im. V. N. Bakulia NAN Ukrainy [in Russian].
8. Novikov, N.V., Nikitin, Y.I., & Petasyuk, G.A. (2003). Computer-based diagnostic sieve for identification of grit size and grit size distribution in microscopic samples of diamond grits. *Journal of Superhard Materials*. *25, 3*, 68–78.
9. Loshak, M.H., Aleksandrova, L.O., & Kosenchuk T.O. (2013). Mitsnist krystaliv almazu za statychnoho navantazhennia [Density of diamond crystals for static loading]. *Metrolohiya ta prylady – Metrology and devices*. *2*, 11–15 [in Ukrainian].

УДК 622.248.3 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-27-33

**М.Є. Чернова**[1], **Я.В. Кунцяк**[2], доктора технічних наук

*[1]Івано-Франківський Національний технічний університет нафти і газу, вул. Карпатська, 15, 76019, м. Івано-Франківськ, e-mail: miracherri1@gmail.com*
*[2]ПрАТ НДІКБ бурового інструменту, пр. Палладіна, 44, 03680, м. Київ, Україна, e-mail: 5361013@ukr.net*

## ФІЗИЧНІ Й КОНСТРУКТИВНІ ОСОБЛИВОСТІ КОМПОНУВАННЯ НИЗУ БУРИЛЬНОЇ КОЛОНИ З ОБВАЖНЕНИХ БУРИЛЬНИХ ТРУБ ЗМІННОГО МОМЕНТУ ІНЕРЦІЇ

*Завданням досліджень, що розглядаються у наведеній статті, є шляхи покращення та підвищення швидкості процесів буріння свердловин. Методологія досягнення поставленої мети базується на підборі та застосуванні математичної моделі, яка враховує фізико-механічні навантаження, що їх сприймає бурильна колона у своїй нижній частині. Використання в компонуванні низу бурильної колони (КНБК) обважнених бурильних труб (ОБТ) змінної жорсткості, що спричинює плавну зміну моменту інерції конструкції, частково вирішує дану проблему. Результати, отримані шляхом проведення теоретичних та промислових досліджень, підтвердили доцільність використання обважнених бурильних труб змінного моменту інерції (ОБТЗМІ), за рахунок плавного перерозподілу напружень у перехідній зоні їх з'єднань. Такий технологічний підхід забезпечує скорочення термінів будівництва та запуску в експлуатацію бурових свердловин на 30÷60%.*

***Ключові слова:*** *буріння, момент інерції, КНБК, ОБТ.*

Більшість родовищ України знаходяться на пізній стадії розроблення і характеризуються, головним чином, пластами малої потужності та вертикальністю нашарувань покладів. Відповідно, одним з найефективніших шляхів вирішення проблем активізації розроблення таких зон є буріння похило-скерованих та горизонтальних свердловин. Такі роботи виконані авторами [1] на свердловині № 155 Каганівського родовища та на свердловині № 172 Південно-Панасівського родовища (горизонтальний стовбур пробурено довжиною 150 м на глибину 2854 м). За умов буріння існуючими технологіями та наявних компонувань низу бурильної колони виникають ускладнення та аварії, на ліквідацію яких витрачаються значні кошти. Тому виникла необхідність в розробці нових технологій, устаткування та нових компонувань низу бурильної колони, які б забезпечили високу ефективність буріння горизонтальних свердловин.

Під час будівництва нафтових і газових свердловин на бурильну колону діє цілий комплекс постійних та знакозмінних навантажень, сукупна дія яких призводить до виникнення значних напружень, накопичення втомних тріщин і, в кінцевому результаті, до втомного руйнування елементів бурильної колони.

Для створення необхідної осьової сили на долоті та надання більшої жорсткості низу компонування застосовують обважені бурильні труби, кількість і розміри яких залежать від конструктивних і технологічних характеристик свердловини. Обважнені бурильні труби (ОБТ), що продукуються серійно за технічними умовами (ТУ 39-076-74), характеризуються вздовж труби постійним осьовим моментом інерції поперечного перерізу, оскільки їх зовнішній та внутрішній діаметри залишаються незмінними.

Під час збирання свічок у колону для з'єднання секцій труб різних типорозмірів у країнах колишнього Радянського союзу зазвичай використовують перехідники, довжина котрих становить 0,3–0,7 м. У таких конструкціях через різку зміну жорсткості у переході від бурильних до обважених бурильних труб значно зростають напруження, що скорочує період критичного росту втомних тріщин. Для запобігання цьому в США за рекомендаціями API під час збирання компонування замість перехідника використовують проміжну важку трубу 121, яка складається з трьох ділянок. Середня частина має потовщену, в порівнянні зі звичайними трубами, стінку і є 6 м завдовжки. До її висаджених кінців приварено в стик дві товстостінні ділянки: нижня, що має довжину 0,6 м і верхня з проточкою під елеватор і завдовжки до 2,4 м. Товщини стінок нижньої та верхньої частин труби є однаковими. Така проміжна труба більш плавно вписується у профіль свердловини, але повністю проблеми не вирішує, оскільки лише незначно знижує концентрацію напружень у зоні, що безпосередньо примикає до обважнених бурильних труб.

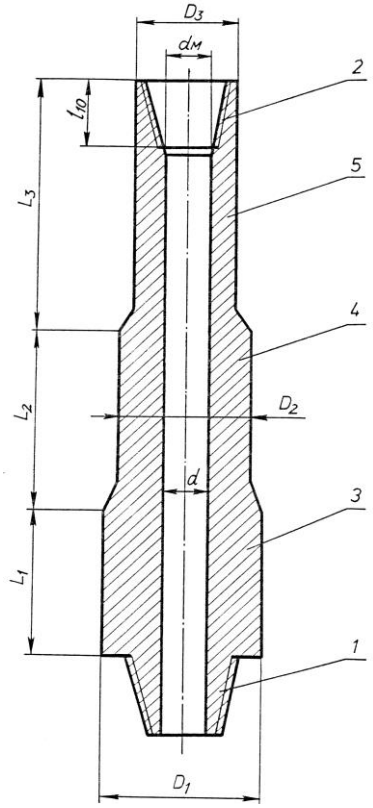



*Рис. 1. Обважнена бурильна труба змінного моменту інерції*

За аналізом роботи існуючих бурильних та обважених бурильних труб, теоретичними і експериментальними дослідженнями ми розробили конструкції обважнених бурильних труб змінної жорсткості (ОБТЗЖ) [2– 4]. Їх застосування забезпечує: значне зниження напружень у перехідній зоні від бурильних труб (БТ) до обважнених бурильних труб

(ОБТ); підвищення стійкості і надійності бурильної колони; полегшення опускально-підіймальних операцій і ловильних робіт.

Запропоновані конструкції труб та свічку, зібрану з них, зображено на рис. 1.

ОБТЗМІ включає розміщені на кінцях замкові різьбові ділянки: ніпельну 1 та муфтову 2. Тіло пропонованих обважених труб утворене трьома ділянками 3, 4, 5 з різними зовнішніми діаметрами $D_1$, $D_2$, $D_3$ відповідно. Максимальний момент інерції поперечного перерізу $I_1$ труба має в нижній частині, з'єднаній в експлуатаційних умовах із секцією обважнених бурильних труб (ОБТ), а мінімальний момент інерції $I_3$ є у верхній частині, з'єднаній з бурильними трубами (БТ). Величина моменту інерції поперечного перерізу вздовж кожної наступної ділянки обважненої бурильної труби змінного моменту інерції (ОБТЗМІ), рахуючи від вибою, зменшується на 25-30 %.

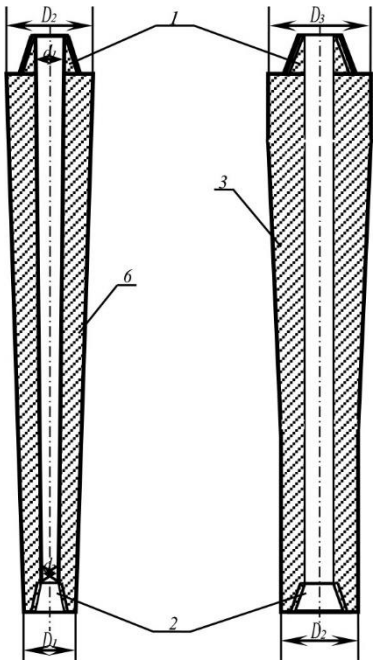



*Рис. 2. Схема обважнених бурильних труб експоненціальної форми зі змінним моментом інерції*

У конструкціях обважнених бурильних труб змінного моменту інерції експоненціальної форми (рис. 2) зміна зовнішнього діаметру труб від ніпельної до муфтової частини змінюється за залежністю:

$$D(l)=2e^{lx+\beta},$$

де $D$ – зовнішній діаметр труби; $x$ – координата зміни поперечного перерізу труби з початком відліку від ніпеля; $\alpha$ та $\beta$ – константи.

Сталі $\alpha$ та $\beta$ визначаються за співвідношеннями:

$$\alpha=\frac{\ln\left(\frac{D_1}{D_2}\right)}{L};\ \beta=\ln\left(\frac{D_2}{2}\right),$$

де $D_1$ і $D_2$ – відповідно максимальний і мінімальний зовнішні діаметри труби; $L$ – довжина корпуса труби.

Під час збирання свічки в компонуванні низу бурильної колони з відомих труб колони є уступи, що використовуються для кріплення в елеваторі за опускально-підіймальних операцій. За умови роботи колони бурильних труб у місці встановлення обважнених бурильних труб змінного моменту інерції забезпечується плавна зміна жорсткості від важкого низу до бурильних труб, що пов'язано з поступовим зменшенням діаметрів ділянок пропонованої конструкції.

У випадку прихоплення низу бурильної колони неприхоплену частину відкручують у верхньому різьовому з'єднанні свічки. Оскільки верхня ділянка обважненої бурильної труби змінного моменту інерції має менший діаметр порівняно зі звичайною обважненою бурильною трубою, з'являється додаткова можливість розміщення ловильних засобів із зовнішньої сторони труби в зазорі, утвореному зі стінкою свердловини.

На основі підібраних математичних моделей для роботи бурильної колони з обважнених бурильних труб змінного моменту інерції вивчався характер зміни напружень, їх допустимий рівень та оптимальні значення [5, 6].

Обважнена бурильна труба змінного моменту інерції має експоненціальну форму (на зразок Ейфелевої вежі), змінний переріз та внутрішній отвір постійного діаметру, пружна лінія якого перебуває під дією осьових і відцентрових сил, крутного моменту, тиску і промивальної рідини, що рухається.

Диференціальне рівняння повздовжніх коливань труби змінного моменту інерції має вигляд [5]

$$\frac{\partial}{\partial x}\left[ A(x)E\frac{\partial u(x,t)}{\partial x}\right] = \rho A(x)\frac{\partial^2 u(x,t)}{\partial t^2} = \rho A(x)g - f(x,t), \quad (1)$$

де *u(x, t)* – переміщення *x* – перерізу труби в момент часу *t; E* – модуль пружності; *ρ* – густина матеріалу труби; *g* – прискорення земного тяжіння.

Розв'язуючи рівняння (1) з врахуванням граничних умов динамічні складові сили *F(x, t)* та крутного моменту *μ(x, t)* в *x* – перерізі змінного моменту інерції знаходимо за співвідношеннями:

$$F(x,t) = -A(x)E\frac{d\tilde{U}}{dx}e^{i\rho t},$$
$$\mu(x,t) = -I_0(x)G\frac{d\varphi(x)}{dx}e^{igt}$$

Ми отримали графічні залежності зміни амплітуд динамічних складових переміщень *U(x)* сил *F(x),* кутів повороту $\varphi(x)$ і крутних моментів *μ(x)* по довжині бурильної колони.

Теоретичні розрахунки засвідчили, що перехідні ділянки від труб одного типорозміру до іншого, набрані з обважнених бурильних труб змінного моменту інерції, спричинюють плавну зміну динамічних характеристик вздовж колони, тобто є наявним процес плавної зміни моменту інерції, що сприяє підвищенню її довговічності за умов буріння свердловин роторним способом.

Для підтвердження результатів аналітичних досліджень закономірностей зміни напружень, які виникають в елементах бурильної колони за наявності обважнених бурильних труб змінного моменту інерції (ОБТЗМІ) в компонуванні низу бурильної колони (КНБК), було проведено експериментальні дослідження натурних зразків конструкцій ОБТ-178, ОБТ-203, ОБТЗМІ-178, ОБТЗМІ-203. Аналіз результатів експериментальних досліджень натурних зразків на опір втомі та втомного руйнування бурильних труб за умов буріння свердловин роторним способом показав, що злами відбуваються переважно на віддалі 0,4-0,6 м від торця замка.

Дослідження показали, що застосування ОБТЗМІ експоненціальної форми в місцях переходу від одного типорозміру до іншого призводить до зменшення напружень у замкових різьбових з'єднаннях до 30 % та до 60 % в тілі бурильної труби, яка з'єднується з ОБТЗМІ.

Для визначення границі витривалості елементів бурильної колони було проведено експериментальні дослідження на опір втомі натурних зразків бурильних та обважнених бурильних труб у повітряному та корозійному середовищах [7, 8]. У якості корозійного середовища в умовах досліджень використовувався 7 % водний розчин NaCl.

Оскільки на бурильні труби, крім згинаючого моменту, діють також сили розтягу-стиску (вага бурильної колони), авторами [8] на стенді СІТУР було проведено дослідження впливу сил розтягу-стиску на опір втомі бурильних та легкосплавних бурильних труб.

Результати випробувань наведено на рис. 3.

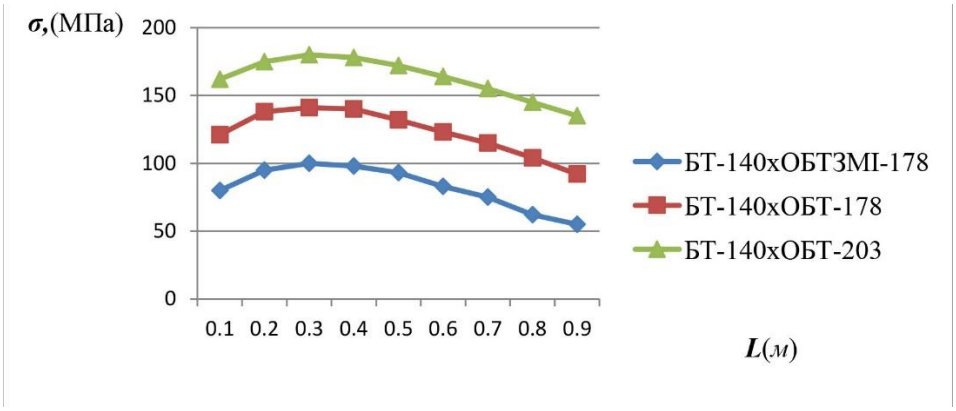



*Рис. 3. Розподіл нормальних напружень по тілу бурильної труби в перехідній зоні від БТ до ОБТ за однакового навантаження*

Дослідження показали, що в корозійному середовищі за відсутності зусиль розтягу-стиску умовна границя витривалості бурильних труб знижується до 28 % (крива 1), а за накладання сил розтягу P=106 Н зменшується ще на 38–40 % (крива 3). Таким чином, умовна границя витривалості бурильних труб за сумісної дії корозійного середовища та сил розтягу-стиску становить 42-50 МПа, що є дещо нижчим за границю витривалості замкових різьбових з'єднань обважнених бурильних труб із зарізьбовими розвантажувальними заглибленнями (крива 2).

З урахуванням того, що границю витривалості замкових різьбових з'єднань можна підвищувати за рахунок конструктивних та технологічних факторів (таких як поверхнево-пластична деформація, лазерна обробка, метод ультразвукового впливу, різьба галтельного типу та ін.), найслабшим елементом колони є бурильна труба, що й підтверджено статистичним аналізом аварійності на промислових бурових підприємствах.

Одержані результати підтверджують доцільність широкого промислового використання обважених бурильних труб змінного моменту інерції (ОБТЗМІ), які забезпечать зменшення напружень у перехідній зоні від обважнених бурильних труб (ОБТ) до звиклих бурильних труб (БТ), зниження рівня вібрацій бурильної колони та акумуляції енергії на вибої, підвищення стійкості бурильної колони, полегшення опускально-підіймальних та ловильних робіт і підвищення надійності бурильної колони загалом в процесі будівництва свердловин.

Таким чином, базуючись на проведених дослідженнях, нами зроблено висновок про можливість набирання секцій обважнених бурильних труб (ОБТ) з труб змінного моменту інерції за умов буріння свердловин у небезпечних, з точки зору прихоплень, розрізах. Утворювані за цих умов у компонуванні низу бурильної колони (КНБК) перепади жорсткості дозволяють створювати пульсуючі зусилля, які сприяють попередженню прихоплень.

Дана конструкція обважненої бурильної труби змінного моменту інерції в КНБК захищена патентом України [9].

**M. Je. Chernova[1], Ja. V. Kuntsiak[2]**
*[1]Ivano-Frankivsk National Technical University of Oil and Gas*
*[2]PJSC SRIDB drilling tool*

## PHYSICAL AND STRUCTURAL FEATURES OF THE COMPOSITION OF THE BOTTOM OF A DRILL STRING FROM WEIGHTED DRILLING PIPES WITH A VARIABLE MOMENT OF INERTIA

*The task of the research considered in this article is the ways to improve and increase the speed of well drilling processes. The methodology for achieving this goal is based on the selection and application of a mathematical model that takes into account the physical and mechanical loads that the drill string perceives in its lower part. The use of variable stiffness drill collars (VSDC) in the bottom hole assembly (BHA), which leads to a smooth change in the moment of inertia of the structure, partially solves this problem. The results obtained by*

*carrying out theoretical and industrial studies confirmed the feasibility of using drill collars with variable moment of inertia (DCVMI) due to the smooth redistribution of stresses in the transition zone of their joints. This technological approach provides a reduction in the construction and commissioning of wells by 30–60%.*

*During the construction process of oil and gas wells, the drill string is subjected to a complex of constant and alternating loads, the combined effect of which leads to the occurrence of significant stresses, the accumulation of fatigue cracks and, ultimately, to the fatigue failure of the drill string elements.*

*To create the required axial force on the bit and provide greater rigidity of the bottom of the layout, weighted drill pipes are used, the number and dimensions of which depend on the structural and technological characteristics of the well. Weighted drill pipes (WDP), which are produced serially according to technical conditions (TU 39-076-74), are characterized by a constant axial moment of inertia of the cross section along the pipe, since their outer and inner diameters remain unchanged.*

*During the assembly of candles in a column to connect pipe sections of different sizes in the countries of the former secular union, adapters are usually used, the length of which is 0.3–0.7 m. In such structures, due to a sharp change in stiffness in the transition from drill to weighted drill pipes stresses increase significantly, which shortens the period of critical growth of fatigue cracks. To prevent this in the USA, according to the recommendations of ARIA, when assembling the layout, instead of the adapter, an intermediate heavy pipe 121, which consists of three sections, is used. The middle part has a thickened wall, compared to ordinary pipes, and is 6 m long. Two thick-walled sections are welded to the joint to its planted ends: the lower one, which is 0.6 m long and the upper one with a groove under the elevator and up to 2.4 m long. The thicknesses of the walls of the lower and upper parts of the pipe are the same. Such an intermediate pipe fits more smoothly into the profile of the well, but does not completely solve the problem, as it only slightly reduces the stress concentration in the zone directly adjacent to the weighted drill pipes.*

*Based on the analysis of the work of existing drill pipes and weighted drill pipes, as well as on the theoretical and experimental studies, we developed constructions of weighted drill pipes of variable moment of inertia (WDPVMI). Their use provides: a significant reduction of stresses in the transition zone from drill pipes (DP) to weighted drill pipes (WDP); increasing the stability and reliability of the drill string; facilitation of lowering and lifting operations and fishing operations.*

*During the assembly of the candle in the arrangement of the bottom of the drill string from the well-known pipes, there are ledges along it, which are used for fastening in the elevator during lowering and lifting operations. Under the condition of operation of the drill pipe column at the place of installation of weighted drill pipes of variable moment of inertia, a smooth change in stiffness from the heavy bottom to the drill pipes is ensured, which is associated with a gradual decrease in the diameters of the sections of the proposed structure. If the bottom of the drill string is caught, the uncaught part is unscrewed in the upper threaded connection of the candle. Since the upper part of the variable moment of inertia weighted drill pipe has a smaller diameter, compared to a conventional weighted drill pipe, there is an additional possibility of placing fishing tools from the outside of the pipe in the gap formed with the well wall. On the basis of selected mathematical models for the operation of a drill string made of weighted drill pipes of a variable moment of inertia, the nature of stress changes, their permissible level and optimal values were studied. A weighted variable moment of inertia drill pipe is exponentially shaped (like the Eiffel Tower), has a variable cross-section and a constant-diameter internal bore, the elastic line of which is subjected to axial and centrifugal forces, torque, pressure, and moving flushing fluid.*

***Key words:*** *drilling, moment of inertia, variable stiffness drill collars (VSDC), bottom hole assembly (BHA).*

## Література

1. Кунцяк Я.В., Бражина Г.Й., Булатов К.В., та ін. Дослідження особливостей глибокого буріння. / Нафта і газ України: Матеріали доповідей 7-ї міжнародної науково-практичної конференції (вересень 2002 року). – Київ, 2002. – С. 352–353.
2. А.с. 1629460 СССР, МКИ 21 В 17/00. Утяжеленная бурильная труба / Б.А. Чернов, Ю.В. Дубленич, Н.Д. Щербюк, А.И. Неструев. – Опубл.17.10.86, Бюл. № 7.
3. Pat. USA № 4416476. Current International Class E21B 17/16 (20060101). Intermediate weight drill stem member / W.R. Garrett. – Publ. 22.11.83.

4. Пат. России № 041001. МПК 6 Е 218 17/00. Утяжеленная бурильная труба. / Б.А. Чернов, М.Е. Чернова – Опубл. 25.01.07, Бюл. №2.
5. Григоренко Я.М., Василенко А.Т., Панкратова Н.Д. Теория оболочек переменной жесткости. Методы расчета оболочек – К.: Наукова думка, 2011. – 544 с.
6. Гольдштейн Р.В., Ентов В.М. Качественные методы в механике сплошных сред – М.: Наука, 2009. – 224 с.
7. Морозов Е.М., Никишков Г.П., Черныш Т.А. Неизотермическая модель упругопластического тела с комбинированным законом упрочнения и ее применение для расчета тел с трещинами // Аналитические и численные методы решения краевых задач пластичности и вязкоупругости. – Свердловск: Уральск. науч. центр АН России, 2006. – С.87–94.
8. Пат. 16717 Україна, МПК Е21В 7/06, 17/00. Компоновка низу бурильної колони / Р.Я. Кунцяк, К.В. Булатов, Я.В. Кунцяк, Б.О. Чернов, Д.М. Мартинюк. –Опубл.15.08.06, Бюл № 8.
9. Пат. 115886 України. МПК Е21В 7/08. Компоновка низу бурильної колони / М.Є. Чернова. – Опубл. 25.04. 17, Бюл. № 8.

*Надійшла 16.08.22*

**References**

1. Kuntsyak, Ya.V., Brazhina, G.Y., Bulatov, K.V., et al. (2002). Doslidzhennia osoblyvostei glybokoho burinnia [Study of features of deep drilling]. Proceedings from Oil and gas of Ukraine'02: *VII mizhnarodna naukovo-praktychna konferentsiia (veresen 2002 roku) – 2nd International Scientific and Practical Conference.* (pp. 352–353). Kyiv. [in Ukrainian].
2. Chernov, B.A. Dublenich, Yu.V., Shcherbeniuk, N.D., & Nestruev, A.I. (1986). Patent of USSR 1629460.
3. W.R. Garrett (1983). Patent of USA 4416476.
4. Chernov, B.A., & Chernova, M.Ye. (2007). Patent of Russia № 041001.
5. Grigorenko, Y.M., Vasilenko, A.T., & Pankratova, N.D. (2011). *Teoriia obolochek peremennoi zhestkosti. Metody rascheta obolochek* [*Theory of shells with variable stiffness. Shell calculation methods*]. Kyiv: Naukova dumka [in Russian].
6. Goldshtein, R.V., & Yentov, V.M. (2009). *Kachestvennye metody v mekhanike sploshmykh sred*. [*Qualitative methods in continuum mechanics*]. Moskov: Nauka [in Russian].
7. Morozov E.M., Nikishkov G.P., Chernysh T.A. (2006). Neizotermicheskaia model upruhoplasticheshogo tela s kombinirovannym zakonom uprochneniia i yeio primenenie dlia rascheta tel s treshchinami [Non-isothermal model of an elastoplastic body with a combined hardening law and its application for calculating bodies with cracks. *Analiticheskie i chislennye metody reshenia kraievykh zadach plastichnosti i viazkouprugosti [Analytical and numerical methods for solving boundary value problems of plasticity and viscoelasticity]*. Sverdlovsk: Uralskii nauchnyi tsentr AN Rossii. [in Russian].
8. Kuntsiak, R.Ya., Bulatov, K.V., Kuntsiak, Ya.V., et al. (2006). Patent of Ukraine 16717 [in Ukrainian].
9. Chernova, M.Ye. Patent of Ukraine 115886 [in Ukrainian].

УДК 622.24 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-34-40

**А.І. Вдовиченко[1],** акад. АТН України, **В.М. Калинович[2]**

*[1]Академія технологічних наук України, 03187, м. Київ-187, просп. акад. Глушкова, 42,*
*e-mail: vdovichenkoai@gmail.com*
*[2]Спілка буровиків України, 03150, м. Київ, вул. Василя Тютюнника, 9,*
*e-mail: karat.byr@gmail.com*

# РЕЗУЛЬТАТИ ВПРОВАДЖЕННЯ КГК-100 ПРИ РОЗВІДЦІ РОЗСИПНИХ ТИТАНОВИХ РОДОВИЩ

*Завданням досліджень є поглиблений аналіз результатів видатних вітчизняних досягнень застосування комплексів з гідротранспортом керну КГК-100 при пошуках та розвідці розсипних титанових родовищ з метою визначення оптимальних шляхів їх широкого впровадження у практику геологорозвідувальних робіт та обґрунтування напрямів подальших наукових досліджень за темою.*

*В якості об'єктів досліджень взято весь комплекс дослідно-методичних робіт, конструкторських розробок, виробничих випробувань і практичного застосування КГК-100 на підприємствах ДГП «Північукргеологія» і ДРГП «Північгеологія» в період 1987-2018 рр.*

*Описаний процес удосконалення методики і технології відбору проб з використанням КГК-100 при розвідці розсипних титанових родовищ.*

*Найкращих показників промислового впровадження розробленої технології було досягнуто при розвідці Паромівського розсипного титанового родовища в Житомирській області.*

*На підставі ретельних досліджень переконливо доведено суттєві переваги нової технології над традиційною в сучасних соціально-економічних та екологічних умовах та рекомендовано її до широкого впровадження.*

*Висвітлені причини, що стримують широке використання нової розробки, та визначені шляхи і конкретні заходи їх подолання.*

*Привернення уваги науковців, фахівців і підприємців до нових високоефективних методів і технологій розвідки розсипних титанових родовищ має важливе наукове і практичне значення в подальшому розвитку широкого використання КГК-100 при розвідці і освоєнні родовищ широкого спектру корисних копалин, які мають важливе значення для економічного розвитку країни, особливо в післявоєнний період її відновлення.*

***Ключові слова:*** *буріння з гідротранспортом керну, розсипні родовища титану, відбір проб, керноприймач.*

## Постановка проблеми та її зв'язок із практичними завданнями

Проблема суттєвого зменшення собівартості геологорозвідувальних робіт в сучасних умовах обмеженого фінансування, особливо в період відновлення економіки, є надзвичайно важливим державним завданням. Виникає нагальна потреба в стислі терміни завершити розвідку родовищ мінеральної сировини стратегічного значення, зокрема титану, який має значний попит на внутрішньому і зовнішньому ринках. Розсипні поклади титанових руд широко розповсюджені в Україні і мають значний ресурс, який в змозі забезпечити в найближчий час високі темпи розвитку видобувної і переробної галузей. Розвідка і освоєння розсипних титанових стримується застосуванням на практиці методів і технологій, які не відповідають сучасним економічним і екологічним вимогам. Поряд із тим в деяких вітчизняних підприємствах спільно із науковими установами у свій час були розроблені і освоєні високоефективні технології, які досягли, а по деяким показникам навіть перевищили світовий

рівень. Тому поглиблений аналіз результатів видатних минулих досягнень та визначення оптимальних шляхів їх широкого впровадження має важливе наукове і практичне значення.

**Аналіз останніх досліджень і публікацій**

Про резерви вітчизняної техніки і технології геологорозвідувального буріння йдеться мова в роботі Вдовиченка А.І., Дударенка Д.В. [1]. Особлива увага приділена високоефективному способу буріння розвідувальних свердловин комплексами з гідротранспортом керну КГК-100. Наведені результати значних обсягів досліджень, виконаних в ДГП «Північукргеологія», які дозволили суттєво розширити сферу ефективного використання КГК-100 при розвідці розсипних родовищ.

Дослідно-методичними роботами, виконаними Швайберовим С.К. спільно із Зайонцом О.Л., Абрамчуком А.Б., Кутовим В.М. [2] було переконливо доведено доцільність використання КГК-100 для розвідки розсипних титанових родовищ.

Буріння свердловин КГК-100 впроваджувалось в практику геологорозвідувальних робіт з 1987 року. Партією нової техніки ДГП «Північукргеологія» та ДРГП «Північгеологія» спільно із Житомирською геологорозвідувальною експедицією провели комплекс дослідно-методичних робіт, конструкторських розробок, експериментальних і виробничих випробувань із застосування комплексу КГК-100 для розвідки титанових розсипів.

КГК-100 має ряд переваг: маневреність, висока продуктивність, безпечність та екологічність ведення бурових робіт. Разом з тим, основним недоліком його була недосконаліть керноприймального пристрою, який не передбачав поінтервального і повного відбору кернового матеріалу без зупинки буріння.

В подальшому, в якості керноприймального пристрою була розроблена установка УОП-1, яка дозволяла проводити поінтервальний (через 0,5 м) відбір кернового матеріалу і отримувати показні проби.

Дослідно-методичні роботи проводились на Верхньо-Іршинському і Лемненському родовищах. Перше родовище готувалось до розробки, а друге розроблялось Іршанським гірничо-збагачувальним комбінатом. Всього було пробурено 65 свердловин загальним обсягом 945 м. За базу порівняння були взяті результати буріння традиційним ударним методом.

Результати досліджень показали, що розбіжність у підрахунках запасів склала всього 0,8 – 1,4%, при максимальній розбіжності в окремих свердловинах до 15%. При цьому продуктивність робіт зросла в 5 разів. Висока продуктивність дозволяє більш раціонально використовувати сприятливі кліматичні умови, що виключають роботи в складні весняно-осінні та зимові періоди, а також сприяє збереженню сільськогосподарських угідь та навколишнього середовища.

Результати дослідно-методичних робіт були розглянуті ДКЗ СРСР (протокол від 29.08.1990, м. Москва) і визнані задовільними. Рекомендовано комплекс КГК-100 разом з установкою УОП-1 застосовувати для пошуків і розвідки титанових розсипів, здійснюючи завірювальні роботи.

Поряд із суттєвими перевагами, розроблена технологія мала і свої недоліки. Установка для відбору проб була громіздка і вимагала додаткових матеріальних, трудових і транспортних витрат. Це дещо стримувало подальше широке промислове використання нової технології.

З 1992 року після затвердження ДКЗ СРСР методики розвідки титанових розсипів за допомогою КГК-100 його було застосовано на розвідці Валки-Гацківського родовища [3]. Замість громіздкої установки УОП-1 в якості керноприймального пристрою був застосований спеціальний керноприймальний мішок.

На Валки-Гацківському родовищі в співставленні даних розвідувального і контрольного буріння було задіяно 34 перетини по продуктивному покладу в алювії і 12 перетинів по корі вивітрювання. Відхилення в запасах становило +4,6 %. Співставлення результатів задовільне. Проводилось також співставлення основних параметрів підрахунку

запасів за результатами розвідки і експлуатації блоку С-1 Валки-Гацківського родовища. Відхилення в запасах становить +13,5 %.

КГК-100 було успішно застосовано при розвідці Тростяницького родовища, а дослідно-методичні роботи на Турчинецькій ділянці Іршинського родовища, яке перебувало в експлуатації, показали незначні відхилення в запасах [4].

Незважаючи на значні досягнення застосування КГК-100 при розвідці розсипних титанових родовищ, виникла потреба у значному підвищенні ефективності геологорозвідувальних робіт з урахуванням сучасних соціально-економічних і екологічних вимог.

В результаті тривалих експериментальних і виробничих випробувань був удосконалений керноприймач, який зарекомендував себе високоефективним, надійним і простим у обслуговуванні. Новий метод відбору проб в промислових масштабах був успішно застосований в промислових масштабах при завершені розвідки Паромівського розсипного титанового родовища [1].

**Виділення невирішених раніше частин загальної проблеми, мета роботи і постановка завдання**

Незважаючи на видатні науково обґрунтовані і практично доведені досягнення, технологія з гідротранспортом керну широкого розповсюдження в практиці геологорозвідувальних робіт в Україні чомусь не отримала. З 2018 року використання КГК-100 на всіх видах геологорозвідувальних робіт та в інших сферах було безпідставно повністю припинено.

Метою даної роботи є обґрунтування доцільності широкого застосування КГК-100 на підставі більш ретельного аналізу найбільш видатних вітчизняних досягнень, встановлення причин, що стримують розвиток цього перспективного напряму, та визначення реальних ефективних заходів вирішення проблеми в сучасних умовах.

**Виклад основного матеріалу досліджень**

Дослідження здійснювались на підставі результатів, отриманих під час застосування нової технології в промислових масштабах при розвідці Паромівського розсипного титанового родовища.

Паромівське розсипне родовище ільменіту приурочене до великого долиноподібного пониження фундаменту мезозойського закладення, ускладненого локальними підняттями і западинами.

Продуктивні відклади складені на 30,8 % алювієм і на 69,2 % корою вивітрювання основних порід, зокрема глинистими відкладами (2 %), вторинними каолінами (15,1 %), первинними каолінами (57,7 %), жорствою (11,5 %).

Родовище характеризується невитриманими просторовими параметрами рудного покладу, нерівномірним розподілом ільменіту і, відповідно до Класифікації запасів і ресурсів корисних копалин державного фонду надр, за складністю геологічної будови відноситься до другої групи (складна будова).

У період проведення розвідки Паромівського родовища з використанням цієї технології було пробурено 588 розвідувальних свердловин загальним обсягом 11062 п.м.

Технологія буріння свердловин та відбору проб була наступною. Буріння свердловин комплексом КГК-100 здійснювалось чотириметровими штангами з буровим наконечником (коронкою) зовнішнім діаметром 84 мм спеціальної конструкції, армованим твердими сплавами. Промивка під тиском до 6 атм. подавалась по спеціальній подвійній бурильній колоні на забій. Розбурена порода із забою захоплювалась потоком промивки та по внутрішній трубі подавалась на поверхню і по системі шлангів надходила в декомпресор, де тиск знижений до атмосферного. Штанги були розмічені на 50-ти сантиметрові інтервали. Після кожного заглиблення на 50 см буріння зупинялось та здійснювалась інтенсивна промивка системи до повного виносу керну і шламу з пробуреного інтервалу. У процесі проходки по

піщаних горизонтах не допускалось розходки снаряду. В глинистих та каолінових прошарках допускалась розходка до 10 см.

Шламова пульпа, яка утворюється при розході бурильної колони, прокачується на скид. Буріння свердловин здійснюється під вагою бурильної колони, оскільки при більшому навантаженні на забій можливе вивалювання частини порід з-під торця коронки поза трубу.

Керновий матеріал з 0,5-метрового інтервалу подається до спеціального керноприймача, який прив'язується до бурильної труби зашморгом. Вся вибурена порода залишається в керноприймачі.

Заповнений керноприймач знімається з бурильної труби і переноситься в відведене місце для стікання води, а натомість до бурильної труби прив'язується новий керноприймач для наступного інтервалу буріння. Вода стікає через вшиту вставку зі спеціальної щільної парашутної тканини, а основний матеріал залишається в повному обсязі в нижній частині керноприймача.

Після того, як стече вода, вибурений керновий матеріал групується в 1,5-метрові інтервали за літологічними різновидами порід і без квартування, в повному обсязі перекладається в міцні поліетиленові мішки та відправляється в стаціонарний промивальний цех, де проводиться вимір об'єму проб та промивка їх на концентраційному столі.

При традиційному ударному бурінні технологія відбору аналогічних проб була занадто складною і передбачала громіздкі операції.

За новою технологією об'єми шліхових проб вимірюються методом доливу води до відомого об'єму посудини (відра). Різниця між відомим об'ємом посудини і долитим об'ємом води становить об'єм шліхової проби.

Щоб виключити з виробничого процесу підсушування кожної проби до природної вологості, були проведені дослідні роботи з метою визначення середньостатистичних відхилень між об'ємами проб, які направляються на обробку в цех опробування і об'ємами проб, підсушених до природної вологості.

За результатами дослідних робіт були визначені перевідні коефіцієнти для кожного фаціального різновиду рудних відкладів в стані природної вологості, які застосовувались при перерахунку рудного компоненту в кг/м$^3$.

В порівнянні з традиційним ударним бурінням продуктивність зросла в 5 разів при значному зниженні витрат і поліпшенні якості робіт.

За рахунок впровадження нової технології була успішно завершена розвідка Паромівського розсипного родовища ільменіту та захищений звіт в Державній комісії по запасах України [5, 6].

В експертних висновках відзначено, що запроваджена методика розвідувальних робіт на Паромівському розсипному родовищі ільменіту може слугувати прикладом для розвідки родовищ подібної геологічної будови.

**Висновки**

В результаті проведених досліджень переконливо доведено високу ефективність застосування вітчизняного комплексу з гідротранспортом керну КГК-100 при розвідці розсипних родовищ в сучасних соціальних, економічних та екологічних умовах.

Враховуючи суттєві переваги нової технології, відкривається широка перспектива масового промислового використання її при розвідці і освоєнні розсипних родовищ інших корисних копалин, зокрема бурштину [7].

Незважаючи на високі досягнення в удосконаленні техніки і технології буріння розвідувальних свердловин, більшість геологорозвідувальних та гірничовидобувних підприємств на практиці використовують застарілі низькоефективні засоби.

Серед основних причин, що суттєво стримують подальший розвиток перспективних напрямів підвищення ефективності робіт з геологічного вивчення надр необхідно зазначити такі:

- відсутність чітко скоординованої державної політики та програм у сфері підвищення ефективності геологічного вивчення та раціонального використання надр;
- послаблення контролю з боку Держгеонадр України за обґрунтованістю застосування методик і технологій, якістю, комплексністю, ефективністю робіт з геологічного вивчення надр;
- скорочення діяльності галузевих наукових установ та інших організацій у сфері досліджень та удосконалень основних технічних методів і засобів геологорозвідувальних робіт;
- відсутність в Україні сервісних науково-виробничих підприємств геологорозвідувального спрямування.

З огляду наведеного пропонується Державній службі геології та надр України при формуванні та реалізації державної політики у сфері геологічного вивчення та раціонального використання надр приділити особливу увагу розвитку технічних методів і засобів геологорозвідувальних робіт, як одному із найважливіших напрямів нарощування мінерально-сировинної бази України.

Важливим напрямом подальших досліджень є розробка спеціального високоефективного породоруйнівного інструменту для КГК-100, оснащеного вставками із надтвердого матеріалу.

**A.I. Vdovichenko[1], V.M. Kalynovych[2]**

[1]*Academician of the Academy of Technological Sciences of Ukraine*
[2]*Union of Drillers of Ukraine*

**RESULTS OF THE IMPLEMENTATION OF KGK-100 IN THE EXPLORATION OF PLACER TITANIUM DEPOSITS**

*The task of the research is an in-depth analysis of the results of outstanding domestic achievements in the use of complexes with hydrotransport of the KHK-100 core in the search and exploration of placer titanium deposits. The purpose of the research is to determine the optimal ways of widely implementing these achievements in the practice of geological exploration and justifying the directions of further scientific research on the topic.*

*The object of research is a complex of experimental and methodological works, design developments, production tests and practical application of KGK-100 at the enterprises of the Pivnichukrgeology State Enterprise and the Pivnichgeology State Enterprise in the period 1987-2018.*

*The process of improving the methodology and technology of sampling using KHK-100 in the exploration of placer titanium deposits was considered.*

*The best indicators of the industrial implementation of the developed technology were achieved during the exploration of the Paromiv placer titanium deposit in the Zhytomyr region.*

*On the basis of thorough research, the significant advantages of the new technology over the traditional one in modern socio-economic and ecological conditions have been convincingly proven and it is recommended for wide implementation.*

*The reasons preventing the wide use of the new development are highlighted, and the ways and specific measures to overcome them are identified.*

*Drawing the attention of scientists, specialists and entrepreneurs to new highly effective methods and technologies for the exploration of placer titanium deposits has an important scientific and practical significance in the further development of the wide use of KHK-100 in the exploration and development of mineral deposits, which are important for the economic development of the country, especially in the post-war period of its recovery.*

***Key words**: drilling with hydraulic core transport, placer titanium deposits, sampling, core receiver.*

## Література


1. Вдовиченко А.И., Дударенко Д.В. О резервах отечественной техники и технологии геологоразведочного бурения // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения. Сб. науч. тр. – Выпуск 23. – Киев: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2020. – С. 121–123.
2. Швайберов С.К. Обоснование возможности использования комплекса КГК-100 для поисков и разведки россыпей ильменита. – К.: Севукргеология, 1990. – 35 с.
3. Швайберов С.К. Детальная разведка Валки-Гацковского розсыпного месторождения ильменита в Житомирской области Украины. – К: Севукргеология, 1998.
4. Базалійська Л.М. Розвідка Тростяницького розсипного родовища ільменіту / Звіт про геологорозвідувальні роботи. – К: ДРГП «Північгеологія», 2008.
5. Протокол Державної комісії України по запасам корисних копалин від 26.12.2016 № 3786, щодо розгляду матеріалів геолого-економічної оцінки запасів титанових руд Паромівського розсипного родовища ільменіту.
6. Протокол засідання Робочої групи Державної служби геології та надр України з розгляду протоколів Державної комісії України по запасам корисних копалин від 30.01.2020 № 161.
7. Вдовиченко А.И. Перспективы использования комплекса с гидротранспортом керна КГК-100 при освоении месторождений янтаря // Материалы 2-й Международной научно-технической интернет-конференции «Инновационное развитие горнодобывающей промышленности». Кривой Рог – 2017. – С. 108-109 [Электронный ресурс]. – Режим доступа: http://www.knu.edu.ua/konferencii/ mizhnarodna-naukovo-tehnichna-internet konferenciya.


*Надійшла 31.07.22*

## References


1. Vdovychenko, A.I., & Dudarenko, D.V. (2020). O rezervakh otechestvennoi tekhniki i tekhnolohii heolohorazvedochnoho bureniia. [On reserves of domestic technology and exploration drilling technology]. *Porodorazrushaiushchii i metalloobrabatyvaiushchii instrument – tekhnika i tekhnologiia ego izgotovleniia i primeneniia – Rock Destruction and Metal-Working Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications*, *23*, 121–123 [in Russian].
2. Shvaiberov, S.K. (1990). *Obosnovanie vozmozhnosti ispolsovaniia kompleksa KGK-100 dlia poiskov i razvedki rossipei ilmenita. [Substantiation of the possibility of using the KGK-100 complex for prospecting and exploration of ilmenite placers]*. Kiev: Sevukrgeologiia [in Russian].
3. Shvaiberov, S.K. (1998). *Detalnaia razvedka Valki-Gazkovskoho rossipnoho mestorozhdenia ilmenita v Zhitomirskoi oblasti Ukraini. [Detailed exploration of the Valki-Gatskovskiy placer ilmenite deposit in the Zhytomyr region of Ukraine]*. Kiev: Sevukrgeologiia [in Russian].
4. Bazaliiska, L.M. (2008) Rozvidka Trostianytskogo rozsypnoho rodovyshcha ilmenitu [Exploration of the Trostianytsia placer deposit of ilmenite]. *Zvit pro geologorozviduvalni roboty – Report on geological exploration works.* Kyiv: DRGP «Pivnichgeologiia» [in Ukrainian].
5. Protokol Derzhavnoi komisii Ukrainy po zapasam korysnykh kopalyn vid 26.12.2016 № 3786, shchodo rozhliadu materialiv heoloho-ekonomichnoi otsinky zapasiv tytanovykh rud Paromivskoho rozsypnoho rodovyshcha ilmenitu. [Protocol of the State Commission of Ukraine on Mineral Reserves dated 26.12.2016 N 3786, regarding the consideration of the

materials of the geological and economic assessment of titanium ore reserves of the Paromiv placer ilmenite deposit.] [in Ukrainian].
6. Protokol zasidannia Robochoyi hrupy Derzhavnoi sluzhby heolohii ta nadr Ukrainy z rozhliadu protokoliv Derzhavnoi komisii Ukrainy po zapasam korysnykh kopalyn vid 30.01.2020 № 161. [Minutes of the meeting of the Working Group of the State Service of Geology and Subsoil of Ukraine on consideration of the minutes of the State Commission of Ukraine on Mineral Reserves dated January 30, 2020 N 161.] [in Ukrainian].
7. Vdovichenko, A.I. (2017). Perspektivy ispolzovaniya kompleksa s gidrotransportom kerna KGK-100 pri osvoyenii mestorozhdeniy yantarya. [Prospects for the use of the complex with hydraulic core transport KGK-100 in the development of amber deposits]. Proceedings from Innovative Development of the Mining Industry'17: *II Mezhdunarodnaia nauchno-tekhnicheskaia internet-konferentsiia – 2nd International Scientific and Technical Internet Conference.* (pp. 108–109). Retrieved from: http://www.knu.edu.ua/konferencii/ mizhnarodna-naukovo-tehnichna-internet-konferenciya. [in Russian].

УДК 622.248.33 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-40-53

**А.К. Судаков**[1,2], **А.Ю. Дреус**[3], доктори технічних наук,
**Д.А. Судакова**[1], канд. техн. наук, **М.І. Кононов**[1]

*[1]Національний технічний університет «Дніпровська політехніка»,*
*пр. Дмитра Яворницького, 19, 49005, Дніпро, Україна, e-mail: sudakovy@ukr.net*
*[2]Національний університет «Львівська політехніка» вул. Степана Бандери, 12,*
*79013, м. Львів, Україна, e-mail: zvdv.dept@lpnu.ua*
*[3]Дніпровський національний університет ім. О. Гончара, пр. Гагаріна, 72,*
*49005, м. Дніпро, Україна, e-mail: dreus.a@dnu.dp.ua*

## СПОСОБИ ФОРМУВАННЯ ІЗОЛЯЦІЙНОЇ ОБОЛОНКИ, ОСНОВАНІ НА ЯВИЩІ ФАЗОВОГО ПЕРЕХОДУ ТАМПОНАЖНОГО МАТЕРІАЛУ

*На сьогоднішній день термопластичні матеріали не знаходять широкого застосування в якості тампонажних матеріалів через вади технологій, нестабільність фізико-механічних властивостей і, певною мірою, канцерогенність їх компонентів. Метою роботи є удосконалення технології ізоляції поглинаючих горизонтів бурових свердловин шляхом аналізу і узагальнення існуючих технологій ліквідації зон поглинання промивальної рідини в бурових свердловинах, з використанням тампонажних термопластичних матеріалів. Поставлені завдання вирішувалися комплексним методом дослідження, що включає аналіз і узагальнення літературних і патентних джерел, проведення аналітичних і експериментальних досліджень. Проведено обґрунтування можливості використання термопластичних матеріалів для ізоляції свердловин. Показано перспективи подальшого використання таких матеріалів.*

*Наукове значення роботи полягає в розвитку теорії та практики застосування тампонажних термопластичних матеріалів, тампонажний камінь яких утворюється за рахунок використання ефекту інверсного двофазного переходу агрегатного стану в'яжучої речовини на полімерної основі.*

*Результати роботи створюють основу для розробки більш прогресивних технологій ліквідації зон поглинання свердловинної рідини; розробки нових матеріалів з використанням явища фазового переходу тампонажного матеріалу; виробництва нових тампонажних термопластичних матеріалів; розробки технологічного регламенту ізоляції поглинаючих горизонтів. Зокрема, результати аналізу і узагальнення способів формування ізоляційної оболонки, основаних на явищі фазового переходу тампонажного матеріалу, знайдуть практичне застосування у навчальному процесі при підготовці фахівців з буріння свердловин.*

***Ключові слова**: буріння свердловин, поглинаючий горизонт, ізоляція, тампонажні матеріали.*

**Вступ**

Процес буріння свердловин пов'язаний з геологічними ускладненнями. Найбільш частими видами ускладнень, що порушують технологію бурових робіт, є поглинання бурових розчинів. При цьому, щорічні витрати часу в загальному балансі на буріння зросли до 23 %, а фінансових коштів до 10 %. Підтвердженням вищесказаного можуть слугувати відомості, наведені (рис. 1) Ліпатовим А.В. – по Кулішевському родовищу, Рафієнко І.І. – по Білгородському залізорудному родовищу, Тітковим Н.І. – по Донбасантрацитівському управлінню, Мехтієвим Е.Х. – по нафтових родовищах Азербайджану та ін. (табл. 1). Причому, не піддаються суворому обліку загальні витрати на ліквідацію поглинання промивальної рідини, в тому числі і повторного [1, 2].

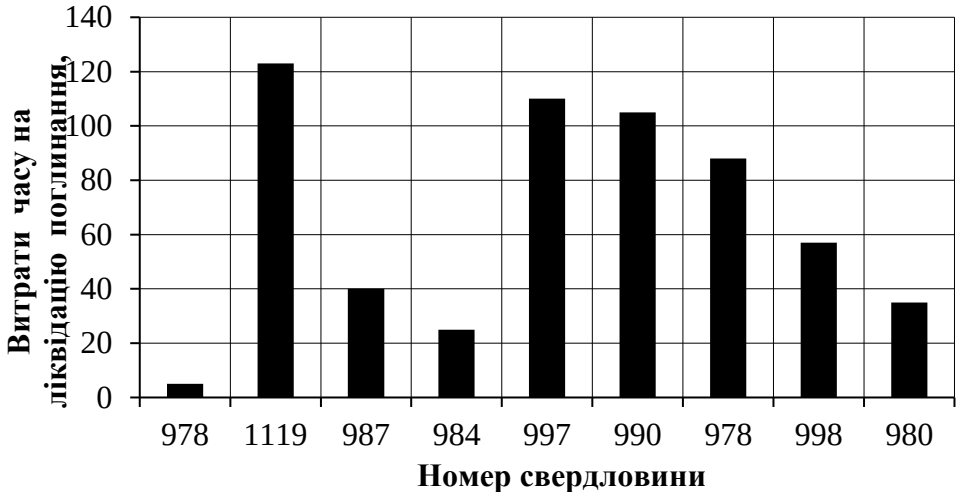



*Рис. 1. Діаграма витрат часу на боротьбу з поглинаннями на Кулішевському родовищі (за Ліпатовим А.В.)*

Аналіз останніх десятиліть показує, що ефективність традиційних методів боротьби з поглинаннями в середньому не перевищує 50 %.

**Таблиця 1.** Результати робіт з ліквідації поглинань промивальної рідини на Білгородському залізорудному родовищі (за даними Рафієнка І.І.)

| № свердловини | Інтервал поглинання, м | | Поглинаюча порода | Результат роботи |
|---|---|---|---|---|
| | від | до | | |
| 7 | 482,6 | 553,7 | Вапняк | Не ліквідовано |
| 43 | 488,3 | 509,2 | Вапняк | Ліквідовано, використано 2,5 т цементу |
| 75 | 482,4 | 549,0 | Вапняк | Не ліквідовано, використано 28 т цементу |
| 79 | 495,0 | 524,0 | Вапняк | Ліквідовано обсадними трубами |
| 173 | 486,5 | 519,1 | Вапняк | Не ліквідовано, використано 19,4 т цементу |
| 207 | 70,0 | 101,1 | Мергель | Не ліквідовано, використано 10,7 т цементу |
| 264 | 53,3 | 101,1 | Крейда | Ліквідовано обсадними трубами |

Автори [2], досліджуючи процес поглинання промивальних розчинів, сходяться на думці, що основними факторами виникнення поглинань у бурових свердловинах є:

1. Геологічні причини – розкриття проникного горизонту.

2. Технологічні причини – порушення гідравлічної рівноваги в системі свердловина-пласт, яке визначається такими чинниками:

- підвищенням щільності розчину в процесі буріння диспергованим у ньому шламом, кіркою, що руйнується, й уламками розбуреної породи, занадто великими, щоб бути винесеними на денну поверхню;
- збільшенням гідравлічних опорів при перебігу висхідного потоку на ділянці стовбура, який є звуженим внаслідок інтенсивного утворення кірки і сальників на стінках або інструменті;
- гідравлічними ударами, які обумовлені різким включенням бурового насоса з надмірним підвищенням продавочних тисків при відновленні циркуляції промивної рідини в свердловині;
- високими швидкостями спуску і підйому бурового снаряда в свердловині;
- зростанням продавочних тисків внаслідок підвищення в'язкості розчину і статичної напруги зсуву, а також через тіксотропне загустіння, зазвичай підсилене температурним фактором.

*Аналіз технологій ліквідації поглинань промивальної рідини*. На даний час існує велике різноманіття технологій і матеріалів для ліквідації поглинання промивальної рідини. Це пояснюється різноманітністю геолого-технічних умов їх застосування. Цим і обумовлені основні методи боротьби з поглинаннями промивальної рідини, а саме:

- регулювання властивостей промивальної рідини;
- усунення перепаду тиску в системі «свердловина – пласт»;
- перекриття інтервалів поглинання промивальної рідини колоною обсадних труб;
- тампонування каналів відходу промивальної рідини тампонажними матеріалами.

На кафедрі нафтогазової інженерії та буріння НТУ «Дніпровська політехніка» накопичено значний досвід розробки і впровадження у виробництво технологій попередження і ліквідації поглинаючих горизонтів. Упродовж низки років роботи виконували Браженко А.М. [3], Пащенко О.В. [4], Мартиненко І.І. [5], Судаков А.К. [6].

Тому винятково важливе значення має питання аналізу та узагальнення способів формування ізоляційної оболонки, заснованих на явищі фазового переходу тампонажного матеріалу, та розробки на цій основі інноваційної технології ізоляції поглинаючих горизонтів з використанням більш ефективних тампонажних матеріалів.

Мета роботи – удосконалення технології ізоляції поглинаючих горизонтів бурових свердловин шляхом аналізу і узагальнення існуючих технологій ліквідації зон поглинання промивальної рідини в бурових свердловинах, з використанням тампонажних термопластичних матеріалів.

**Результати та їх обговорення**

*Передумови розробки нетрадиційних технологій тампонування поглинаючих горизонтів* [1, 7]. Для ліквідації поглинання промивальної рідини використовують два кардинальних підходи:

1. Перекриття проникних і нестійких горизонтів обсадними колонами як з виходом на денну поверхню, так і «впотай»;

2. Заповнення проникних горизонтів тампонажними розчинами.

Ізоляція зон поглинань промивальної рідини обсадними трубами є одним із найпоширеніших методів, що застосовуються в практиці буріння для ліквідації більшості видів ускладнень.

У перекриття обсадними колонами, незважаючи на високу якість проведення робіт, є істотні недоліки, які стримують застосування даних технологій при бурінні свердловин. Це пов'язано з тим, що технології обладнання обсадними колонами бурових свердловин дорогі, матеріало- та трудомісткі, в більшості випадків вимагають закріплення затрубного простору тампонажними розчинами; при цьому застосування цих технологій не гарантує ізоляцію свердловини від проникних горизонтів.

Тому найбільш часто застосовують технології, основані на заповненні тампонажними розчинами поглинаючих горизонтів. Найбільшого поширення набули розчини, що базуються на утворенні тампонажного каменю або гелю за рахунок явища гідратації або полімеризації.

*Формування тампонажного каменю, що основане на явищі гідратації.* При ліквідації поглинання промивальної рідини знайшли застосування цементи та суміші на їх основі (БСС, сухі композити, гельцементи та ін.), а також гіпс, алебастр. Останні мають обмежене застосування. Перевага розчинів, тампонажний камінь яких отримують за рахунок явища гідратації, – це незначна їх вартість, технологічність виготовлення і застосування, можливість у широкому діапазоні змінювати властивості, доступність компонентів тампонажного розчину. Основними недоліками цих матеріалів є те, що вони багатокомпонентні, готуються на водній основі і, отже, мають велику чутливість до розведення водою.

В останні десятиліття в Україні, Казахстані та ін. країнах активно ведуться роботи з модернізації, вдосконалення цементних тампонажних розчинів. Свідченням цього є велика кількість виконаних науково-дослідних робіт. Але вони не вирішують головної проблеми – збіднювання тампонажного розчину пластовими водами.

Процес твердіння тампонажного розчину в поглинаючому горизонті відбувається в агресивних умовах. В результаті розчини легко перемішуються з промивальною рідиною і пластовими флюїдами, особливо за наявності міжпластових перетікань. Відбувається збіднювання, седиментація тампонажних розчинів, що веде до підвищення часу схоплювання, розтікання на значні відстані від свердловини і, як наслідок, перевитрат тампонажних матеріалів та необхідності повторення операцій з тампонуванню [1, 2, 7, 8].

*Формування тампонажного каменю, що основане на явищі полімеризації*. Основа більшості застосовуваних синтетичних матеріалів – карбамідні смоли і латекси. Для затвердіння смол застосовують органічні та мінеральні кислоти (щавлеву, соляну й ін.), а латекси добре поєднуються з цементними розчинами і гіпсоцементними сумішами.

Переваги та недоліки синтетичних матеріалів, а також технології транспортування по стовбуру свердловини, задавлювання і процеси при твердінні в поглинаючому горизонті аналогічні розчинам і способам формування тампонажного каменю, основаного на явищі гідратації [7].

На наш погляд, розглянуті технології вичерпали свою можливість подальшого вдосконалення, тому єдиний шлях – це розробка і застосування для формування ізоляційних завіс технологій, основаних на матеріалах, що мають неводну основу й інші процеси формування тампонажного каменю. До таких технологій можна віднести технології утворення тампонажного каменю, що базуються на явищі фазового переходу.

Як альтернатива тампонажним розчинам на водній основі, що легко збіднюються пластовими водами, для ізоляції поглинаючих горизонтів були запропоновані термопластичні матеріали (ТПМ) з температурою плавлення 50 – 250 °С, розплав яких може легко проникати в канали поглинання промивальної рідини і тверднути там [1, 7].

До теперішнього часу у тампонажі гірських порід із ТПМ широке застосування знайшли лише нафтові бітуми [9]. При цьому бітум розігрівали на поверхні і в два етапи по колонах труб закачували в тріщинуватий горизонт. Цей спосіб не знайшов застосування, оскільки бітум дуже швидко застигає до непрокачуваного стану; витрачається значна кількість часу на спуско-підйомні операції.

У розвідувальному бурінні спроби застосування бітуму були зроблені в 60-х роках XX століття Рафієнком І.І. [10]. Він розробив два способи тампонування поглинаючих горизонтів сумішами на бітумній основі. У першому випадку розігрітий бітум доставляли в спеціальному теплоізоляційному контейнері на колоні бурильних труб (рис. 2). Цей спосіб отримав застосування при невеликій глибині розташування зони поглинання (до 100 м). Недолік цього способу – це обмеженість об'єму контейнера, а також охолодження бітуму при тривалому спуску його в свердловину на трубах, внаслідок чого його неможливо видавити з контейнера за допомогою насоса; крім того, витрачається багато часу на спуск і підйом такого контейнера.

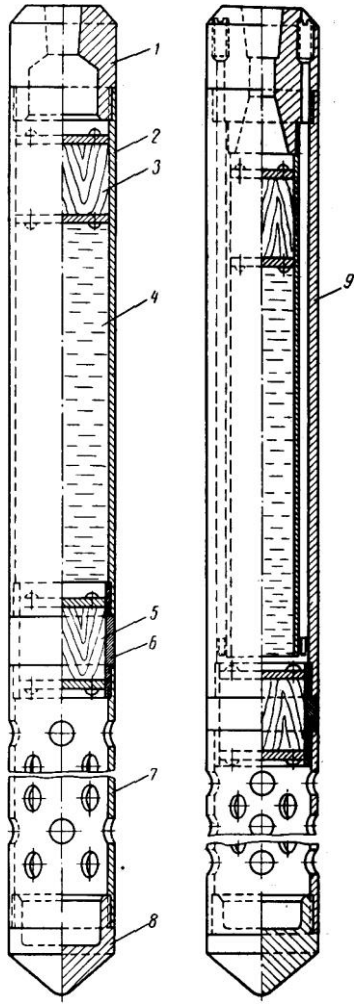



*Рис. 2. Снаряди для доставки розплаву ТПМ у зону поглинання на трубах: 1 – перехідник; 2 – контейнер; 3 – верхня пробка; 4 – розплав ТПМ; 5 – нижня пробка; 6 – ніпель; 7 – розпилювач; 8 – напрямний конус; 9 – зовнішня труба*

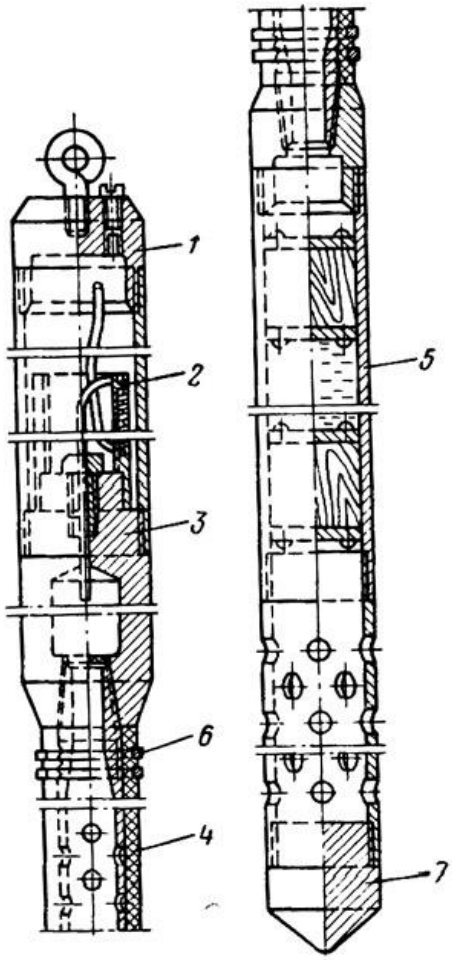



*Рис. 3. Снаряд для тампонування поглинаючих горизонтів із застосуванням ефекту вибуху: 1 – спеціальний перехідник; 2 – камера горіння вогнепровідного шнура; 3 – вибухова камера; 4 – пакер; 5 – контейнер; 6 – розпилювач; 7 – напрямний конус*

Найбільш оригінальним є спосіб доставки розплавленого бітуму в снаряді (рис. 3), що опускається на тросі, з вмонтованою вибуховою камерою. Але недоліком способу є підвищені вимоги до техніки безпеки і пожежної безпеки, пов'язані з застосуванням вибухових речовин, розігрівом у котлах термопластичної суміші та заповненням нею контейнерів безпосередньо на буровій; також, не виключена можливість спрацьовування снаряда в непередбаченому

інтервалі. Низька якість проведених робіт пов'язана з незначним проникненням тампонажного розчину в канали поглинання промивальної рідини.

Застосування нетвердіючих сумішей (НС), розроблених Мартиненко І.І. у 80–х роках у ПГО «Північукргеологія» на основі бітумів, які доставляли до поглинаючого горизонту в пакетах з подальшим їх розбурюванням спеціальним снарядом, так само не дало очікуваного ефекту [5, 9]. Через незначну глибину проникнення НС у тріщини і релаксації при виконанні наступних технологічних операцій у свердловині відбувається руйнування ізоляційної оболонки, що несе за собою відновлення поглинання промивальної рідини. Тому ці способи тампонування поглинаючих горизонтів не знайшли широкого застосування.

Крім бітуму, як тампонажні термопластичні матеріали використовуються різні полімери і мономери, що належать до групи термопластів. Термопласти характеризуються тим, що можуть плавитися при нагріванні та знову затвердівати при охолодженні. Цей процес може повторюватися багато разів, якщо нагрів не перевищує тієї межі, при якій полімер розкладається. В якості таких ТПМ можуть бути використані стирол, поліметакрилат, етилакрилат та ін. [1].

З метою усунення недоліків, властивих сумішам на бітумної основі, в Національному гірничому університеті під керівництвом Брацененка А.М. [6], і паралельно в Санкт-Петербурзькому державному гірничому інституті під керівництвом Литвиненка В.С. [11], були виконані роботи з розробки принципово нових нетрадиційних технологій тампонування поглинаючих горизонтів.

Відмінною особливістю запропонованих технологій є те, що ТПМ з низькою температурою плавлення доставляють у зону ускладнення в твердому гранульованому вигляді, де його нагрівають до рідкого стану вибійним тепловим джерелом з подальшим його задавлюванням у поровий простір поглинаючого або нестійкого горизонту.

У першому випадку [12– 14] запропоноване застосування сірки як ТПМ. Перевагою такої технології було використання інертного, незбіднюваного тампонажного матеріалу на основі сірки, що має високі фізико–механічні властивості, особливо в ранні терміни твердіння (охолодження). До недоліків можна віднести: високу вартість сірки, яка у 6 разів перевершує вартість тонни цементу (станом на 2020 р); відсутність надійних свердловинних засобів нагріву тампонажного матеріалу і задавлювання (транспортування) в поглинаючий горизонт розплаву ТПМ; значні часові витрати при плавленні ТПМ у свердловинних умовах; в даному випадку крихкість матеріалу ТПМ і використання як пластифікаторів токсичних матеріалів – нафталіну.

У другому [11] – органічні в'яжучі на основі синтетичних термопластів, які дозволяють отримати міцне і недороге безтрубне кріплення. Поліетилен і поліпропілен не мають екологічних протипоказань при кріпленні та проведенні ізоляційних робіт у свердловині. Гранульовані композиційні склади з органічною матрицею і мінеральними наповнювачами відповідають умовам екологічно чистого безтрубного кріплення й ізоляції ускладнених інтервалів свердловин. Недоліки технологій: відсутність технічної інформації про розроблену технологію; значні часові витрати при плавленні ТПМ у свердловинних умовах, обумовлені великими тепловими втратами; запропоновані тампонажні матеріали багатокомпонентні, що тягне за собою попередню підготовку сумішей і, як наслідок, їх подорожчання.

На кафедрі нафтогазової інженерії та буріння НТУ «Дніпровська політехніка» запропонована нова ефективна технологія [15, 16] ліквідації поглинання промивальної рідини. Технологія передбачає кріогенне (низькотемпературне) заморожування і тампонування гірської породи, що оточує свердловину (рис. 4).

Основною відмінністю запропонованої технології від відомих є те, що процес ізоляції проникного горизонту тампонажними сумішами здійснюється під захистом кріогенного екрана, створеного в проникному горизонті за низькотемпературною технологією.

Енергоємність та ефективність технологічного процесу багато в чому визначається теплофізичними процесами при формуванні кріогенного екрана [15].

Перевага запропонованої технології полягає в можливості створення малооб'ємної ізоляційної завіси за рахунок явища гідратації. До недоліків слід віднести підвищені вимоги техніки безпеки, пов'язані з застосуванням рідкого азоту. Із застосуванням даного способу ліквідації промивальної рідини ускладнюється технологія ізоляції. Це пов'язано з виконанням технологічних операцій з транспортування азоту, часткового розтеплення замерзлого горизонту, порціонної подачі тампонажного матеріалу. Контролювати процес заморожування і розтеплення при цій технології практично неможливо. Крім того, запропонована технологія невідпрацьована в свердловинних умовах – необхідне проведення науково-дослідних та дослідно-конструкторських робіт.

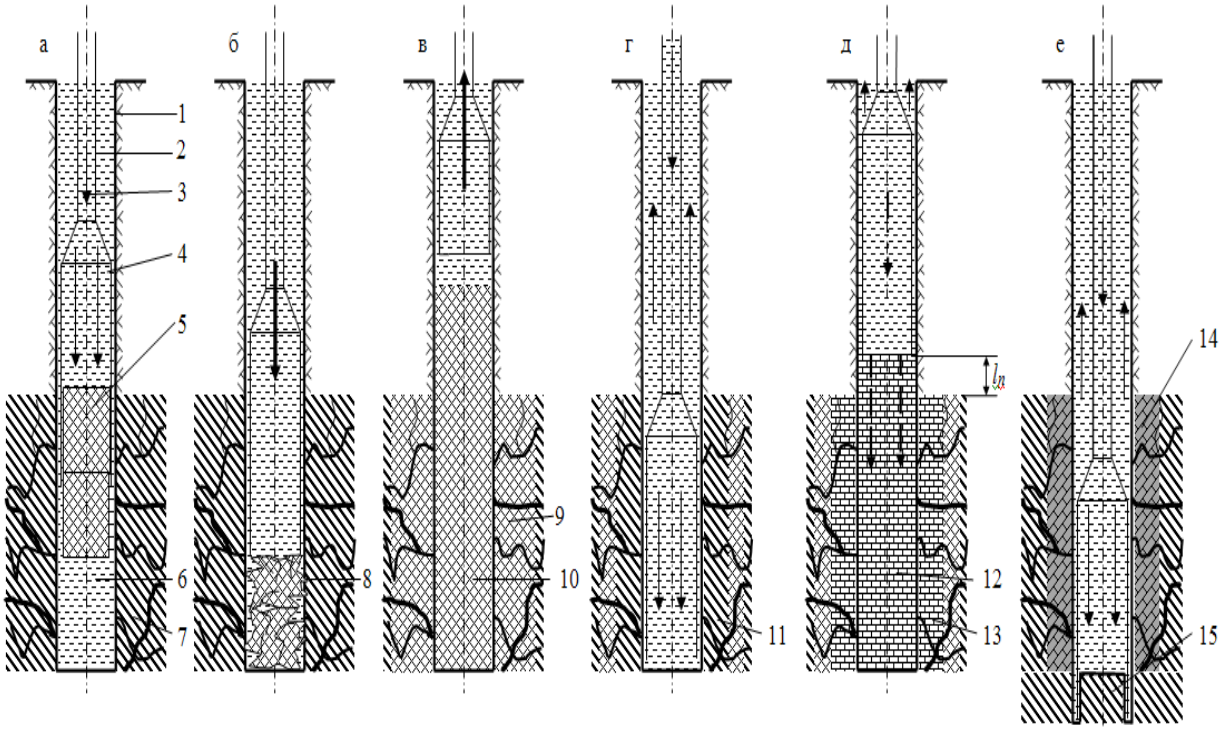



*Рис. 4. Технологія ізоляції поглинаючих горизонтів: а – доставка в свердловину контейнерів з холодоагентом; б – руйнування контейнерів; в – формування кріогенного екрана в зоні поглинання промивальної рідини; г – розбурювання льодово–піщаного композиту в свердловині з подальшим частковим розтепленням проникного горизонту; д – задавлювання тампонажної суміші; е – буріння свердловини (1 – стінки свердловини; 2 – бурильна колона; 3 – промивальна рідина; 4 – колонкові труби; 5 – контейнери з холодоагентом; 6 – свердловина; 7 – поглинаючий горизонт; 8 – зруйновані контейнери; 9 – заморожений горизонт; 10 – заморожений стовбур свердловини; 11 – частково розтеплений горизонт; 12 – тампонажний розчин в стовбурі свердловини; 13 – тампонажний розчин в розтепленій зоні поглинаючого горизонту; 14 – тампонажний камінь; 15 – керн)*

Надзвичайно цікавими з теоретичної та практичної точки зору є спеціальні способи ізоляції, що базуються на плавленні вміщуючих порід. Сутність цих методів ізоляції полягає в тому, що шляхом теплової дії на породи, які складають стінки свердловини, здійснюють їх розплавлення пенетратором. У подальшому при охолодженні розплавленої маси утворюється монолітна ізоляційна оболонка високої міцності.

Процес буріння плавленням визначається переважно теплофізичними властивостями гірської породи. Відмінними рисами цієї технології є висока концентрація на вибої свердловини теплової енергії й ефективна передача її породам з метою: забезпечення заданої швидкості плавлення; витиснення розплаву із зони вибою; формування на стінках свердловини монолітного і міцного осклілого шару [17].

Буріння свердловин методом плавлення дозволяє вирішувати завдання підтримки стійкості та закріплення стінок свердловини безпосередньо в процесі буріння шляхом створення за рахунок застигаючого розплаву міцного водонепроникного склоподібного шару. Водночас цей метод дозволяє спростити конструкцію свердловини, різко знизити витрату обсадних труб і тампонажних матеріалів, витрати часу і коштів на трудомісткі та дорогі роботи з кріплення свердловини обсадними колонами. Відсутність у свердловинах колон обсадних труб дозволяє підвищити результативність методів каротажу і свердловинної геофізики.

До недоліків даної технології відноситься те, що для її здійснення необхідні додаткові витрати, оскільки теплове джерело доставляється до вибою на колоні бурильних труб. Корпус робочої поверхні виконано з дорогого, дефіцитного матеріалу. Для досягнення ефекту плавлення гірської породи необхідні високі температури нагріву навколишнього середовища.

Але, при відповідному доопрацюванні, можливе застосування цих способів для ізоляції зон ускладнень у свердловинах.

З метою усунення недоліків, властивих технологіям застосування ТПМ, авторами [18–24] розроблено нову технологію ізоляції поглинаючих горизонтів, засновану на застосуванні поліетилентерефталату (ТПКМ).

Відмінною особливістю розроблюваної технології є те, що ТПКМ, основою якого є побутові відходи, доставляється в зону ускладнення в брикетованому, твердому вигляді та плавиться під дією позитивних температур тертя, які створюються термомеханічним породоруйнівним інструментом, з одночасним витисненням розплаву композиту в поглинаючий горизонт, охолодженням і формуванням непроникної, малооб'ємної ізоляційної оболонки. При цьому є можливість, після зношення термофрикційної накладки, подальшого продовження процесу буріння тим же інструментом, без виконання СПО. Таким чином, для реалізації технології ізоляції поглинаючих горизонтів з використанням ТПКМ (рис. 5) необхідно:

1) визначити характеристики поглинаючого горизонту;

2) доставити на бурову відповідного діаметра і довжини ТПКМ;

3) транспортувати ТПКМ до поглинаючого горизонту (рис. 5, *а*);

4) доставити в зону ускладнення термомеханічний інструмент (рис. 5, *б*);

5) здійснити плавлення ТПКМ з одночасним витисненням розплаву в канали поглинання промивальної рідини (рис. 5, *в, г*).

При ізоляції поглинання:

- технологічні операції, що здійснюються в свердловинних умовах, виконуються без доливання промивальної рідини;
- попередження порушення цілісності стовбура свердловини в зоні ускладнення забезпечується перебуванням в інтервалі ТПКМ;
- ТПКМ циліндричної форми має зовнішній діаметр, близький до діаметра буріння по поглинаючому горизонту, і дорівнює $D_{ТПКМ} = d_{ni.} – (1÷15)$ мм, де $d_{ni}$ – діаметр породоруйнівного інструменту;
- термомеханічне плавлення ТПКМ виконується до тих пір, поки не буде розплавлений весь композит під торцем термомеханічного інструменту (рис. 5, *д*);
- термомеханічне плавлення ТПКМ забезпечується тертям з одночасним зношуванням термомеханічної насадки об абразивний композит;
- подальше буріння здійснюється після повного абразивного зносу термомеханічної насадки без заміни породоруйнівного інструменту.

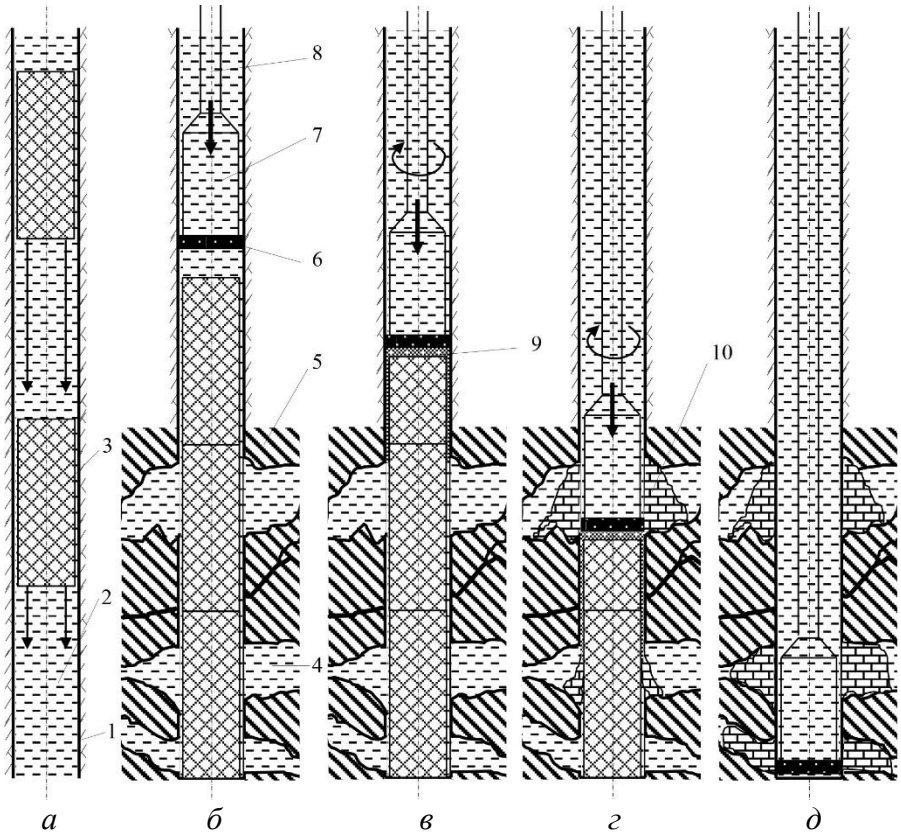



*Рис. 5. Термомеханічний спосіб тампонування свердловин [25]: а – транспортування термопластичного матеріалу по стовбуру свердловини; б – транспортування інструменту по стовбуру свердловини; в – початок ліквідації ускладнення; г – плавлення термопластичного матеріалу з витисненням розплаву в канали поглинання промивальної рідини; д – закінчення операції – досягнення вибою (1 – стінки свердловини; 2 – свердловинна рідина; 3 – ТПКМ; 4 – канали поглинання промивальної рідини; 5 – тріщинуватий горизонт; 6 – термомеханічний інструмент; 7 – колонкова труба; 8 – колона бурильних труб; 9 – розплав ТПКМ; 10 – тампонажний камінь)*

Контроль результатів ізоляції поглинаючого горизонту проводиться із застосуванням гідродинамічних методів. У разі позитивного результату триває буріння свердловини. При негативному результаті операції з тампонування поглинаючого горизонту повторюють.

До технічних переваг технології можна віднести:

- можливість керування технологічним процесом плавлення ТПКМ у зоні ускладнення;
- можливість ліквідації зависання (заклинювання) ТПКМ при транспортуванні по стовбуру свердловини;
- відсутність операції з видалення зі стовбура свердловини технологічного інструменту і, за рахунок цього, скорочення часових витрат.

**Висновки**

1. Отримала подальший розвиток теорія, що при бурінні в умовах тріщинуватих гірських порід застосування тампонажних сумішей на водній основі з використанням різних мінералов'яжучих і синтетичних речовин досягло своєї межі досконалості. В останні десятиліття роботи з поліпшення властивостей тампонажних матеріалів зводилися до вирішення місцевих завдань, а не усунення головного недоліку – чутливості до розведення

водою. В результаті розведення свердловинною рідиною та флюїдом тампонажних сумішей на водній основі відбуваються їх седиментація, значні втрати тампонажних матеріалів і часу на усунення поглинання промивальної рідини і, загалом, здорожчання вартості свердловин більш ніж на 20%. Скоротити ці втрати можливо, якщо для створення ізоляційної оболонки канали поглинання заповнювати розплавом термопластичного матеріалу, який не розчиняється пластовими водами.

2. Обґрунтовано, що застосовувані на сьогоднішній день термопластичні матеріали через недосконаліть технологій не знайшли широкого використання як тампонажні матеріали при ізоляції поглинаючих горизонтів бурових свердловин. Тому технологіям використання ТПМ та ТПКМ потрібне відповідне доопрацювання.

**A. Sudakov[1,2], A. Dreus[3], D. Sudakova[1], M. Kononov[1]**

*[1]National technical university "Dnipro Polytechnic", Ukraine*
*[2] Lviv Polytechnic National University, Ukraine*
*[3]Oles Honchar Dnipro National University, Ukraine*

**THE APPROACHES TO FORMATION OF INSULATION SHELL USING THE PHASE TRANSITION OF PLUGGING MATERIAL**

*Nowadays, thermoplastic materials are not widely used as plugging materials due to technology flaws, unstable physical and mechanical properties and, to some extent, carcinogenicity of their components. The purpose of the work is improving of the technology of isolation of the drilling well horizons by analyzing and generalizing the existing technologies of elimination of the absorption fluid, using thermoplastic plugging materials. To solve the study tasks the complex approach, including the analysis and generalization of literary and patent sources as well as analytical and experimental research, was used. A theoretical substantiation of the possibility of using thermoplastic materials for well isolation has been carried out. The prospects for further use of such materials are shown.*

*Novelty is the development of the theory and practice of using plugging thermoplastic materials, with a plugging stone created due to the effect of the inverse two-phase transition of the polymer-based binder.*

*The results of the work create the basis for the development of more advanced technologies to eliminate well fluid absorption zones; development of new materials using the phenomenon of phase transition of plugging material; production of new plugging thermoplastic materials; development of technological regulations for the isolation of absorbing horizons. Also, the results of the work can be used for preparing specialists in drilling wells.*

***Key words:*** *drilling wells, horizon, isolation, melting, plugging materials.*

**Література**

1. Судаков А.К. Дзюбик А.Р., Кузін Ю.Л., Назар І.Б., Судакова Д.А. Ізоляція поглинаючих горизонтів бурових свердловин термопластичними матеріалами. – Дрогобич: Просвіт, 2019. – 182 с.
2. Липатов А.В., Ибятуллин И.М. Анализ фактически пробуренных скважин и подбор оптимального бурового раствора для вскрытия нестабильных обложений // Межотраслевой институт «Наука и образование». –2014. –Вып. 6. – С. 104–107.
3. Разработка и внедрение методов исследований и изоляции зон поглощений промывочных жидкостей в условиях Боржинковского участка. Отчет о НИР ДГИ № ГР 81042562. – Днепропетровск, 1983. – 128 с.
4. Пащенко А.В. Разработка рациональной технологии тампонирования разведочных скважин в условиях Донбасса: автореф. дис. на соискание уч. степени канд. наук: спец. 05.15.14 «Технология и техника геологоразведочных работ». – Днепропетровск, 1986. – 17 с.

5. Мартыненко И. И. Исследования, разработка и внедрение технологии ликвидации геологических осложнений тампонирующими смесями на битумной основе: автореф. дис. на соискание уч. степени канд. наук: спец. 05.15.14 «Технология и техника геологоразведочных работ». – Днепропетровск, 1990. – 16 с.
6. Судаков А. К. Технология изоляции зон поглощения буровых скважин с применением термопластичных материалов: дис. … канд. техн. наук: 05.15.10. – Днепропетровск, 2000. – 204 с.
7. Брацененко А.М., Гошовский С.В., Кожевников А.А., Мартыненко И.И., Судаков А.К. Тампонаж горных пород при бурении геологоразведочных скважин легкоплавкими материалами. – К.: УкрГГРИ, 2007. – 130 с.
8. Басарыгин Ю.М., Булатов А.И., Дадыка В.И. Материалы и реагенты для ремонтно–изоляционных работ в нефтяных и газовых скважинах. – М.: ООО « Недра–Бизнесцентр», 2004. – 350 с.
9. Инструкция. Приготовление тампонирующей смеси НС–1 и изоляция поглощающих горизонтов: РД 41 УССР 29–86: Утв. Мин. Гео. УССР 07.05.86: Срок введения с 01.08.86. К.: Министерство геологии УССР, 1986. – 13 с.
10. Рафиенко И.И. Эффективные методы ликвидации поглощений промывочной жидкости при бурении. – М.: Недра, 1967. – 158 с.
11. Танинский П.Ю. Выбор легкоплавких связующих материалов для экологически чистого бесструбного крепления скважин: автореф. дис. на соискание уч. степени канд. наук: спец. 05.15.14 «Технология и техника геологоразведочных работ». – Санкт–Петербург, 2000. – 20 с.
12. Brazenienko A., Dudla N., Sudakow A., Zieba A. Nowa tecynologia izolacji horyzontow chlonnych. Praca zoctala zrealizowana w ramach badan statutowych // Zakladzie Wiertnictwa AGH. – 1997. – № 1.
13. Sudakov A., Khomenko O., Isakova M., Sudakova D. Concept of numerical experiment of isolation of absorptive horizons by thermoplastic materials // Scientific Bulletin of NMU. – 2016. – Vol. 5(155). P. 12–16.
14. Судаков А.К., Дреус А.Ю., Хоменко О.Е., Судакова Д.А. Теоретические основы технологии изоляции поглощающих горизонтов термопластичными материалами // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения. Сб. науч. тр. – Вып. 20. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2017. – 20. С. 52–58.
15. Sudakov A., Dreus A., Khomenko O., Sudakova D. Analitic study of heat transfer in absorbing horizon of boreholes in the formation of protection cryogenic plugging material // Scientific Bulletin of NMU. – 2017. N 3(159). – P. 38–42.
16. Судаков А.К., Кузин Ю.Л., Судакова Д.А. Криогенная технология изоляции поглощающих горизонтов // Вісті Донецького гірничого інституту. –2016. – Вип. 1(24). – С. 3–6.
17. Литвиненко В.С., Кудряшов Б.Б., Чистяков В.К. Бурение скважин в условиях изменения агрегатного состояния горных пород. М.: Недра, 1991. – 284 с.
18. Судакова Д.А. Нетрадиционная технология борьбы с поглощением буровых растворов в скважинах // Вісті Донецького гірничого інституту. –2017. – № 1(40). – С. 227–233.
19. Кузин Ю.Л., Судакова Д.А. О возможности применения бытовых отходов для изоляции поглощающих горизонтов буровых скважин. // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения. Сб. науч. тр. – Вып. 19. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2016. – С. 92–96.

20. Isakova M., Sudakova D. Thermoplastic materials on the basis of polyethyleneterephthalate. The 11th International Forum for Students and Young Researchers, (Dnipropetrovsk, april 2016). – Dnipropetrovsk: NGU, 2016. – P. 62.
21. Sudakov A., Dreus A., Sudakova D., Khamininch O. The study of melting process of the new plugging material at thermomechanical isolation technology of permeable horizons of mine opening // E3S Web of Conferences. – 2018. – Vol. 60. – P. 1–10: doi: https://doi.org/10.1051/e3sconf/20186000027.
22. Судакова Д.А. Механические свойства тампонажного термопластичного материала на основе полиэтилентерефталата. // Вісті Донецького гірничого інституту. – 2017. – № 2. – С. 107–116.
23. Судакова Д.А. Результаты стендовых исследований термомеханической технологии изоляции поглощающих горизонтов тампонажними термопластичными композиционными материалами. // Збірка наукових праць Національного гірничого університету. – 2018. – № 54. – С. 285–296.
24. Кузін Ю. Л.,Судакова Д.А. Термомеханічний спосіб тампонування проникних горизонтів бурових свердловин. Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения. Сб. науч. тр. – Вып. 20. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2017. – С. 98–102.
25. Судакова Д.А. Обґрунтування параметрів ізоляції поглинаючих горизонтів бурових свердловин: автореф. дис. на здобув. наук. ступ. канд. техн. наук: спец 05.15.10 «Буріння свердловин» – Івано-Франківськ, 2018 – 20 с.

*Надійшла 08.08.22*

**References**

1. Sudakov, A.K., Dziubyk, A.R., Kuzin, Yu.L., et al. (2019). *Izoliatsiia pohlynaiuchykh horyzontiv burovykh sverdlovyn termoplastychnymy materialamy [Insulation of absorbing horizons of boreholes with thermoplastic materials]*. Drohoych: Prosvit. [in Ukrainian].
2. Lipatov, A. V., & Ibyatullin, I. M. (2014). Analiz fakticheski proburennykh skvazhin i podbor optimalnogo burovogo rastvora dlia vskrytiia nestabilnykh oblozhenii [Analysis of actually drilled wells and selection of the optimal drilling fluid for the opening of unstable deposits]. *Mezhotraslevoj institut «Nauka i obrazovanie» – Inter-industry Institute «Science and Education», 6,* 104–107 [in Russian].
3. Razrabotka i vnedrenie metodov issledovanii i izoliatsii zon pogloshchenia promyvochnykh zhidkostei v usloviyakh Borzhinkovskoho uchastka [Development and implementation of methods for researching and isolating the absorption zones of flushing fluids in the conditions of the Borzhinkovsky site] (Report on the research work of the DGI No. GR 81042562). (1983). DGI. [in Russian].
4. Pashchenko, A.V. (1986). Razrabotka ratsionalnoi tekhnolohii tamponirovaniia razvedochnykh skvazhin v usloviiakh Donbassa [Development of a rational technology for plugging exploratory wells in the conditions of Donbass]. *Extended abstract of candidate's thesis.* Dnepropetrovsk [in Russian].
5. Martynenko, I. I. (1990).Issledovaniia, razrabotka i vnedrenie tekhnolohii likvidatsii heolohicheskikh oslozhnenii tamponiruiushchimi smesiami na bitumnoi osnove [Research, development and implementation of technology for the elimination of geological complications by plugging mixtures on a bitumen basis]. *Extended abstract of candidate's thesis.* Dnepropetrovsk [in Russian].
6. Sudakov, A. K. (2000).Tekhnolohiia izoliatsii zon pohloshcheniia burovyh skvazhin s primeneniem termoplastichnykh materialov [Technology for isolating loss zones in

boreholes using thermoplastic materials]. *Extended abstract of candidate's thesis.* Dnepropetrovsk [in Russian].
7. Brazhenenko, A. M., Goshovskii, S. V., Kozhevnikov, A. A., et al. (2007). *Tamponazh hornykh porod pri burenii heolohorazvedochnykh skvazhin legkoplavkimi materialami [Cementing of rocks when drilling exploration wells with fusible materials]*. Kiev: UkrGGRI [in Russian].
8. Basarygin, Yu.M., Bulatov, A. I., & Dadyka, V. I. (2004). *Materialy i reagenty dlia remontno–izolyatsionnykh rabot v neftianykh i hazovykh skvazhinakh [Materials and reagents for repair and insulation works in oil and gas wells]*. Moskwa: Nedra–Biznestsentr [in Russian].
9. *Instruktsiia. Prihotovlenie tamponiruiushchei smesi NS–1 i izolyatsiia pohloshchaiushchikh horizontov [Instruction. Preparation of plugging mixture NS-1 and isolation of absorbing horizons]*. (RD 41 USSR 29–86). (1986). Ministerstvo heolohii USSR.
10. Rafienko, I.I. (1967). *Effektivnye metody likvidatsii pohloshchenii promyvochnoi zhidkosti pri burenii [Efficient Methods to Eliminate Fluid Losses While Drilling]*. Moskwa: Nedra [in Russian].
11. Taninskii P.Yu. (2000). Vybor lehkoplavkikh sviazuyushchikh materialov dlia ekolohicheski chistoho bestrubnogo krepleniia skvazhin [The choice of fusible binders for environmentally friendly pipeless well casing] *Extended abstract of candidate's thesis*. Sankt-Peterburh [in Russian].
12. Brazenienko, A., Dudla, N., Sudakow, A., & Zieba A. (1997). Nowa tecynologia izolacji horyzontow chlonnych. Praca zoctala zrealizowana w ramach badan statutowych [New technology of insulating absorbent horizons. The work was carried out as part of statutory research]. *Zakladzie Wiertnictwa AGH – The AGH UST Drilling Plant, 1* [in Polish].
13. Sudakov, A., Khomenko, O., Isakova, M., & Sudakova, D. (2016). Concept of numerical experiment of isolation of absorptive horizons by thermoplastic materials. *Scientific Bulletin of NMU, 5(155),* 12–16.
14. Sudakov, A. K., Dreus, A. Yu., Homenko, O. E., & Sudakova, D. A. (2017). Teoreticheskie osnovy tekhnolohii izolyacii pohloshchaiushchikh gorizontov termoplastichnymi materialami [Theoretical foundations of the technology of isolation of absorbing horizons with thermoplastic materials]. *Porodorazrushaiushchii i metalloobrabatyvaiushchii instrument – tekhnika i tekhnologiia ego izgotovleniia i primeneniia – Rock Destruction and Metal-Working Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications, 20,* 52–58 [in Russian].
15. Sudakov, A., Dreus, A., Khomenko, O., & Sudakova, D. (2017). Analitic study of heat transfer in absorbing horizon of boreholes in the formation of protection cryogenic plugging material. *Scientific Bulletin of NMU, 3(159),* 38–42.
16. Sudakov, A. K., Kuzin, Yu. L., & Sudakova, D. A. (2016). Kriohennaia tekhnologiia izoliacii pohloshchaiushchikh gorizontov [Cryogenic technology of isolation of absorbing horizons]. *Visti Donetskoho hirnychoho institutu – Proceedings of the Donetsky Mining Institute, 1(24),* 3–6. [in Russian].
17. Litvinenko, V. S., Kudryashov, B. B., & Chistiakov, V. K. (1991). *Burenie skvazhin v usloviiah izmeneniia agregatnogo sostoyaniya gornyh porod [Drilling of wells in conditions of changes in the state of aggregation of rocks]*. Moskwa: Nedra [in Russian].
18. Sudakova, D. A. (2017). Netraditsionnaia tekhnolohiia borby s pohloshcheniem burovykh rastvorov v skvazhinakh [Unconventional lost circulation technology in wells]. *Visti Donetskoho hirnychoho institutu – Proceedings of the Donetsky Mining Institute, 1(40),* 227–233 [in Russian].

19. Kuzin, Yu. L., & Sudakova, D. A. (2016). O vozmozhnosti primeneniia bytovykh otkhodov dlia izolyatsii pohloshchaiushchikh gorizontov burovykh skvazhin [On the possibility of using household waste to isolate absorbing horizons of boreholes]. *Porodorazrushaiushchii i metalloobrabatyvaiushchii instrument – tekhnika i tekhnologiia ego izgotovleniia i primeneniia – Rock Destruction and Metal-Working Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications, 19,* 92–96. [in Russian].
20. Isakova, M. & Sudakova, D. (2016). Thermoplastic materials on the basis of polyethyleneтerephthalate. Proceedings from *11nd International Forum for Students and Young Researchers (april 2016)*. (p. 62). Dnepropetrovsk: NGU.
21. Sudakov, A., Dreus, A., Sudakova, D., & Khamininch O. (2018). The study of melting process of the new plugging material at thermomechanical isolation technology of permeable horizons of mine opening. Proceedings from *E3S Web of Conferences.* (vol. 60, pp. 1–10): doi: https://doi.org/10.1051/e3sconf/20186000027.
22. Sudakova, D. A. (2017). Mekhanicheskie svoistva tamponazhnoho termoplastichnoho materiala na osnove polietilentereftalata [Mechanical properties of grouting thermoplastic material based on polyethylene terephthalate]. *Visti Donetskoho hirnychoho institutu – Proceedings of the Donetsky Mining Institute, 2,* 107–116 [in Russian].
23. Sudakova, D. A. (2018). Rezultaty stendovykh issledovanii termomekhanicheskoi tekhnolohii izolyatsii pohloshchayushchikh gorizontov tamponazhnimi termoplastichnymi kompozitsionnymi materialami [The results of bench studies of thermomechanical technology for isolating absorbing horizons with backfill thermoplastic composite materials]. *Zbirka naukovikh prats Natsionalnoho hirnychoho universitetu – Collection of scientific works of the National Mining University, 54,* 285–296 [in Russian].
24. Kuzin, Yu. L., & Sudakova, D. A. (2017). Termomekhanichnyi sposib tamponuvannia pronyknykh horyzontiv burovykh sverdlovyn. *Porodorazrushaiushchii i metalloobrabatyvaiushchii instrument – tekhnika i tekhnologiia ego izgotovleniia i primeneniia – Rock Destruction and Metal-Working Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications, 20,* 98–102 [in Ukrainian].
25. Sudakova, D.A. (2018). Obhruntuvannia parametriv izoliatsii pohlynaiuchykh horyzontiv burovykh sverdlovyn [Justification of the isolation parameters of absorbing horizons of boreholes]. *Extended abstract of candidate's thesis*. Ivano-Frankivsk [in Ukrainian].

УДК 622.243.95 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-53-65

**А.О. Ігнатов,** канд. техн. наук

*Національний технічний університет «Дніпровська політехніка», пр. Дмитра Яворницького, 19, 49027, м. Дніпро, Україна, e-mail: A_3000@i.ua*

## ДОСЛІДЖЕННЯ ТЕХНОЛОГІЧНИХ ОСОБЛИВОСТЕЙ РЕАЛІЗАЦІЇ ГІДРОМЕХАНІЧНОГО СПОСОБУ БУРІННЯ

*Розглянуто сучасні напрямки проведення дослідницьких та конструкторських робіт в області широкого впровадження в бурову справу елементів фізичних способів руйнування гірського масиву. Відносно особливостей структурно-технічного виконання окремих вузлів розглядуваних пристроїв, висвітлено основні технологічні чинники їх раціонального функціонування в різних свердловинних умовах. Детальними дослідженнями переконливо доведено існування тісного зв'язку між фактором наявності для осьового навантаження на породоруйнівний інструмент динамічної складової та можливою інтенсифікацією руйнівних процесів. Конкретними прикладами показано провідну роль*

*окремих властивостей бурового розчину в реалізації умов посилення ефективності протікання вибійних руйнівних процесів. Переконливо доведено, що оскільки основним фактором гідро(пневмо)механічного буріння є значний ступінь розвитку руйнівних процесів, їх інтенсифікація може бути досягнута за рахунок спрямованого фізико-хімічного впливу поверхнево-активного середовища. Виконано експериментальні дослідження з вивчення розвитку і результатів поверхневих взаємодій – адсорбції на межі розділу фаз як основного чинника сталого руйнування гірського масиву.*

*Вивчення особливостей функціонування пристроїв гідро(пневмо)механічного буріння базувалося на використанні комплексних аналітико-лабораторних методів. Дослідження процесів руйнування гірських порід різної твердості виконано із застосуванням сучасних методів аналітичного аналізу й експериментальних досліджень, зокрема шляхом використання методів математичного й фізичного моделювання, методик обробки результатів досліджень у програмному супроводженні SolidWorks, STATGRAPHICS, MATHCAD, контрольно-вимірювальних приладів і відповідних завданням матеріалів.*

*Викладені результати лабораторно-експериментальних досліджень (стосовно механізму протікання дезінтеграційних і поверхневих фізико-механічних процесів) є базовими для проектування режимних параметрів програми руйнування і промивання свердловин гідромеханічного буріння та належать до основних вихідних даних, що застосовуються при обґрунтуванні конструктивних і техніко-технологічних характеристик відповідних модернізованих пристроїв. Отримані результати досліджень виступають основою для обґрунтованого проектування режимних параметрів процесу поглиблення свердловини за рахунок використання гідро(пневмо)механічних пристроїв та можуть слугувати вихідними положеннями для розробки оптимальних конструктивних і технологічних параметрів розглядуваних пристроїв.*

***Ключові слова:*** *гідро(пневмо)механічне буріння, гірська порода, вибій, свердловина, очисний агент, породоруйнівні кулі, механічна швидкість поглиблення, поверхнево-активна речовина, адсорбція, дезінтеграція.*

**Вступ**

Проведення будь-яких робіт, що пов’язані із пошуком, розвідкою та розробкою родовищ майже всього різноманіття корисних копалин, неодмінно супроводжується доволі масштабним застосуванням бурових свердловинних технологій [1]. Причиною цього є великий ступінь спеціалізації свердловин до конкретних промислових потреб, а саме: отримання геологічної інформації за рахунок підняття зі стовбуру свердловини кернів гірських порід (саме вони є основою подальших геохімічних досліджень); створення надійного експлуатаційного каналу зв’язку між продуктивним пластом і відповідним поверхневим видобувним обладнанням; застосування бурових свердловин в якості об’єктів розміщення речовин і матеріалів, що інтенсифікують руйнівні процеси; реалізація свердловинних прийомів ліквідації різних ускладнень, які виникають у гірському масиві за виконання розвідувально-видобувних бурових та інших суміжних робіт [2].

Природно, такий стан речей зумовив появу цілого спектру, насамперед, способів буріння (класифікаційною ознакою для них, здебільшого, слугує метод руйнування гірського масиву), сфера застосування яких визначається особливостями сформульованого геолого-технічного завдання та кінцевою метою спорудження свердловини. Тут необхідно зазначити, що перед технологами-проектувальниками повстає складна комплексна задача розроблення оптимального алгоритму спорудження свердловин, базовими принципами якого є, підкреслимо, раціоналізація показників механічної швидкості поглиблення, підтримка яких не тягне за собою жодних втрат у вичерпному виконанні означеною виробкою геологічного завдання та зберігає усі потенційні можливості максимальної відповідності вимогам щодо експлуатаційної придатності [3].

Розглянуті джерела науково-технічної інформації стосовно сучасного стану справ у буровій практиці беззаперечно доводять існування значного попиту на прогресивні методи отримання гірських виробок і, насамперед, свердловин [4]. Причому за головний фактор, який

визначає придатність інноваційного прийому отримання означених специфічних виробок, приймаються належні виправдані техніко-економічні показники. Останні є багатозначними, проте серед них особливої уваги заслуговують такі: витрати часу на виконання спуско-підіймальних операцій (СПО); розробка досконалого породоруйнівного інструменту тощо. Зазначені питання і є тими основними напрямками значної кількості робіт, в яких вирішуються питання оптимізації технологічного циклу спорудження свердловин [5].

Проблематика скорочення часу (а разом з тим і рівня витрат потужності) на виконання СПО вирішується шляхом використання прийомів виключення необхідності підйому бурильної колони задля витягання керну (зазначимо, що це стосується в більшості випадків геологорозвідувального колонкового буріння); тут більш всеосяжним рішенням є застосування знімного бурового інструменту або таких вибійних інструментальних компонувань, які дозволяють виключити необхідність наявності у них швидкозношуваних елементів конструкції [6]. З такої точки зору згадані раніше техніко-економічні показники об'єднуються в єдину групу, аналіз змісту якої дозволяє говорити про потреби в розробці технологічного супроводження бурових робіт, заснованого на застосуванні безінструментального руйнування гірського масиву [7]. Відмічене повністю відноситься до так званих фізичних способів поглиблення, які дозволяють проводити обробку вибою споруджуваної свердловини за допомогою різних активних впливів: теплового, електричного, хімічного, швидкісного (гідравлічно-активованими струменями рідини із можливим уведенням до їх складу деякого абразивного матеріалу).

Бурові технології, які використовують різні за фізичним походженням методи впливу на породний вибій свердловини, ще не стали такими, що здатні скласти реальну конкуренцію нині застосовуваним механічним способам, проте вони відзначаються переконливими перевагами, сутність яких у кінцевому підсумку зводиться до наявності значного експлуатаційного ресурсу для бурового робочого руйнівного інструменту [8].

Не вдаючись до розгляду подробиць технічного супроводження фізичних способів буріння, його можна охарактеризувати як порівняно нескладне (від способу до способу технічні конструктивні ознаки, звісно, трансформуються), однак дещо ускладненим здається, і тому є маса переконливих виробничих свідчень, їх технологічний ланцюжок реалізації [9]. Саме на останньому і необхідно зробити наголос. Сутність застосування фізичних полів з метою розширення діапазону впровадження в гірничу галузь спорудження свердловин повинна полягати в інтенсифікації руйнівних процесів у різних комбінаціях комплексного впливу на гірську породу, в т.ч. із застосуванням механічних руйнівних органів. Яскравим прикладом вказаного є конструкції бурових кулеструминних снарядів (таких, що використовують енергію удару куль, гідравлічно розігнаних та залучених в особливий контакт із породою, для руйнування гірського масиву), які реалізують комплексну технологію механо-гідравлічної обробки вибою споруджуваної свердловини [10]. Вони дозволяють проводити паралельно процеси руйнування центральної і периферійної частин вибою свердловини за різними технологічними схемами, проте із сталим збереженням фактору суттєвого значення ресурсу стійкості породоруйнівного органу. Заслуговує на особливу увагу і закладений в основу конструкції пристроїв механізм руйнування – він відзначається значною динамічністю, яка дозволяє отримувати більш масштабний розвиток руйнівних явищ в породному масиві.

Експериментально показано і теоретично доведено, що саме попередня деформованість вибою свердловини, яку виражає наявність руйнівних тріщин, і є тим впливовим важелем, який дозволяє суттєво інтенсифікувати поглиблення вибою свердловини [9]. Також відмітимо, що зазначені процеси не обмежуються тільки розвитком так званих ударних деформацій. Вони можуть бути додатково підсилені цілеспрямованим корегуванням режимних параметрів функціонування кулеструминних пристроїв; застосуванням породоруйнівних куль спеціального виконання; регулюванням фізико-хімічних властивостей циркуляційного бурового агенту; конструктивним удосконаленням різних ланок проектованих

кулеструменевих пристроїв. Вказані питання, в тому чи іншому форматі, отримали своє трактування, проте процеси їх техніко-технологічної адаптації доволі складні і потребують більш досконалого вивчення з перспективою подальшого ефективного впровадження в практику спорудження свердловин.

Мета статті – детальне аналітико-лабораторне і стендове вивчення основних закономірностей функціонування породоруйнівних органів інноваційних пристроїв гідро(пневмо)механічного буріння в породах, що значно різняться за показниками міцності, та розробка на їх основі раціонального техніко-технологічного регламенту спорудження свердловин геологорозвідувального і експлуатаційного призначення із високими показниками швидкості поглиблення вибою.

**Методики досліджень**

Порядок вивчення особливостей функціонування докорінно модернізованих пристроїв гідро(пневмо)механічного буріння базувався на використанні комплексних аналітико-лабораторних методів. Дослідження елементарного акту руйнування гірських порід різної твердості (з урахуванням багатофакторності дії супутніх техніко-технологічних чинників) виконано із застосуванням сучасних методів аналітичного аналізу й експериментальних досліджень, зокрема шляхом використання методів математичного й фізичного моделювання, методик моделювання та обробки результатів досліджень у середовищі SolidWorks, STATGRAPHICS, MATHCAD, контрольно-вимірювальних приладів і відповідних завданням матеріалів [11].

Процес розв’язання задач оптимального планування експерименту поділявся на такі етапи: складання моделі; підготовка необхідних вихідних даних; розрахунок моделі; отримання результатів [12].

Протікання свердловинних породоруйнівних процесів моделювалось на спеціальному лабораторному стенді, який обладнано контрольно-вимірювальним блоком (витратомір, манометр, тахометр, координатник).

Параметри процесу адсорбції активних речовин з водних розчинів на поверхні досліджуваних порід вивчалися на їх порошках, для чого експериментально визначалося оптимальне співвідношення між масою твердої фази і об'ємом розчину, а також час встановлення адсорбційної рівноваги. Обчислення конкретних величин параметру адсорбції проводилося шляхом вимірювання оптичної густини досліджуваного розчину до та після відповідної взаємодії, за пропускання крізь нього монохроматичного світла.

**Результати дослідження**

Досить неглибокий аналіз особливостей технологічного режиму спорудження свердловин беззаперечно доводить, що в більшості випадків є доцільною підтримка певних дійових умов руйнування породи на вибої означеної гірської виробки [13]. Більш детально це можна пояснити наступним чином: головним фактором ефективності поглиблення вибою свердловини є об’ємний характер руйнування його породного масиву; застосування поверхнево-активних речовин (ПАР) – понижувачів твердості дозволяє значно наростити рівень механічної швидкості буріння [14]; раціональна й обґрунтована висока швидкість проходки свердловини надає можливість уникнення значного прояву та стрімкого розвитку ускладнень в її стовбурі; покращення ходу відпрацювання породоруйнівного інструменту є необхідним чинником оптимізації витрат потужності та матеріалів (різного техніко-технологічного спрямування). Саме відносно вказаного і ведуться основні конструкторсько-дослідницькі та аналітично-стендові роботи стосовно вдосконалення вибійних процесів руйнування гірської породи.

Незважаючи на те, що останнім часом запропоновано, серед іншого, сучасні й прогресивні конструкції породоруйнівного інструменту [15], їх, на жаль, відрізняє висока вартість та обмеженість щодо геолого-технічних умов використання (відносно особливих фізико-механічних властивостей гірського масиву, викликаних наявністю явищ сильного

абразивного зношування інструментального озброєння, тріщинуватість, шаруватість, сланцюватість й присутність серйозних тектонічних порушень); крім того, бурова справа також відзначається деякою проблематичністю побудови технологічного циклу (насамперед це проявляється в надмірній складності поверхневого оперативного і ефективного регулювання режимних параметрів на вибої свердловини). Запропонованому гідро(пневмо)механічному способу буріння, із відповідним технічним супроводженням, властива відсутність вказаних недоліків, або їхній невеликий ступінь. Саме конструктивне виконання, а також алгоритм режимного відпрацювання дозволяють в широких межах проводити досить швидку адаптацію гідро(пневмо)механічного способу до певних геолого-свердловинних умов (до прикладу, швидка оперативна заміна типу породоруйнівних куль; направлене корегування частотно-силових характеристик взаємодії елементів групи озброєння із породним вибоєм; цілеспрямоване регулювання властивостей циркулюючого очисного агенту; варіювання умов реалізації вибійних руйнівних процесів за рахунок трансформації протікання елементарного акту дезінтеграції гірської породи).

Вказані обставини доволі багатофакторні та потребують свого теоретично-стендового вивчення і трансформації в конкретні рекомендації техніко-технологічного характеру [8].

Твердо доведено, що комбінування значних статичних осьових зусиль (необхідність наявності яких є ознакою більшості суто механічних способів дезінтеграції гірського масиву) із додатковим уведенням динамічної складової дозволяє значно трансформувати зміст та результати вибійних руйнівних процесів. Зазначене можна без обмежень віднести до тих моделей гідро(пневмо)механічних пристроїв для буріння, які містять у своєму компонуванні вузли – генератори ударів різної частоти і амплітуди [16].

В табл. 1 відображено узагальнені експериментальні значення механічної швидкості поглиблення вибою модельної свердловини *u*, які досить виразно ілюструють характер протікання руйнівних процесів в певних фізико-технологічних умовах.

Таблиця 1. **Технологічні характеристики процесу взаємодії спеціалізованої бурової коронки гідромеханічного кулеструминного пристрою з породним масивом**

| Найменування досліджуваної породи | Фізичний стан вибою модельної свердловини | Наявність динамічної компоненти для осьового зусилля | Режимні параметри процесу руйнування гірських порід | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | Осьове навантаження на спеціалізовану бурову коронку *C*, Н/мм$^2$ | | | | | |
| | | | 2 | 3 | 4 | 2 | 3 | 4 |
| | | | Частота обертання спеціалізованої бурової коронки *n*, хв$^{-1}$ | | | | | |
| | | | 225 | | | 370 | | |
| | | | Швидкість поглиблення вибою модельної свердловини *u*, мм/хв | | | | | |
| граніт крупнозернистий | монолітний | відсутня | 5,36 | 5,49 | 5,66 | 6,52 | 7,03 | 7,16 |
| | деформований | | 6,86 | 7,08 | 7,3 | 8,76 | 9,48 | 9,68 |
| | монолітний | присутня | 5,38 | 6,26 | 6,92 | 7,28 | 7,68 | 8,04 |
| | деформований | | 7,02 | 8,94 | 8,84 | 9,68 | 10,62 | 10,96 |

Представлені дані (табл. 1) отримані для випадку руйнування модельного гірського масиву без накладення ударних імпульсів, і з такими. Останнє можливо для випадків підключення до роботи гідроударного пристрою, причому режим його функціонування є високочастотним (для досліджень регулювання величини кількість ударів складала від 40 до 50 с$^{-1}$). Аналіз безпосередньо значень швидкості поглиблення вибою *u* дозволяє сформулювати

кілька показових висновків: ефективність роботи спеціалізованої бурової коронки визначається параметрами частоти її обертання, величиною створюваного осьового навантаження та присутністю для нього атрибута динамічності, позаяк їх взаємопов'язане збільшення автоматично викликає зростання швидкості поглиблення вибою; винятково яскраво це простежується для попередньо деформованого породного масиву, означений стан якого є результатом взаємодії із ним гідравлічно-розігнаних куль спеціальним струминним вузлом розглядуваного пристрою [17].

Характеристична графічна залежність, наведена на рис. 1, висвітлює дані стендових досліджень відносно сутності розвитку руйнівних явищ для породи дещо іншого петрографічного походження – дрібнозернистого граніту; умови проведення експериментів залишилися незмінними.

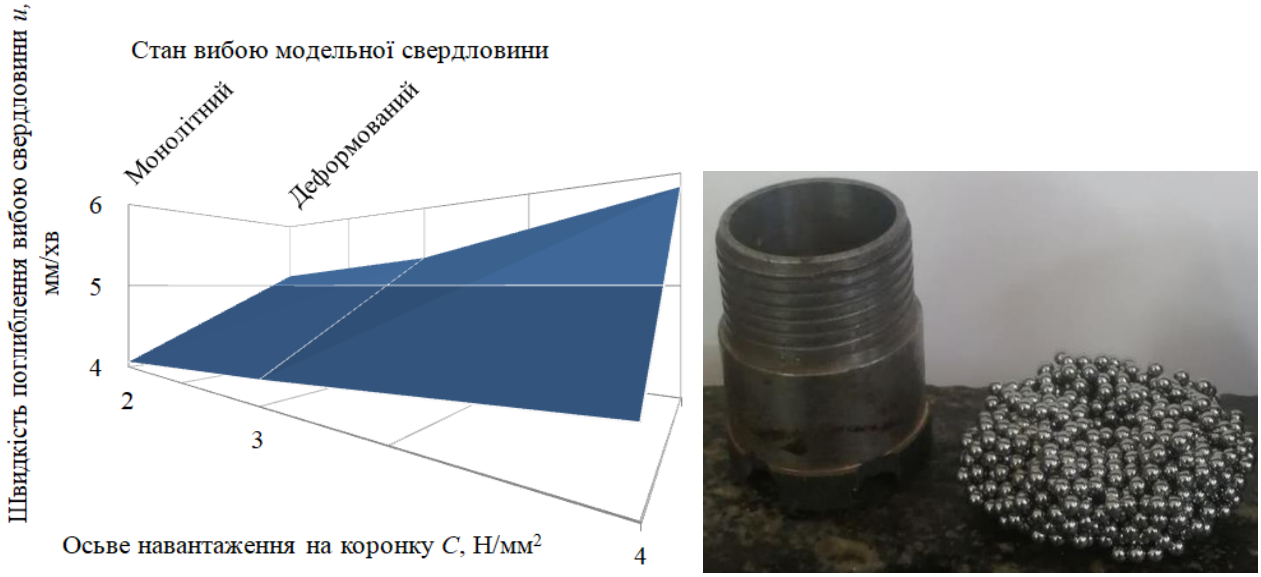



*Рис. 1. Особливості зміни швидкості поглиблення свердловини u від вибійних умов руйнування гірських порід*

Дані рис. 1 дають чітку уяву про перебіг деформаційних процесів, властивих, за обставин застосування гідромеханічних пристроїв, породам міцного комплексу, що відзначаються достатньо високим ступенем зв'язності окремих мінералогічних часток. Додатковим підтвердженням цьому є деяке, відносно суттєве, зниження механічної швидкості поглиблення. Щодо підкреслених раніше закономірностей взаємозв'язку між зростанням рівня режимних параметрів та інтенсифікацією руйнівних процесів – їхня спрямованість залишається незмінною.

Дані табл. 2 містять дещо більший за охватом діапазон експериментальних даних відносно результатів взаємодії в системі «спеціалізована бурова коронка – руйнівні кулі – гірський масив» та складена за критерієм висвітлення масштабів варіювання механічної швидкості *u*.

Виявлений стійкий вплив на результати деформаційних процесів додаткових динамічних зусиль упевнено підтверджується даними табл. 2. Тим самим можна констатувати позитивність закладеного в структуру розглядуваного пристрою технічного рішення відносно включення гідро(пневмо)ударників, які сприяють встановленню раціональних умов поглиблення вибою свердловини за рахунок генерування деякого частотно-силового поля, що, умовно кажучи, рівномірно наводиться на спеціалізованій буровій коронці, а сама схема технологічного поєднання окремих вузлів практично не зазнає помітних конструктивних перевантажень.

Таблиця 2. **Дані щодо основних ознак взаємодії спеціалізованої бурової коронки гідромеханічного кулеструминного пристрою з породним масивом, представленим гранітом дрібнозернистим**

| Найменування досліджуваних порід | Стан вибою модельної свердловини | Наявність динамічної компоненти | Режимні параметри процесу руйнування гірських порід | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | Осьове навантаження на спеціалізовану бурову коронку $C$, Н/мм$^2$ | | | | | |
| | | | 2 | 3 | 4 | 2 | 3 | 4 |
| | | | Частота обертання спеціалізованої бурової коронки $n$, хв$^{-1}$ | | | | | |
| | | | 225 | | | 370 | | |
| | | | Швидкість поглиблення вибою модельної свердловини $u$, мм/хв | | | | | |
| граніт дрібнозернистий | монолітний | відсутня | 3,28 | 3,46 | 3,52 | 4,06 | 4,29 | 4,48 |
| | деформований | | 4,22 | 4,46 | 4,65 | 5,48 | 5,82 | 6,04 |
| | монолітний | присутня | 4,06 | 4,22 | 4,42 | 4,64 | 4,98 | 5,22 |
| | деформований | | 5,16 | 5,36 | 5,88 | 6,16 | 6,78 | 7,18 |

Звісно, основним фактором інтенсифікації руйнівних процесів, за пропонованої конструктивної схеми побудови заявлених пристроїв гідро(пневмо)механічного буріння, є їх здатність створювати в гірському масиві розвинену систему тріщин, яка суттєво знижує його міцність [18]. Загалом можна констатувати наступний стан речей відносно дезінтеграційних явищ на вибої свердловини: при взаємодії породоруйнівного інструменту з гірською породою в середовищі умовно інертного бурового розчину, поряд з відділенням окремих її часток від масиву, в останньому також утворюється зона, в якій розвивається макро- і мікротріщинуватість. До того ж мікротріщини після зняття навантаження швидко стуляються, і таким чином робота, витрачена на їх утворення, зовсім не використовується для руйнування гірських порід. Уникнути описаного явища можна і необхідно за допомогою введення до складу бурового розчину добавок спеціальних поверхнево-активних речовин (ПАР), головною характеристикою яких є здатність адсорбуватися (явище мимовільного збільшення концентрації розчиненої речовини) на поверхні розділу фаз внаслідок нескомпенсованості сил міжмолекулярної взаємодії між ними.

При адсорбції ПАР на поверхнях деформаційних тріщин практично виключається їх здатність до змикання власних берегів та забезпечується збереження формату мікротріщин і після зняття руйнівного навантаження. Поверхнево-активне середовище впливає на характер деформації і руйнування твердих тіл головним чином в околицях гострих (тупикових) кінців тріщин, що розвиваються. У цих областях твердого тіла, яке деформується, адсорбційний вплив середовища призводить до зміни ефективної поверхневої енергії, що припадає на одиницю поверхні; це і обумовлює зміну параметрів міцності гірської породи. Природно, що найбільші адсорбційні ефекти мають місце тоді, коли нові поверхні, які виникають у процесі руйнування, встигають покриватися адсорбційними шарами, при сприятливих для адсорбції механічних умовах руйнування (це активне тріщиноутворення). Переконливо доведено, що ефективність дії ПАР при ударно-обертальному бурінні та при бурінні шарошковими долотами (тобто із наявністю динамічної складової) вища, ніж при обертальному коронками та ріжучими долотами [19].

Логічним висновком за описаних умов буде наступне твердження: додаткове значне підсилення ступеню розвитку руйнівних явищ в масиві гірської породи може бути сформоване в результаті цілеспрямованого введення до складу бурових розчинів відповідних ПАР; проте підґрунтям такого технологічного рішення повинні бути дослідження поведінки активованих

за допомогою ПАР бурових очисних розчинів при контактуванні із гірською породою та їх вплив на перебіг деформаційних процесів. Характеристичним показником за вказаних обставин може бути прийнята твердість породи за штампом, яка визначається втисканням у поверхню випробуваного тіла більш твердого стандартного індентора до отримання пластичного відбитка (метод Шрейнера). За такої методики були отримані експериментальні дані щодо результатів розвитку деформаційних явищ в окремих гірських породах, а саме пісковику і вапняку (табл. 3, 4).

Таблиця 3. **Показники механічних властивостей для гірської породи – пісковику, визначені за обробки його зразків сульфонолом**

| № з/п | Робоче середовище | Механічні характеристики досліджуваної породи | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | | твердість за штампом, $P_ш \cdot 10^{-7}$ Па | умовна межа текучості, $P_o \cdot 10^{-7}$ Па | коефіцієнт пластичності, $K_{пл}$ | модуль Юнга, $10^{-9}$, Па | загальна робота руйнування, $A_{заг}$, Дж |
| 1 | Повітря | 76,9 | 45,67 | 3,36 | 5,44 | 1,26 |
| 2 | Технічна вода | 57,46 | 38,30 | 3,98 | 6,06 | 0,737 |
| 3 | 0,25% розчин сульфонолу | 61,75 | 40,15 | 3,34 | 6,2 | 0,722 |
| 4 | 0,5% розчин сульфонолу | 61,14 | 36,83 | 3,23 | 5,5 | 0,697 |
| 5 | 1% розчин сульфонолу | 60,04 | 41,25 | 3,02 | 5,84 | 0,693 |

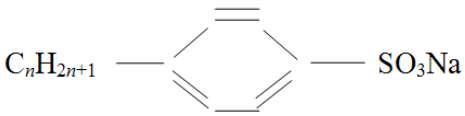
Таблиця 4. **Основні механічні властивості для гірської породи – вапняку, визначені за обробки його зразків деякими ПАР**

| № з/п | Робоче середовище | Механічні характеристики досліджуваної породи | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | | твердість за штампом, $P_ш \cdot 10^{-7}$ Па | умовна межа текучості, $P_o \cdot 10^{-7}$ Па | коефіцієнт пластичності, $K_{пл}$ | загальна робота руйнування, $A_{заг}$, Дж |
| 1 | Повітря | 166 | 138 | 1,29 | 0,0167 |
| 2 | Технічна вода | 161 | 140 | 1,237 | 0,0167 |
| 3 | 2% розчин емульсолу | 152 | 120 | 1,33 | 0,0137 |
| 4 | 0,1% розчин сульфонолу | 143 | 122 | 1,149 | 0,01 |

Для правильності трактовки висновків зазначимо, що пісковик є уламковою осадовою гірською породою, до якої приурочені родовища різних корисних копалин; вона, завдяки своїй

високій пористості та проникності, є колектором (пасткою) для газу і нафти. Проведення випробовувань зразків гірської породи відбувалось за навантаження на твердосплавний штамп в 5000 Н.

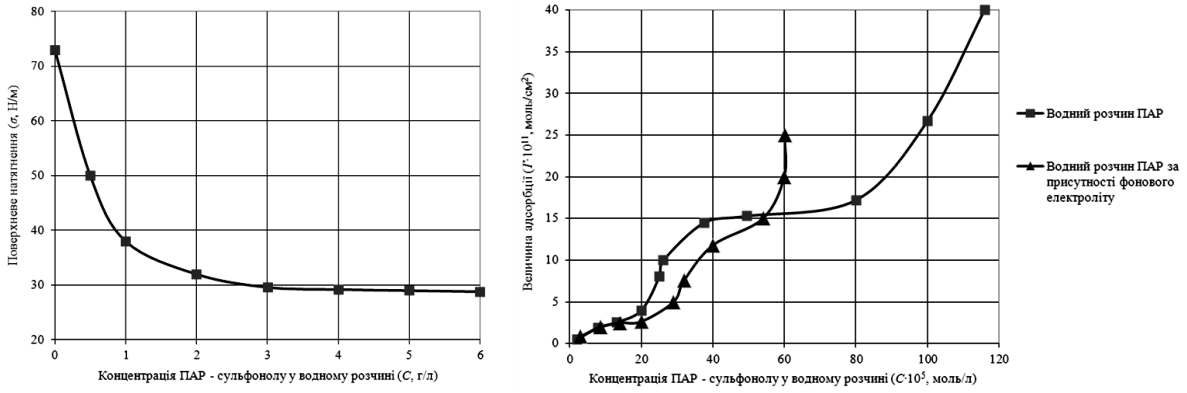
Також відмітимо, що вапняк – це осадова, уламкова гірська порода біогенного, рідше хемогенного походження, яка складається переважно з карбонату кальцію у вигляді кристалів різного розміру. Навантаження на твердосплавний штамп при випробовуваннях складали 5000 Н. Основна ПАР сульфонол виступає сумішшю натрієвих солей алкілбензолсульфокислот з алкільними залишками, що вміщують 12 - 18 атомів вуглецю, зі структурною формулою (*n* – число атомів вуглецю) [20]




.

Аналізуючи окремо та зіставляючи між собою дані табл. 3 і 4, нескладно побачити різноплановість прояву ефекту впливу на механічні властивості різних ПАР. Класифікаційними ознаками для вказаного можуть бути прийняті такі чинники: походження та відповідні фізико-хімічні властивості конкретної ПАР; гранична концентрація ПАР в буровому розчині; ґенез та структурно-механічні властивості гірської породи, зокрема пористість і пластичність; мінералогічний склад. Отже, наслідки впливу ПАР на стан властивостей гірського масиву не є однозначними, а потребують свого експериментального вивчення та відповідної теоретичної інтерпретації; головним показником тут може виступати дослідження такого фактору, як поверхневий натяг $\sigma$.

Рис. 2 ілюструє фізико-хімічну картину розчинення сульфонолу в технічній воді та його адсорбцію $\Gamma$ з відповідного розчину на поверхні гірської породи – граніту.




*а* *б*

*Рис. 2. Експериментально отримані ізотерми поверхневого натягу σ водного розчину (а) та адсорбції Г сульфонола з водного розчину на поверхні граніту (б)*

Інтенсивність зміни поверхневого натягу водного розчину сульфонолу простежуються на відповідному графіку (рис. 2, *а*); його характер беззаперечно свідчить про значну активність досліджуваної ПАР за відносно низьких концентрацій (до 3 г/л), причому перевищення зазначеного порогу не призводить до подальшого зниження $\sigma$, тобто отримане значення $C$ є граничним [21]. Явища адсорбції для сульфонолу на поверхні гірської породи (рис. 1, *б*) мають доволі складні ознаки, обумовлені як варіативністю $C$, так і фізико-хімічними особливостями дисперсійного середовища – визначуваними, окрім іншого, активними компонентами дисперсної фази [22]. Ізотерма адсорбції сульфонолу може бути описана декількома відмітними ділянками: початкова з них – це майже пряма пропорційність (з коефіцієнтом пропорційності $k < 1$), яка відповідає електростатичній сорбції окремих іонів поверхнею

породи; далі відбувається трансформація вигляду ізотерми у параболічну криву із наступним тривалим виположуванням – щільне перекриття поверхні гірської породи іонами ПАР та стрімким (за степеневою функцією високого порядку) збільшенням *Г*; при цьому подальше збільшення сумарного значення *С* на факторі *Г* практично не позначається. Щодо впливу електроліту $CaCl_2$ (так званого фонового електроліту) на розвиток адсорбційних процесів, то він проявляється у збереженні їх загальної спрямованості, проте за істотно менших абсолютних значень фактору *Г*.

Отже, з упевненістю констатуємо наступне: пропоновані пристрої гідро(пневмо)механічного буріння, при умовах оптимального технологічного супроводження для них, можуть бути рекомендовані до широкого застосування у відповідних геолого-технічних умовах, де реалізація інших методів та прийомів (особливо чисто механічних) нераціональна або обмежена малими техніко-економічними показниками.

**Висновки**

1. Вивчено особливості аспектів техніко-технологічної реалізації сучасних механічних способів буріння, а також розглянуто напрямки конструкторських робіт в області практичного застосування елементів фізичних способів руйнування гірського масиву при спорудженні свердловин.

2. Встановлено наявність взаємозв'язку між таким технологічним параметром як осьове навантаження та чинником наявності для нього динамічної складової із різними амплітудою та частотою, що, в комплексі, здатні забезпечити значний ступінь інтенсифікації руйнівних процесів на вибої споруджуваної свердловини.

3. На основі проведених різнопланових досліджень доведено, що деякі технологічні властивості бурового розчину, зокрема поверхневий натяг, мають суттєвий вплив на ефект посилення протікання вибійних руйнівних процесів; також експериментальними дослідженнями фактору поверхневих взаємодій, а саме адсорбції на межі розділу фаз, показана її провідна роль у встановлені сталого режиму руйнування гірського масиву.

4. Наступні аналітичні й експериментальні дослідження основних чинників реалізації принципів гідро(пневмо)механічного буріння та робочих характеристик відповідних пристроїв необхідно продовжувати у напрямках розробки раціональних параметрів їх режимно-технологічного супроводження з максимальною адаптацією до конкретних обмежувальних гірничо-геологічних й економічних умов.

**A.O. Ihnatov**

*National technical university «Dnipro Polytechnic», Ukraine*

**STUDY OF TECHNOLOGICAL FEATURES OF THE IMPLEMENTATION OF THE HYDROMECHANICAL DRILLING METHOD**

*Modern directions of research and design work in the field of widespread introduction of elements of physical methods of rock mass destruction into drilling business are considered. Regarding the specifics of the structural and technical implementation of individual units of the devices under consideration, the main technological factors of their rational functioning in various well conditions are reflected. Detailed studies have convincingly proved the existence of a close relationship between the factor of the presence of a dynamic component for the axial load on the rock cutting tool and the possible intensification of destruction processes. Specific examples show the leading role of individual properties of the drilling fluid in the implementation of the conditions for enhancing the efficiency of the destruction processes. It has been convincingly proven that since the main factor in hydro(pneumo)mechanical drilling is a significant degree of development of destruction processes, their intensification can be achieved due to the directed physical and chemical action of the surface-active medium. Experimental studies have been carried out to study the development and results*

*of surface interactions – adsorption at the phase boundary as the main factor in the sustainable destruction of the rock mass.*

*The study of specifics of the functioning of hydro (pneumatic) mechanical drilling devices was based on the use of complex analytical and laboratory methods. The study of the processes of destruction of rocks of various hardness was carried out using modern methods of analytical analysis and experimental research, in particular, the methods of mathematical and physical modeling, methods for processing research results in software support SolidWorks, STATGRAPHICS, MATHCAD, instrumentation and materials corresponding to the original task.*

*The presented results of laboratory and experimental studies (in relation to the mechanism of disintegration and surface physical and mechanical processes) are basic for designing the regime parameters of the program for the destruction and flushing of hydromechanical drilling wells; in addition, they refer to the main initial data used in substantiating the design and technical-technological characteristics of the corresponding upgraded devices. The obtained results of the research serve as the basis for the reasonable design of the regime parameters of the well deepening through the use of hydro (pneumatic) mechanical devices and can serve as starting points for the development of optimal design and technological parameters of the devices under consideration.*

***Key words:*** *hydro (pneumatic) mechanical drilling, rock, bottomhole, well, cleaning agent, rock-breaking balls, mechanical speed of the recess, surfactant, adsorption, disintegration.*

**Література**

1. Hossain M.E., Islam M.R. Drilling engineering: problems and solutions. – Wiley – Scrivener Publishing, 2018. – 627 p.
2. Войтенко В., Вітрик В. Технологія і техніка буріння. – Київ: Центр Європи, 2012. – 708 с.
3. Azar J.J., Robello S.G. (2007). Drilling Engineering. – PennWell Corporation, 2007 – 486 p.
4. Ihnatov A., Koroviaka Ye., Rastsvietaiev V., Tokar L. Development of the rational bottomhole assemblies of the directed well drilling / Gas Hydrate Technologies: Global Trends, Challenges and Horizons (GHT 2020): materials of IV International Scientific and Technical Conference // E3S Web of Conferences. 2021. – Vol. 230. – P. 01016.
5. Jimeno C.L., Jimeno E.L., Carcedo F.J.A. Drilling and Blasting of Rocks. – CRC Press, 1995. – 408 p.
6. Hossain, M.E. Fundamentals of Drilling Engineering: MCQs and Workout Examples for Beginners and Engineers. – Wiley – Scrivener Publishing, 2016. – 854 p.
7. Ігнатов А.О. Встановлення базових принципів функціонування окремих вузлів пристроїв гідро(пневмо)механічного буріння // Інструментальне матеріалознавство. Зб. наук. пр. – Вип. 24. – Київ: ІНМ ім. В.Н. Бакуля НАН України, 2021. – С. 76–87.
8. Dareing D.W. Oilwell Drilling Engineering. – ASME Press, 2019. – 512 p.
9. Ihnatov A. Analyzing mechanics of rock breaking under conditions of hydromechanical drilling. Mining of Mineral Deposits. – 2021. – Vol. 15, N 3. –P. 122–129.
10. Ihnatov A.O., Koroviaka Ye.A., Pinka J., Dmytruk O. Geological and mining-engineering peculiarities of implementation of hydromechanical drilling principles // Naukovyi Visnyk Natsionalnoho Hirnychoho Universytetu. – 2021. – N 1, P. 11–18.
11. Curry G.L., Feldman R.M. Manufacturing systems. Modeling and analysis. – Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag, 2011. – 338 p.
12. Reconfigurable Manufacturing Systems: From Design to Implementation / Benyoucef L. (Eds.) // Springer Series in Advanced Manufacturing (SSAM). – Springer Cham, 2020. – 250 p.
13. Zhang, Z. X.. Rock fracture and blasting. Theory and applications. – Butterworth-Heinemann, 2016. – 528 p.

14. Павличенко А.В., Коровяка Є.А., Ігнатов А.О., Давиденко О.М. Гідрогазодинамічні процеси при спорудженні та експлуатації свердловин. – Дніпро: НТУ «ДП», 2021. – 201 с.
15. Ігнатов А.О., Ратов Б.Т., Ткаченко Я.С., Шипунов С.О., Ветошка С.І. Розробка методичних та конструктивних основ буріння свердловин із застосуванням нових типів доліт./ Зб. наук. праць НГУ. – Випуск 69. – Дніпро: Нац. техн. ун-т «Дніпровська політехніка», 2022. – С. 218 – 230.
16. Пат. 109273 Україна МПК E21B 7/18. Пристрій для буріння / А.О. Ігнатов. – Опубл. 10.08. 15, Бюл. № 15.
17. Modi P.N., Seth S.M. Hydraulics and Fluid Mechanics Including Hydraulics Machines. – Standard Book House, 2019. – 1419 p.
18. Ihnatov A.O., Koroviaka Ye.A., Haddad J., Tershak B., Kaliuzhna T., Yavorska V. Experimental and theoretical studies on the operating parameters of hydromechanical drilling // Naukovyi Visnyk Natsionalnoho Hirnychoho Universytetu. – 2022. – N 1, P. 20–27.
19. Коровяка Є.А., Ігнатов А.О. Прогресивні технології спорудження свердловин. – Дніпро: НТУ «ДП», 2020. – 166 с.
20. Sharma K.K., Sharma L.K. (2016). A Textbook of Physical Chemistry. Vikas Publishing House, 2016. – 863 p.
21. Yasmin A., Yasin S.M. Advanced Practical Physical Chemistry. Publisher: Noor Publisher, 2020. – 100 p.
22. Physical Chemistry and Its Interdisciplinary Applications / A.K. Haghi (Ed.). – Nova Science Publishers, 2021.

*Надійшла 13.09.22*

**References**

1. Hossain, M.E., & Islam, M.R. (2018). *Drilling engineering: problems and solutions*. Wiley – Scrivener Publishing.
2. Voitenko, V., & Vitryk, V. (2012). *Tekhnolohiia i tekhnika burinnia [Technology and technique of the drilling]*. Kyiv: Tsentr Yevropy [in Ukrainian].
3. Azar, J.J., & Robello, S.G. (2007). *Drilling Engineering*. PennWell Corporation.
4. Ihnatov, A., Koroviaka, Ye., Rastsvietaiev, V., et al. (2021). Development of the rational bottomhole assemblies of the directed well drilling. Proceedings from Gas Hydrate Technologies: Global Trends, Challenges and Horizons'20: *IV International Scientific and Technical Conference (GHT 2020)* (vol. 230, p. 01016). E3S Web of Conferences.
5. Jimeno, C.L., Jimeno, E.L., Carcedo, F.J.A. (1995). *Drilling and blasting of rocks*. CRC Press.
6. Hossain, M.E. (2016). *Fundamentals of drilling engineering*. Wiley – Scrivener Publishing.
7. Ihnatov, A.O. (2021). Vstanovlennia bazovykh pryntsypiv funktsionuvannia okremykh vuzliv prystroiv hidro(pnevmo)mekhanichnoho burinnia [Establishment of the basic principles of functioning of individual units of devices for hydro(pneumatic)mechanical drilling]. *Instrumentalne materialoznavstvo – Tooling materials science, 24*, 76–87 [in Ukrainian].
8. Dareing, D.W. (2019). *Oilwell Drilling Engineering*. ASME Press.
9. Ihnatov, A. (2021). Analyzing mechanics of rock breaking under conditions of hydromechanical drilling. *Mining of Mineral Deposits, 15(3),* 122–129.
10. Ihnatov, A.O., Koroviaka, Ye.A., Pinka, J., & Dmytruk, O. (2021). Geological and mining-engineering peculiarities of implementation of hydromechanical drilling principles. *Naukovyi Visnyk Natsionalnoho Hirnychoho Universytetu – Scientific Bulletin of the National Mining University, 1,* 11–18.
11. Curry, G.L. & Feldman, R.M. (2011). *Manufacturing systems. Modeling and analysis.* Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag.

12. Benyoucef, L. (Eds.). (2020). Reconfigurable Manufacturing Systems: From Design to Implementation. *Springer Series in Advanced Manufacturing*. Springer Cham.
13. Zhang, Z. X. (2016). *Rock fracture and blasting. Theory and applications*. Butterworth-Heinemann.
14. Pavlychenko, A.V., Koroviaka, Ye.A., Ihnatov, A.O. & Davydenko, A.N. (2021). *Hidrohazodynamichni protsesy pry sporudzhenni ta ekspluatatsii sverdlovyn: monograph [Hydro-gas-dynamic processes during the construction and operation of wells]*. Dnipro: Dnipro University of Technology [in Ukrainian].
15. Ihnatov, A., Ratov, B., Tkachenko, Ya., et al. (2022). Rozrobka metodychnykh ta konstruktyvnykh osnov burinnia sverdlovyn iz zastosuvanniam novykh typiv dolit [Development of methodological and constructive foundations for drilling wells using new types of bits]. *Collection of research papers of the NMU, 2(69),* 218–230 [in Ukrainian].
16. Ihnatov, A.O. (2015). Patent of Ukraine 109273 [in Ukrainian].
17. Modi, P.N., & Seth, S.M. (2019). *Hydraulics and Fluid Mechanics Including Hydraulics Machines.* Standard Book House.
18. Ihnatov, A.O., Koroviaka, Ye.A., Haddad, J., et al. (2022). Experimental and theoretical studies on the operating parameters of hydromechanical drilling. *Naukovyi Visnyk Natsionalnoho Hirnychoho Universytetu – Scientific Bulletin of the National Mining University, 1,* 20–27.
19. Koroviaka, Ye.A. & Ihnatov, A.O. (2020). *Prohresyvni tekhnolohii sporudzhennia sverdlovyn: monograph [Advanced well construction technologies]*. Dnipro: Dnipro University of Technology [in Ukrainian].
20. Sharma, K.K., & Sharma L.K. (2016). *A Textbook of Physical Chemistry.* Vikas Publishing House.
21. Yasmin, A., & Yasin, S.M. (2020). *Advanced Practical Physical Chemistry*. Noor Publisher.
22. Haghi, A.K (Eds.). (2021). *Physical Chemistry and Its Interdisciplinary Applications*. Nova Science Publishers.

УДК 622.648: 621.643.412 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-65-74

**Л.Н. Ширін**, д-р. техн. наук; **Р.Р. Єгорченко**, асп.

*Національний технічний університет «Дніпровська політехніка», пр. Д. Яворницького, 19, м. Дніпро, Україна, e-mail: yehorchenko.r.r@nmu.one*

## ВДОСКОНАЛЕННЯ МЕТОДІВ ТЕХНІЧНОГО ОБСЛУГОВУВАННЯ ТА РЕНОВАЦІЇ ШАХТНИХ ДЕГАЗАЦІЙНИХ ГАЗОПРОВОДІВ

*Діючі дегазаційні газопроводи, укладені в дільничних пластових виробках, постійно змінюють своє просторове положення, що призводить до порушень герметичності системи та руйнування стикових з'єднань труб. Геомеханічні процеси, що відбуваються в масиві гірських порід, та активне здимання порід ґрунту виробки провокують втомно-корозійне руйнування елементів дегазаційних газопроводів.*

*У статті розглядаються існуючі методи технічного обслуговування та реновації дегазаційних газопроводів для розробки інноваційних технічних рішень щодо підвищення експлуатаційних показників шахтних дегазаційних систем.*

*Основні напрямки проведення досліджень полягають в аналізі існуючих методів обслуговування та ремонту дегазаційних газопроводів з метою розробки оперативних методів оцінки їх технічного стану та розробки інноваційних технічних рішень для підвищення надійності в реальних умовах шахтного середовища.*

*Запропонований технологічний комплекс здатний забезпечити підвищення безпечності та якості обслуговування і реновації шахтних дегазаційних газопроводів, пошкоджених в процесі експлуатації.*

***Ключові слова:*** *дегазація, підземний вакуумний газопровід, метаноповітряна суміш, моніторинг, пропускна спроможність.*

**Вступ**

При інтенсивній розробці газоносних вугільних пластів актуальним питанням сьогодення є вдосконалення методів технічного обслуговування шахтних дегазаційних систем з метою підвищення їх надійності та забезпечення безпечних умов експлуатації. Ефективність функціонування шахтної дегазаційної системи (ШДС) залежить від технічного стану газопроводу, умов його експлуатації та кваліфікації обслуговуючого персоналу.

Аналіз [1] нормативної документації України щодо організації моніторингу та оцінки технічного стану шахтних дегазаційних трубопроводів показав, що на даний момент у гірничій галузі відсутні технічні, методичні та нормативно-правові документи за даним напрямом.

Дослідженнями [2] встановлено, що в реальних умовах шахтного середовища в процесі деформацій гірничого масиву і інтенсивних притоків агресивних вод постійно відбуваються неконтрольовані зміни просторового положення траси газопроводу, порушення герметичності фланцевих з'єднань, механічні пошкодження сталевих труб та їх корозія. Оцінкою експлуатаційних показників ЩДС на всіх етапах її функціонування традиційно займається персонал ділянки вентиляції та техніки безпеки (ВТБ), в обов'язках якого діагностування технічного стану газопроводу не передбачено.

Життєвий цикл ШДС включає стадії: проектування; спорудження мережі дільничних та магістральних газопроводів в підземних гірничих виробках; експлуатації та реновації (реконструкція, ремонт) в складних умовах шахтного середовища.

До основних факторів, що впливають на рівень надійності шахтних дегазаційних газопроводів і ініціюють порушення їх технічного стану, відносяться:

- негативний вплив навантажень від деформацій масиву гірських порід;
- наявність агресивних шахтних вод;
- деградація металу в процесі експлуатації.

Означені пошкодження дегазаційних газопроводів виникають спонтанно на всіх стадіях життєвого циклу ШДС і в специфічних умовах експлуатації практично не піддаються прогнозуванню.

Ліквідація негативних наслідків деформацій гірничих виробок виконується робітниками ділянки РГВ, які не несуть відповідальності за технічний стан газопроводів, укладених у протяжних гірничих виробках.

В той же час, відповідно до рекомендацій [3], обстеження шахтних дегазаційних газопроводів повинно виконуватись один раз на тиждень, а виявлені нещільності стикових з’єднань та вигини трубопроводу, де можливі скупчення води та підсмоктування повітря, повинні негайно усуватися. Слід відзначити, що трудомісткі ремонтні роботи з підтримки технічного стану дегазаційних газопроводів виконуються в складних умовах гірничого виробництва. За відсутності спеціальних технічних пристроїв (гідравлічні механізми для натяжки, гідравлічні динамометричні ключі, пневмогайковерти та пневматичні домкрати) фланцеві з’єднання та сталеві трубопроводи зазвичай піддаються ремонту з використанням морально застарілих механічних засобів, що провокує в більшості випадків негативні наслідки.

Наявність комплексу трудомістких ремонтних робіт і відсутність методик і рекомендацій щодо подовження експлуатаційного ресурсу шахтних дегазаційних газопроводів обумовили необхідність розробки інноваційних технічних рішень по їх обслуговуванню та реновації в специфічних умовах гірничого виробництва.

**Аналіз сучасних досліджень і публікацій**

Експериментальними дослідженнями [2] встановлено, що інтенсивні деформації масиву гірських порід та притоки агресивної води негативно впливають на технічний стан ШДС і знижують її експлуатаційні показники. Відповідно до [3] огляд газопроводів виконується один раз на тиждень. Виявлені нещільності та вигини трубопроводу, де можливі скупчення води та підсмоктування повітря, повинні негайно усуватися. Але за відсутності підрозділів з технічного обслуговування ШДС і спеціальних пристроїв сталеві трубопроводи, укладені в підземних виробках, зазвичай піддаються вирівнюванню з використанням механічних засобів, що призводить в більшості випадків до їх механічних пошкоджень.

За результатами оцінки сучасних тенденцій у сфері ремонту та обслуговування магістральних газопроводів встановлено [1], що в зарубіжній практиці використовують ряд спеціальних пристроїв для ремонту свищевих ушкоджень, поверхневих дефектів металу та корозії труб газопровідної системи без зупинки процесу перекачування газу.

В роботі [4,5] розглянутий аналіз методів та засобів ліквідації свищевих ушкоджень магістральних газопроводів, що включає виявлення та перспективні технології проведення ремонтних робіт при ліквідації дефектів.

Американською фірмою «Plidco» розроблені пристрої, що дозволяють зробити надійну герметизацію локальних свищевих ушкоджень для їх подальшого ремонту на діючих газопроводах. До них належать:

- розбірна ремонтна муфта (рис. 1), призначена для постійного ремонтного з'єднання, що працює під тиском. Після припинення виходу газу для підвищення надійності можливе приварювання муфти;
- ремонтна трубна муфта, яка дозволяє зупинити витік газу через отвори, спричинені піттинговою корозією. Характерною особливістю цієї муфти є патентований центруючий штифт, який спрямовує вершину конуса з каучуку в отвір нориці. Притискним гвинтом створюється зусилля, що притискає конус до місця свищу.




*Рис. 1. Ремонтна муфта фірми «Plidco»*

В роботі [2] відзначається, що технічний стан шахтних дегазаційних газопроводів і параметри шахтного середовища слід розглядати як взаємодіючу транспортно-технологічну систему «шахтний газопровід – гірнича виробка» («ШГ–ГВ»). Зумовлено це тим, що в реальних умовах експлуатації шахтного газопроводу в результаті геомеханічних процесів, що протікають в масиві гірських порід, відбуваються просторові зміни профілю траси газопроводу та подальша його деформація в стикових з’єднаннях труб.

Встановлено також, що на даний період в галузі відсутній системний підхід щодо прийняття обґрунтованих рішень для оперативного виконання ремонтно-відновлювальних робіт по подовженню експлуатаційного ресурсу шахтних дегазаційних газопроводів. У зв’язку з цим структурно-логічною схемою дослідження технічного стану ШДС пропонується механізм обґрунтованого вибору методу реновації шахтного газопроводу, який базується на основі урахування його конструктивних характеристик та особливостей експлуатації в специфічних умовах гірничого виробництва.

**Постановка задачі і методи дослідження**

У відповідності з міжнародними стандартами та сучасними вимогами щодо обслуговування та ремонту дегазаційних газопроводів [6], метою дослідження є

вдосконалення методів реновації та розробка інноваційних технічних рішень для підвищення технічного стану ШДС в умовах шахтного середовища.

Базою для формування системи заходів щодо детального оцінювання особливостей функціонування ШДС в реальних умовах шахтного середовища та розробки інноваційних технічних рішень щодо їх удосконалення послужили діючі галузеві та міжнародні методи оперативного контролю та підвищення технічного стану магістральних газо-нафтопроводів.

При інтенсивній розробці газоносних вугільних пластів моніторинг експлуатаційних параметрів дегазаційних газопроводів, що знаходяться в зоні впливу очисних робіт, є складним завданням, яке потребує обґрунтування відповідних методів оцінки їх технічного стану та спеціального обладнання для реновації пошкоджених елементів в процесі експлуатації.

З метою поліпшення якості робіт з обслуговування і ремонту обладнання ШДС розроблено програму і методику оперативного контролю технічного стану дегазаційних газопроводів і проведення мінімальних обсягів ремонтних робіт по відновленню пошкоджень. В основу програми покладено ідею збору і обробки інформації про технічний стан вузлів ШДС для експертної оцінки ресурсних показників по частоті виходу їх із ладу.

Отриманий банк даних дає можливість накопичувати та обробляти інформацію про можливі зміни стану дегазаційного та визначати рівні його експлуатації для своєчасного попередження появи відмов.

Метою роботи є оцінка технічного стану дегазаційних газопроводів і методів технічного обслуговування та ремонту в умовах шахтного середовища та розробка інноваційних технічних рішень щодо підвищення експлуатаційних показників шахтних дегазаційних газопроводів.

**Результати та їх обговорення**

На діючих вугільних шахтах оцінкою технічного стану газопроводу та його подальшим ремонтом займається персонал ділянки ВТБ. Слід відзначити, що технічне обслуговування та ремонт дегазаційного газопроводу виконується без застосування спеціального обладнання і, як наслідок, призводить до деформацій ущільнювачів та ланок трубопроводу.

В результаті деформації порід підошви виробки газопровід схильний до зміни просторового положення в місцях стикових з'єднань, руйнування ущільнювачів і попадання рудникового повітря всередину системи (рис. 2).

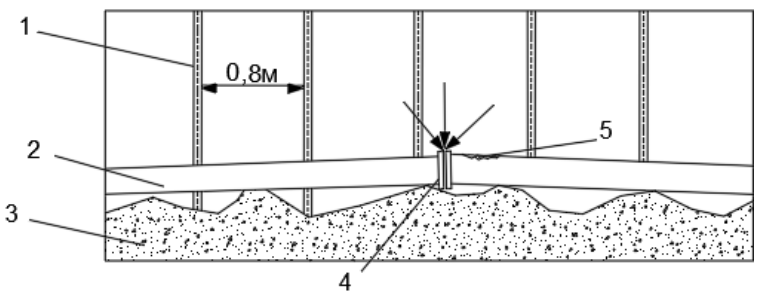



*Рис. 2. Деформовані стикові з'єднання ланок шахтного газопроводу: – зона потрапляння рудникового повітря в деформований газопровід; 1 – аркове кріплення виробки; 2 – дегазаційний газопровід; 3 – деформовані породи підошви гірничої виробки; 4 – стикове з'єднання труб; 5 – внутрішня корозія*

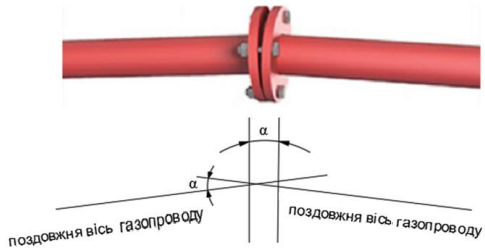
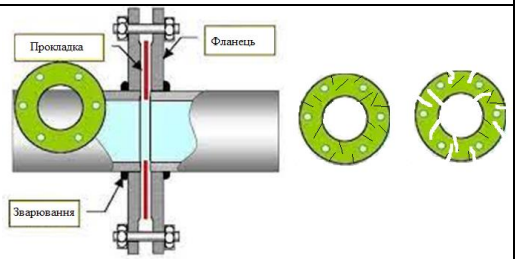
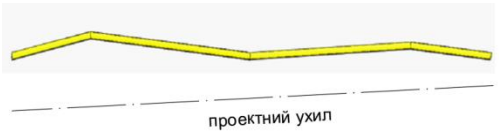
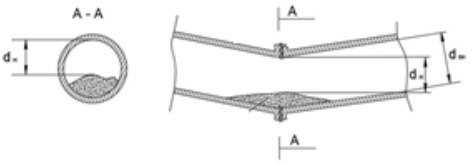
Для підвищення ефективності запропонованої системи технічного обслуговування ШДС, типові пошкодження дегазаційних газопроводів були класифіковані за категоріями складності їх усунення на легкі (*L*), середні (*M*) і важкі (*V*). Критеріями оцінювання складності було прийнято час усунення кожної відмови і кількість залучених до цього працівників.

Накопичений банк вихідних даних про види і категорії пошкоджень газопроводів надає змогу в подальшому визначати, на якому саме рівні експлуатації

дегазаційної системи доцільно проводити технічне обслуговування чи реновацію в нетипових або екстремальних умовах експлуатації.

В таблиці наведені характерні пошкодження дегазаційних газопроводів в процесі їх експлуатації в нетипових та екстремальних умовах експлуатації.

**Характерні пошкодження дегазаційних газопроводів в процесі їх експлуатації**

| № з/п | Вид пошкодження | Тип пошкодження | Категорія складності | Ініціюючі чинники |
|---|---|---|---|---|
| 1 |  | Кутове зміщення траси дегазаційного газопроводу | *L* | Зміна профілю траси газопроводу внаслідок деформації гірських порід підземних виробок |
| 2 |  | Дефекти фланцевих прокладок | *M* | Пошкодження фланцевих з’єднань дегазаційних труб |
| 3 |  | Утворення знакозмінного профілю траси | *V* | Прогини та вигини траси газопроводу при здиманні порід підошви підземних виробок |
| 4 |  | Механічні відкладення породного і вугільного пилу | *V* | Деформація ланок дегазаційного газопроводу в місцях стикових з’єднань сталевих труб |
| 5 |  | Утворення гідратних пробок | *V* | Вміст вологи в газі та коливання температури і тиску |
| 6 |  | Внутрішня та зовнішня корозія сталевих труб | *V* | Агресивне шахтне середовище |

В реальних умовах шахтного середовища найбільш поширеними пошкодженнями вважаються порушення герметичності фланцевих з'єднань сталевих труб та непрогнозовані зміни профілю траси газопроводу (прогини та вигини) в результаті деформацій гірського масиву. Як наслідок, в підземних виробках з активним здиманням порід підошви спостерігаються поздовжні зміни довжини газопроводу відносно його проектної величини.

На магістральних газопроводах нафтогазової галузі для попередження порушень поздовжнього профілю газопроводів, прокладених в нестійких ґрунтах, застосовують спеціалізовані пристрої (компенсатори) для компенсації змін довжини труб [7]. За результатами аналізу технічних характеристик і конструктивних особливостей існуючих компенсаторів для регулювання змін довжини траси дегазаційного газопроводу в специфічних умовах шахтного середовища рекомендовано використовувати сильфонні компенсатори (рис. 3).

Доведено, що при інтенсивних деформаціях гірничого масиву пружна асиметрична гофрована металева оболонка сильфону дозволить компенсатору під дією поздовжніх, поперечних і кутових моментів розтягуватися, стискатися, деформуватися в поперечному напрямку та згинатися зі значними переміщеннями, зберігаючи при цьому герметичність [2].



*Рис. 3. Конструктивні особливості компенсаторів: а – сильфонний компенсатор; б – гумовий компенсатор*

Аналогічні властивості мають гумові компенсатори, армовані тканинним кордом, які відносяться до групи гнучких пристроїв, що встановлюються на трубопроводи з метою їхнього захисту від впливу негативних факторів (стрибків тиску, вібрацій та ін.) в процесі експлуатації.

Застосування означених компенсаторів в дегазаційних газопроводах дозволить вирішити накопичені проблеми підтримки технічного їх стану в специфічних умовах шахтного середовища, а саме:

- координувати непрогнозовані зміни довжини газопроводу в процесі деформацій гірських порід, що вміщують пластові дільничні виробки;
- підвищити герметичність стикових з’єднань за рахунок гнучких пристроїв.

До насущних проблем підтримки технічного стану шахтних дегазаційних газопроводів слід також віднести відсутність у галузі спеціального обладнання для вирівнювання викривлених трас сталевих газопроводів без механічних їх пошкоджень.

Зазначені недоліки обумовили необхідність пошуку і розробки нових технічних рішень щодо забезпечення щадних способів і засобів вирівнювання викривлених у просторі дегазаційних газопроводів.

В якості перспективного напрямку рішення проблеми вирівнювання викривлених в просторі дегазаційних газопроводів прийняті до розгляду наукові напрацювання НТУ «Дніпровська політехніка» [8, 9] в галузі обґрунтування, розробки та впровадження в гірничій галузі пневмобалонів – пневматичних конструкцій з м'яких оболонок.

Пневмобалон являє собою замкнуту герметичну ємність з матеріалів, що легко піддаються багатоцикловим вигинам без втрати своїх адаптаційних властивостей і міцності. При обґрунтуванні конструктивних і силових параметрів пневмобалонів для кріплення гірничих виробок автори враховували їх основні експлуатаційні показники, такі як вантажопідйомність, максимальна розсувність (висота підйому) та максимально допустимий робочий тиск.

Враховуючі високі контактну спроможність і щадні властивості пневматичних конструкцій з м'яких оболонок, були рекомендовані пневмобалонний домкрат і технологія вирівнювання викривлених дегазаційних газопроводів в шахті.

Для обґрунтування принципів дії, параметрів і конструкції пневмобалонного домкрата процес реновації деформованого дегазаційного газопроводу в специфічних умовах гірничих виробок розглядався як взаємодіюча система «гірничий масив – пневмодомкрат – трубопровід».

Умови взаємодії елементів означеної системи визначались шляхом моделювання їх конструктивних і силових параметрів. В якості найбільш вразливого елементу шахтного дегазаційного газопроводу прийнято фланцеве стикове з'єднання сталевих труб, порушення цілісності і герметичності якого при деформації порід гірничого масиву призводить до негативних наслідків у роботі ШДС.

На рис. 4 наведена схема (ідеальна) взаємодії подушкоподібної м'якої оболонки пневмобалонного домкрата з трубопроводом в зоні фланцевого з'єднання сталевих труб. Основними параметрами пневмодомкрата є початковий розпір і робоче зусилля розпору.

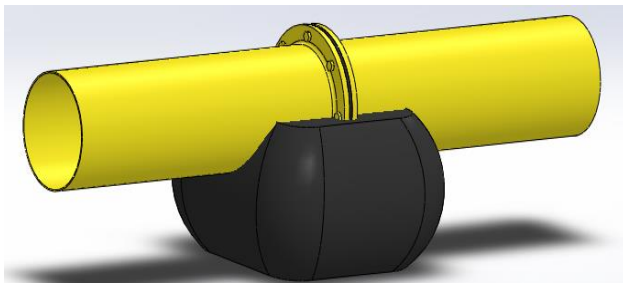


*Рис. 4. Схема взаємодії пневмобалонного домкрата з трубопроводом*

Початковий розпір, створюваний подушкоподібною оболонкою, розраховується за виразом:

$$R_0 = \rho_i \omega_0,$$

де $R_0$ – початковий розпір, кН; $p_i$ – надлишковий тиск стисненого повітря, МПа; $\omega_o$ – початкова площа контакту оболонки з трубопроводом, м$^2$.

При відомому тиску стисненого повітря в шахтній пневмомережі для визначення початкового розпору оболонки достатньо встановити площу контакту з трубопроводом.

Площа контакту м'якої оболонки з трубопроводом залежить від її розмірів, форми та еластичності матеріалу, і від закономірностей їх зміни при максимальній розсувності.

При подачі стисненого повітря в порожнину подушкоподібної оболонки відбувається її розсовування та зменшення площі контакту у порівнянні з базовими. Відповідно до розрахункової схеми (рис. 5)

$$\omega_0 = b_0 l_0 - 4r^2 c \left(1 - \frac{\pi}{4}\right),$$

де $b_o$, $l_o$ – розміри зіткнення оболонки з трубопроводом у поперечному та поздовжньому перерізах у початковий момент, м; $r_c$ – радіус заокруглення оболонки в місці перетину поздовжніх і поперечних ліній зіткнення з трубопроводом, мм.

$$b_0 = b_г - \pi(r_0 - r_г);$$
$$l_0 = l_г - \pi(r_0 - r_г),$$

де $b_г$, $l_г$ – базові геометричні розміри оболонки, м; $r_г$ – внутрішній радіус заокруглення бічних поверхонь оболонки за відсутності в ній повітря, м.

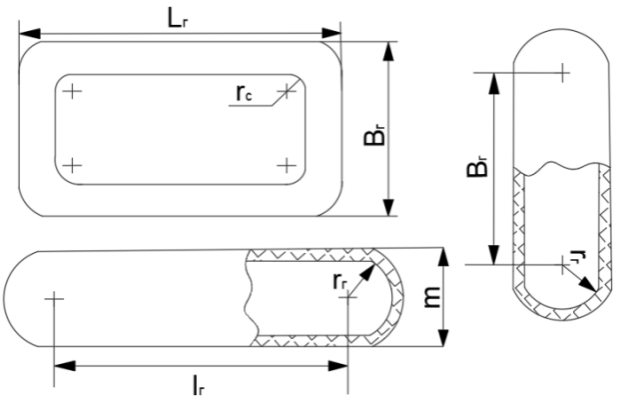



*Рис. 5. Розрахункова схема еластичної оболонки пневмодомкрата*

Вихідні розміри оболонки повинні бути такими, щоб вона могла розміститися між рядами аркового кріплення (рис. 2).

На рис. 6 наведено схематичне розташування пневмодомкрата під стиковими з'єднаннями ланок викривленого трубопроводу.

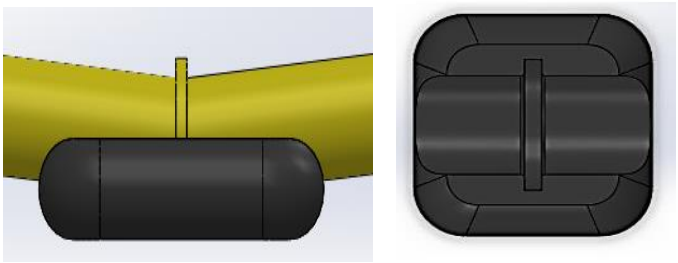


*Рис. 6. Розташування пневмодомкрата для реновації кутових зміщень дегазаційного газопроводу*

Під дією стисненого повітря м'яка оболонка розсувається, поверхні її притискаються до бічних порід і стін трубопроводу.

Початковий розпір на 1 м$^2$ площі опори залежить від надлишкового тиску стисненого повітря в порожнині оболонки, що становить p = 0,3 МПа.

**Висновки**

Встановлені характерні пошкодження дегазаційних газопроводів в процесі їх експлуатації в реальних умовах шахтного середовища дозволили сформувати банк даних для прийняття рішень щодо підтримки їх технічного стану.

Типові пошкодження дегазаційних газопроводів були класифіковані за категоріями складності їх усунення на легкі (L), середні (M) і важкі (V). Критеріями оцінювання складності було прийнято час усунення кожної відмови і кількість залучених до цього працівників.

Класифікація типових пошкоджень дегазаційних газопроводів за категоріями складності їх усунення дозволила запропонувати систему технічного обслуговування ШДС та відновлювання пошкоджень в шахтних умовах.

У порівнянні з традиційними методами ремонту деформованих дегазаційних газопроводів, використання пневмобалонних домкратів при їх реновації має ряд переваг, основними з яких є контрольований підйом трубопроводу на необхідну висоту, невелика маса, відносно невисока вартість, менша трудомісткість монтажно-демонтажних робіт та безпечні умови праці.

За результатами впровадження означених інноваційних технічних рішень планується розробити вихідні вимоги щодо застосування їх як невід'ємного функціонального елемента шахтних дегазаційних систем для підтримки, контролю та реновації викривлених і деформованих ділянок газопроводу.

**L. Shyrin, R. Yehorchenko**

*Dnipro University of Technology, Dnipro, Ukraine*

**IMPROVEMENT OF THE TECHNIQUES OF MAINTENANCE AND RENOVATION OF THE MINE DEGASSING PIPELINE**

*The existing gas degassing pipelines laid in the formation section workings are constantly changing their spatial position, which leads to violations of the system tightness and destruction of pipe butt joints. The geomechanical processes occurring in the rock mass and the active heaving of the soil of the mine working provoke tedious and corrosive destruction of the elements of degassing gas pipelines.*

*The article discusses the existing methods of maintenance and repair of gas pipelines for the development of innovative technical solutions to improve the performance of mine degassing gas pipelines.*

*The main areas of research were to analyze the existing methods of maintenance and repair of gas pipelines in order to develop innovative technical solutions to improve the reliability of degassing gas pipelines in real conditions of the mine environment.*

*The proposed technological complex is able to increase the safety and speed of maintenance and repair of mine degassing gas pipelines.*

***Key words:*** *degassing, underground vacuum gas pipeline, methane-air mixture, monitoring, capacity.*

**Література**

1. Бунько Т.В., Сафонов В.В., Мацук З.М. Спосіб евакуації природного газу з ділянки магістрального газопроводу, яка підлягає ремонту // Геотехнічна механіка. Зб. наук. праць – Випуск 140. – Дніпро, 2018. – С. 143–157.
2. Ширін Л.Н., Єгорченко Р.Р., Сергієнко М.І Особливості діагностики технічного стану транспортно – технологічної системи «шахтний газопровід – гірнича виробка // Геоінженерія. – 2021. – Вип. 6. – С. 28–37.
3. Правила проекта дегазації вугільних шахт та експлуатації дегазаційних систем: СУ-П. (2020). Міністерство енергетики України [Електронний ресурс]. – Режим доступу – http://sop.zp.ua/norm_npaop_10_0-1_01-10_01_ru.php.
4. Будзуляк Б.В., Салюков В.В., Губанок І.І. та ін. Концепція ремонту лінійної частини магістральних газопроводів // Газова промисловість. – 2003. – № 8. – С. – 62–65.
5. Салюков В.В., Алексашин С.П., Парфьонов А.І. Система контролю цілісності газопроводів ЄСГ ВАТ «Газпром» – запорука її надійності та довговічної роботи // Газова промисловість. – 2007. – № 1. – С. 48–50.
6. API 579-1 / ASME FFS-1, Fitness-For-Service standard by American Petroleum Institute, 12/01/2021 [Електронний ресурс]. – Режим доступу – https://s1.c-pdf.best/standards/API-RP-579-1-ASME-FFS-1/.
7. Деклараційний патент на корисну модель 6940 Україна, F16L 51/00. Компенсатор для газопроводов низкого и среднего давления / В. І. Шелудченко, М. С. Масс, Г. І. Пшеничний, В. В.Клявлін. – Опубл. 16.05. 05, Бюл. № 5/2005.
8. Ширин Л.Н., Федоренко Є.А. Методика определения эффективной площади контакта мягких оболочек с боковыми породами / Состояние и перспективы применения пневматических конструкций из мягких оболочек в горном деле: материалы I Всесоюз. науч.-техн. конф. – Днепропетровск, 1983. – С. 53–54.
9. Рахутин В.С. Научно-технические основы создания и технологии применения мягких оболочек на подземных горных работах. Днепропетровск. – 1985. –195 с.

*Надійшла 07.08.22*

**References**

1. Bunko, T.V., Safonov, V.V., & Matsuk, Z.M. (2018). Sposib evakuatsii pryrodnoho hazu z dilianky mahistralnoho hazoprovodu, yaka pidliahaie remontu. [The method of evacuation of natural gas from the section of the main gas pipeline that is subject to repair]. *Heotekhnichna mekhanika – Geotechnical mechanics, 140,* 143–157. Dnipro [in Ukrainian].
2. Shirin, L.N., Egorchenko, R.R., & Sergienko, M.I. (2021). Osoblyvosti diahnostyky tekhnichnoho stanu transportno – tekhnolohichnoi systemy «shakhtnyi hazoprovid – hirnycha vyrobka. [Peculiarities of diagnosis of the technical condition of the transport and technological system «mining gas pipeline – mining»]. *Heoinzheneriia – Geoengineering, 6,* 28–37 [in Ukrainian].
3. Pravyla proekta dehazatsii vuhilnykh shakht ta ekspluatatsii dehazatsiinykh system: SU-P [Rules of the degassing project of coal mines and operation of degassing systems: SU-P]. (2020). Ministry of Energy of Ukraine. (n.d.). *sop.zp.ua.* Retrieved from http://sop.zp.ua/norm_npaop_10_0-1_01-10_01_ru.php [in Ukrainian].

4. Budzulyak, B.V., Salyukov, V.V., Gubanok, I.I., et al. (2003). Kontseptsiia remontu liniinoi chastyny mahistralnykh hazoprovodiv [The concept of repairing the linear part of main gas pipelines]. *Hazova promyslovist – Gas Industry*, *8,* 62–65 [in Ukrainian].
5. Salyukov V.V., Aleksashyn S.P., & Parfyonov A.I. (2007). Systema kontroliu tsilisnosti hazoprovodiv ESH VAT «Hazprom» – zaporuka yii nadiinosti ta dovhovichnoi roboty [The system for monitoring the integrity of gas pipelines of Gazprom OJSC ESG is a guarantee of its reliability and long-term operation]. *Hazova promyslovist – Gas Industry*, *1,* 48–50 [in Ukrainian].
6. API 579-1 / ASME FFS-1, Fitness-For-Service standard by American Petroleum Institute, 12/01/2021. (n.d.). *s1.c-pdf.best*. Retrieved from https://s1.c-pdf.best/standards/API-RP-579-1-ASME-FFS-1/.
7. Sheludchenko V.I., Mass M.S., Pshenichnyi H.I., Kliavlin V.V. (2005). Declaratory patent for the utility model of Ukraine 6940 [in Ukrainian].
8. Shirin, L.N., & Fedorenko, E.A. (1983). Metodika opredeleniia effektyvnoi ploshchadi kontakta miahkikh obolochek s bokovymi porodamy [Method for determining the effective contact area of soft shells with side rocks]. Proceedings from Status and prospects for the use of pneumatic structures from soft shells in mining'83: *I Vsesoiuznaia nauchno-tekhnicheskaia konferentsiia – 1nd All-Union Scientific and Technical Conference*. (pp. 53–54). Dnepropetrovsk [in Russian].
9. Rakhutyn, V.S. (1985). *Nauchno-tekhnycheskie osnovy sozdaniia i tekhnolohii prymeneniia miahkykh obolochek na podzemnykh hornykh rabotakh [Scientific and technical basis of creation and technology of application of soft shells in underground mining operations]*. Dnipropetrovsk [in Russian].

УДК 622.24.051 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-74-82

**В.Л. Хоменко, О.А. Пащенко**, кандидати технічних наук; **Т.М. Калюжна**, канд. пед. наук; **А.А. Слаута**, студ.

*Національний технічний університет «Дніпровська політехніка», пр. Д. Яворницького, 19, 49005, Дніпро, Україна, e-mail: inteldriller@gmail.com*

## БУРОВІ ДОЛОТА, АРМОВАНІ PDC РІЗЦЯМИ, ЩО ОБЕРТАЮТЬСЯ В ПРОЦЕСІ БУРІННЯ

*Мета роботи, результати якої відображено в цій статті, полягала в аналізі найсучасніших конструкції доліт з полікристалічними алмазними різцями (PDC). Для цього були проаналізовані літературні і патентні джерела з даної тематики, проспекти провідних виробників бурових доліт. Показано, що сучасна розробка компанії Smith Bits різці ONYX 360 і Enduro 360 підтвердила перспективність і працездатність більш ранньої розробки фахівців НТУ «Дніпровська політехніка» і фахівців Інституту надтвердих матеріалів імені В. М. Бакуля Національної академії наук України. Виявлено, що перевагою конструкції доліт з різцями, що обертаються фірми Smith Bits є більш проста конструкція, яка враховує специфіку виконання сучасних різців PDC.*

***Ключові слова**: долота PDC; планетарні долота; різці, що обертаються.*

**Вступ**

Довгий час основним породоруйнівним інструментом для буріння свердловин на нафту і газ були шарошкові долота. Протягом тривалого часу ними велось близько 90% загального

об’єму безкернового буріння. Але ситуація почала змінюватись з середини 70-х років. В цей час в нафтовій промисловості вперше з’явилися PDC долота. Вже до середини 80-х років вони повністю витіснили лопатеві долота з ніші буріння м’яких неабразивних порід (рис. 1) [1].

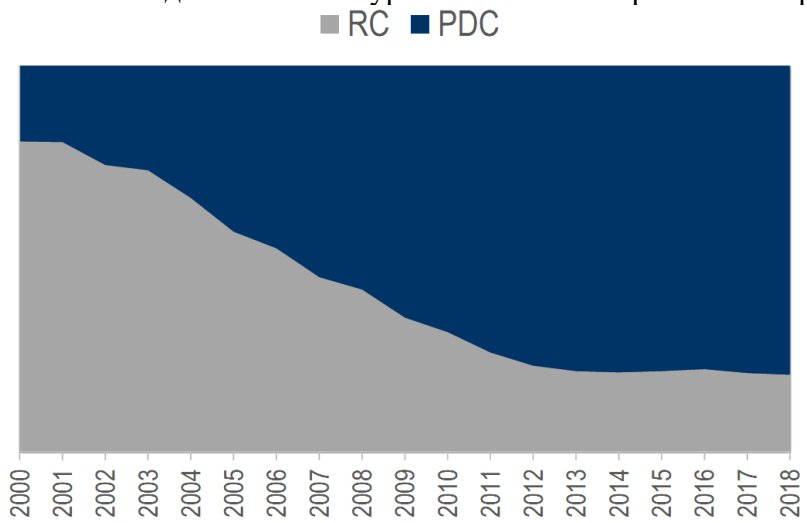



*Рис. 1. Галузь застосовування шарошкових (RC) і PDC доліт для буріння нафтових і газових свердловин (за даними Schlumberger)*

З тих пір, долота зазнали безліч технологічних змін, що зробило їх надзвичайно ефективним буровим інструментом при бурінні як м’яких незцементованих, так і твердих абразивних порід. PDC долота виготовляються з високоякісної сталі або матричного порошку і армуються алмазними полікристалічними різцями. Розмір і кількість різців, залежать від кількості лопатей і діаметра долота. Ці долота мають високу зносостійкість і дають високі швидкості проходки. PDC долота руйнують гірські породи шляхом різання. Гідравлічна конструкція PDC доліт забезпечує швидке очищення свердловини від вибуреної породи і охолодження долота, що в сукупності забезпечує високі швидкості буріння, у 2–3 рази більші від традиційних шарошкових доліт, а також тривалий ресурс доліт.

Долота PDC з моменту своєї появи викликають велику увагу фахівців нафтогазової галузі.

Проблематика перерозподілу осьового навантаження під торцем працюючого долота PDC була дослідження в роботі [2]. Показано, що «зависання» долота над центральною частиною вибою визвано перерозподілом осьового навантаження по лопатям долота від мінімальної величини на периферії лопатей до його різкого зростання до осі долота, щоб компенсувати зменшення шляхом, пройденого різцем в цій зоні.

В роботі [3] показано, що в процесі буріння долотами PDC справжнє осьове навантаження менше, ніж номінальне за рахунок дії сили тертя, що виникає на передній грані різця. Прогнозовані поглиблення за один оберт і механічна швидкість буріння з урахуванням зниження справжнього осьового навантаження внаслідок дії вертикальної сили тертя.

Принципово новим видом стали різці, що обертаються ONYX 360, випущені компанією Schlumberger. Застосування на багатьох нафтових і газових родовищах показало, що середня механічна швидкість буріння долотам із різцями, що обертаються ONYX 360 більше ніж на 40% вище у порівнянні з долотами із встановленими фіксованими різцями. Також ці різці збільшують проходку на долото на 40-70% порівняно з долотами з фіксованими різцями [4].

Аналогічного висновку також дійшли автори роботи [5], в якій наведені результати практичних експериментів, які підтвердили підвищення механічної швидкості та проходки на долото при використанні різців, що обертаються.

Аналізуючи результати виробничих випробування доліт з використання різців, що обертаються в роботі [6], зазначається, що обертання дозволяє досягти рівномірного зносу і розсіювати тепло від терця різця по гірській породі.

Мета роботи полягає в аналізі конструкції доліт з полікристалічними алмазними різцями (PDC), що обертаються.

**Результати**

Долота PDC за характером руйнування гірської породи відносяться до інструментів ріжучо-сколюючої дії.

До основних переваг доліт PDC відносяться відсутність у їх конструкції рухомих частин, висока зносостійкість, самозагострювальна дія різців, і низьке потрібне осьове навантаження на долото.

Для створення ріжучої дії потрібно осьове навантаження на долото на порядок менше, ніж для шарошкових доліт при тих же великих механічних швидкостях буріння. Висока стійка механічна швидкість буріння обумовлена гострою ріжучою кромкою різців, низькою швидкістю їх зношування та ефектом самозагострювання різців під час буріння. Самозагострювання різців відбувається в результаті деякого випереджаючого зношування твердосплавної основи порівняно з зношуванням алмазного шару. Висока зносостійкість озброєння забезпечує великі проходки на долото за умови їх застосування за призначенням.

Одним із світових лідером в області поставки технологій, управління проектами та забезпечення інформаційними рішеннями клієнтів, що працюють в нафтогазовій індустрії є компанія Schlumberger Limited. Більшою кількістю світових рекордів щодо буріння, ніж будь-яка інша компанія з виробництва доліт володіє компанія Smith Bits. Компанія з 2010 року є дочірнім підприємством компанії Schlumberger. Використання доліт StingBlade дозволило більш ніж у половині рейсів поставити рекорди з проходки і механічної швидкості проходки при бурінні твердих, дуже твердих порід з високим вмістом кремнію, а також дуже абразивних порід.

Впровадження різців PDC у 1970-х роках зробило значні зміни до програм будівництва свердловин. В даний час дані різці є найбільш затребуваними різальними елементами в галузі і на них припадає понад 80% загальної довжини проходки при бурінні нафтових та газових свердловин по всьому світу.

Незважаючи на широке поширення, фіксовані різці PDC мають суттєве обмеження: більша частина ріжучої кромки зафіксована в лопаті долота, обмежуючи контакт різця з породою. Відповідно, понад 60% довжини кола різальної кромки різця залишається незадіяною під час роботи долота (рис. 2) [1].

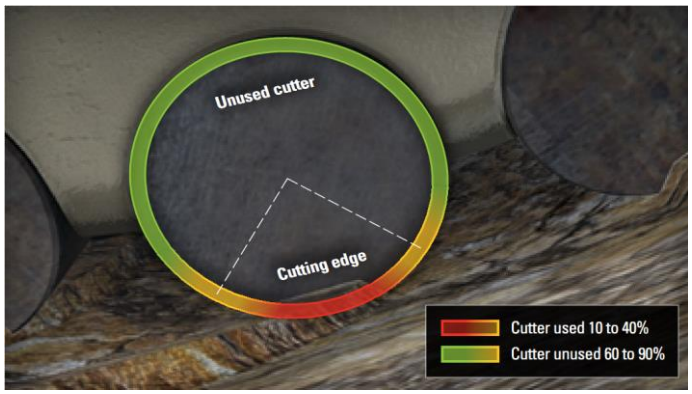



*Рис. 2. Робоча і некорисна поверхня різця при роботі долота PDC (за даними Schlumberger)*

В долотах компанії Smith Bits ця проблема була вирішена радикально доволі цікавим способом – шляхом надання різцю можливості обертання навколо своєї осі.

Зауважимо, що подібна ідея раніше вже запропонована в різних роботах. Так скажімо, на рис. 3. зображено триступеневе долото планетарного типу, розроблене фахівцями Національного технічного університету «Дніпровська політехніка» [7]. Долото містить полий корпус 1 з вертикальними осями обертання 3. В корпусі є центральний промивний канал 4 і по два бокових промивних канали 5 на кожній ступені, не враховуючи найнижчої. На осях за допомогою підшипників 6,

розташовані сателіти 2 які закріплені замками 7 і армовані породоруйнівними елементами 8 (ПРЕ). В тілі сателітів знаходяться охолоджуючі промивні канали 9.

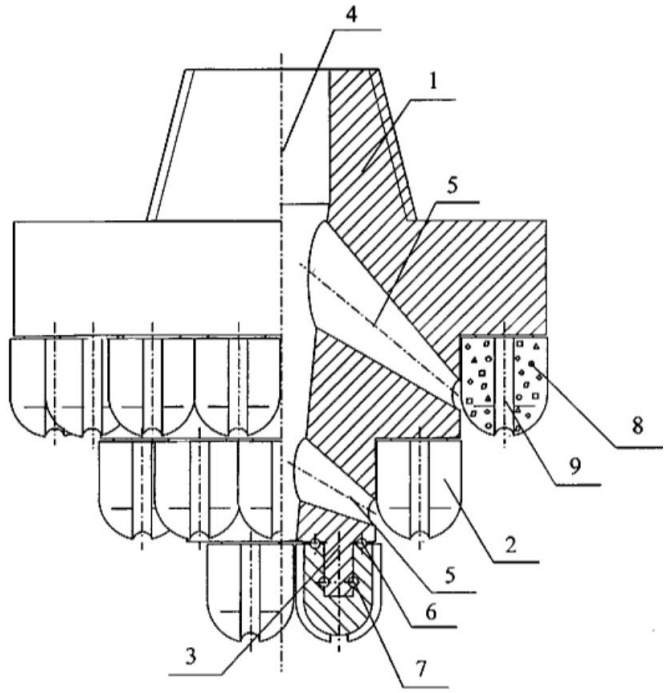



*Рис. 3. Долото з породоруйнівними елементами, що обертаються навколо власної осі (патент України 37549)*

Руйнування породи при бурінні відбувається сателітами 2. При вторгненні долота в гірську породу сателіти 2 починають обертатися навколо осі корпуса долота 1 та за рахунок сил реакції стінок і вибою свердловини також навколо власної осі 3. Промивна рідина на вибій подається по центральному промивному каналу 4 та боковим промивним каналам 5. Бокові промивні канали 5 спрямовані під кутом на ступінь вибою, що дозволяє уникнути гідроабразивного зносу тіла сателітів 2 потоком промивної рідини і вибуреної породи що піднімається. При обертанні долота промивна рідина з бокових каналів 5 діє на всю ступінь, що сприяє більш ефективному виносу шламу. В процесі роботи, завдяки сателітному виконанню робочого органу, контакт ПРЕ 8 зі стінками свердловини носить переривчастий характер, що покращує умови очистки інструменту та вибою, а також поліпшує охолодження породоруйнівних елементів. Для більш ефективного очищення і охолодження ПРЕ 8, які взаємодіють з вибоєм свердловини в тілі сателітів 2 є охолоджуючі промивні канали 9, по яким з під торця сателітів 2 вимивається зруйнована порода.

При бурінні ПРЕ здійснюють плоско-паралельний планетарний рух. При цьому підвищується швидкість відносного переміщення в парі «ПРЕ-порода», що дозволяє добиватися потрібної окружної швидкості на менших частотах обертання долота, тим самим, знижуючи потужність що затрачується на буріння, амортизацію бурового верстата і бурильних труб. Збільшення окружної швидкості руху ПРЕ дозволяє також підвищити механічну швидкість буріння. При планетарному русі породоруйнівних елементів відсутня зона з нульовими швидкостями, а також відбувається вагоме вирівнювання швидкостей і навантажень на ПРЕ, що сприяє вирівнюванню зносу по радіусу долота.

Недоліками такого долота є постійний контакт алмазів з породою, що погіршує умови їх охолодження та сприяє підвищеному зносу; а також відносно мала озброєність, що знижує проходку на долото.

Пізніше, ця конструкція була удосконалена за участі фахівців Інституту надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля Національної академії наук України [8].

В цій конструкції частина сателітів заглиблена в корпус долота (рис. 4). Таким чином в постійному контакті знаходяться лише ПРЕ першої від вибою ступені. На інших ступенях контакт кожного ПРЕ з вибоєм і стінками свердловини носить переривчастий характер, що покращує умови очистки інструменту та вибою, а також поліпшує охолодження ПРЕ. Також в процесі роботи відбувається характерний перерозподіл навантажень, який вирівнює умови роботи ПРЕ 8.

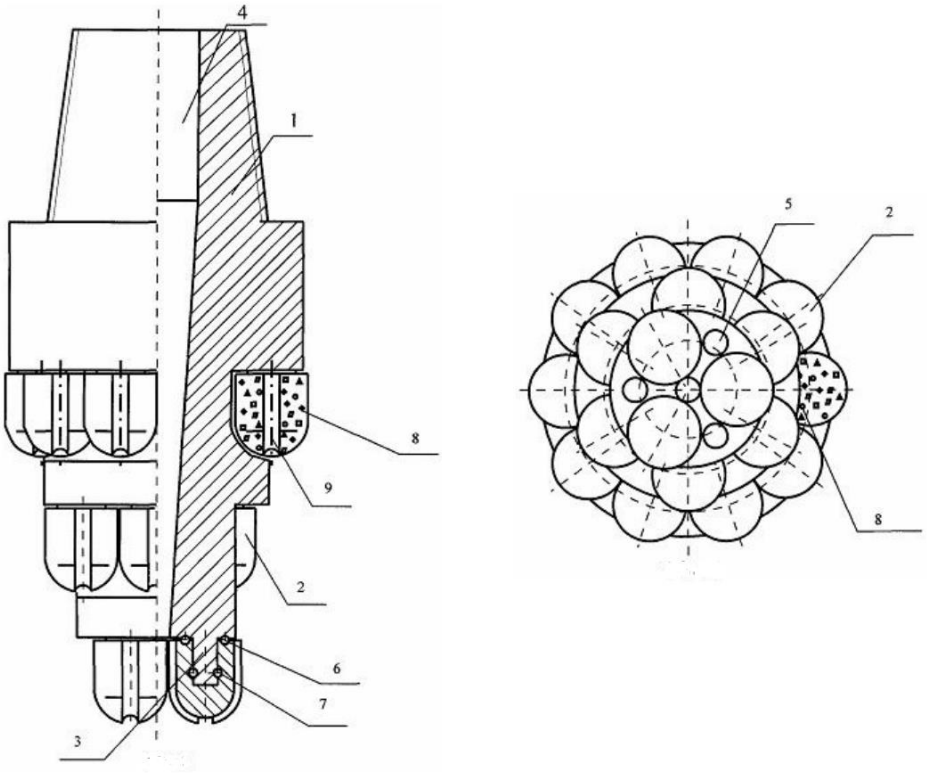



*Рис. 4. Долото з породоруйнівними елементами, що обертаються навколо власної осі (патент України 69062): 1 – корпус; 2 – породоруйнівні сателіти; 3 – осі обертання; 4 – центральний промивальний канал; 5 – бокові промивальні канали; 6 – підшипники; 7 – замки; 8 – породоруйнівні елементи; 9 – охолоджуючі промивальні канали*

Основними перевагами такої конструкції є те, що бурінні планетарними долотами відсутні фактори, що приводять до аномального зношування доліт з рухом породоруйнівних елементів по окружності. Вдається уникнути роздавлювання породоруйнівних елементів у центральній частині долота, канавкоут-ворювання по торцю і передчасного виходу долота з ладу через зношування по діаметру. Завдяки створенню рівних умов роботи для всіх одиничних породоруйнівних елементів відбувається максимально повне відпрацьовування сировини для армування [9].

В теперішній час компанія Smith Bits випускає чотири види різців для оснащення доліт PDC: EnduroBlade 360, StingBlade, AxeBlade, HyperBlade (рис. 5).

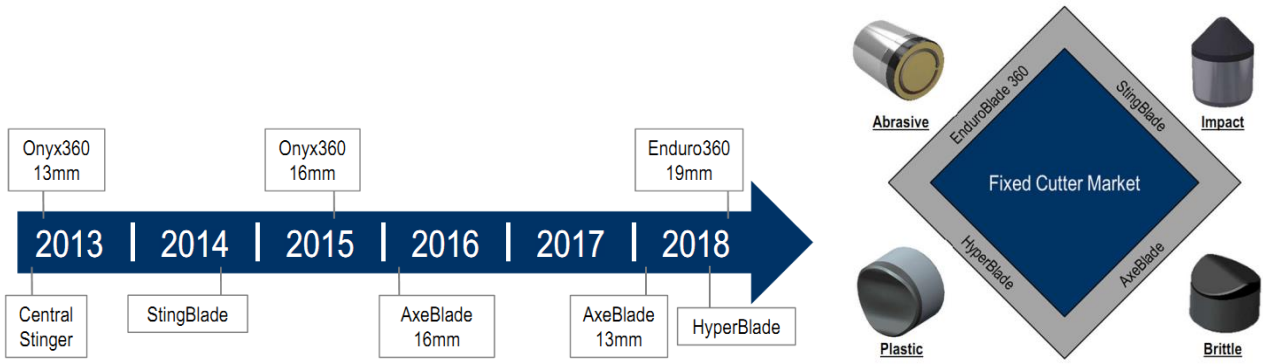



*Рис. 5. Різці PDC від компанії Smith Bits*

За даними Schlumberger ці різці мають такі переваги:

– підвищують продуктивність буріння в будь-яких умовах;
– зменшують витрат часу на спуско-підіймальні операції (різці EnduroBlade 360, StingBlade);
– збільшують механічну швидкість буріння (різці AxeBlade, HyperBlade).

В ряду цих різців особливе місце займають різці EnduroBlade 360, які продовжують лінійку різців, що обертаються навколо своєї осі, започатковану різцями ONYX 360 (рис. 6).



*а* *б*

*Рис. 6. Різці EnduroBlade 360 від компанії Smith Bits: а – у долоті; б – до установки у долото у зібраному і розібраному вигляді*

Згідно рекомендацій компанії Smith Bits галузь застосування, різців що обертаються є абразивні породи, в яких виникає і посилюється зношування різців PDC.

Перевагами цих різці є такі:
– збільшення тривалості роботи доліт;
– збільшення проходки на долото;
– підвищення середньої механічної швидкості буріння;
– покращення розсіювання тепла для збільшення терміну служби різців.

Основними характеристиками різців, що обертаються є такі:
– різці обертаються на 360°, довше зберігаючи свою гостроту;
– кількість та розташування різців можуть змінюватись для збільшення тривалості їх роботи в зонах ріжучої структури долота, схильних до найбільшого зносу;
– різці можуть бути інтегровані в ріжучу структуру будь-якого долота PDC без зміни діаметра різців.

Виходячи із схеми розташування різців, запропонованою компанією Smith Bits, на ріжучій кромці долота розташовуються два різці ONYX або Enduro (рис. 7). Наприклад, в долоті діаметром 6 дюймів вони розташовуються на відстані 1,8 і 2,3 дюйми від осі долота, що відповідає значенням 0,77 і 0,9 номінального радіусу долота $R_н$. Цей інтервал розташування різців відповідає зоні максимального зношування різців долота.

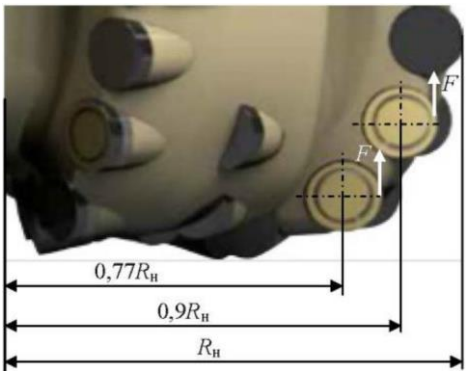



*Рис. 7. Схема розташування різців, що обертаються в долоті PDC*

Зношування фіксованих різців сконцентроване на невеликій частині алмазної поверхні різців. В результаті експериментальних досліджень компанії Smith Bits, після 90 проходів у ході випробувального буріння на фіксованих різцях Premium утворилися значні зони притуплення. Так як у різців, що обертаються, в контакт з породою

вступає 100% алмазної поверхні, знос розподіляється по ріжучій поверхні рівномірно. В результаті після 300 проходів зношування практично не спостерігається, а після 540 проходів спостерігається незначне зношування (рис. 8).

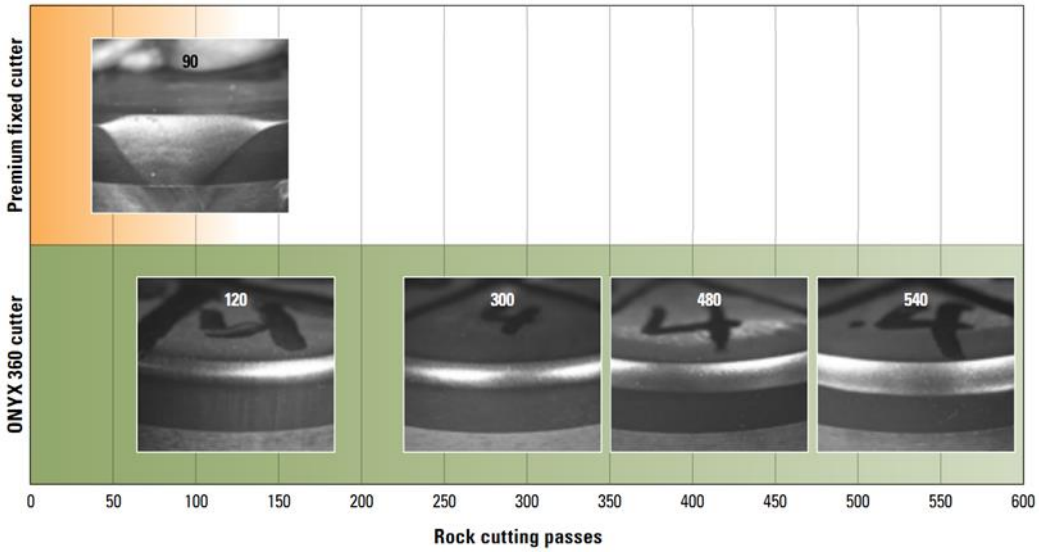



*Рис. 8. Експериментальні дослідження компанії Smith Bits фіксованих і різців, що обертаються*

**Висновки**

Таким чином, сучасна розробка компанії Smith Bits різці ONYX і Enduro підтвердила перспективність і працездатність більш ранньої розробки фахівців НТУ «Дніпровська політехніка» і фахівців Інституту надтвердих матеріалів імені В. М. Бакуля Національної академії наук України. Перевагою конструкції доліт з різцями, що обертаються фірми Smith Bits є більш проста конструкція, яка враховує специфіку виконання сучасних різців PDC. Ця специфіка полягає в тому, що вони мають плоску форму торця, що дозволяє ефективно їх використовувати, розміщуючи під кутом до площини вибою.

**V.L. Khomenko, O.A. Pashchenko, T.M. Kalyuzhna, A.A. Slauta**

*Dnipro University of Technology*

**DRILL BITS REINFORCED WITH PDC CUTTERS ROTATING DURING DRILLING**

*The purpose of the work, the results of which are reflected in this article, was to analyze the most modern designs of bits with polycrystalline diamond cutters (PDC). For this, literary and patent sources on this topic, prospectuses of leading manufacturers of drill bits were analyzed. It is shown that the modern development of ONYX 360 and Enduro 360 cutters by Smith Bits confirmed the prospects and efficiency of the earlier development of specialists from NTU "Dniprovska Polytechnic" and specialists from the V. N. Bakul Institute for Superhard Materials of National Academy of Sciences of Ukraine. It was found that the advantage of Smith Bits rotary cutter bit design is a simpler design that takes into account the specifics of modern PDC cutters.*

***Key words**: PDC bits; planetary bits; rotating cutters.*

**Література**

1. A bit of history: Overcoming early setbacks, PDC bits now drill 90%-plus of worldwide footage [Електронний ресурс]. Режим доступу – https://www.drillingcontractor.org/a-

bit-of-history-overcoming-early-setbacks-pdc-bits-now-drill-90-plus-of-worldwide-footage-35932.
2. Ratov B. T., Fedorov B. V., Khomenko V. L., Baiboz A. R., Korgasbekov D. R. Some features of drilling technology with pdc bits // Naukovyi Visnyk Natsionalnoho Hirnychoho Universytetu. – 2020. –N 3. – P. 13–18.
3. Biletsky M. T., Kozhevnykov A. A., Ratov B. T., Khomenko V. L. Dependence of the drilling speed on the frictional forces on the cutters of the rock-cutting tool // Scientific Bulletin of National Mining University. – 2019. – N 1. P. 21–27.
4. Ru-qiang Z. International Advancement of Drilling Bits for Oil and Gas Well(3)–PDC Bits Progress and Present Trend (I) // Exploration Engineering (Drilling & Tunneling), – 2016. – N 3. – P. 1–8.
5. Xiao-liang Z., Liang Ch., Chao W. Introduction of Technologies of CDE and Rotary Cutter // Drilling engineering. – 2016. – N 2. – P. 5–8.
6. Ford R., Bits S. Rolling PDC cutter enhances drill bit life in Granite Wash runs [Електронний ресурс]. Режим доступу – https://www.drillingcontractor.org/rolling-pdc-cutter-enhances-drill-bit-life-in-granite-wash-runs-29798.
7. Пат. 37549 Україна, МПК E21B 10/46. Бурове долото / О.М. Давиденко, В.Л. Хоменко. – Опубл. 15.05.01; Бюл. № 4.
8. Пат. 69062 Україна, МПК E21B 10/46. Бурове долото / В.П. Бондаренко, О.М. Давиденко, А.О. Кожевников, М.О. Бондаренко, Р.К. Богданов, О.М. Ісонкін, В.Л. Хоменко. –Опубл. 10.06.08; Бюл. № 11.
9. Давиденко А.Н., Кожевников А.А., Хоменко В.Л., Судаков А.К. Планетарная конструкция долот безударного действия // Горное оборудование и электромеханика. – 2008. – №. 6. – С. 49–53.

*Надійшла 15.08.22*

**References**

1. A bit of history: Overcoming early setbacks, PDC bits now drill 90%-plus of worldwide footage. [nd.]. *www.drillingcontractor.org.* Retrieved from https://www.drillingcontractor.org/a-bit-of-history-overcoming-early-setbacks-pdc-bits-now-drill-90-plus-of-worldwide-footage-35932.
2. Ratov, B. T., Fedorov, B. V., Khomenko, et al. (2020). Some features of drilling technology with pdc bits. *Naukovyi Visnyk Natsionalnoho Hirnychoho Universytetu, 3,* 13–18.
3. Biletsky, M. T., Kozhevnykov, A. A., Ratov, B. T., & Khomenko, V. L. (2019). Dependence of the drilling speed on the frictional forces on the cutters of the rock-cutting tool. *Scientific Bulletin of National Mining University, 1,* 21–27.
4. Ru-qiang Z. (2016). International Advancement of Drilling Bits for Oil and Gas Well(3)–PDC Bits Progress and Present Trend (I). *Exploration Engineering (Drilling & Tunneling), 3,* 1–8.
5. Xiao-liang, Z., Liang, Ch., & Chao, W. (2016). Introduction of Technologies of CDE and Rotary Cutter *Drilling engineering, 2,* 5–8.
6. Ford, R., Bits, & S. Rolling PDC cutter enhances drill bit life in Granite Wash runs (n.d.). *www.drillingcontractor.org*. Retrieved from https://www.drillingcontractor.org/rolling-pdc-cutter-enhances-drill-bit-life-in-granite-wash-runs-29798.
7. Daydenko, O.M., & Khomenko, V.L. (2001). Patent of Ukraine 37549 [in Ukrainian].
8. Bondarenko, V.P., Davydenko, O.M., Kozhevnikov, A.O., et al. (2008). Patent of Ukraine 69062 [in Ukrainian].

9. Davidenko, A.N., Kozhevnykov, A.A., Khomenko, V.L., & Sudakov, A.K. (2008). Planetarnaia konstruktsiia dolot bezudarnoho deistviia [Planetary design of impactless bits]. *Gornoe oborudovanie i elektromehanika – Mining equipment and electromechanics, 6,* 49–53.

УДК 622.143 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-82-96

**А.В. Павличенко**, д-р техн. наук; **Є.А. Коровяка**, **А.О. Ігнатов**, **В.О. Расцвєтаєв**, кандидати технічних наук; **О.О. Дмитрук**[1], **В.М. Літвінов**[2]

*[1]Національний технічний університет «Дніпровська політехніка», пр. Дмитра Яворницького, 19, 49027, м. Дніпро, Україна, e-mail: koroviaka.ye.a@nmu.one*
*[2]ТОВ Інженерний центр «Геобест», пр. Олександра Поля, 28А, 49101, м. Дніпро, Україна, e-mail: litvinov.vlad.98@gmail.com*

# ВИВЧЕННЯ ОСНОВНИХ ОЗНАК ТЕХНОЛОГІЇ БУРІННЯ НЕГЛИБОКИХ СВЕРДЛОВИН В СКЛАДНИХ ГІРНИЧО-ГЕОЛОГІЧНИХ УМОВАХ

*Базовими аналітичними і експериментальними прийомами досліджено особливості техніко-технологічних регламентів виконання інженерно-геологічного вивчення, бурових та інших супутніх робіт при проведенні вишукувань (інженерної підготовки території), а також проектування економічно ефективної системи розробки нетрадиційних покладів вуглеводневої сировини на основі запровадження сучасних інноваційних свердловинних прийомів і засобів.*

*Обґрунтовано, на рівні практичної методики, окремі структурні елементи технології проведення комплексних свердловинних інженерно-геологічних досліджень техногенного породного масиву, із складними умовними літологічними властивостями, характерними для промислових ділянок сміттєзвалищ і спеціальних полігонів, функціонування яких пов'язане із необхідністю спорудження та роботи об'єктів видобування і переробки відповідної вуглеводневої сировини. Розроблено засадничі принципи побудови циклу спеціалізованих бурових робіт; розраховано деякі базові параметри технології спорудження неглибоких експлуатаційних свердловин; складено укрупнений регламент проведення заходів з інженерної підготовки території; розглянуто гірничо-геологічні особливості спорудження свердловин в товщах ускладнених фізико-хімічними властивостями техногенних ґрунтів.*

*Створено окремі складові удосконаленої техніко-технологічної методики виконання робіт при проведенні геологічних вишукувань (інженерної підготовки території), що базуються на сучасних прогресивних промислових принципах і високих економічних показниках; розроблено базові принципи ефективної системи освоєння нетрадиційних родовищ вуглеводневої сировини. Отримані дані є основою для подальших розробок в напрямку підвищення якості і надійності виконання бурових та інших супутніх робіт при проведенні геологічних вишукувань та залучення до промислової розробки техногенних родовищ вуглеводневої сировини.*

***Ключові слова**: свердловина, інженерно-геологічні вишукування, техногенні родовища, підготовка територій, звалищний біогаз, спеціальні накопичувальні полігони, метан, бурові технології.*

## Вступ

Здійснення повноцінних інженерно-геологічних вишукувань має за мету вивчення природних і техногенних умов територій (ділянок) об'єктів будівництва, розроблення прогнозів взаємодії об'єктів будівництва з навколишнім середовищем [1], та, окрім зазначеного, є необхідним компонентом і передумовою розроблення комплексних проектів освоєння нетрадиційних покладів вуглеводневої сировини [2].

Без усіляких виключень, гамму прийомів інженерно-геологічних вишукувань виконують відповідно до норм чинного законодавства, інших нормативних актів та керівних документів, що

покликані врегульовувати діяльність у відповідних сферах, конкретніше, на визначеній території, з дотриманням вимог цивільного захисту в області техногенної безпеки і охорони праці [3].

Як відомо, майже всі сміттєзвалища і спеціальні накопичувальні полігони працюють в режимі перевантаження, потребують санації та рекультивації і є потужними джерелами забруднення навколишнього середовища. Стійкий вільний виток біологічного газу звалищ (з основним компонентним складом: діоксид вуглецю і метан – є парниковими газами) [4] викликає ряд негативних ефектів місцевого і, без перебільшення, глобального масштабів, обумовлених його специфічними фізико-хімічними властивостями. Крім зазначеного, спонтанні викиди класифікованих газів можуть провокувати потенційні вибухо- та пожежонебезпечні умови як на самих сміттєзвалищах і спеціальних накопичувальних полігонах, так і в різних оточуючих спорудах (необхідно також зазначити таке: вже виниклі пожежі важко загасити, бо вони утворюються і горять не на відкритій поверхні, а в глибині звалища).

Зазначимо тут, що переважна більшість видів інженерно-геологічних досліджень за свою техніко-технологічну основу тримають процеси та результати спорудження відповідних гірських виробок – бурових свердловин [5]. Підкреслимо також, що особливістю вивчення розрізу гірських порід (техногенних ґрунтів) з інженерно-геологічною метою (експлуатаційними потребами) є оцінка їх здатності протидіяти механічному, фізичному, хімічному, екологічному та іншим видам впливу.

Світовий досвід свердловинного отримання звалищного газу беззаперечно свідчить про економічну та екологічну ефективність впровадження такого типу заходів, вельми перспективних для нашої держави. Наявні розрахунки середньої ємності полігонів, вмісту утворюючих компонентів та інших органічних відходів показують, що використання навіть частки паливної сировини дає можливість встановлення, наприклад, біоелектростанцій, що робить подібні проекти економічно привабливими.

Зазначимо, що звалища і полігони чинять суттєвий негативний вплив на всі компоненти довкілля (до прикладу: повітря забруднюється шкідливими газами, що, при відповідних концентраціях, стають вельми токсичними для людини) [2]. Через здатність полігонів до виникнення осередків горіння існує велика небезпека виникнення пожеж в процесі експлуатації (під час пожеж відбувається виділення газів, що містять токсичні та шкідливі включення). Останнім часом у складі відходів, крім звичайних компонентів, зростає кількість відпрацьованих електроприладів, акумуляторів та елементів живлення, люмінесцентних ламп, які містять токсичні метали; через вказані процеси в зоні впливу сміттєзвалищ відзначається забруднення поверхневих водних джерел і ґрунту важкими металами.

Переважна більшість сміттєзвалищ характеризується тим, що на них не проведено спеціальних інженерних досліджень [5], геологічних та гідрогеологічних вишукувань [6], екологічних та санітарно-гігієнічних досліджень (відсутність вказаних заходів стримує проведення робіт з проектування, наприклад, рекультивації звалищ).

Аналіз світової практики утилізації біогазу звалищ доводить, що реалізація належних заходів дозволяє не тільки значно поліпшити екологічну ситуацію, а й виробляти електроенергію і тепло – це сприяє появі можливості часткової заміни горючих корисних копалин відповідними техногенними компонентами. Відомі наступні способи та технології утилізації біогазу сміттєзвалищ і спеціальних накопичувальних полігонів: факельне спалювання (забезпечує, насамперед, утилізацію парникових газів, однак енергетичний потенціал газів не використовується в господарських цілях); пряме спалювання газів для виробництва теплової енергії; застосування газів як палива для газопоршневих двигунів та газових турбін з метою отримання електроенергії і тепла; доведення вмісту метану в газах (шляхом застосування певних процесів збагачення) до критичних 97% з подальшим його використанням в газових мережах загального призначення та в якості моторного палива; виробництво товарної вуглекислоти [7].

Практична реалізація основних наведених заходів неможлива без використання свердловинних технологій, які дозволяють отримати надійний експлуатаційний канал постачання біогазу з техногенних товщ із дотриманням певних, складних у своєму виробничому втіленні, вимог.

Загальновідомо, що звалищний біогаз формується під час анаеробного (без доступу повітря) розкладу органічних решток відходів. Промисловий збір біогазу здійснюється за допомогою свердловин, які зазвичай рівномірно розташовані по тілу полігона, та системи збору поверхневих газів (система свердловин для вказаних потреб включає їх вертикальне і горизонтальне розташування) [2]. Кожна свердловина на гирлі приєднана до колекторного трубопроводу (шлейфу), який слугує направляючим каналом постачання викопного компоненту до газозбірного пункту; від нього, за допомогою трубопроводів, біогаз може транспортуватися, наприклад, до електрогенераторної установки, а утворена електроенергія – передаватися в мережу за допомогою комплектної трансформаторної підстанції.

За наведеною укрупненою технологічною схемою, вся комплексна система отримання звалищного біогазу може вдаватися досить нескладною, проте це хибне уявлення. Незважаючи на існування порівняно значного досвіду розробки техногенних нетрадиційних родовищ корисних компонентів, на даний час все ще відсутня стала базова техніко-технологічна система отримання такого типа палива. Окреслимо цю тезу більш детально. Оскільки основою повноцінного втілення циклу видобутку звалищного біогазу є спорудження обґрунтованої кількості спеціалізованого класу свердловин певного просторового розташування, саме ці процеси і будуть виступати головними чинниками заходів раціоналізації розробки нетрадиційних джерел паливної сировини. Однак типових і достатньо вивірених та послідовних методик аналітичного проектування і наступного економічно-доцільного спорудження так званих неглибоких експлуатаційних свердловин не запропоновано і не застосовується. На заваді цьому встає проблематичний прояв, окрім інших, колекторських властивостей техногенних ґрунтів, як під час проводки свердловин, так і під час їх промислової роботи.

Мета статті – ґрунтовний аналіз найвпливовіших чинників процесів виконання інженерно-геологічного вивчення (інженерної підготовки територій) та розробки нетрадиційних покладів вуглеводневої сировини на базі корінної раціоналізації окремих пунктів комплексного техніко-технологічного регламенту бурового свердловинного циклу для умов виробничих об’єктів, які характеризуються різноманітністю властивостей техногенних ґрунтів і складністю геолого-гідрологічного режиму.

**Методики**

Аналітико-стендовий аналіз особливостей проведення певного кола робіт, пов’язаних із виконанням операцій інженерно-геологічного вивчення (інженерної підготовки територій) [8] та сталої розробки нетрадиційних покладів вуглеводневої сировини, виконано із застосуванням сучасних методів теоретичних і експериментальних досліджень, зокрема шляхом використання загальних принципів математичного та фізичного моделювання, методичних принципів обробки проміжних і кінцевих результатів у середовищі EXCEL, MATHCAD, контрольно-вимірювальних систем приладів і відповідних матеріалів [9].

Протікання техногенних геолого-гідрологічних і свердловинних бурових процесів моделювалось на спеціально сконструйованих та відповідно обладнаних напівпромислових експериментальних стендах навчального бурового полігону Національного технічного університету «Дніпровська політехніка» із застосуванням, у тому числі, бурових установок УБП-15М, УКБ-4П та відповідного інструменту і пристосувань.

**Результати дослідження**

Основною спрямованістю роботи, що пропонується, є обґрунтування методів і прийомів свердловинних бурових технологій [10], особливістю яких виступає наявність нестійких

поверхневих ґрунтів та відносно невеликі проектні глибини [11]. До названих умов можна із впевненістю віднести свердловини категорії інженерно-геологічні, як такі, що проводяться із необхідністю досконалого вивчення природних і техногенних умов територій (ділянок) об'єктів проектованого будівництва, розроблення прогнозів взаємодії об'єктів будівництва з навколишнім середовищем, розроблення усіх видів проектів (у тому числі інженерної підготовки територій, захисту територій і об'єктів від різноманітних небезпечних процесів геологічного і техногенного походження). Зазначимо тут таке: методики спорудження неглибоких свердловин є достатньо апробованими і надійними, проте потребують свого удосконалення і адаптації, особливо при проводці неглибоких, підкреслимо, експлуатаційних свердловин широкого кола призначення (за класом ідентифікуються типом корисної копалини) [12].

Цілком природно, що інженерно-геологічні дослідження за свій основний інструментарій мають процес та результати спорудження відповідних, нагадаємо, неглибоких свердловин [13], які дозволяють безпосередньо вивчати особливості геологічного розрізу, проводити відбір зразків ґрунту з метою визначення його складу, стану і фізико-механічних властивостей; ставити різного роду дослідні роботи у свердловинах для визначення геологічних, гідрогеологічних тощо характеристик. Необхідно зробити наголос і на такому: перелічені операції є потрібними для виконання операцій циклу видобування низки різновидів промислово важливих корисних копалин [14].

Однозначно можна констатувати, що коло вирішуваних доволі складних задач інженерно-геологічних досліджень надзвичайно велике і укрупнено його можна окреслити наступними базовими завданнями: обґрунтування проектування різних видів будівництва, раціоналізація експлуатації родовищ корисних копалин, екологічна оцінка провадження діяльності, здійснення різноманітних інженерних заходів з підготовки територій [3]. Зважаючи на виняткову вагомість, результати розглядуваних досліджень мають бути достовірними і достатніми для обґрунтування певних конструктивних і технологічних рішень, та, без усіляких виключень, заходів щодо дотримання норм охорони довкілля. Наприклад, розрахункові дані у складі результатів інженерних досліджень полігонів твердих побутових відходів мають бути обґрунтовані і містити прогноз їх зміни в процесі будівництва і експлуатації відповідних споруд для видобування так званого звалищного газу [2].

Матеріали досліджень щодо вивчення приповерхневої будови техногенних ґрунтів на сміттєзвалищах і спеціальних полігонах повинні відображати: умовну літологічну будову і властивості означених ґрунтів, умови залягання останніх; характеристику виділених шарів ґрунтів за генетичними типами; відомості про неотектонічні процеси; характеристику складу, стану, фізичних, фізико-механічних і хімічних властивостей ґрунтів і їх просторової мінливості; характеристику основних водоносних горизонтів (положення рівня підземних вод, поширення, структура залягання, джерела живлення), що впливають на умови будівництва і експлуатацію дренажних газових свердловин.

Найближчим за суттю комплексним технологічним процесом, що має безпосереднє відношення до промислово-експлуатаційного освоєння покладів горючих газів, утворюваних природним розкладанням органічних відходів побутового, комерційного, промислового та сільськогосподарського походження, є спорудження геологорозвідувальних свердловин.

Аналітично зіставляючи технології геологорозвідувального і близького за отримуваними результатами інженерно-геологічного буріння [14], передусім, необхідно зазначити те, що технічна база для них буде загальною. Майже всі установки для спорудження геологорозвідувальних свердловин є придатними для цілей інженерно-геологічного буріння та проводки неглибоких експлуатаційних свердловин широкого кола призначення. В основному аналогічним є і інше бурове устаткування і інструмент, за деякими виключеннями – наприклад, грунтоноси, вживані при бурінні інженерно-геологічних свердловин (можуть бути також ефективно використані за специфічних потреб буріння неглибоких експлуатаційних свердловин). Маючи в розпорядженні загальну технічну базу, інженерно-

геологічне, експлуатаційне і геологорозвідувальне буріння переслідують, проте, різні цілі і вирішують різні завдання. Ці відмінності зводяться до наступного. Об'єктом інженерно-геологічного і неглибокого експлуатаційного буріння є верхня частина земної кори, що знаходиться в зоні взаємодії з інженерними спорудами, для проектування яких, власне, і здійснюються зазначені роботи. Середня, характерна глибина інженерно-геологічних і неглибоких експлуатаційних свердловин складає 10 - 15 м, на відміну від геологорозвідувального буріння, для якого середня глибина свердловин, принаймні, на порядок вище [10]. Природно, що основний об'єм інженерно-геологічного і неглибокого експлуатаційного буріння здійснюється в нескельних ґрунтах. При геологорозвідувальному бурінні безпосереднім об'єктом вивчення є поклад корисної копалини, потужність якого, як правило, у багато разів менше усієї протяжності свердловини. Для проходки корисної копалини застосовується спеціальний режим буріння. Буріння поза вказаними межами особливо суворо не регламентується і здійснюється, у багатьох випадках, без відбору керна (безкернове буріння). При інженерно-геологічному і неглибокому експлуатаційному бурінні спеціальний технологічний режим необхідно поширювати на всю свердловину.

Зразки гірської породи (керн), витягнуті в процесі геологорозвідувального буріння, вивчаються, в основному, з точки зору їх складу, на відміну від інженерно-геологічного (а в більшості випадків і неглибокого експлуатаційного) буріння, для якого в рівній мірі важливим є склад піднятих зразків, їх стан і властивості. Ці показники в зразках мають бути аналогічні таким, що мають місце в масиві. При геологорозвідувальному бурінні вплив методу руйнування вибою на зміну властивостей масиву, що примикає до контуру свердловини, практичного значення не має. При інженерно-геологічному бурінні ця обставина має важливе значення, оскільки тут широко використовуються свердловинні методи визначення показників фізико-механічних властивостей ґрунтів.

Зазначимо, що класифіковані і коротко розглянуті особливості спорудження інженерно-геологічних та неглибоких експлуатаційних свердловин (у контекстному порівнянні із геологорозвідувальними роботами) пред'являють до технології буріння додаткові, доволі складні за деякими принципами обмежувальні вимоги. Так, наприклад, буріння «насухо» при геологорозвідувальних роботах є допоміжним прийомом, використовуваним, головним чином, для заклинювання керна. При інженерно-геологічному бурінні вказаний прийом набуває самостійного значення: уся свердловина може бути пробурена «насухо». Необхідність визначення (в результаті інженерно-геологічного буріння) показників складу, стану і властивостей масиву ґрунту визначає широке застосування ґрунтоносів для відбору монолітів, що абсолютно не характерне для геологорозвідувального буріння. Нарешті, порівняно невелика глибина, що вивчається при інженерно-геологічних дослідженнях товщі ґрунтів, робить можливим застосування тут методів зондування, які принципово не відрізняються від буріння. При геологорозвідувальних роботах ці методи практично не застосовуються.

Найбільш специфічними особливостями інженерно-геологічних та неглибоких експлуатаційних свердловин виступають такі: порівняно невелика глибина (визначається, загалом, геологічними умовами – в той або іншій інтерпретації); незначна відмінність в діаметрах свердловин (діаметр свердловин визначається тільки видом і характером випробування, для видобувних – технологічними параметрами застосовуваного обладнання та прийомами отримання корисного компоненту); безперервний відбір керна (при цьому необхідно забезпечувати 100%-ний вихід керна, що, в кінцевому підсумку, дозволить, саме для експлуатаційних свердловин, якомога правильніше обґрунтувати методичні основи системи видобутку); безперервний або поінтервальний відбір зразків (монолітів) ґрунту із складом, близьким до природного; проведення у свердловинах різного роду дослідних робіт, які за часом бувають триваліші, ніж сам процес буріння; обов'язковий тампонаж свердловин з метою ліквідації штучних каналів і порожнеч для циркуляції ґрунтових вод та газової

складової; надзвичайна різноманітність умов буріння свердловин. Зазначені особливості є необхідними початковими передумовами при розробці спеціалізованих технічних засобів, технологічних прийомів буріння і організації відповідних робіт [14].

З метою розробки адекватного плану освоєння так званого техногенного родовища, при розробці прогресивних конструкцій інженерно-геологічних свердловин, а так само і близьких до них неглибоких експлуатаційних свердловин, необхідно додержуватися відповідних рекомендацій, що представлені в табл. 1; її дані також стосуються конкретних усереднених умовних літологічних характеристик сміттєзвалищ і спеціальних полігонів.

Таблиця 1. **Усереднені рекомендації щодо проектування конструкцій інженерно-геологічних та неглибоких експлуатаційних свердловин**

| Характеристика процесів, що відбуваються у стовбурі свердловини | Типові представники порід з трансформацією показників на техногенні ґрунти | Орієнтовна технологія підтримання стінок свердловини в стійкому стані |
|---|---|---|
| Стінки свердловини не обрушаються протягом деякого часу (іноді протягом часу буріння свердловини), спостерігається невелика зміна діаметра свердловини | Тріщинуваті скельні і нескельні ґрунти, великоуламкові ґрунти, глини і суглинки пластичної консистенції | Неглибокі свердловини можуть буритися без закріплення стінок. Глибокі свердловини можна бурити з промиванням глинистим розчином. Іноді потрібне закріплення стінок свердловин обсадними трубами |
| Можуть відбуватися вивали зі стінок свердловини, спостерігається помітна зміна діаметра свердловини протягом короткого часу | Великоуламкові ґрунти (нещільні), пісок щільний і середньої щільності, супесь легка, суглинки і глини текучепластичної консистенції | Потрібне закріплення пробурених інтервалів свердловини обсадними трубами |
| Свердловина майже відразу цілком обрушується чи «обпливає» після витягання породоруйнівного інструмента | Насичені водою піски, пливуни, глини і суглинки текучої консистенції | Пробурені інтервали вимагають негайного або випереджального закріплення обсадними трубами |

Аналізуючи наведені дані (табл. 1) та сумарні умовні літологічні характеристики ґрунтів сміттєзвалищ і спеціальних полігонів, можна констатувати наступне: перебурювані різниці, у випадку використання типових прийомів (насамперед наявність промивання), практично не допускають отримання представницького керну, тут можуть бути рекомендовані такі способи буріння (застосовувані відповідно до поточних свердловинних умов) – колонковий, із затиранням порід «насухо», гідротранспортом кернового матеріалу, шнековий та гідро (пневмо) ударний.

Спорудження свердловин за схемою затирання порід (ґрунту) «насухо» полягає у бурінні їх стовбура за відсутності промивання, причому для забезпечення реалізації зазначеного прийому необхідне застосування укорочених рейсів, визначуваних, в даному випадку, мінімально можливою довжиною колонкової труби. Відповідно до зазначеного та згідно з ДСТ 6238, раціонально прийняти довжину колонкової труби (мінімально необхідного діаметру) у межах 1500 мм. Технічна характеристика труб, зовнішній діаметр яких відповідає типовим

конструкціям інженерно-геологічних свердловин та підпадає під вимоги до оформлення проектів спорудження неглибоких експлуатаційних свердловин, наведена в табл. 2.

Таблиця 2. **Основні розміри стандартизованих колонкових труб ніпельного з'єднання і ніпелів до них**

| Характеристичний параметр | Показники | |
|---|---|---|
| Зовнішній діаметр труби і ніпеля, мм | 108 | 127 |
| Товщина стінки труби, мм | 5,0 | 5,0 |
| Внутрішній діаметр ніпеля, мм | 95,5 | 114,5 |
| Зовнішній діаметр зовнішньої різьби, мм | 103,0 | 122,0 |
| Зовнішній діаметр внутрішньої різьби, мм | 103,05 | 122,06 |
| Довжина різьби, мм | 60 | 60 |
| Внутрішній діаметр різьби, мм | 101,5 | 120,5 |
| Стандартизована довжина труби, мм | 1500, 3000, 4500, 6000 | |
| Вага 1 м труб, кг | 13,0 | 16,0 |

Вивчення даних типового геологічного розрізу, складеного за матеріалами проведених раніше бурових робіт, доводить ефективність застосування в якості породоруйнівного інструменту твердосплавних коронок типу М, причому параметрами режиму буріння, за застосування прийому затирання порід «насухо», є наступні складові:

– осьове навантаження на коронку

$$C = mq \text{ , даН,}$$

де $m$ – кількість основних (об'ємних) різців чи вставок, шт.; $q$ – рекомендоване осьове навантаження на 1 різець, даН.

– частота обертання

$$c = \frac{60V_0}{\pi D_c},$$

де $V_0$ – рекомендована окружна швидкість коронки, м/с; $D_c$ – середній діаметр коронки, м.

$$D_c = \frac{D_з + D_в}{2},$$

де $D_з$ і $D_в$ – відповідно зовнішній та внутрішній діаметри коронки, м.

Значення параметрів режиму буріння, за застосування прийому затирання порід «насухо», необхідно ув'язати із технічними можливостями наявного уніфікованого бурового обладнання (в основному це самохідні бурові агрегати).

Гідравлічне транспортування керношламового матеріалу при спорудженні свердловин являє собою різновид колонкового буріння із зворотною схемою циркуляції очисного агенту [10], що реалізується при використанні спеціалізованих бурових установок, подвійної концентричної колони бурильних труб, спеціальних забійних приладів і конструкцій породоруйнівного інструменту.

Найголовнішою особливістю способу буріння із застосуванням подвійної бурильної колони є можливість точного геологічного прив'язування зразків порід до конкретного інтервалу глибини свердловини; зазначене обумовлене відсутністю, за вміло організованого режиму зворотної циркуляції очисного агенту, переривчатості отримання геологічних проб.

Таблиця 3. **Характеристичні конструктивні параметри і режими буріння твердосплавними коронками типу М**

| Тип коронки | Характеристика порід | Типові представники порід | Категорія порід з буримості | Діаметр, мм | | Кількість різців | | Рекомендовані параметри режиму буріння | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | зовнішній | внутрішній | основних | підрізних | Осьове навантаження на 1 основний різець, даН | Окружна швидкість, м/с |
| М2 | М'які з твердими прошарками | Глини щільні, мергелі | II–IV | 151<br>132 | 113<br>93 | 14<br>14 | –<br>– | 60–80 | 1,0–1,5 |
| М5 | М'які однорідні | Піски, глини, глинисті сланці | II–IV | 151<br>132 | 112<br>91 | 24<br>24 | 6<br>6 | 60–80 | 1,0–1,8 |

Спосіб буріння свердловин шнековим інструментом є різновидом безкернового методу буріння, устаткування для якого включає спеціальну шнекову колону (гвинтовий транспортер) і породоруйнівний інструмент (як правило, лопатеве долото). Залежно від типу ґрунту, колона може включати декілька обважнених шнеків і комплектуватися колонковим долотом.

Шнековий транспортер є трубою з різьбовими або безрізьбовими з'єднаннями на кінцях. До зовнішньої стінки труби приварена спіралеподібна стрічка із сталі завтовшки 4 - 6 мм. Крок спіралі залежить від типу породи, що транспортується, і варіюється від 0,5 до одного діаметру шнека. Як тільки порода сколюється породоруйнівним інструментом, вона одразу потрапляє на шнек, що обертається з технологічно обґрунтованою швидкістю. За рахунок відцентрової сили, яка виникає в процесі обертання, зруйнована порода відкидається до стінок свердловини і швидко доставляється шнеком на поверхню. Частина породи, що залишилася, вминається в стінки ребордою шнека, звільняючи забій і знімаючи навантаження з силового агрегату бурової установки.

Шнекове колонкове буріння використовують у випадку необхідності витягання на поверхню керна з непорушеною його структурою. У спеціальному колонковому шнеці є великий прохідний отвір, а сам шнек порожнистий. При бурінні керн поступає в спеціальну гільзу, яка витягається після відгвинчення відповідної бурової коронки.

У табл. 4 представлено усереднений техніко-технологічний регламент спорудження типових інженерно-геологічних свердловин шнековим способом, який може бути застосований також для проходки неглибоких експлуатаційних свердловин.

Таблиця 4. **Усереднені параметри техніко-технологічного регламенту спорудження інженерно-геологічних свердловин шнековим способом**

| Породи (відповідно до властивостей – техногенні ґрунти) | Тип шнекових труб | Тип породоруйнівного інструменту | Режимні параметри буріння | |
|---|---|---|---|---|
| | | | Частота обертання шнеку, хв$^{-1}$ | Навантаження на забій, даН |
| Глини і суглинки | БТШ - 180 | ДБШ - 160 | 140 | 600 |
| Піски, супіски | | | 140 | 600 |
| Щільні глини | | | 60 | 800 |

Пневмоударне інженерно-геологічне буріння здійснюється за допомогою занурюваних розвідувальних пнемоударників або занурюваних пневмопробійників (у останньому випадку тільки в м'яких породах – за властивостями відповідних техногенним ґрунтам). При інженерно-геологічних дослідженнях використовуються в основному занурювані пневмопробійники. Суть способу полягає в тому, що породоруйнівний інструмент занурюється у свердловину за допомогою розміщеного над ним пневмопробійника. Стиснене повітря до пневмопробійника подається по бурильних трубах (через сальник) або по шлангу. Зазначений спосіб дозволяє отримувати зразки ґрунту з майже непорушеною структурою, проте його ефективність значно знижується в умовах водопроявів, а в окремих випадках (значних водопритоках) його застосування унеможливлюється.

Режимні параметри та інструментальне забезпечення пневмоударного інженерно-геологічного буріння представлено в табл. 5.

Таблиця 5. **Основні параметри та інструментальне забезпечення ппнемоударного способу буріння**

| Породи (відповідно до властивостей – техногенні ґрунти) | Тип бурильних труб | Тип пневмоударної машини | Тип породоруйнівного інструменту | Режимні параметри буріння | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | Частота обертання коронки, хв$^{-1}$ | Навантаження на забій, даН | Витрата повітря, м$^3$/хв |
| Глини і суглинки | СБТ - 73 | РП - 138А | СТ2 - 132 | 60 | 800 | 8 |
| Піски, супіски | | | | 60 | 800 | 8 |
| Щільні глини | | | | 60 | 1000 | 8 |

Регулюванням витрати стисненого повітря та налаштуванням клапанної системи пневмоударної машини можна бурити свердловини в режимі ударнообертальному або вібраційно-обертальному.

Буріння і розбурювання (розширення) свердловин із застосуванням води замість глинистого розчину допускається в зв'язних ґрунтах (наприклад, суглинках і глинах) тільки у тому випадку, якщо забезпечена достатня стійкість стінок свердловини і технологічність його виконання.

Склад глинистого розчину, для випадків наявності нестійких ґрунтів, задається проектом і підбирається в лабораторних умовах, залежно від характеристики ґрунтів і вживаної глини. Глинистий розчин готують з бентоніту або місцевих глин. Рівень глинистого розчину у свердловині незалежно від способу буріння повинен перевищувати рівень ґрунтових вод не менше чим на 1 м за наявності обсадної труби, за відсутності обсадження – має бути не нижче за гирло свердловини.

В табл. 6 представлено композиції глинистих розчинів, розроблених для умов проведення розглядуваних робіт, що забезпечують стійкість стінок свердловини в товщах ускладнених порід.

Таблиця 6. **Компонентний склад спеціальних бурових глинистих розчинів, що відповідають геологічним умовам товщ незв'язних порід**

| Назва розчину | Компонентний склад |
|---|---|
| Нормальний | До 24% бентоніту + вода; до 30% глини інших категорій + вода |
| Покращений | Нормальний глинистий розчин + 10 - 20% рідкого ВЛР |
| Інгібований | Нормальний глинистий розчин + 1 - 2% інгібітору ($CaCl_2$) + 0,1 - 0,2% регулятора лужності ($Ca(OH)_2$) + 5 - 10% стабілізатора КССБ |
| Малоглинисті розчини | До 8% бентоніту + 1) 0,5 - 1% ПАА; 2) 0,5 - 1% гідролізованого ПАА; 3) 0,5 - 1% М - 14; 4) 0,1 - 0,5 біополімеру БП-1 |
| Обважені глинисті розчини | Нормальний глинистий розчин + 1) 25 - 70% баритового концентрату; 2) 30 - 50% крейди, вапняку + 5 - 8% ВЛР + 2 - 4% окзилу + 2 - 3% ФХЛС |
| Розчини на основі вибурених порід | Вода + 2 - 5% твердої фази, представленої вибуреними породами + 0,5 - 2% ПАР, що сприяють диспергуванню твердої фази + стабілізатори: 1 - 2% бентоніту, 0,5 - 2% рідкого скла |

***Примітки***. *ВЛР – вуглелужний реагент; КССБ – конденсована сульфіт-спиртова барда; ПАА - поліакриламід; ФХЛС – ферохромлігносульфонат; М – спеціальний полімерний реагент; ПАР – поверхнево-активна речовина*

Роботи з інженерно-геологічних вишукувань виконують з метою вивчення та оцінки інженерно-геологічних умов території; прогнозування змін інженерно-геологічних умов під дією природних і техногенних факторів; визначення допустимих впливів на елементи геологічного середовища та способів досягнення потрібного стану цього середовища; оцінювання ризику життєдіяльності людини на конкретних територіях; розроблення проектів захисту територій та окремих об'єктів від несприятливих і небезпечних процесів.

Підставою для складання програми виконання робіт з інженерно-геологічних вишукувань є технічне завдання, що додається до замовлення на інженерно-геологічні вишукування.

Програму виконання інженерно-геологічних вишукувань складають на основі відповідного технічного завдання, оцінки категорії складності інженерно-геологічних умов (табл. 7), ступеня вивченості ділянки (території) і порядку розроблення проектної документації.

Таблиця 7. **Загальні класифікаційні категорії складності інженерно-геологічних умов (з можливістю трансформації на властивості техногенних грунтів)**

| Категорія складності | Класифікаційні ознаки категорії складності |
|---|---|
| умов<br>Прості | Наявність у межах зони взаємодії споруди і підземної гідросфери одного водоносного горизонту (комплексу), витриманого за<br>проляганням. Фільтраційні параметри стійкі. Ознак можливого зв'язку з іншими водоносними горизонтами немає. Додаткові техногенні впливи відсутні. Виробництва з застосуванням шкідливих речовин відсутні. Небезпечне підвищення рівнів підземних вод не фіксується спостереженнями. Активні фізичні процеси в підземній гідросфері відсутні. |
| Середньої складності | Наявність у межах зони взаємодії споруди і підземної гідросфери одного водоносного горизонту, не витриманого за проляганням, або двох водоносних горизонтів із простими морфометричними<br>показниками, або одного водоносного горизонту, приуроченого до колектора масивного типу. Граничні умови прості, меж для кожного горизонту не більше однієї, що ідентифікується за геологічними ознаками. Територія освоєна змішаною промисловою і селітебною забудовою. Сучасні фізичні процеси у верхній частині літосфери пов'язані із проявами водоносності, повсюдні, але незначні за масштабами. Небезпечні впливи на організм людини, пов'язані з техногенними змінами хімізму підземних вод, не відзначаються. |
| Складні | Наявність у розрізі двох і більше водоносних горизонтів (комплексів), різним ступенем зв'язаних, що характеризуються нестійким літологічним складом водомістких ґрунтів, переходами один в одного. Граничні умови складні, кількість меж різного роду більше 2-3, або їх наявність можна припускати, виходячи з особливостей структурно-геологічної та геоморфологічної будови. Взаємний вплив граничних умов складно і важко ідентифікується. Техногенні впливи на рівневий і гідрохімічний режим великі. Освоєння території різнопланове. За спостереженнями в окремих пунктах відбувається інтенсивний підйом рівнів підземних вод. |

Діаметр буріння свердловин повинен забезпечувати можливість опису ґрунтів, відбору проб порушеної структури, а також відбір проб води і обладнання свердловин для спостереження за рівнем підземних вод.

Початковий та кінцевий діаметри свердловин у нескельних ґрунтах призначають залежно від призначення та глибини свердловини, складу і стану ґрунтів, що проходяться, відповідно до даних табл. 8.

Виходячи з умови отримання максимально достовірної геологічної інформації про літологічну будову ділянки робіт, необхідно приймати кінцеву глибину свердловин не менше ніж 30 м; з метою скорочення витрат на бурові та супутні роботи, в якості характерної конструкції свердловини можливе застосування її двохступеневого оформлення (виправдане геолого-технічними умовами розрізу порід), що включає верхній обсаджений інтервал (з посадкою башмаку колони у відносно стійкі породи) і відкритий стовбур.

Таким чином, проведення науково обґрунтованих високотехнологічних робіт із спорудження неглибоких експлуатаційних свердловин (з основою виробничого циклу на базі використання досвіду будівництва свердловин інженерно-геологічного призначення) з метою

видобутку метану дозволяє отримувати значні об'єми паливної сировини, а також частково, або повністю, виключити викиди метану та інших супутніх летючих органічних сполук (забруднювачів повітря).

Таблиця 8. **Вимоги щодо конструкції розвідувальних і технічних свердловин інженерно-геологічного призначення**

| Тип свердловин | Початковий діаметр свердловини, мм, за глибини свердловини, м | | Кінцевий діаметр свердловини, мм |
|---|---|---|---|
| | до 10 | 10 - 30 | |
| Розвідувальні | до 127 | до 168 | до 89 |
| Технічні | до 168 | до 219 | 127 |

***Примітка 1.*** *Початковий діаметр розвідувальних та технічних свердловин глибиною більше 30 м, а також початковий та кінцевий діаметри спеціальних свердловин встановлюють у програмі виконання робіт.*

***Примітка 2.*** *Під час буріння свердловин у великоуламкових, піщаних, пилуватих і глинистих ґрунтах із включеннями валунів і крупної гальки, а також для обґрунтування відповідно до завдання замовника проведення земляних робіт способом гідромеханізації допускається збільшувати їх початковий діаметр.*

**Висновки**

1. У деталях проаналізовано найвпливовіші особливості і умови проведення бурових робіт, що спрямовані на здійснення інженерно-геологічного вивчення (інженерної підготовки територій) та розробки нетрадиційних покладів вуглеводневої сировини.

2. Пропонована робота доводить, що існуючі, попередньо адаптовані методики буріння неглибоких експлуатаційних свердловин є вивіреними, проте потребують пристосування до техногенних умов сміттєзвалищ і спеціальних полігонів.

3. Запропоновано, в деяких аспектах, сучасний техніко-технологічний регламент виконання окремих робіт при проведенні геологічних вишукувань (інженерної підготовки території) та бурінні неглибоких експлуатаційних свердловин, що базується на прогресивних промислових принципах і високих економічних показниках.

4. Ґрунтовні теоретичні та експериментальні дослідження особливостей проведення бурових робіт в циклах інженерно-геологічного вивчення (інженерної підготовки територій) та отримання каналів видобутку нетрадиційної вуглеводневої сировини необхідно продовжувати в напрямках створення алгоритмів ефективної розробки окремих складових технологічних заходів з освоєння техногенних родовищ, що якнайповніше відповідають раціоналізації енерговитрат та адекватності кінцевих результатів основним структурним показникам видобувного процесу.

**A.V. Pavlychenko, Ye.A. Koroviaka, A.O. Ihnatov, V.O. Rastsvietaiev, O.O. Dmytruk**

*National technical university «Dnipro Polytechnic», Ukraine*

**STUDY OF THE MAIN FEATURES OF THE TECHNOLOGY OF DRILLING SHALLOW WELLS IN DIFFICULT MINING AND GEOLOGICAL CONDITIONS**

*The features of technical and technological regulations for performing engineering and geological studies, drilling and other related work during surveys (engineering preparation of the territory), as well as the design of a cost-effective system for the development of unconventional hydrocarbon deposits based on the introduction of modern innovative methods and funds.*

*There were substantiated, at the level of practical methodology, individual structural elements of the technology for conducting complex borehole engineering and geological studies of a man-made rock mass with complex conditional lithological properties characteristic of industrial sites of landfills and special landfills, the functioning of which is associated with the need to construct sites for the production and processing of the corresponding hydrocarbon raw materials. The fundamental principles of building a cycle of specialized drilling operations have been developed; some basic parameters of the technology for constructing shallow production wells have been calculated; an enlarged regulation was drawn up for carrying out measures for the engineering preparation of the territory; mining and geological features of well construction in strata complicated by physical and chemical properties of technogenic soils were considered.*

*Separate components of an improved technical and technological methodology for performing work during geological surveys (engineering preparation of the territory) based on modern progressive industrial principles and high economic indicators have been created; the basic principles of an effective system for the development of unconventional hydrocarbon deposits have been developed. The data obtained are the basis for further developments to improve the quality and reliability of drilling and other related work in the course of geological surveys and involvement in industrial development of man-made hydrocarbon deposits.*

***Key words**: well, engineering-geological surveys, technogenic deposits, territory preparation, landfill biogas, special storage polygons, methane, drilling technologies.*

**Література**

1. Основи та фундаменти будинків і споруд. Державні будівельні норми України: ДБН В.2.1-10-2009. – [Введено в дію від 2009-07-01]. К.: Мінрегіонбуд України, 2009. – 82 с.
2. Куровець І.М., Михайлов В.А., Зейкан О.Ю. Нетрадиційні джерела вуглеводнів: огляд проблеми // Нетрадиційні джерела вуглеводнів України: монографія. [у 8 кн.] Кн. 1. / О.Ю. Зейкан, В.А. Михайлов, І.М. Куровець, П.М. Чепіль (ред. кол.); Нац. акціонерна компанія «Нафтогаз України» та ін. – К.: Ніка-Центр, 2014. – 208 с.
3. Настанова щодо інженерної підготовки ґрунтової основи будівель і споруд. Державний стандарт України: ДСТУ-Н Б В.1.1-39:2016. – [Уведено в дію від 2017-04-01]. К.: ДП «Державний науково-дослідний інститут будівельних конструкцій» (НДІБК), 2017. – 189 с.
4. Robertson J.O., Chilingar G.V. Environmental aspects of oil and gas production. Scrivener publishing. – Wiley-Scrivener, 2017. – 416 p.
5. Інженерні вишукування для будівництва. Державні будівельні норми України: ДБН А.2.1-1-2014. – [Уведено в дію від 2014-03-24]. Київ: Міністерство регіонального розвитку, будівництва та житловокомунального господарства України, 2014. – 128 с.
6. Інженерна геологія (з основами геотехніки) / за заг. ред. В. Г. Суярка. – Харків: Харківський національний університет імені В. Н. Каразіна, 2019. – 278 с.
7. Dareing D.W. Oilwell Drilling Engineering. – ASME Press, 2019. – 512 p.
8. Інженерні вишукування для водогосподарського та природоохоронного будівництва / за заг. ред. А.М. Рокочинського, В.Д. Дупляка. – Рівне: НУВГП, 2010. – 173 с.
9. Curry G.L., Feldman R.M. Manufacturing systems. Modeling and analysis. – Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag, 2011. – 338 p.

10. Войтенко В., Вітрик В. Технологія і техніка буріння. – К.: Центр Європи, 2012. – 708 с.
11. Коровяка Є.А., Ігнатов А.О., Расцвєтаєв В.О. Особливості бурових робіт при інженерних вишукуваннях і підготовці територій // Інструментальне матеріалознавство: Зб. наук. пр. – Випуск 24. –К.: ІНМ ім. В.М. Бакуля НАН України, 2021. – С. 102–113.
12. Azar J.J., Robello S.G. (2007). Drilling Engineering. – PennWell Corporation, 2007 – 486 p.
13. Hossain, M.E. Fundamentals of Drilling Engineering: MCQs and Workout Examples for Beginners and Engineers. – Wiley – Scrivener Publishing, 2016. – 854 p.
14. Вирвінський П.П., Кузін Ю.Л., Хоменко В.Л. Геологорозвідувальна справа і техніка безпеки. – Дніпропетровськ: Держ. вищ. навч. закл. «Нац. гірн. ун-т», 2010. – 368 с.

*Надійшла 30.08.22*

**References**

1. Osnovy ta fundamenty budynkiv i sporud. Derzhavni budivelni normy Ukrainy. [Foundations of buildings and structures. State building norms of Ukraine]. *DBN B.2.1-10-2009*. (2009). Kyiv: Minrehionbud Ukrayiny – Kyiv: Ministry of Regional Development of Ukraine [in Ukrainian].
2. Kurovets, I.M., Mikhailov, V.A., Zeikan, O.Yu. (2014). Netradytsiini dzherela vuhlevodniv: ohliad problem [Unconventional hydrocarbon sources: an overview of the problem]. Netradytsiini dzherela vuhlevodniv Ukrainy [Unconventional hydrocarbon sources of Ukraine]. O.Yu. Zeikan, V.A. Mikhailov, I.M. Kurovets, P.M. Chepel (Ed.); Natsionalna aktsionerna kompaniia «Naftohaz Ukrainy» ta in. (Vols. 1–8; Vol. 1). Kyiv: Nika-Tsentr [in Ukrainian].
3. Nastanova shchodo inzhenernoi pidhotovky hruntovoi osnovy budivel i sporud. Derzhavnyi standart Ukrainy. [Guidelines for engineering preparation of the soil base of buildings and structures. State Standard of
4. Ukraine]. *DSTU-NBV.1.1-39:2016*. (2017). Kyiv: DP «Derzhavnyi naukovodoslidnyi instytut budivelnykh konstruktsii» – Kyiv: State Enterprise «State Research Institute of Building Structures» [in Ukrainian].
5. Robertson, J.O. & Chilingar, G.V. (2017). *Environmental aspects of oil and gas production.* Wiley-Scrivener.
6. Inzhenerni vyshukuvannia dlia budivnytstva. Derzhavni budivelni normy Ukrainy. [Engineering surveys for construction. State building norms of Ukraine]. *DBN A.2.1-1-2014*. (2014). Kyiv: Ministerstvo rehionalnoho rozvytku, budivnytstva ta zhytlovo-komunalnoho hospodarstva Ukrainy – Kyiv: Ministry of Regional Development, Construction and Housing of Ukraine [in Ukrainian].
7. Suiarko, V.G. (Eds.). (2019). *Inzhenerna heolohiia (z osnovamy heotekhniky* [*Engineering geology (with the basics of geotechnics)]*. Kharkiv: V.N. Karazin Kharkiv National University [in Ukrainian].
8. Don W. Dareing. (2019). *Oilwell Drilling Engineering Publisher*: ASME Press [in English].
9. Rokochynsky, A.M., & Duplyak, V.D. (Eds.). (2010). *Inzhenerni vyshukuvannia dlia vodohospodarskoho ta pryrodookhoronnoho budivnytstva [Engineering surveys for water management and environmental construction]*. Rivne: NUVGP [in Ukrainian].
10. Curry, G.L. & Feldman, R.M. (2011). *Manufacturing systems.* Modeling and analysis. Heidelberg: Springer-Verlag.
11. Voitenko, V., & Vitryk, V. (2012). *Tekhnolohiya i tekhnika burinnya [Technology and technique of drilling]*. Kyiv: Center of Europe [in Ukrainian].
12. Koroviaka, Ye.A., Ihnatov, A.O., & Rastsvietaiev, V.O. (2021). Osoblyvosti burovykh robit pry inzhenernykh vyshukuvanniakh i pidhotovtsi terytorii [Features of drilling operations

during engineering surveys and preparation of territories]. *Instrumentalne materialoznavstvo - Tooling materials science, 24*, 102–113 [in Ukrainian].
13. Azar, J.J., & Robello, S.G. (2007). *Drilling Engineering.* PennWell Books [in English].
14. Hossain, M.E. (2016). *Fundamentals of Drilling Engineering: MCQs and Workout Examples for Beginners and Engineers.* Wiley-Scrivener Publishing.
15. Vyrvinskii, P.P., Kuzin, Y.L., Khomenko, V.L. (2010). *Heolohorozviduvalna sprava i tekhnika bezpeky [Exploration and safety]*. Dnepropetrovsk: National Mining University [in Ukrainian].

УДК 622.243.92 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-96-106

**А.О. Ігнатов,** канд. техн. наук, **І.К. Аскеров**

*Національний технічний університет «Дніпровська політехніка»,*
*пр. Дмитра Яворницького, 19, 49027, м. Дніпро, Україна, e-mail: A_3000@i.ua*

# РОЗРОБКА ОКРЕМИХ ТЕХНІЧНИХ І ТЕХНОЛОГІЧНИХ ПАРАМЕТРІВ ГІДРОУДАРНОГО БУРІННЯ СВЕРДЛОВИН

*Послідовно цілісними та комплексними лабораторними, а також аналітичними прийомами досліджено основні фактори техніко-технологічного супроводу процесів гідроударного спорудження свердловин різного призначення, відповідних обставинам, що є характерними для гірських порід середньої твердості та твердих; розглянуто і оцінено вплив параметрів закінченого циклу роботи існуючих та пропонованих інноваційних ударних бурових машин на хід і результати формування вибійних умов руйнування гірського масиву.*

*Охарактеризовано основні етапи технологічного процесу гідроударного буріння свердловин та його переваги перед іншими методами руйнування гірського масиву. Показано існування суттєвих недоліків в значній кількості запропонованих і використовуваних конструкцій гідроударних машин, які не дозволяють в повній мірі забезпечити прояв потенційних можливостей ударно-обертального способу буріння свердловин. Розглянуто конструктивні ознаки інноваційних гідравлічних ударних машин для спорудження свердловин в їх робочому циклі формування динамічних імпульсів. Запропоновано і проаналізовано послідовну методику визначення енергетичних параметрів ударних бурових машин та впливу вказаних факторів на техніко-економічні показники поглиблення вибою споруджуваних в різних гірничо-геологічних умовах свердловин.*

*Представлені результати ґрунтовних лабораторних і аналітико-конструктивних досліджень, а також деякі узагальнення промислово-стендових даних є базовими для проектування технічного супроводу і режимних параметрів процесу гідроударного спорудження свердловин з гарантованим забезпеченням високих техніко-економічних показників. Дані з вивчення процесів внутрішньо-приладної циркуляції в гідравлічних ударних машинах є вихідними факторами для обґрунтування конструктивних і технологічних параметрів інноваційних пристроїв для створення динамічних імпульсів з метою інтенсифікації процесів поглиблення вибою свердловини.*

***Ключові слова**: свердловина, промивальна рідина, гірська порода, бурова машина, механічна швидкість, вибій, робочий цикл, тиск, енергія удару, конструктивна схема.*

## Вступ

Використання вибійних бурових машин (незалежно від принципу дії, що покладений в основу їх функціонування) дозволяє отримати певні суттєві переваги щодо реалізації режимно-технологічних параметрів на місці безпосереднього руйнування гірського масиву [1]. У разі експлуатації вибійних машин обертальної дії (турбобури, гвинтові двигуни, електробури)

можна констатувати формування цілого спектру явищ технологічного плану, наприклад, появу спроможності зниження частоти обертання бурильної колони за одночасного зменшення зношування останньої та обсадної колони і решти наддолітних рухомих елементів вибійного компонування [2]; найбільш розповсюджені вибійні машини ударної дії (у більшості випадків – гідроударники, та дещо менше – пневмоударники) допускають створення особливих умов руйнування різновидів гірських порід через інтенсифікацію процесів утворення попередніх деформаційних порушень гірського масиву. За ознаками гідроударне буріння класифікується як різновид ударно-обертального способу формування стовбуру свердловини, коли в якості джерела продукування ударів використовується доволі складна гідравлічна машина [3]. Підкреслимо також наступне: яскравою особливістю означеного способу буріння є те, що він функціонально підпорядковується ознакам конструктивного виконання гідроударників. Ударно-обертальне буріння відрізняє наявність обставини впливу на породоруйнівний інструмент не тільки статичного зусилля подачі та крутного моменту, але й передавання йому ударів певної частоти та сили, причому закон зміни сили таких ударів в часі може бути різним. Конструктивною деталлю гідроударника, яка продукує удари, використовувані для руйнування гірської породи, називається бойок (або молоток), а деталь по якій завдає удару бойок – отримала назву ковадла. Гідравлічним клапаном ударної машини називається деталь, яка призначена для перекриття потоку промивальної рідини, причому перепад тиску, що виник при закритті клапана (явище ідентифікується теоретичним визначенням – гідравлічний удар), сприймається поршнем гідроударника, а далі, за визначеним технічним ланцюгом ударної системи розглядуваної машини, ударні імпульси отримуються спеціальним породоруйнівним інструментом [4]. Зазначимо також, що робочим ходом бойка (може складатися з декількох фаз рухів) є той, на якому останній набирає необхідну швидкість для удару по ковадлу; зворотний хід бойка отримав назву холостого (на кожній фазі означених рухів діє різна система сил). Наведений короткий класифікаційний опис дає підстави вважати, що будь яке удосконалення ударно-обертального способу буріння повинно базуватися на детальному вивченні кожної технічної і технологічної складових процесу гідроударного спорудження свердловин.

Відносно активного характеру динамічного впливу бурового породоруйнівного інструменту на гірський масив [5], всі механічні способи буріння можна поділити на такі головні: обертальний та ударний; всі інші способи буріння є похідними від цих названих, до прикладу: ударно-обертальне буріння гідроударним способом. Зазначена технологія вимагає використання особливого класу машин – гідроударників із приводною енергією потоку (під класифікаційним визначенням гідравлічний удар), яку утворює промивальна рідина (її кінетична енергія перетворюється на поступальні рухи поршня, що здатний створювати імпульси високої частоти для передавання їх породоруйнівному інструментові). Гідравлічний удар в подібних машинах може створюватись за допомогою взаємодії певних гідравлічних елементів, основне завдання функціонування яких полягає в необхідності раптового перекривання потоку рідини. Швидкість перекривання потоку прямо пропорційно визначає граничний тиск формованого гідроудару; отже, чим швидше перекриється потік промивальної рідини, тим більший тиск матиме наступний гідроудар.

Середня швидкість обертання породоруйнівного інструменту, як правило, становить від 60 до 100 оборотів за хвилину, що забезпечує максимальний ефект від буріння. Таким чином, комбіноване ударно-обертальне буріння із використанням гідроударного механізму в основному застосовується для буріння свердловин в скельних породах високої міцності [1].

Узагальнено, з огляду на сказане, сутність ударно-обертального способу буріння полягає в тому, що руйнування гірської породи на вибої свердловини здійснюється зануренням в неї робочого леза інструменту та активним сколюванням окремих секторів породного масиву за рахунок цілеспрямованого формування потрібної енергії кожного окремого удару. Через значну інтенсивність вибійних руйнівних процесів, ударно-обертальний спосіб буріння є доволі застосовуваним і перспективним на подальше

розширення своєї реалізації в практиці спорудження свердловин. Підтвердженням тому, серед значного числа прикладів, є також і його модифікування для щонайширшого удосконалення інших суміжних прийомів і методів будівництва стовбурів свердловини різного призначення. Упевнено можна констатувати наступне: основні конструктивно-технологічні пошуки дослідників зосередилися на розробці машин ударної дії, які максимально повно відповідають критеріям нескладності втілення в окремий функціональний механізм із повним набором ефективних вихідних характеристик, та створенні такого режимного супроводження для гідроударників [3], що дозволило би формування на вибої свердловини якнайприйнятніших умов дезінтеграції гірського масиву.

З упевненістю (яка базується на даних щодо аналітичних і безпосередніх свердловинних досліджень) можна говорити про те, що гідроударне (ударнообертальне) буріння, як і будь-який інший спосіб спорудження свердловин, буде давати найкращі результати лише при певному технологічно обґрунтованому поєднанні основних параметрів режиму буріння (до них необхідно віднести енергію удару, що припадає на одиницю площі зіткнення елементу озброєння руйнівного інструменту з гірською породою, число ударів на один оборот останнього, відстань між піками від двох суміжних ударів і, нарешті, реалізований закон зміни сили удару в часі). При ударнообертальному бурінні необхідно також мати достатнє зусилля подачі і крутний момент на породоруйнівному інструменті. В такій постановці питання раціональної організації гідроударного буріння нескладно бачити, що належне конструктивне виконання ударної машини буде запорукою надійної керованості її робочого циклу, яка дозволить отримувати цілком виправдані прогнозовані значення параметрів режиму гідроударного буріння незалежно від особливостей гідравлічного виконання елементів циркуляційного контуру свердловини й фізично-реологічних властивостей бурової промивальної рідини. Механіка руйнування гірської породи буде так само визначатися не лише енергетичними показниками функціонування гідроударної машини і техніко-технологічними ознаками поверхневого приводу бурової установки [6], але й геометрично-параметричними характеристиками породоруйнівного інструменту. Поставлені теоретично-прикладні завдання можуть бути ефективно вирішені лише на підставі глибинних аналітичних й лабораторних досліджень окремих і циклічно-замкнутих фаз дії ударних машин, а також їх трансформації в роботу конструктивно впорядкованого вибійного породоруйнівного інструменту (саме тут необхідно наголосити на такій обставині: до переваг ударно-обертального буріння можна віднести можливість використання коронок, спеціальних конструкцій, з твердосплавними різцями для буріння в порах IX - XI категорій за буримістю).

Мета статті полягає в детальному аналітично-лабораторному вивченні та аналізі умов сталої надійної роботи гідроударних бурових машин, а також у розгляді передумов, факторів, особливостей тощо модернізації і технікотехнологічної трансформації окремих вузлів та інструментального супроводу для гідроударників.

**Методика**

Натурні лабораторні дослідження особливостей функціонування гідравлічних пристроїв генерування ударних імпульсів виконано із застосуванням сучасних методів експериментальних досліджень (зокрема середовища SolidWorks), методик обробки результатів досліджень у середовищі Excel, Mathcad, контрольно-вимірювальних приладів (манометри, витратоміри) і матеріалів [7]. Протікання свердловинних циркуляційних процесів моделювалось на експериментальних свердловинах навчального бурового полігону Національного технічного університету «Дніпровська політехніка» із застосуванням бурового верстату ЗІФ-650М та бурової установки УКБ-4П, а також відповідного основного бурового і допоміжного інструменту. Аналітичні дослідження виробничих процесів формування робочого циклу ударних машин проводилися із застосуванням широко випробуваної для вирішення відповідних інженерних завдань послідовності таких операцій [8]: формулювання завдання і складання

розрахункової схеми досліджуваного об'єкту; розробка математичної та фізичної моделей, що описують та відтворюють характер досліджуваних операцій; вибір способу рішення поставлених завдань; рішення основних математичних залежностей процесу з максимальним використанням обчислювального експерименту; проведення адекватних теорії лабораторних досліджень; аналіз отриманих результатів і формулювання тотожних висновків.

**Результати**

Низкою достатньо прецензійних досліджень аргументовано доведено, що за ударно-обертального варіанту гідроударного буріння розвиток основних руйнівних процесів у гірському масиві на вибої свердловини, представленому достатньо міцними породами, відбувається за рахунок впливу саме ударних імпульсів (а в найбільш твердих і крихких породах їх руйнування на вибої відбувається практично тільки через наявність періодичних ударів – осьове навантаження на породоруйнівний інструмент в цьому випадку має підпорядкований характер та забезпечує контакт елементів озброєння з поверхнею вибою, і в руйнуванні породи бере участь виключно опосередковано) [3]. Що стосується обертання породоруйнівного інструмента, то воно також покликане забезпечувати лише переміщення елементів озброєння інструменту уздовж вибою після кожного циклу удару. За вказаних умов означені режимні параметри, в середньому, для ударно-обертального варіанту гідроударного буріння становлять: осьове навантаження $F_{oc}$ = 1–3 кН (до прикладу, для звичайного обертального – 10–20 кН); раціональна частота обертання, при частоті ударів 1000 - 1500 уд/хв., приймається в межах від 10 до 30 хв$^{-1}$. При ударно-обертальному бурінні в породах відносно невеликої міцності руйнування гірського масиву на вибої відбувається не тільки за рахунок ударів; для вказаних порід значення набувають також і осьове навантаження із узгодженою частотою обертання породоруйнівного інструменту, причому їх значення тим більше, чим нижче порода за категорією твердості. Раціональною геометричною формою елементів озброєння породоруйнівного інструменту для означених умов є достатньо загострений клин. Таке виконання кожного окремого руйнівного елементу дозволяє дезінтегрувати породу за допомогою не лише ударних імпульсів; тут має місце заглиблення зазначеного озброєння (під дією осьового навантаження) та наступне зрізання фрагменту (не зруйнованої ударом) породи при обертанні відповідного інструменту. Загалом механізм руйнування за гідроударного буріння умовно може бути представлений таким чином: при сприйнятті руйнівним інструментом обертання від бурильної колони і ударів від гідравлічної машини, на вибої свердловини виникає додаткове роздавлювання породи, а під сколотою породою утворюються зони, в яких гірський масив порушений тріщинами і, як наслідок, має знижену міцність. Таким чином, притиснутий до вибою з достатньою силою руйнівний інструмент у період між ударами може знімати з нього частину ослабленої породи при дещо менших зусиллях, аніж це необхідно при звичайному обертальному бурінні. Загалом, механізм поглиблення бурової свердловини підпадає під класичне визначення вказаного процесу, а саме руйнування породи, і характеризується протіканням таких умовних фаз: поява в гірському масиві пружних деформацій; розвиток мікротріщин по поверхнях максимальної дотичної напруги; утворення ядра руйнування та інтенсивний відрив породи по сторонах бурового породоруйнівного інструменту. Отже, поєднання ударів із безперервним обертанням притисненого з достатньою силою до вибою інструменту, для певного класу гірських порід, може бути запорукою формування якнайприйнятніших умов сталого ефективного поглиблення стовбура свердловини. Окрім відміченого, раціональне співвідношення в системі «осьове навантаження – ударний імпульс» дозволяє передавати на руйнування гірської породи достатньо великі потужності без виникнення поломок елементів озброєння породоруйнівного інструменту.

Якщо вдатися до пояснень принципу побудови раціональної технології гідроударного буріння, необхідно, насамперед, дати визначення тому явищу (гідравлічний удар), що покладено в основу функціонування відповідних машин – генераторів ударних імпульсів [9].

Таким чином гідравлічний удар (у заломленні до бурової справи) – це різке підвищення тиску в напірній лінії (свердловинній циркуляційній ланці) внаслідок раптового різкого перекриття каналу, а саме зміни швидкості руху рідини. Розглядуване явище може бути створене за допомогою низки певних гідравлічних елементів в системах, що передбачають раптове перекривання потоку рідини (в нашому випадку це гідроударники). Швидкість перекривання потоку прямо пропорційно відповідає тиску гідравлічного удару; іншими словами – чим швидше буде перекритий потік рідини, тим більший тиск матиме гідравлічний удар. Необхідно додати наступну характеристику системи: кінетична енергія потоку, при різкому зупиненні, майже миттєво перетворюється в потенціальну стиснутої бурової промивальної рідини, тиск якої розповсюджується в циркуляційному каналі через окремі товщі рідини (зазначимо, що явище удару відбувається в пружному середовищі), викликаючи при цьому відповідні конструкції деформації в елементах гідравлічного контуру (рис. 1) [10].

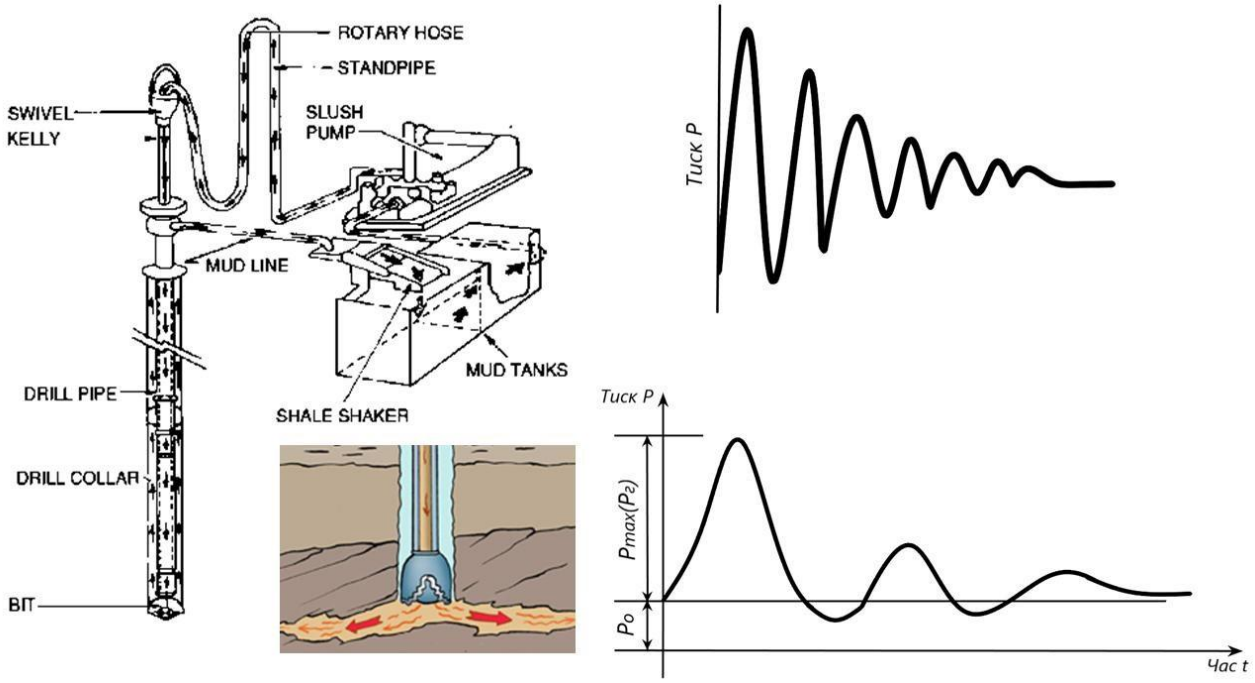



*Рис. 1. Схематичне зображення протікання процесу гідравлічного удару в буровій свердловині*

Відповідно до технічного оформлення гідроударників, в їх корпусі будуть відбуватися виникнення явищ руху зворотної ударної хвилі, що викликається наявністю помітної різниці тисків між контрольованими площинами; причому час пробігу прямої і зворотної ударних хвиль складатиме тривалість повної фази гідравлічного удару. Фази гідравлічного удару будуть періодично повторюватися, але із поступовим згасанням через втрати енергії та відповідним зниженням абсолютних значень тиску для кожної фази (зазначені процеси відбуваються надзвичайно швидко, позаяк швидкості розповсюдження ударної хвилі надзвичайно великі).

Теорією і практикою виконання бурових робіт доведено таке: порівняно низький к.к.д. гідроударних бурових машин η, значення якого оцінюються за формулою (1), можна пояснити помітним розсіюванням хвильової енергії, яка генерується гідроударником, а також тим, що до гідроударника подається одна і та сама кількість промивальної бурової рідини як у фазі робочого, так і холостого ходів.

$$\eta = \frac{\omega_{уд}}{\omega_{г}} = \frac{E \cdot f}{Q \cdot P}, \qquad (1)$$

де $\omega_{уд}$ – ударна потужність гідроударника; $\omega_г$ – потужність, що витрачається на роботу гідроударника; $E$ – енергія одиничного удару; $f$ – частота ударів; $Q$ – витрата бурової промивальної рідини; $P$ – тиск, що розвиває буровий насос.

Зазначимо, що величини $E$ і $f$ при заданих конструктивних параметрах гідроударника та робочому ході залежать від сили $F_1$, обумовленої тиском гідроудару $P_г$ (рис. 1), яка, в свою чергу, є функцією витрати $Q$ [11]

$$P_г = \frac{C}{g \cdot s} Q,$$

де $C$ – швидкість звуку в рідині (для води, наприклад, вона становить $C$ = 1483 м/с); $g$ – прискорення вільного падіння; $s$ – площа клапана гідроударника.

При зворотному ході $E$ і $f$ залежать від сили $F_2$, що перешкоджає руху бойка і клапана вгору і прямо залежить від $Q$. Таким чином, для того, щоб підвищити $\eta$, необхідно, щоб $Q$ була не постійною протягом закінченого циклу функціонування гідроударника, а найбільшою при робочому ході, і найменшою при зворотному (холостому).

Вказаного недоліку (стосовно $Q$ = *const* протягом закінченого циклу роботи гідроударника) в суттєвому ступені позбавлені запропоновані фахівцями кафедри нафтогазової інженерії та буріння НТУ «Дніпровська політехніка» конструкції гідравлічних ударників, принцип роботи яких полягає в наступному. Пристрій для гідроударного буріння у свердловину (на бурильній колоні) спускається в неробочому положенні, якому відповідає відсутність генерування ударних імпульсів системою взаємодіючих конструктивних елементів. Сталій роботі гідроударника відповідають наступні характеристики. Ковадло повинно повністю, на величину осьового ходу, переміститися шестигранною направляючою, за допомогою контактного обмежувача, у внутрішню частину стакану. Вказаний процес супроводжується входженням верхньої шийки поршня-бойка в обойму циліндричної обичайки корпусної втулки, нижче рівня наскрізних горизонтальних каналів, що призупиняє вільний прохід промивальної рідини крізь них та викликає неминуче різке зростання тиску із виникненням гідравлічного удару. Миттєве зростання тиску промивальної рідини в робочій камері пристрою, внаслідок значущості контактної поверхні розгінної плити, ефективно трансформується в осьовий рух униз поршня-бойка, який, внаслідок набутого запасу кінетичної енергії, долає опір пружини, розташованої в ударній камері, із проходженням деякої величини робочого ходу, та наносить удар по ковадлу. Через різке падіння напору в рідині, викликане саме фазовістю режиму циркуляції й обумовлене наявністю її руху на робочому ході поршня насоса (технологічно переоснащеного) і його відсутністю на холостому (характерно виключно для запропонованої моделі ударної машини), та повне подолання межі можливого стискування пружини, відбувається зворотний рух уверх поршня-бойка, притому видалення залишків рідини з циркуляційної камери відбувається через наскрізні канали, які виконані в циліндричній обичайці корпусної втулки.

Розгінна плита, що різьбовим з'єднанням пов'язана із поршнем-бойком, дозволяє створювати ефективну систему передавання ударних імпульсів виконавчим органам пристрою для гідроударного буріння; а зміною її діаметра, і тим самим контактної площі взаємодії із потоком рідини, можна регулювати енергоємність ударних імпульсів.

Оскільки особливістю роботи гідроударного пристрою є необхідність імпульсної циркуляції промивальної рідини, вона може бути створена швидкими технологічними операціями із буровим насосом – відключенням від роботи одного або двох його плунжерів, ізоляцією компенсатора і виключенням з циклу роботи одного поршня подвійної дії (рис. 2) [12].

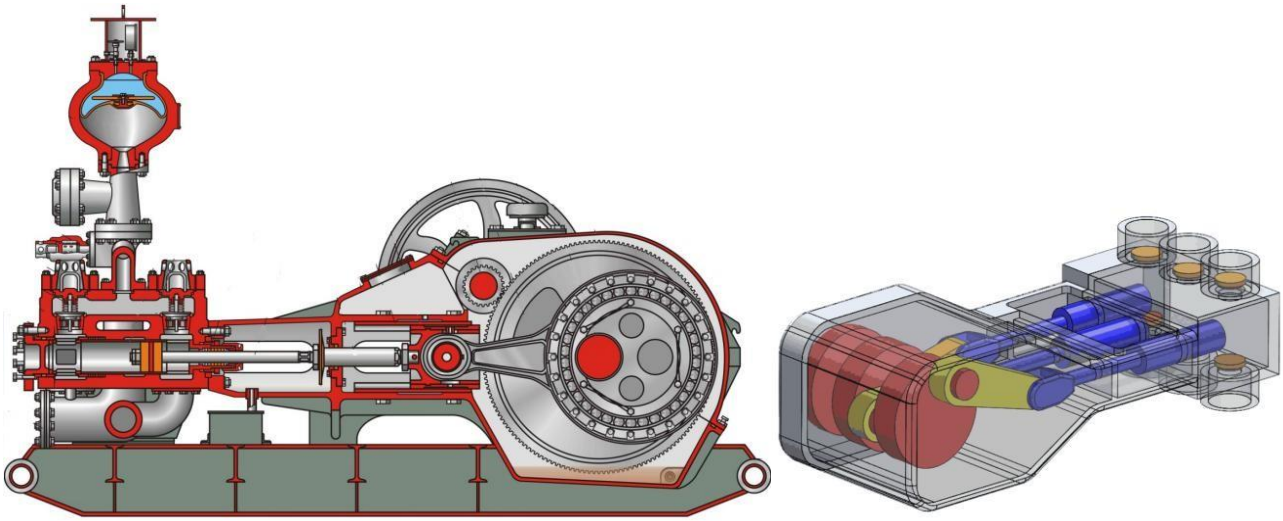


*Рис. 2. До пояснення принципу дії бурових насосів*

При означеній системі руху рідини досягається можливість саморегулювання режиму холостого хода поршня-бойка та загальної автоматизації роботи пристрою за рахунок використання закономірностей функціонування відомого поршневого вузлу насоса та чіткого узгодження із ними параметрів робочого циклу самого гідроударного пристрою. Підвищенню ефективності подолання значення ходу поршня-бойка та спрямованому управлінню величиною енергоємності в ударному або вібраційному режимі роботи пристрою сприяє встановлення (видалення) регулювальних кілець.

Наявність можливості поверхневого регулювання гідроударного пристрою, генерування постійних ударних імпульсів різної амплітуди, обертання та продукування раціональних значень осьового навантаження на вибій свердловини дозволяють реалізувати найефективніший механізм руйнування порід різної міцності, а саме ударно-обертальний або обертальноударний (відповідним налаштуванням гідроударного пристрою, у т. ч. за рахунок модернізації роботи бурового насоса).

Необхідно зазначити наступне: найважливішими параметрами енергетичної характеристики гідроударників, що визначають ефективність руйнування гірських порід на вибої свердловини, є енергія одиничного удару ($E$) і ударна потужність ($N$). Причому для граничних екстремальних значень ходу поршня-бойка будемо мати наступні характеристичні залежності:

$$E = \frac{mV_{уд}^2}{2} \tag{3}$$

та

$$N = \frac{mV_{уд}^2}{2(t_1+\tau)}, \tag{4}$$

де $m$ – маса поршня-бойка, кг; $V_{уд}$ – швидкість зіткнення поршня-ударника з ковадлом наприкінці фази розгону, м/с; $t_1$ – час ходу ударника на фазі розгону, с; $\tau$ – час ходу поршня-бойка нагору (зворотний хід бойка – холостий хід), с.

Для обчислення енергії удару ($E$) і ударної потужності ($N$) можуть бути використані екстремальні залежності, що були отримані в результаті проведення ряду стендово-теоретичних досліджень. За умови, що

$$V < 4A - t_1 = \frac{1}{\beta}\operatorname{arctg}\frac{2\beta}{k}; \tag{5}$$

$$V_{уд} = \frac{kV}{\beta}e^{-\frac{kt}{2}}\sin\beta t; \tag{6}$$

$$\tau = 1{,}57\sqrt{\frac{m}{z}}; \tag{7}$$

$$\alpha = \frac{kV}{A}\left[1 - e^{-\frac{kt}{2}}\left(\frac{k}{2\beta}\sin\beta t + \cos\beta t\right)\right]. \tag{8}$$

Для формул (5–8) для спрощення сприйняття і скорочення запису уведено такі значення постійних коефіцієнтів:

$$A = \frac{z}{m}; \qquad \beta = \frac{1}{2}\sqrt{4A - k^2}; \qquad k = \frac{\alpha S \rho C}{mg}, \tag{9}$$

де: $V = \frac{Q}{S}$ – швидкість руху рідини в підвідному трубопроводі (бурильній $S$ колоні, яка гідравлічно сполучається із ударною машиною), м/с; α = 1 - 2 – коефіцієнт, який враховує зниження тиску під клапаном під час ходу ударника вниз; $S = S_T = S_{пор}$ – площа перерізу підвідного трубопроводу (внутрішнього каналу бурильної колони, яка гідравлічно сполучається із ударною машиною), м$^2$; $z$ – жорсткість пружини поршня-бойка, н/м; $\rho$ – густина бурової промивальної рідини, кг/м$^3$; $g$ – прискорення сили тяжіння, кг/с; $Q$ – витрата бурової промивальної рідини, м$^3$/с.

З аналізу рівнянь (3–9) випливає, що керувати параметрами енергетичної характеристики гідравлічних ударних бурових машин можна шляхом зміни витрати та густини промивальної рідини ($Q$ та $\rho$), а також рядом конструктивних параметрів, зокрема жорсткістю пружини поршня-бойка ($z$) і внутрішнім діаметром бурильних труб ($S$); щодо маси поршня-бойка, то вона для даного гідроударника приймається постійною, оскільки в процесі буріння свердловини змінювати його геометричні розміри неможливо.

**Висновки**

1. Наукова стаття представляє собою короткий аналітико-теоретичний огляд основних факторів гідроударного спорудження свердловин за допомогою використання спеціальних вибійних бурових машин.

2. Запропонована конструкція гідроударного пристрою є машиною із спрощеною та надійною системою технологічного регулювання, зокрема за рахунок застосування імпульсної циркуляції бурової промивальної рідини, яка може бути створена швидкими технологічними операціями із поверхневим насосом – відключенням роботи одного або двох плунжерів, ізоляцією компенсатора і виключенням з циклу роботи одного поршня подвійної дії стандартного поршневого насосу.

3. Принципово інше конструктивне та технологічне виконання робочих органів і гнучкість режиму їх взаємодії в пропонованому гідроударному пристрої забезпечують: чіткість і узгодженість кожної з окремих фаз формування ударного імпульсу, стабільність та регульованість протікання циркуляційних процесів в гідроударному пристрої незалежно від властивостей промивальної рідини та їх однозначна підлеглість параметрам гідравлічного циклу в поверхневому буровому насосі, спрощення конструкції та виключення з неї окремих швидкозношуваних елементів за повного збереження всіх функціональних характеристик, розширення діапазону застосування пристрою, наприклад, в технологічних схемах ліквідації аварій й ускладнень.

4. Експериментально-теоретичні дослідження особливостей функціонування розглядуваних пристроїв та розробка раціональної методики розрахунку і управління параметрами енергетичних характеристик бурових гідроударних машин повинні продовжуватися у напрямках значного підвищення ефективності процесу генерування ударних імпульсів, за рахунок чого можлива інтенсифікація вибійних руйнівних процесів гірського масиву, що безпосередньо стає чинником збільшення механічної й рейсової швидкостей буріння, а також застосування пристрою для ліквідації аварій й ускладнень в

свердловинах, саме тоді, коли нагальною є потреба створення вібраційних збурень в бурильній колоні й іншому технологічному інструменті.

**A.O. Ihnatov, I.K. Askerov**

*National technical university «Dnipro Polytechnic», Ukraine*

**DEVELOPMENT OF INDIVIDUAL TECHNICAL AND TECHNOLOGICAL PARAMETERS OF HYDROPERCUSSION WELL DRILLING**

*The main factors of technical and technological support of the processes of hydraulic percussion well construction for various purposes, corresponding to the circumstances characteristic of rocks of medium hardness and hard ones, have been studied by consistently holistic and complex laboratory, as well as analytical methods. The influence of the parameters of the completed cycle of operation of existing and proposed innovative percussion drilling machines on the course and results of the formation of bottomhole conditions for the destruction of the rock mass is considered and evaluated.*

*The main stages of the technological process of hydraulic percussion drilling of wells and its advantages over other methods of the rock mass destruction are characterized. The existence of significant shortcomings in a large number of proposed and used designs of hydraulic percussion machines, which do not allow to fully ensure the manifestation of the potential capabilities of the percussive-rotary method of drilling wells, is shown. The design features of innovative hydraulic percussion machines for well construction in their working cycle of generating dynamic impulses are considered. A consistent method for determining the energy parameters of percussion drilling machines and the influence of these factors on the technical and economic indicators of the bottom hole of wells under construction in various mining and geological conditions is proposed and analyzed.*

*The presented results of detailed laboratory and analytical-constructive studies, as well as some generalizations of industrial bench data, are basic for the design of technical support and regime parameters of the process of hydraulic percussion construction of wells with guaranteed provision of high technical and economic indicators. Data on the study of internal circulation processes in hydraulic percussion machines are the initial factors for substantiating the design and technological parameters of innovative devices for creating dynamic impulses in order to intensify the processes of deepening the well bottom.*

***Key words**: well, mud fluid, rock, drilling machine, mechanical speed, bottom hole, duty cycle, pressure, impact energy, structural diagram.*

**Література**

1. Ihnatov A. Analyzing mechanics of rock breaking under conditions of hydromechanical drilling // Mining of Mineral Deposits. – 2021. – Vol. 15, N 3. P. 122–129.
2. Vaddadi N. Introduction to oil well drilling. – Bathos (U Vee Infosystems), 2015. – 204 p.
3. Ігнатов А.О., Пащенко О.А., Коровяка Є.А., Семехін В.Ю., Логвиненко О.О., Аскеров І.К. Деякі пояснення ударного механізму впливу на гірські породи при бурінні свердловин // Збірник наукових праць Національного гірничого університету. – 2021. – Вип. 3(66). – С. 177–192.
4. Ігнатов А.О., Аскеров І.К. Особливості конструкції вузлів машин ударної дії та їх застосування в практиці спорудження свердловин // Геотехнічні проблеми розробки родовищ: Матеріали XIX міжнародної конференції молодих вчених (28 жовтня 2021 року, м. Дніпро). – Дніпро: ІГТМ ім. М.С. Полякова НАН України, 2021. – С. 115–120.
5. Ihnatov, A.O., Koroviaka, Ye.A., Pinka, J., Rastsvietaiev V., Dmytruk O. Geological and mining-engineering peculiarities of implementation of hydromechanical drilling principles // Naukovyi Visnyk Natsionalnoho Hirnychoho Universytetu. – 2021. – Vol. 1. – P. 11 – 18.
6. Ihnatov A., Koroviaka Ye., Rastsvietaiev V., Tokar L. Development of the rational bottomhole assemblies of the directed well drilling / Gas Hydrate Technologies: Global Trends, Challenges and Horizons (GHT 2020): materials of IV International Scientific and Technical Conference // E3S Web of Conferences. 2021. – Vol. 230. – P. 01016.

7. Sadeghi J. Uncertainty Modeling for Engineers [Електронний ресурс]. Режим доступу – https://uncertainty-for-engineers.github.io/uncertainty-modelling-for-engineers/intro.html.
8. Speight J.G. Formulas and calculations for drilling operations. Second Edition. – John Wiley & Sons, 2018. – 300 p.
9. Modi P.N., Seth S.M. Fluid mechanics and hydraulic machines. – Standard Book House, 2002. – 1270 p.
10. Pavlychenko A.V., Ihnatov A.O., Koroviaka Ye.A., Ratov B.T., Zakenov S.T. Problematics of the issues concerning development of energy-saving and environmentally efficient technologies of well construction // IOP Conference Series: Earth and Environmental Science. – 2022. – Vol. 1049, N 1. id 012031, 14 p.
11. Falkovich, G. Fluid Mechanics, a short course for physicists. – Cambridge University Press, 2011. – 167 p.
12. Hossain M.E., Al-Majed A.A. Fundamentals of sustainable drilling engineering. – John Wiley & Sons, 2015. – 786 p.

*Надійшла 30.08.22*

**References**

1. Ihnatov, A. (2021). Analyzing mechanics of rock breaking under conditions of hydromechanical drilling. *Mining of Mineral Deposits, 15(3)*, 122–129.
2. Vaddadi, N. (2015). *Introduction to oil well drilling*. Bathos (U Vee Infosystems).
3. Ihnatov, A., Pashchenko, O., Koroviaka Ye., et al. (2021). Deiaki poiasnennia udarnoho mekhanizmu vplyvu na hirski porody pry burinni sverdlovyn [Some explanations of the impact mechanism on rocks when drilling wells]. *Collection of research papers of the NMU, 3(66)*, 177–192 [in Ukrainian].
4. Ihnatov, A., & Askerov, I. (2021). Osoblyvosti konstruktsii vuzliv mashyn udarnoi dii ta yikh zastosuvannia v praktytsi sporudzhennia sverdlovyn [Features of the design of units of percussion machines and their application in the practice of well construction]. Proceedings from Geotechnical problems of field development'21: *XIX mizhnarodna konferentsia modykh vchenukh (28 zhovtnia 2021 roku) – 19nd International conference of young scientists.* (pp. 115–120). Dnipro: IHTM im. M.S. Poliakova NAN Ukrainy [in Ukrainian].
5. Ihnatov, A.O., Koroviaka, Ye.A., Pinka, J., et al. (2021). Geological and mining-engineering peculiarities of implementation of hydromechanical drilling principles. *Naukovyi Visnyk Natsionalnoho Hirnychoho Universytetu, 1*, 11–18.
6. Ihnatov, A., Koroviaka, Ye., Rastsvietaiev, V., et al. (2021). Development of the rational bottomhole assemblies of the directed well drilling. *Gas Hydrate Technologies: Global Trends, Challenges and Horizons-2020. E3S Web of Conferences, 230,* 01016. Retrieved from https://doi.org/10.1051/e3sconf/202123001016.
7. Sadeghi, J. (2021). *Uncertainty Modeling for Engineers.* Retrieved from https://uncertainty-for-engineers.github.io/uncertainty-modelling-for-engineers/intro.html.
8. Speight, J.G. (2018). *Formulas and calculations for drilling operations. Second Edition.* John Wiley & Sons.
9. Modi, P.N., & Seth, S.M. (2009). *Fluid mechanics and hydraulic machines.* Standard Book House.
10. Pavlychenko, A.V., Ihnatov, A.O., Koroviaka, et al. (2022). Problematics of the issues concerning development of energy-saving and environmentally efficient technologies of well construction. *ICSF-2022. IOP Conf. Series: Earth and Environmental Science, 1049,* 012031.
11. Falkovich, G. (2011). *Fluid Mechanics, a short course for physicists*. Cambridge University Press.

12. Hossain, M.E., & Al-Majed, A.A. (2015). *Fundamentals of sustainable drilling engineering*. John Wiley & Sons.

УДК 622.277 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-106-118

**А.О. Ігнатов**, канд. техн. наук; **О.М. Давиденко**, д-р техн. наук; **В.Л. Хоменко**, **О.А. Пащенко**, кандидати технічних наук, **В.В. Яворська**, **С.О. Шипунов**, **Я.С. Ткаченко**

*Національний технічний університет «Дніпровська політехніка», пр. Дмитра Яворницького, 19, 49027, м. Дніпро, Україна, e-mail: koroviaka.ye.a@nmu.one*

## ПЕРСПЕКТИВИ ЗАСТОСУВАННЯ НЕМЕХАНІЧНИХ СПОСОБІВ БУРІННЯ

*Представлено результати експериментальних досліджень особливостей проведення бурових робіт, що пов'язані із застосуванням гідромоніторних струменів для інтенсифікації руйнівних процесів на вибої свердловин, виконано із залученням сучасних методів аналітичного аналізу і відповідних лабораторно-стендових досліджень, зокрема шляхом використання загальних принципів математичного та фізичного моделювання, методик обробки результатів досліджень, контрольно-вимірювальних приладів і матеріалів. Протікання гідравлічних свердловинних бурових процесів моделювалось на експериментальних свердловинах із застосуванням бурових установок та відповідного інструменту і обладнання.*

*Викладено деякі формальні ознаки нині широко застосовуваних механічних обертальних способів поглиблення вибоїв свердловин із визначенням особливостей їх техніко-технологічного супроводження в різних геолого-технічних умовах. Розроблено окремі структурні елементи технології виконання свердловинних руйнівних процесів із застосуванням явищ гідромоніторної дезінтеграції гірського масиву. Представлено засадничі принципи конструктивної побудови лабораторної бази дослідження гідравлічно-активованих струменів бурової промивальної рідини та відповідного вибійного інструменту – гідравлічного буру. Аналітично і практично доведено, що ефективність роботи розглянутих механізмів в значній мірі визначається адекватністю отриманих попередніх розрахункових параметрів гідроруйнування, що є похідною фізико-механічних та хімічних властивостей гірських порід (бурових промивальних рідин), і характеристик використовуваного обладнання, технологічного інструменту тощо.*

*Створено та обґрунтовано окремі складові удосконаленої технологічної методики та відповідного технічного супроводження виконання свердловинних робіт при застосуванні ефекту гідравлічного руйнування гірського масиву, що базуються на сучасних прогресивних промислових принципах і високих економічних показниках; також представлено загальні та базові конструктивні характеристики обладнання та інструменту для здійснення робіт, пов'язаних із адаптацією гідромоніторних явищ до конкретних свердловинних умов. Отримані дані є основою для подальших розробок в напрямку підвищення якості і надійності виконання бурових і супутніх робіт при проведенні свердловин із застосуванням базових принципів гідравлічного руйнування гірського масиву.*

***Ключові слова:*** *буріння свердловин, гідромонітор, насадок, руйнування гірського масиву, дослідницький експериментальний стенд, гідравлічний бур, активований струмінь рідини, багатофазні потоки.*

### Вступ

Загальні та спеціальні вимоги до вибору ефективного способу буріння визначаються, насамперед, необхідністю забезпечення успішної проводки стовбура свердловини за можливого прояву різноманітних ускладнень та із збереженням високих техніко-економічних показників [1]. При поглибленні вибою свердловини його породний масив може руйнуватися довбанням, свердлінням або (та) стиранням. Причому кожному з перелічених видів

руйнування відповідають основні методи буріння: ударний, обертальний, ударно-обертальний. Та незважаючи на відмічене, найбільше застосування отримало саме обертальне буріння в своїх різноманітних модифікаціях (роторне буріння – при ньому двигун, який приводить в обертання породоруйнівний інструмент на вибої за допомогою колони бурильних труб, знаходиться на поверхні – гирлі свердловини; буріння з використанням вибійного, іншими словами занурюваного двигуна, у вигляді турбобуру, гвинтобуру або електробуру, передбачає їх розміщення безпосередньо біля вибою свердловини – над долотом) [2]. За вказаного способу, звісно, циліндричний стовбур свердловини формується спеціальним інструментом (долотом або буровою коронкою), що безперервно обертається. Зруйновані частки гірської породи в процесі буріння також неспинно виносяться на поверхню циркулюючим буровим розчином (іншим різновидом більш загального тлумачення – очисним агентом) [3]. При обертальному бурінні вибійний руйнівний інструмент занурюється в гірську породу в результаті одночасної дії осьового зусилля (навантаження), спрямованого перпендикулярно до площини взаємодії, і окружного зусилля від обертового моменту.

Зазначимо, що роторне і турбінне буріння є основними способами проводки свердловин, їх застосовують повсюдно [4].

Буровий ротор призначений для виконання наступних функцій: обертання (вертикально переміщуваної) бурильної колони в процесі проходки свердловини роторним способом; сприйняття реактивного крутного моменту і забезпечення подовжньої подачі бурильної колони при використанні вибійних двигунів; утримання бурильної або обсадної колони труб над гирлом свердловини при нарощуванні і спуско-підіймальних операціях тощо.

Вибійний двигун – турбобур, що розташовується безпосередньо над долотом, – є машиною, яка перетворює гідравлічну енергію потоку бурового розчину в механічну енергію, необхідну для обертання долота.

Формування стовбуру свердловини при глибокому нафтогазовому бурінні в гірському породному масиві відбувається за рахунок використання, насамперед, доліт різних типів і моделей, розширювачів і бурильних голівок (колонкових доліт), до яких висуваються наступні основні вимоги: 1) висока руйнівна здатність; 2) висока зносостійкість; 3) низька енергоємність руйнування гірських порід. Робота механічних породоруйнівних інструментів на вибої забезпечується їх функціональними системами: 1) озброєнням у вигляді різців або інденторів; 2) системою очищення (промивання) вибою і озброєння; 3) корпусом і приєднувальними різьбами; 4) у разі шарошкового інструменту – опорами шарошок і системою змащування їх підшипників [5].

Найбільш розповсюджене механічне руйнування гірських порід (поглиблення свердловини) при бурінні долотом (або іншим породоруйнівним інструментом) має складний характер – це доведено широкомасштабними дослідженнями багатьох науковців [6]. Слід зазначити і таке важливе положення: за кількісними показниками процесу поглиблення не можна судити про вплив того або іншого параметра на ефект руйнування гірських порід, їх дія завжди комплексна [7]. Експериментально доведено, що найбільш ефективне поглиблення свердловини може спостерігатися тільки в тому випадку, якщо вибій повністю очищається від шламу; в протилежному випадку вибурена порода чинить додатковий опір роботі руйнівному інструментові, внаслідок чого механічна швидкість проходки і проходка на долото (бурову коронку) нижчі за розрахункові значення [8]. Стендове буріння та виробнича практика показують, що техніко-економічні показники проходки свердловин значною мірою залежать від режиму промивання і технологічних властивостей (якості) циркулюючого бурового розчину [9]. Саме наведені факти та інші технологічні чинники стали передумовою появи низки інших, підкреслимо, немеханічних способів руйнування гірського масиву. Спрямованістю новітніх досліджень бурової справи, окрім іншого, є істотне покращення вибійних руйнівних процесів та скорочення витрат часу на допоміжні операції циклу спорудження свердловин. Досягнути вказаного можна шляхом, насамперед, створення

ефективного стійкого породоруйнівного інструменту (без уточнення конкретних механічних форм), який буде за мінімальної витрати вибійної потужності створювати найприйнятніші умови дезінтеграції гірського масиву. Вказаним вимогам, в деяких аспектах, відповідає відносно новітній напрямок у конструюванні озброєння породоруйнівного інструменту – це застосування доліт алмазно-твердосплавних композиційних вставок (для їх позначення використовується абревіатура PDC, що є заголовними буквами англійської назви матеріалу – «полікристалічна алмазна композиція») [10]. Пластинами PDC (підкреслимо, що за технічними показниками вони відносяться до порівняно крихких матеріалів) переважно армуються долота, проте є досвід їх застосування в якості озброєння для бурових коронок. Буровий інструмент, оснащений пластинами PDC, за характером руйнування гірської породи можна віднести до різально-сколюючого. Зазначений інструмент відрізняється високою вартістю, а відмови у роботі ним пов'язані із руйнуванням алмазнотвердосплавних зубків, що потребує досконалого вивчення умов його використання, причому за певних обставин (геолого-технічного характеру) застосування інструменту з PDC озброєнням є вельми нераціональним. Базовим вихідним положенням проектування техніко-технологічних основ раціональних методів поглиблення вибою є врахування фізико-механічних характеристик породного масиву та його головного параметру – міцності та твердості [11]. Породи відносно нетвердого комплексу найбільш раціонально руйнувати за допомогою гідромоніторних струменів рідини (безпосередньо або в комбінації із механічним інструментом). Вплив активних струменів рідини на породний масив проявляється в їх здатності значно інтенсифікувати процес руйнування (досягти вказаного ефекту можна і за рахунок впливу вібрації, хімічного розкладення цементуючої речовини тощо) [12].

На відміну від класичних механічних способів формування стовбуру свердловини в гірському масиві, робочим органом при гідравлічному руйнуванні виступає гідромоніторний струмінь, який здійснює водночас дезінтеграцію і підйом гірської маси (шламу) [13]. Гідравлічне (або комбіноване) руйнування ведеться затопленим вільним струменем рідини, як правило, за умов, коли густина матеріалу струменя дорівнює густині середовища. Потік робочої рідини, що виходить з гідравлічного насадку особливої конструкції бурового інструменту, повинен забезпечувати надійне і безперервне руйнування [14]. Як правило, динамічний вплив рідини на вибій свердловини прийнято оцінювати тиском або силою удару в місці контакту, а механізм руйнування твердих порід за таких умов інтерпретується як попереднє прорізання щілини із подальшим тріщиноутворенням, що сприяє виникненню різного роду напруг (зминання, стиск або розтяг) із подальшим відривом частинок від масиву, причому відомо наступне: на інтенсивність руйнування впливає тип і кількість тріщин. Проте доведено таке: при гідравлічному розмиві відносно м'яких порід принципи їх руйнування виявляються дещо інші, а саме – в означеному комплексі порід розвиток дезінтеграційних процесів практично завжди відбувається при значно менших значеннях тиску струменя на вибій відносно усереднених показників межі міцності порід, в яких іде формування стовбуру свердловини [15]. Означена специфічність розглядуваного явища полягає в тому, що процеси руйнування викликаються не стільки стисканням породи, скільки форсованим порушенням цілісності гірського масиву шляхом деякого його роз'єднання на окремі частинки та агрегати [6].

Відповідно до того, що основним робочим органом способів спорудження свердловин із повним або частковим застосуванням вибійного гідроруйнування є гідромоніторний струмінь, методика ефективного проектування такої технології повинна базуватися на визначенні характеристик гідромоніторних струменів (низького, середнього або високого тиску), основними формуючими параметрами яких є: гідравлічні параметри потоку в підвідному трубопроводі, швидкість вильоту струменя; витрати робочої рідини; діаметр та оформлення гідромоніторної насадки [4].

Мета статті – аналіз і розрахунок окремих позицій комплексного технологічного регламенту реалізації бурових робіт (заснованого на сталості техніко-економічних показників проведення свердловин і безпечності виконання основних бурових та допоміжних операцій), що пов'язані із застосуванням гідромоніторних струменів для інтенсифікації руйнівних процесів на вибої свердловин, які споруджуються в породах м'якого та середнього комплексу за міцністю.

**Методики досліджень**

Експериментальні дослідження особливостей проведення бурових робіт, які пов'язані із застосуванням гідромоніторних струменів для інтенсифікації руйнівних процесів на вибої свердловин, виконано із залученням сучасних методів аналітичного аналізу і відповідних лабораторно-стендових досліджень, зокрема шляхом використання загальних принципів математичного та фізичного моделювання, методик обробки результатів досліджень у середовищі EXCEL, MATHCAD, контрольно-вимірювальних приладів і матеріалів [16].

Протікання гідравлічних свердловинних бурових процесів моделювалось на експериментальних свердловинах навчального бурового полігону Національного технічного університету «Дніпровська політехніка» із застосуванням бурових установок ЗІФ-650М, УКБ-4П та відповідного інструменту і обладнання [17].

**Результати та їх обговорення**

Адекватний і методичний гідравлічний розрахунок процесу циркуляції за гідравлічного руйнування виконують з метою визначення необхідних характеристик поверхневого бурового насоса (їх необхідної кількості), а також обґрунтованого вибору його типу, найбільш відповідного розрахунковим величинам [15]. При проведенні гідравлічного розрахунку визначають наступні важливі технологічні параметри: необхідну інтенсивність подачі очисного агенту; режим течії агенту залежно від швидкості руху; гідравлічні опори руху рідини за характерними ділянками, сумарні гідравлічні опори.

Ефективний технологічний процес промивання має бути спроектований і реалізований у такий спосіб, щоб досягти найкращих техніко-економічних показників буріння, і в цілому спорудження свердловини [3]. При цьому головну увагу необхідно приділяти виконанню основних функцій і задач реалізації досконалої гідравлічної програми очищення свердловини із виконанням вимог щодо її технологічних обмежень (наприклад, урахування гранулометричного складу продуктів руйнування гірських порід).

Усереднений розмір часток шламу, при будь-яких способах буріння, характеризується великим діапазоном: від декількох мікрон до сантиметрів. Саме тому для оцінки можливості транспортування гідравлічно-зруйнованого шламу потоком очисного агенту приймається зазвичай деякий середній розмір часток, які разом з дрібнішими фракціями складають основну частину продуктів руйнування, що утворюється при роботі вибійного бурового інструменту [9]. При цьому окремі частки на вибої споруджуваної свердловини можуть бути більше середнього розміру в 3–5 разів.

Істотний вплив на величину підйомної сили циркулюючого свердловиною потоку для часток шламу чинить також і їх форма, яка, залежно від структури перебурюваних порід, має широку різноманітність втілення, причому найчастіше зустрічаються частки зернистої форми, включаючи округлі і неправильні із гострими ребрами та значною кількістю граней.

За умови наявності швидкості потоку, що дорівнює її критичному значенню $V_{кр}$, частки шламу середнього розміру лише утримуватимуться в зваженому стані, а винесення їх на поверхню відбуватися не буде. Стійке транспортування шламу буде спостерігатися тоді, коли швидкість потоку $V_n$ перевищуватиме деяку критичну, причому частки рухатимуться зі швидкістю $C$, яка дорівнює різниці означених швидкостей потоку, тобто [5]:

$$C = V_n - V_{кр}. \quad (1)$$

Параметр *C* повинен забезпечувати реалізацію умов запобігання скупчуванню шламу на вибої та у стовбурі свердловин; також її слід збільшувати паралельно зростанню швидкості буріння і глибини свердловини.

Виведено наступний кількісний критерій *X* достатності очищення свердловини від зруйнованої породи, який є похідною об'ємної концентрації часток шламу в висхідному потоці промивальної рідини

$$X = V_{БШ}/V_{КП}\ , \tag{2}$$

де $V_{БШ}$ – об'єм бурового шламу в кільцевому просторі свердловини (залежно від реологічних властивостей бурової промивальної рідини коливається в межах 3 - 5%); $V_{КП}$ – об'єм кільцевого простору свердловини.

Широко застосовуваним у практиці буріння є критерій, визначуваний співвідношенням густин промивальної рідини:

$$C = \frac{F_в V_м(\rho-\rho_р)}{F_{кп}(\rho_{рв}-\rho_р)}, \tag{3}$$

де $F_в$ – площа вибою споруджуваної свердловини; $V_м$ – механічна швидкість буріння; ρ – щільність часток зруйнованої гірської породи; $\rho_р$ – густина бурової промивальної рідини; $F_{кп}$ – площа кільцевого простору свердловини; $\rho_{рв}$ – густина висхідного потоку рідини, збагаченого продуктами руйнування.

Використовуючи рівняння (2), можна отримати такий вираз для визначення величини мінімальної швидкості транспортування часток шламу в кільцевому просторі за прямої схеми промивки:

$$C = \frac{F_в V_м}{F_{кп} X}, \tag{4}$$

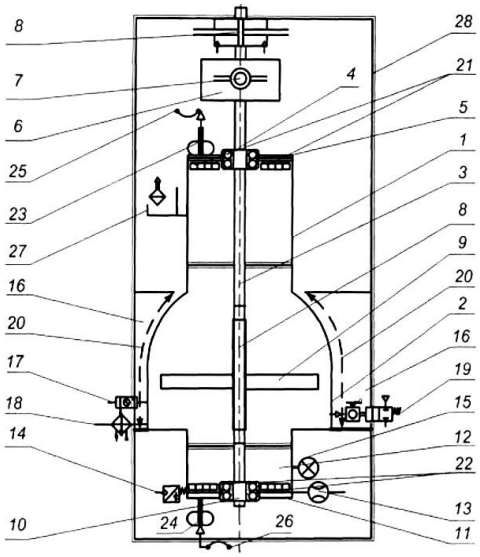



*Рис. 1. Схема стенду для дослідження гідродинамічних потоків*

Подальшим розвитком вивчення умов та наслідків застосування ефекту гідравлічного руйнування масиву з метою спорудження свердловин стала розробка фахівцями кафедри нафтогазової інженерії та буріння НТУ «ДП» спеціального дослідницького стенда (рис. 1) [18], який дозволяє, окрім іншого, вести спостереження та аналізувати локальні кількісні параметри багатофазного потоку рідини (бурової промивальної) в умовах, максимально наближених до реальних.

В залежності від програми та задач досліджень, експериментальний стенд може включатися за різної послідовності підготовчих операцій та використовуваного ланцюжка контрольно-вимірювальної техніки, а в цілому він складається з секційної обсадної труби 1 (виконаної з оптично-прозорого пластикового матеріалу) із змінним патрубком 2, в ній співвісно розміщено приводний вал 3, верхній кінець якого через підшипниковий вузол позиціонування 4 з ущільненням верхньої знімної кришки-заглушки 5 з'єднано з блоком обертача 6, який обладнано тахометром 7 та механізмом подавання 8. Механізм 9, принцип роботи якого вивчається, жорстко з'єднаний з приводним валом 3, а його нижній кінець через підшипниковий вузол позиціонування 10 з ущільненням пропущено через нижню знімну кришку-заглушку 11. Вхідний контрольно-вимірювальний блок 12, розташований в нижній частині обсадної труби 1, складається з витратоміра 13, анемометра 14, манометра 15, а

параметричний 16 у складі термоанемометра 17 і турбінного витратоміра 18 з одного боку, та відеофіксатора 19 з іншого, має можливість 2-х або 3-и мірного переміщення відносно знімного патрубка 2 за допомогою координатників 20. Верхня 5 та нижня 11 знімні кришки-заглушки обладнані відповідно вирівнювачами 21 і 22 та приєднувальними муфтами 23 і 24 для з'єднання з магістральними трубопроводами зливу 25 та подавання 26. До складу верхньої секції обсадної труби включено також дозувальний пристрій матеріалу 27. Всі вузли стенда змонтовані в єдину систему за допомогою рами 28.

Гідравлічна система пропонованого стенда виконана таким чином, що дозволяє багаторазово використовувати циркуляційний агент по замкнутому циклу. Якщо необхідним фактором роботи досліджуваного механізму є його обертання навкруги осі свердловини, він включається до складу приводного вала 3, який з'єднано з блоком обертача 6. Надійність фіксації приводного вала 3 всередині обсадної труби 1 та унеможливлення заклинювання забезпечується підшипниковими вузлами позиціонування 4 і 10. Осьове переміщення приводного вала 3 з досліджуваним зразком 9 відбувається за рахунок механізму подавання 8, а вимір частоти його обертання – тахометра 7. Оперативний контроль за швидкістю активних струменів рідини, що формуються виконавчим органом досліджуваного механізму 9, відбувається за допомогою турбінного витратоміра 18. Динамічний тиск, створюваний струменями рідини в стовбурі імітованої свердловини, вимірюється манометром 15. Через відсутність можливості візуального спостереження за процесами циркуляції активованих струменів рідини та їх впливу на глинистошламові пасти в змінному патрубку 2, що обумовлена низькою видимістю, застосування відеофіксатора 19 допускається після освітлення рідини. Для створення умов безпосереднього контролю роботи досліджуваного механізму як середовище застосовується повітря, а результати досліджень оброблюються з урахуванням критеріїв подібності. За вказаних обставин швидкість осьових струменів, створюваних досліджуваним механізмом 9, вимірюється за допомогою термоанемометра 17, траєкторії руху активних багатофазних потоків реєструються відеофіксатором 19. Аеродинамічна дія, створювана активованими струменями в стовбурі свердловини, вимірюється манометром 15 і анемометром 14. За рахунок використання координатників 20, які забезпечують високоточне переміщення контрольних приладів, є можливість установки в будь-якій проміжній його площині, що простирається від нижньої горизонтальної до верхньої горизонтальної в лівій або правій вертикальних площинах, розташованих паралельно вісі обсадної труби 1 приладів для контролю параметрів потоку.

Пропонована конструктивна схема експериментального стенду дозволяє здійснювати вимір 2-х або 3-х мірних полів швидкості робочого потоку в корисному об'ємі рідини (бурової промивальної), а його працездатність та адекватність отриманих даних дійсності перевірялися в ході виконання численних досліджень (за умов зіставляння отриманих даних із промисловими).

Стенд може бути використаний для моделювання умов очищення вибою та стовбура свердловини в умовах максимально наближених до реальних, що дозволяє отримати цілком достовірні локальні кількісні гідродинамічні характеристики багатофазних потоків циркулюючих агентів, викликаних роботою виконавчих органів бурового гідравлічного інструменту, а також вивчення процесів шламоскупчення, з широким варіюванням технологічних параметрів циклу очищення, в ускладнених ділянках.

Проведення натурних досліджень циркуляційних процесів при роботі спеціальних гідромоніторних пристроїв відбувалося на спеціальній стендовій буровій (рис. 2), яка включала: буровий плунжерний насос НБ 3-120/40 за позицією 1, витратомір ЕМР-2, позначений під номером 2, модель свердловини 3, буровий сальник 4, бурильні труби 5, всмоктуючий та нагнітальний трубопроводи 6 та 7, буровий верстат 8, резервуар для відбору проб очисного агента 9, жолобну систему 10, відстійник 11.

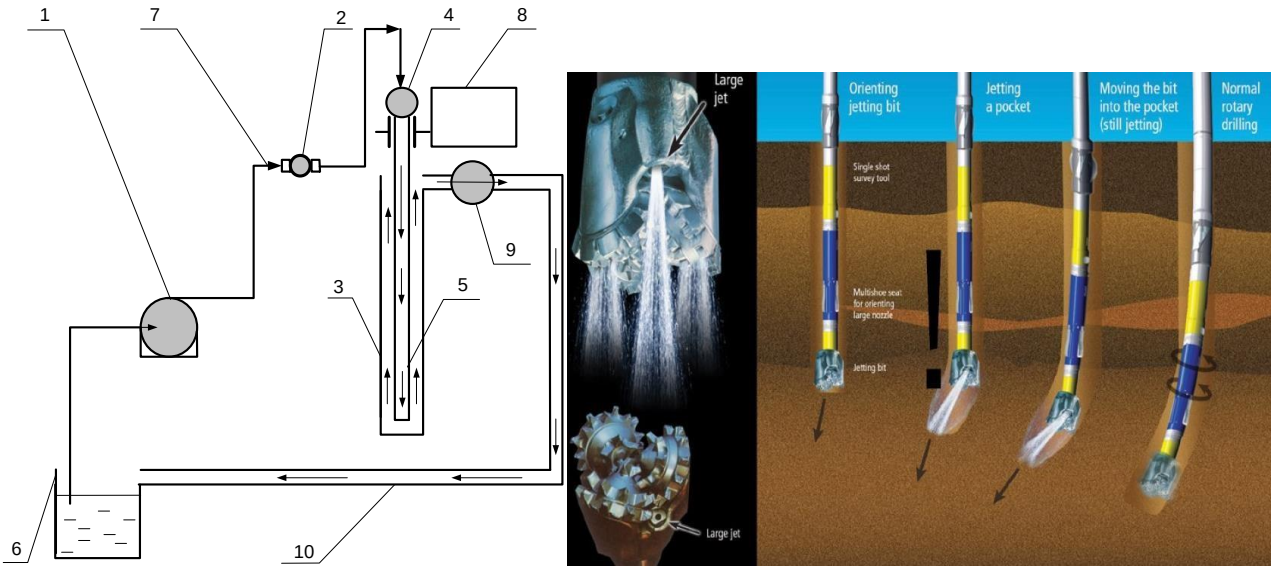



*Рис. 2. Схема спеціальної стендової бурової*

За результатами проведених досліджень фахівцями кафедри нафтогазової інженерії та буріння НТУ «ДП» було також розроблено спеціальний гідромоніторний бур [19], в якому інше конструктивне виконання взаємодіючих робочих вузлів та гнучкість режиму поверхневого керування забезпечують: реалізацію програми ефективного направленого руйнування гірського масиву активованими гідромоніторними струменями; розмірну компактність і рухливість пристрою відносно габаритних розмірів свердловин різного призначення; оперативність корегування гідравліко-силових характеристик активованого потоку робочої рідини; застосування пристрою в техніко-технологічних схемах буріння свердловин та послідовного розширення останніх в інтервалі продуктивних горизонтів; підвищення ступеню та досконалості використовування гідравлічної й механічної потужності поверхневих бурових насосів; збільшення механічної й рейсової швидкості буріння; удосконалення системи розробки родовищ корисних копалин; зниження амортизації самого пристрою та основного й допоміжного бурового інструменту і за рахунок цього створення умови безперервності процесу формування стовбура свердловини при зниженні енергоємності.

Поставлене завдання було вирішено тим, що у відомому гідромоніторному бурі, який включає корпус, циркуляційний канал з гідромоніторною насадкою та буровий став, згідно із винаходом, його циркуляційний канал виконаний як гідромоніторна розгінна камера, охоплена кільцевим проточним електродом, по центру якої встановлено стрижневий електрод в ізоляційній оболонці з можливістю поздовжнього переміщення в ній та формування розгінної контактної електрогідравлічної ділянки; до того ж, корпус гідромоніторної розгінної камери закріплено рухливо до бурового ставу.

На рис. 3 наведена загальна схема гідромоніторного буру, де 1 – буровий став, утворений бурильними трубами 2, з'єднаними замками 3, а в нижній частині завершуваними поворотним механізмом 4 із гідромоніторною розгінною камерою 5, з підключенням до останньої електричного кабелю 6.

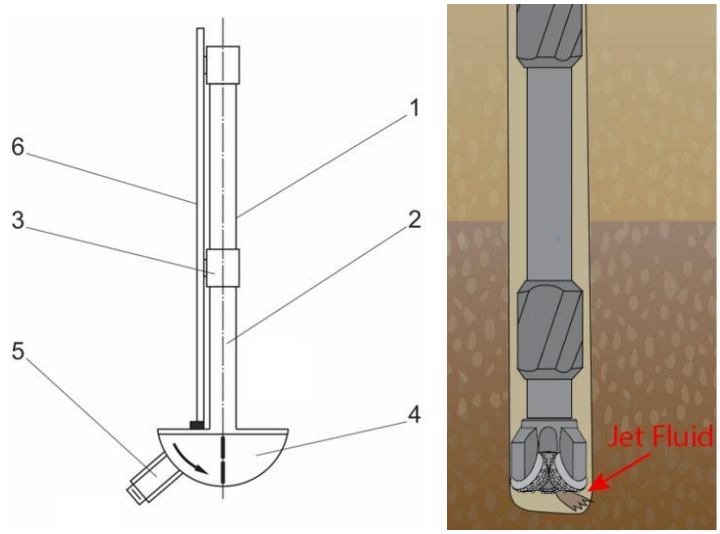



*Рис. 3. Загальна схема гідромоніторного буру*

Корпус гідромоніторної розгінної камери, завершуваний циркуляційним соплом [20], рухливо з'єднаний з буровим ставом; крім того, по його центру встановлено стрижневий електрод з утворенням розгінного контуру між ним, ізоляційною оболонкою, контактною електрогідравлічною ділянкою та внутрішньою поверхнею корпусу. Електрогідравлічна ділянка формується поздовжнім переміщенням ізоляційної оболонки накидною гайкою із захватами та підключенням стрижневого електроду, за допомогою електричного кабелю, до електричної загальнопромислової мережі бурової. Каналом потрапляння робочої рідини до розгінного контуру виступає вхідний отвір.

Схема роботи пропонованого пристрою полягає в наступному. Руйнування породного масиву здійснюють за спуску бурового ставу, утвореного бурильними трубами (які з'єднані замками), у свердловину та підключення, за допомогою електричного кабелю, змонтованої у поворотному механізмі гідромоніторної розгінної камери до електричної загальнопромислової мережі бурової. Щільне магнітне поле, яке рухає та різко збільшує швидкість рідини в розгінному контурі, формується таким чином. Розрядний струм тече в радіальному напрямі між електродами, одним з яких служить позитивний стрижневий електрод (сталевий стрижень з конусоподібним наконечником), розташований на вісі розгінної камери, а іншим – кільцевий проточний електрод. Радіальний розрядний струм взаємодіє з концентричним магнітним полем. Сила, спрямована уздовж вісі системи, сприяє прискоренню руху рідини, що поступає до розгінної камери через вхідний отвір. З міжелектродного простору, через циркуляційне сопло, активований струмінь рідини викидається зі швидкістю понад 1000 м/с, захоплюючи за собою і рідину, що рухається стовбуром свердловини та із значним швидкісним напором врізається в породний масив, тим самим проводячи руйнування останнього. Підвищення рівня сили впливу активованого струменя рідини та його швидкості, враховуючі задані руйнівні характеристики породного масиву, здійснюють за допомогою поздовжнього переміщення ізоляційної оболонки накидною гайкою із захватами, що супроводжується зростанням площі контактної електрогідравлічної ділянки, тобто збільшенням напруженості магнітного поля. Безперервний перехід від циклу буріння до циклу розширення свердловини та зворотно забезпечується рухливістю встановлення розгінної камери. Вказане дозволяє ефективно формувати стовбур свердловини навіть в м'яких породах, схильних до набрякань, що виключає необхідність додаткових проробок та сприяє загальному зниженню енергоємності і часу на спорудження свердловин в безперервному управлінні процесом поглиблення вказаних гірських виробок різного призначення, ускладнених проявом гірничо-геологічних умов.

Ефективність роботи розглянутого пристрою в значній мірі визначається адекватністю отриманих попередніх розрахункових параметрів гідроруйнування, що є похідною фізико-механічних властивостей гірських порід і характеристик використовуваного обладнання [7].

Нормальне навантаження на пласт гірської породи, що руйнується гідромоніторним струменем, визначається наступною залежністю

$$G = \gamma_{\text{п}} \cdot g \cdot H, \text{ Па}, \quad (5)$$

де $\gamma_{\text{п}}$ – щільність гірських порід, що піддані руйнуванню кг/м$^3$; $g$ – прискорення вільного падіння, м/с$^2$; $H$ – глибина залягання пласта, м. Тиск в просторі пор гірської породи

$$P_{\text{гідр}} = \gamma_{\text{в}} \cdot g \cdot H, \text{ Па}, \quad (6)$$

де $\gamma_в$ – густина ґрунтових вод, кг/м$^3$.

Ефективні напруги в гірській породі

$$G_e = G - P_{\text{гідр}}, \text{ Па}. \quad (7)$$

Опір зсуву водонасичених гірських порід

$$\tau_s = C_0 + G_e \cdot \text{tg}\varphi, \quad (8)$$

де $C_0$ – коефіцієнт зчеплення порід, Па; φ – кут внутрішнього тертя породи, град.

Мінімальна питома напруга удару активованого струменя [21], що необхідна для ефективного руйнування гірської породи

$$P_{y\,min} > \tau_s. \quad (9)$$

Тиск води на вході в насадці

$$P_0 = P - \Delta P_c + \gamma_{\text{рр}} \cdot g \cdot H - \Delta P_{\text{Г}}, \text{ Па}, \quad (10)$$

де $P$ – тиск води, що розвиває насос (відповідно до технічної характеристики прийнятого обладнання), Па; $\Delta P_c$ – орієнтована втрата напору в технологічній сітці (обв'язуванні свердловини), $\Delta P_c$ = (0,020–0,050)·10$^6$ Па; $\gamma_{рр}$ – густина робочої рідини (води) $\gamma_{\text{рр}}$ = 1000 кг/м$^3$; $\Delta P_{\text{Г}}$ – орієнтовані втрати напору в гідромоніторі, $\Delta P_{\text{Г}}$ = (0,4–0,7)·10$^6$ Па [22].

Початкова швидкість вильоту струменя з насадки

$$U_0 = k_u \sqrt{2 \cdot 10^{-3} \cdot P_0}, \text{ м/с}, \quad (11)$$

де $k_u$ – коефіцієнт швидкості, $k_u$ = 0,92–0,96.

Витрата води в моніторі розраховується за формулою

$$Q = 0{,}25 \cdot \pi \cdot d_{\text{н}}^2 \cdot \alpha \cdot U_0, \text{ м}^3/\text{с}, \quad (12)$$

де α – коефіцієнт стиснення струменя; приймається α = 1; $d_{\text{н}}$ – діаметр насадки гідромонітора, м.

Коефіцієнт структури потоку активованого струменя

$$\lambda = \frac{1}{\frac{1}{0{,}0625} - \frac{nP_{\text{гідр}}}{10^6}}, \quad (13)$$

де $n$ – величина, що залежить від тиску гідромонітора (табл. 1).

Таблиця 1. **Розрахункові коефіцієнти структури потоку струменя гідромонітору**

| Тиск в просторі пор гірської породи $P_{гідр}$, МПа | 0,4 | 0,8 | 1,2 | 1,6 | 2,0 |
|---|---|---|---|---|---|
| Параметр $n$ | 1,87 | 1,471 | 1,002 | 0,561 | 0,2 |

Відстань від насадка до вибою свердловини, на якій можливе ефективне руйнування гірської породи

$$l = \frac{(1060 \cdot \tau_0^2 - 0{,}29\tau_3) d_\text{Н}}{2\lambda\tau_3}. \quad (14)$$

Розрахункова продуктивність гідравлічного руйнування гірських порід

$$\text{П} = \frac{KP_0 \cdot 10^{-3}}{g}. \quad (15)$$

де $K$ – коефіцієнт, який залежить від діаметру насадки (табл. 2).

Таблиця 2. **Розрахункові коефіцієнти продуктивності гідравлічного руйнування гірських порід**

| Діаметр насадки гідромонітора $d_н$, м | 11 | 15 | 23 |
|---|---|---|---|
| Коефіцієнт $K$ | 1,2 | 2,0 | 4,8 |

Таким чином, розрахунок гідравлічного руйнування гірських порід зводиться до визначення мінімальної довжини струменя, витрати води (бурової промивальної рідини) і продуктивності свердловинного вибійного гідробура тієї або іншої конструкції. Саме тому повне і належне здійснювання усіх основних і допоміжних операцій при гідравлічному руйнуванні гірського масиву та у логічній відповідності до геолого-технічного завдання можливо лише за чіткої структурної організації виконання відповідних робіт.

**Висновки**

1. Надано послідовний критичний аналіз переваг і вад сучасних механічних способів спорудження свердловин (переважно обертальних), із зазначенням функціональних характеристик обладнання та інструменту, що забезпечує їх реалізацію в різних геолого-технічних умовах.

2. Представлений розгляд низки питань, що стосуються можливості більш широкого впровадження в практику спорудження свердловин технологій вибійного гідроруйнування масиву гірських порід безпосередньо активованими струменями промивальної бурової рідини, або в комбінації із спеціально адаптованим механічним інструментом.

3. Практична значимість роботи полягає у створенні, на підставі ґрунтовних стендових досліджень основних характеристичних параметрів процесу гідроруйнування, спеціального буру, застосування якого в техніко-технологічних схемах буріння свердловин забезпечує: стале підвищення ступеню та досконалості використовування гідравлічної і механічної потужності поверхневих бурових насосів; збільшення механічної та рейсової швидкості буріння; удосконалення системи розробки родовищ корисних копалин; зниження амортизації самого пристрою та основного й допоміжного бурового інструменту.

4. Подальші ґрунтовні експериментально-теоретичні дослідження особливостей проведення бурових робіт, за умов застосування елементів циклу гідравлічного руйнування гірської породи, повинні продовжуватися у напрямках створення алгоритмів і технологій розробки ефективної їх програми та змістовного наповнення, що якнайповніше відповідають принципам суттєвого скорочення енерговитрат та адекватності кінцевих геолого-технічних результатів.

**A.O. Ihnatov, O.M. Davydenko, V.L. Khomenko, O.A. Pashchenko, V.V. Yavorska, S.O. Shypunov, Ya.S. Tkachenko**

*National technical university «Dnipro Polytechnic», Ukraine*

**PROSPECTS FOR THE USE OF NON-MECHANICAL DRILLING METHODS**

*The presented results of experimental studies of the features of drilling operations are associated with the use of hydromonitor jets to intensify the destruction processes at the bottom of wells. These works were carried out with the involvement of modern methods of analytical analysis and relevant laboratory and bench studies, in particular, by using the general principles of mathematical and physical modeling, methods for processing research results, instrumentation and materials. The flow of hydraulic drilling downhole processes was modeled on experimental wells using drilling rigs, as well as appropriate tools and equipment.*

*Some formal features of widely used mechanical rotational methods of deepening bottomholes are outlined with the definition of the features of their technical and technological support in various geological and technical conditions. Separate structural elements of the technology for the production of borehole destruction processes using the phenomena of hydromonitor disintegration of the rock mass have been developed. The fundamental principles of the constructive construction of a laboratory base for the study of hydraulically activated jets of drilling fluid and the corresponding downhole tool – a hydraulic drill, are presented. It has been analytically and practically proven that the efficiency of the mechanisms under consideration is largely determined by the adequacy of the obtained preliminary design parameters of hydraulic fracture. Moreover, such parameters are a derivative of the physical, mechanical and chemical properties of rocks (drilling fluids), and the characteristics of the equipment used, technological tools, etc.*

*Separate components of an improved technological methodology and the corresponding technical support for performing well operations using the effect of hydraulic destruction of a rock mass based on modern progressive industrial principles and high economic indicators have been created and substantiated. The general and basic design characteristics of equipment and tools for performing work related to the adaptation of jetting phenomena to specific well conditions are presented. The data obtained are the basis for further developments to improve the quality and reliability of drilling and related operations when drilling wells using the basic principles of hydraulic destruction of the rock mass.*

***Key words**: well drilling, hydraulic monitor, nozzles, destruction of a rock mass, research experimental stand, hydraulic drill, activated liquid jet, multiphase flows.*

**Література**

1. Vaddadi N. Introduction to oil well drilling. – Bathos (U Vee Infosystems), 2015. – 204 p.
2. Войтенко В., Вітрик В. Технологія і техніка буріння. – Київ: Центр Європи, 2012. – 708 с.
3. Павличенко А.В., Коровяка Є.А., Ігнатов А.О., Давиденко О.М. Гідрогазодинамічні процеси при спорудженні та експлуатації свердловин. – Дніпро: НТУ «ДП», 2021. – 201 с.
4. Hossain M.E., Islam M.R. Drilling engineering: problems and solutions. – Wiley – Scrivener Publishing, 2018. – 627 p.
5. Коровяка Є.А., Ігнатов А.О. Прогресивні технології спорудження свердловин. – Дніпро: НТУ «ДП», 2020. – 166 с.
6. Ihnatov A. Analyzing mechanics of rock breaking under conditions of hydromechanical drilling. Mining of Mineral Deposits. – 2021. – Vol. 15, N 3. –P. 122–129.
7. Ihnatov, A.O., Koroviaka, Ye.A., Pinka, J., et al. (2021). Geological and mining-engineering peculiarities of implementation of hydromechanical drilling principles. Naukovyi Visnyk Natsionalnoho Hirnychoho Universytetu, 1, 11-18.
8. Пащенко О.А., Ігнатов А.О., Владико О.Б. Деякі особливості руйнування гірського масиву на вибої свердловини // Інструментальне матеріалознавство. Зб. наук. пр. – Випуск 24. – К.: ІНМ ім. В.Н. Бакуля НАН України, 2021. – С. 121–134.

9. Pavlychenko A.V., Ihnatov A.O., Koroviaka Ye.A., Ratov B.T., Zakenov S.T. Problematics of the issues concerning development of energy-saving and environmentally efficient technologies of well construction // IOP Conference Series: Earth and Environmental Science. – 2022. – Vol. 1049, N 1. id 012031, 14 p.
10. Ігнатов, А.О., Ратов, Б.Т., Ткаченко, Я.С., Шипунов, С.О., Ветошка, С.І. Розробка методичних та конструктивних основ буріння свердловин із застосуванням нових типів доліт // Збірник наукових праць НГУ. – 2022. – Вип. 69 – С. 218–230.
11. Ihnatov A., Koroviaka Ye., Rastsvietaiev V., Tokar L. Development of the rational bottomhole assemblies of the directed well drilling / Gas Hydrate Technologies: Global Trends, Challenges and Horizons (GHT 2020): materials of IV International Scientific and Technical Conference // E3S Web of Conferences. 2021. – Vol. 230. – P. 01016.
12. Ihnatov A.O., Koroviaka Ye.A., Haddad J., Tershak B., Kaliuzhna T., Yavorska V. Experimental and theoretical studies on the operating parameters of hydromechanical drilling // Naukovyi Visnyk Natsionalnoho Hirnychoho Universytetu. – 2022. – N 1, P. 20–27.
13. Hossain, M.E. Fundamentals of Drilling Engineering: MCQs and Workout Examples for Beginners and Engineers. – Wiley – Scrivener Publishing, 2016. – 854 p.
14. Lopez J. C., Lopez J. E., Javier A. C. F., Ramiro Y. V. Drilling and blasting of rocks. 1st Edition. – London: Routledge, 1987. – 408 p.
15. Azar J.J., Robello S.G. (2007). Drilling Engineering. – PennWell Corporation, 2007 – 486 p.
16. Curry G.L., Feldman R.M. Manufacturing systems. Modeling and analysis. – Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag, 2011. – 338 p.
17. Reconfigurable Manufacturing Systems: From Design to Implementation / Benyoucef L. (Ed.) // Springer Series in Advanced Manufacturing (SSAM). – Springer Cham, 2020. – 250 p.
18. Пат. 114761 Україна МПК E21B 47/00, F04B 51/00. Стенд для дослідження аерогідродинамічних потоків / О.М. Давиденко, А.О. Ігнатов, С.Ю. Дворник. –Опубл. 25.07. 17, Бюл. № 14.
19. Пат. 114761 Україна МПК E21B 47/00, F04B 51/00. Стенд для дослідження аерогідродинамічних потоків / О.М. Давиденко, А.О. Ігнатов, С.Ю. Дворник. –Опубл. 25.07. 17, Бюл. № 14.
20. Bansal, R.K. A Textbook of Fluid Mechanics and Hydraulic Machines. Laxmi Publications LTD, 2010. – 1102 p.
21. Modi P.N., Seth S.M. Hydraulics and Fluid Mechanics Including Hydraulics Machines. – Standard Book House, 2019. – 1419 p.
22. Табаченко М.М., Владико О.Б., Хоменко О.Є., Мальцев Д.В. Фізико-хімічна геотехнологія. – Дніпропетровськ: НГУ, 2012. – 310 с.

*Надійшла 06.09.22*

**References**

1. Vaddadi, N. (2015). *Introduction to oil well drilling*. Bathos (U Vee Infosystems).
2. Voitenko, V., & Vitryk, V. (2012). *Tekhnolohiia i tekhnika burinnia [Technology and technique of drilling]*. Kyiv: Center of Europe [in Ukrainian].
3. Pavlychenko, A.V., Koroviaka, Ye.A., Ihnatov, A.O. & Davydenko, A.N. (2021). *Hidrohazodynamichni protsesy pry sporudzhenni ta ekspluatatsii sverdlovyn: monograph [Hydro-gas-dynamic processes during the construction and operation of wells]*. – Dnipro: Dnipro University of Technology [in Ukrainian].
4. Hossain, M.E., & Islam, M.R. (2018). *Drilling engineering: problems and solutions*. Wiley – Scrivener Publishing.

5. Koroviaka, Ye.A. & Ihnatov, A.O. (2020). *Prohresyvni tekhnolohii sporudzhennia sverdlovyn: monograph [Advanced well construction technologies]*. Dnipro: Dnipro University of Technology [in Ukrainian].
6. Ihnatov, A. (2021). Analyzing mechanics of rock breaking under conditions of hydromechanical drilling. *Mining of Mineral Deposits, 15, 3,* 122–129.
7. Ihnatov, A.O., Koroviaka, Ye.A., Pinka, J., et al. (2021). Geological and mining-engineering peculiarities of implementation of hydromechanical drilling principles. *Naukovyi Visnyk Natsionalnoho Hirnychoho Universytetu, 1,* 11–18.
8. Pashchenko, O.A., Ihnatov, A.O., & Vladyko, O.B. (2021). Deiaki osoblyvosti ruinuvannia hirskoho masyvu na vyboi sverdlovyny [Some features of rock destruction at the bottom of the well]. *Instrumentalne materialoznavstvo - Tooling materials science, 24,* 121–134 [in Ukrainian].
9. Pavlychenko, A.V., Ihnatov, A.O., Koroviaka, et al. (2022). Problematics of the issues concerning development of energy-saving and environmentally efficient technologies of well construction. *ICSF-2022. IOP Conf. Series: Earth and Environmental Science, 1049,* 012031.
10. Ihnatov, A., Ratov, B., Tkachenko, Ya., Shypunov, S., & Vetoshka, S. (2022). Rozrobka metodychnykh ta konstruktyvnykh osnov burinnia sverdlovyn iz zastosuvanniam novykh typiv dolit [Development of methodological and constructive foundations for drilling wells using new types of bits]. *Zbirnuk naukovykh praz NHU –Collection of research papers of the NMU, 2(69)*, 218–230 [in Ukrainian].
11. Ihnatov, A., Koroviaka, Ye., Rastsvietaiev, V., et al. (2021). Development of the rational bottomhole assemblies of the directed well drilling. Gas Hydrate Technologies: Global Trends, Challenges and Horizons-2020. E3S Web of Conferences, 230, 01016. Retrieved from https://doi.org/10.1051/e3sconf/202123001016.
12. Ihnatov, A.O., Koroviaka, Ye.A., Haddad, J., et al. (2022). Experimental and theoretical studies on the operating parameters of hydromechanical drilling. *Naukovyi Visnyk Natsionalnoho Hirnychoho Universytetu, 1,* 20–27.
13. Hossain, M.E. (2016). *Fundamentals of Drilling Engineering: MCQs and Workout Examples for Beginners and Engineers*. Wiley – Scrivener Publishing.
14. Lopez J. C., Lopez J. E., Javier A. C. F., & Ramiro Y. V. *Drilling and blasting of rocks. 1st Edition*. London: Routledge.
15. Azar, J.J., & Robello, S.G. (2007). *Drilling Engineering*. PennWell Books.
16. Curry, G.L. & Feldman, R.M. (2011). *Manufacturing systems*. Modeling and analysis. Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag.
17. 12. Benyoucef, L. (Eds.). (2020). Reconfigurable Manufacturing Systems: From Design to Implementation. Springer Series in Advanced Manufacturing. Springer Cham.
18. Davydenko O.M., Ihnatov A.O.,& Dvornik S.Yu. (2017). Patent of Ukraine 114761 [in Ukrainian].
19. Aziukovskii O.O., Pavlychenko A.O., Ihnatov A.O., et al. (2022). Patent of Ukraine 151461. [in Ukrainian].
20. Bansal, R.K. (2010). *Hydraulics and fluid mechanics*. Laxmi Publications LTD.
21. Modi, P.N., & Seth, S.M. (2019). *Fluid mechanics and hydraulic machines*. Standard Book House.
22. Tabachenko, M.M., Vladyko, O.B., Khomenko, O.Ye. et al. (2012). *Fizykokhimichna heotekhnolohiia [Physical and chemical geotechnology]*. Dnipropetrovsk: NHU [in Ukrainian].

УДК 622.245.4 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-119-132

**А.О. Ігнатов**[1], **Є.М. Ставичний**[2], кандидати технічних наук

*[1]Національний технічний університет «Дніпровська політехніка», пр. Дмитра Яворницького, 19, 49027, м. Дніпро, Україна, e-mail: A_3000@i.ua*
*[2]ПАТ «Укрнафта», Несторівський пров., 3-5, 04053, Київ, Україна, e-mail: stavichniy@i.ua*

# ДЕЯКІ ПИТАННЯ ТЕХНОЛОГІЙ ПРОМИВАННЯ ТА КРІПЛЕННЯ СВЕРДЛОВИН У СКЛАДНИХ УМОВАХ

*Дослідження особливостей спорудження свердловин у складних умовах, зокрема процесів їх промивання і кріплення, виконано із застосуванням сучасних методів аналітичного аналізу й експериментальних досліджень із використанням методів математичного та фізичного моделювання, методик моделювання та обробки результатів досліджень у середовищі SolidWorks, STATGRAPHICS, MATHCAD, контрольно-вимірювальних приладів і відповідних матеріалів.*

*Лабораторними способами контролю вивчалися технологічні властивості бурових промивальних рідин за допомогою спеціальних приладів лабораторії контролю показників очисних агентів, що є робочою методикою визначення показників гідравлічної програми промивання свердловин.*

*Проектування композиційного тампонажного матеріалу та стабілізованої буферної суміші проведено із застосуванням методу ортогонального центрально-композиційного планування, що дозволяє зменшити кількість експериментів, впорядкувати пошук оптимальних умов, отримати математичну модель об'єкта дослідження.*

*Намічено основні напрямки вдосконалення технологічних прийомів і методів циклу промивання і кріплення свердловин в складних геолого-літологічних умовах. В якості пріоритетного напрямку розвитку технології спорудження свердловин обрані методики визначення рецептур високоякісних промивальних рідин, тампонажних систем, а також проектування досконалої технології їх застосування. Обґрунтовано необхідність встановлення фізичної сутності явищ, які відбуваються при реалізації технологій очистки і кріплення свердловин, що в свою чергу дозволить визначати найбільш раціональні параметри процесів спорудження свердловини, тобто максимальну продуктивність при мінімальних витратах. Розроблено та досліджено композиційну розширну тампонажну суміш та стабілізовану буферну суміш, а із застосуванням методу ортогонального центрально-композиційного планування визначено оптимальну кількість модифікуючих добавок у складі зазначених систем.*

*Отримані результати лабораторних і аналітичних досліджень, а також узагальнення промислових та стендових даних, є базовими для проектування режимних параметрів процесу промивання і тампонування обсадної колони з гарантованим забезпеченням високих техніко-економічних показників. Дані з вивчення особливостей свердловинних циркуляційних процесів та взаємодії із стовбуром свердловини тампонажних систем є вихідними для обґрунтування конструктивних і технологічних параметрів технічного супроводження циклу спорудження свердловин.*

***Ключові слова**: осадові відкладення, каверна, тампонажний розчин, кріплення, умови буріння, водовіддача, цементний камінь, поверхнево-активна речовина, процеси гідратації, свердловина.*

## Вступ

При спорудженні свердловин застосовують бурові промивальні рідини (БПР), які являють собою складні фізико-хімічні дисперсні системи з сильно розвиненими поверхнями розділу фаз; останні відіграють роль середовища, в якому протікають процеси руйнування гірського масиву [1]. Саме БПР визначають ступінь використання потенційних можливостей і ресурс бурового обладнання (породоруйнівного інструменту), механічну швидкість, ймовірність виникнення різного роду ускладнень тощо. Вибір БПР, що найбільш повно відповідає геолого-технічним умовам, виконують з урахуванням певних вимог, виконання яких забезпечується великою кількістю функцій БПР (наприклад, такі основні: ефективна

очистка вибою від частинок зруйнованих порід і стале видалення їх на денну поверхню; забезпечення охолодження і змащування деталей бурових доліт, вибійних двигунів, бурильної колони тощо; попередження обвалення в стовбур свердловини нестійких гірських порід; передавання потужності від джерела на денній поверхні до вибою при бурінні з гідравлічними вибійними двигунами) [2].

В якості БПР зустрічаються системи різного характеру – від грубодисперсних, наприклад, деяка суспензія, що утворюється в свердловині при бурінні гірських порід з промиванням вибою водою, до тонкодисперсних (колоїдних), прикладом яких можуть служити оброблені хімічними реагентами розчини, а найбільш розповсюдженим з них є глинистий [3]. Проте у більшості випадків промивальні рідини полідисперсні: у складі їх твердої фази знаходяться одночасно як колоїдні, так і грубодисперсні частинки.

Глинисті розчини є ефективними БПР за декількома позиціями, зокрема: вони закріплюють стінки свердловини одночасно з її поглибленням. Застосовують глинисті БПР при бурінні слабозв'язних порід осадового комплексу, а також порушених тріщинами і перем'ятих кристалічних порід [4].

Процес промивання свердловин повинен бути спроектований і реалізований у такий спосіб, щоб досягти найкращих техніко-економічних показників процесу буріння, враховуючи існування необхідності виконання основних технологічних функцій та обмежень.

Наведемо конкретний приклад: споруджування свердловин в розрізах залягання хемогенних пластичних порід пов’язано з вирішенням комплексу задач забезпечення стійкості стінок свердловини, формування номінального стовбура, як визначального фактора успішності проведення кріплення свердловини. Проте, незважаючи на значні напрацювання та розробки в напрямі створення ефективних БПР, розкриття хемогенних відкладів супроводжується значними порушеннями цілісності стовбура свердловин, а також згодом для них спостерігається подальший розвиток деформаційних процесів у масиві гірських порід [5].

Відомо, що ефективність процесу буріння свердловин залежить, насамперед, від якості БПР та, як наслідок, технологічних особливостей запроектованої гідравлічної програми промивання. На даний час, у зв'язку із зростанням обсягів буріння глибоких свердловин, для підвищення швидкості проходки, зменшення ускладнень при бурінні та збільшення терміну служби породоруйнівного інструменту до БПР пред'являються особливі вимоги, зокрема щодо флотаційної, адсорбційної, охолоджувальної та мастильної здатностей [6].

Нині при розробці нових рецептур БПР для спорудження свердловин в ускладнених умовах рекомендується виходити з наступних основних вимог: малий вміст твердої фази; знижені водовіддача, в'язкість та поверхневий натяг фільтрату розчину; стійкість до дії шламу гірських порід та мінералізації підземних вод; сумісність різних хімічних реагентів у даній БПР [7].

Цілою низкою ґрунтовних досліджень доведено, що ефективність основних операцій бурового циклу в значній мірі залежить від способу і режиму циркуляції, а також властивостей БПР, вибір типу яких визначається технологічними й екологічними вимогами до них, а також гірничо-геологічними умовами буріння [8].

Вивчення досвіду споруджування свердловин різного призначення показує, що високі техніко-економічні показники окремих процесів і всього циклу, в цілому, можуть бути досягнуті тільки при створенні методики вибору високоякісних БПР і досконалої технології їх застосування, в поєднанні з сучасним обладнанням й породоруйнівним інструментом [9].

Також зазначимо існування стійкої тенденції до широкого застосування поверхнево-активних речовин (ПАР) при бурінні свердловин, як одного з найбільш перспективних наукових і практичних напрямів у цій області [4].

Що стосується проблематики підвищення якості кріплення свердловин, то тут вирішення питань бачиться, насамперед, у застосуванні високоякісних тампонажних матеріалів та буферних систем – визначальних чинників створення надійного ізоляційного

кільця, порушення якого негативно впливають на техніко-економічні показники буріння, а роботи з їх ліквідації є здебільшого довготривалими та низькоефективними [10].

Аналіз літературних та виробничих даних показує: порушення цілісності стовбура свердловини, що в подальшому провокує деформацію обсадних колон у хемогенних відкладах, є доволі поширеним, найбільш проблемним видом ускладнення під час споруджування та експлуатації свердловин [11].

Зазначимо наступне: виробничий цикл спорудження свердловин різного призначення складається з великої кількості трудомістких, енергоємних, складних і фінансово витратних процесів: руйнування гірської породи на вибої; видалення зруйнованої породи з-під торця породоруйнівного інструменту і транспортування її на поверхню; підтримки стінок свердловини в стійкому стані. Для всіх перелічених компонент визначальним чинником їх досконалого виконання є застосування таких БПР, які б забезпечували найповнішу реалізацію покладених на них функцій [12].

Значне розширення асортименту БПР, що застосовуються при бурінні свердловин, обумовлює необхідність проведення глибоких і всебічних досліджень з вивчення фізико-хімічних явищ, які спостерігаються при створенні, приготуванні і застосуванні БПР, і їх впливу як на окремі процеси, так і на весь цикл буріння свердловини, особливо його екологічної складової. Вирішення цієї актуальної наукової проблеми має важливе народногосподарське значення [13].

Іноді прагнення належного виконання усього процесу промивки бурової свердловини призводить до невиконання сформульованих обмежень; тут необхідне комплексне вирішення оптимізаційного завдання, мета якого полягає у виборі для кожного конкретного випадку економічно найвигіднішого поєднання технологічних показників процесу промивання, що в перспективі забезпечують раціональну вартість свердловини та досягнення поставленої мети спорудження свердловини за збереження високої її якості [4].

На виникнення порушення цілісності обсадних колон в інтервалах залягання хемогенних відкладів, окрім геологічної будови, впливають: міцнісні характеристики використаних обсадних труб, конфігурація стовбура свердловини, тривалість періоду від моменту розкриття пластичних порід до завершення кріплення, якість цементування, тектонічні особливості району робіт та ряд інших чинників; саме тому проблема якісного кріплення хемогенних відкладів, що передує розкриттю нижчерозташованих покладів вуглеводнів, залишається актуальною і потребує вирішення комплексу завдань для забезпечення якісного кріплення свердловини на весь період експлуатації [14].

Міцність системи кріплення залежить від фізико-механічних і геометричних характеристик обсадних труб і цементного кільця, видозмінюючи які, можна проектувати і формувати оптимальні конструкції, здатні працювати в зоні пружних деформацій. Перспективним напрямком для вирішення зазначеної проблеми є застосування високоефективних композиційних тампонажних систем у поєднанні з інноваційними технологічними рішеннями, які б у комплексі забезпечили надійне та довговічне кріплення свердловини.

Мета статті – теоретичне і лабораторне вивчення й аналіз базових умов забезпечення надійності процесів промивання та кріплення свердловин за наявності складних геолого-літологічних умов, на прикладі конкретних виробничих даних, шляхом розроблення та впровадження інноваційних техніко-технологічних прийомів і методів.

**Методика досліджень**

Дослідження особливостей споруджування свердловин у складних умовах, зокрема процесів їх промивання і кріплення, виконано із застосуванням сучасних методів аналітичного аналізу й експериментальних досліджень із використанням методів математичного та фізичного моделювання, методик моделювання та обробки результатів досліджень у

середовищі SolidWorks, STATGRAPHICS, MATHCAD, контрольно-вимірювальних приладів і відповідних матеріалів [15].

Лабораторними способами контролю вивчалися технологічні властивості бурових промивальних рідин за допомогою спеціальних приладів лабораторії контролю показників очисних агентів, що є робочою методикою визначення показників гідравлічної програми промивання свердловин.

Проектування композиційного тампонажного матеріалу та стабілізованої буферної суміші проведено із застосуванням методу ортогонального центрально-композиційного планування, що дозволяє зменшити кількість експериментів, впорядкувати пошук оптимальних умов, отримати математичну модель об'єкта дослідження.

Процес розв'язання задач оптимального планування експерименту поділяється на такі етапи: складання моделі, що планується; підготовка необхідних вихідних даних; розрахунок моделі; отримання результатів [16]. Суть планування експериментів полягає у встановленні математичної залежності між заданими властивостями і складом, або витратою матеріалів.

**Результати досліджень**

Практика виконання бурових робіт доводить, що присутність на контакті з гірською породою БПР або її фільтрату викликає фізико-хімічні процеси на межі розділу, а саме: осмотичні явища, поверхневу гідратацію, розчинення, капілярне проникнення тощо [17]. Для деяких порід вони можуть викликати помітну зміну їх агрегатного стану, сил внутрішнього зчеплення і, в підсумку, можуть істотно перетворити властивості гірських порід в пристовбурному просторі свердловини в порівнянні з первинними, що існували в природному заляганні. Найважливішим чинником запобігання обвалам порід та інтенсивному каверноутворенню, як відомо, є правильний вибір БПР та її компонентного складу. Раніше існувала думка, що на обвали нестійких глинистих порід впливає лише величина водовіддачі БПР. Проте практика буріння з БПР різних композицій показала, що стійкість самодиспергуючих порід (глин, глинистих сланців, аргілітів тощо) залежить також і від складу фільтрату БПР [18].

Фахівцями-науковцями НТУ «Дніпровська політехніка» та ПАТ «Укрнафта» запропоновано та широко випробувано різні рецептури БПР, призначених для спорудження свердловин в нестійких гірських породах. Основою досліджень слугували ґрунтовні лабораторно-промислові відомості щодо наступних типів БПР [4].

Хлоркальцієві розчини – це БПР, що містять в якості основного активного реагенту хлористий кальцій ($CaCl_2$); хімічна дія таких розчинів визначається, головним чином, здатністю іонів кальцію вступати у взаємодію з породами глинистого комплексу і викликати їх коагуляцію, в результаті чого підвищується зв'язність і знижується набряклість порід. Процес цей носить об'ємний характер і супроводжується утворенням конденсаційно-кристалізаційних структур, які зміцнюють стінки свердловини. При взаємодії іонів кальцію хлоркальцієвого розчину з глинистими породами має значення також і швидкість їх адсорбції. Чим швидше адсорбуються іони кальцію, тим швидше настає коагуляційне зміцнення глинистих порід. Швидкість адсорбції зростає при підвищенні pH розчину, тому обов'язковим компонентом високоякісних хлоркальцієвих розчинів є вапно.

БПР на основі ФХЛС (ферумхромлігносульфонат) – в хімічному відношенні ФХЛС являє собою полімер нерегулярної будови [19], в якому хром і залізо знаходяться в тривалентному стані, а також є пов'язаними в макромолекулі лігносульфоната у вигляді складних комплексів.

На основі ФХЛС розроблена рецептура БПР і досліджено її основні технологічні властивості (табл. 1).

Таблиця 1. **Компонентний склад розроблених БПР та їх основні технологічні показники**

| № з/п | Технологічний показник досліджуваної БПР | Одиниця вимірювання | Склад БПР, у % | |
|---|---|---|---|---|
| | | | ФХЛС - 2% рідке скло (силікат натрію – 2%, сульфатне мило – 1,5%, вода – інше) | ФХЛС - 4% рідке скло (силікат натрію – 3%, сульфатне мило – 2%, вода – інше) |
| 1 | Питома вага (за АГ-3ПП) | кг/м$^3$ | 1050 | 1050 |
| 2 | Умовна в'язкість (за СПВ-5) | с | 15 | 16 |
| 3 | Водовіддача (за ВМ-6) | см$^3$ за 30 хв. | 7 | 4 |
| 4 | Товщина фільтраційної кірки | мм | відсутня | відсутня |
| 5 | Статична напруга зсуву (за СНС-2) | мГс/см$^2$ | 0 | 0 |

Лабораторні дослідження стійкості зразків, виготовлених з керна аргілітів і алевролітів, в розроблених БПР дали хороші результати; зразки не розмокали більш ніж після 48 годин витримки у відповідних розчинах, в той час як у воді – протягом 30 хв. Крім того, БПР, оброблені ФХЛС, є стійкими по відношенню до солей кальцію та інших полівалентних металів.

БПР на основі поліакрилів, а саме ГІПАНу (ГІПАН – гідролізований поліакрилонітрил), який є продуктом омилення поліакрилонітрилу каустиком. Акрилові полімери дозволяють створювати безглинисті БПР з низькою водовіддачею і необхідними структурно-механічними властивостями. Основними недоліками таких БПР є висока вартість і чутливість до солей кальцію та інших полівалентних металів. Нами, для зниження вартості БПР і отримання необхідних властивостей, в якості акрилового полімеру був узятий ГІПАН, а для зниження його витрати в БПР уведена глина і ВЛР (вуглелужний реагент). Встановлено, що при спільній хімічній обробці БПР ГІПАНом і ВЛР проявляється синергетичний ефект і досягається вищий ступінь стабілізації. Це особливо важливо при наявності жорстких вод. В результаті лабораторних досліджень рекомендований наступний склад БПР (табл. 2).

Таблиця 2. **Рецептура та основні технологічні властивості БПР на основі ГІПАНу**

| № з/п | Технологічний показник досліджуваної БПР | Одиниця вимірювання | Склад БПР, у %<br>глина 3 - 5%;<br>ГІПАН (10% розчин) 0,2 - 0,5%;<br>ВЛР 1 - 2%;<br>вода – інше |
|---|---|---|---|
| 1 | Питома вага (за АГ-3ПП) | кг/м$^3$ | 1020 - 1050 |
| 2 | Умовна в'язкість (за СПВ-5) | с | 25 |
| 3 | Водовіддача (за ВМ-6) | см$^3$за 30 хв. | 6 - 5 |
| 4 | Товщина фільтраційної кірки | мм | менш 1 мм |
| 5 | Статична напруга зсуву (за СНС-2) | мГс/см$^2$ | $\Theta_1$=4,23; $\Theta_{10}$=4,55 |

З урахуванням викладеного вище, у виробничих умовах встановлено, що для обробки 1 $м^3$ глинистого розчину умовною в'язкістю 25 с необхідно 0,5 $м^3$ ВЛР и 0,05 - 0,07 $м^3$ ГІПАНу. Це дозволяє отримати БПР з технологічними параметрами, близькими до зазначених в табл. 2.

Узагальнено БПР, що застосовуються при бурінні свердловин різного призначення, повинні відповідати таким додатковим вимогам: мати низький поверхневий натяг і хороші мастильні властивості; знижувати гідравлічні опори; попереджати обвали та осипання стінок свердловини та не утворювати рихлу кірку глинистого матеріалу на її стінках [12].

Застосування БПР з поліпшеними мастильними властивостями в процесах при бурінні (а технологічних – при закінчуванні і експлуатації) свердловин неможливо без попередніх лабораторних досліджень наслідків прояву некерованості таких факторів, обумовлюючих рух рідин, як неоднорідність гірських порід, коливання бурового інструменту і багатьох інших.

Відмітною властивістю поверхнево-активних антифрикційних добавок (ПААД) є те, що, сприяючи збільшенню швидкості буріння, вони одночасно збільшують стійкість породоруйнівного інструменту, зменшують рівні вібрації і потужності, що витрачається на подолання сил опорів тертя колони бурильних труб у свердловині. Останній фактор важливий тим, що дозволяє підвищити механічну швидкість буріння шляхом збільшення енергії, яка підводиться до вибою свердловини, та зниження енергоємності руйнування гірських порід.

Для підвищення механічної швидкості буріння необхідно прагнути до зниження поверхневого натягу БПР. З цією метою проведено дослідження поверхневого натягу водних розчинів ПААД (табл. 3).

Таблиця 3. **Поверхневий натяг розчинів ПААД, розчинних у воді**

| № з/п | Досліджувана речовина (ПАР) | Поверхневий натяг (мДж/$м^2$) при концентрації,% | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | | 0,125 | 0,25 | 0,5 | 1,0 | 2,0 |
| 1 | «Прогрес» | 42,8 | 36,2 | 31,7 | 30,4 | 30,4 |
| 2 | Сульфонол | 34,2 | 30,8 | 30,4 | 29,6 | 29,6 |
| 3 | Диталан | 42,3 | 38,2 | 36,6 | 35,0 | 35,0 |
| 4 | КАУФЕ | 40,3 | 37,6 | 36,3 | 36,3 | 36,3 |
| 5 | 0П-7 | 44,8 | 40,4 | 38,2 | 36,8 | 36,8 |
| 6 | ОП-10 | 44,2 | 40,6 | 37,8 | 34,5 | 34,5 |
| 7 | Катапін | 45,0 | 38,9 | 37,8 | 37,8 | 37,8 |
| 8 | Превацел | 36,8 | 32,4 | 31,6 | 31,6 | 31,6 |
| 9 | Милонафт | 43,2 | 36,4 | 34,2 | 33,7 | 33,7 |
| 10 | Сульфонат | 42,5 | 38,4 | 34,8 | 34,6 | 34,6 |
| 11 | Метаупон | 48,3 | 42,4 | 38,6 | 35,8 | 35,8 |
| 12 | Синтанон | 47,8 | 46,4 | 43,5 | 38,7 | 38,7 |
| 13 | Синтанол | 38,5 | 34,5 | 33,3 | 32,0 | 32,0 |
| 14 | ДНСК | 58,0 | 36,7 | 32,1 | 32,1 | 32,1 |
| 15 | Моноетаноламід | 44,5 | 38,9 | 36,2 | 35,8 | 35,8 |
| 16 | ВЖС | 36,8 | 34,2 | 30,8 | 30,2 | 30,2 |
| 17 | Соапсток | 44,8 | 35,6 | 32,8 | 32,0 | 32,0 |
| 18 | Сульфатне мило | 47,4 | 43,0 | 34,2 | 31,8 | 30,8 |

Поверхневий натяг вимірювали сталагмометричним способом, як найпростішим і досить точним. Перед початком вимірювань було проведено калібрування приладу, для чого сталагмометр закріплювали вертикально на жорсткому штативі, визначали температуру рідини, здійснювали не менше п’яти вимірів числа крапель і знаходили середнє арифметичне.

У процесі досліджень вимірювали поверхневий натяг як водних розчинів ПААД, так і фільтратів різних типів БПР (глинистих, силікатних, силікатно-гумінових та ін.). На підставі лабораторних досліджень зроблено висновок, що найбільш ефективними та перспективними є ПААД на основі вищих жирних спиртів (ВЖС). При цьому слід зазначити, що і самі ВЖС можуть бути використані для обробки БПР. Основний недолік ВЖС полягає у слабкій активності гідрофільної групи, через що вони погано розчиняються у воді. Заміна гідроксильної групи на іншу, більш гідрофільну, дозволяє отримати сполуку з високою поверхневою активністю і добре розчинну у воді, наприклад, сульфати жирних спиртів [20].

Враховуючи дорожнечу та дефіцитність ВЖС, перспективним напрямом є обробка БПР сумішами ПААД різних класів: наприклад, неіоногенні речовини з аніонактивними або катіонактивними. Цим досягається підвищення ефективності дії добавки, зниження її вартості, економія компонентів тощо.

У табл. 4 наведені результати лабораторних досліджень впливу БПР на зношування сталевих куль і граничну міцність мастильних плівок (ці дослідження є необхідними для оцінювання механізму зношування бурильних труб при їх обертанні в свердловині). Помилка у визначенні результатів досліджень не перевищувала 5%.

Таблиця 4. **Мастильні властивості промивальних рідин, визначені на чотирьохкульковій машині тертя**

| Промивальна рідина | | | Навантаження зварювання куль, Н | Гранична міцність мастильної плівки, МПа |
|---|---|---|---|---|
| Основа | Добавка | | | |
| | Найменування | Вміст, % | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| Технічна вода | - | - | 650 | 455 |
| Технічна вода | Сульфонол | 0,05 | 1750 | 120 |
| | | 0,10 | 2150 | 145 |
| | | 0,15 | 2400 | 160 |
| | Катапін | 0,10 | 700 | 110 |
| | | 0,25 | 1100 | 120 |
| | | 0,50 | 1300 | 120 |
| | ОП-10 | 0,10 | 1500 | 640 |
| | | 0,25 | 1600 | 750 |
| | | 0,50 | 1650 | 800 |
| | Феноксол ВІС-15 | 0,10 | 1400 | 165 |
| | | 0,25 | 2000 | 300 |
| | | 0,50 | 2400 | 480 |
| Технічна вода | Суміш сульфонола та ОП-10 (1:1) | 0,10 | 1800 | 780 |
| | | 0,25 | 2400 | 820 |
| | | 0,50 | 2500 | 850 |
| | Талове масло | 0,50 | 1800 | 620 |
| | | 1,00 | 2100 | 800 |
| | | 2,00 | 2200 | 850 |
| | Кістковий жир | 0,50 | 1600 | 600 |
| | | 1,00 | 2000 | 800 |
| | | 2,00 | 2100 | 800 |
| | Нафта | 2,00 | 700 | 250 |

| Промивальна рідина | | | Навантаження зварювання куль, Н | Гранична міцність мастильної плівки, МПа |
|---|---|---|---|---|
| Основа | Добавка | | | |
| | Найменування | Вміст, % | | |
| | | 4,00 | 1000 | 300 |
| | | 8,00 | 1000 | 350 |
| Глинистий розчин (7% водна суспензія бентонітової глини) | - | - | 650 | 220 |
| Глинистий розчин (6% водна суспензія бентонітової глини) | Сульфонол | 0,25 | 700 | 240 |
| | | 0,50 | 700 | 240 |
| | | 1,00 | 700 | 240 |
| | Катапін | 0,25 | 650 | 240 |
| | | 0,50 | 700 | 220 |
| | | 1,00 | 700 | 220 |
| | ОП-10 | 0,25 | 1800 | 820 |
| | | 0,50 | 1800 | 820 |
| | | 1,00 | 2000 | 900 |
| | Феноксол ВІС-15 | 0,25 | 1700 | 800 |
| | | 0,50 | 1800 | 840 |
| | | 1,00 | 2100 | 900 |
| | Суміш сульфонолу та ОП-10 (1:1) | 0,25 | 1900 | 850 |
| | | 0,50 | 2100 | 950 |
| | | 1,00 | 2100 | 950 |
| | Талове масло | 0,50 | 2000 | 1620 |
| | | 1,00 | 2000 | 1800 |
| | | 2,00 | 2100 | 2250 |
| | Кістковий жир | 0,50 | 1600 | 1500 |
| | | 1,00 | 2000 | 1600 |
| | | 2,00 | 2000 | 1600 |
| | Нафта | 2,00 | 900 | 350 |
| | | 4,00 | 1000 | 400 |
| | | 8,00 | 1000 | 420 |

Аналіз отриманих даних (табл. 4) дає підставу зробити наступні висновки: найбільш повно мастильну здатність БПР характеризує міцність мастильної плівки; в умовах високої контактної напруги більш ефективними добавками виявляються суміші жирів рослинного і тваринного походження з додаванням ПАР [4].

Враховуючи інтенсивне порушення цілісності та значну кавернозність стовбура свердловини, в процесі кріплення виникає завдання забезпечення максимально можливого заповнення кільцевого простору тампонажним матеріалом, який формував би якісний ізоляційний екран. Основний резерв покращення фізико-механічних властивостей цементного каменю, з одночасним підвищенням корозійної стійкості, криється у зменшенні міжзернової і капілярної пористості та поглибленні процесів гідратації, що може бути досягнуто зменшенням розмірів часток контактуючих матеріалів до мінімально можливих. Причому для такого випадку константа швидкості реакції контактування зростає обернено пропорційно квадрату радіусу часток. Також стає очевидно помітним ефект механічної активації,

пов'язаний зі зміною енергетичного стану поверхні часток та певною мірою з деформацією кристалічної структури поверхневого шару при підведенні механічної енергії.

Надійність кріплення свердловин, насамперед, залежить від відповідності тампонажних систем умовам застосування. Аналіз тампонажних систем, які нині застосовуються, показує, що вони за своїми властивостями не завжди відповідають гірничо-геологічним умовам: у більшості випадків їх не обробляють додатково для створення седиментаційно-стабільних систем, зниження водовіддачі, покращення реологічних властивостей, зниження проникності каменю, та не ставлять додаткових вимог до фізико-механічних і теплофізичних властивостей. Проте застосування седиментаційно-стійких тампонажних систем є необхідною передумовою для якісного цементування похило-скерованих та горизонтальних свердловин.

В'яжучі цементи все ще залишаються базовим матеріалом, який застосовують у практиці кріплення свердловин. У структурі використовуваних тампонажних матеріалів левову частку займають знов-таки типові цементи ПЦТ II-50, ПЦТ I-100, ПЦТ III-Пол 5-100, ШПЦС-120 та ОШЦ-120, і лише порівняно малу частину становлять модифіковані композиційні суміші [21].

З урахуванням зазначеного встановлено наступні вимоги до тампонажних систем для цементування свердловин. Тампонажний розчин і цементний камінь на його основі повинен відзначатися: високою стабільністю (нульове водовідділення та регламентована водовіддача) суспензії та достатньою корозійною стійкістю каменю до агресивних середовищ; необхідними фізико-механічними властивостями цементного каменю (обмежений період структуроутворення, інтенсивний набір ранньої міцності, мінімальна проникність), що є основою формування якісного ізоляційного кільця; мінімальним тепловиділенням під час гідратації та низькою теплопровідністю цементного каменю. У свою чергу буферна рідина повинна відзначатися структурно-реологічними параметрами, здатними до ефективного розділення циркулюючих технологічних рідин, покращеними відмивальними властивостями та зручністю у застосуванні.

Композиційні цементи тужавіють повільніше, особливо в початкові терміни, а в подальшому вони набирають високу міцність. У пластових умовах міцність каменю з композиційного цементу з часом зростає та значно перевищує міцність цементного каменю на основі вихідного портландцементу при випробуваннях на згин і на стиск. При гідратації композиційного цементу спостерігається менше тепловиділення. Цементний камінь на основі композиційних цементів характеризується високою тріщиностійкістю. Окрім цього, композиційні цементи характеризуються низькою проникністю та підвищеною корозійною стійкістю [14].

Типовий компонентний склад пропонованого композиційного тампонажного матеріалу КРТМ-ПВ (корозійностійкий розширний тампонажний матеріал з пониженою водовіддачею) для цементування свердловин в умовах впливу сольової агресії включає суміш ТС-100 в кількості 79,2 м.ч., шамотного пилу – 19,8 м.ч., армуючої домішки – 0,04 м.ч., МСН – 1 м.ч., стабілізатор Walocell – 0,15 м.ч., пластифікатор полікарбоксилатного типу – 0,2 м.ч. та піногасник DELFOAM – 0,2 м.ч.

Типова рецептура СБС (стабілізована буферна суміш) включає золу винесення теплоелектростанцій 65 м.ч., армуючу домішку 0,1 м.ч., піногасник DELFOAM 0,15 м.ч., полімерний реагент на основі метилгідроксиетилцелюлози Walocell 0,2 м.ч., кварцовий пісок 35 м.ч.

Для базових тампонажних матеріалів, а також КРТМ-ПВ проведено дослідження кінетики міцнісних характеристик цементного каменю у середовищах пластової води, хлористого та сірчано-кислого магнію, та оцінено коефіцієнт корозійної стійкості (рис. 1).

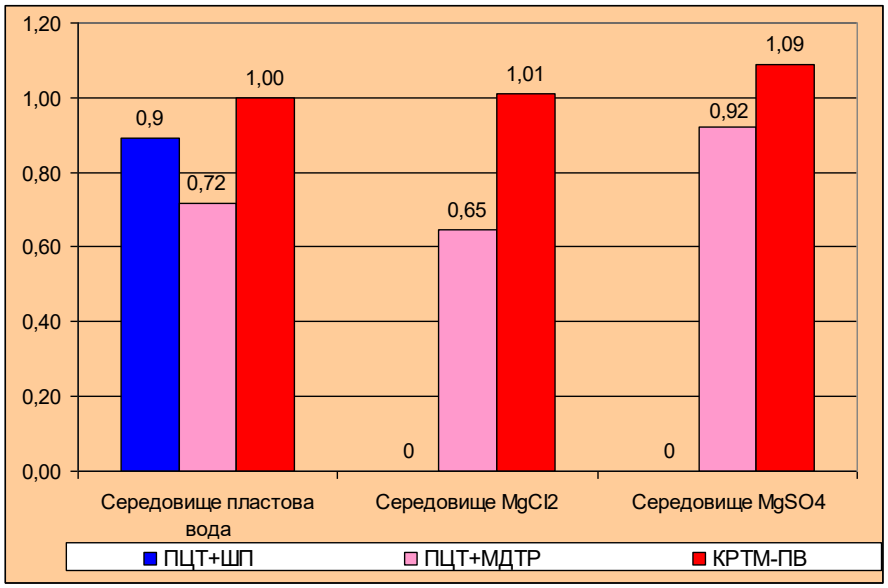



*Рис. 1. Коефіцієнт корозійної стійкості тампонажних матеріалів*

Дослідні дані рис. 1 дозволяють говорити про те, що для КРТМ-ПВ коефіцієнт корозійної стійкості $K_c$ знаходиться в межах 1,0 - 1,09. У середовищі пластової води коефіцієнт корозійної стійкості для КРТМ-ПВ на 11 % вищий за відомий аналог ПЦТ І-100 + ШП та на 38,8 % переважає ПЦТ І-100 + МДТР. В умовах хлористого магнію та сірчанокислого магнію КРТМ-ПВ переважає ПЦТ І-100 + МДТР на 55,4 % та 18,5 % відповідно. Для взірців цементного каменю на основі ПЦТ І-100 + ШП у середовищі хлористого магнію та сірчанокислого магнію характерне руйнування.

Дослідження фазового складу продуктів гідратації КРТМ-ПВ, що знаходився в агресивному сульфатно-магнієвому середовищі, свідчать, що для зразків характерна наявність основних гідратних фаз, затверділих в умовах високих температур і тисків, тампонажних композицій, зокрема високоосновних гідросилікатів Са, гідрогеленіту, гідроалюмінату кальцію і гідрооксиду кальцію. Продуктів корозії цементного каменю в даному складі лабораторно не виявлено.

Дані рентгенофазових досліджень добре корелюють з електронно-мікроскопічними дослідженнями зразків КРТМ-ПВ. Підвищені температура і тиск твердіння створюють передумови для формування просторової об’ємної структури цементного каменю зі значною кількістю гідратних утворень.

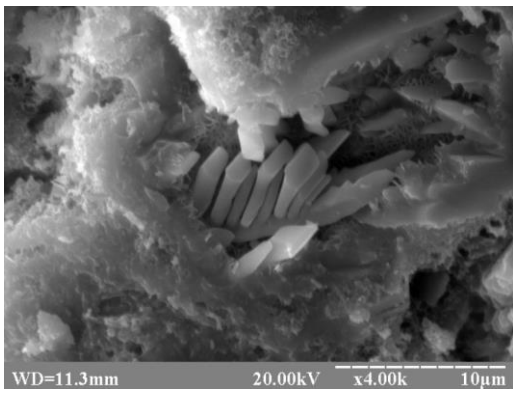



*Рис. 2. Мікроструктура каменю КРТМ-ПВ у прісній воді*

Аналіз мікроструктури досліджуваного зразка свідчить про інтенсивний перебіг процесів гідратації цементної композиції. В основній масі мікроструктура представлена великою кількістю гідратних утворень, причому деякі кристали вже добре оформлені, інші мають вигляд дрібних голчастих або лускоподібних кристалів. На цих кристалах формуються інші, що сприяє ступінчатому росту деяких шарів гідратних утворень.

На мікрофотографіях досліджуваного зразка (рис. 2) спостерігають велику кількість щільно упакованих гексагональних пластин, які можуть бути віднесені до портландиту. Щільна структура каменю досліджуваного складу забезпечується ростом і

стабільним існуванням гідросилікатів кальцію і гексагональних AFm-фаз та гідроксиду кальцію, що кольматують мікропори, сприяючи зміцненню штучного конгломерату.

Структура досліджуваного зразка КРТМ-ПВ у середовищі сірчанокислого магнію досить щільна, покрита полідисперсними кристалогідратами у виді голчастих або пластинчастих кристалів. В деяких місцях на фоні великої кількості пластинчатих кристалів $Ca(OH)_2$ та AFm-фаз спостерігають незначні скупчення $Mg(OH)_2$.

Таким чином, враховуючи результати дослідження тампонажних матеріалів, найбільш адаптованим для кріплення ускладнених хемогенних відкладів можна вважати КРТМ-ПВ.

Розроблені тампонажні системи КРТМ-ПВ та СБС успішно пройшли лабораторні тестування та дослідно-промислові випробування. Застосування КРТМ-ПВ та СБС проводиться із використанням стандартних технічних засобів і не потребує додаткового обладнання та корегування традиційної технології цементування свердловин [22].

**Висновки**

1. Проведений аналіз теоретичних і експериментальних досліджень поведінки гірських порід у середовищі БПР дає підставу вважати, що важливим аспектом науково-практичних пошуків є вивчення ролі дисперсних систем на водній основі як учасників свердловинних процесів, що у багатьох випадках контролюють міцність навколостовбурного масиву і термін служби породоруйнівного інструменту; тут особливий інтерес представляють існуючі гіпотетичні пояснення і моделі впливу робочих середовищ на водній основі на процес руйнування вибою свердловини.

2. Відповідними методичними підходами запропоновано стійкість стінок свердловини розглядати в двох механо-хімічних аспектах: механічна стійкість, яка залежить від зусиль і тисків, що діють на стінки стовбура, і здатність порід чинити опір цим навантаженням; хімічна взаємодія БПР з гірськими породами, які складають стінки свердловини.

3. Встановлено, що на мастильну здатність промивальних рідин не чинять істотного впливу технологічні фактори: вона в більшій мірі залежить від типу мастильної добавки та її компонентного і речовинного вмісту.

4. Показано шляхи підвищення надійності кріплення свердловин за наявності хемогенних відкладів, що може бути досягнуто за рахунок розроблення сучасних композиційних тампонажних систем, модифікованих поліфункціональними добавками, та удосконалення технології їх промислового застосування.

5. Досліджено особливості структуроутворення композиційних тампонажних систем, модифікованих сучасними поліфункціональними добавками, в умовах їх застосування.

6. Подальші експериментально-теоретичні дослідження властивостей запропонованих БПР і тампонажних матеріалів повинні продовжуватися у напрямках створення алгоритмів пошуку ефективних систем їх застосування відповідно до гірничо-геологічних і техніко-технологічних особливостей спорудження конкретної свердловини.

**A.O. Ihnatov**[1], **Ye.M. Stavychnyi**[2]

[1]*National technical university «Dnipro Polytechnic», Ukraine*
[2]*PJSC «Ukrnafta»*

**SOME ISSUES OF FLUSHING TECHNOLOGIES AND WELL CASING IN DIFFICULT CONDITIONS**

*The study of well construction features in difficult conditions, in particular, the processes of flushing and cementing, was carried out using modern methods of analytical analysis and experimental studies using mathematical and physical modeling methods, modeling techniques and processing research results in the SolidWorks, STATGRAPHICS, MATHCAD environment, control and measuring instruments and related materials.*

*Laboratory methods of control were used to study the technological characteristics of drilling fluids using special devices of the laboratory for monitoring the characteristics of cleaning agents, which are the working method for determining the characteristics of a hydraulic well washing program.*

*The designing of composite cementing material and stabilized buffer mixture was carried out using the method of orthogonal central-compositional planning, which makes it possible to reduce the number of experiments, streamline the search for optimal conditions, and obtain a mathematical model of the object of study.*

*The main directions for improving technological methods for the cycle of washing and cementing wells in complex geological and lithological conditions are outlined. As a priority direction for the development of well construction technology, methods for determining the formulations of high-quality flushing fluids, plugging systems, as well as designing a perfect technology for their application were chosen. The necessity of establishing the physical essence of the phenomena occurring during the implementation of well cleaning and casing technologies is substantiated, which in turn will allow to determine the most rational parameters of well construction processes, that is, maximum productivity at minimum cost. A composite expanding cement mixture and a stabilized buffer mixture have been developed and studied, and using the method of orthogonal central compositional planning, the optimal amount of modifying additives in the composition of these systems has been determined.*

*The obtained results of laboratory and analytical studies, as well as the generalization of industrial and bench data, are basic for designing the operating parameters of the process of flushing and plugging the casing string with guaranteed high technical and economic indicators. Data on the study of the features of well circulation processes and interaction with the wellbore of plugging systems are the initial ones for substantiating the design and technological parameters of the technical support of the well construction cycle.*

***Key words**: sedimentary deposits, cavern, cement slurry, fastening, drilling conditions, water loss, cement stone, surfactant, hydration processes, well.*

**Література**

1. Войтенко В., Вітрик В. Технологія і техніка буріння. – Київ: Центр Європи, 2012. – 708 с.
2. Pavlychenko A.V., Ihnatov A.O., Koroviaka Ye.A., Ratov, B.T., Zakenov, S.T. Problematics of the issues concerning development of energy-saving and environmentally efficient technologies of well construction // IOP Conf. Series: Earth and Environmental Science. – 2022. – Vol. 1049. 012031.
3. Vaddadi N. Introduction to oil well drilling. – Bathos (U Vee Infosystems), 2015. – 204 p.
4. Павличенко А.В., Коровяка Є.А., Ігнатов А.О., Давиденко О.М. Гідрогазодинамічні процеси при спорудженні та експлуатації свердловин. – Дніпро: НТУ «ДП», 2021. – 201 с.
5. Коровяка Є.А., Ігнатов А.О. Прогресивні технології спорудження свердловин. – Дніпро: НТУ «ДП», 2020. – 166 с.
6. Hossain M.E., Islam M.R. Drilling engineering: problems and solutions. – Wiley – Scrivener Publishing, 2018. – 627 p.
7. Ihnatov A.O., Koroviaka Ye.A., Haddad J., Tershak B., Kaliuzhna T., Yavorska V. Experimental and theoretical studies on the operating parameters of hydromechanical drilling // Naukovyi Visnyk Natsionalnoho Hirnychoho Universytetu. – 2022. – N 1, P. 20–27.
8. Ihnatov A., Koroviaka Ye., Rastsvietaiev V., Tokar L. Development of the rational bottomhole assemblies of the directed well drilling / Gas Hydrate Technologies: Global Trends, Challenges and Horizons (GHT 2020): materials of IV International Scientific and Technical Conference // E3S Web of Conferences. 2021. – Vol. 230. – P. 01016..
9. Ihnatov, A.O., Koroviaka, Ye.A., Pinka, J., Rastsvietaiev V., Dmytruk O. Geological and mining-engineering peculiarities of implementation of hydromechanical drilling principles // Naukovyi Visnyk Natsionalnoho Hirnychoho Universytetu. – 2021. – Vol. 1. – P. 11 – 18.
10. Ігнатов А.О., Ставичний Є.М. Геологічні й техніко-технологічні особливості кріплення нафтогазових свердловин з урахуванням фізико-хімічного стану їх

стовбурів // Інструментальне матеріалознавство. Зб. наук. пр. – Випуск 24 – К.: ІНМ ім. В.Н. Бакуля НАН України, 2021. – С. 87–102.
11. Ігнатов А.О., Ставичний Є.М. Лабораторні та промислові дослідження процесу цементування нафтогазових свердловин в умовах товщ осадових порід // Інструментальне матеріалознавство: Зб. наук. пр. – Випуск 23. – К.: ІНМ ім. В.Н. Бакуля НАН України, 2020. – С. 88–103.
12. Павличенко А.В., Ігнатов, А.О., Коровяка Є.А., Барташевський С.Є., Коротка І.Ю., Мекшун М.Р. Основи організації системи гідравлічного очищення свердловин // Збірник наукових праць НГУ. – 2021. –Вип. 67. – С. 136–152.
13. Коцкулич Я.С., Тищенко О.В. Закінчування свердловин. – Київ: Інтерпрес ЛТД, 2004. – 366 с.
14. Ставичний Є.М., Ігнатов А.О. Особливості кріплення стовбура свердловини у хемогенних відкладах // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент–техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – Выпуск 22. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2019. – С. 164–174.
15. Curry G.L., Feldman R.M. Manufacturing systems. Modeling and analysis. – Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag, 2011. – 338 p.
16. Reconfigurable Manufacturing Systems: From Design to Implementation / Benyoucef L. (Eds.) // Springer Series in Advanced Manufacturing (SSAM). – Springer Cham, 2020. – 250 p.
17. Ставичний Є.М., Магун М.Я., Зіньков Р.В. Досвід спорудження свердловин на Волошківській площі в умовах проявлення текучості калієво-магнієвих солей // Нафтова і газова промисловість. – 2008. – № 4. – С. 34–36.
18. Davidenko A. Ighnatov A. Basic results of researches of lining and plugging processes at wells construction // Metallurgical and Mining Industry. – 2016.– N 9. – P. 58–64.
19. Гупало О.П., Тушницький О.П. Органічна хімія. – К.: Знання, 2010. – 431 с.
20. Sharma K.K., Sharma L.K. A Textbook of Physical Chemistry, 6th Edition. Vikas Publishing House, 2016. – 863 p.
21. Ставичний Є.М. Оптимізація складів тампонажних систем // Sworld. – 2015. – Т. 4, № 1. – С. 8–12.
22. Azar J.J., Robello S.G. (2007). Drilling Engineering. – PennWell Corporation, 2007 – 486 p.

*Надійшла 5.09.22*

## References

1. Voitenko, V., & Vitryk, V. (2012). *Tekhnolohiya i tekhnika burinnya [Technology and technique of drilling]*. Kyiv: Center of Europe [in Ukrainian].
2. Pavlychenko, A.V., Ihnatov, A.O., Koroviaka, Ye.A., et al/ (2022). Problematics of the issues concerning development of energy-saving and environmentally efficient technologies of well construction. *IOP Conf.* Series: *Earth and Environmental Science, 1049,* 012031.
3. Vaddadi, N. (2015). *Introduction to oil well drilling*. Bathos (U Vee Infosystems).
4. Pavlychenko, A.V., Koroviaka, Ye.A., Ihnatov, A.O. & Davydenko, A.N. (2021). *Hidrohazodynamichni protsesy pry sporudzhenni ta ekspluatatsii sverdlovyn: monograph [Hydro-gas-dynamic processes during the construction and operation of wells]*. – Dnipro: Dnipro University of Technology [in Ukrainian].
5. Koroviaka, Ye.A. & Ihnatov, A.O. (2020). *Prohresyvni tekhnolohii sporudzhennia sverdlovyn: monograph [Advanced well construction technologies]*. – Dnipro: Dnipro University of Technology [in Ukrainian].
6. Hossain, M.E., & Islam, M.R. (2018). D*rilling engineering: problems and solutions*. Wiley – Scrivener Publishing.

7. Ihnatov, A.O., Koroviaka, Ye.A., Haddad, J., et al. (2022). Experimental and theoretical studies on the operating parameters of hydromechanical drilling. *Naukovyi Visnyk Natsionalnoho Hirnychoho Universytetu, 1*, 20–27.
8. Ihnatov, A., Koroviaka, Ye., Rastsvietaiev, V., et al. (2021). Development of the rational bottomhole assemblies of the directed well drilling. Proceedings from Gas Hydrate Technologies: Global Trends, Challenges and Horizons'20: *IV International Scientific and Technical Conference (GHT 2020)* (vol. 230, p. 01016). E3S Web of Conferences.
9. Ihnatov, A.O., Koroviaka, Ye.A., Pinka, J., et al. (2021). Geological and mining-engineering peculiarities of implementation of hydromechanical drilling principles. *Naukovyi Visnyk Natsionalnoho Hirnychoho Universytetu*, *1*, 11–18.
10. Ihnatov, A.A., & Stavychnyi, Ye.M., (2021). Heolohichni y tekhniko-tekhnolohichni osoblyvosti kriplennia naftohazovykh sverdlovyn z urakhuvanniam fizyko-khimichnoho stanu yikh stovburiv [Geological and technical-and-technological features of casing oil and gas wells, taking into account the physical and chemical state of their wellbore]. *Instrumentalne materialoznavstvo – Tooling materials science, 24*, 87–102 [in Ukrainian].
11. Ihnatov, A.O., & Stavychnyi, Ye.M. (2020). Laboratorni ta promyslovi doslidzhennia protsesu tsementuvannia naftohazovykh sverdlovyn v umovakh tovshch osadovykh porid [Laboratory and industrial research of cementation process of oil-and-gas bore holes in the conditions of sedimentary rock beds]. *Instrumentalne materialoznavstvo – Tooling materials science, 23*, 88–103 [in Ukrainian].
12. Pavlychenko, A., Ihnatov, A., Koroviaka, Ye., et al. (2021). Osnovy orhanizatsii systemy hidravlichnoho ochyshchennia sverdlovyn [Fundamentals of organizing a hydraulic well cleaning system]. *Collection of research papers of the NMU, 4(67)*, 136–152 [in Ukrainian].
13. Kotskulych, Ya.S., & Tyshchenko, O.V. (2004). *Zakinchuvannia sverdlovyn [Well completion]*. – Kyiv: Interpres LTD [in Ukrainian].
14. Stavychnyi, Ye.M., & Ihnatov, A.A. (2019). Osoblyvosti kriplennia stovbura sverdlovyny u khemohennykh vidkladakh [Fastening features barrel of bore hole in chemogenic deposits]. *Porodorazrushaiushchii i metalloobrabatyvaiushchii instrument – tekhnika i tekhnologiia ego izgotovleniia i primeneniia – Rock Destruction and Metal-Working Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications, 22*, 164–174 [in Ukrainian].
15. Curry, G.L. & Feldman, R.M. (2011). *Manufacturing systems. Modeling and analysis*. Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag.
16. Benyoucef, L. (Eds.). (2020). Reconfigurable Manufacturing Systems: From Design to Implementation. *Springer Series in Advanced Manufacturing*. Springer Cham.
17. Stavychnyi, Ye.M., Mahun, M.Ia., & Zinkov, R.V. (2008). Dosvid sporudzhennia sverdlovyn na Voloshkivskii ploshchi v umovakh proiavlennia tekuchosti kaliievo-mahniievykh solei [The experience of construction of wells in the Voloshkovskaya area in the conditions of manifestation of fluidity of potassium-magnesium salts]. *Naftova i hazova promyslovist – Oil and gas industry, 4*, 34–36 [in Ukrainian].
18. Davidenko, A. Ighnatov, A. (2016). Basic results of researches of lining and plugging processes at wells construction. *Metallurgical and Mining Industry*, *9*, 58–64.
19. Hupalo, O.P., & Tushnytskyi, O.P. (2010). *Orhanichna khimiia [Organic chemistry]*. – Kyiv: Znannia [in Ukrainian].
20. Sharma K.K., & Sharma L.K. (2016). *A Textbook of Physical Chemistry, 6th Edition*. Vikas Publishing House.
21. Stavychnyi, Ye.M. (2015) Optymizatsiia skladiv tamponazhnykh system [Optimization of compositions of the tamponing systems]. *Sworld, 1, 1, 4*, 8–12 [in Ukrainian].
22. Azar, J.J., & Robello, S.G. (2007). *Drilling Engineering*. PennWell Corporation.

## Розділ 2

# *ІНСТРУМЕНТАЛЬНІ, КОНСТРУКЦІЙНІ І ФУНКЦІОНАЛЬНІ МАТЕРІАЛИ НА ОСНОВІ АЛМАЗУ І КУБІЧНОГО НІТРИДУ БОРУ*

УДК 548.4:539.3 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-133-143

**В. М. Квасниця,** д-р геол.-мінер. наук[1]; **С. О. Івахненко**, чл.-кор НАН України; **Г. Д. Ільницька**, **О. М. Супрун**, кандидати технічних наук; **В. В. Лисаковський**, д-р. техн. наук; **Т. В. Коваленко**, **А. В. Бурченя**, кандидати технічних наук[2]

*[1]Інститут геохімії, мінералогії та рудоутворення ім. М.П. Семененка НАН України, проспект Академіка Палладіна, 34, 03142, Київ.*
*[2]Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська, 2, 04074, Київ, e-mail: alona.suprun@gmail.com*

# ФІГУРИ РОЗЧИНЕННЯ НА КРИСТАЛАХ МОНОКРИСТАЛІВ АЛМАЗІВ, ОТРИМАНИХ В ОБЛАСТІ ТЕРМОДИНАМІЧНОЇ СТАБІЛЬНОСТІ

*Травлення кристалів дозволяє зрозуміти етапи росту кристалу та його поведінку при різних видах зовнішнього впливу; надає відповіді на питання, які пов'язані з їх використанням і особливостями застосування приладів і виробів з них. В нашій роботі були досліджені монокристали алмазів трьох типів Ib, IIa та IIb, отримані при високих тисках і температурах методом температурного градієнта, та монокристали типу Ib, отримані шляхом спонтанної кристалізації графіту. Для спостереження наявності домішок в алмазі використовували УФ-флюоресценцію. Рентгенівську топографію використовували для оцінки якості кристалів. Щільність ямок травлення визначали за допомогою вибіркового травлення. Характер розвитку різноманітних ямок травлення дуже широкий, скульптури розчинення свідчать про різну ступінь досконалості внутрішньої будови кристалів – від найбільш дефектних кристалів типу Ib до більш досконалих кристалів типу IIb і IIa.*

***Ключові слова:*** *монокристал алмазу, травлення кристалів, ямки травлення, грань, пірамідальні западини, дефекти в монокристалах алмазу.*

## Вступ

Вивчення процесів травлення кристалів допомагає зрозуміти етапи росту кристалів [1]. В процесі розчинення на кристалах алмазу відбувається розвиток різноманітних форм травлення. В багатьох експериментах показано, що при травленні і розчиненні монокристалів алмазу на їх поверхні утворюються трикутні та чотирикутні фігури травлення [1–3]. Кількість, розмір і морфологія ямок травлення залежать від параметрів росту, режимів і складу травного середовища [4–6]. Стінки пірамідальних ямок травлення можуть бути як гладенькими, так і представленими комбінаційними поверхнями. Кути тригранних ямок можуть бути в певній мірі притупленими і тоді вони можуть набувати шестикутної форми; чотирикутні ямки різного розміру можуть зливатися і накладатися одна на одну та формують при цьому складну, характерну для цих граней скульптуру [7, 8]. Часто плоскодонні ямки травлення розвиваються одна в одній, при цьому утворюються заглиблення з ступінчатою будовою стінок [7]. На поверхні кристалів можна спостерігати різного роду штриховки і скульптури, які досить часто описували дослідники для природніх алмазів, зокрема в роботах [1, 2, 4, 8].

Про схожі дослідження, проведені для кристалів, отриманих НТНР- методами, дуже мало даних.

## Експеримент

Досліджено монокристали алмазів трьох типів I*b*, II*a* та II*b*, отримані при високих тисках та температурах методом температурного градієнта з використанням апаратури типу «Тороїд С40» та шестипуансонного пресу з діаметром плунжера 560 мм. Зразки алмазів типу I*b* вирощували в розчинниках залізо-нікель при $p$ = 5,7 –6,1 ГПа і $T$ = 1240–1450 ºС, швидкість росту становила від 1,0–1,5 до 20–25 мг/год; алмази типу II*a* і II*b* – в розчинниках залізо-

алюміній, залізо-кобальт, при $p$ = 5,8–6 ГПа і $T$ = 1350–1500 ºС, швидкість росту становила від 1–1,5 до 3–5 мг/год.

Для спостереження наявності домішок в алмазі використовували УФ- флюоресценцію, що являє собою випромінювання кристалом видимого світла під дією опромінення його УФ променями. Безпосередньо пов'язаний з концентрацією домішкових і дефектних центрів характер флюоресценції (колір, інтенсивність) дозволяє проводити візуалізацію зонально-секторіальної структури алмазів [9]. Для проведення процесу експрес-ідентифікації монокристалів алмазу використовували приладний комплекс «*DiamondView*™» [10, 11]; він простий у використанні та дозволяє працювати зі зразками розміром від 0,05 до 10 карат, які можливо розміщувати у вакуумному тримачі. За рахунок обертання зразку у різних напрямках з'являється можливість отримання квазі – 3D топографічної карти зображень, при цьому в основу роботи приладу закладено принцип опромінення зразка короткими УФ-хвилями довжиною менше 225 нм [9–11].

Для оцінки якості кристалів використовували рентгенівську топографію. Дослідження проводили на рентгенівському дифрактометрі «ДІТОМ-М» [12]. Джерелом рентгенівського випромінювання дифрактометра служить рентгенівська трубка з молібденовим анодом з розміром фокуса 0.4 × 12 мм, як монохроматор використовується асиметрично зрізаний кристал кремнію (111) для забезпечення необхідної ширини пучка. Розмір зондуючого зразок монохроматичного рентгенівського пучка регулювався двома взаємно перпендикулярними щілинами і складав 3 мм по вертикалі і горизонталі. В якості відбиваючої була обрана кристалографічна площина (111), для якої кут Брегга $\theta_B = 9.916°$. Досліджувані кристали налаштовувалися на максимум дифракційного відбиття в геометрії Лауе (на просвіт). При цьому контроль за інтенсивністю здійснювався за допомогою сцинтиляційного детектора. При такому положенні зразка на двовимірному детекторі (ПЗС-матриці) були зафіксовані рентгенівські топограми досліджуваних кристалів алмазу при різних поворотах кристала на кут φ навколо вектора дифракції $\vec{h}$ [111], який був напрямлений вгору. Час отримання однієї топограми складав не більше 1 години (2000 с + час зчитування детектора). Просторова роздільна здатність обумовлена розміром чутливого елемента детектора і складає 10 мкм. Відстань «монохроматор-зразок» становить 1000 мм, відстань «зразок–детектор» – 30 мм. Також були отримані топограми цих же кристалів для «забороненого» в алмазі відбивання від площини (222). Час отримання однієї топограми становив близько 2 год (6000 с + час зчитування детектора).

Для вибіркового травлення використовували суміш гідроксиду калію (KOH) та калієвої селітри ($KNO_3$), а процес травлення відбувався в муфельній печі при температурі (550–660) ±10˚С і атмосферному тиску, час варіювали від 10 до 60 хв, після всього кристали добре промивали в дистильованій воді та етиловому спирті. При таких умовах на гранях кристалів проявляються виходи дислокацій у вигляді ямок травлення, форма яких співпадає з орієнтацією граней [13].

Методом температурного градієнта отримано кристали кубічного габітусу розміром 4–6 мм і масою 2,23–2,45 ct, а методом спонтанної кристалізації графіту – октаедричний габітус розміром 1-3 мм та масою 0,05–0,1 ct.

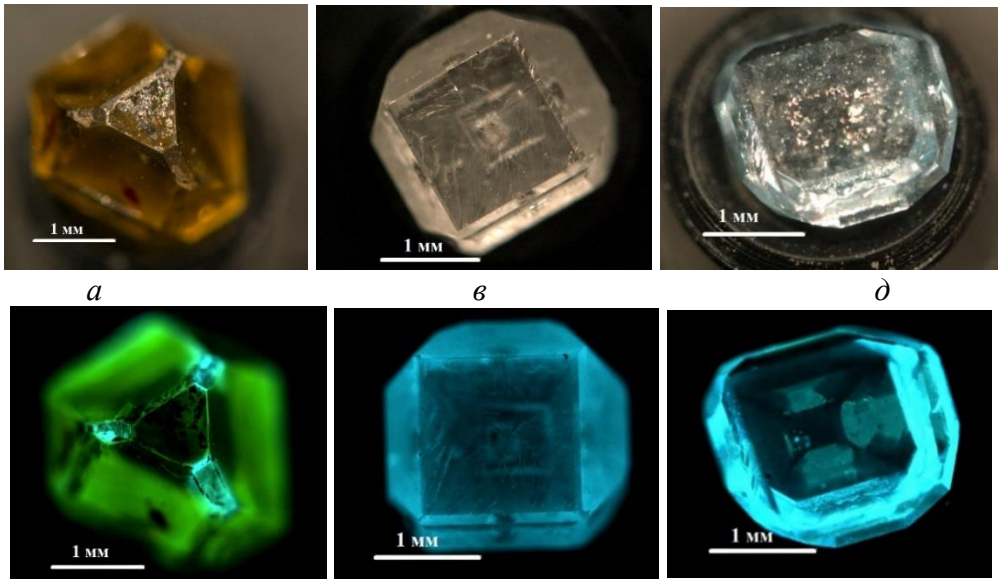
Щільність ямок травлення приймають за щільність дислокацій $N_D$, їх розрахунок проводять по формулі: $N_D = D_{ср}/M_S$, де $D_{ср}$ – середня за результатами 5–10 вимірів кількість ямок травлення, що спостерігається в полі зору мікроскопа, $M_S$ – площа поля зору мікроскопу, см$^2$.

Після очистки та травлення кристали досліджували за допомогою оптичного мікроскопа та гоніометра ГД-1.

**Результати**

У монокристалах алмазу, отриманих методом температурного градієнта, розвинуті грані октаедра, куба, ромбододекаедра та тетрагон-триоктаедра. В кристалах алмазу типу I*b* кубічні сектори, як правило, флуоресціюють жовтувато-зеленим кольором, сектори росту

ромбододекаедра та тетрагон-триоктаедра мають тенденцію до флюоресценції блакитного кольору, зміна насичення кольору відображає зміну концентрації азоту між секторами росту (рис. 1 *а, б*). Сильна флуоресценція блакитно-зеленого кольору (рис. 1 *в, г*), притаманна кристалам типу II*a*, що пояснюється наявністю домішок азоту і бору [14], більш темні зони являють собою сектори росту (001) та (113) з низькою щільність дефектів [15]. Кристали типу II*b* проявляють характерну для них нерівномірну флуоресценцію синього, синьо-сірого та блакитно-зеленого кольору (рис 1. *д, е*), октаедричним граням притаманний блакитно-зелений колір, а граням куба – синій та синьо-сірий [16].

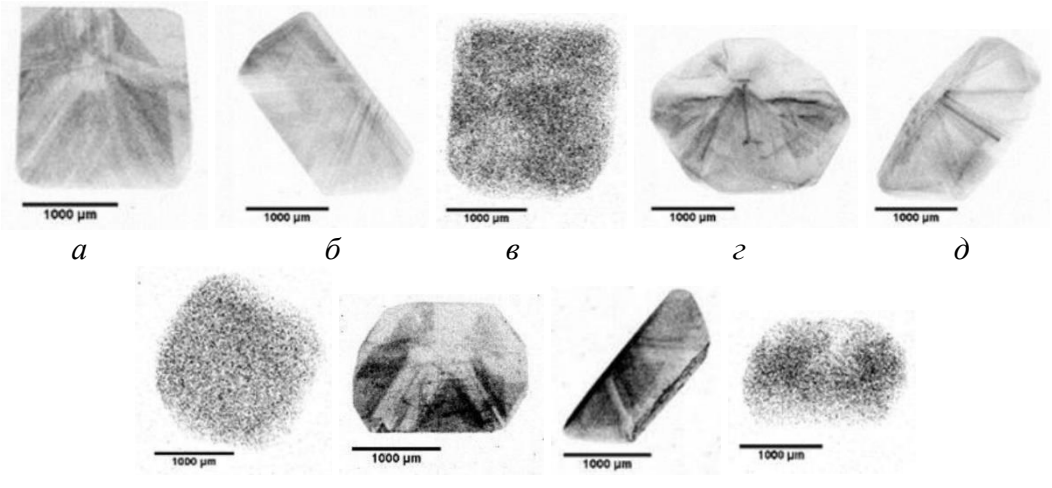



*а* *в* *д*

*б* *г* *е*

*Рис. 1. Загальний вигляд та картини флуоресценції кристалів алмазу, одержаних методом температурного градієнта (а, б –тип Ib, в, г – тип IIa, д, е – типу IIb)*

Ще одним неруйнівним методом контролю реальної структури алмазів є рентгенівська топографія, що може дати інформацію про просторовий розподіл як протяжних дефектів, так і деяких точкових [17]. На рис. 2 представлені рентгенівські топограми зразків та карти розподілу основних домішкових дефектів.




*а* *б* *в* *г* *д*

*е* *є* *ж* *з*

*Рис. 2. Рентгенівські топограми зразків алмазу типу IIa (а, б, в), Ib (г, д, е), IIb (є, ж, з) при різних кутах повороту кристала, вектор дифракції направлений вгору (а, б, г, д, є, ж – відбивання (111), в, е, з – відбивання (222)*

З використанням відбивання 111 на топограмах можна спостерігати пучки дислокацій, дефекти упаковки і зони пластичної деформації (рис. 2 *а, б, г, д, є, ж*). Розподіл точкових дефектів можна спостерігати на топограмах відбивання 222 (рис. 2 *в, е, з*), окремі дислокації практично не розрізняються. В алмазі типу II*a* концентрація домішкових і власних точкових дефектів дуже мала; для алмазу типу II*b* домішки бору розподілені неоднорідно і залежать від сектора росту; досить однорідний розподіл дефектів по кристалах типу I*b*.

В монокристалах алмазу, залежно від температури кристалізації, присутня різна кількість дислокацій – найбільш досконалі кристали алмазу можна отримати із збільшенням температури вирощування. Швидкість росту також впливає на дислокаційну структуру: збільшення швидкості росту та зменшення температури вирощування призводить до значного збільшення щільності дислокацій. Розподіл дислокацій по кристалах із різними температурами вирощування носить неоднорідний характер – в кристалах, отриманих на затравці при вищих температурах, як правило, знаходяться одиничні дислокації, а на кристалах, які отримані шляхом спонтанної перекристалізації графіту в розчині вуглецю при низьких температурах і великих швидкостях росту, щільність дислокацій значно вища від кристалів, отриманих в області термодинамічної стабільності (табл. 1).

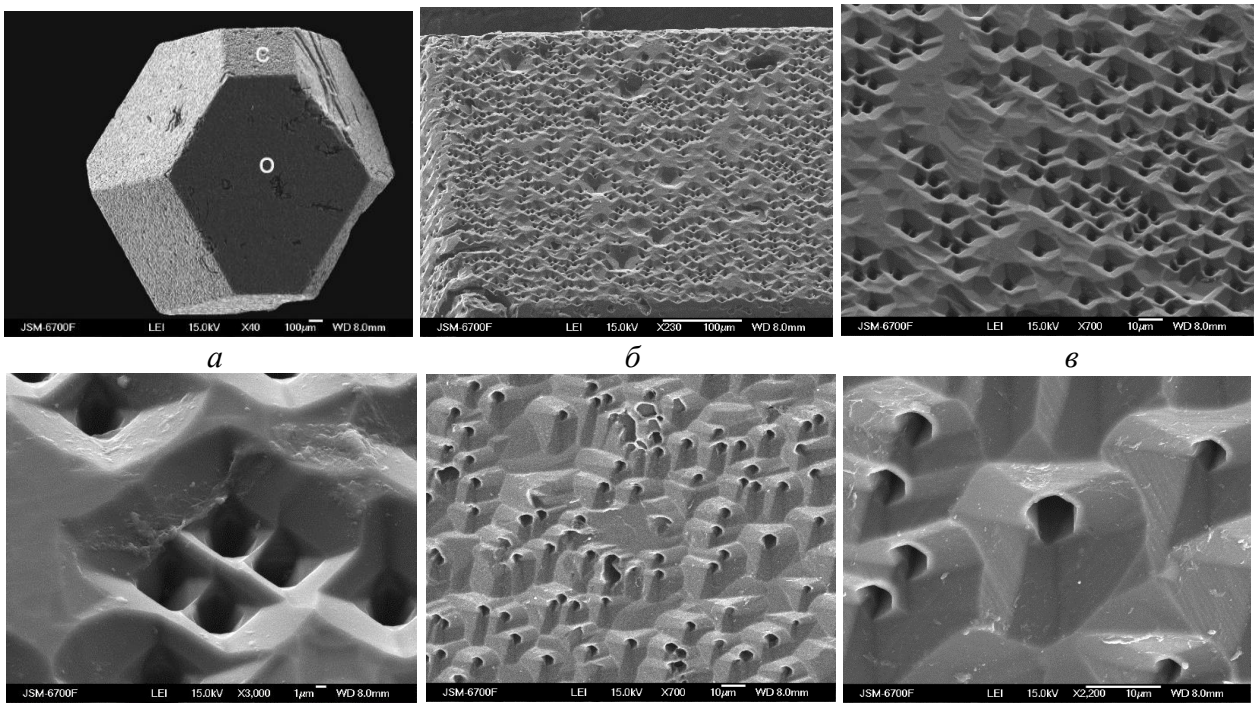
Таблиця 1. **Залежність щільності дислокацій монокристалів алмазу від температури вирощування та швидкості росту**

| Тип кристалу | Швидкість росту, мг/год | Температура вирощування, ° С | Щільність дислокацій, $см^{-2}$ | |
|---|---|---|---|---|
| | | | Грань (100) | Грань (111) |
| I*b* | 1–1,5 | 1420–1500 | $0{,}8\cdot10^2$–$1{,}8\cdot10^2$ | $1{,}8\cdot10^5$–$2{,}8\cdot10^5$ |
| | 20–25 | 1280–1350 | $5\cdot10^5$ –$7{,}85\cdot10^5$ | $0{,}8\cdot10^6$ –$2{,}6\cdot10^6$ |
| II*a* | 1–1,5 | 1420–1500 | $1{,}5\cdot10^2$–$2{,}1\cdot10^2$ | $1{,}75\cdot10^4$–$6\cdot10^4$ |
| II*b* | 1–1,5 | 1420–1500 | $1{,}9\cdot10^2$–$3\cdot10^2$ | $0{,}32\cdot10^4$–$2{,}5\cdot10^4$ |

**Результати досліджень топографії кристалів алмазу**

Спонтанний монокристал типу I*b* (№ 1-3), є кубооктаедром (рис. 3. *а*). Він зазнав інтенсивного розчинення поверхні граней куба і октаедра. Грані куба суцільно покриті різнорозмірними чотирикутними (квадратними) пірамідальними западинами (рис. 3. *б*). Місцями проявлені одиничні крупні западини, які є восьмикутними пірамідами (рис. 3. *в*). Деякі із западин мають складну будову, коли в межах великої западини розвинуті, як правило, значно дрібніші симетрично розташовані більш глибокі западини (рис. 3. *г*). Грані октаедра орнаментовані численними шестикутними пірамідальними западинами (рис. 3 *д, е*). На дні більшості западин на гранях куба і октаедра розкриваються канали – дефектні місця структури кристалу. Діаметр каналів знаходиться в межах 1–2 мкм.

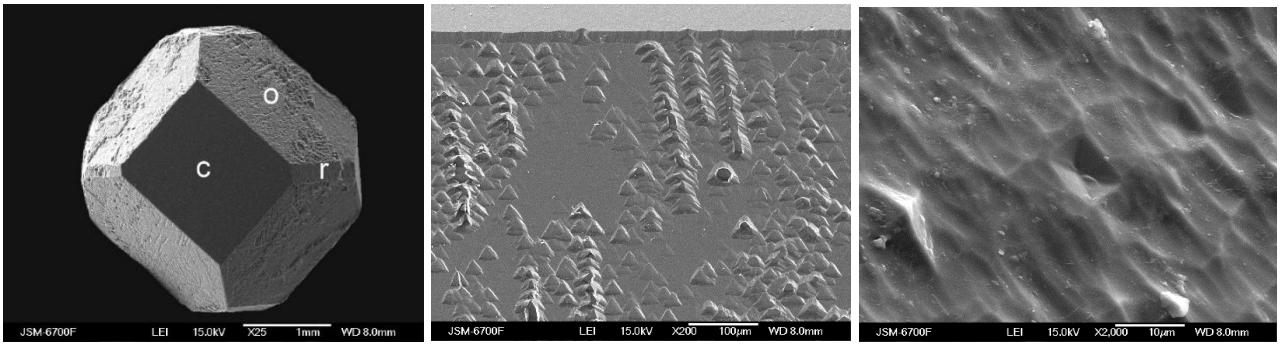
Монокристал, отриманий методом температурного градієнта (№ 12), також є кубооктаедром з вузькими гранями ромбододекаедра (рис. 4 *а*). Він зазнав меншого розчинення поверхні граней куба і октаедра. Більш інтенсивно розчинені поверхні октаедричних граней, на яких розвинуті трикутні і зрідка шестикутні пірамідальні западини (рис. 4 *б*). Їх дно невиразне. Грані ромбододекаедра покриті западинами без чітких контурів, зрідка – чотирикутними (прямокутними) пірамідальними западинами (рис. 4 *в*).




*а* *б* *в*

*г* *д* *е*

*Рис. 3. Монокристал алмазу типу Ib (№ 1-3), отриманий методом спонтанної кристалізації; а – кубооктаедр алмазу: о – грань октаедра, с – грань куба (загальний вигляд кристалу); б – узори чотирикутних і восьмикутних пірамідальних западин на грані куба; в – деталізація чотирикутних і восьмикутних пірамідальних западин на грані куба; г – складна будова чотирикутної пірамідальної западини на грані куба; д – шестикутні пірамідальні западини на грані октаедра; е – деталізація шестикутних пірамідальних западин на грані октаедра*




*а* *б* *в*

*Рис. 4. Монокристал алмазу типу Ib (№ 12), отриманий методом температурного градієнта при швидкості росту 1 – 1,5 мг/год; а – кубооктаедр алмазу, ускладнений вузькими гранями ромбододекаедра: о – грань октаедра, с – грань куба, r – грань ромбододекаедра; б – трикутні і шестикутні пірамідальні западини на грані октаедра; в – чотирикутні пірамідальні западини на грані ромбододекаедра*

Монокристал № 6, отриманий методом температурного градієнта, тип II*b* є кубом, ускладненим слабо розвинутими гранями октаедра. Поверхня кристала зазнала незначного розчинення. На гранях куба розвинуті ланцюжки переважно восьмикутних пірамідальних западин у поєднанні з чотирикутними пірамідальними западинами (рис. 5 *а*). Зрідка вершини пірамідок восьмикутних пірамідальних западин є притупленими незначними плоскими

площадками (рис. 5 *б*). На гранях октаедра розвинуті ланцюжки трикутних пірамідальних западин (рис. 5 *в*). Западини на гранях куба і октаедра мають досконале огранення.

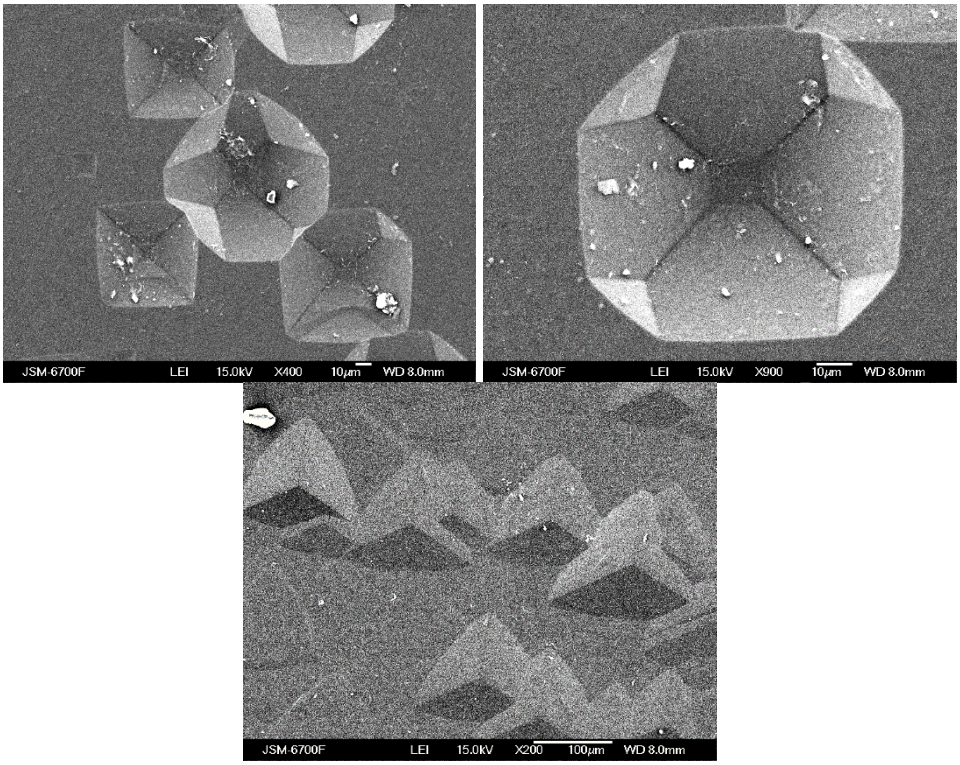
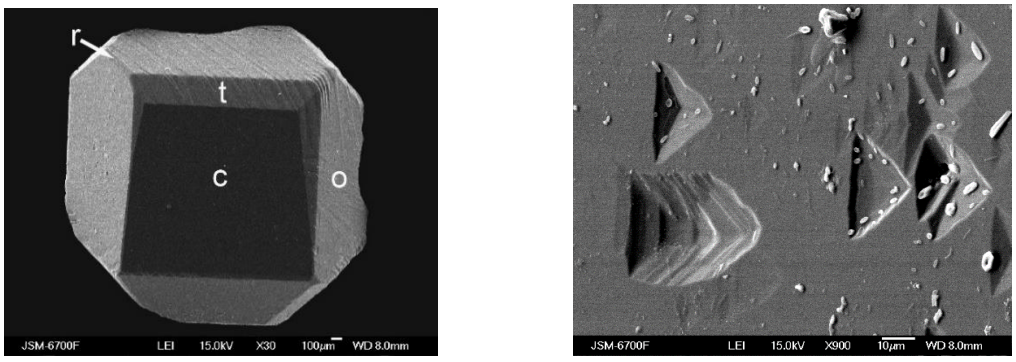



*Рис. 5. Монокристал алмазу типу IIb (№ 6), отриманий при швидкості росту 1 – 1,5 мг/ год; а – поєднання чотирикутних і восьмикутних пірамідальних западин на грані куба; б – восьмикутна пірамідальна западина з плоским дном на грані куба; в – трикутні пірамідальні западини на грані октаедра*

Монокристал типу II*а* (№ 14) є кубооктаедром, ускладненим вузькими гранями ромбододекаедра і тетрагон-триоктаедра {311} (рис. 6 *а*). Сліди розчинення поверхні його граней майже непомітні, тільки на гранях октаедра зафіксовані групові чи поодинокі трикутні пірамідальні западини (рис. 6 *б*).




*а* *б*

*Рис. 6. Монокристал алмазу типу IIа, отриманий при швидкості росту 1 – 1,5 мг/год; а – кубооктаедр алмазу (загальний вигляд), ускладнений вузькими гранями ромбододекаедра і тетрагон-триоктаедра {311}: c – грань куба, o – грань октаедра, r – грань ромбододекаедра, t – грань тетрагон-триоктаедра {311}; б – трикутні пірамідальні западини на грані октаедра*

**Обговорення**

Геометрія скульптур розчинення граней різних простих форм вивчених кристалів алмазу загалом є типовою, виявленою для багатьох кристалів природного і НТНР алмазу [18–23]. Всі скульптури розчинення є індикаторними для граней різних простих форм кристалів алмазу і чітко відображають їх симетрію. Ідеалізована узагальнена картина цих фігур розчинення на гранях куба і октаедра вивчених кристалів алмазу показана на рис. 7.

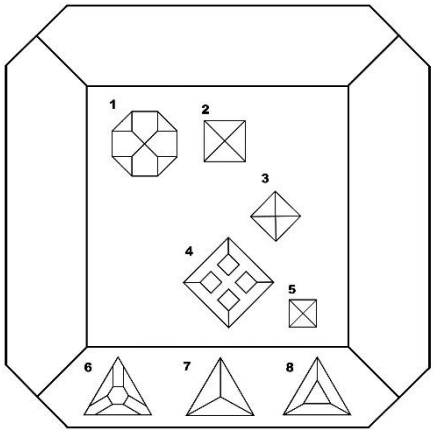



*Рис. 7. Ідеалізоване схематичне зображення орієнтації типових фігур розчинення на гранях куба (фігури: 1, 2 – рис. 5; 3, 4 – рис. 3; 5 – рис. 4) і октаедра кристала алмазу (фігури: 6 – рис. 3; 7 – рис. 5, 6; 8 – рис. 4)*

Звичайними скульптурами розчинення на поверхнях граней куба кристалів природного і НТНР алмазу є чотирикутні (квадратні) западини, сторони яких утворюють з ребрами граней куба кути в 45°. Вони характерні для вивчених жовтих кристалів алмазу (№ 1-3, №12). Западини є різновеликими і розташовані на різних гіпсометричних рівнях. Восьмикутні пірамідальні западини є рідкісними. Субпаралельні ребрам куба квадратні западини трапляються значно рідше, вони ж рельєфно слабо виражені. Квадратні западини є переважно пірамідальними, вони утворені гладкими сторонами-стінками пірамід. Стінки пірамід плоскі чи дещо округлі. Їх нахил різний – від крутих глибоких до похилих неглибоких. Рідко вершини пірамідок притуплені слабо розвинутим плоским дном. Тонкошаруваті стінки впадин проявлені рідко, а саме у випадку, коли в межах великої западини розвинуті, як правило, дрібніші симетрично розташовані декілька глибоких западин. Саме на стінках цих западин проявлена шаруватість. Ця шаруватість дозволяє судити про тонкі ступені росту кристалів.

Дещо інша морфологія западин на гранях куба блакитного кристала алмазу (№ 6). Вони є переважно восьмикутними пірамідальними западинами, одна частина сторін яких субпаралельна ребрам граней куба, а друга частина сторін утворює з цими ребрами кут в 45°. Однак на гранях куба цього кристалу трапляються і субпаралельні ребрам куба чотирикутні западини. Разом всі западини є свідченням переорієнтації фігур в процесі розчинення, як і на поверхні кристала № 1-3. Такі випадки переорієнтації фігур розчинення на гранях куба, а також і октаедра, зафіксовані на кристалах як природного, так і НТНР алмазу. Передбачається, що вони є наслідком переважно зміни температурного режиму розчинення кристалів та його тривалості. Кристалографічно западини на гранях куба і октаедра кристала № 6 є найбільш досконалими.

На гранях октаедра вивчених кристалів алмазу розвинені три типи западин розчинення:

1) трикутні пірамідки;
2) трикутні пірамідки, вершини яких притуплені плоским дном;
3) більш складні пірамідки з плоским зрізом вершин – стінки таких пірамідок шестигранні при загальних трикутних контурах (рис. 7).

Саме на стінках останніх пірамідок проявлена штрихуватість. При загальних трикутних чи шестикутних контурах пірамідок все ж помітна деяка різниця в їх геометрії для кожного кристалу. Однак всі типи западин є прямопаралельними до ребер октаедра. Такі ж прямопаралельні западини є характерними ознаками розчинення на кристалах природного алмазу.

Оскільки на гоніометрі нам не вдалося отримати світлових сигналів від западин на гранях куба і октаедра, то їх геометрична характеристика є якісною, а не кількісною. Споглядально плоскі стінки восьмикутних пірамідальних западин на гранях куба (кристал № 6) субпаралельні

граням куба і октаедра відповідно (рис. 5. а, б), тобто можуть належати площинам (100) і (111). Це є свідченням кубооктаедричного формування кристала алмазу. Стінки квадратних западин з орієнтацією в $45^0$ до ребер куба субпаралельні граням октаедра як свідчення росту кристала октаедричним нашаруванням. Такі западини найбільш характерні для граней куба природного алмазу. У випадку ступінчатої будови стінок квадратних западин на гранях куба природного алмазу рефлекси від них займають геометричне місце різних тетрагон-триоктаедрів.

Стінки шестикутних пірамідальних западин на гранях октаедра можна характеризувати геометричним положенням різних тетрагон- і тригон-триоктаедрів, а стінки прямопаралельних трикутних западин – положенням різних тетрагон-триоктаедрів. Наприклад, за даними гоніометричних досліджень ці форми на кристалах природного алмазу є такі [19]: {322}, {433}, {655} і {776}, тобто вони відносно структурно важливі, як і для кристалів НТНР алмазу за даними [23]: стінки трикутних пірамідальних западин на гранях октаедра відповідають тетрагон-триоктаедру {322}, а стінки чотирикутних западин на гранях куба цих же кристалів – тетрагон-триоктаедру {511}. Іноді виникають западини, стінки яких відповідають ще більш структурно важливому тетрагон-триоктаедру {211}. Частіше при розчиненні кристалів НТНР алмазу отримували западини, стінки яких відповідали другорядним формам з великими значеннями символів [20–22]. Загалом за експериментальними і гоніометричними даними [18–23] простежується залежність форм розчинення (особливо орієнтація фігур, нахил стінок западин) від умов процесу (температура, склад розчинника, тривалість розчинення, окисно-відновні показники тощо).

**Висновки**

Характер розвитку різноманітних ямок травлення дуже багатомірний: на одних кристалах спостерігаються одиничні, різного розміру, не завжди на всіх гранях ямки, тоді як інші суцільно покриті ямками. Досить часто на більші фігури травлення накладаються мілкіші. Розвиток мілких, більш-менш однакових за розміром фігур травлення, які суцільно вкривають грань алмазу, характерний для спонтанних кристалів та октаедричних граней монокристалів, отриманих методом температурного градієнта. Можна побачити, що трикутні ямки травлення на гранях октаедра часто утворюють ланцюжки, які можуть іти вздовж ліній ковзання.

Зауважимо, що у нашому випадку виявлені скульптури розчинення свідчать про різну ступінь досконалості внутрішньої будови кристалів від найбільш дефектних жовтих кристалів (тип I*b*) до більш досконалих блакитного (тип II*b*) і безбарвного (тип II*a*) кристалів.

**V. M. Kvasnytsya[1], S. O. Ivakhnenko[2], G. D. Ilnytska[2], O. M. Suprun[2], V. V. Lysakovskiy[2], T. V. Kovalenko[2], A. V. Burchenia[2]**

*[1]Semenenko Institute of Geochemistry, Mineralogy and Ore Formation NAS of Ukraine*
*[2]Bakul Institute for Superhard Materials NAS of Ukraine*

**DISSOLUTION FIGURES ON CRYSTALS OF DIAMOND MONOCRYSTALS OBTAINED IN THE AREA OF THERMODYNAMIC STABILITY**

*Etching of crystals makes it possible to understand the stages of crystal growth and its behavior under various types of external influences, as well as to find answers to questions related to their use and the specifics of the use of devices and products made of them. Diamond single crystals of three types Ib, IIa and IIb, obtained at high pressures and temperatures by the temperature gradient method, and diamond single crystals of type Ib, obtained by spontaneous crystallization of graphite, were studied. UV fluorescence was used to observe the presence of impurities in diamond. X-ray topography was used in order to assess the quality of the crystals. The density of etch pits was determined using selective etching. The nature of the development of various etch pits is very wide, the dissolution sculptures indicate a different degree of perfection of the internal structure of crystals, ranging from the most defective crystals of Ib type to more perfect crystals of IIb and IIa types.*

***Key words:*** *diamond single crystal, crystal etching, etch pits, facet, pyramidal depressions, defects in diamond single crystals.*

**Література**


1. Khokhryakov A. F., Pal'yanov Y. N. The evolution of diamond morphology in the process of dissolution: Experimental data // American Mineralogist. –2007. – Vol. 92, N 5-6. – P. 909–917; doi:10.2138/am.2007.2342.
2. Fedortchouk Y., Canil D., Semenets E. Mechanisms of diamond oxidation and their bearing on the fluid composition in kimberlite magmas // American Mineralogist. – 2007. Vol. 92, N 7. – P. 1200–1212; doi:10.2138/am.2007.2416.
3. Fedortchouk Y., Canil D. Diamond oxidation at atmospheric pressure: development of surface features and the effect of oxygen fugacity // European Journal of Mineralogy. – 2009. – Vol. 21, N 3. – P. 623–635; doi:10.1127/0935-1221/2009/0021-1929
4. Khokhryakov A. F., Nechaev D. V., Sokol A. G. Microrelief of Rounded Diamond Crystals as an Indicator of the Redox Conditions of Their Resorption in a Kimberlite Melt // Crystals. – 2020. – Vol. 10, N 3. – 233 (12 p.); doi:10.3390/cryst10030233
5. Moore M. Imaging diamond with x-rays. // J. Phys.: Condens. Matter. – 2009. – V. 21. – P. 364217.
6. Клепников И. В. , Васильев Е. А., Антонов А. В. О ростовой природе отрицательных форм рельефа на кристаллах алмаза из россыпей Урала // Кристаллография. – 2009. – Т. 65, № 2. – С. 304–310.
7. Кухаренко А.А. Алмазы Урала. – М : Госгеолтехиздат. – 1955. – 515 с.
8. Орлов Ю.Л. Минералогия алмаза.– М.: Наука. – 1984. – 263 с.
9. Ємельянов І. О., Грущинська О. В., Бєлєвцев О. Р. Діагностика алмазів за допомогою приладу «DiamondViewTM» // Коштовне та декоративне каміння. – 2011. – № 1. – С. 8–17.
10. Ємельянов І. О., Грущинська О. В., Бєлєвцев О. Р. Сучасна діагностика природних і штучних алмазів із застосуванням приладу «DiamondViewTM» // Записки Українського мінералогічного товариства. – 2011. – Т. 8. – С. 69–73.
11. Ємельянов І. О., Татарцев В. І. Практична реконструкція анатомії огранених алмазів за рисунками фотолюмінесценції // Коштовне та декоративне каміння. – 2013. – № 4. – С. 16–19.
12. Zolotov D. A., Buzmakov A. V., Elfimov D. A., Asadchikov V. E., Chukhovskii F. N. The possibility of identifying the spatial location of single dislocations by topo-tomography on laboratory setups // Crystallogr. Rep. – 2017. Vol. 62, N 1. – P. 20–24.
13. Хейман Р.Б. Растворение кристаллов. Теория и практика. – Л.: «Недра», Ленинградское отделение, 1979. – 272 с.
14. Sumiya H., Tamasaku K. Large Defect-Free Synthetic Type IIa Diamond Crystals Synthesized via High Pressure and High Temperature // Japanese Journal of Applied Physics. – 2012. – V. 51. – 090102 (5 p).
15. Martineau P. M., Lawson S. C., Taylor A. J., Quinn S. J., . Evans D. J. F., Crowder M. J. Identification of Synthetic Diamond Grown Using Chemical Vapor Deposition (CVD) // Gems and Gemology. – 2004. – V. 40, № 1. – P. 2–25.
16. Zaitsev A. M. Optical Properties of Diamond. Data Handbook. – Berlin: Springer, 2010. – 519 p.
17. Ширяев А. А., Золотов Д. А., Супрун Е М., Дьячкова И. Г., Ивахненко С.А., Асадчиков В. Е. Вклад структурных дефектов в интенсивность квазизапрещенных рентгкновских отражений алмаза: сравнение данных рентгеновской топографии и инфракрасной спектроскопии // Письма в ЖЭТФ. – 2020. – Т. 1, № 9. – С. 597–601.
18. Бартошинский З.В., Квасница В.Н. Кристалломорфология алмаза из кимберлитов. – К.: Наукова думка. – 1991. – 172 с.

19. Харькив А.Д., Афанасьев В.П., Квасница В.Н., Штурман В.Л., Кулакова И.И., Руденко А.П., Смирнов Г.И., Соколов В.И. Признаки каталитического окисления при высокотемпературном воздействии кимберлитового расплава на алмазы // Докл. АН СССР. – 1980. – Т. 250, № 4. – С. 949–952.
20. Хохряков А.Ф. Формы растворения алмаза в силикатных и сульфидно-металлических системах: автореф. дис. на соискание степени канд. геолого-минерал. наук. – Новосибирск. – 1988. – 16 с.
21. Хохряков А.Ф. Растворение алмаза: Экспериментальное исследование процессов и модель кристалломорфологической эволюции: автореф. дис. на соискание ученой степени д-ра геолого-минерал. наук. – Новосибирск. – 2004. – 36 с.
22. Чепуров А.И., Федоров И.И., Сонин В.М. Экспериментальное моделирование процессов алмазообразования. – Новосибирск: Изд-во СО РАН, НИЦ ОИГГМ. – 1997. – 196 с.
23. Pipkin N.J. Etch features on synthetic diamond crystals oxidized in fused salts // J. of Materials Science. – 1980. – Vol. 15. – P. 1755–1764.

*Надійшла 02.09.22*

## References

1. Khokhryakov, A. F., & Pal'yanov, Y. N. (2007). The evolution of diamond morphology in the process of dissolution: Experimental data. *American Mineralogist, 92, 5-6*, 909–917.
2. Fedortchouk, Y., Canil, D., & Semenets, E. (2007). Mechanisms of diamond oxidation and their bearing on the fluid composition in kimberlite magmas. *American Mineralogist, 92, 7,* 1200–1212.
3. Fedortchouk, Y., & Canil, D. (2009). Diamond oxidation at atmospheric pressure: development of surface features and the effect of oxygen fugacity. *European Journal of Mineralogy, 21, 3*, 623–635.
4. Khokhryakov, A. F., Nechaev, D. V., & Sokol, A. G. (2020). Microrelief of Rounded Diamond Crystals as an Indicator of the Redox Conditions of Their Resorption in a Kimberlite Melt. *Crystals, 10, 3*, 233.
5. Moore M. (2009). Imaging diamond with x-rays. *J. Phys.: Condens. Matter., 21*, 364217.
6. Klepnikov, I. V. (2009). O rostovoi prirode otritsatelnykh form reliefa na kristallakh almaza iz rossypei Urala [On the growth nature of negative relief forms on diamond crystals from Ural placers]. *Kristallografiya – Crystallographyб 65, 2*. 304–310 [in Russian].
7. Kukharenko, A. A. (1955) *Almazy Urala [Diamonds of the Urals]*. Moskwa: Gosgeoltekhizdat [in Russian].
8. Orlov, Y. L. (1984), *Mineralogiya almaza [Mineralogy of diamond]*. M.: Nauka. [in Russian].
9. Yemelianov, I. O., Hrushchinska, O. V., & Belevtsev O. R. (2011). Diahnostyka almaziv za dopomohoyu pryladu «DiamondView™» [Diagnostics of diamonds using the DiamondView™ device]. *Koshtovne ta dekoratyvne kaminnya – Precious and decorative stones, 1*, 8–17 [in Ukrainian].
10. Yemelianov, I. O, Hrushchynska, O. V., Belevtsev, O. R. (2011). Suchasna diahnostyka pryrodnykh i shtuchnykh almaziv iz zastosuvanniam pryladu «DiamondViewTM» [Modern diagnostics of natural and artificial diamonds using the "DiamondViewTM" device]. *Zapysky Ukrayins'koho mineralohichnoho tovarystva – Notes of the Ukrainian Mineralogical Society, 8,* 69–73 [in Ukrainian].
11. Yemelianov, I. O., & Tatartsev, V. I. (2013). Praktychna rekonstruktsiia anatomii ohranenykh almaziv za rysunkamy fotolyuminestsentsii *Koshtovne ta dekoratyvne kaminnya – Precious and decorative stones, 4*. 16–19 [in Ukrainian].

12. Zolotov, D. A., Buzmakov, A. V., Elfimov, D. A., et al. (2017). The possibility of identifying the spatial location of single dislocations by topo-tomography on laboratory setups. *Crystallogr. Rep., 62, 1,* 20–24.
13. Kheiman R.B. (1979). *Rastvorenie kristallov. Teoriia i praktika [Dissolution of crystals. Theory and practice]*. – Leninhrad: Nedra [in Russian].
14. Sumiya, H., Tamasaku, K. (2012). Large Defect-Free Synthetic Type IIa Diamond Crystals Synthesized via High Pressure and High Temperature. *Japanese Journal of Applied Physics, 51,* 090102.
15. Martineau, P. M., Lawson, S. C., Taylor, A. J., et al. (2004). Identification of Synthetic Diamond Grown Using Chemical Vapor Deposition (CVD). *Gems and Gemology, 40, 1,* 2–25.
16. Zaitsev, A. M. ( 2010). *Optical Properties of Diamond. Data Handbook*. Berlin: Springer.
17. Shiryaev, A. A., Zolotov, D. A., Suprun, E. M., et al. (2020). Vklad strukturnykh defektov v intensivnost kvazizapreshchennykh renthknovskikh otrazhenii almaza: sravnenie dannykh renthenovskoi topohrafii i infrakrasnoi spektroyskopii [Contribution of Lattice Defects to the Intensity of Quasi-Forbidden X-ray Reflections of Diamond: Comparison of X-Ray Topography and Infrared Spectroscopy Data]. *Pisma v ZhETF – JETP Letters, 111,* 489–493 [in Russian].
18. Bartoshinskii, Z.V., & Kvasnitsa, V.N. (1991). *Kristallomorfologiia almaza iz kimberlitov [Crystal morphology of diamond from kimberlites]*. K: Naukova dumka [in Russian]
19. Kharkiv, A.D., Afanasev, V.P., Kvasnitsa, V.N., et al. (1980) Priznaki kataliticheskoho okisleniia pri vysokotemperaturnom vozdeistvii kimberlitovoho rasplava na almazy [Signs of catalytic oxidation under high-temperature impact of kimberlite melt on diamonds]. *Doklady akademii nauk SSSR – Reports of the Academy of Sciences of the USSR. 250, 4.* 949–952 [in Russian].
20. Khokhrшakov, A. F. (1988). Formy rastvoreniia almaza v silikatnykh i sulfidno-metallicheskikh sistemakh [Forms of diamond dissolution in silicate and sulfide-metal systems]. *Extended abstract of candidate's thesis.* Novosibirsk [in Russian].
21. Khokhryakov, A. F. (2004). Rastvorenie almaza: Eksperimentalnoe issledovanie protsessov i model kristallomorfologicheskoi evoliutsii [Experimental study of processes and a model of crystal morphological evolution]. *Extended abstract of Doctor's thesis*. Novosibirsk [in Russian].
22. Chepurov A.I., Fedorov I.I., Sonin V.M. (1997). *Eksperimentalnoe modelirovanie protsessov almazoobrazovaniia [Experimental modeling of diamond formation processes]*. Novosibirsk: SO RAN, NITS OIGGM [in Russian].
23. Pipkin N.J. (1980). Etch features on synthetic diamond crystals oxidized in fused salts. *J. of Materials Science, 15,* 1755–1764.

УДК 548.4:539.3 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-144-149

**Т.В. Коваленко**, канд. техн. наук[1]; **П.М. Литвин**, канд. фіз.-мат. наук[2];
**В.В. Лисаковський**, д-р техн. наук; **С.О. Івахненко**, член-кореспондент НАН України;
**О.О. Заневський**, канд. хім. наук[1]; **В.В. Стрельчук**, д-р фіз.-мат. наук;
**А.С. Ніколенко**, канд. фіз.-мат. наук[2]

*[1]Інститут надтвердих матеріалів ім. В. Н. Бакуля Національної академії наук України, м. Київ, вул. Автозаводська 2, 0407, м. Київ, e-mail: tetiana.v.kovalenko@gmail.com*
*[2]Інститут фізики напівпровідників ім. В.Є. Лашкарьова Національної академії наук України, 03028, Україна, м. Київ, пр. Науки, 41*

# ПОЛІЕДРИЧНІ ФОРМИ МОНОКРИСТАЛІВ АЛМАЗУ З РОЗВИНУТИМИ ГРАНЯМИ ТЕТРАГОНТРИОКТАЕДРА

*Досліджено процес росту монокристалів алмазу в області термодинамічної стабільності при високих тисках 6–6,5 ГПа та температурах 1300–1500 °С (НРНТ-кристалізація) шляхом розчин-розплавної кристалізації на затравках. Показано, що при використанні розчинників Fe-Co-Ti-Cu утворюються поліедричні форми з розвитком граней {311} до 50–57 % від загальної площі поверхні кристала. Вивчені особливості кристалізації алмазів тетрагонтриоктаедричного габітусу з застосуванням апаратури високого тиску ТС40, отримано структурно досконалі кристали масою 1,97–3,75 карат в циклах вирощування тривалістю 96 – 168 годин. Для дослідження особливостей формоутворення кристалів і акцесоріїв росту поверхні в залежності від умов вирощування використано фотограмметрію та означено перспективу практичного використання результатів для створення алмазних напівпровідників при легуванні секторів росту {311} електрично активними домішками.*

***Ключові слова**: алмаз, монокристал, домішка, габітус, фотограмметрія, грані кристала.*

Морфологія алмазних монокристалів відображає ростові умови, в яких відбувалося їх вирощування, та дає інформацію про процеси кристалізації та формування дефектно-домішкового складу [1]. Для отримання НРНТ-монокристалів умови росту можливо цілеспрямовано змінювати та контролювати. У першу чергу це стосується складу ростових систем та головних параметрів, що впливають на процеси кристалізації – значень тиску та температури. Взагалі, НРНТ-алмази мають три габітусних типи: куб, октаедр та їх комбінацію у вигляді кубооктаедрів з різним ступенем розвитку граней {100} та {111}. Грані {110} і {311} мають, як правило, другорядне значення для формування габітусу. Їх розвиток залежить від величин тиску та температури, при яких проходить кристалізація, та складу розчинника, що забезпечує рівень пересичення вуглецем ростової системи. Так, для сплавів-розчинників на основі Fe-Co-Ti у відповідних діапазонах температур вирощування можливо значно підвищити ступінь розвитку простих форм {311} та {110}; інколи спостерігаються грані {511} та {711} [2, 3]. Особливостями вирощених НРНТ-монокристалів алмазу є неоднорідне захоплення домішок та дефектів, у першу чергу азоту та бору, різними секторами росту. Насамперед це стосується ростових секторів {111} та {311}, які зазвичай мають найбільшу кількість азоту та бору [4–7]. Легування бором алмазу має особливе значення для потреб твердотільної електроніки і визначає актуальну направленість досліджень по одержанню алмазів, легованих бором.

Метою роботи було вивчення морфологічних особливостей росту та габітусу структурно-досконалих монокристалів алмазу, одержаних в ростових системах Fe-Co-Ti-Cu-C, при кристалізації на затравці методом температурного градієнту. Експерименти виконані в апаратурі високого тиску типу «тороїд» ТС40 з порожниною для розміщення контейнера у

вигляді сферичного сегменту діаметром 40 та глибиною 12 мм. Вирощування монокристалів проводили при тиску 6–6,5 ГПа та температурі 1300–1500 ºС.

Ростовий об'єм діаметром 14 мм у вихідному стані заповнювався попередньо сформованим сплавом-розчинником Fe-Co-Ti-Cu у вигляді циліндру, що мав контактування з джерелом вуглецю по верхній площині. В нижній частині розчинника були розміщені затравочні кристали розміром 0,4 – 0,5 мм, що мали контакт з ним по площинам куба {100}, які при високих температурах ініціювали початок росту монокристалу з вуглецю, що надходив від джерела. Схема складання ростової комірки дозволяла створювати осьові та радіальні градієнти температури величиною 3–10 та 0,5–1,0 ºС/мм відповідно, варіювання якими дозволяло змінювати кількість вуглецю, що поступає від джерела до затравок.

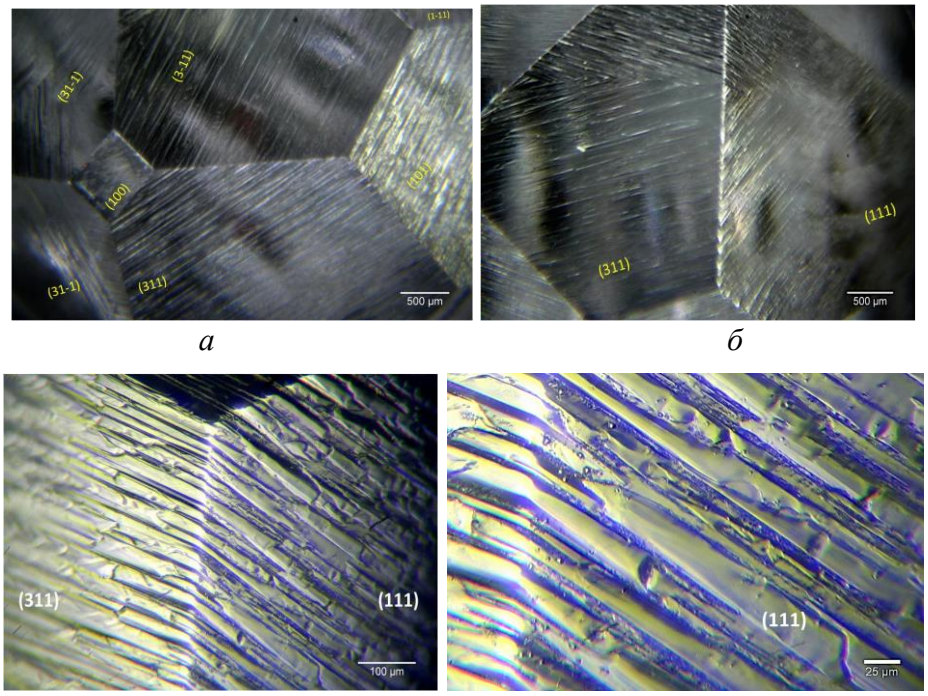
Вміст заліза і кобальту в сплавах-розчинниках складав 60–62 та 32– 4 ат. %. В процесі приготування сплавів в їх склад добавляли певну кількість титану та міді, співвідношення атомного вмісту яких між собою складало 2:1 відповідно. Процес вирощування монокристалів проводили з керуванням температури по каліброваному значенню величини змінного електричного струму резистивного нагрівання ростової комірки. В проведених 6 циклах вирощування тривалістю від 96 до 168 годин одержано структурно досконалі кристали типу IIa масою 1,97–3,75 карат. Вивчення отриманих поліедричних форм кристалів та ступеню розвитку граней за допомогою оптичної мікроскопії та гоніометрії, а також розробленого нами методу мікрофотограмметрії кристалів [8] дозволило дійти до висновку, що використані умови вирощування при застосованих температурних режимах приводять до утворення кристалів октаедр-тетрагоноктаедричного габітусу. Площинний розвиток граней {111} та {311} для досліджених зразків складав 23–40 і 35–57 % відповідно. Площа другорядних негабітусних граней (110) та (100), як правило, не перевищувала 20 %.

Детальне розглядання особливостей зовнішньої будови одного з шести вирощених кристалів, який має масу 2,72 карат та максимальну площу граней {311} понад 57 %, дозволяє узагальнити наступні основні особливості формування його габітусу.

Дослідження візуально та за допомогою оптичної мікроскопії показали відсутність включень розчинника в тій частині кристала, де використовувався стаціонарний режим росту в стабільних умовах; об'єм цієї частини складав понад 93 %. Дефектна частина кристала, яка вміщувала елементи реберно-скелетного росту та частинки сплаву розчинника розміром 0,05–0,8 мм, складала товщину <1 мм в напрямку від затравочної поверхні {100}. Ростові грані в процесі росту утворювали чітко виражені ребра та вершини, які при візуальному огляді дозволяли чітко визначати їх розмір і форму на поверхні кристалу (рис. 1). На гранях як габітусних, так і другорядних спостерігався смугастий рельєф, що представляв собою продовгуваті кристалічні утворення на їх поверхні шириною 25 – 50 мкм, висотою до 20 мкм та довжиною у середньому 100 – 300 мкм; смуги розділені впадинами 2-3 мкм, іноді глибшими. Утворення на поверхні кристалів у вигляді таких смуг досить часто можуть перетинати в одному напрямку зразу декілька граней. Подібні смуги спостерігались раніше на гранях монокристалів алмазу, вирощених в ростових системах Fe-Co-Ti-C, і описані нами раніше [2]; вони, насамперед, є результатом вторинного утворення алмазу за рахунок прикінцевої кристалізації сплаву-розчинника з виділенням залишкового вуглецю у вигляді алмазу шляхом мартенситоподібного перетворення. Таким чином, смугаста структура маскує усі деталі і особливості ростових поверхонь граней, але, незважаючи на це, вирощений кристал залишається оптично прозорим; смугасті утворення практично не впливають на їх об'ємні фізичні характеристики.

Цифрова 3D модель дослідженого кристалу, реконструйована методом мікрофотограмметрії (рис. 2) дозволяє провести детальний кількісний аналіз геометрії кристалу з використанням лінійних та кутових параметрів, а також площ та об'ємів. Так, максимальні розміри кристалу в напрямах осей координат (вісь аплікат відповідає напряму кристалізації) складають 7,05; 7,51 та 5,63 мм. З цифрових моделей, представлених на рис. 2, можна бачити ступінь анізотропії ростових процесів, що проявляється у відхиленні габітусу

кристалу від ідеальної m-3m симетрії та розорієнтації між напрямком кристалізації та віссю ростової комірки. Цей ефект, можливо, пов'язаний з асиметрією просторового розподілу температури в об’ємі розчинника.




*а* *б*

*в* *г*

*Рис. 1. Мікрофотографії поверхні вирощеного кристалу, оптична мікроскопія; а, б – режим темного поля; в, г – у відбитому світлі*

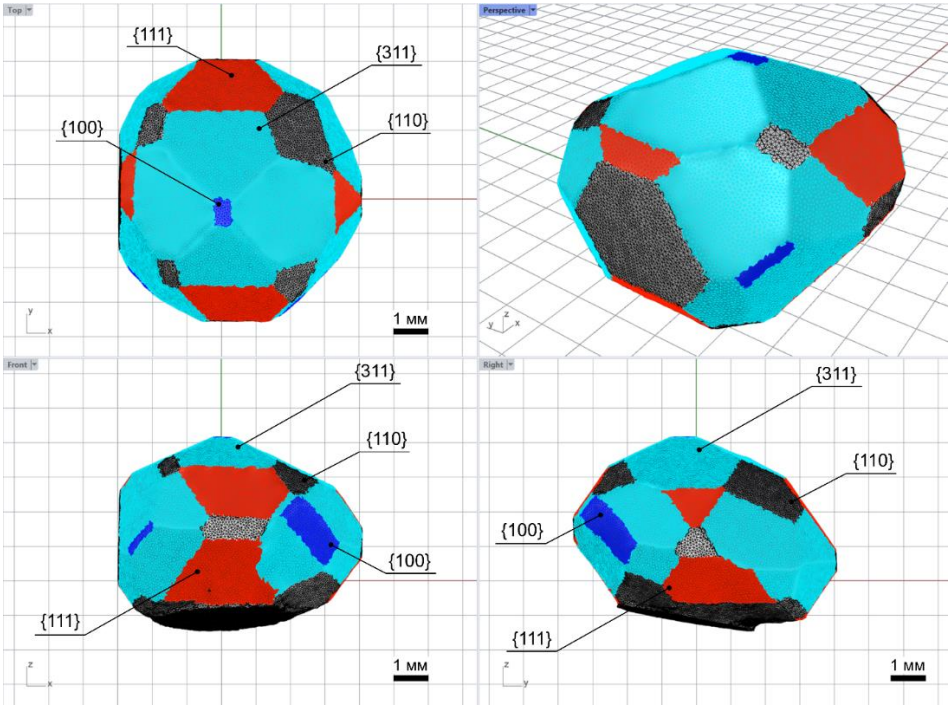



*Рис. 2. Цифрова 3D-модель вирощеного кристалу, побудована за допомогою фотограмметрії; позначення відносяться до відповідних сімейств кристалографічних площин*

Отримані з цифрової моделі центрокристалічні відстані всіх граней дозволяють легко будувати ідеалізовані 3D моделі досліджуваного кристалу, як з дотриманням m-3m симетрії, так і у повній відповідності до реальної форми, з врахуванням анізотропії центрокристалічних відстаней (рис. 3).

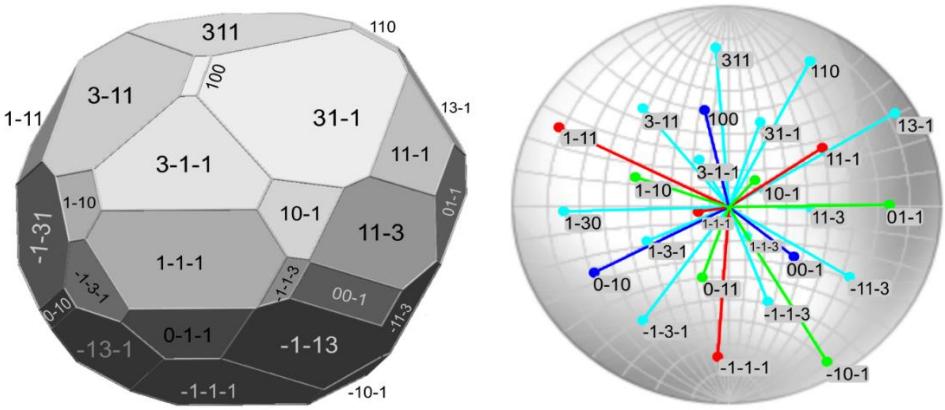



*Рис. 3. Ідеалізована 3D-модель вирощеного монокристалу алмазу та відповідно орієнтована стереографічна проекція. Побудовано з використанням [9].*

Представляє інтерес оцінка ступені розвитку грані {311} відносно інших простих форм отриманого кристалу алмазу як сумарної площі кожного сімейства граней до загальної площі поверхні кристалу. Підрахунки з використанням цифрових даних 3D моделі (рис. 2) дозволили отримати результат (рис. 4.), з якого випливає, що застосування розчинників на базі Fe-Co-Ti-Cu і використаних алгоритмів керування процесом дозволяє отримувати структурно досконалі монокристали алмазу з добре розвинутими гранями {311}.

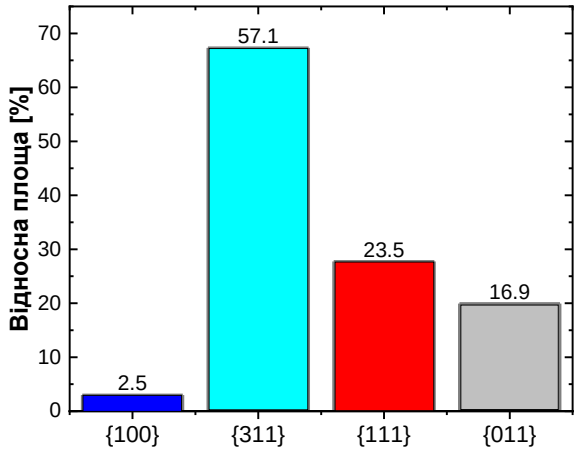



*Рис. 4. Сумарні значення площинного розвитку граней {311}, {111}, {011} та {100}*

Виконані дослідження вперше показали, що ступінь розвитку граней {311} з відповідними секторами росту може досягати практично 60 %. Для вивчення габітусних форм отриманих монокристалів дуже корисно використовувати мікрофотограмметрію, яка значно прискорює процеси вимірювання сумарних площин різних граней. Вона має велику практичну значимість та безперечну перевагу над оптично-гоніометричними методами обробки даних для аналізу дрібних зразків та вивчення особливостей поверхневих акцесоріїв росту, дозволяє прогнозувати форми локалізації необхідних для роботи частин кристалів шляхом визначення схем розкрою.

Отримані результати відкривають перспективу подальшого одержання монокристалів тетрагонтриоктаедричного габітуса з метою легування електрично активними домішками і використання для створення алмазних напівпровідників.

*Робота виконана за підтримки Національного фонду досліджень України в рамках проєкту № 2020.02/0160 «Розробка нових складів розчинників вуглецю для вирощування*

*монокристалів алмазу в області термодинамічної стабільності з контрольованим вмістом домішок азоту і бору з метою створення концепційних конструкцій електронних приладів».*

**T.V. Kovalenko[1], P.M. Lytvyn[2], V.V. Lysakovskiy[1], S.O. Ivakhnenko[1], O.O. Zanevskyy[1], V.V. Strelchuk[2], A.S. Nikolenko[2]**

*[1]Bakul Institute for Superhard Materials, National Academy of Sciences of Ukraine*
*[2]V. Lashkaryov Institute of Semiconductor Physics National Academy of Sciences of Ukraine*

**POLYHEDRIC FORMS OF DIAMOND SINGLE CRYSTALS WITH DEVELOPED FACES OF THE TETRAGONTRIOCTAHEDRON**

*The growth process of diamond single crystals in the thermodynamic stability region at high pressures of 6 – 6.5 GPa and temperatures of 1300 – 1500 °C (HPHT crystallization) by means of solution-melt crystallization on seeds was investigated. It was shown that when Fe-Co-Ti-Cu solvents are used, polyhedral forms with the development of {311} faces up to 50 – 57 % of the total surface area of the crystal are formed. The peculiarities of crystallization of diamonds of tetragontrioctahedral habit were studied using the high-pressure equipment TS40, structurally perfect crystals weighing 1.97 – 3.75 carats were obtained in growing cycles lasting 96 – 168 hours. Photogrammetry was used to study the features of crystal formation and surface growth accessories depending on the growing conditions, and the prospect of using the results to create diamond semiconductors when doping {311} growth sectors with electrically active impurities was considered.*

***Key words**: diamond, single crystal, impurity, habitus, photogrammetry, crystal faces.*

**Література**

1. Sunagawa I. Morphology of natural and synthetic diamond crystals // Materials science of the Earth's interior / I. Sunagawa (ed). Tokyo: Terra Scientific, 1984. – P. 303–330.
2. Lysakovskyi V.V., Ivakhnenko S.O., Kovalenko T.V., Kvasnytsya V.M., Burchenia A.V. Morphology of diamond single crystals grown in the Fe-Co-Ti(Zr)-C system. – J. Crystal Growth. – 2022. – Vol. 578. – 126422.
3. Burns R.C., Cvetcovic V., Dodge C.N., Evans D.J.F., Rooney M-L.T., Spear P.M., Welbourn C.M. Growth-sector dependence of optical features in large synthetic diamonds // J. Cryst. Growth. – 1990. – Vol. 104, N 2. – P. 257–279.
4. Zubkov V., Solomnikova A., Koliadin A., Butler J.E. Analysis of doping anisotropy in multisectorial boron-doped HPHT diamonds // Mater. Today Commun. – 2020. – Vol. 24. – 100995.
5. Klepikov I.V., Koliadin A.V., Vasilev E.A. Analysis of type IIb synthetic diamond using FTIR spectrometry // IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng. – 2017. – Vol. 286. – 012035.
6. Howell D., Collins A.T., Loudin L.C., Diggle P.L., D'Haenens-Johansson U.F.S., Smit K.V., Katrusha A.N., Butler J.E., Nestola F. Automated FTIR mapping of boron distribution in diamond // Diamond Relat. Mater. – 2019. – Vol. 96. – P. 207–215.
7. Solomnikova A., Lukashkin V., Zubkov V., Kuznetsov A., Solomonov A. Carrier concentration variety over multisectoral boron-doped HPHT diamond // Semicond. Sci. Technol. – 2020. – Vol. 35. – 095005.
8. Lytvyn P. M., Strelchuk V. V., Nikolenko A. S., Danylenko I. M., Ivakhnenko S. O., Kovalenko T. V., Gontar O. G., Malyuta S. V. Digital micro-photogrammetry in analysis and modeling habit and sectoral structure of real high-pressure high-temperature single-crystal diamonds // Rev. Sci. Instrum. – 2022. – Vol. 93. – 033903.
9. Rakovan J. Computer programs for drawing crystal shapes and atomic structures // Rocks & Minerals. – 2018. – Vol. 93, N 1. – P. 60–64.

*Надійшла 01.09.22*

**References**

1. Sunagawa, I. (1984). Morphology of natural and synthetic diamond crystals. *Materials science of the Earth's interior*. I. Sunagawa (Ed.). Tokyo: Terra Scientific.
2. Lysakovskyi, V.V., Ivakhnenko, S.O., Kovalenko, T.V., et al. (2022). Morphology of diamond single crystals grown in the Fe-Co-Ti(Zr)-C system. *J. Crystal Growth, 578* 126422.
3. Burns, R.C., Cvetcovic, V., Dodge, C.N., et al. (1990). Growth-sector dependence of optical features in large synthetic diamonds. *J. Cryst. Growth, 104*, 257–279.
4. Zubkov, V., Solomnikova, A., Koliadin, A., & Butler, J.E. (2020). Analysis of doping anisotropy in multisectorial boron-doped HPHT diamonds. *Mater. Today Commun., 24*, 100995.
5. Klepikov, I.V., Koliadin, A.V., & Vasilev, E.A. (2017). Analysis of type IIb synthetic diamond using FTIR spectrometry. *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng., 286*, 012035.
6. Howell, D., Collins, A.T., Loudin, L.C., et al. (2019). Automated FTIR mapping of boron distribution in diamond. *Diamond Relat. Mater., 96*, 207–215.
7. Solomnikova, A., Lukashkin, V., Zubkov, V., et al. (2020). Carrier concentration variety over multisectoral boron-doped HPHT diamond. *Semicond. Sci. Technol., 35*, 095005.
8. Lytvyn, P. M., Strelchuk, V. V., Nikolenko, A. S., et al. (2022). Digital micro-photogrammetry in analysis and modeling habit and sectoral structure of real high-pressure high-temperature single-crystal diamonds. *Rev. Sci. Instrum., 93*, 033903.
9. Rakovan, J. (2018). Computer programs for drawing crystal shapes and atomic structures. *Rocks & Minerals, 93, 1*, 60–64.

УДК 548.4:539.3 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-149-154

**С. О. Гордєєв**, канд. техн. наук; **В. В. Лисаковський**, д-р техн. наук; **В. Ю. Клочок**, асп.; **А. В. Бурченя**, канд. техн. наук; **Т. О. Сакал**

*Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, 04074 м. Київ, вул. Автозаводська, 2, e-mail:* sgordeev9090@gmail.com

## ОСОБЛИВОСТІ НАПРАВЛЕНОГО РОСТУ МОНОКРИСТАЛІВ АЛМАЗУ В СИСТЕМІ Fe–Ni–Zn–C

*Вивчено особливості процесу росту монокристала алмазу типу Ib в розчин–розплавній системі Fe–Ni–Zn–C методом температурного градієнта в апараті високого тиску типу «тороїд» ДО 044 при тиску 6 ГПа та температурі 1400 ºС. Використані добавки Zn в джерело вуглецю при вирощуванні алмазу в межах від 5 до 30 мас. %, що дозволило отримувати структурно досконалі монокристали масою до 3,65 ct. Встановлено, що зі збільшенням легуючої добавки Zn спостерігається зростання масових швидкостей росту монокристалів алмазу до 8–9 мг/год.*

***Ключові слова:*** *монокристал алмазу, добавки, габітус, Fe–Ni–Zn–C дефектів, октаедр, вирощування.*

### Вступ

Класичним методом для вирощування монокристалів алмазу є метод температурного градієнта [1, 2] за умови знаходження ростової системи в області термодинамічної стабільності алмазу. Проведені раніше дослідження показали, що монокристали алмазу, отримані таким способом, можливо вирощувати з високим ступенем структурної досконалості

та забезпечувати необхідний дефектно-домішковий склад з широкими межами проведення процесу та складу ростової системи і необхідного розподілу температури у кристалізаційному об'ємі.

Однак досі немає інформації про вплив цинку на процес перетворення графіту в алмаз. Таким чином, було важливо при вирощуванні отримати дані про вплив дії цинку на процес кристалізації алмазу. Виходячи з цього, було отримано кристали алмазу у системі Fe–Ni–C [3] з добавкою цинку в розчин-розплавну систему в діапазоні від 5 мас.% до 30 мас.% (вагове співвідношення до маси джерелі).

Експерименти по вирощуванню проводили в системі метал-розчинник вуглець з добавкою цинку при тиску від 6,0-6,5 ГПа і температурі від 1300 до 1600 °С, та витримкою впродовж часу до 150 год.

Дефектно-домішковий склад отриманих монокристалів алмазу вивчено методом ІЧ-спектроскопії. Концентрації домішок азоту в кристалах визначали за методом внутрішнього стандарту, згідно з яким в якості еталона обрали характеристичну з смуг поглинання, обумовлену коливаннями ґратки (2030 $см^{-1}$), для якої коефіцієнт поглинання відомий [4, 5]. Концентрацію парамагнітного азоту (Nc,$см^{-3}$) у кристалі у вигляді одиночних атомів заміщення вуглецю (центр С) розраховували по інтенсивності смуги 1135 $см^{-1}$: $N_c = k \cdot 10^{18} \times 1135$, де ×1135 – коефіцієнт поглинання для максимуму смуги, а $k$ – коефіцієнт пропорційності [6–8].

**Результати дослідження та їх обговорення**

Експерименти було виконано в апаратурі високого тиску ТС-40; вирощування алмазів проводили при $P$ = 6,0–6,2 ГПа і $T$ = 1380–1420 ºС. Для встановлення оптимального співвідношення графіту і цинку було проведено більш ніж 20 циклів вирощування з витримками при різних температурах і вибраними алгоритмами нагрівання. В експериментах, у яких вміст цинку перевищував 30 % мас., монокристали захоплювали включення по всьому об'єму, які розподілялися в шарах росту по периферії кристала. Найчастіше це спостерігалось у випадку, коли дві грані одного типу підходять один до одної поблизу ребра {111} (рис. 1).

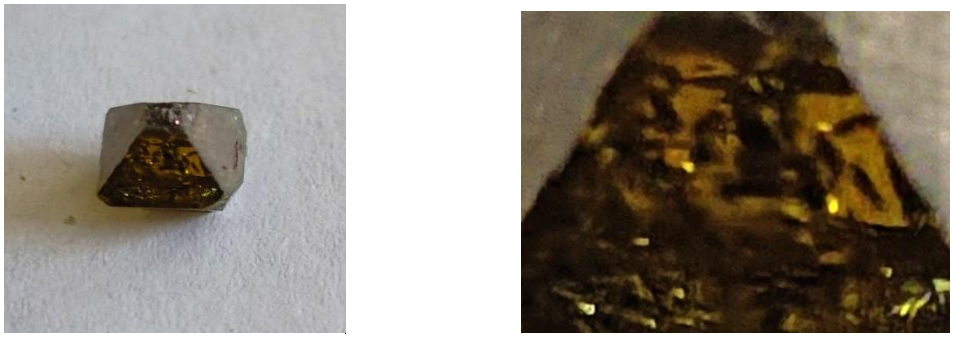


*Рис. 1. Утворення включень у монокристалі алмазу, отриманому в ростовій системі Fe-Ni-Zn-C з вмістом Zn 40 мас.%*

Враховуючи той факт, що розмір атомів цинку перевищує розмір вуглецевих, ввести добавку цинку в решітку алмазу неможливо, що стає причиною утворення включень в алмазі. Таким чином, включення в алмазі, швидше за все, складаються з карбіду цинку, який утворюється при його розплавленні в умовах високих тисках та температур [9–11].

Крім того, тиск і температура кристалізації структурно досконалих зразків зростають зі збільшенням добавки цинку, але при цьому зменшується кількість спонтанних зародків. Швидкість росту алмазу прискорюється відповідним додаванням цинку в межах 10-20 мас.%, тоді як добавка цинку понад 20 мас.% у сплаві-розчиннику демонструє пригнічувальний ефект з утворенням дефектів включень у монокристалі (рис. 1).

Оптимізація вмісту цинку показала, що для отримання структурно досконалих зразків доцільно використовувати необхідну кількість цинку на рівні 10-20 мас.%, який додавався у джерело вуглецю. Для отримання октаедричної форми монокристала алмазу проведено експерименти з різним часом витримок. При відстеженні початкового етапу формування монокристала алмазу з однаковим вмістом цинку та однаковим температурним режимом використано протяжність цинку 24 год. Усього проведено понад 10 циклів вирощування. Всі кристали мали октаедричний габітус (рис. 2). Типовий ІЧ-спектр поглинання приведено на рис. 3. Кінетику збільшення маси кристалів алмазу в залежності від часу вирощування показано на рис. 4.

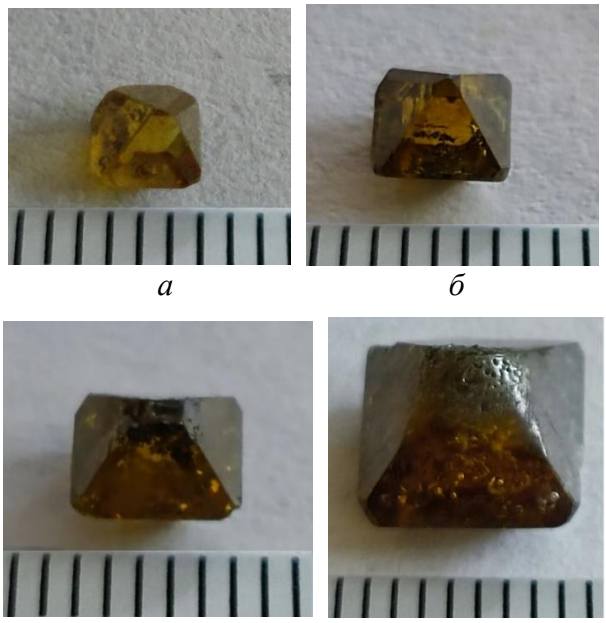



*Рис. 2. Отримані монокристали алмаза в металі-розчиннику Fe-Ni з добавкою Zn; кристали октаедричної форми вирощені з різним інтервалом часу: А – 24 год (0,2 ct), Б – 48 год (0,6 ct) В – 72 год (1,95 ct), Г – 120 год (3,65 ct)*

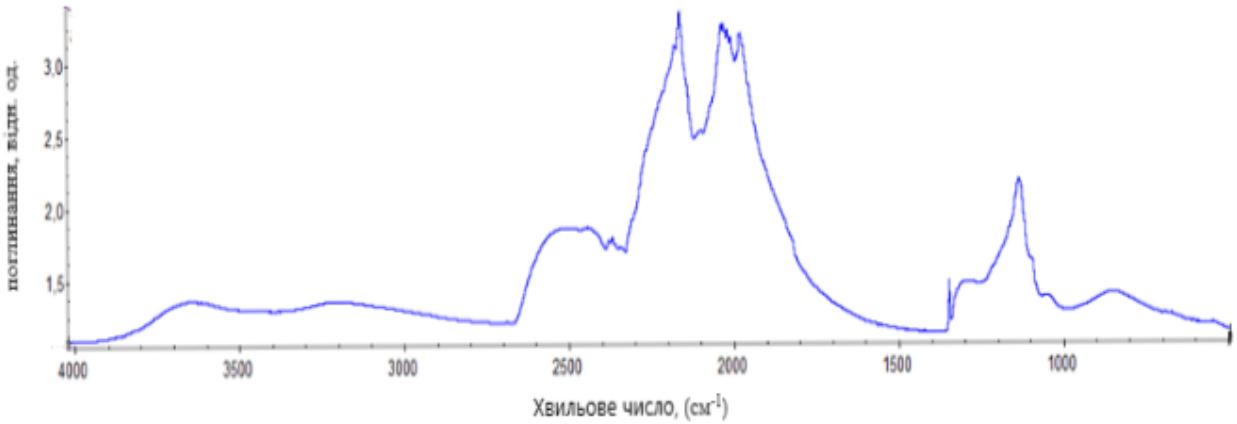



*Рис. 3. Типовий спектр ІЧ-поглинання монокристала алмазу, отриманого в ростовій системі Fe–Ni–Zn–C з вмістом добавки цинку 18 мас.%*

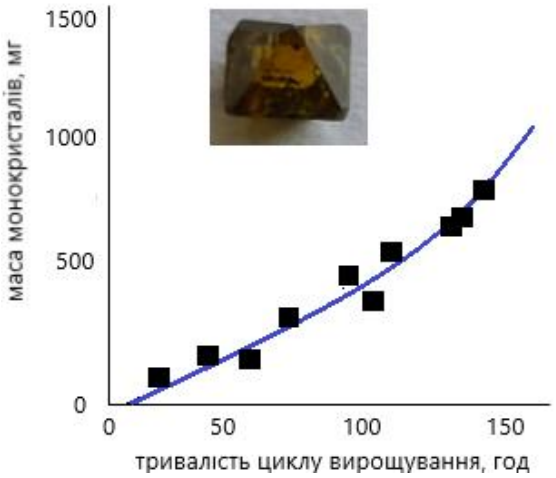



*Рис. 5. Узагальнені кінетичні дані маси монокристалів алмазу, отриманих при використанні сплаву-розчинника на основі Fe–Ni з додаванням Zn, у залежності від тривалості циклу вирощування*

Методами ІЧ-спектроскопії досліджено дефектно-домішковий склад монокристалів алмазу та визначено кількість домішок. Домішок цинку в гратці кристала не було знайдено, тому можна сказати, що цинк не входить в гратку алмазу як доміщка заміщення; дослідження показали, що в системі Fe–Ni–Zn кристалізуються монокристали типу I*b* з вмістом азоту ($N_c$) 50–60, 70–75, 80–90 ppm; на ІЧ-спектрах таких монокристалів присутні смуги поглинання при 1345 та 1135 $см^{-1}$ (рис. 3), пов'язані з присутністю в кристалах домішки азоту у вигляді С-дефекту.

Дослідження кінетики росту монокристалів алмазу показало, що масова швидкість монокристалів типу Ib при легуванні розчинника вуглецю Fe–Ni–C цинком в межах до 30 мас.% зростає в 2 рази (рис. 4).

**Висновки**

1. В ростовій системі Fe–Ni–Zn–C з добавкою цинку 5–30 мас.% кристалізуються монокристали алмазу октаедричного габітуса; їх габітус не змінюється при тривалості вирощування від 24 до 140 год.

2. Швидкість росту кристалів алмазу в досліджених ростових системах збільшується приблизно в два рази.

3. Використання розчин–розплавних систем Fe–Ni–Zn–C для направленої кристалізації алмазу в області термодинамічної стабільності дозволяє застосування таких розчинників для виробничих потреб з метою використання монокристалів типу Ib для виготовлення з них великорозмірних пластин.

**S. O. Hordieiev; V. V. Lysakovskyi, V. Y. Klochok, A. V. Burchenia, T. O. Sakal**

*V.M. Bakul Institute for Superhard Materials of National Academy of Science of Ukraine*

**PECULIAQRITIES OF THE DIRECTED GROWTH OF SINGLE CRYSTALS DIAMOND IN THE Fe–Ni–Zn–C SYSTEM**

*The growth process peculiarities of single crystal diamond of Ib type in solution–melt system Fe–Ni–Zn–C by the method of temperature gradient in high–pressure devices of the «toroid» type DO 044 at a pressure of 6 GPa and temperature of 1400 ºC were studied. Zn additives were used in the carbon source during diamond cultivation in the range from 5 to 30 mass %, allowing to receive structurally perfect single crystals weighing up to 3.65 ct. It was established that during an increase in the alloying additive Zn, an increase in mass is observed with the growth rates of diamond single crystals up to 8–9 mg/h.*

***Key words:*** *single crystal of diamond, additives, crystal habit, Fe–Ni–Zn–C, defects, octahedron, growth.*

**Література**


1. Strong H. M., Wentorf R. H. The growth of large diamond crystals // J. Naturwissenschften. – 1972. – Vol. 59, N 1. – P. 1–7.
2. Wentorf R. H. Some studies of diamond growth rates// J. Phys. Chem. – 1971. – Vol. 75, N 12. – P. 1833–1837.
3. Chepurov A. I., Yelisseyev A. P., Zhimulev E. I., Sonin V. M., Fedorov I. I., Chepurov A. A. High-Pressure, High-Temperature Processing of Low-Nitrogen Boron-Doped Diamond // Inorganic Materials. – 2008. – Vol. 4, N 4. – P. 377–381.
4. Физические свойства алмаза: справочник/ под ред. Н. В. Новикова. – К.: Наукова думка, 1987. – 191 с.
5. Клюев Ю.А., Непша В.И., Безруков Г.Н. Инфракрасные спектры синтетических алмазов // Алмазы. –1972. – Вып. 5. – С. 5–10
6. Начальная Т. А., Подзярей Г. А., Прихна А. И. и др. Спектроскопические исследования поликристаллов, спеченных из алмазных микропорошков // Сверхтвердые материалы. –1981. – № 3. – С. 23–27.
7. Соболев Е. В., Литвин Ю. А., Самсоненко Н. Д. и др. О состоянии примесного азота в искусственном алмазе // ФТТ. – 1968. – Т. 10, № 7. – С. 2266–2268.
8. Chrenko R. M., Strong H. M., Tuft R. E. Dispersed paramagnetic nitrogen content in large laboratory diamond // Phil. Mag. – 1971. – Vol. 23, N 182. – P. 313–318.
9. Liu X.B., Ma H.A., Zhang Z.F., Zhao M., Guo W., Hu M.H., Huang G.F., Li Y., Jia X.P. Effects of zinc additive on the HPHT synthesis of diamond in Fe–Ni–C and Fe–C systems // Diamond and Related Materials. – 2011. – Vol. 20. – P. 468–474.
10. Шульженко А.А., Игнатьева И.Ю., Осипов А.С., Смирнова Т.И., Дуб С.Н., Белявина Н.Н., Маркив В.Я. Диаграмма состояния системы Zn–C при давлениях до 8 ГПа // Сверхтвердые материалы. – 2000. – № 4. – С. 10–13.
11. Туркевич В.З. Термодинамический расчет диаграммы состояния системы Zn–C при давлениях до 8 ГПа // Сверхтвердые материалы. – 2000. – № 4. – С. 14–18.
12. Малоголовец В.Г., Чипенко Г.В., Ивахненко С.А. Изменения в примесном составе монокристаллов синтетического алмаза при термобарической обработке Сверхтвердые материалы. – 1991. – № 1. – С. 14–17.


*Надійшла 13.09.22*

**References**


1. Strong, H. M., & Wentorf, R. H. (1972). The growth of large diamond crystals. *J. Naturwissenschften, 59, 1,* 1–7.
2. Wentorf R. H. (1971). Some studies of diamond growth rates. J. *Phys. Chem, 75, 12,* 1833–1837.
3. Chepurov, A. I., Yelisseyev, A. P., Zhimulev, E. I., et al. (2008). High-Pressure, High-Temperature Processing of Low-Nitrogen Boron-Doped Diamond. *Inorganic Materials, 4, 4,* 377–381.
4. Novikov N. V. (Eds.) (1987). *Fizicheskie svoistva almaza: spravochnik [Physical properties of diamond: a reference]*. Kiev: Naukova dumka [in Russian].
5. Kluiev, Yu. A., Nepsha, V. I., Bezrukov, G. N. (1972). Infrakrasnye spektry sinteticheskilkh almazov [Infrared specter of synthetic diamonds]. *Almazy – Diamonds, 5,* 5–10 [in Russian].
6. Nachalnaia, T. A., Podzerei, G. A., Prikhna, A. I., et al. (1981). Spectroskopicheskie issledovaniia polikristallov, spechennykh iz almaznykh mikroporoshkov [Spectroscopic studies of polycrystals sintered from diamond micropowders]. *Sverkhtverdye materialy – Superhard materials, 3,* 23–27 [in Russian].

7. Sobolev E. V., Litvin Yu. A., Samsonenko N. D., et al. (1968). O sostoianii prymesnoho azota v iskusstvennom almaze [On the state of impurity nitrogen in artificial diamond]. *FTT – PSS, 10, 7,* 2266–2268 [in Russian].
8. Chrenko, R. M., Strong, H. M., & Tuft, R. E. (1971). Dispersed paramagnetic nitrogen content in large laboratory diamond. *Phil. Mag., 23, 182,* 313–318.
9. Liu, X.B., Ma, H.A., Zhang, Z.F., et al. (2011). Effects of zinc additive on the HPHT synthesis of diamond in Fe–Ni–C and Fe–C systems. *Diamond and Related Materials, 20,* 468–474.
10. Shulzhenko, A.A., Ihnateva, Y.Yu., Osipov, A.S., et al. (2000). Diahramma sostoianiia sistemy Zn–C pri davleniiakh do 8 HPa [Diagram of the state of the Zn–C system at pressures up to 8 GPa]. *Sverkhtverdye materialy – Superhard materials, 4*, 10–13 [in Russian].
11. Turkevich, V.Z. Termodinamicheskii raschet diahrammy sostoianiia sistemy Zn–C pri davleniiakh do 8 HPa [Thermodynamic calculation of the phase diagram of the Zn–C system at pressures up to 8 GPa]. *Sverkhtverdye materialy – Superhard materials, 4*, 14–18 [in Russian].
12. Malogolovets, V.G., Chipenko, G.V., & Ivakhnenko S.A. (1991). Izmeneniia v primesnom sostave monokristallov sinteticheskoho almaza pri termobaricheskoi obrabotke [Changes in the Impurity Composition of Synthetic Diamond Single Crystals during Thermobaric Treatment]. *Sverkhtverdye materialy – Superhard materials, 1,* 14–17 [in Russian].

УДК 004.94:539.893:539.4 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-154-163

**С. Б. Полотняк**, канд. техн. наук; **О. О. Лєщук**, д-р техн. наук; **В. В. Лисаковський**, д-р техн. наук; **С. О. Івахненко**, чл.-кор. НАН України

*Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська, 2, 04074 Київ, e-mail: psb@ism.kiev.ua*

# ЧИСЕЛЬНЕ МОДЕЛЮВАННЯ ВПЛИВУ РОЗМІРУ ОПОРНОЇ ПОВЕРХНІ ПУАНСОНІВ ШЕСТИПУАНСОННОГО КУБІЧНОГО АПАРАТА ВИСОКОГО ТИСКУ НА РІВЕНЬ ДОСЯЖНОГО ТИСКУ ТА ГРАНИЧНИЙ СТАН ПУАНСОНІВ

*Метою роботи є визначення впливу розміру опорної поверхні пуансонів на рівень згенерованого тиску в шестипуансонному кубічному апараті та граничний стан пуансонів. Проведено комп'ютерне моделювання з використанням методу скінченних елементів процесу стиску піpофілітового контейнера між пуансонами з різним діаметром опорної поверхні; досліджено напружено-деформований і граничний стани контейнера і пуансонів в процесі деформування. Встановлено, що розмір опорної поверхні практично не впливає на характер розподілу тиску, згенерованого в контейнері. Зменшення розміру опорної поверхні зумовлює збільшення величини еквівалентних напружень в області на осі симетрії над плоскою ділянкою робочої поверхні. Тому недоцільно суттєво зменшувати розмір опорної поверхні пуансонів.*

*Ключові слова: апарат високого тиску, комп'ютерне моделювання, тиск, напружено-деформований стан.*

## Вступ. Постановка задачі

При промисловому вирощуванні структурно досконалих монокристалів алмазу методом температурного градієнта широко використовують шестипуансонні кубічні апарати

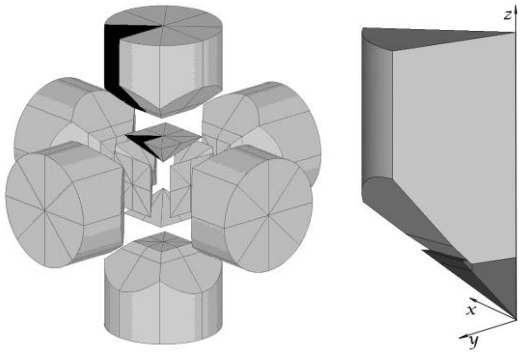
високого тиску (АВТ) [1–3]. Такі апарати, оснащені пуансонами з найміцніших на даний час конструкційних матеріалів – високоякісних вольфрам-кобальтових твердих сплавів, – здатні створювати та підтримувати протягом тривалого часу в достатньо великих ростових об'ємах (понад 10 см$^3$) високий квазігідростатичний тиск 6–8 ГПа при температурі до 1800 °С. Рівень досяжного в АВТ тиску обумовлений як фізико-механічними характеристиками матеріалу пуансонів [4], так і їх конструкційними (розмірними) параметрами.

Метою даної роботи є визначення впливу розміру опорної поверхні пуансонів на рівень згенерованого в АВТ тиску та граничний стан пуансонів. Для цього проведено комп'ютерне моделювання з використанням методу скінченних елементів процесів стиску в шестипуансонному АВТ піrофілітового контейнера між пуансонами із вольфрам-кобальтового твердого сплаву KF308 із різним діаметром опорної поверхні і досліджено напружено-деформований та граничний стани контейнера і пуансонів в процесі деформування.

В якості об'єкту дослідження розглянуто шестипуансонний АВТ з діаметром плунжерів 560 мм, що використовують при вирощуванні монокристалів алмазу на затравці в Інституті надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України (ІНМ) [5]. Пуансони мають подвійно скошену робочу поверхню у вигляді двоступінчастих пірамідальних площадок з горизонтальною площадкою розмірами 46×46 мм. Піrофілітовий контейнер має форму куба з розміром ребра 58 мм.

Для визначення напружено-деформованого і граничного станів контейнера і пуансонів в процесі деформування використано розроблену в ІНМ методику чисельного моделювання процесу стиску піrофілітового контейнера між пуансонами шестипуансонного АВТ [6].

У зв'язку із симетрією конструкції АВТ та умов його навантаження в якості розрахункової схеми обрано 1/48 його частину (рис. 1). Таке спрощення дає можливість значного скорочення часу розрахунків.




*а* *б*

*Рис. 1. Розрахункова схема шестипуансонного АВТ, що складається з контейнера та шести стискаючих пуансонів (а), та її 1/48 частина (б)*

Процес навантаження контейнера в шестипуансонному АВТ поділено на два етапи. На першому етапі матеріал контейнера починає витікати в зазори між пуансонами і утворює так звані деформуючі прокладки довжиною 3–4 мм. Величина тиску в контейнері становить ~ 0,2 ГПа з практично рівномірним його розподілом. На другому етапі довжина деформуючих прокладок досягає кінцевих значень в 11–13 мм, ростова комірка герметизується зі створенням робочого тиску.

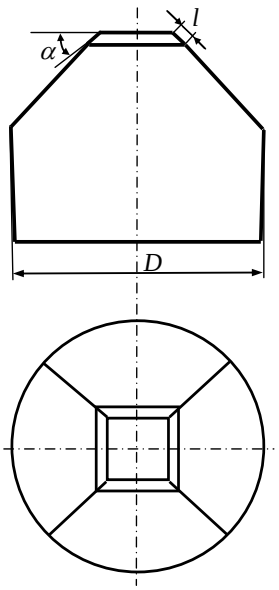



*Рис. 2. Геометричні параметри пуансона*

Моделювання процесу стиску контейнера починали з другого етапу, тобто кінцева стадія першого етапу була прийнята як початкова умова. Таке допущення дозволяє уникнути розбіжності у розв'язку задачі через високу спотвореність геометрії

скінченних елементів і складний механізм пластичної течії матеріалу контейнера в кутах робочої поверхні кубічних пуансонів на першому етапі стиску.

Чисельне моделювання проведено для трьох варіантів діаметра *D* опорної поверхні пуансона (рис. 2): 100, 128 (стандартний) та 140 мм. В якості матеріалу пуансонів прийнято вольфрам-кобальтовий твердий сплав KF308 ($E$ = 650 ГПа, ν = 0,3, $R^0_{p0,2}$ = 6,25 ГПа).

При моделюванні було задано наступні граничні і контактні умови:

– на торцевій поверхні пуансона – осьове переміщення $u_z$ = -3,0 мм (в подальшому в тексті будемо використовувати абсолютне значення $u_z$);

– на поверхнях симетрії пуансона, куба та деформуючих прокладок – умова симетрії;

– на плоскій ділянці робочої поверхні контакту пуансона з контейнером – умова контактної взаємодії з коефіцієнтом тертя 0,95 (практично абсолютне зчеплення);

– на поверхнях контакту деформуючої прокладки з пуансоном – умова контактної взаємодії з коефіцієнтом тертя 0,05 (практично абсолютне прослизання).

При проведенні розрахунків застосовували розроблене в ІНМ програмне забезпечення для скінченно-елементного розв'язання контактних термопружнопластичних задач при скінченних деформаціях. Були прийняті вихідні положення, що матеріал пуансонів деформується пружно, пластичне деформування пірофілітового контейнера визначається моделлю лінійно-зміцненого тіла. Значення механічних властивостей пірофіліту і твердого сплаву прийняті з урахуванням їх залежностей від тиску [7–12].

Для оцінки граничного стану твердосплавних пуансонів використано наступні критерії міцності:

критерій найбільших дотичних напружень $\sigma_e^{III} = \sigma_1 - \sigma_3 \le R_{p0,2}$,

критерій Мора (як такий що враховує різний опір матеріалу розтягуванню і стиску) $\sigma_e^{Mor} = \sigma_1 - \chi\sigma_3 \le R_m$,

та два критерії, що враховують вплив проміжного головного напруження $\sigma_2$ на міцність матеріалу:

питомої потенціальної енергії формозміни

$$\sigma_e^{IV} = \sigma_i = \frac{1}{\sqrt{2}}\sqrt{(\sigma_1-\sigma_2)^2+(\sigma_2-\sigma_3)^2+(\sigma_3-\sigma_1)^2} \le R_{p0,2},$$

критерій міцності Писаренка-Лебедєва $\sigma_e^{PL} = \chi\sigma_i + (1-\chi)\sigma_1 \le R_m$, $\chi = \frac{R_m}{R_{cm}}$,

де $\sigma_e^{III}$, $\sigma_e^{IV}$, $\sigma_e^{Mor}$, $\sigma_e^{PL}$ – еквівалентні напруження за критеріями найбільших дотичних напружень, питомої потенціальної енергії формозміни, Мора та Писаренка-Лебедєва відповідно; $\sigma_1$, $\sigma_2$, $\sigma_3$ – головні напруження; $R_{p0,2}$ – границя плинності під час непропорційного видовження, $R_m$ – границя міцності під час розтягування, $R_{cm}$ – границя міцності під час стиску.

При оцінюванні міцності враховували вплив гідростатичного тиску на границю міцності матеріалу пуансонів, що обумовлено характером їх напруженого стану – у найбільш навантажених та небезпечних з точки зору руйнування зонах матеріал пуансонів перебуває в умовах всебічного стиску. Так, для вольфрам-кобальтових твердих сплавів із вмістом кобальту 3–8 мас. % залежність границь плинності та міцності від тиску $p$ має вигляд [11]

$$R_{p0,2} = R^0_{p0,2} + R'_{p0,2}p,\ R_{cm} = R^0_{cm} + R'_{cm}p,$$

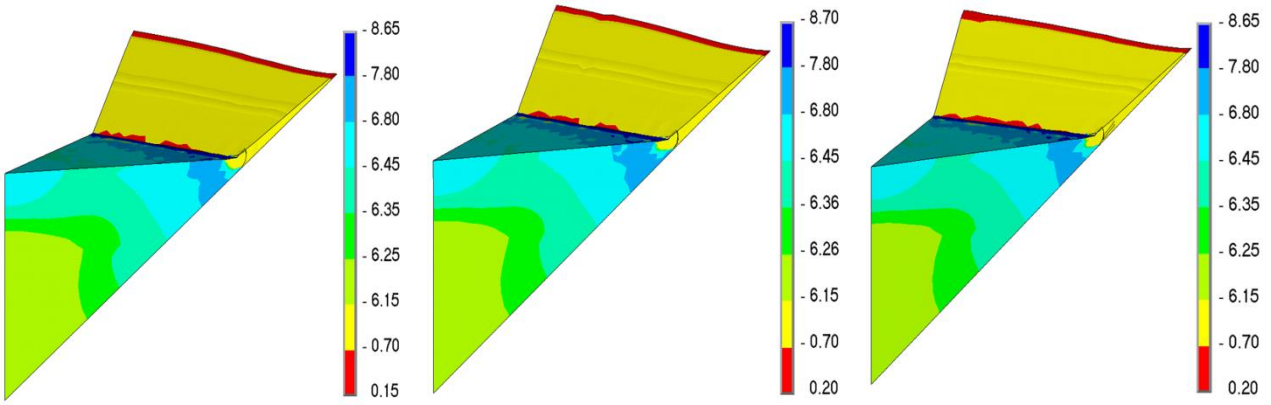
де $R^0_{p0,2}$, $R^0_{cm}$, $R'_{p0,2}$, $R'_{cm}$ – відповідно границі плинності і міцності під час стиску за умов нормального тиску та їх похідні по тиску. Вказана залежність дає можливість визначати вимоги до границі міцності пуансонів АВТ для забезпечення їх працездатності при створенні

високого тиску із урахуванням зміцнення. Для сплавів із вмістом кобальту 3–8 мас. % за даними [11, 12] $R'_{p0,2}$ = 0,08÷0,12, $R'_{cm}$ = 3÷4. Оскільки у небезпечних з точки зору руйнування пуансонів областях значення гідростатичного тиску дорівнює 5÷8 ГПа, для границі плинності сплаву KF308 із урахуванням зміцнення під дією тиску маємо $R_{p0,2} \approx 7$ ГПа.

В якості границь міцності у критеріях Мора та Писаренко-Лебедєва використовуються їх значення під час розтягування ($R_m$) та під час стиску ($R_{cm}$). Але для WC-Co твердих сплавів у літературі практично відсутні дані щодо границі міцності під час розтягування, тому для оцінки величини $R_m$ використовували результати роботи [13] по дослідженню зв'язку між границями міцності на триточковий згин (TRS) та $R_m$ твердих сплавів. Так, для сплавів із вмістом кобальту 3÷8 мас. % $R_m$ = (0,5÷0,7) TRS. Для сплаву KF308 маємо: $R_m$ = (0,5÷0,7)·2,56 ГПа ≈ 1,2 ГПа.

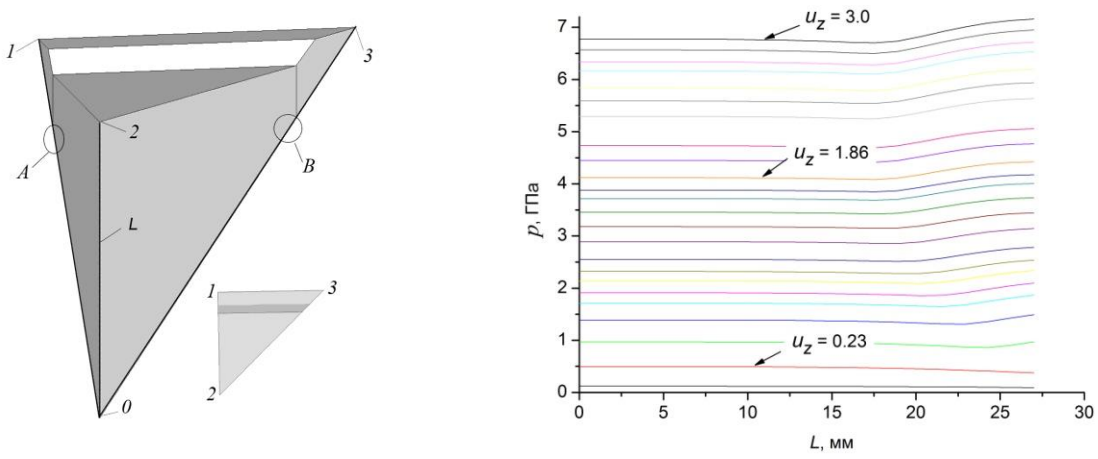
**Напружено-деформований та граничний стан АВТ**

Характер розподілу тиску в кубічному контейнері АВТ при переміщенні пуансонів $u_z$ = 2,85 мм показано на рис. 3. З наведених даних видно, що розмір опорної поверхні пуансона практично не впливає на розподіл тиску в контейнері.




*а* *б* *в*

*Рис. 3. Розподіл гідростатичного тиску (ГПа) в кубічному контейнері при його стиску в АВТ: а – D = 100 мм, б – D = 128 мм, в – D = 140 мм*



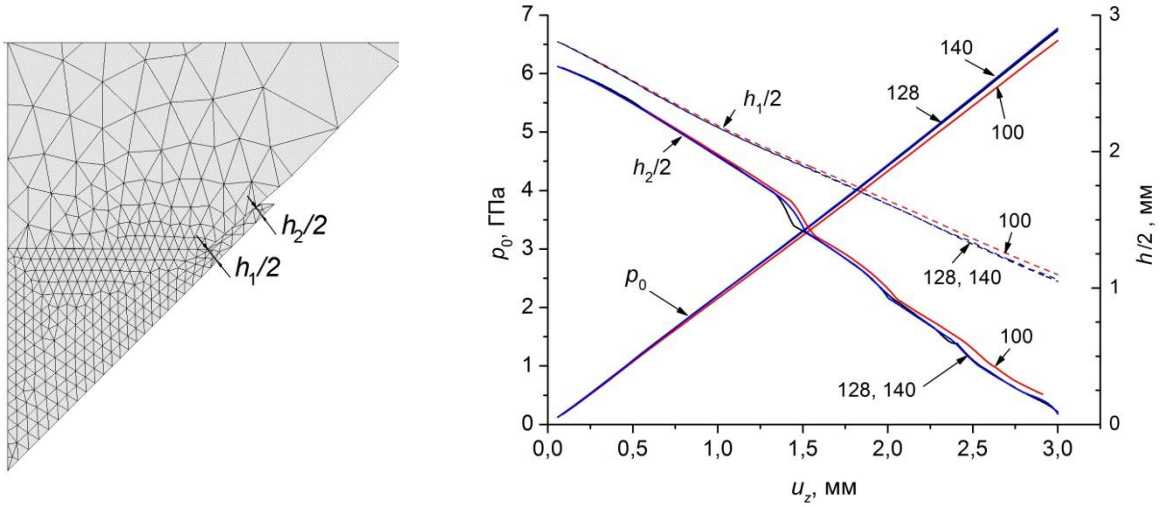

*а* *б*

*Рис. 4. Схема розрахункової частини здеформованого контейнера (а) та зміна тиску в ньому вздовж напрямку 0–2 (б) в процесі стиску (D = 140 мм)*

На рис. 4 наведено зміну тиску в здеформованому контейнері вздовж напрямку 0–2 від його центру.

Як видно, в центральній частині контейнера (на довжині *L* до 13 мм) градієнт тиску практично відсутній (< 0,001 ГПа/мм), що пояснюється віддаленістю даної частини матеріалу контейнера від пуансонів – вона не бере участі в утворенні деформуючої прокладки, а лише стискається рівномірно з усіх сторін. В областях сходження пуансонів (*A*, *B*) має місце суттєва концентрація напружень, обумовлена витіканням матеріалу контейнера в зазори між пуансонами з утворенням деформуючої прокладки. По мірі навантаження сили тертя між пуансоном і прокладкою зростають, що призводить до сповільнення витікання матеріалу контейнера, ростова комірка герметизується і тиск підвищується у всьому об'ємі контейнера. Рівень напружень в деформуючій прокладці суттєво зростає і забезпечує достатню силову підтримку бокових поверхонь пуансона.

На рис. 5 показано одержані в результаті моделювання дані зі зміни величини гідростатичного тиску в центрі кубічного контейнера та товщини деформуючої прокладки на початку і в кінці зони контакту з бічною поверхнею пуансона в процесі навантаження АВТ.




*а* *б*

*Рис. 5. Схема визначення товщини деформуючої прокладки (а), зміна гідростатичного тиску в центрі кубічного контейнера p0 (б) та товщини деформуючої прокладки на початку (h1/2) та в кінці (h2/2) зони контакту з бічною поверхнею пуансона в процесі навантаження АВТ з пуансонами із діаметрами опорної поверхні 100, 128 та 140 мм*

З наведених даних видно, що розмір опорної поверхні пуансона не суттєво впливає на зміну величини гідростатичного тиску в центрі контейнера і товщини деформуючої прокладки: для діаметрів 128 і 140 мм графіки практично співпадають, а для діаметра 100 мм різниця не перевищує 3–4 %. По мірі стиску контейнера товщина деформуючої прокладки зменшується практично лінійно. При досягненні значень товщини прокладки $h_2/2$ ~ 0,6 мм пуансони починають через дуже тонкий прошарок пірофіліту тиснути один на одного, що призводить до різкого збільшення напружень в цих областях. Подальший стиск контейнера призводить до стрімкого зростання напружень і перевищення рівня їх допустимих значень – в пуансонах виникають і починають розвиватися мікротріщини, що в підсумку призводить до їх руйнування.

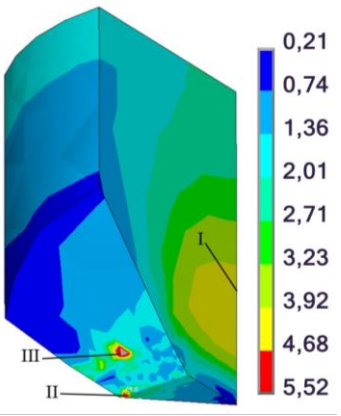



*Рис. 6. Розподіл еквівалентних напружень (ГПа) в пуансоні з діаметром опорної поверхні 128 мм при стиску контейнера (uz = 2,9 мм)*

На рис. 6 наведено розподіл еквівалентних напружень в пуансоні з діаметром опорної поверхні 128 мм при стиску пірофілітового контейнера. Можна виділити три області можливого руйнування пуансона при навантаженні: *I* – на осі симетрії над плоскою ділянкою робочої поверхні, *II* – на ребрі плоскої ділянки, *III* – на бічній поверхні поблизу лінії зміни кута її нахилу.

На рис. 7, 8 наведено одержані в результаті моделювання величини зміни гідростатичного тиску в центрі кубічного контейнера, товщини деформуючої прокладки в кінці зони контакту з бічною поверхнею пуансона та еквівалентних напружень в пуансонах із діаметрами опорної поверхні 100, 128 та 140 мм в областях можливого руйнування пуансонів в процесі навантаження.

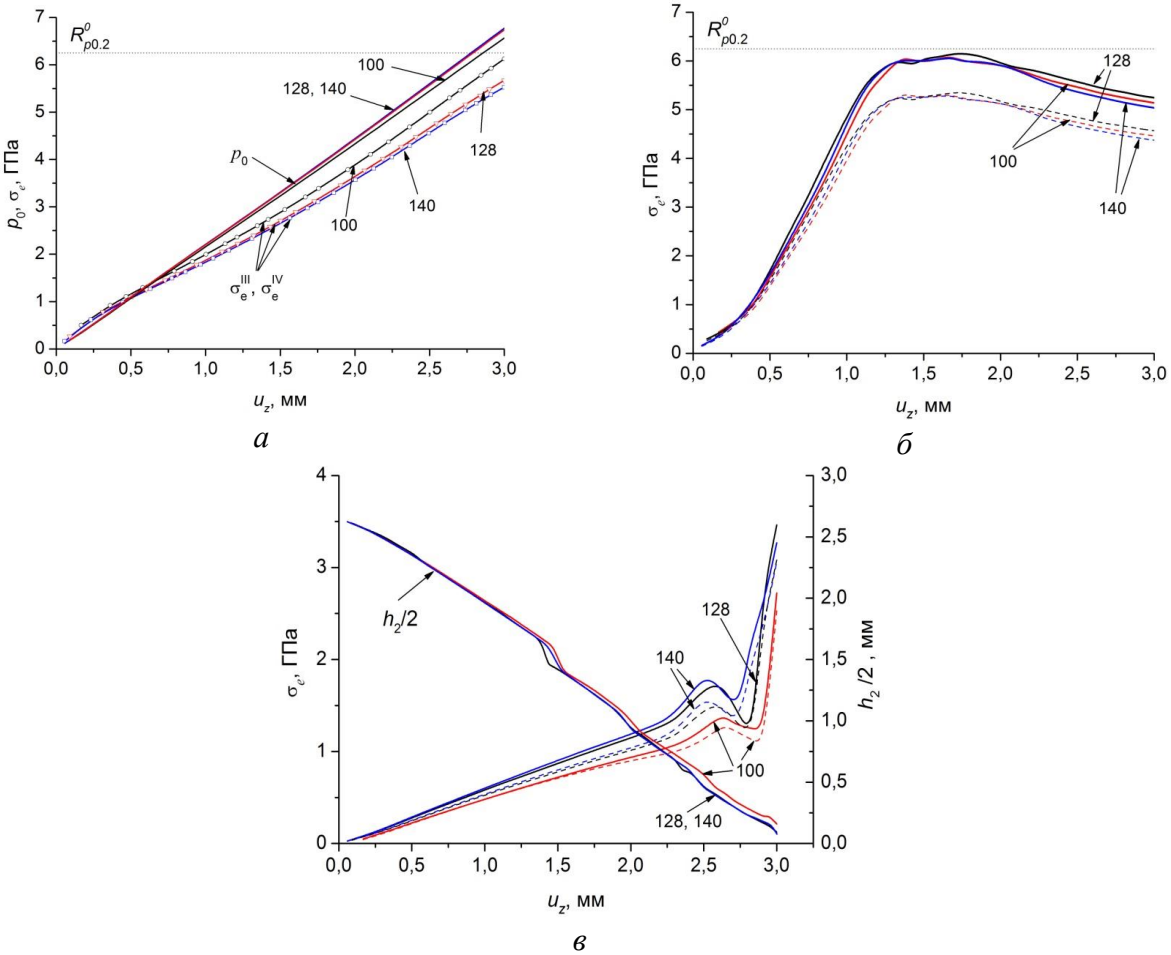



*Рис. 7. Зміна гідростатичного тиску в центрі кубічного контейнера $p_0$, товщини деформуючої прокладки в кінці зони контакту з бічною поверхнею пуансона $h_2/2$ та еквівалентних напружень $\sigma_e^{III}$ (суцільна лінія), $\sigma_e^{IV}$ (○, пунктирна лінія) в пуансоні з діаметрами опорної поверхні 100, 128 та 140 мм в областях його можливого руйнування I (а), II (б) та III (в) (див. рис. 6) в процесі навантаження АВТ*

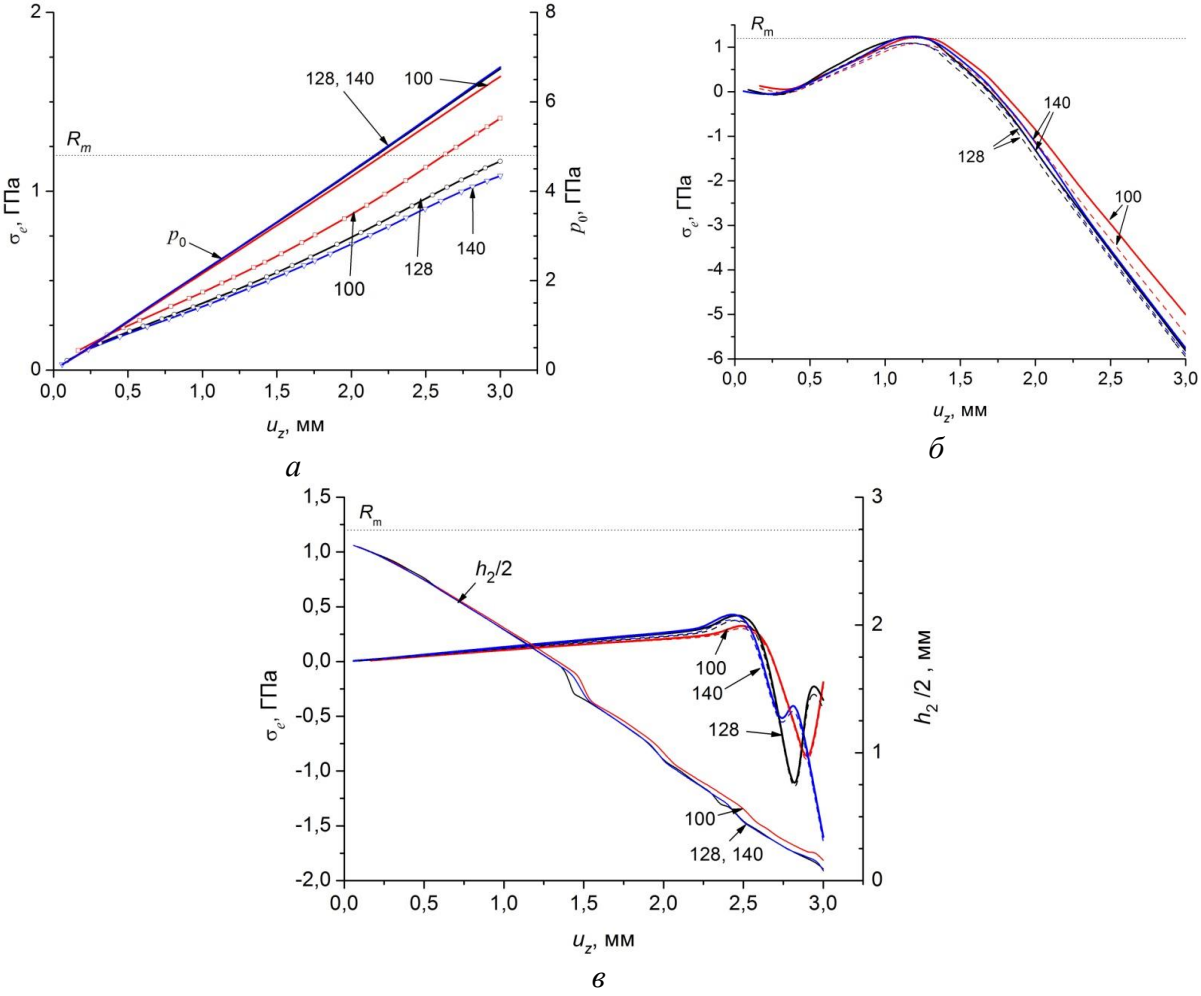



*Рис. 8. Зміна гідростатичного тиску в центрі кубічного контейнера $p_0$, товщини деформуючої прокладки в кінці зони контакту з бічною поверхнею пуансона $h_2/2$ та еквівалентних напружень $\sigma_e^{Mor}$ (суцільна лінія), $\sigma_e^{\mathrm{PL}}$ (О, пунктирна лінія) в пуансоні з діаметрами опорної поверхні 100, 128 та 140 мм в областях його можливого руйнування I (а), II (б) та III (в) (див. рис.б) в процесі навантаження АВТ*

Розрахунки підтверджують, що в дослідженому діапазоні зміни діаметра опорної поверхні пуансона її розмір практично не впливає на характер розподілу гідростатичного тиску (див. рис. 3) в пірофілітовому контейнері та величину тиску в центрі контейнера (див. рис. 5, *б*) при стиску в АВТ. Зменшення розміру опорної поверхні пуансона призводить до незначного (~ 1 %) зниження тиску $p_0$. На зміну величин товщини деформуючої прокладки на початку ($h_1/2$) та в кінці ($h_2/2$) зони контакту з бічною поверхнею пуансона зміна розміру опорної поверхні теж впливає несуттєво: при зменшенні розміру опорної поверхні спостерігається незначне збільшення товщини прокладки. Так, для $h_1/2$ різниця не перевищує 1–1,5 %, а для $h_2/2$ – 2–3%.

В області *I* можливого руйнування пуансона зменшення розміру опорної поверхні пуансона зумовлює збільшення величини еквівалентних напружень (див. рис. 7, *а*, 8, *а*). Слід відмітити, що в даній області спостерігається співпадіння розрахованих за різними теоріями міцності величин еквівалентних напружень – $\sigma_e^{III}$ з $\sigma_e^{IV}$ та $\sigma_e^{Mor}$ з $\sigma_e^{\mathrm{PL}}$ відповідно. Беручи до уваги характеристики міцності твердого сплаву KF308, можна розрахувати запас міцності, що мають пуансони з різним діаметром опорної поверхні для досягнення робочого для синтезу

монокристалів алмазу тиску 5,5 ГПа в центрі кубічного контейнера. За напруженнями $\sigma_e^{III}$ і $\sigma_e^{IV}$ запас міцності складає 19, 26 і 28 % для діаметрів опорної поверхні 100, 128 і 140 мм відповідно. А за напруженнями $\sigma_e^{Mor}$ і $\sigma_e^{\mathrm{PL}}$ – 5, 20 і 24 % для діаметрів опорної поверхні 100, 128 і 140 мм відповідно. Тобто, недоцільно суттєво зменшувати розмір опорної поверхні пуансонів.

В області *II* можливого руйнування пуансона (див. рис. 7, *б*, 8, *б*) зміна розміру його опорної поверхні практично не впливає на величину максимальних еквівалентних напружень в цій області – різниця не перевищує 1,5 %. Максимальних значень еквівалентні напруження набувають на етапі завершення формування деформуючої прокладки і початку герметизації ростової комірки. В подальшому напружений стан в цій області поступово наближається до всебічного стиску і рівень еквівалентних напружень суттєво зменшується. Максимальні еквівалентні напруження на 5 % нижчі за характеристики міцності сплаву KF308; беручи до уваги вплив гідростатичного тиску на характеристики міцності твердих сплавів, запас міцності становитиме ~ 15 %.

В області *III* можливого руйнування пуансона (див. рис. 7, *б*, 8, *б*) величина еквівалентних напружень досягає значень ~ 1,7 ГПа ($\sigma_e^{III}$ і $\sigma_e^{IV}$) та ~ 0,4 ГПа ($\sigma_e^{Mor}$ і $\sigma_e^{\mathrm{PL}}$), що суттєво нижче характеристик міцності матеріалу пуансонів. Але при досягненні критичної товщини прокладки $h_2/2$ ~ 0,6 мм пуансони починають тиснути один на одного через дуже тонкий прошарок пірофіліту, що призводить до різкого збільшення напружень в цій області. І при подальшому стиску контейнера рівень напружень в пуансонах може перевищити допустимі значення, що в підсумку призведе до їх руйнування. Зміна розміру опорної поверхні практично не впливає на величини еквівалентних напружень, розрахованих за критеріями міцності Мора і Писаренка–Лебедєва, а у випадку $\sigma_e^{III}$ і $\sigma_e^{IV}$ зменшення діаметра опорної поверхні з 140 до 100 мм призводить до зменшення величини еквівалентних напружень на 8–12 %.

**Висновки**

Результати комп'ютерного моделювання напружено-деформованого стану та міцності елементів шестипуансонного АВТ показали:

– розмір опорної поверхні пуансона практично не впливає на величину згенерованого в пірофілітовому контейнері тиску та товщину зформованих деформуючих прокладок;

– зменшення розміру опорної поверхні пуансона зумовлює збільшення величини еквівалентних напружень в області на осі симетрії над плоскою ділянкою робочої поверхні. Тому недоцільно суттєво зменшувати розмір опорної поверхні пуансонів.

**S. B. Polotnyak, O. O. Lyeshchuk, V. V. Lysakovskyi, S. O. Ivakhnenko**

*Bakul Institute for Superhard Materials NAS of Ukraine*

**NUMERICAL SIMULATION OF THE INFLUENCE OF THE PUNCH SUPPORT SURFACE SIZE OF A SIX-PUNCH HIGH-PRESSURE CUBIC APPARATUS ON THE LEVEL OF ACHIEVABLE PRESSURE AND LIMIT STATE OF THE PUNCHES**

*The aim of the work is to determine the influence of the support surface size of the punches on the level of the generated pressure in the six-punch cubic apparatus and the limit state of the punches. Computer modeling of compression of a pyrophyllite container between punches with a different diameter of the supporting surface using the finite element method has been carried out; the stress-strain and limit states of the container and punches in the process of deformation have been investigated. It is shown that the support surface size has practically no effect on the distribution of pressure generated in the container. A decrease in the size leads to an increase in the magnitude of equivalent stresses in the axis of symmetry region, above the flat section of the working surface. Therefore, it is impractical to significantly reduce the size of the support surface of the punches.*

***Key words**: high pressure apparatus, computer modeling, pressure, stress-strain state.*

**Література**

1. Chien-Min J. Sung. Optimised cell design for high-pressure synthesis of diamond // High Temp. – High Press. – 2001. – Vol. 33. – P. 489–501.
2. Han Q. G., Yang W. K., Zhu P. W. et al. Design and performance of tapered cubic anvil used for achieving higher pressure and larger sample cell // Rev. Sci. Instrum. – 2013. – Vol. 84. – P. 073902-1–073902-5.
3. Wang H. K., He D. W. A hybrid pressure cell of pyrophyllite and magnesium oxide to extend the pressure range for large volume cubic presses // High Press. Res. – 2012. – Vol. 32. – P. 186–194.
4. Полотняк С. Б., Лєщук О. О., Івахненко С. О. та ін. Чисельне моделювання впливу фізико-механічних характеристик матеріалу пуансонів шестипуансонного кубічного апарата високого тиску на рівень досяжного тиску та граничний стан пуансонів // Інструментальне матеріалознавство. Зб. наук. пр. – Випуск 24. – К.: ІНМ ім. В.М. Бакуля НАН України, 2021.– С. 159–168.
5. Лысаковский В. В., Новиков Н. В., Ивахненко С. А. и др. Выращивание структурно совершенных монокристаллов алмаза при высоких давлениях и температурах. Обзор // Сверхтв. материалы. – 2018. – № 5. – С. 25–37.
6. Бовсунівський О. В., Полотняк С. Б., Лисаковський В. В. та ін. Комп’ютерне моделювання напружено-деформованого і граничного станів пірофілітового контейнера та пуансонів шестипуансонного апарата високого тиску // Сверхтв. материалы. – 2020. – № 2. – С. 12–23.
7. Бакуль В. Н., Герасимович А. В., Ивахненко С. А. Зависимость напряжений сдвига литографского камня и пирофиллита от давления // Синт. алмазы. – 1976. – Вып. 2. – С. 25–30.
8. Edmont J. M., Paterson M. S. Strength of solid pressure media and implications for high pressure apparatus // Contributions to Mineralogy and Petrology. – 1971. – Vol. 30, N 2. – P. 141–160.
9. Sachse W., Ruoff A. L. Elastic moduli of precompressed pyrophyllite used in ultrahigh pressure research // J. Appl. Phys. – 1975. – Vol. 46, N 9. – P. 3725–3730.
10. Герасимович А. В., Григорьев Н. М. Сопротивление сдвигу материалов деформируемых уплотнений твердофазовых аппаратов высокого давления // Сверхтв. материалы. – 1996. – № 1. – С. 36–43.
11. Малиновский И. Ю., Ран Э. Н. Влияние изостатического давления на прочность материалов. Общие закономерности и прочность твердых сплавов // Исследования по экспериментальной минералогии. – Новосибирск, 1978. – С. 117–137.
12. Лошак М. Г. Прочность и долговечность твердых сплавов. – К.: Наук. думка, 1984. – 328 с.
13. Vandeput R. R., Mastrantonis N. A Comparison of the Strength of WC-Co Measured by Ring and Transverse Rupture Strength Specimens // Mater. Sci. Engr. – 1988. – A105/106. – P. 423–428.

*Надійшла 14.08.22*

**References**

1. Sung C.-M., J. (2001). Optimised cell design for high-pressure synthesis of diamond. *High Temp. – High Press., 33*, 489–501.
2. Han, Q. G., Yang, W. K., Zhu, P. W., et al. (2013). Design and performance of tapered cubic anvil used for achieving higher pressure and larger sample cell. *Rev. Sci. Instrum., 84*, 073902-1–073902-5.

3. Wang, H. K., & He, D. W. (2012). A hybrid pressure cell of pyrophyllite and magnesium oxide to extend the pressure range for large volume cubic presses. *High Press. Res., 32*, 186–194.
4. Polotnyak, S. B., Lyeshchuk, O. O., Ivakhnenko S. O., et al. (2021). Numerical simulation of the influence of physico-mechanical characteristics of the punch material of a six-punch high-pressure cubic apparatus on the level of achievable pressure and punch strength. *Instrumentalne materialoznavstvo - Tooling materials science, 24*, 159–168 [in Ukrainian].
5. Lysakovskyi, V. V., Novikov, M. V., Ivakhnenko, S. O., et al. (2018). Vyrashchivanie strukturno sovershennykh monokristallov almaza pri vysokikh davleniiakh i temperaturakh. Obzor [Growing structurally perfect diamond single crystals at high pressure and temperature. Overview]. *Sverkhtv. Materialy. – Superhard Materials, 5*, 25–37 [in Russian].
6. Bovsunovskyi, O. V., Polotnyak, S. B., Lusakovskyi, et al. (2020). Computer-aided simulation of the stress-strain and limit states of the pyrophyllite cell and punches of a six-punch high-pressure apparatus. *J. Superhard Mater., 42, 2*, 58–67.
7. Bakul, V. M., Gerasymovych, O. V., & Ivakhnenko, S. O. (1976). Zavisimost napriazhenii sdviga litografskogo kamnia i pirofillita ot davlenyia [Dependence of shear stresses of lithographic stone and pyrophyllite on pressure]. *Sint. Almazy. – Synthetic Diamonds, 2*, 25–30 [in Russian].
8. Edmont, J. M., & Paterson, M. S. (1971). Strength of solid pressure media and implications for high pressure apparatus. *Contributions to Mineralogy and Petrology, 30, 2*, 141–160.
9. Sachse, W., & Ruoff, A. L. (1975). Elastic moduli of precompressed pyrophyllite used in ultrahigh pressure research. *J. Appl. Phys, 46, 9*, 3725–3730.
10. Gerasymovych, O. V., & Hryhoriev M. M. (1996). Soprotivlenie sdvigu materialov deformiruemykh uplotnenii tverdofazovykh apparatov vysokogo davleniia [Shear resistance of materials of deformable seals of solid-phase high pressure apparatuses]. *Sverkhtv. Materialy. – Superhard Materials, 1*, 36–43 [in Russian].
11. Malinovskii, I. Yu., & Ran, E. N. (1978). Vliianie izostaticheskogo davleniia na prochnost materialov. Obshchie zakonomernosti i prochnost tverdykh splavov [Effect of isostatic pressure on the strength of materials. General laws and strength of hard alloys]. *Issledovaniia po eksperimentalnoi mineralogii. – Research in experimental mineralogy*. (pp. 117–137). Novosibirsk [in Russian].
12. Loshak, M. H. (1984). *Prochnost i dolgovechnost tverdykh splavov [Strength and durability of hard alloys]*. Kiev: Nauk. Dumka [in Russian].
13. Vandeput R. R., Mastrantonis N. A. (1988). Comparison of the Strength of WC-Co Measured by Ring and Transverse Rupture Strength Specimens. *Mater. Sci. Engr., A105/106*, 423–428.

УДК 621.921.34 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-164-171

**Г. Д. Ільницька,** канд. техн. наук; **В. І. Лавріненко,** д-р техн. наук;
**О. Б. Логінова,** д-р хім. наук; **В. В. Лисаковський,** д-р техн. наук; **О. М. Соколов,**
**В. В. Смоквина, І. М. Зайцева, А. П. Закора, В. В. Тимошенко,** кандидати технічних наук,
**Л. Й. Котинська, Т. О. Косенчук**

*Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України,*
*вул. Автозаводська 2, 04074, м. Київ, e-mail: izaitseva@ukr.net*

# ВПЛИВ ХІМІЧНОЇ ОБРОБКИ ПОВЕРХНІ ЗЕРЕН АЛМАЗУ НА ОТРИМАННЯ ШЛІФПОРОШКІВ АЛМАЗУ З ПІДВИЩЕНОЮ ОДНОРІДНІСТЮ ЗА МІЦНІСТЮ

*Розглянуто вплив хімічної обробки поверхні алмазів, синтезованих в системі Ni-Mn-C, на їх характеристики міцності. Дослідження проводили на алмазах марки АС6 зернистості 125/100. Порошки до розподілу за дефектністю поверхні попередньо піддавали хімічній обробці у 15±1 % лужному розчині з додаванням не менше 3 % перекису водню протягом не більше 20 хв. при температурі кипіння розчину. Нанесення на дефектні ділянки поверхонь зерен тонкодисперних феромагнітних частинок з розміром частинок менше 1000 нм з концентрацією цих часток 2,5 ± 0,1 % проводили в рідкому середовищі при постійному перемішуванні протягом 25±2 хв. Після нанесення воду із частинками порошку заліза, що не закріпилися, зливали, а порошок алмазу із частинками заліза, що закріпилися на поверхні зерен, висушували, а потім поділяли в магнітному полі на електромагнітному сепараторі 138 Т при напруженості від 5 до 20 А/м з отриманням чотирьох фракцій розподілу порошків алмазу з різною дефектністю поверхні та міцністю.*

*Проведені дослідження показали, що хімічна обробка при температурі кипіння розчину забезпечує очищення поверхні алмазів від домішок, а також від залишків реагентів після вилучення алмазів з їх продукту синтезу у вигляді кисневмісних функціональних груп, що знаходяться на поверхні і заважають закріпленню металевих частинок. Це забезпечує створення більш розвинутої поверхні зерен алмазу і сприяє підвищенню селективності закріплення феромагнітних частинок на дефектних ділянках поверхні алмазів.*

*Встановлено, що додаткова хімічна обробка алмазів створює більш розвинуту поверхню зерен алмазу, що забезпечує отримання 4 фракцій порошків з коефіцієнтом поверхневої активності $K_a$ від 0,65 до 1,20 % і з міцністю від 11,0 до 4,8 Н, які відрізняються між собою ~ у 2,3 рази. При розподілі зерен алмазу без хімічної обробки отримані порошки з $K_a$ від 0,58 до 1,10 % і з міцністю від 8,7 до 5,9 Н, які відрізняються між собою ~ у 1,5 разів. Однорідність за міцністю шліфпорошків алмазу, отриманих після розподілу у магнітному полі, з попередньою хімічною обробкою склала ~ 43 %, тоді як однорідність за міцністю шліфпорошків алмазу без попередньої хімічної обробки склала ~ 37 %.*

***Ключові слова:*** *характеристики міцності синтетичних алмазів, однорідність шліфпорошків алмазу за міцністю, розподіл за величиною дефектності поверхні, хімічна обробка поверхні алмазів.*

## Вступ

В інструментальному виробництві широко застосовуються порошки синтетичного алмазу низькоміцних марок АС6–АС20 при обробці твердого сплаву, кераміки, скла та інших крихких матеріалів. Одним з найважливіших шляхів досягнення більш високого класу оброблюваної поверхні і збільшення зносостійкості алмазного інструменту є підвищення однорідності алмазних порошків за зерновим складом, міцністю, вмістом дефектів, які застосовують в інструменті [1, 2].

При алмазно-абразивній обробці поверхні деталей на зносостійкість та ефективність роботи шліфувального інструменту впливають характеристики алмазних порошків, які формуються в процесі синтезу алмазу, сортування та класифікації. Розміри кристалів алмазу,

кількість в них включень і характеристики міцності багато в чому залежать від швидкості росту кристалів. У робочому об'ємі апарату високого тиску неможливо забезпечити однакові умови для росту всіх кристалів внаслідок неоднорідності температури і тиску, що призводить до утворення кристалів алмазу з різними фізико-механічними характеристиками. В Інституті надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України розроблено технологію отримання шліфпорошків алмазу марок АС4-АС50, яка включає подрібнення алмазної сировини, її розділення за крупністю та формою зерен алмазу. В наш час серійні алмазні порошки вітчизняного і зарубіжного виробництва являють собою сукупність зерен певної зернистості, які в значній мірі розрізняються за основними технологічними характеристиками якості (міцності, зернового складу) [3, 4].

Аналіз вмісту алмазів зернистості 125/100, синтезованих в системах Ni-Mn-C, за марками відповідно до їх міцності, наведено на рис. 1.

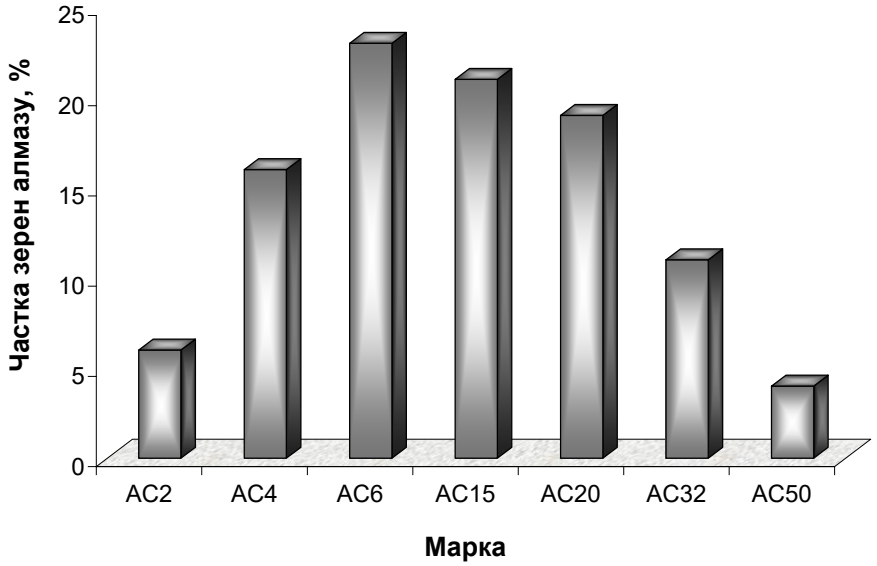



*Рис. 1. Вміст зерен алмазу різних марок в шліфпорошках зернистості 125/100, синтезованих в системі Ni-Mn-C*

З рис. 1 випливає, що однорідність алмазних шліфпорошків марки АС6 зернистості 125/100, синтезованих в системі Ni-Mn-C, становить 23 %.

В зв'язку з цим для підвищення працездатності абразивного інструменту актуальним є удосконалення способів отримання порошків синтетичного алмазу з високою однорідністю за міцністю.

Для підвищення якості порошків алмазу в Інституті надтвердих матеріалів розроблено способи розподілу зернистого матеріалу за дефектністю поверхні зерен у повітряному середовищі, які передбачають попередню обробку шляхом вибіркового нанесення на дефектні ділянки поверхонь тонкодисперних металевих частинок з розміром не більше 1000 нм, що забезпечують наступний розподіл у силовому полі різної напруженості на фракції з різним рівнем дефектності поверхні, що сприяє поділу за міцністю. При використанні феромагнітних частинок з наступним розподілом у магнітному полі з напруженістю від 5 до 20 А/м [5] та електропровідних – у електричному полі при напруженості від 5 kv до 25 kvв [6, 7].

Недоліком описаних способів є недостатньо висока селективність закріплення тонкодисперсних металевих частинок на дефектні ділянки поверхонь зерен алмазу розвиненою дефектною поверхнею – це стосується розподілу порошків низькоміцних зерен алмазу. Це призводить до зниження ефективності розподілу зерен алмазу, на яких закріплені феромагнітні або електропровідні частинки у магнітному або електричному полях, на що

вказує досить низька однорідність за міцністю отриманих після розподілу на фракції порошків зернистого матеріалу.

При синтезі через варіювання концентрації розчину і його складу кінетика процесу міняється протягом циклу синтезу. У результаті синтезу алмаза утворюються кристали з різною розвиненою поверхнею. Це призводить до істотних змін морфології кристалів з переходом від атомно-гладких до шорсткуватих поверхонь. В процесі отримання порошків алмазу при дробленні для зміни об'ємної дефектності кристалів і для усунення утворених пірамід і двійників росту на поверхні кристалів залишаються домішки, які знижують ефективність нанесення феромагнітних або електропровідних частинок тонкодисперсного матеріалу на дефектні ділянки поверхонь зерен.

Для досягнення високої ефективності процесу розподілу порошків зерен алмазу за дефектністю поверхні і забезпечення розподілу зернистого матеріалу за міцністю необхідне зростання селективності закріплення частинок феромагнітного або електропровідного порошку на поверхні цих порошків з метою створення набутих властивостей, які забезпечують наступний поділ у відповідних силових полях.

Для підвищення ефективності розподілу зернистого матеріалу за дефектністю поверхні і міцністю зерен нанесення металевих частинок здійснювали в рідкому середовищі, що забезпечує більш високу вибірковість закріплення частинок поверхні, оскільки адгезійна сила прилипання частинок у рідкому середовищі значно менша, ніж у повітряному. Такий спосіб дозволяє вибірково закріпитися і утримуватися на розвиненій дефектній поверхні зерен НТМ меншій кількості частинок, які створюють набуті властивості, що дозволяє проводити більш ефективне сортування порошків НТМ у відповідних магнітних або електричних полях різної напруженості. Це відбувається тому, що на розвиненій дефектній поверхні зерен порошку НТМ закріплюється менша кількість частинок, що створює набуті властивості у зерен, і такі зерна розподіляються з більшою селективністю, що сприяє одержанню порошків, які розрізняються за дефектністю поверхні і за міцністю.

Для підвищення ефективності закріплення частинок феромагнітного або електропровідного порошку необхідно за допомогою хімічної обробки створити більш сприятливі умови і спеціально підготовити розвинуту поверхню для більш селективного закріплення феромагнітних або електропровідних частинок на поверхні зерен порошків алмазу, що забезпечує подальший поділ за дефектністю їх поверхні і за міцністю у відповідних силових полях з виділенням фракцій порошків, які відрізняються між собою за міцністю та за високою однорідністю за міцністю.

**Вихідні матеріали та експериментальні методи**

Дослідження проводили на шліфпорошках алмазу марки АС6 зернистості 125/100. Порошки попередньо піддавали хімічній обробці у 15±1 % лужному розчині з додаванням не менше 3 % перекису водню протягом не більше 20 хв. при температурі кипіння розчину.

Нанесення на дефектні ділянки поверхонь зерен тонкодисперних феромагнітних частинок з розміром часток менше 1000 нм з концентрацією цих частинок 2,5 ± 0,1 % проводили в рідкому середовищі при постійному перемішуванні протягом 25±2 хв. Після проведення операції нанесення воду із частинками порошку заліза, що не закріпилися, зливали, а порошок алмазу із частинками заліза, що закріпилися на поверхні зерен, висушували, а потім розподіляли в магнітному полі на електромагнітному сепараторі 138 Т при напруженості від 5 до 20 А/м з отриманням чотирьох фракцій розділення порошків алмазу з різною дефектністю поверхні та міцністю.

Для кожної окремої фракції визначали вихід в %, дефектність поверхні, міцність, однорідність за міцністю. Дефектність поверхні оцінювали у вигляді коефіцієнта поверхневої активності ($К_а$, %) і визначали за методикою М 88 України 90.258-2004 «Методика визначення коефіцієнта поверхневої активності» [8]. Міцність у вигляді показника міцності при

статичному стисненні – за методикою ДСТУ 3292 [3]. Однорідність алмазів за міцністю ($К_{одн.міц.}$) оцінювали за методикою М 28.5-271:2008. Методика аналитической оценки прочности зерен порошков сверхтвердых материалов (СТМ) [9].

**Результати експериментів та їх обговорення**

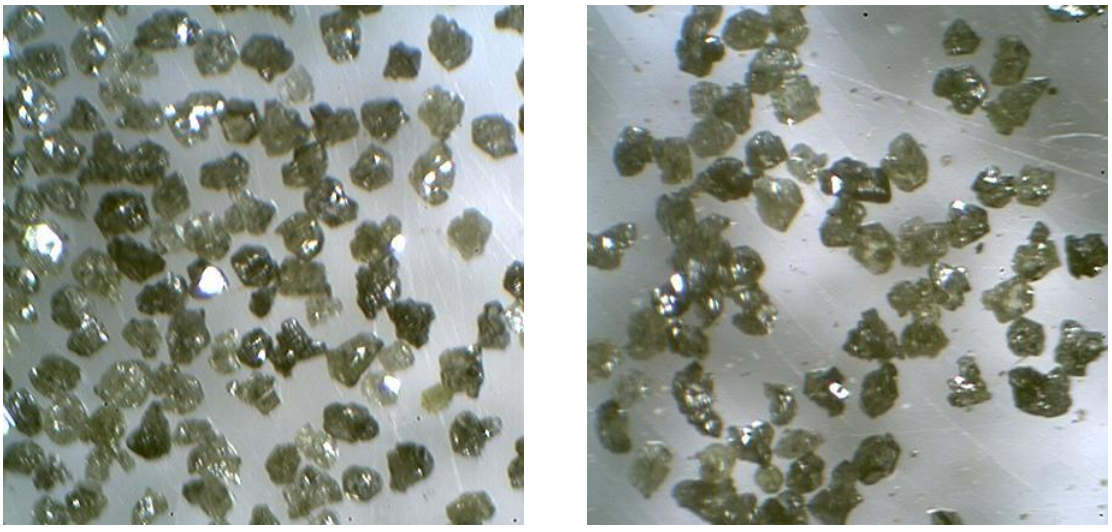
Результати розподілу шліфпорошків алмазу марки АС6 зернистості 125/100 наведені у таблиці.

**Результати адгезійно-магнітного сортування алмазів марки АС6 зернистості 125100, синтезованих в системі Ni-Mn-C**

| Фракція розподілу | Вихід, % | $К_а$, % | Р, Н | $К_{одн.міц.}$, % | Марка по ДСТУ 3292 |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 10,0 | 0,65 | 11,0 | 44 | АС15 |
| 2 | 35,3 | 0,78 | 7,9 | 43 | АС6 |
| 3 | 43,0 | 0,95 | 5,8 | 44 | АС6 |
| 4 | 11,7 | 1,20 | 4,8 | 40 | АС6 |
| Вихідний | 100 | 0,83 | 6,9 | 23 | АС6 |

За результатами випробувань встановлено, що в результаті розподілу вихідних алмазів марки АС6 зернистості 125/100, синтезованих в системі Ni-Mn-C, за дефектністю їх поверхні з попередньою хімічною обробкою цих алмазів було отримано порошки, які за коефіцієнтом поверхневої активності $К_а$ відрізняються між собою від 0,65 до 1,20 %, що забезпечує виділення із вихідних алмазів марки АС6 шліфпорошків алмазу з більш високою міцністю, що відповідає марці АС15. Однорідність порошків алмазу змінюється ~ у 2 рази у порівнянні з вихідними порошками (табл. 1).

Ілюстративно на рис. 2 представлено зображення шліфпорошків алмазу, виділених до 1-ої та 4-ої фракцій розподілу.



*а* *б*

*Рис. 2. Зображення шліфпорошків алмазу марки АС6 зернистості 125/100, синтезованих в системі Ni-Mn-C, після розподілу за дефектністю їх поверхні: а) зерна алмазу, виділених у 1-у фракцію; б) зерна алмазу, виділених у 4-у фракцію*

Як видно з рис. 2, зерна алмазу 1-ої і 4-ої фракцій зовні відрізняються між собою, що позначається на зміні характеристик міцності (таблиця).

Для визначення впливу хімічної обробки на ефективність розподілу порошків алмазу, отриманих з використанням додаткової попередньої хімічної обробки та без неї, проведено порівняння зміни характеристик міцності в залежності від зміни їх дефектності поверхні. На рис. 3 показано криві залежності міцності зерен алмазу від їх дефектності поверхні для порошків алмазу, отриманих з використанням попередньої хімічної обробки (крива 1) та без неї (крива 2).

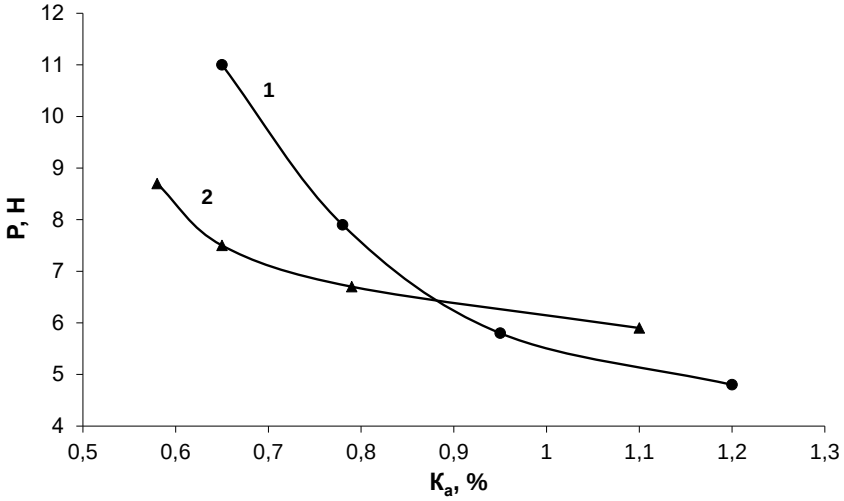
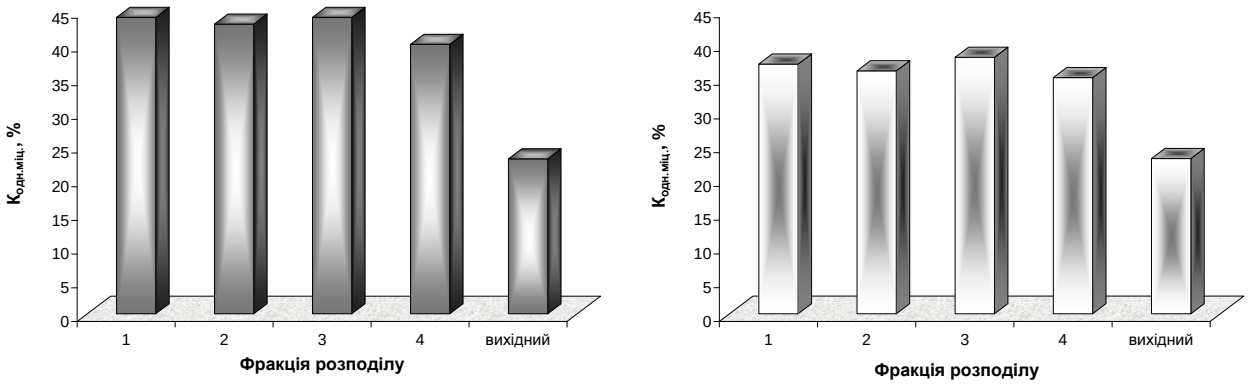



*Рис. 3. Залежність міцності порошків алмазу від їх дефектності поверхні для алмазів отриманих: 1 – з використанням хімічної обробки, 2 – без застосування хімічної обробки*

Як випливає з рис. 3, застосування хімічного очищення поверхні алмазів від домішок, а також від залишків реагентів після вилучення алмазів з їх продукту синтезу у вигляді кисневмісних функціональних груп, що знаходяться на поверхні і заважають закріпленню металевих частинок, сприяє підвищенню ефективності розподілу зерен алмазу за їх дефектністю поверхні. Хімічна обробка у лужному розчині з додаванням гідроксиду натрію або гідроксиду калію при температурі кипіння розчину забезпечує створення більш розвинутої поверхні зерен алмазу. У лужному розчині пероксид водню дисонує на іони водню й кисню. Іони кисню вступають у реакцію взаємодії з поверхнею алмазу з утворенням оксиду вуглецю. Взаємодія іонів кисню з поверхнею алмазу в першу чергу відбувається на активованих центрах, які на зернах алмазу з'являються на виступах, де накопичується максимум дислокацій. При температурі кипіння лужного розчину поверхня зерен алмазу активується за рахунок як очищення поверхні, так і створення додаткової розвинутості поверхні зерен алмазу, що сприяє підвищенню селективності закріплення феромагнітних частинок на дефектних ділянках поверхні алмазів [10]. Зміна дефектності поверхні алмазів, яка виражена зміною коефіцієнта поверхневої активності $K_a$, для зерен алмазу без хімічної обробки становить від 0,58 до 1,10 % і забезпечує розподіл порошків алмазу за міцністю від 8,7 до 5,9 Н, які відрізняються між собою ~ у 1,5 разів, а з попередньою хімічною обробкою $K_a$ змінюється від 0,65 до 1,20 %, що сприяє отриманню порошків алмазу з міцністю від 11,0 до 4,8 Н, які відрізняються між собою ~ у 2,3 рази.

Зміна однорідності за міцністю алмазів, отриманих після їх розподілу за дефектністю поверхні з використанням попередньої хімічної обробки та без неї, показана на рис. 4.

Дані, наведені у вигляді гістограм на рис. 4, наочно демонструють, що очищення поверхні зерен алмазу за допомогою хімічної обробки дозволяє проведення більш вибіркового закріплення феромагнітних частинок на поверхні зерен алмазу, що посилює їх магнітні властивості та сприяє підвищенню селективності розподілу алмазів з нанесеними на їх поверхні тонкодисперними металевими частинками у магнітному полі. Однорідність за міцністю шліфпорошків алмазу, отриманих після розподілу у магнітному полі, з попередньою хімічною обробкою склала ~ 43 %, тоді як однорідність за міцністю шліфпорошків алмазу без попередньої хімічної обробки склала ~ 37 %.




*а* *б*

*Рис. 4. Зміна однорідності за міцністю порошків алмазу, отриманих після їх розподілу за дефектністю поверхні: а) з використанням хімічної обробки, б) без застосування хімічної обробки*

Таким чином, за результатами випробувань встановлено, що в результаті розподілу вихідних алмазів марки АС6 зернистості 125/100, синтезованих в системі Ni-Mn-C, за дефектністю їх поверхні з попередньою хімічною обробкою цих алмазів було отримано порошки, які за коефіцієнтом поверхневої активності $K_a$ відрізняються між собою від 0,65 до 1,20 %, що забезпечує виділення із вихідних алмазів марки АС6 шліфпорошків алмазу з більш високою міцністю, що відповідає марці АС15. Однорідність порошків алмазу за міцністю змінюється ~ у 2 рази у порівнянні з вихідними порошками.

**Висновки**

1. Встановлено, що додаткова хімічна обробка алмазів марки АС6 зернистості 125/100 у лужному розчині з додаванням гідроксиду натрію або гідроксиду калію при температурі кипіння розчину створює більш розвинуту поверхню зерен алмазу, що забезпечує отримання 4-х фракцій порошків, які відрізняються між собою за коефіцієнтом поверхневої активності $K_a$.

2. Встановлено, що зміна дефектності поверхні алмазів дозволяє отримати шліфпорошки алмазу з $K_a$ від 0,65 до 1,20 % і з міцністю від 11,0 до 4,8 Н, які відрізняються між собою ~ у 2,3 рази.

3. Показано, що при розподілі зерен алмазу без хімічної обробки отримані порошки з $K_a$ від 0,58 до 1,10 % і з міцністю від 8,7 до 5,9 Н, які відрізняються між собою ~ у 1,5 разів.

4. Однорідність за міцністю шліфпорошків алмазу, отриманих після розподілу у магнітному полі, з попередньою хімічною обробкою склала ~ 43 %, тоді як однорідність за міцністю шліфпорошків алмазу без попередньої хімічної обробки склала ~ 37 %.

**H. Ilnytska, V. Lavrinenko, O. Loginova, V. Lysakovskyi, O. Sokolov, I. Zaitseva, A. Zakora, V. Tymoshenko, L. Kotynska, T. Kosenchuk**

*V. Bakul Institute for Superhard Materials of the National Academy of Sciences of Ukraine*

**INFLUENCE OF CHEMICAL TREATMENT OF DIAMOND GRAINS SURFACE ON OBTAINING DIAMOND GRINDING POWDERS WITH INCREASED UNIFORMITY IN STRENGTH**

*The influence of chemical surface treatment of diamonds synthesized in the Ni-Mn-C system on their strength characteristics is considered. The study was carried out on diamonds of grade AC6, grain size 125/100. Before separation according to surface defects powders were subjected to chemical treatment in a 15 ± 1 % alkali solution with the addition of no more than 3 % hydrogen peroxide for no more than 20 minutes at a boiling temperature. The application of finely dispersed ferromagnetic particles with a particle size of less*

*than 1000 nm and a concentration of 2.5 ± 0.1% were carried out in a liquid medium with constant stirring for 25±2 min. After application, the water with particles of iron powder that were not fixed was drained, and the diamond powder with iron particles that were fixed on the surface of the grains was dried, and then separated in a magnetic field on an electromagnetic separator of 138 T at a voltage of 5 to 20 A/m, leading to obtaining four separation fractions of diamond powders with different surface defects and strength.*

*The conducted studies showed that chemical treatment at the boiling temperature of the solution ensures cleaning the impurities off the diamond surface, as well as the remains of reagents after the extraction of diamonds from their synthesis product in the form of oxygen-containing functional groups on the surface that interfere with the fixation of metal particles. This ensures the creation of a more developed surface of the diamond grains and contributes to the increase in the selectivity of fixing ferromagnetic particles on the defective areas of the diamond surface.*

*It has been established that the additional chemical processing of diamonds creates a more developed surface of the diamond grains, which ensures obtaining 4 fractions of powders with the coefficient of surface activity $K_a$ ranging from 0.65 to 1.20 % and strength ranging from 11.0 to 4.8 N, which differ among themselves by approximately 2.3 times. When diamond grains are separated without chemical processing, powders have $K_a$ ranging from 0.58 to 1.10 % and strength ranging from 8.7 to 5.9 N, differing by approximately 1.5 times. The uniformity in strength of diamond grinding powders obtained after distribution in a magnetic field with preliminary chemical treatment was about 43 %, while the uniformity in strength of diamond grinding powders without preliminary chemical treatment was about 37 %.*

***Key words:*** *properties of synthetic diamonds, uniformity of diamond grinding powders according to their properties, distribution according to the amount of defectiveness of the surface, chemical treatment of the diamond surface.*

**Література**

1. Сверхтвердые материалы. Получение и применение: монография: в 6 т. Т. 2 / под общ. ред. Н. В. Новикова – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, ИПЦ „АЛКОН” НАН Украины, 2004. – 288 с.
2. Лавріненко В. І., Новіков М. В. Надтверді абразивні матеріали в механообробці: енциклопедичний довідник. – К.: ІНМ ім. В. М. Бакуля НАН України, 2013. – 456 с.
3. ДСТУ 3292–95. Порошки алмазные синтетические. Общие технические условия. Введ. 01.01.96. – К.: Госстандарт Украины. – 1995. – 71 с.
4. Ильницкая Г. Д. Влияние структуры кристаллов алмаза на физико-механические свойства алмазных порошков // Надтверді матеріали: створення та застосування. К.: ІНМ НАН України. – 2007. - С. 189–196.
5. Патент на винахід 4408 Україна, МПК4 В03С 1/00. Спосіб магнітної сепарації зернистого матеріалу з різною шершавістю поверхні / Г. Ф. Невструєв, Б. А. Олейніков, Г. Д. Ільницька, М. О. Давидов, В. І. Мельник.– Опубл. 27.12.94 р., Бюл. № 6-1.
6. Патент на винахід 65128 А Україна, МПК В03С 7/00, В03С 1/00 № 200703805. Спосіб розподілу зернистого матеріалу за дефектністю поверхні зерен / М. В. Новіков, Г. Д. Ільницька, Г. П. Богатирьова, Г. Ф. Невструєв. –Опубл.12.01.2009, Бюл. № 1.
7. Патент на винахід 85284 Україна, МПК В03С 7/00, В03С 1/00 № 2003065195. Спосіб розподілу зернистого матеріалу за дефектністю поверхні зерен. / М. В. Новіков, Г. П. Богатирьова, Г. Ф. Невструєв, Г. Д. Ільницька. –Опубл.15.03.2004, Бюл. № 3.
8. М 88 Украины 90.258–2004. Методика определения коэффициента поверхностной активности порошков сверхтвердых материалов (СТМ). – К.: ИСМ НАН Украины, 2004. – 11 с.
9. М 28.5–272:2008 «Методика аналитической оценки прочностных характеристик шлифпорошков сверхтвердых материалов (СТМ). – К: ИСМ НАН Украины, 2008. – 14 с.

10. Алешин В. Г., Смехнов А. А., Богатырева Г. П., Крук В. Б. Химия поверхности алмаза. - Киев: Наук. думка, 1990 – 200 с.

*Надійшла 09.07.22*

**References**

1. *Sverkhtverdyie materialy. Polucheniie i primeneniie* [*Superhard materials. Obtaining and applying*]. (2004). N. V. Novikova (Ed.) (Vols. 1–6). K.: ISM im. V.N. Bakulia NAN Ukrainy. IPTs „ALKON" NAN Ukrainy [in Russian].
2. Lavrinenko, V. I., & Novikov, M. V. (2013). *Nadtverdi abrazyvni materialy v mekhanoobrobtsi* [*Superhard abrasive materials in machining*]. Kyiv: INM im. V. M. Bakulia NAN Ukrainy [in Ukrainian].
3. Poroshki almaznye sinteticheskie. Obshchie tekhnicheskie usloviia [Synthetic diamond powders. General specifications]. (1995). DSTU 3292-95. K.: Hosstandart Ukrainy [in Russian].
4. Ilnitskaia, G. D. (2007). Vliyaniie struktury kristallov almaza na fiziko-mekhanicheskiie svoystva almaznykh poroshkov [Influence of the structure of diamond crystals on the physical and mechanical properties of diamond powders]. *Nadtverdi materialy: stvorennia ta zastosuvannia – Superhard Materials: creation and application.* K.: INM NAN Ukrainy, 189–196 [in Russian].
5. Nevstruev, G. F., Oleynikov B. A., Ilnytska, H. D., et al. (1994). Patent of Ukraine 4408.
6. Novikov, M. V., Ilnytska, H. D., Bogatyreva, G. P., & Nevstruev, G. F. (2009). Patent of Ukraine 65128 A.
7. Novikov, M. V., Bogatyreva, G. P., Nevstruev, G. F., & Ilnytska, H. D. (2004). Patent of Ukraine 85284.
8. Metodika opredeleniia koeffitsienta poverkhnostnoi aktivnosti poroshkov sverkhtverdykh materialov (STM) [Method for determining the surface activity coefficient of superhard material powders (STM)]. (2004). M88 Ukrainy 90.258-2004. K.: ISM NAN Ukrainy [in Russian].
9. Metodika analiticheskoi otsenki prochnostnyh harakteristik shlifporoshkov sinteticheskogo almaza [Method for the analytical evaluation of the strength characteristics of synthetic diamond grinding powders]. (2008). M 28.5-272:2008. – K.: ISM NAN Ukrainy [in Russian].
10. Aleshin V. G., Smekhnov A. A., Bogatyreva, G. P., Kruk V. B. (1990). *Himiia poverhnosti almaza* [*Diamond Surface Chemistry*]. Kyiv: Nauk. dumka [in Russian].

УДК 548.74:681.723 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-172-178

**Р.Ю. Чаплинський**, канд. тех. наук[1]; **В.І. Грушко**, канд. фіз-мат. наук [2];
**В. А Лисаковський**, д-р.техн.наук[2]; **О.О. Занєвський**, канд.хім.наук[2]; **Е.Є. Петросян**[1];
**Т.В. Микитюк** канд. фіз-мат. наук[1]; **Є.І. Міцкевич**[2]; **О.Г. Лисенко** канд. тех. наук [2]

*[1]Інститут ядерних досліджень НАН України, пр. Науки 47, Київ, Україна,*
*e-mail: chaplinskiyryu@gmail.com*
*[2]Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська 2,*
*04074 Київ, Україна, e-mail: dumerion@gmail.com*

# ВОЛЬТ-АМПЕРНІ ХАРАКТЕРИСТИКИ HPHT АЛМАЗІВ, ВИРОЩЕНИХ ПРИ ВАРІАЦІЇ СКЛАДУ РОСТОВИХ СИСТЕМ

*Досліджено вольт-амперні характеристики (ВАХ) HPHT алмазів, вирощених в різних ростових системах. Встановлено, що при збільшенні прикладеної до алмазних зразків, вирощених в ростовій системі Fe–Ni–C, напруги в діапазоні напруг від 1,5 кВ до 2,2 кВ, має місце зміна форми високовольтних ВАХ в залежності від концентрації азоту в алмазах, що пов'язано з термопольовою активацією донорних центрів, яка призводить до підвищення концентрації носіїв заряду в алмазних пластинах при високих прикладених напругах.*

***Ключові слова**: HPHT алмази, вольт-амперні характеристики, сплав-розчинник.*

## Вступ

Останнім часом досягнуто суттєвого прогресу у розвитку технологій HPHT синтезу алмазів для виготовлення широкого класу радіоелектронних приладів і зокрема детекторів елементарних частинок [1–5].

На форму ВАХ алмазу значно впливає концентрація азоту та бору в алмазі. Матеріали ростових комірок та сировина для вирощування алмазів не є ідеально хімічно чистими та містять ряд забруднень, що включають азот та бор. Ці елементи вбудовуються в кристалічну гратку при рості кристалу та визначають електрофізичні властивості вирощених алмазів.

Вихідна (темнова) концентрація носіїв заряду обумовлена термічною активацією дефектно-домішкових центрів різної природи на основі азоту, які існують в алмазі, найімовірніше – атомів азоту у вузлах кристалічної решітки, де він є донором. Ця величина безпосередньо впливає на питомий опір кристала.

Найбільші швидкості росту алмазів досягаються в ростовій системі Fe–Ni–C; вирощені при цьому алмази мають суттєві домішки азоту, що визначає їх жовтий колір. Для зменшення поглинання кристалом азоту до ростової системи додають хімічні елементи, що мають спорідненість до азоту. При вирощуванні кристалів в подібних ростових системах (Fe–Al–C, Fe–Co–Ti–C та ін.) вміст домішок азоту менший, однак при вирощуванні можуть вбудовуватись акцептори бору.

При виконанні роботи було поставлене завдання дослідити ВАХ алмазних зразків, вирощених в системах Fe–Al–C, Fe–Co–Ti–C та Fe–Ni–C, які поглинають різні співвідношення азоту та бору з метою відібрати найбільш придатні для використання у якості детекторів іонізуючого випромінювання.

## Підготовка зразків

Для вирощування алмазів використовували метод температурного градієнту Стронга-Венторфа [6], який передбачає розміщення джерела вуглецю в більш високотемпературній області, а затравочного кристалу в області менших температур. Між ними розташовують сплав-розчинник з забезпеченням різниці температури між ними ~50 К ($T_{дж}$>$T_{затр}$). Розчинниками

вуглецю служать сплави на основі заліза. Процес вирощування проводили при тиску 6 ГПа і температурах від 1350 до 1450 ºС в залежності від складу ростової системи, шляхом перекристалізації вуглецю з джерела на затравку; цей процес є розчин-розплавною кристалізацією алмазу. Як вихідний матеріал вуглецю використовували графіт високої чистоти, що містить домішку B менше 0,1 ppm. Було вирощено три групи кристалів з ростових систем Fe–Co–Ti–C, Fe–Al–C та Fe–Ni–C. Типові зразки вирощених кристалів показані на рис. 1.



*а* *б* *в*

*Рис. 1. Монокристали алмазу, вирощені в ростових системах: а – Fe–Co–Ti–C; б – Fe–Al–C; в – Fe–Ni–C*

Для проведення досліджень методом температурного градієнту в умовах високих тисків – високих температур були вирощені зразки синтетичних монокристалів алмазу товщиною 0,5 мм та інтегральним діаметром 3–4 мм (рис. 1).

З вирощених алмазів були відібрані зразки з досконалою кристалічною формою, з яких були вирізані пластини (001) орієнтацією товщиною 0.5 мм з інтегральним діаметром близько 3 мм та відполіровані.

На рис. 2 представлені зразки, що були використані в одній з серій експериментів. Безбарвні та близькі до безбарвних пластини були отримані з кристалів, вирощених в системах Fe–Al–C та Fe–Co–Ti–C, пластини жовтого кольору отримані з кристалів, вирощених в Fe–Ni–C.

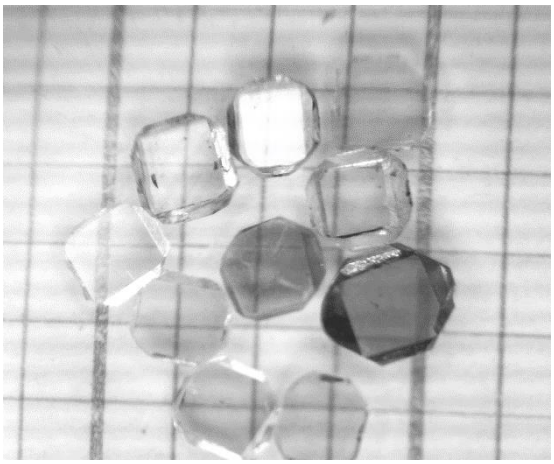


*Рис. 2. Алмазні пластини, виготовлені з кристалів, вирощених в ростових системах Fe–Al–C, Fe–Co–Ti–C (безбарвні) та Fe–Ni–C (жовті). Розмір масштабної гратки 2,5×2,5 мм*

**Матеріали та методи дослідження**

*Теоретичні особливості омічного контакту на алмазі*. При контакті металу з напівпровідником в зоні взаємодії матеріалів формується потенційний бар'єр. У більшості випадків цей бар'єр має випрямляючі властивості і називається бар'єром Шотки. Іншим типом

контактів є омічний контакт метал-напівпровідник, який не має бар'єру Шотки. Такий контакт характеризується відносно лінійною і симетричною вольт-амперної характеристикою (ВАХ). Крім того, відмінною рисою такого контакту є мале значення опору контактної зони в порівнянні з опором матеріалу напівпровідника в об'ємі. Омічні контакти реалізують електричний зв'язок напівпровідникових елементів в мікросхемах.

Наявність або відсутність омічних властивостей контакту визначається формою і нахилом кривої ВАХ. При цьому головним параметром, що характеризує омічний контакт є питомий опір $\rho_c$, який визначається як [7, 8]

$$\rho_c \equiv \left(\frac{\partial J}{\partial V}\right)^{-1}_{V=0},$$

де *J* – густина струму, V – напруга на контактах алмазного зразка. Згідно з цим визначенням, контактний опір повинен визначатися з ВАХ, беручи до уваги механізм перенесення зарядів через контакт. Щодо алмазних пластин, основною домішкою в яких є донорна домішка азоту, яка утворює напівпровідник n-типу, та акцепторна домішка бору, яка утворює напівпровідник р-типу, потрібно враховувати, що існує всього чотири класи транспортних механізмів переносу заряду між металом і напівпровідником [7, 8]:

1) Емісія електронів з напівпровідника в метал над вершиною бар'єру (термоіонна емісія);
2) Квантово-механічне тунелювання електронів крізь потенційний бар'єр (польова емісія);
3) Рекомбінація в області просторового заряду;
4) Діркова провідність, за рахунок дірок, що проникають з металу в напівпровідник.

Залежно від концентрації носіїв заряду в зоні контакту, в більшості випадків на практиці реалізуються два механізми – термоіонна емісія (ТЕ) або тунельна провідність. При низькій концентрації домішки ($ND$ <$10^{17}$ $cm^{-3}$), характерній для IIа-алмазів, превалює термоіонна емісія. При збільшенні концентрації домішки ($10^{17}$ $cm^{-3} \leq ND \leq 10^{20}$ $cm^{-3}$) зона збіднення зменшується, що призводить до зменшення товщини потенційного бар'єру і початку тунельної провідності. При концентрації домішки ($ND$> $10^{20}$ $cm^{-3}$) і невисоких температурах превалює тунельна провідність.

*Обладнання.* Для дослідження ВАХ алмазних зразків зазвичай необхідно нанесення контактних покриттів. Оскільки завдання роботи включали дослідження великої кількості зразків, вирощених при варіації технологічних параметрів в різних ростових системах, металізація кожного зразка значно ускладнювала такі дослідження. Для вирішення цієї проблеми було розроблено методику та пристрій на її основі, які дозволили проводити дослідження ВАХ алмазних зразків без нанесення металізації на їх поверхню. В якості контактних електродів використовувалися електропровідні еластомери, які у процесі вимірювань з постійною каліброваною силою притискаються до полірованих поверхонь плоскопаралельної пластини алмазного монокристалу.

Для проведення експрес-досліджень алмазів нами розроблено пристрій, в якому механізм притиску електродів до зразка виконано у вигляді ізольованої прецизійної циліндричної пари ковзання, на рухомій частини якої закріплено електрод-щуп, розташований разом зі зразком і електродом-підкладкою в металевому екрані, з'єднаному з корпусом.

Перевага запропонованої вимірювальної комірки полягає у тому, що при використанні еластичних електродів відпадає необхідність у тривалому і трудомісткому процесі нанесення електродів на зразок та з'єднання їх з виводами, що значно знижує витрати і підвищує продуктивність вимірювань. При цьому нормується розмір випробуваної площі зразка, існує можливість локальних зонних вимірювань при відповідному виборі розмірів електрода-щупа. Використання циліндричної пари та сил пружності в механізмі притискання електродів до зразка (рис. 3) забезпечує оперативність вимірювань та мініатюризацію розмірів

вимірювальної комірки до розмірів зразків. Це, в свою чергу, дозволяє використовувати захисний екран для усунення впливу зовнішніх електромагнітних полів, фотоефекту та вологості на результати вимірювань, підвищуючи їх точність, діапазон і відтворюваність.

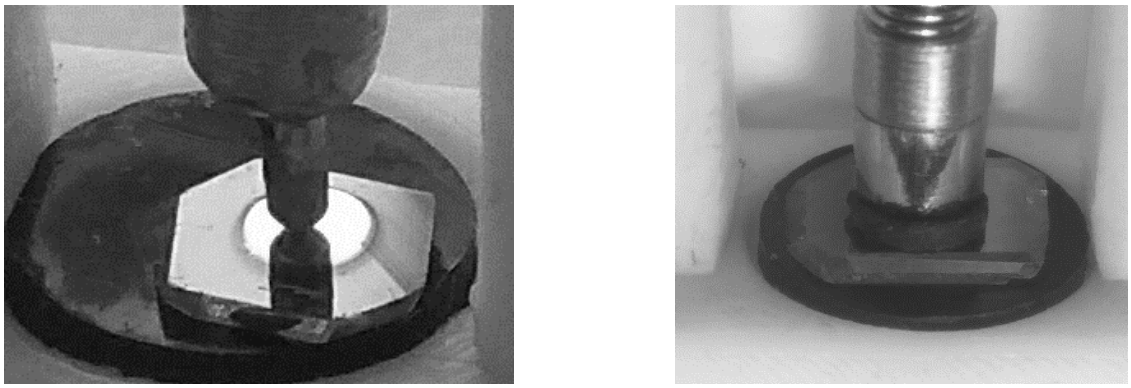


*Рис.3. Алмазні пластини в притисному механізмі*

**Результати**

Результати досліджень трьох зразків кожної ростової системи представлені на рис. 4. Проведений аналіз отриманих ВАХ показав, що результати вимірювань на зразках з контактною металізацією та електропровідним еластомером були ідентичними.

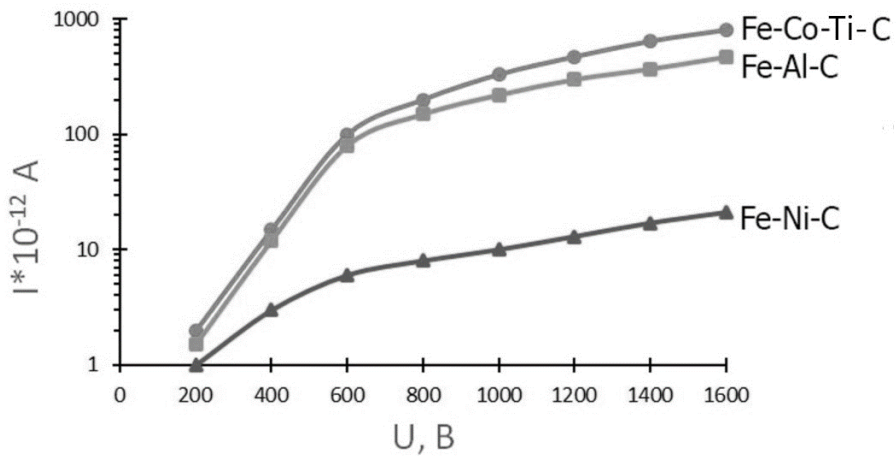



*Рис. 4. ВАХ плоскопаралельних алмазних пластин товщиною 0.5 мм. Ростові системи Fe–Al–C, Fe–Co–Ti–C та Fe–Ni–C*

ВАХ алмазних пластин ростових систем Fe–Al–C, Fe-Co-Ti-C при збільшенні прикладеної напруги вище 500 В показали ріст струмів витоку до рівня наноамперів. Струми витоку зразка Fe-Ni-C залишались на рівні пікоамперів при збільшенні напруги до 2,2 кВ.

На рис. 5 представлені усереднені ВАХ зразків ростових систем Fe–Al–C, Fe–Co–Ti–C в лінійному масштабі. Було досліджено по чотири зразки кожної ростової системи. Зразки, отримані з системи Fe–Al–C, показують дещо нижчі струми витоку у порівнянні з системою Fe–Co–Ti–C. Однак, обидва типи зразків мають зависокі струми витоку для їх використання у детекторах елементарних частинок. Тому подальші дослідження проводилися на зразках ростової системи Fe–Ni–C.

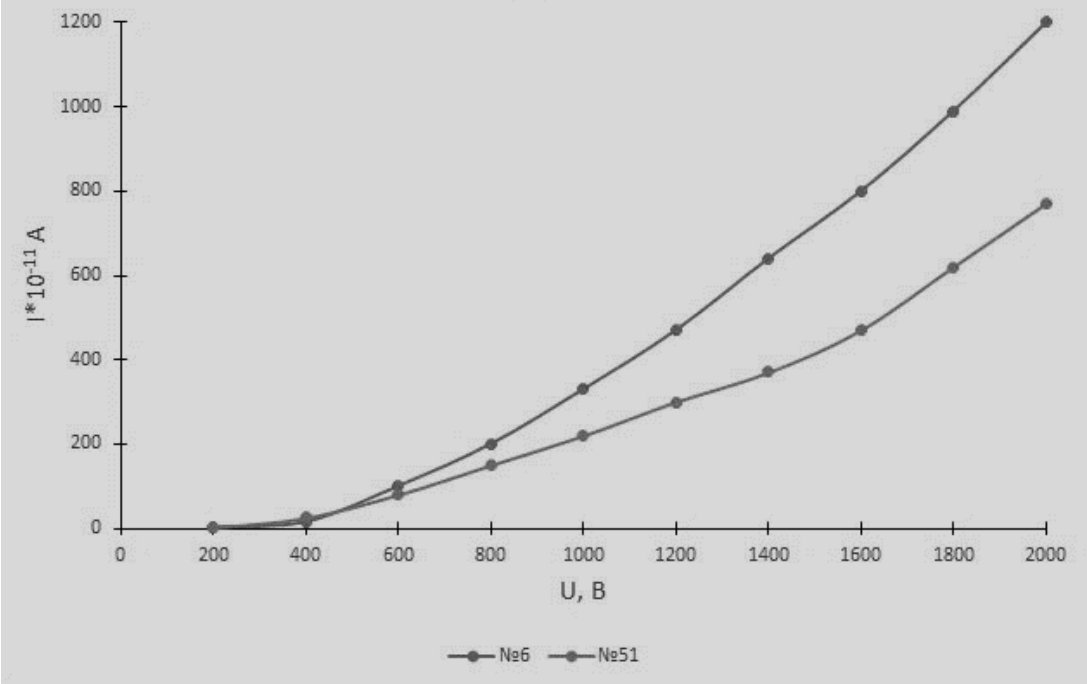



*Рис. 5. ВАХ плоскопаралельних алмазних пластин товщиною 0.5 мм. Ростові системи Fe–Al–C та Fe–Co–Ti–C*

Зразки з такої ростової системи мають на декілька порядків менші струми витоку у порівнянні з алмазними зразками, вирощеними в інших ростових системах, та найбільш придатні для засобів електроніки.

Для досліджень були відібрані три зразки з концентрацією азоту 3, 40 та 115 ppm.

Як можна побачити з рис. 6, при напругах більше 1.5 кВ для плоскопаралельних зразків з товщиною пластини 0.5 мм та концентрацією азоту більше 40-50 ppm має місце суттєво нелінійний характер залежності струму витоку від значення напруги прикладеної до обкладинок плоскопаралельної алмазної пластини.

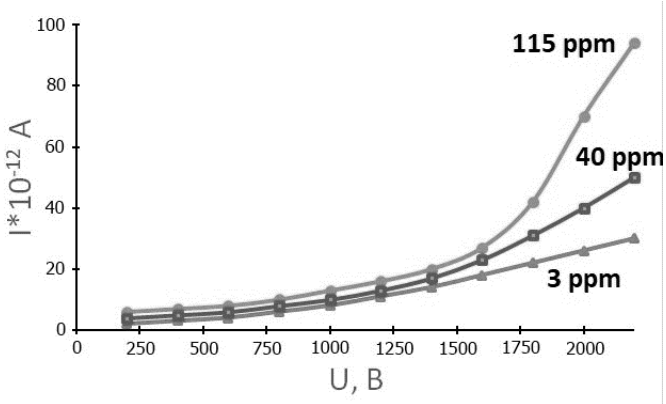



*Рис. 6. ВАХ плоскопаралельних алмазних пластин товщиною 0.5 мм. Ростова система Fe–Ni–C. Концентрація азоту: синя крива – 3 ppm, зелена крива – 40 ppm, червона крива – 115 ppm*

**Висновки**

Розроблено методику дослідження вольт-амперних характеристик алмазів без металізації їх контактних поверхонь.

Вперше встановлено, що алмази, вирощені у ростових системах Fe–Al–C та Fe–Co–Ti–C, мають значні темнові струми витоку (1-100 наноамперів при напругах 0.5-2 кВ), що робить проблематичним їх використання в сучасних засобах електроніки, а струми витоку алмазів, вирощених в ростовій систем Fe–Ni–C, не перевищують десятки пікоамперів – ці алмази є найбільш придатними для засобів електроніки.

Вперше встановлено, що при збільшенні прикладеної напруги до зразка, отриманого в системі Fe–Ni–C в діапазоні від 1,5 кВ до 2,2 кВ, має місце зміна форми високовольтних ВАХ в залежності від концентрації азоту в алмазах, що пов'язано з термопольовою активацією донорних центрів, яка призводить до підвищення концентрації носіїв заряду у кристалі при високих прикладених напругах.

Встановлено, що алмази, вирощені в системі Fe–Ni–C, мають найбільш лінійну ВАХ в порівнянні з ростовими системами Fe–Al–C та Fe–Co–Ti–C, причому для забезпечення струму витоку менше ніж 30 пА при напрузі 2 кВ і товщині плоскопаралельної пластини 0.5 мм необхідно, щоб концентрація азоту в цій пластині не перевищувала 3 ppm.

**R.Yu. Chaplynskyi[1], V.I. Grushko[2], V.V. Lysakovskyi[2], O.O. Zanevskyi[2], E.E. Petrosyan[1], T.V. Mykytiuk[1], E.I. Mitskevich[2], O.G. Lysenko[2]**

*[1]Institute for Nuclear Research National Academy of Sciences of Ukraine*
*[2]V. Bakul Institute for Superhard Materials National Academy of Sciences of Ukraine*

**CURRENT-VOLTAGE CHARACTERISTICS OF HPHT DIAMONDS GROWN WITH VARIATIONS IN THE COMPOSITION OF GROWTH SYSTEMS**

*The current-voltage characteristics of HPHT diamonds grown in different growth systems were studied. It was established that there is a change in the shape of high-voltage I-V characteristics depending on the concentration of nitrogen in diamonds when the voltage in the range from 1.5 kV to 2.2 kV is applied to diamond samples grown in the Fe–Ni–C system, due to the thermal-field activation of donor centers which leads to an increase in the concentration of charge carriers in diamond plates at high applied voltages.*

***Key words:*** *current-voltage characteristics, HPHT diamonds, solvent alloy.*

## Література

1. Burns R. C., Chumakov A. I., Connell S. H., Dube D., Godfried H. P., Hansen J. O., H¨artwig J., Hoszowska J., Masiello F., Mkhonza L., Rebak M., Rommevaux A., Setshedi R. and Vaerenbergh P. Van. HPHT growth and x-ray characterization of high-quality type IIa diamond // J. Phys.: Condens. Matter. – 2009. –Vol. 21. – 364224 (14pp)
2. Sumiya H., Tamasaku K. Large Defect-Free Synthetic Type IIa Diamond Crystals Synthesized via High Pressure and High Temperature // J. Appl. Phys. – 2012. – Vol. 51. – P. 090-102.
3. Sumiya H., Toda N., Satoh S. Growth rate of high-quality large diamond crystals // Journal of crystal growth. – 2002. – Vol. 237–239. – P. 1281–1285.
4. Shiryaev A.A., Frost D.J., Langenhorst F. Impurity diffusion and microstructure in diamonds deformed at high pressures and temperatures // Diamond & Related Materials. – 2007. – Vol. 16. – P. 503–511.
5. Kaminsky F V., Khachatryan Galina K. The relationship between the distribution of nitrogen impurity centres in diamond crystals and their internal structure and mechanism of growth // Lithos. – 2004. – Vol. 77. – P. 255– 271.
6. Bovenkerk H.P., Bundy F.P., Hall H.T., Strong H.M., Wentorf R.H. Preparation of diamond // Nature. –1959. – Vol. 184, N 4693. – P. 1094–1098.
7. Blank T.V., Gol'dberg A. Yu. Mechanisms of current flow in metal–semiconductor ohmic contacts // Semiconductors. – 2007. – Vol. 41. – P. 1263–1292.

8. Moazed K.L., Zeidler J.R., Taylor M.J. A thermally activated solid state reaction process for fabricating ohmic contacts to semiconducting diamond // J. Appl. Phys. – 1990. – Vol. 68. – P. 2246–2254.

*Надійшла 16.08.22*

**References**

1. Burns, R.C., Chumakov, A.I., Connell, S.H., et al. (2009). HPHT growth and x-ray characterization of high-quality type IIa diamond, *J. Phys.: Condens. Matter, 21,* 364224 (14pp)
2. Sumiya, H., & Tamasaku, K. (2012). Large Defect-Free Synthetic Type IIa Diamond Crystals Synthesized via High Pressure and High Temperature. *J. Appl. Phys*., *51,* 090102.
3. Sumiya, H. Toda, N., & Satoh S. (2002). Growth rate of high-quality large diamond crystals. *Journal of crystal growth, 237–239,* 1281–1285.
4. Shiryaev, A.A., Frost, D.J., & Langenhorst F. (2007). Impurity diffusion and microstructure in diamonds deformed at high pressures and temperatures. *Diamond & Related Materials, 16,* 503–511.
5. Kaminsky, F V., & Khachatryan, G. K. (2004). The relationship between the distribution of nitrogen impurity centres in diamond crystals and their internal structure and mechanism of growth. *Lithos, 77,* 255– 271.
6. Bovenkerk, H.P., Bundy, F.P., Hall, H.T., et al. (1959). Preparation of diamond. *Nature, 184, 4693,* 1094–1098.
7. Blank, T.V., & Gol'dberg A.Yu. (2007). Mechanisms of current flow in metal–semiconductor ohmic contacts, *Semiconductors, 41,* 1263–1292.
8. Moazed, K.L., Zeidler, J.R., & Taylor, M.J. (1990). A thermally activated solid state reaction process for fabricating ohmic contacts to semiconducting diamond, *J. Appl. Phys., 68,* 2246.

УДК 621.921.34–492.544.023.5:539.215 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-178-183

**Г.А. Петасюк**, д-р техн. наук

*Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, 04074 м. Київ, вул. Автозаводська, 2, Київ, Україна, e-mail: petasyuk@ukr.net*

## ДОСЛІДЖЕННЯ РОЗРАХУНКОВОЇ ТОВЩИНИ ПОКРИВУ АЛМАЗНИХ ПОРОШКІВ ПРИ ВИКОРИСТАННІ РОЗМІРНИХ ПАРАМЕТРІВ ЗЕРЕН, ОТРИМАНИХ ЗА ДОПОМОГОЮ ПРИЛАДУ DiaInspect.OSM

*Відзначається прикладна значимість покриву як способу покращення експлуатаційних властивостей виробів різного функціонального призначення, зокрема абразивного інструменту. Констатується, що важливою характеристикою покриву є його товщина. Проведений огляд наявних публікацій показав, що забезпечення оптимального значення цієї характеристики дозволяє досягти максимального позитивного ефекту від застосування виробів з нанесеним на їхню поверхню покривом. Проаналізовано методичні складові опосередковано-аналітичного визначення товщини покриву. Запропоновано в розрахунковій схемі такого визначення використовувати еліпсоїд як 3D модель зерна абразивних порошків. Подаються результати порівняльного дослідження товщини покриву, зумовленої використанням еліпсоїда, кулі та куба як можливих 3D аналогів зерна.*

***Ключові слова**: покрив, товщина, алмазне зерно, 3D модель, еліпсоїд, куля, куб, кубооктаедр*

Покрив є дієвим засобом впливу на експлуатаційні, технологічні та споживчі властивості виробів, призначених для використання в машинобудуванні, в хімічній, будівельній і харчовій індустріях, фармакології та в інших виробництвах. Головна мета такого впливу – захист робочих поверхонь від дії зовнішніх агресивних середовищ, головним чином від корозії, поліпшення умов застосування і зберігання виробів, збільшення терміну служби та підвищення надійності деталей машин та різального шару абразивних інструментів [1, 2].

У сфері алмазно-абразивної обробки, на яку спрямована ця робота, товщина покриву зерен абразивних порошків НТМ впливає на міцність їхнього утримання в різальному шарі абразивного інструменту, а тому і на питому витрату самого абразивного порошку. При цьому, як відзначається в [3], такий позитивний ефект досягається лише за певної оптимальної товщини покриву. В подібних випадках важливо володіти інформацією щодо товщини покриву, а відтак і методами визначення цієї характеристики. Досить детальний аналіз стану справ у визначенні товщини покриву зерен абразивних порошків НТМ був виконаний в роботі [4]. На підставі проведених досліджень констатувалось, що наявність високоточних методів визначення товщини покриву зерен є важливою методологічною передумовою ефективного застосування модифікованих таким чином абразивних порошків. Як показує аналіз відомих публікацій, питанню визначення товщини покриву у сфері абразивних порошків належної уваги не приділялось. Головна увага була зосереджена на технологічних аспектах нанесення покриву на зерна. Тому розробка методів визначення товщини покриву із залученням нових 3D моделей зерна абразивних порошків та підвищення їх точності є актуальною і важливою матеріалознавчою задачею.

Одним із способів підвищення точності методів визначення товщини покриву є залучення для цього нових 3D моделей зерна абразивних порошків. В нашій роботі в якості таких нових 3D моделей зерна пропонується використовувати еліпсоїд. Саме еліпсоїд до появи екстраполяційно-афінної 3D моделі зерна [5] вважався найбільш адекватним аналогом зерна шліфпорошків синтетичного алмазу при опосередкованому визначенні певних їхніх технологічних властивостей (наприклад, числа зерен в одному караті [6]). Такі позитивні переваги цієї 3D моделі зерна обумовлені тим, що вона успадковує від реального зерна відразу три його розмірні параметри – довжину і ширину (в сучасній інтерпретації максимальний і мінімальний діаметри) його проекції та висоту ($H$) зерна. Тому складає великий прикладний інтерес доповнення арсеналу відомих розрахункових залежностей опосередковано-аналітичного визначення товщини покриву абразивних порошків і залежностями для 3D моделі зерна у формі еліпсоїда. Разом з такою 3D моделлю зерна будуть проведені порівняльні дослідження відносної похибки визначення товщини покриву, отриманої із застосуванням відомих 3D моделей зерна у формі кулі та куба, які вже давно використовуються для цієї мети.

При мікроскопіюванні порошку проекцією зерна, що має 3D форму еліпсоїда з осями $A \geq B \geq C$ , буде еліпс з осями $A$ і $B$. Якщо морфометричні характеристики діагностуються приладом DiaInspect.OSM [7], як це було у нашому випадку, то $A$ ототожнюється з максимальним діаметром Фере ($F_{max}$, точний аналог дожини проекції), $B$ – з мінімальним діаметром Фере ($F_{min}$, дуже близький аналог ширини проекції), а $C$ – з висотою зерна ($H$). Зазначимо, що такий варіант узгодження розмірних параметрів фактичного зерна з прийнятою його 3D моделлю не є єдиним. В роботі [8] використовується схема з прирівнюванням об’ємів зерна та 3D його моделі. Може бути також використана і схема з прирівнюванням площ повних їх поверхонь чи відношення об’єму до площі поверхні. Подібні дослідження не є предметом цієї роботи, хоча складають великий науково-прикладний інтерес. Подібне вивчення є предметом окремих подальших напрямків продовження досліджень за тематикою цієї роботи.

Для отримання розрахункової залежності опосередковано-аналітичного визначення товщини покриву зерен абразивних порошків НТМ на базі 3D моделі зерна у формі еліпсоїда

будемо виходити із пікнометрично-адитивного підходу [4]. Такий підхід передбачає аналітичне подання об'ємів початкового зерна ($V_a$) та зерна з нанесеним на його поверхню покривом ($V_M$). Для еліпсоїда $V_a = \pi ABC/6$, $V_M = \pi(A+2h)(B+2h)(C+2h)/6$, де $h$ – товщина покриву. Об'єм $V_M$, використовуючи пікнометричне співвідношення між об'ємом, масою ($m_M$) і густиною ($\rho_M$) матеріалу покриву як твердого тіла, ступінь покриву ($\mu = m_a/m_M$), який є технологічним параметром процесу нанесення покриву, та густину матеріалу синтетичного алмазу ($\rho_a$), можна подати у вигляді $V_M = \mu V_a \rho_a/\rho_M$. З урахуванням цього основне рівняння пікнометрично-адитивного методу для зерен у формі еліпсоїда набуває вигляду

$$(A+2h)(B+2h)(C+2h) = ABC + \mu \frac{\rho_a}{\rho_M} ABC \qquad (1)$$

Розкриваючи дужки у лівій частині цього рівняння та після його спрощення, отримуємо кубічне рівняння для визначення $h$. Оскільки $h/A \ll 1$, то нехтуючи членом з $h^3$ зводимо рівняння (1) до квадратного, розв'язуючи яке матимемо

$$h = A\frac{S_1}{4S_2}\left\{\sqrt{1+\frac{4S_2\tilde{B}\tilde{C}\mu}{S_1^2}\frac{\rho_a}{\rho_i}}-1\right\} \qquad (2)$$

де $S_1 = \tilde{B}+\tilde{C}+\tilde{B}\tilde{C};\ S_2 = 1+\tilde{B}+\tilde{C};\ \tilde{B} = B/A;\quad \tilde{C} = C/A$.

Зауважимо, що у випадку кулі та куба, які в подальшому також будуть використовуватися як 3D моделі зерна, залежності для визначення товщини покриву опосередковано-аналітичним методом є однотипними [4]

$$h = \frac{d}{2}\left\{\sqrt[3]{\frac{\mu\rho_a}{\rho_M}+1}-1\right\} \qquad (3)$$

з різним трактуванням сенсу параметра $d$. У випадку кулі – це її діаметр ($D$, тобто $d = D$), у випадку куба – це ребро куба ($a$, тобто $d = a$).

Відносна похибка визначення товщини покриву зерен запропонованим методом обчислювалася шляхом тестування. Процедура тестування виконувалася для ідеалізованого шліфпорошку, всі зерна якого мали 3D форму кубооктаедра (рис. 1), тобто були рівновеликі за розміром і однорідними за 3D формою.

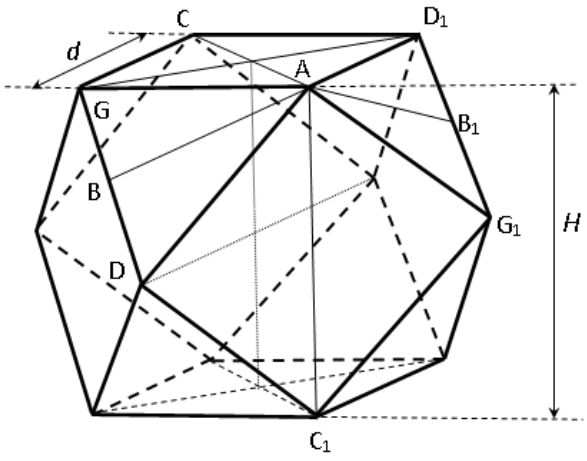



*Рис. 1. Кубооктаедр як 3D модель зерна абразивного порошку (розташування на грані у формі квадрата)*

Зауважимо, що 3D форму зерен у вигляді кубооктаедра або близьку до нього мають, наприклад, високоміцні крупнозернисті шліфпорошки синтетичного алмазу. Проекцією кубооктаедра на площину, паралельну його грані у формі квадрата, на якій він розташовується на предметному столі мікроскопу, буде знову ж таки квадрат (рис. 2) із довжиною сторони $l = \sqrt{2}\,d$, де $d$ – довжина ребра кубооктаедра. Взаємозв'язок між $F_{max}$, $F_{min}$ і $H$ та ребром кубооктаедра, виходячи із понятійного сенсу морфометричних

характеристик, які діагностуються приладом DiaInspect.OSM, виражається такими залежностями: $F_{max} = 2d$, $F_{min} = \sqrt{2}\,d$, $H = \sqrt{2}d$.

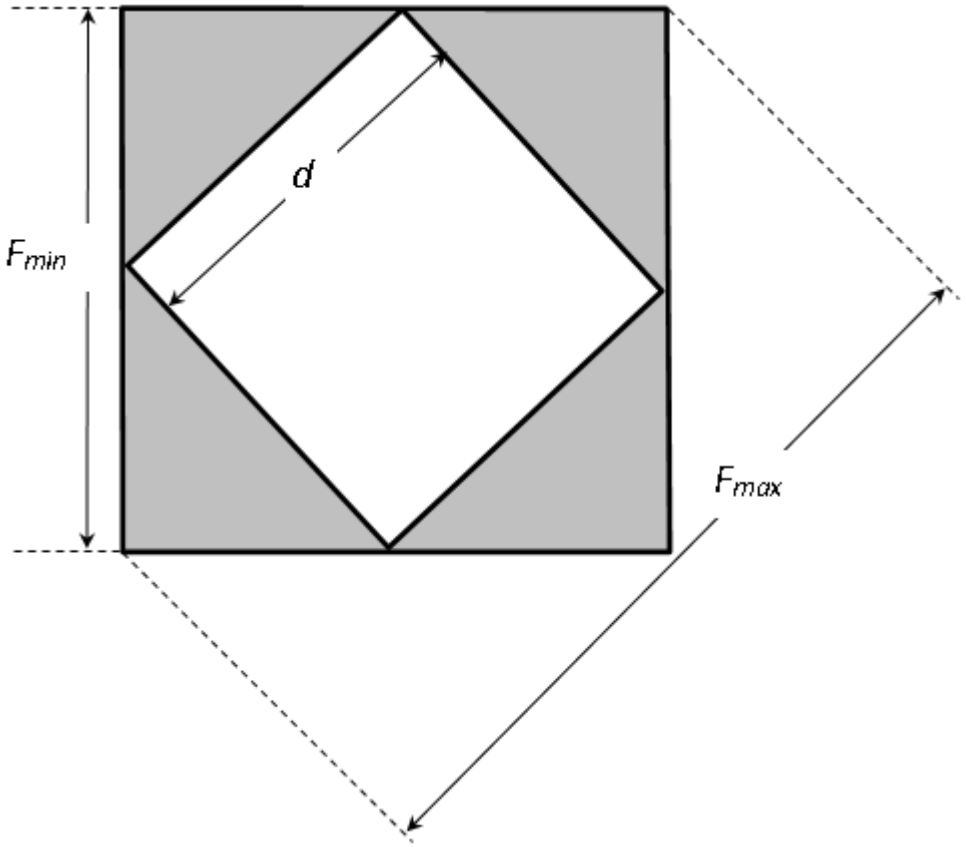



*Рис. 2. Проекція кубооктаедра, який розташовується на грані у формі квадрата, на площину, паралельну цій грані*

У процесі тестування передбачалось, що на такий алмазний порошок був нанесений титановий покрив товщиною $h$ = 5 мкм. Такому значенню $h$ при густині алмазу $\rho_a$ =3,51 г/см$^3$, густині титану $\rho_M$ =4,5 г/см$^3$ та $d$ = 100 мкм відповідає ступінь покриву $\mu$ =42,4%, який був вирахуваний із залежності для опосередковано-аналітичного визначення товщини покриву у випадку кубооктаедра як 3D моделі зерна. Зазначена залежність має вигляд (3), розмірний параметр $d$ в правій частині якої має сенс довжини ребра кубооктаедра (рис.1).

Застосування залежності (1) із використанням прийнятих для тестування початкових даних дає $h$=5,5423 мкм для 3D моделі зерна у формі еліпсоїда, та $h$=8,54 мкм для 3D моделі зерна у формі кулі і куба. Порівняльний аналіз фактичної товщини покриву тестового зерна у формі кубооктаедра ($h$=5) з результатом, отриманим при використанні розглядуваних тут 3D моделей зерна, показує, що найменша відносна похибка опосередкованого визначення має місце при застосуванні 3D моделі зерна у формі еліпсоїда і становить 29,79%. Хоча така похибка не є малою, вона може бути прийнятною для практики опосередкованого визначення товщини покриву. Зменшення її значень потребує подальшого вивчення впливу способу узгодження розмірних параметрів фактичного зерна з прийнятою його 3D моделлю на відносну похибку подальшого опосередковано-аналітичного визначення товщини покриву. Зокрема, схем з прирівнюванням об’ємів чи площ поверхонь цих двох об’єктів або з прирівнюванням відношення об’єму до площі поверхні, про що вже зазначалось. Для двох інших досліджуваних 3D моделей зерна (кулі та куба) похибка значно більша і становить 70,71%. Це дозволяє зробити висновок про доцільність практичного застосування

опосередковано-аналітичного методу у поєднанні з 3D моделлю зерна у формі еліпсоїда для визначення товщини покриву алмазних порошків та порошків інших абразивних матеріалів у випадку використання DiaInspect-характеристик при узгодженні розмірних параметрів фактичного зерна з прийнятою його 3D моделлю.

**Висновки**

Проведеними дослідженнями обґрунтована доцільність практичного застосування опосередковано-аналітичного методу визначення товщини покриву алмазних порошків та порошків інших абразивних матеріалів у поєднанні з 3D моделлю зерна у формі еліпсоїда у випадку, коли для узгодження розмірних параметрів фактичного зерна та прийнятої його 3D моделі використовуються DiaInspect-характеристики порошку. Така розрахункова схема забезпечує найменшу похибку визначення у порівнянні з відомими 3D моделями зерна у формі кулі та куба.

В подальшому дослідження за розглядуваної в цій роботі тематикою слід продовжити в напрямку вивчення впливу інших способів узгодження розмірних параметрів фактичного зерна з прийнятою його 3D моделлю на відносну похибку опосередковано-аналітичного визначення товщини покриву.

**G.A. Petasyuk**

*V.N. Bakul Institute for superhard materials of NAS of Ukraine, Kyiv*

**INVESTIGATION OF THE CALCULATED THICKNESS OF DIAMOND POWDER COATING USING THE SIZE PARAMETERS OF GRAINS OBTAINED WITH THE DEVICE DiaInspect.OSM**

*The applied significance of the coating as a way to improve the performance of products of different functional purposes, particularly abrasive tools, is noted. It is stated that an important characteristic of the coating is its thickness. A review of existing publications has shown that ensuring the optimal value of this characteristic allows to achieve the maximum positive effect from the use of products with a coating applied to their surface. Methodological components of indirect-analytical determination of coating thickness are analyzed. It is proposed to use an ellipsoid as a 3D model of abrasive powder grains in the calculation scheme of such a determination. The results of a comparative study of the thickness of the coating due to the use of an ellipsoid, a sphere and a cube as possible 3D analogues of grain are presented.*

***Key words**: coating, thickness, diamond grain, 3D model, ellipsoid, sphere, cube, cubooctaedron*

**Література**

1. Sknar Yu.E., Amirulloeva N.V., Sknar I.V., Danylov F.I. Influence of methylsulfonate anions on the structure of electrolytic cobalt coatings. Danylov // Materials Science. – 2016. – Vol. 52, N 3. – P. 396–401.
2. Лавріненко В.І. Надтверді матеріали. – К.: Академперіодика, 2018. – 336 с.
3. Батурин В.Е., Клебанов Ю.Д., Сумароков В.Н. Измерение толщины металлических покрытий на зернах алмаза и кубического нитрида бора // Синтетические алмазы. – 1973.– Вып. 3. – С. 13–16.

4. Petasyuk G. A. Methodological and Application Aspects of Indirect Analytical Determination of Coating Thickness on Metal_Coated Superabrasive Grits // Journal of Superhard Materials. – 2019. – Vol. 41, N. 3. P. 201–209.
5. Петасюк Г.А. Экстраполяционно–аффинная 3D модель зерна порошков сверхтвердых материалов и ее инженерия // Современные проблемы естественных наук – 2014. – Т. 1, №2. – С. 57–62.
6. Бакуль В. Н. Число зерен в одном карате – одна из важнейших характеристик алмазного порошка // Синтетические алмазы. – 1976. – Вып. 4. – С. 22–27.
7. Сайт компанії «Vollstäedt Diamant GmbH» [Електронний ресурс]. – Режим доступу: https://vdiamant.de/diainspect-osm.html. (Partikelanalyzer – Vollstaedt Diamant GmbH).
8. Петасюк Г.А. Опосередковане визначення товщини покриву порошків синтетичного алмазу з використанням нових 3D моделей зерна // Фізико-хімічна механіка матеріалів. – 2021. – № 6. – С.133–136.

*Надійшла 26.05.22*

## References

1. Sknar, Yu.E., Amirulloeva, N.V., Sknar, I.V., & Danylov, F.I. (2016). Influence of methylsulfonate anions on the structure of electrolytic cobalt coatings. *Materials Science. 52, № 3.* 396–401.
2. Lavrinenko, V.I. (2018). *Nadtverdi materialy [Superhard materials].* Kyiv: Akademperiodyka [in Ukrainian].
3. Baturin, V.Ye., Klebanov, YU.D., & Sumarokov, V.N. (1973). Izmereniye tolshchiny metallicheskikh pokrytiy na zernakh almaza i kubicheskogo nitrida bora [Measurement of the thickness of metal coatings on the grains of diamond and cubic boron nitride]. *Sinteticheskie almazy. – Synthetic Diamonds, 3*, 13–16 [in Russian].
4. Petasyuk, G.A. (2019). Methodological and Application Aspects of Indirect Analytical Determination of Coating Thickness on Metal_Coated Superabrasive Grits. *Journal of Superhard Materials, 41, 3*, 201–209.
5. Petasyuk, G.A. (2014). Ekstrapolyatsionno–affinnaya 3D model' zerna poroshkov sverkhtverdykh materialov i yeye inzheneriya. [Extrapolation-affine 3D model of a grain of powders of superhard materials and its engineering]. *Sovremennye problemy estestvennykh nauk – Modern problems of natural sciences. 1, 2,* 57–62 [in Russian].
6. Bakul, V.M. (1976). Chislo zeren v odnom karate – odna iz vazhneyshikh kharakteristik almaznogo poroshka [The number of grains per Carat is one of the most important characteristics of diamond powder]. *Sinteticheskie almazy – Synthetic diamond. 1976, 4*, 22–27 [in Russian].
7. Vollstäedt Diamant GmbH. *vdiamant.de.* Retrieved from: https://vdiamant.de/diainspect-osm.html. (Partikelanalyzer - Vollstaedt Diamant GmbH).
8. Petasiuk, G.A. (2021). Oposeredkovane vyznachennia tovshchyny pokryvu poroshkiv syntetychnoho almazu z vykorystanniam novykh 3D modelei zerna [Indirect determination of the thickness of the coating of synthetic diamond powders using new 3D models of their grain]. *Fizyko-khimichna mekhanika materialiv – Physicochemical mechanics of materials, 6,* 133–136. [in Russian].

УДК 621.762.4.045; 621.921.34 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-184-192

**М.О. Цисар**[1], **А.П. Закора**[1], **А.М. Бабак**[2], кандидати технічних наук,
**С.А. Івахненко**[1], член-кор. НАН України, **В. В. Лисаковський**[1], д-р техн. наук;
**Г.Д. Ільницька**[1], канд. техн. наук, **О.О. Заневський**[1], канд. хім. наук, **В.Ю. Клочок**[1], асп.

*[1]Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська 2, 04047, м. Київ, e-mail: ts_maxim@ukr.net*
*[2]Національний технічний університет України «Київський політехнічний інститут ім. Ігоря Сікорського», пр. Перемоги 37, 03056 м. Київ, e-mail: sopromat_dpm@ukr.net*

# ВПЛИВ ТЕРМІЧНОЇ ТА ХІМІКО-ТЕРМІЧНОЇ ОБРОБОК МОНОКРИСТАЛІВ АЛМАЗУ ТИПУ I*b* НА СТАТИЧНУ МІЦНІСТЬ

*Зростаючі вимоги до продуктивності бурового інструменту вимагають розробляти способи отримання алмазів з високими та стабільними показниками міцності, від яких залежать ефективність та швидкість бурових робіт. Наукові дослідження у цій сфері показали, що ефективність процесу буріння значною мірою залежить від міцності та твердості монокристалів алмазу, які працюють при навантаженні, близькому до критичного. Це може призводити до повного руйнування кристалів без типового для процесу буріння поетапного сколювання з можливістю формування нових ріжучих кромок. Отримано результати експериментального дослідження впливу хіміко-термічної обробки та відпалу при 1150 °С на величину статичної міцності великих кристалів алмазів типу Ib октаедричного габітусу, отриманих методом НТНР-кристалізації. Експериментально підтверджено, що збільшення значення критичного навантаження призводить до зменшення частинок, що утворюються в результаті руйнування. Максимальне значення статичної міцності, що було отримано, становило 8750 Н. Встановлено, що для забезпечення достатньої поверхні ріжучої частини бурового інструменту доцільно використовувати монокристали розміром до 1–1,6 мм.*

***Ключові слова:*** *фізико-механічні властивості, HP-HT метод температурного градієнта, синтетичний алмаз типу Ib, геологорозвідувальні роботи, алмазний буровий інструмент.*

## Вступ

Найбільш розповсюдженими технологіями виробництва алмазних коронок є дві: інфільтраційна та гарячого пресування. Обидві ці технології передбачають просочування розплавленим металом матриці – в першому випадку вже спресованої, в другому випадку процеси пресування та просочування суміщають.

Процес складається з декількох етапів. На дно графітової форми в заздалегідь насвердлені отвори встановлюють крупні монокристали. На викладені алмази насипають шихту твердого сплаву, після цього йде пресування. Сформовану коронку в графітовій прес-формі сушать при температурі 150–200 ºС. Останнім етапом є спікання в електричній печі при температурі в 1150 ºС. Це мінімальна оптимальна температура для розплаву та придання достатнього рівня текучості просочуючому металу (зв’язки). Час цього процесу залежить від розміру коронки і складає 15–45 хв. Витримка при високій температурі в заданий проміжок часу може мати негативний вплив на вихідну алмазну сировину.

Так само може мати негативний вплив і попередня обробка алмазів [1]. В ряді робіт було відмічена можливість використання в якості сировини для виготовлення бурових коронок природніх та штучних монокристалів алмазів або їх уламків без будь-якої додаткової обробки; в інших роботах наведено цілий ряд попередніх обробок, спрямованих на підвищення якості таких монокристалів. Такими видами обробки є: овалізація, відпал,

кріогенна обробка, металізація, полірування та хіміко-термічна обробка [2]. Для розуміння сутності цих процесів розглянемо їх більш детально.

Овалізація алмазів виконується на спеціальному обладнанні з метою отримання зерен округленої витягнутої форми. Мета – надання випадкової форми, спрацювання сколів, дефектних кромок.

Сутність методу термічної обробки в послідовному ступеневому нагріві алмазів в середовищі інертного газу або низького вакууму до температури 920…940 °С з наступним повільним охолодженням. Мета цієї операції в знятті внутрішніх напружень і, відповідно, підвищенні міцності. Згідно з різними джерелами, статична міцність при стисканні після обробки збільшується на 20–40 %.

Кріогенна обробка – це обробка окремих кристалів або готового виробу рідким азотом. Мета цієї операції в знятті залишкових напружень. Зафіксовано підвищення статичної міцності в межах 15–30%.

Металізація – покриття алмазу тонким, в декілька мікрон шаром тугоплавких металів або їх сполук. Мета цієї операції в підвищенні адгезії монокристалів до матеріалів матриці. Також має місце ефект так званого «зарощування» тріщин та мікротріщин для підвищення міцності. В наукових працях було визначено оптимальну товщину покриття [1] – так, при товщині плівки металу 5–10 мкм статична міцність збільшується на 15–25%.

Полірування застосовується до відбракованих дефектних монокристалів з метою зменшення сили тертя алмазів в коронці та гірської породи, що сприяє зменшенню зносу алмазів. Полірування полягає в обробці кристалів алмазу суспензією мікропорошку алмазу зернистістю 1–40 мкм. Алмази засипають в сталеві стакани, заливають суспензією, стакани встановлюють в центрифуги і починають обертати, монокристали та зерна в суспензії притискаються до стінок стакану і починають тертись один відносно одного. Цей процес триває 10 годин. Вихід полірованої сировини складає 83%.

Хіміко-термічна обробка або хімічне полірування полягає в обробці поверхні монокристалів лужним розчином із додаванням бури при високих температурах 450–600 °С протягом 15–30 хв. Результатом такої обробки є розчинення виступаючих мікронерівностей, частин здвоєних граней, підвищення округлення, формування гладкої поверхні. Вихід полірованої сировини становить 85–90%. Метою такої обробки є підвищення експлуатаційних характеристик, таких як зносостійкість. Зменшення сил тертя між кристалами та гірською породою під час експлуатації сприяє збільшенню глибини занурення за одну проходку.

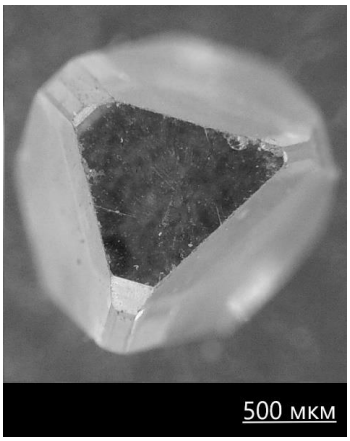



*Рис. 1. Зображення кристалу типу Ib октаедричного габітусу з дослідної партії*

В деяких випадках використовується комбінація таких методів попередньої обробки для отримання максимально якісних готових виробів. Дану статтю присвячено визначенню впливу технологічних процесів на статичну міцність алмазів типу Ib.

**Матеріали та методи**

Монокристали синтетичного алмазу типу Ib 1600/1000 мкм були отримані в апараті високого тиску типу «тороїд» шляхом стимульованої спонтанної розчин-розплавної кристалізації з використанням дрібнодисперсних сумішей графіту та розчинника на основі сплаву залізо-кобальт при тиску 5,8–6,2 ГПа та температурах 1450–1480 °С. Монокристали було відділено від продуктів синтезу шляхом хімічного витравлювання. Шляхом сортування та класифікації алмазної сировини було відібрано кристали з формою, близькою до октаедру. Вихід кристалів розміром 1–1,6 мм становив ~70% від загальної маси алмазного продукту. Загальний вигляд вихідних кристалів отриманої партії представлено на рис. 1.

Причиною зниження статичної міцності є захоплення включень розчинника. Тому основним завданням отримання високоміцних алмазів є створення умов вирощування, які мінімізують кількість таких включень. Для спонтанної кристалізації при вирощуванні множини алмазних частинок в одному циклі ця ситуація неминуча, і тому необхідно сортувати отриману продукцію з метою виділення більш якісної та структурно досконалої сировини. Об'ємні дефекти в кристалах алмазу обумовлені присутністю включень сплаву-розчинника, їх кількість кожної частки тісно пов'язана з величиною питомої магнітної сприйнятливості $\chi$ для неї [3]. Вихід відсортованих немагнітних кристалів усередині такої зернистості становить ~20%. Партія кристалів, синтезованих за заданих умов, після сортування за магнітною сприйнятливістю склала 166 штук.

Візуальний аналіз стану поверхні монокристалів, з урахуванням їх малих розмірів, здійснювався на мікроскопі моделі *XSP*-1406 від фірми *Skydust* із максимальним збільшенням ×1200, оснащеному цифровою камерою 5 МП. На поверхні було виявлено наступні дефекти: нерівності поверхні, притуплення вершин гранями кубу, ребра здвоєні або притуплені, сходинки росту (рис. 1).

Згідно з вимогами до вимірювальної апаратури [4], лінійні розміри та плоскопаралельність граней кристалів вимірюються за допомогою цифрових мікрометрів та/або цифрових штангенциркулів із ціною поділки не менше 0,01 мм. В даній роботі вимірювання проводились за допомогою цифрового штангенциркуля моделі *DCzag*-81520773 фірми *UKS*. Вимірювання проводились на всіх проміжних етапах, а саме: одразу після синтезу та вилучення, після хіміко-термічної обробки та остаточної термічної обробки.

Хіміко-термічна обробка або хімічне полірування здійснювалось в 15% лужному розчині з додаванням бури при температурі 650 °С протягом 30 хв. Нагрів здійснювався в лабораторній печі горизонтального завантаження марки СНОЛ 2,5.4.1/4 з керамічним покриттям внутрішньої камери, що витримує вплив агресивного середовища, а саме парів лужного розчину.

Для дослідження впливу температурної обробки зразків СА дозволяється використовувати будь-яку піч, що забезпечує відповідний режим. В нашому випадку використовувалась трубчаста лабораторна піч марки СУОЛ 025 25/14. Термообробка проводилась при температурі Т = 1150 ºС протягом 15 хв в середовищі аргону, що імітувало технології просочення матриць бурових коронок.

Згідно з ДСТУ 3292-95, єдиною характеристикою міцності для алмазних порошків є статична міцність [5]. Стандарт, що регламентує характеристики міцності крупних монокристалів алмазу, відсутній. Таким чином, відсутні: вимоги до дослідної апаратури із відповідним діапазоном навантажень, умови проведення експериментів, необхідні додаткові маніпулятори для проведення експериментів тощо.

При підборі випробувального устаткування для проведення досліджень механічних властивостей, а саме визначення статичної міцності, основним критерієм було забезпечення достатнього зусилля, необхідного для руйнування дослідного зразку. Так, згідно з вищезгаданим стандартом [6], для дослідження статичної міцності алмазних порошків рекомендується РМУ-05-1 та більш сучасна установка ДДА-33МП [5]. Максимальне навантаження, яке може бути реалізоване на вищезазначених приладах, складає 330 Н, тому вони можуть використовуватись для дослідження статичної міцності порошків в діапазоні зернистості 80/63 – 250/200.

На рис. 2 представлено графік залежності величини статичної міцності від зернистості, дані значення статичної міцності взято з робіт [3-5].

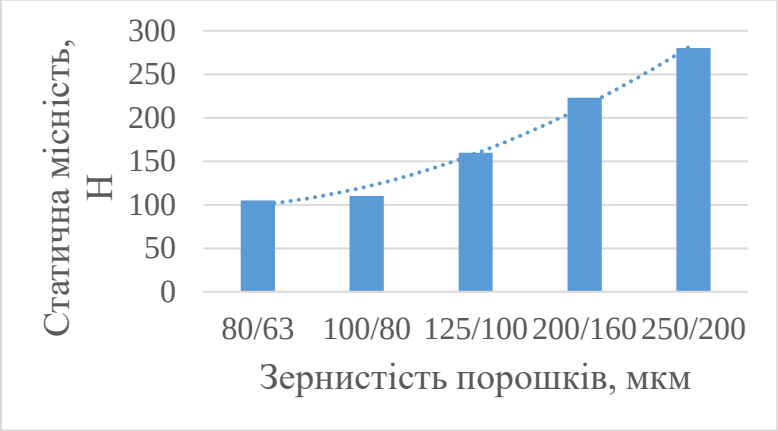



*Рис. 2. Залежність статичної міцності від зернистості*

Однак, наші монокристали суттєво більші і, відповідно, повинні витримувати суттєво більші навантаження, ніж 330 Н. Додатковою реперною точкою в цьому пошуку може слугувати теоретична міцність алмазу, що складає 114 ГПа [1]. Однак, в такому випадку статична міцність для порошків зернистістю 80/63 повинна складати 2290 Н, що не відповідає результатам експериментальних досліджень. Аналіз друкованих праць в цьому напрямку дозволив з'ясувати, що для кристалів алмазу природнього походження розміром 1,2–1,5 мм критичне навантаження складає 4500 Н [7]. Таким чином, для проведення експериментів потрібне обладнання, система навантаження котрого може забезпечити 9 кН – цим вимогам відповідає FP-10 (максимальне зусилля 10 кН, похибка ±10Н).

Розривна машина *FP*-10 призначена для дослідження фізико-механічних властивостей металів та сплавів і не має в своїй комплектації маніпулятора для роботи з мікрооб'єктами [8, 9]. Виготовлений для цих досліджень маніпулятор циліндричної форми (рис. 3) має ряд особливостей конструкції, однією з яких є кульове з'єднання в верхній частині, що забезпечує максимально співвісне стискання та нівелює відхилення паралельності між опорами.




*Рис. 3. Маніпулятор, оснащений твердосплавними опорами*

Для більш надійної фіксації та уникнення впливу мікронерівностей опорної поверхні твердосплавних пластин, як точкових концентраторів, що можуть викликати передчасне руйнування зразку, використовують фольги [10]. Ми використовували алюмінієву фольгу товщиною 0,5 мм, вирізану в формі кола діаметром 5 мм.

Встановлення досліджуваних кристалів слід здійснювати, спираючись на відомості про їх геометричну форму, а саме розміри бічних граней. Для збільшення стабільності досліджень необхідно викладати зразок гранню з найбільшою площею до нижньої опори з використанням допоміжного оптичного приладу [9], а саме окулярів моделі 81007-*B* фірми *MAGNIFIER* із збільшуваним склом ×4.

Для запобігання динамічному навантаженню – удару при проковзуванні верхньої твердосплавної пластини потрібно впевнитись у відсутності зазору між нею та верхньою гранню монокристалу. Це необхідно, оскільки удар викликає спонтанне утворення мікротріщин і навіть може призвести до передчасного часткового або повного руйнування дослідного зразку.

**Результати досліджень**

Стандарт України для крупних кристалів алмазу відсутній, тому спираючись на стандарти для інших матеріалів, зокрема для гірських порід будівельного призначення, було прийняте рішення відібрати з партії не менше 10 кристалів. Так, для дослідної партії з 166 штук вибірка в 10 зразків знаходиться в межах 5–10%.

Кристали алмазу октаедричного габітусу природнього або синтетичного походження в жодному разі не будуть мати форму ідеального октаедру з ребрами однакової довжини. Дослідним шляхом було з'ясовано, що довжина ребер для одного і того самого кристалу може варіюватися в діапазоні 0,87–1,29 мм. Для побудови залежності було прийнято рішення в якості базового брати середнє арифметичне по кристалу, величина котрого обчислюється за формулою:

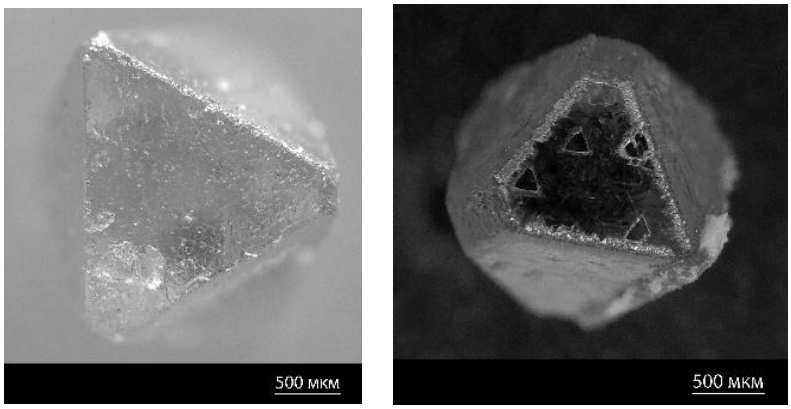
$$a = \frac{\sum_{i=1}^{n} a_i}{n}, \qquad (1)$$

де $a_i$ – значення вимірів ребра октаедра, $n$ – кількість ребер ($n$=12 – кількість ребер октаедра). Дані вимірювань наведено в таблиці.

**Результати випробувань з визначення статичної міцності монокристалів типу Ib, підданих комбінованій хіміко-термічній та термічній обробці**

| № | Довжина ребра а, мм | Зусилля, Н | Характер руйнування |
|---|---|---|---|
| 1 | 1,31 | 6900 | Повністю крихке |
| 2 | 0,93 | 5350 | Повністю крихке |
| 3 | 0,90 | 8750 | Повністю крихке |
| 4 | 1,02 | 5500 | Повністю крихке |
| 5 | 0,97 | 8700 | Повністю крихке |
| 6 | 1,29 | 5700 | Повністю крихке |
| 7 | 0,91 | 7200 | Повністю крихке |
| 8 | 0,95 | 6900 | Повністю крихке |
| 9 | 1,01 | 5700 | Повністю крихке |
| 10 | 1,10 | 5250 | Повністю крихке |

Попереднє хімічне полірування (хіміко-термічна обробка) здійснювалось згідно з режимами, зазначеними в попередньому розділі. Результатом цієї процедури стало виникнення на бічних гранях виступаючих узорів трикутної форми (див. рис. 4 *а*), що, згідно з візуальним аналізом, пов'язано із спонтанним масопереносом. Маса вихідних кристалів та кристалів після обробки не змінилась. Геометричні розміри, а саме довжина ребра та плоскопаралельність граней, також не змінились.




*а* *б*

*Рис. 4. Штучні алмази після а) хіміко-термічної б) термічної обробки*

В результаті остаточної термічної обробки формування збільшились у розмірі

(рис. 4 *б*). Візуальний аналіз зміни стану поверхні здійснювався за допомогою біологічного мікроскопа фірми *Skydust* моделі *XSP*-1406, оснащеного цифровою приставкою 5 МП, і показав, що ці формування є не чим іншим, як виступами граней октаедра та кубу. Оскільки розмір виступів склав лише мікрони, було прийняте рішення не враховувати вплив цього фактору на плоскопаралельність та не проводити додаткову механічну обробку граней перед механічними випробуваннями.

Алмаз при стисканні працює майже пружно, деформації зростають пропорційно стискаючій силі. На дуже малій ділянці деформації починають зростати швидше, що пов'язано із розвитком вже накопичених в процесі експерименту ушкоджень (так звана ділянка пластичного деформування). Руйнування відбувається при максимальному навантаженні в результаті втрати стійкості. Така поведінка характерна для крихких матеріалів. На користь цього твердження також свідчить факт зменшення розмірів уламків (рис. 5) при зростанні критичного навантаження від 2 до 10 кН.

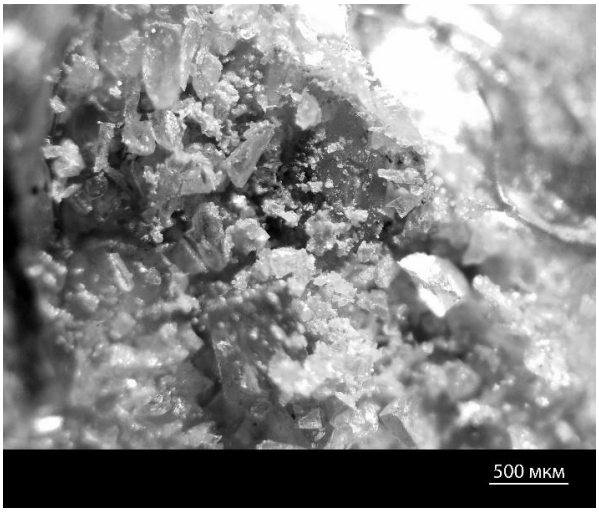



*Рис. 5. Штучний алмаз, зруйнований в результаті експерименту з визначення статичної міцності (5700 Н)*

Статична міцність за ДСТУ 3292-95 – критичне навантаження, необхідне для повного або часткового руйнування кристалу. Дослідження фізико-механічної характеристики після комбінації хіміко-термічної та термічної обробок, а саме статичної міцності, здійснювалось, як уже відзначалось, на установці *FP*-10. Результати статистичних обрахунків та механічних випробувань наведено в табл. 1.

Графічно представлений розподіл статичної міцності – максимального руйнівного навантаження від середньої арифметичної по кристалу довжини ребра, який було побудовано на основі даних табл. 1, з накладанням лінії тренду зображено на рис. 6.

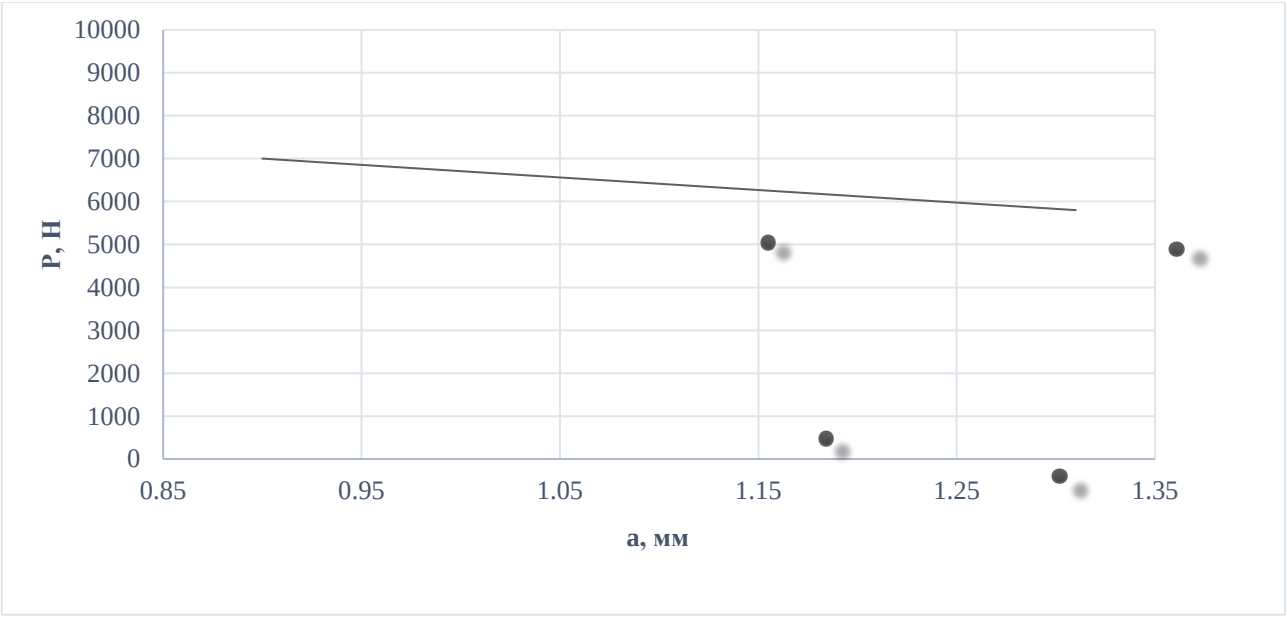



*Рис. 6. Залежність статичної міцності від довжини ребра монокристалів алмазу типу Ib*

Як можна побачити, лінія тренду має від'ємний нахил, що свідчить про зниження статичної міцності при збільшенні розмірів кристалу. Повторюваність експериментальних даних від зразку до зразку досить низька, навіть для зразків із довжиною ребра 0,9–0,93 розкид сягає 15–25%. Візуальні методи дослідження стану поверхні з математичним апаратом, що в широкому діапазоні дають змогу аналізувати мікронерівності, не дають відповідь на питання, з чим пов'язані ці розбіжності. Очевидно, що розходження в значеннях статичної міцності, скоріш за все, пов'язані із внутрішніми дефектами, їх концентрацією та будовою. Оскільки ці кристали немагнітні, метод магнітної сприйнятливості, що широко застосовується для сортування кристалів IIb, для кристалів Ib не підходить.

**Висновки**

Дослідження впливу окремих етапів технологічного процесу, а саме хіміко-термічної та термічної обробки, на статичну міцність немагнітних синтетичних алмазів типу Ib октаедричного габітусу розміром 1600/1100 показали, що вони придатні для виготовлення бурового та правлячого інструменту. Також зазначимо, що результат проведення таких операцій не впливає на факт зниження статичної міцності із збільшенням розміру кристалів. Отримані результати підтверджують, що кристали 950–1000 мкм мають більші значення критичного навантаження, ніж кристали, лінійний розмір котрих становить 1200 мкм і більше.

Кожен з кристалів, отриманих методом HPHT-кристалізації, є неповторним з унікальними властивостями, що, на жаль, стосується і величини статичної міцності, яка варіюється в широкому діапазоні ±0,75 кН для кристалів аналогічних геометричних розмірів. Таким чином, аналіз геометричних особливостей форми та розмірів дефектів на гранях не дає змогу робити прогнози про максимальне критичне навантаження. Оскільки метод механічних досліджень призводить до повного руйнування кристалу, потрібно знайти альтернативний метод неруйнівного контролю для немагнітних алмазів типу Ib.

**M.O. Tsysar**[1], **A.P. Zakora**[1], **A.M. Babak**[2], **S.A. Ivakhnenko**[1], **V.V. Lysakovskyi**[1], **H.D. Ilnytska**[1], **O.O. Zanevskyy**[1], **V.Yu. Klochok**[1]

*[1]N.V. Bakul Institut for Superhard Materials of the National Academy of Sciences of Ukraine*
*[2]National Technical University of Ukraine «Kyiv Polytechnic Institute. Igor Sikorsky», Ukraine*

**INFLUENCE OF HEAT AND CHEMICAL-THERMAL TREATMENT OF DIAMOND TYPE Ib SINGLE CRYSTALS ON STATIC STRENGTH**

*The growing requirements for the performance of drilling tools require developing methods of obtaining diamonds with high and stable strength rates, as the efficiency and speed of drilling operations depend on it. Scientific research in this area has shown that the efficiency of the drilling process largely depends on the strength and hardness of diamond single crystals, which work under a load close to the critical one. This can lead to the complete destruction of crystals without the step-by-step chipping with the possibility of forming new cutting edges, which is typical for the drilling process. The results of an experimental study of the effect of chemical-thermal treatment and annealing at 1150 °C on the value of the static strength of large type Ib diamond crystals of octahedral habit, obtained by the method of HTHP crystallization, were obtained. It has been experimentally confirmed that an increase in the value of the critical load leads to a decrease in the size of particles formed as a result of destruction. The maximum value of static strength that was obtained was 8750 N. It was established that to ensure a sufficient surface of the cutting part of the drilling tool, it is advisable to use single crystals up to 1-1.6 mm in size.*

***Key words:*** *physical and mechanical properties, HP-HT temperature gradient method, type Ib synthetic diamond, geological exploration, diamond drilling tools.*

**Література**


1. Физические свойства алмаза: справочник / под ред. Н. В. Новикова. – К.: Наукова думка, 1987. – 189 с.
2. Епифанов В. И., Песина А. Я., Зыков Л. В. Технология обработки алмазов в бриллианты – М.: Высшая школа, 1987. – 337с.
3. Suprun O.M., Il'nitskaya G.D., Kalenchuk V.A., Zanevskii O.A., Shevchuk S.N., Lysakovskii V.V.Change of dislocations density in single crystals of various types diamonds depending on the growth temperature and rate // Functional materials. – 2016. – Vol. 23, N 4. – P. 552–556.
4. Шульженко А. А., Лошак М. Г., Девин Л. Н. и др. Механические характеристики алмазных композиционных материалов, полученные с использованием алмазов различных размеров // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления. Сб. науч. тр.– Выпуск 9. – К: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2006. – С. 139–145.
5. Лошак М. Г., Шульженко А. А., Александрова Л. И. и др. Влияние свойств микропорошков алмаза на прочность и долговечность изготовленных на их основе поликристаллических сверхтвердых материалов // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления: Сб. науч. тр.– Выпуск 11. – К: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2008. – С. 218–221.
6. Порошки алмазні синтетичні. Загальні технічні умови: ДСТУ 3292-95. – [Введений в дію 01.01.1997]. – К.: ДП «УкрНДНЦ, 1995. – 48 с.
7. Дронова Н. Д., Кузьмина И. Е. Характеристика и оценка алмазного сырья – М.: МГГУ, 2004. – 400 с.
8. Кадомський С. В. Взаємозамінність, стандартизація та технічні вимірювання деталей машин. – К.: НУХТ, 2016. – 169 с.
9. Ophthalmic optics and instruments - optical devices for enhancing low visioniso: 15253:2000. – [Superseded date 07-21-2021]. – Comite Europeen de Normalisation, 2021. – 21 p.
10. Hardmetals – Compression test: ISO 4506:2018. – Comite Europeen de Normalisation, 2018. – 6 p.


*Надійшла 16.08.22*

**References**


1. Novikov, N.V. (Eds.). (1987). *Fizicheskie svoistva almaza: spravoshnik [Physical properties of diamond: a reference guide]*. Kyiv: Naukova dymka.
2. Epifanov, V.I., Pesina, A.Y., & Zykov, L.V. (1987). *Tehnolohia obrabotki almazov v brilianty [Technology of processing diamonds into polished diamonds]*. Moscow: High school.
3. Suprun, O. M., Il'nitskay,a G. D., Kalenchuk, V. A, et al. (2016). Change of dislocations density in single crystals of various types diamonds depending on the growth temperature and rate. *Functional materials, 23,4,* 552–556.
4. Shul'zenko, A.A., Loshak, M.G., Devin, L.N., at al. Mehanicheskie harakteristiki almaznih kompozitsionnih materialov, poluchenih s ispolzovaniem almazov razlichnih razmerov [Mechanical characteristics of diamond composites obtained using diamonds of various sizes]. *Porodorazrushaiushchii i metalloobrabatyvaiushchii instrument – tekhnika i tekhnologiia ego izgotovleniia i primeneniia – Rock Destruction and Metal-Working Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications, 9,* 139–145 [in Russian].
5. Loshak, M.G., Shul'zenko, A.A., Aleksandrova, L.I., et al. (2008). Vliianie svoistv mikroporoshkov almaza na prochnost i dolhovechnost izhotovlenykh na ikh osnove polikristalicheskikh sverhtverdykh materialov [Influence of the properties of diamond

micropowders on the strength and durability of polycrystalline superhard materials made on their basis]. *Porodorazrushaiushchii i metalloobrabatyvaiushchii instrument – tekhnika i tekhnologiia ego izgotovleniia i primeneniia – Rock Destruction and Metal-Working Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications, 11,* 218–221 [in Russian].
6. Poroshky almazni syntetychni. Zahalni tekhnichni umovy [Synthetic diamond powders. General technical conditions]. (1995). *DSTU 3292-95 from 01th January 1997*. Kyiv: DP «UkrNDNTs» [in Ukrainian].
7. Dronova, N.D., & Kuzmina, I.E. (2004). *Harakteristika i otsenka almaznoho siria [Characterization and evaluation of rough diamonds]*. Moskow: MGGU [in Russian].
8. Kadomskii, S.V. (2016). *Vzayemozaminnist, standartizatsiia ta tekhnichni vimiruvannia detalei mashin [Interchangeability, standardization and technical measurements of machine parts]*. Kyiv: NUKhT [in Ukrainian].
9. Ophthalmic optics and instruments - optical devices for enhancing low visioniso (2021). *ISO 15253:2000 from 21th July 2021*. Comite Europeen de Normalisation.
10. Hardmetals – Compression test (2018). *ISO 4506:2018*. Comite Europeen de Normalisation.

УДК 621.921.3, 621.921.34-492.2:621.922.02 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-192-199

**В.Г. Полторацький**, канд. техн. наук; **О.О. Бочечка**, **В.І. Лавріненко**, доктори технічних наук; **О.В. Лещенко**; **В.П. Білоченко**; **Я.Л. Сільченко**; **С.О. Лисовенко**, **О.О. Пасічний**, **Г.Д. Ільницька**, **І.М. Зайцева**, кандидати технічних наук

*Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України*
*04074, Київ, вул. Автозаводська, 2, E-mail: vg.poltoratsky@gmail.com*; *olesh@ism.kiev.ua*

## ФОРМУВАННЯ ТЕРМОСТАБІЛЬНИХ ЗНОСОСТІЙКИХ ПОКРИТТІВ НА ПОВЕРХНІ ЗЕРЕН ШЛІФПОРОШКІВ З СУМІШЕЙ РОЗЧИННИХ ТА НЕРОЗЧИННИХ КИСНЕ-, СИЛІКАТО- ТА КАРБІДОВМІСНИХ АКТИВОВАНИХ КОМПОНЕНТІВ

*Задача дослідження – розробка процесу рідиннофазного нанесення на зерна шліфпорошків багатокомпонентних комбінованих кисне-, силікато- та карбідовмісних речовин (розчинні оксиди та силікати, нерозчинні оксиди і карбіди, активовані механохімічним методом), в результаті чого на зернах абразиву утворюються термостабільні зносостійкі покриття.*

*Розроблено базову технологію формування комбінованих термостабільних зносостійких покриттів на шліфпорошки (алмаз, cBN, композиційні порошки). До складу покриття входять кисне- ($B_2O_3$, $TiO_2$, $SiO_2$, $Al_2O_3$, $TiO$, $CaO$, $ZnO$, $CeO_2$, $SnO_2$), силікато- ($Na_2O(SiO_2)_n$), $K_2O(SiO_2)_n$) та карбідовмісні (SiC, TiC, $B_4C$) сполуки у різних поєднаннях.*

*Визначено термостабільність, магнітні та електрофізичні характеристики, технологічні властивості досліджуваних зразків шліфпорошків – первинних та з нанесеним покриттям.*

*Надано результати використання абразивних порошків з комбінованими покриттями (з модифікованою поверхнею зерен) в алмазно-абразивному інструменті.*

***Ключові слова**: шліфпорошки, синтетичний алмаз, кубічний нітрид бору (cBN), композиційні шліфпорошки, оксиди, силікати, карбіди, багатокомпонентні комбіновані покриття, термостабільність, зносостійкість, експлуатаційні показники.*

**Вступ**

Аналіз науково-технічної та патентної інформації показав, що вчені нашої країни та інших країн світу (США, Великобританія, ФРН, Японія та Китай) займаються проблемами модифікування та використання міцних абразивних порошків та компактів на їх основі [1–6].

Основним напрямком використання шліфпорошків абразивного призначення, на поверхню зерен яких нанесено комбіновані багатокомпонентні термостабільні зносостійкі кисне-, силікато- та карбідовмісні покриття (суміші розчинних та нерозчинних компонентів), є машинобудування (шліфування та полірування загартованих і сирих сталей та твердих сплавів).

Зважаючи на актуальність цієї проблеми, необхідно вважати доцільним проведення досліджень як зі створення технології отримання порошків, так і з визначення фізико-механічних, структурних, міцнісних, абразивних характеристик та експлуатаційних властивостей шліфпорошків абразивного призначення з комбінованими багатокомпонентними термостабільними зносостійкими покриттями на поверхні зерен, використання яких має підвищити ефективність шліфувального інструменту.

Мета роботи – розробка процесу формування термостабільних зносостійких покриттів на поверхні зерен шліфпорошків абразивного призначення з сумішей розчинних та нерозчинних кисне-, силікато- та карбідовмісних активованих компонентів.

**Матеріали, обладнання, методи досліджень**

Для проведення досліджень було відібрано усереднені проби первинних матеріалів:

- шліфпорошок синтетичного алмазу АС6 125/100;
- шліфпорошок кубічного нітриду бору КВ 125/100;
- композиційний шліфпорошок з компактів на основі мікропорошків cBN $К_п$ 250/200, $К_п$ 125/100.

Також було підготовлено розчинні та нерозчинні речовини для нанесення комбінованих (суміш розчинних та нерозчинних компонентів) кисне-, силікато- та карбідовмісних покриттів: оксиди ($B_2O_3$ (порошок), $B_2O_3$ (ниткоподібний), $TiO_2$, $SiO_2$, $Al_2O_3$, TiO, CaO, ZnO, $CeO_2$, $SnO_2$), силікати ($Na_2O(SiO_2)_n$, $K_2O(SiO_2)_n$), та карбіди (SiC, TiC, $B_4C$).

Попередньо нерозчинні компоненти (оксиди та карбіди) було активовано механохімічним методом на планетарному та вібраційному млинах [7].

Нанесення покриттів на шліфпорошки проводилось методом рідиннофазного нанесення з водної суспензії [7, 8] на стандартному обладнанні [9], доповненому піщаною банею.

Термостабільність досліджуваних зразків шліфпорошків – первинних та з покриттям – було визначено методом термогравіметрії на відповідній установці, за результатами було вирахувано коефіцієнт термостійкості $К_{ТС}$ [9].

Зразки було досліджено методом електронної мікроскопії, визначення елементного складу зерен порошків з нанесеним комбінованим термостабільним покриттям було виконано методом рентгенографії.

Морфометричні характеристики шліфпорошків з нанесеним на зерна покривом та ступень покриття зерен було визначено із застосуванням приладу *DiaInspect.OSM* [10].

Експлуатаційні показники шліфувальних кругів (зносостійкість та якість обробленої поверхні) було визначено на стенді, створеному на базі модернізованого універсально-заточного станка моделі ЗВ642, та із використанням профілографа-профілометра *SurfTest SJ-201* (фірма *Mitutoyo*, Японія) [11, 12].

Було також визначено характеристики початкових та модифікованих шліфпорошків (порошків з нанесеним покриттям): магнітні, електрофізичні та технологічні властивості.

**Методика експерименту та результати**

Розроблено базову технологію рідиннофазного формування на зернах шліфпорошків (алмаз, cBN, композиційні порошки) комбінованих термостабільних зносостійких покриттів. До складу покриття входять кисне- ($B_2O_3$, $TiO_2$, $SiO_2$, $Al_2O_3$, TiO, CaO, ZnO, $CeO_2$, $SnO_2$),

силікато- ($Na_2O(SiO_2)_n$, $K_2O(SiO_2)_n$), та карбідовмісні сполуки (SiC, TiC, $B_4C$) у різних сполученнях. Попередньо нерозчинні компоненти активовано механохімічним методом.

Спочатку було підготовлено насичений водний розчин борного ангідриду ($B_2O_3$). До 10–15 мл цього розчину додавали 0,3–0,5 г порошку активованого нерозчинного оксиду ($TiO_2$, $SiO_2$, $Al_2O_3$, TiO, CaO, ZnO, $CeO_2$, $SnO_2$) та/або нерозчинного карбіду (SiC, TiC, $B_4C$).

Абразивний порошок (маса зразка порошку для досліду – 25–30 ct), на який має бути нанесено покриття, змішували з 10–15 мл насиченого розчину речовини-модифікатора (борний ангідрид та нерозчинний оксид та/або карбід) із застосуванням магнітної мішалки протягом 10 хв. при нормальних умовах. Надлишок розчину зливали, залишену суміш фільтрували. Осад на фільтрі додавали до основної маси модифікованого порошку. Отриману вологу масу порошку висушували, розмішуючи, при температурі 120ºС до сухого однорідного стану.

Процес формування покриву, що складається переважно з карбідів ($B_4C$, SiC, TiC) та силікатів ($Na_2O(SiO_2)_n$, $K_2O(SiO_2)_n$), є дещо відмінним від попереднього. В суміш з 10 г абразиву, 0,5 г карбіду (або оксиду), 0,5 г силікату, 3 г борного ангідриду ($B_2O_3$) додавали 5 мл води та ретельно перемішували. Отриману суспензію ставили на піщану баню, нагріту до 95–99ºС, перемішуючи до розчинення як $B_2O_3$, так і $Na_2O(SiO_2)_n$. Нагрівання продовжували, розтираючи суміш до сухого однорідного стану.

Після нанесення покриття було визначено відносну кількість речовини-модифікатора методом гравіметрії, а також зміну термостійкості порошків з покриттям (модифікованих).

Було проведено термічну обробку як вихідних, так і модифікованих зразків в повітряному середовищі в трубчастій печі при температурі 900ºС протягом 1 год. Зразки було зважено до і після нагрівання, по результатах зважування було визначено коефіцієнт термостійкості Ктс. Так, значення Ктс для початкового шліфпорошку АС6 125/100 становить 0,55, а для того ж шліфпорошку, модифікованого сумішшю розчинного та нерозчинного оксидів: $B_2O_3$+$Al_2O_3$ (або: $SiO_2$, $TiO_2$, $SnO_2$, $CeO_2$; CaO, ZnO), значення Ктс становить 0,95–0,97.

Було виготовлено на планетарному млині механохімічним методом із застосуванням механічної активації (час активації 10 хв.) 3000 каратів нано- та субмікропорошків нерозчинних оксидів ($TiO_2$, $SiO_2$, $CeO_2$, $SnO_2$; $B_2O_3$, $Al_2O_3$, TiO, CaO) з активацією поверхні цих порошків для утворення комбінованого кисне- та карбідовмісного покриття. На вібраційному млині виготовлено 5000 каратів активованих оксидів (час активації 20 хв.).

Вихід активованих порошків оксидів – ~ 90 % (в середньому), фракція 1/0 мкм складає 70 %, в тому числі фракція 0.5/0 мкм – 20 %.

Активовані порошки нерозчинних оксидів було використано для формування покриття на зернах шліфпорошків: АС6 125/100 (по 50 карат кожного оксиду), КВ 125/100 (по 50 карат кожного оксиду), Кп 125/100 (по 50 карат кожного оксиду).

На шліфпорошки синтетичного алмазу АС6 125/100, на шліфпорошки кубічного нітриду бору КВ 125/100 та на композиційні порошки Кп 125/100, Кп 250/200 було нанесено комбіновані покриття:

АС6 125/100 $Na_2O(SiO_2)_n$ / $K_2O(SiO_2)_n$ + $B_2O_3$ + SiC – 50 карат,
$Na_2O(SiO_2)_n$ / $K_2O(SiO_2)_n$ + $B_2O_3$ + TiC – 50 карат,
$Na_2O(SiO_2)_n$ / $K_2O(SiO_2)_n$ + $B_2O_3$ + $B_4C$ – 50 карат.
КВ 125/100 $Na_2O(SiO_2)_n$ / $K_2O(SiO_2)_n$ + $B_2O_3$ + SiC – 50 карат,
$Na_2O(SiO_2)_n$ / $K_2O(SiO_2)_n$ + $B_2O_3$ + TiC – 50 карат,
$Na_2O(SiO_2)_n$ / $K_2O(SiO_2)_n$ + $B_2O_3$ + $B_4C$ – 50 карат.
Кп 125/100 $Na_2O(SiO_2)_n$ / $K_2O(SiO_2)_n$ + $B_2O_3$ + $B_4C$ – 50 карат,
Кп 250/200 $Na_2O(SiO_2)_n$ / $K_2O(SiO_2)_n$ + $B_2O_3$ + TiC – 50 карат.

Також було нанесено комбіновані покриття на шліфпорошки синтетичного алмазу високої міцності АС300 200/160, АС300 500/400:

АС300 200/160 $Na_2O(SiO_2)_n + B_2O_3 + TiC$ – 40 карат,

АС300 500/400 $Na_2O(SiO_2)_n + B_2O_3 + TiC$ – 40 карат.

Результати проведених дослідів показують значне підвищення термостійкості абразивних порошків – в середньому на 40 % – після нанесення покриття з суміші розчинних (оксиди та силікати) та нерозчинних (оксиди та карбіди) компонентів.

Також визначено характеристики початкових та модифікованих шліфпорошків (порошків з нанесеним покриттям):

- магнітні (питома магнітна сприйнятливість, $\chi \cdot 10^{-8}$, $м^3/кг$):
  початкові: 3.5 – 5.1, з покриттям: 50.3 – 1500.5;
- електрофізичні (питомий електроопір, ρ, Ом·см):
  початкові: $1.1 \cdot 10^{10}$, з покриттям: $9.5 \cdot 10^8 – 2.1 \cdot 10^9$;
- та технологічні властивості:
  термостабільність (коефіцієнт термостабільності, $К_Т$):
  початкові: 0.63, з покриттям: 0.97 – 0.99;
  загальний вміст домішок: 0.35 – 0.15; вміст металічних домішок: 0.15 – 0.74;
  питома поверхня, $S_п$, $м^2/кг$: початкові: 46, з покриттям: 57 – 73;
  насипна густина, $кг/м^3$: початкові: 1.71, з покриттям: 1.35 – 1.57.

На рис. 1 показано зовнішній вигляд зразка композиційного матеріалу Кп 125/100 з нанесеним багатокомпонентним комбінованим покриттям ($Na_2O(SiO_2)_n + B_2O_3 + B_4C$).

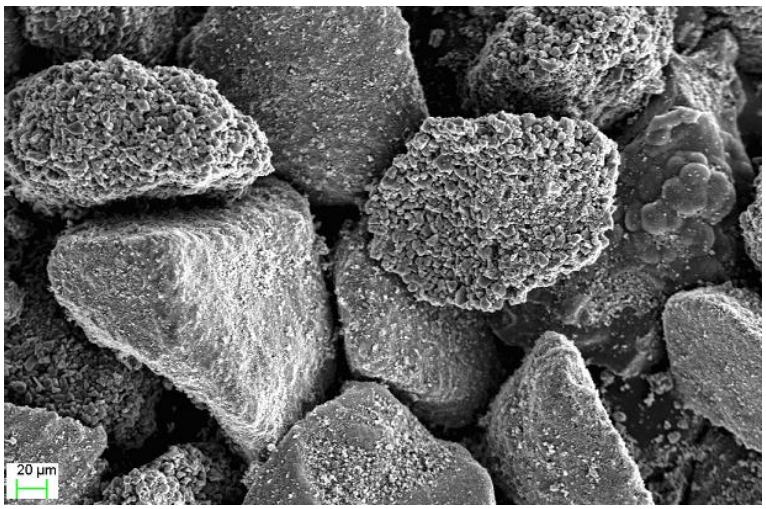



*Рис. 1. Зразок композиційного матеріалу Кп 125/100 з багатокомпонентним комбінованим покриттям: $Na_2O(SiO_2)_n + B_2O_3 + B_4C$ (активований)*

На рис. 2 показано рентгенограми абразивних порошків з нанесеним на зерна комбінованим покриттям з суміші розчинних та нерозчинних кисневмісних компонентів. Зразки знімались у мідному випромінюванні. Кювета зі зразком накривалась алюмінієвою фольгою для запобігання висипанню зразка, тому на рентгенограмі наявні лінії Al.

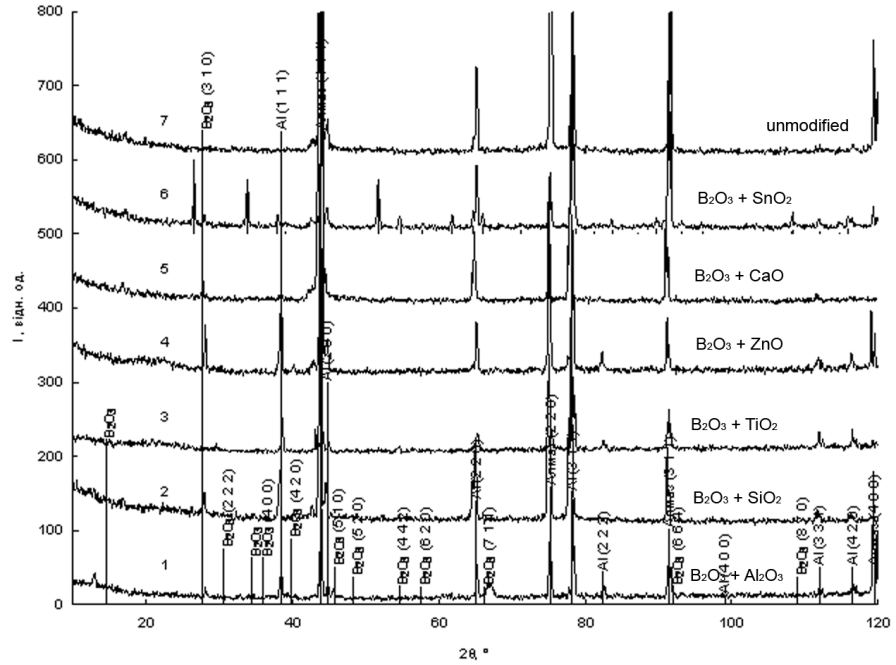



*Рис. 2. Рентгенограма зразків синтетичного алмазу АС6 125/100: з покриттям: 1 – $B_2O_3$ + $Al_2O_3$, 2 – $B_2O_3$ + $SiO_2$, 3 – $B_2O_3$ + $TiO_2$, 4 – $B_2O_3$ + $ZnO$, 5 – $B_2O_3$ + $CaO$, 6– $B_2O_3$ + $SnO_2$; та початкового (7) – без покриття (unmodified)*

Дослідні зразки шліфпорошків з нанесеними комбінованими термостабільними зносостійкими покриттями було використано для виготовлення шліфувальних кругів.

Було досліджено особливості зв'язку між параметрами шорсткості обробленої поверхні за умови шліфування кругами із суміші шліфпорошків НТМ з модифікованою поверхнею зерен [11].

Також було досліджено особливості формозміни ріжучої поверхні шліфувального круга у коловому напрямку під час шліфування кругами із сумішшю шліфпорошків НТМ та з модифікованою поверхнею зерен [12].

Встановлено, що при підвищенні собівартості виготовлення покриття тільки на 9–11 %, модифікування зерен абразиву шліфувальних кругів підвищує зносостійкість кругів в 1.5–2 рази.

**Висновки**

1. Розроблено базову технологію формування термостабільних зносостійких покриттів на поверхні зерен шліфпорошків (алмаз, cBN, композиційні порошки) з сумішей розчинних та нерозчинних кисне- ($B_2O_3$, $TiO_2$, $SiO_2$, $Al_2O_3$, $TiO$, $CaO$, $ZnO$, $CeO_2$, $SnO_2$), силікато- ($Na_2O(SiO_2)_n$), $K_2O(SiO_2)_n$) та карбідовмісних ($SiC$, $TiC$, $B_4C$) сполук у різних поєднаннях.

2. Розроблено та виготовлено механохімічним методом із застосуванням механічної активації в енергонапружених подрібнюючих апаратах (планетарний млин, вібраційний млин) нано- та субмікропорошки нерозчинних оксидів та карбідів з активацією поверхні цих порошків для утворення комбінованого кисне- та карбідовмісного покриття.

3. Активовані порошки нерозчинних оксидів і карбідів та силікати було використано для формування покриття на зернах шліфпорошків: АС6 125/100, КВ 125/100, Кп 125/100.

4. Визначено термостабільність, магнітні та електрофізичні характеристики, технологічні властивості досліджуваних зразків шліфпорошків – первинних та з нанесеним покриттям.

5. Визначено морфометричні характеристики шліфпорошків з нанесеним на зерна покривом та ступень покриття зерен.

6. Досліджено експлуатаційні характеристики інструменту (шліфувальні круги) з шліфпорошками з нанесеним комбінованим термостабільним зносостійким покриттям. Встановлено, що при підвищенні собівартості виготовлення покриття тільки на 9–11 %, модифікування зерен абразиву шліфувальних кругів підвищує зносостійкість кругів в 1.5–2 рази.

Автори висловлюють подяку д.т.н. Петасюку Г.А. – за визначення морфометричних характеристик шліфпорошків та розрахунок значення ступеню і товщини покриву, та к.т.н. Романко Л.О. – за визначення електрофізичних характеристик.

**V.G. Poltoratskii, O.O. Bochechka, V.I. Lavrinenko, O.V. Leshchenko, V.P. Bilochenko, Ya.L. Silchenko, S.O. Lysovenko, O.O. Pasichnyi, G.D. Ilnytska, I.M. Zaitseva**

*V.Bakul Institute for Superhard Materials National Academy of Sciences of Ukraine*

**FORMATION OF THERMOSTABLE WEAR-RESISTANT COATINGS ON THE SURFACE OF GRAINS OF GRINDING POWDERS FROM A MIXTURE OF SOLUBLE AND INSOLUBLE OXYGEN-, SILICATE- AND CARBIDE-CONTAINING ACTIVATED COMPONENTS**

*The purpose of the study is to develop the process of liquid-phase application of multicomponent combined oxygen-, silicate- and carbid-containing substances (soluble oxides and silicates, insoluble oxides and carbides activated by the mechanochemical method) to grinding powder grains, as a result of which thermostable coatings are formed on the grains of the abrasive.*

*The basic technology of formation of the combined thermostable wear-resistant coatings on grinding powders (diamond, cBN, composite powders) is developed.*

*The coating consists of oxygen- ($B_2O_3$, $TiO_2$, $SiO_2$, $Al_2O_3$, TiO, CaO, ZnO, $CeO_2$, $SnO_2$), silicate- ($Na_2O(SiO_2)_n$), $K_2O(SiO_2)_n$) and carbide- (SiC, TiC, $B_4C$) containing compounds in various combinations.*

*The thermal stability, magnetic and electrophysical characteristics, technological properties of the studied samples of grinding powders (initial and coated) were determined.*

*The results of using abrasive powders with combined coatings (with a modified grain surface) in a diamond-abrasive tool are presented.*

***Key words**: grinding powders, synthetic diamond, cubic boron nitride (cBN), composite grinding powders, oxides, silicates, carbides, multicomponent combined coatings, thermal stability, wear resistance, performance.*

## Література

1. Morisada Y., Miyamoto Y., Moriguchi H., Tsuduki K., Ikegaya A. Growth Mechanism of Nanometer-Sized SiC and Oxidation Resistance of SiC-Coated Diamond Particles. // Journal of The American Ceramic Society. – 2008. – Vol. 87, N 5, – P.809–813.
2. Sun Y., Meng Q., Qian M., Liu B., Gao K., Ma Y., Wen M., Zheng W. Enhancement of oxidation resistance via a self-healing boron carbide coating on diamond particles. // Scientific Reports. – 2016. – Vol. 6. – 20198.
3. Wang Y., Yuan Y., Cheng X., Li X., Zang J., Lu J., Yu Y., Xu X. Inhibiting the oxidation of diamond during preparing the vitrified dental grinding tools by depositing a ZnO coating using direct urea precipitation method. // Materials Science and Engineering: C. – 2015. – Vol. 53, N 1. – 23–28.
4. Patent Application Publication 2021/0002534 A1 USA C09K3/14, C04B 35/573. SiC-bound hard material particles, porous component formed with SiC-bound diamond particles, method of producing same and use thereof. / B. Matthey, S. Kunze, M. Herrmann. – Publ. 07.01.21.

5. Patent Application Publication 2020/0139511 A1 USA B24D 3/34, C09K3/14. Surface modified abrasive particles, abrasive articles and methods of forming thereof. / A. Yan, W. Yang, P. Nie, S. Liang. – Publ. 07.05.20.
6. Patent 8864862 USA B2 C09G 1/02; B24D 18/00. Coated abrasive grains, method and for the production thereof as well as the use thereof for producing abrasives. / K.Gebhardt. – Publ. 21.10.14.
7. Полторацький В.Г., Бочечка О.О., Лавріненко В.І., Лещенко О.В., Пасічний О.О., Білоченко В.П., Білорусець В.В. Формування комбінованого багатокомпонентного термостабільного зносостійкого покриття на поверхні зерен шліфпорошків абразивного призначення. // Інструментальне матеріалознавство. Зб. наук. пр. – Випуск 24. – К.: ІНМ ім. В.М. Бакуля НАН України, 2021. – С. 296–307.
8. Полторацкий В.Г., Бочечка А.А., Лавриненко В.И. и др. Модифицирование шлифпорошков синтетического алмаза и компактов на основе микропорошков cBN термостойкими оксидами и хлоридами методом жидкофазного нанесения. // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения. Сб. науч. тр. – Выпуск 22. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2019. – С. 317–327.
9. Модифікування шліфпорошків синтетичного алмазу та шліфпорошків з компактів на основі мікропорошків cBN розчинними термостійкими оксидами і хлоридами методом рідиннофазного нанесення. Технологічна інструкція ТІ 25000.00839. – 2019.
10. Петасюк Г.А., Бочечка О.О., Лавріненко В.І., Полторацький В.Г., Білоченко В.П., Соколюк Д.В. Пікнометрично-адитивний метод визначення ступеня покриття шліфпорошків надтвердих матеріалів з використанням екстраполяційно-афінної 3D-моделі зерна. // Надтверді матеріали. – 2020. – № 3. – С. 94–99.
11. Лавріненко В.І., Пасічний О.О., Полторацький В.Г. та ін. Особливості зв'язку між параметрами шорсткості обробленої поверхні за умови шліфування кругами із суміші шліфпорошків НТМ з модифікованою поверхнею зерен. // Надтверді матеріали. – 2021. – № 6. – С. 85–98.
12. Лавріненко В.І., Пасічний О.О., Полторацький В.Г. та ін. Особливості формозміни ріжучої поверхні шліфувального круга у коловому напрямку під час шліфування кругами із сумішшю шліфпорошків НТМ та з модифікованою поверхнею їх зерен. // Надтверді матеріали. – 2022. – № 1. – С. 47–59.

*Надійшла 26.05.22*

## References

1. Morisada, Y., Miyamoto, Y., Moriguchi, H., et al. (2008). Growth Mechanism of Nanometer-Sized SiC and Oxidation Resistance of SiC-Coated Diamond Particles. *Journal of The American Ceramic Society, 87, 5,* 809–813.
2. Sun, Y., Meng, Q., Qian, M., et al. (2016). Enhancement of oxidation resistance via a self-healing boron carbide coating on diamond particles. *Scientific Reports, 6:* 20198.
3. Wang, Y., Yuan, Y., Cheng, X., et al. (2015). Inhibiting the oxidation of diamond during preparing the vitrified dental grinding tools by depositing a ZnO coating using direct urea precipitation method. *Materials Science and Engineering: C, 53, 1,* 23–28.
4. Matthey, B., Kunze, S., & Herrmann, M. (2021). Patent Application Publication of USA 2021/0002534.
5. Yan, A., Yang, W., Nie, P., & Liang, S. (2020). Patent Application Publication of USA 2020/0139511 A1.
6. Gebhardt, K. (2014). Patent of USA 8864862.

7. Poltoratskii, V.G., Bochechka, O.O., Lavrynenko, V.I., et al. (2021). Formuvannia kombinovanoho bagatokomponentnoho termostabilnoho pokryttia na poverkhni zeren shlifporoshkiv abrazyvnoho pryznachennia [Formation of combined multicomponent thermostable wear-resistant coating on the surface of grains of abrasive grinding powders]. *Instrumentalne materialoznavstvo – Tooling Materials Science, 24,* 296–307 [in Ukrainian].
8. Poltoratskii, V.G., Bochechka, O.O., Lavrinenko, V.I., et al. (2019). Modifitsirovanie shlifporoshkov sinteticheskoho almaza i kompaktov na osnove mikroporoshkov cBN termostoikimi oksidami i hloridami metodom zhidkofaznoho naneseniia [Modification of synthetic diamond grinding powders and compacts based on cBN micropowders with heat-resistant oxides and chlorides by the method of liquid-phase deposition]. *Porodorazrushaiushchii i metalloobrabatyvaiushchii instrument – tekhnika i tekhnologiia ego izgotovleniia i primeneniia – Rock Destruction and Metal-Working Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications, 22,* 317–327 [in Russian].
9. Modyfikuvannia shlifporoshkiv syntetychnoho almazu ta shlifporoshkiv z kompaktiv na osnovi mikroporoshkiv cBN rozchynnymy termostiikymy oksydamy i khlorydamy metodom ridynnofaznoho nanesennia. Technologichna instruktsiia [Modification of grinding diamonds powders and grinding powders based on cBN micron powders with soluble heat-resistant oxides and chlorides by liquid-phase application. Technological instruction]. (2019). *TI 25000.00839.* Kyiv: V. Bakul ISM, NAS of Ukraine [in Ukrainian].
10. Petasyuk, G.A., Bochechka, O.O., Lavrinenko V.I., et al. (2020). The Additive Pycnometric Method For Assessment of the Degree of Coating of Grinding Powders Made of Superhard Materials Using the Extrapolation-Affine 3D-model of the Grain. *J. Superhard Mater., 42,* 199–202.
11. Lavrinenko, V.I., Pasichnyi, O.O., Poltoratskiy, V.G., et al. (2021). Some Specific Features Inherent in the Relation between the Roughness Parameters of a Treated Surface under Grinding by Wheels with a Mixture of SHM Grinding Powders with Superficially Modified grains. *J. Superhard Mater., 43,* 444–454.
12. Lavrinenko, V.I., Pasichnyi, O.O., Poltoratskiy, V.G., et al. (2022). Some Specific Features in Shaping the Cutting surface of a Grinding Wheel in Circular Direction under Grinding with the Use of Wheels with a Mixture of SHM Grinding Powders and a Modified Surface of Their Grains. *J. Superhard Mater., 44,* 46–56.

УДК 539.893.621.317.4 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-200-209

**Н.О. Олійник**; **Г.Д. Ільницька**, канд. техн. наук; **Г.А. Базалій**[1];
**О.М. Сизоненко,** д-р техн. наук[2]

[1]*Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України,*
*e-mail: oleynik_nonna@ukr.net*
[2]*Інститут імпульсних процесів і технологій НАН України, м. Миколаїв*

# ВПЛИВ СПОСОБУ ПІДГОТОВКИ ПОРОШКІВ СИНТЕТИЧНОГО АЛМАЗУ ДО РОЗПОДІЛУ У МАГНІТНОМУ ПОЛІ НА ФІЗИКОМЕХАНІЧНІ ТА МАГНІТНІ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПРОДУКТІВ РОЗПОДІЛУ

*Досліджено вплив способів підготовки порошків синтетичного алмазу до розподілу у магнітному полі на фізико-механічні та магнітні характеристики продуктів розподілу. Розглянуто способи отримання порошку алмазу, які передбачають розділення в магнітному полі (1); підготовку порошку до розподілу за рахунок нанесення феромагнітних частинок на ділянки дефектної поверхні порошку (2); попередню обробку порошку ультразвуковими хвилями алмазу та нанесенням феромагнітних частинок (3). Застосовано методики встановлення питомої магнітної сприйнятливості порошку; дефектності поверхні за оцінкою коефіцієнту поверхневої активності; міцності порошків; однорідності за міцністю; магнітно-фракційного складу порошку та продуктів розподілу.*

*Встановлено, що застосування даних способів дозволяє отримувати порошки, які відрізняються між собою за міцністю, дефектністю поверхні, мають підвищений рівень однорідності за міцністю та за магнітними властивостями. За зростанням впливу на поліпшення фізико-механічних та магнітних характеристик продуктів розподілу способи можна поставити в наступний ряд: спосіб 1→ спосіб 2→ спосіб 3.*

*Сумарний магнітно-фракційний склад порошку алмазу та продуктів може бути описаний рівнянням лінійної апроксимації. Визначено коефіцієнти зазначеної апроксимації. Коефіцієнт «а» застосовано для порівняльного аналізу оцінки однорідності порошку за магнітними властивостями. Отримані результати дозволяють розраховувати вихід фракцій порошку заданого розміру з достовірністю більше за $R^2$=0,81.*

***Ключові слова**: порошки синтетичного алмазу, ділянки дефектної поверхні, поверхнева активність, магнітно-фракційний склад.*

Кристали алмазу утворюються в результаті синтезу, мають поверхню з переходом від атомно-гладкої до шорсткуватої; утворюється об'ємна дефектність кристалів з утворенням пірамід і двійників росту; поряд із досконалими кристалами присутні їх зростки та друзи; на поверхні кристалів присутні елементи скелетного росту, сліди ямок травлення, поглиблення від вкраплень кристалів і домішок [1].

Отримання порошків синтетичного алмазу з різними характеристиками якості, що можуть ефективно працювати в різних умовах експлуатації, передбачає сортування порошку після його синтезу та вилучення.

Наприклад, візьмемо спосіб розподілу порошку алмазу за магнітними характеристиками [2]. Для досягнення високої ефективності процесу розподілу порошків синтетичного алмазу за міцністю, з метою створення набутих властивостей, підвищують селективне закріплення частинок феромагнітного або електропровідного порошку на поверхні частинок алмазу за рахунок попереднього нанесення на дефектні ділянки поверхонь зерен матеріалів феромагнітних або електропровідних частинок, що забезпечують наступний розподіл у силових полях на групи з різним рівнем дефектності поверхні і міцності у повітряному середовищі. [3, 4].

У цих способах не передбачено проведення процесів очищення поверхні від домішок, набутих в процесі синтезу алмазу та виготовлення порошків алмазу. В результаті недостатньо закріплюються феромагнітні або електропровідні частинки на ділянках дефектної поверхні частинок алмазу, що призводить до утворення недостатньо високих набутих властивостей та не дозволяє провести ефективний розподіл порошку у магнітному полі.

Відомо, що хімічна обробка, фізико-механічна обробка, обробка високовольтними електричними розрядами призводять до очищення поверхні порошку алмазу, впливають на її адсорбційні характеристики, можуть збільшувати питому площу поверхні [5]. Вірогідно, це може впливати на закріплення феромагнітних частинок, створення контрастності набутих магнітних властивостей та результати розподілу в магнітному полі. Тому дослідження впливу способів очищення поверхні порошку алмазу на характеристики продуктів розподілу в магнітному полі актуальні для застосування в процесах сортування.

Мета роботи – дослідження впливу способу підготовки порошків синтетичного алмазу до розподілу у магнітному полі на фізико-механічні та магнітні характеристики продуктів розподілу.

Дослідження проведено на порошку алмазу, який синтезовано в системі Ni-Mg-C; марка порошку АС 15, зернистість 200/160. Також досліджено порошки (продукти), отримані в результаті спеціальної підготовки та розподілу в магнітному полі вихідного порошку.

Для дослідження ефективності розподілу порошків синтетичного алмазу за магнітними властивостями та дефектністю поверхні застосовано 3 способи (рис. 1).

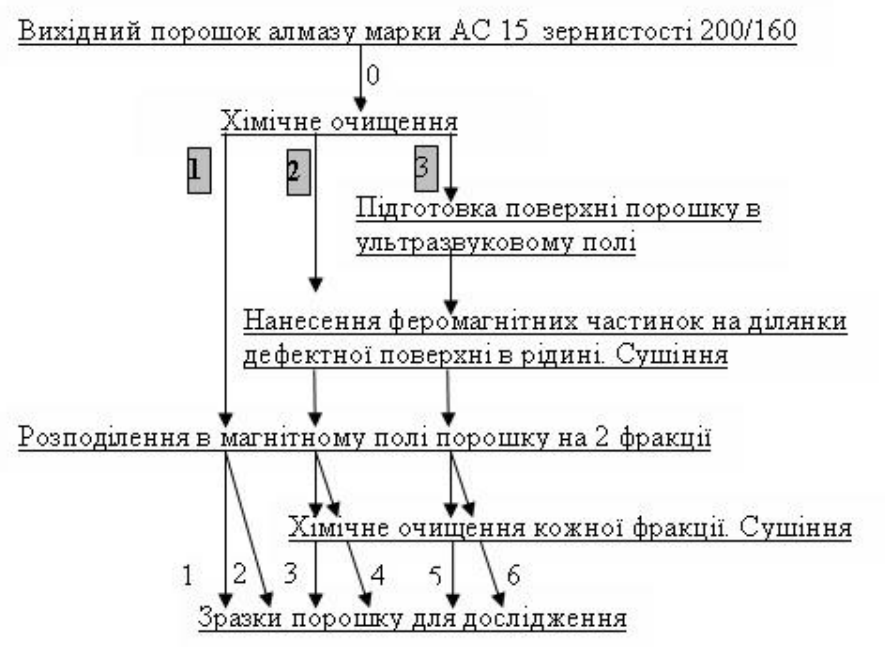



*Рис. 1. Схема отримання зразків порошку для дослідження*

Перший спосіб передбачає розподіл порошку у магнітному полі на 2 продукти та їх хімічне очищення [6, 7].

Другий спосіб передбачає обробку шляхом нанесення на дефектні ділянки поверхонь зерен часток матеріалу з наступним сушінням порошку, розподілом у магнітному полі на 2 продукти та їх хімічним очищенням. Феромагнітні частинки розміром не більше 1000 мкм наносили у воді, їх концентрація становила 0,5-5 мас % [8].

Третій спосіб передбачає обробку порошку у воді ультразвуковими хвилями (з частотою 20,0 – 35,0 кГц при сумарній енергії 50,0─770,0 кДж/л, виділеній у одиниці об’єму

при співвідношенні маси порошку до маси води від 1:2 до 1:25) з подальшим нанесенням феромагнітних частинок на ділянки дефектної поверхні зерен в процесі їх перемішування у воді при температурі 30-70 °С, сушіння, подальший розподіл у магнітному полі на 2 продукти та їх хімічне очищення [9].

Розподіл порошку в магнітному полі, хімічне очищення, сушіння у всіх способах проводилося у однакових умовах.

В досліджуванні порошку та продуктів розподілу визначали наступне:

– питому магнітну сприйнятливість порошку ($\chi\cdot$,м$^3$/кг) за методикою [10], дефектність поверхні, яку оцінювали у вигляді коефіцієнта поверхневої активності $К_а$, % і визначали за методикою [11];

– міцність порошків алмазу (Р) визначали за методикою [12];

– однорідність алмазів за міцністю ($К_{ОДН. міц.}$) оцінювали за методикою [13];

– магнітофракційний склад вихідного порошку та продуктів розподілу у магнітному полі вивчали за методикою [14, 15].

Для опрацювання результатів досліджень задіяні сучасні методи математичної статистики.

**Результати та їх обговорення**

Дослідження фізико-механічних характеристик вихідного порошку та продуктів розподілу у магнітному полі після підготовки трьома способами наведено у табл. 1.

Таблиця 1. **Фізико-механічні характеристики вихідного порошку та продуктів його розподілу у магнітному полі після різних способів підготовки**

| Спосіб | Продукт | Фізикомеханічні характеристики порошку | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | | Максимальна питома магнітна сприйнятливість частинок | Коефіцієнт поверхневої активності | Міцність | Однорідність алмазів за міцністю |
| | | $\chi\cdot10^{-8}$, м$^3$/кг | $К_а$, % | Р, Н | $К_{ОДН. міц, \%}$ |
| Вихідний порошок | | 20,9 | 1,17 | 21,1 | 45,2 |
| 1 | 1 | 7,71 | 0,40 | 30,5 | 50,3 |
| | 2 | 13,36 | 1,12 | 18,3 | 42,8 |
| 2 | 3 | 6,00 | 0,57 | 40,6 | 51,0 |
| | 4 | 11,14 | 1,24 | 16,8 | 46,0 |
| 3 | 5 | 4,00 | 0,68 | 55,9 | 75,0 |
| | 6 | 11,43 | 1,34 | 13,7 | 45,5 |

Як випливає з результатів (табл. 1), підготовка порошку за способом 2 в порівнянні із способом 1 утворює умови, які дозволяють селективно закріпити феромагнітні частинки на ділянках дефектної поверхні зерен та ефективно провести розподіл порошку у магнітному полі на 2 продукти, які відрізняються між собою за дефектністю поверхні і міцністю та додатково мають підвищений рівень однорідності за міцністю.

Підготовка порошку за способом 3 в порівнянні із способом 2 дозволяє підвищити дефектність поверхні порошку за рахунок її очищення від домішок, що підтверджується зниженням максимальної питомої магнітної сприйнятливості частинок порошку. Як результат, відбувається підвищене селективне закріплення феромагнітних частинок, що призводить до підвищення наведених магнітних властивостей, які забезпечують контрастність розділення порошку у магнітному полі на продукти.

Отримані продукти розподілу відрізняються між собою та продуктами, які отримано за способом 1 та 2, за дефектністю поверхні і міцністю, та додатково мають підвищений рівень однорідності за міцністю. Особливо відрізняються показники продуктів 3 і 5, порошки яких мають меншу питому магнітну сприйнятливість. В порівнянні із продуктом 1 коефіцієнт поверхневої активності цих порошків суттєво нижче, а міцність та однорідність за міцністю вище. Слід зазначити, що підготовка поверхні порошку з застосуванням обробки ультразвуковими хвилями (спосіб 3) більше впливає на результати розподілу, що підтверджується показниками продуктів розподілу. Вірогідно, це відбувається завдяки впливу кавітації, яку спричиняють ультразвукові хвилі у воді (спосіб 3). При застосуванні певних інтервалів частоти ультразвукових хвиль, сумарної енергії виділеної в одиниці об'єму рідини, співвідношення маси матеріалу до маси рідинного середовища кавітація [16] впливає на дефектність (величину площі поверхні) та чистоту поверхні алмазу, що підтверджується зростанням коефіцієнту поверхневої активності.

Як наслідок, при такій підготовці поверхні порошку утворюються умови для ефективного перемішування у воді певної температури порошку алмазу та феромагнітних частинок. Така технологія призводить до збільшення селективного закріплення феромагнітних частинок на дефектних ділянках поверхні та створює умови для ефективного розподілу порошку в магнітному полі. Зокрема, при такій підготовці порошку до проведення його розподілу відбувається підвищене придбання наведених властивостей, що забезпечують контрастність розділення порошку на продукти, які мають різні показники.

Цікаво розглянути зміну магнітно-фракційного складу вихідного порошку під впливом підготовки та розподілу в магнітному полі порошку. Сумарний розподіл магнітно-фракційного складу відображає розподіл маси частинок порошку, які мають питому магнітну сприйнятливість менше за її задану величину та дозволяють встановити кількість (вихід, % мас.) шламу в будь-якій його фракції.

Результати дослідження представлено на рис. 2, 3.

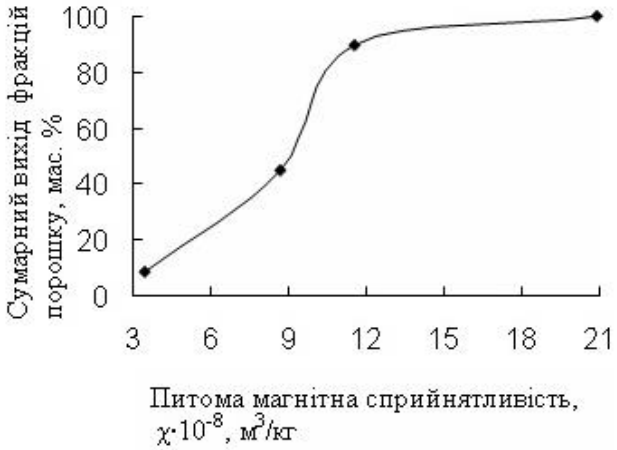



*Рис. 2. Магнітно-фракційний склад вихідного порошку*

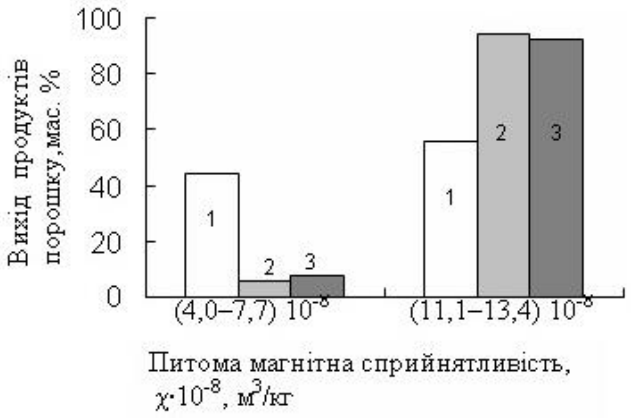



*Рис. 3. Результати розподілу в магнітному полі на 2 продукти порошку, підготовленого за способами 1–3: перший продукт з інтервалом питомої магнітної сприйнятливості (4,0–7,7) $10^{-8}$ $м^3/кг$, другий – (11,1–13,4) $10^{-8}$ $м^3/кг$*

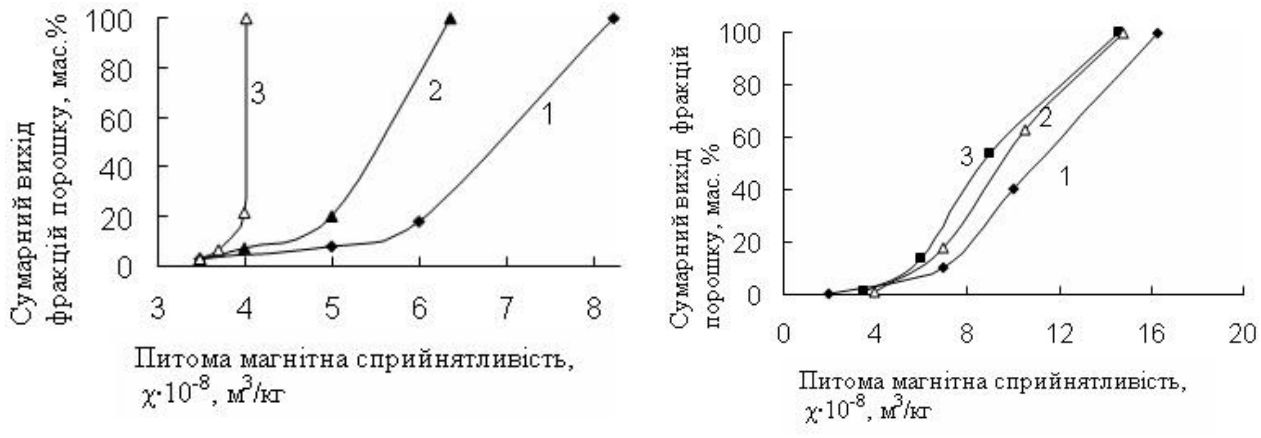
Як випливає з рис. 2, магнітно-фракційний склад вихідного порошку знаходиться в інтервалі значень питомої магнітної сприйнятливості (3,5–20,9) $10^{-8}$ $м^3/кг$.

Вихід та питома магнітна сприйнятливість продуктів розподілу вихідного порошку, які отримано за способами 1-3, суттєво відрізняється. Особливо продукти, одержані за способами 2 і 3, відрізняються від продуктів, одержаних за способом 1 (рис. 3).

Вихід продуктів з меншою питомою магнітною сприйнятливістю (інтервал (4,0–7,7) $10^{-8}$ $м^3/кг$) становить 5,9–44,5 мас.% від сумарної кількості порошку. Вихід продуктів з більшою питомою магнітною сприйнятливістю (інтервал (11,1–13,4) $10^{-8}$ $м^3/кг$) становить 55,5–94,1 мас.%.

Як випливає з результатів, на вихід продуктів та на їх питому магнітну сприйнятливість суттєво впливає спосіб підготовки порошку до розподілу. Способи, у яких застосовуються селективне закріплення феромагнітних частинок на ділянках дефектної поверхні (спосіб 2) та попередня обробка ультразвуковими хвилями (спосіб 3) призводять до зниження виходу порошку з питомою магнітною сприйнятливістю в інтервалі (4,0–7,7) $10^{-8}$ $м^3/кг$) в 7,5 раза, та до збільшення виходу порошку з питомою магнітною сприйнятливістю в інтервалі (11,1–13,4) $10^{-8}$ $м^3/кг$) в 1,7 раза.

Магнітно-фракційний склад вихідного порошку суттєво змінюється під впливом підготовки порошку та його розподілу на продукти (рис. 4 *а, б*).




*а* *б*

*Рис. 4. Магнітно-фракційний склад продуктів порошку після підготовки та розділення в магнітному полі за способами 1-3: а – інтервал питомої магнітної сприйнятливості (4,0–7,7) $10^{-8}$ $м^3/кг$, б – інтервал питомої магнітної сприйнятливості (11,1–13,4) $10^{-8}$ $м^3/кг$*

Як випливає з рис. 4, спосіб підготовки порошку до розділення суттєво впливає на магнітно-фракційний склад продуктів, що відображається на інтервалі варіювання питомої магнітної сприйнятливості і куті нахилу кривої. Найкраще це видно на рис. 4 *а*. Магнітно-фракційний склад продукту (спосіб 1) знаходиться в інтервалі питомої магнітної сприйнятливості (3,5–8,2) $10^{-8}$ $м^3/кг$, продукту (спосіб 2) – (3,5–6,4) $10^{-8}$ $м^3/кг$, продукту (спосіб 3) – (3,5–4,0) $10^{-8}$ $м^3/кг$. Питома магнітна сприйнятливість продукту (спосіб 3) найменше варіюється в порівнянні з показниками продуктів (спосіб 1, 2). Крива складу має найменший кут нахилу. Таким чином, цей продукт (спосіб 3) найбільш однорідний за магнітними властивостями. На рис. 4 *б* наведено магнітно-фракційний склад продуктів в інтервалі питомої магнітної сприйнятливості (2,0–16,3) $10^{-8}$ $м^3/кг$. З результатів випливає, що спосіб підготовки в меншої мірі впливає на інтервал варіювання питомої магнітної сприйнятливості. Питома магнітна сприйнятливість продукту (спосіб 1) варіюється в інтервалі (2,0–16,3) $10^{-8}$ $м^3/кг$, продукту (спосіб 2) – (3,5–14,6) $10^{-8}$ $м^3/кг$, продукту (спосіб 3) – (4,0–14,8) $10^{-8}$ $м^3/кг$.

Результати лінійної апроксимації кривих магнітно-фракційного складу порошку представлено в табл. 2.

Таблиця 2. **Результати лінійної апроксимації кривих магнітно-фракційного складу порошку**

| Показники | | | | Лінійна апроксимація кривих магнітно-фракційного складу порошку | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Спосіб підготовки порошку до розподілу | Зразок | Діапазон значень χ, продукту, $\chi \cdot 10^{-8}$ м$^3$/кг | | Коефіцієнти рівняння $y=ax+b$ | | Інтервал значень χ, $\chi \cdot 10^{-8}$ м$^3$/кг | Достовірність апроксимації, $R^2$ |
| | | | | *а* | *в* | | |
| - | 0 | (3,5–20,9) | | 5,38 | 0 | 3,5–20,9 | 0,8133 |
| Показники після розподілу в магнітному полі на 2 продукти | | | | | | | |
| 1 | 1 | Продукт 1 | 4,0–7,7 | 20,99 | –87,063 | 3,5–8,2 | 08384 |
| 2 | 2 | | | 33,84 | –127,03 | 3,5–6,4 | 0,8769 |
| 3 | 3 | | | 128,55 | –456,69 | 3,5–4,0 | 0,5116 |
| 1 | 1 | Продукт 2 | 11,1–13,4 | 7,21 | –25,74 | 2,0–16,3 | 0,9261 |
| 2 | 2 | | | 9,27 | –34,45 | 3,5–14,6 | 0,9855 |
| 3 | 3 | | | 9,56 | –41,22 | 4,0–14,8 | 0,985 |

Рівняння апроксимації кривих магнітно-фракційного складу сумарного розподілу дозволяють встановити кількість порошку у заданому інтервалі питомої магнітної сприйнятливості із забезпеченням достовірності більше за 0,81.

Коефіцієнт *а* відображає ступінь нахилу кривої магнітно-фракційного складу зразку – тобто, чим більше коефіцієнт, тим більше кут нахилу прямої апроксимації, що свідчить про більшу однорідність порошку за магнітними властивостями. З результатів (табл. 2) видно, що найбільше значення коефіцієнту *а* (128,55 – продукт 1; 9,56 – продукт 2) має рівняння лінійної апроксимації кривої магнітно-фракційного складу продуктів розподілу порошку, який отримано після обробки ультразвуковими хвилями (спосіб 3). Коефіцієнт *а* продуктів розподілу за всіма трьома способами суттєво відрізняється від коефіцієнту *а* вихідного порошку, що свідчить про їх підвищену однорідність за магнітними властивостями. Порівнюючи вплив способів підготовки порошку до розділення (за коефіцієнтом *а*), за зростанням впливу на однорідність за магнітними властивостями їх можна розподілити наступним чином: спосіб 1→ спосіб 2→ спосіб 3.

**Висновки**

Застосування способів отримання порошку алмазу, які передбачають розділення в магнітному полі (спосіб 1), підготовку порошку до розподілу в магнітному полі за рахунок нанесення феромагнітних частинок на ділянки дефектної поверхні порошку (спосіб 2) і попередню обробку порошку ультразвуковими хвилями алмазу та нанесенням феромагнітних частинок на ділянки дефектної поверхні порошку (спосіб 3), створює умови для ефективного проведення розподілу порошку на продукти, які відрізняються між собою за міцністю, дефектністю поверхні, мають підвищений рівень однорідності за міцністю та за магнітними властивостями.

За зростанням впливу на поліпшення фізико-механічних та магнітних характеристик продуктів розподілу способи, які було розглянуто, можна поставити в наступний ряд: спосіб 1→ спосіб 2→ спосіб 3.

Сумарний магнітно-фракційний склад порошку алмазу та продуктів, які отримують за способами з розподілом в магнітному полі та попередньою підготовкою, може бути описаний рівнянням лінійної апроксимації. Визначено коефіцієнти зазначеної апроксимації, які застосовано для порівняльного аналізу оцінки однорідності порошку за магнітними властивостями. Отримані результати дозволяють розраховувати вихід фракцій порошку заданого розміру з достовірністю більше за $R^2$=0,81.

**N.O. Oliinyk, G.D. Ilnitska, G.A. Bazaliy[1], O.N. Sizonenko[2]**

*[1]V. Bakul Institute for Superhard Materials National Academy of Sciences of Ukraine*
*[2]Institute of Pulse Processes and Technologies of the National Academy of Sciences of Ukraine*

**INFLUENCE OF THE METHOD OF PREPARING SYNTHETIC DIAMOND POWDERS FOR SEPARATION IN A MAGNETIC FIELD ON THE PHYSICOMECHANICAL AND MAGNETIC CHARACTERISTICS OF SEPARATION PRODUCTS**

*The influence of the methods of preparing synthetic diamond powders for distribution in a magnetic field on the physicomechanical and magnetic characteristics of the distribution products was studied. Methods of obtaining diamond powder, which involve separation in a magnetic field (1); preparation of the powder for distribution, due to the application of ferromagnetic particles to areas of the defective surface of the powder (2); preliminary treatment of the powder with ultrasonic waves of diamond and application of ferromagnetic particles (3), were researched. Methods of establishing the specific magnetic susceptibility of the powder, surface defects based on the estimation of the surface activity coefficient, strength of powders, homogeneity in strength, magnetic fractional composition of the powder and distribution products were applied. It was established that the application of these methods allows obtaining powders that differ among themselves in terms of strength, surface defects, and have an increased level of uniformity in terms of strength and magnetic properties. According to the increasing influence on the improvement of the physical, mechanical and magnetic characteristics of the distribution products, the methods can be ranked in the following order: method 1→ method 2→ method 3. The total magnetic fractional composition of diamond powder and products can be described by the linear approximation equation. The coefficients of the specified approximation are determined. The coefficient "a" is used for the comparative analysis of the evaluation of the homogeneity of the powder according to the magnetic properties. The obtained results allow to calculate the yield of fractions of the powder of a given size with a reliability greater than $R^2$=0.81.*

***Key words**: synthetic diamond powders, defective surface areas, surface activity, magnetic fractional composition.*

## Література

1. Синтез, спекание и свойства сверхтвердых материалов: сб. науч. тр. / Отв. ред. Н. В. Новиков. – К.: Институт сверхтвердых материалов НАН Украины, 2005. – 255 с.
2. Ильницкая Г. Д., Олейник Н. А. Разделение алмазных микропорошков в магнитном поле // Прогресивні технології і системи машинобудування. – 2013. – Т. 46, Вип. 1/2. – С. 126–132.
3. Ильницкая Г. Д., Олейник Н. А., Ткач В. Н. и др. Влияние объемных дефектов и дефектов поверхности на разделение синтетических алмазов в магнитном и электрическом полях // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: сб. науч. тр. – Выпуск 19. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2016 – С. 219–227.
4. Лавриненко В., Ильницкая Г., Зайцева И. и др. Улучшение физико-механических характеристик синтетических алмазов, синтезированных в разных ростовых

системах, для повышения эффективности алмазного камнеобрабатывающего и правящего инструмента // Різання та інструмент в технологічних системах: зб. наук. пр. – Випуск 91. – К.: ІНМ ім. В. М. Бакуля НАН України, 2019. – С. 107–124.

5. Oleinik N. A., Il'nitskaya G. D., Sizonenko O. N., Petasyuk G. A., Bazalii G. A., Shamraeva V. S., Tsyba N. N., Torpakov A. S., Lipyan E. V. Effect of physicochemical characteristics of diamond micropowders on the effectiveness of their separation in magnetic field // Powder Metallurgy and Metal Ceramics. – 2016. –V. 55, N. 7-8. – P. 397–405.
6. Ильницкая Г. Д. Влияние структуры кристаллов алмаза на физико-механические свойства алмазных порошков // Надтверді матеріали: створення та застосування: зб. наук. пр. – К.: ІНМ ім. В. М. Бакуля НАН України, 2007. – С. 189–196.
7. Ильницкая Г. Д., Богатырева Г. П., Невструев Г. Ф. Получение высококачественных алмазных шлифпорошков // Синтез, спекание и свойства сверхтвердых материалов: сб. науч. тр. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2005. – С. 63–71.
8. Патент 25515 Україна, МПК B03C 7/00, B03C 1/00. Спосіб розподілу зернистого матеріалу за дефектністю поверхні зерен. / М. В. Новіков, Г. П. Богатирьова., Г. Ф. Невструєв, Г. Д. Ільницька. – Опубл. 10.08.07, Бюл. № 12.
9. Ільницька Г. Д., Олійник Н. О., Лавріненко В. І. та ін. Поліпшення якості шліфпорошків синтетичних алмазів // Інженерія поверхні та реновація виробів: матеріали 22-ї Міжнародної науково-технічної конференції (15–16 червня 2022 р.) – Київ: АТМ України, 2022. – С. 48–50.
10. Методика определения удельной магнитной восприимчивости порошков сверхтвердых материалов (СТМ). М88 Украины 90.256–2004. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2004. – 9 с.
11. Методика определения коэффициента поверхностной активности порошков сверхтвердых материалов (СТМ). М88 Украины 90.258–2004. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2004. – 11 с.
12. Порошки алмазные синтетические. Общие технические условия: ДСТУ 3292–95. – К.: Госстандарт Украины, 1995. – 72 с.
13. Методика аналитической оценки прочностных характеристик зерен порошков сверхтвердых материалов (СТМ). М 28.5-272:2008. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2008. – 14 с.
14. Тихонов О. Н. Закономерности эффективного разделения минералов в процессах обогащения полезных ископаемых. – М.: Недра, 1984. – 208 с.
15. Методика оцінки магнітофракційного складу продуктів руйнування гірської породи та алмазовмісного композиційного матеріалу на металевих зв´язках в магнітному полі. М 23.9–339:2020. – К.: ІНМ ім. В. М. Бакуля НАН України, 2020. – 9 с.
16. Патент 117457 Україна, МПК C01B 32/26 (2017.01), B01J 19/10 (2006.01).Спосіб видобування синтетичних алмазів / Г. Д. Ільницька, Н. О. Олійник, Г. А. Базалій та ін. –Опубл.10.08.18, Бюл. № 15.

*Надійшла 31.07.22*

## References

1. Novikov, N. V. (Eds.). (2005) Sintez, spekanie i svoistva sverkhtverdykh materialov [Synthesis, sintering and properties of superhard materials]. Kiev: Institut sverkhtverdykh materialov NAN Ukrainy [in Russian].
2. Ilnitskaya, G. D., & Oleinik, N. A. (2013). Razdelenie almaznykh mykroporoshkov v mahnytnom pole [Separation of diamond micropowders in a magnetic field]. – *Prohresyvni tekhnolohiyi i systemy mashynobuduvannya – Progressive technologies and machine-building systems, 46, 1/2,* 126–132 [in Russian].

3. Ilnitskaya, G. D., Oleinik, N. A., Tkach, V. N., et al. (2016). Vliianie obemnykh defektov i defektov poverkhnosti na razdelenie sinteticheskikh almazov v magnitnom i elektricheskom poliakh [Influence of volume defects and surface defects on the separation of synthetic diamonds in magnetic and electric fields]. *Porodorazrushaiushchii i metalloobrabatyvaiushchii instrument – tekhnika i tekhnologiia ego izgotovleniia i primeneniia – Rock Destruction and Metal-Working Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications, 19,* 219–227 [in Russian].
4. Lavrinenko, V., Ilnitskaya, G., Zaitseva, I., et al. (2019). Uluchshenie fiziko-mekhanicheskikh kharakteristik sinteticheskikh almazov, sintezirovannykh v raznykh rostovykh sistemakh, dlia povysheniia effektivnosti almaznoho kamneobrabatyvaiushcheho i pravyashcheho instrumenta [Improving the physical and mechanical characteristics of synthetic diamonds synthesized in different growth systems to improve the efficiency of diamond stone-working and dressing tools]. *Rízannia ta ínstrument v tekhnolohíchnykh sistemakh [Cutting and tools in technological systems], 91,* 107–124. [in Russian].
5. Oleinik, N. A., Il'nitskaya, G. D., Sizonenko O. N., et al. (2016). Effect of physicochemical characteristics of diamond micropowders on the effectiveness of their separation in magnetic field. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics, 55, 7-8,* 397–405.
6. Ilnitskaya, G. D. (2007). Vliianie struktury krystallov almaza na fiziko-mekhanycheskie svoistva almaznykh poroshkov [The influence of the structure of diamond crystals on the physical and mechanical properties of diamond powders]. *Nadtverdi materialy: stvorennya ta zastosuva*nnya – *Superhard materials: creation and application,* 189–196 [in Russian].
7. Ilnitskaya, G. D., Bogatyreva, G. P., & Nevstruev, G. F. (2005). Poluchenie vysokokachestvennykh almaznykh shlifporoshkov [Obtaining high-quality diamond grinding powders]. *Sintez, spekaniye i svoystva sverkhtverdykh materialov – Synthesis, sintering and properties of superhard materials,* 63–71 [in Russian].
8. Novikov, M. V., Bogatyreva, H. P., Nevstruev, G. F., Ilnytska, G. D. (2007). Patent of Ukraine 25515. [in Ukrainian].
9. Ilnytska, G. D., Oliynyk, N. O., Lavrinenko, V. I., et al. (2022). Polipshennia yakosti shlifporoshkiv syntetychnykh almaziv [Improving the quality of grinding powders of synthetic diamonds]. Proceedings from Surface engineering and renovation of products'22: *XXII Mizhnarodna naukovo-tekhnichna konferentsiia (15–16 chervnia 2022 roku) – 22nd International Scientific and Technical Conference).* (pp. 48–50). Kyiv [in Ukrainian].
10. Metodika opredeleniia udelnoi mahnitnoi vospriimchivosti poroshkov sverhtverdykh materialov (STM) [Method for determining the specific magnetic susceptibility of powders of superhard materials (SHM)]. (2004). *M88 Ukrainy 90.256-2004.* Kiev: ISM im. V. N. Bakulia NAN Ukrainy [in Russian].
11. Metodika opredeleniia koeffitsienta poverkhnostnoi aktivnosti poroshkov sverkhtverdykh materialov (STM) [Method for determining the coefficient of surface activity of powders of superhard materials (SHM)]. (2004). *M88 Ukrainy 90.258-2004.* Kiev: ISM im. V. N. Bakulia NAN Ukrainy [in Russian].
12. Poroshki almaznye sinteticheskie. Obshchie tekhnicheskie usloviia [Synthetic diamond powders. General specifications]. (1995). *DSTU 3292–95.* Kiev: Hosstandart Ukrainy. [in Russian].
13. Metodika analiticheskoy otsenki prochnostnykh kharakteristik zeren poroshkov sverkhtverdykh materialov [Method for Analytical Evaluation of the Strength Characteristics of Powder Grains of Superhard Materials]. (2008). *M 28.5-272:2008.* Kiev: ISM im. V. N. Bakulia NAN Ukrainy [in Russian].

14. Tihonov, O. N. (1984). *Zakonomernosti effektivnogo razdeleniya mineralov v protsessakh obogashcheniya poleznykh iskopayemykh [Patterns of effective separation of minerals in the processes of mineral processing]*. Moscow: Nedra [in Russian].
15. Metodyka otsinky mahnitofraktsiynoho skladu produktiv ruinuvannia hirskoi porody ta almazovmisnoho kompozytsiinoho materialu na metalevykh zviazkakh v mahnitnomu poli. [Methods for estimating the magnetofractional composition of rock destruction products and diamond-containing composite material on metal bonds in a magnetic field]. (2020). *M 23.9–339:2020.* Kyiv: INM im. V. M. Bakulia NAN Ukrainy [in Ukrainian].
16. Ilnytska, G. D., Oliynyk, N. O., Bazaliy, G. A., et al. (2018). Invention patent of Ukraine 117457 [in Ukrainian].

УДК 621.921.34-492.2:620.22-419 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-209-213

**О. І. Чернієнко,** канд. техн. наук; **В. О. Вєніков, А. О. Лямцева, А. Г. Филипович**; **О. О. Бочечка,** д-р. техн. наук

*Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська 2, 04074 м. Київ, Україна, e-mail: o.cherniyenko@gmail.com*

## УЩІЛЬНЕННЯ АЛМАЗНИХ ПОРОШКІВ З ТИТАНОВИМ ПОКРИТТЯМ ПІД ДІЄЮ ВИСОКОГО ТИСКУ ЗА КІМНАТНОЇ ТЕМПЕРАТУРИ

*Методом гідростатичного зважування отримано значення пористості компактів, сформованих дією тиску 8 ГПа за кімнатної температури на алмазні шліфпорошки різної зернистості без покриття та з покриттям титаном поверхні алмазних зерен. Показано, що збільшення середнього розміру зерен від 112 до 450 мкм майже в 2 рази зменшує пористість утвореного компакту; нанесення титанового покриття веде до подальшого зменшення пористості компактів. Із зменшенням розміру зерна вплив покриття на збільшення ступеню ущільнення зростає за рахунок підвищення вкладу проковзування частинок в ущільнення.*

***Ключові слова**: пористість, ущільнення, алмазний порошок, холодне пресування, високий тиск, титанове покриття.*

**Вступ**

Для спікання полікристала алмазний порошок поміщають в робочий об'єм апарату високого тиску, де за кімнатної температури створюється необхідний тиск для подальшого спікання (відбувається так зване холодне пресування). Однак, дія тиску за таких умов призводить до дроблення алмазного порошку і зміни його зернового складу [1].

Дроблення порошку здатне привести до зміни пористості спеченого зразка. У роботі [2] визначено, як розмір зерна впливає на характер процесу ущільнення порошків під час холодного пресування. Для дрібних порошків процес руйнування частинок протікає не інтенсивно. Основний внесок в ущільнення дрібних порошків вносить ковзання частинок відносно одна одної. Під час пресування крупних зерен відбувається їхнє крихке руйнування, що призводить до заповнення крупних пор у зразку, зменшення розміру пор та підвищення ущільнення порошку [1].

На сьогодні досить детально досліджено процеси ущільнення алмазних мікропорошків (розмір зерна менше 60 мкм) під дією високого тиску, проте ущільнення порошків з більшим розміром зерна досліджено недостатньо [3].

На здатність алмазного порошку до ущільнення також впливає введення до нього добавок. Ці добавки під час спікання можуть утворювати хімічні сполуки з карбоном, що призводить до зв'язування алмазних частинок в спеченому композиті [4].

Однак не всі метали, які утворюють тугоплавкі сполуки під час взаємодії з карбоном, впливають на ущільнення алмазного порошку. Так, молібден і ванадій утворюють тугоплавкі карбіди, але не активують спікання алмазного порошку [5].

У даній роботі наведено результати дослідження пористості алмазних компактів, сформованих внаслідок дії за кімнатної температури тиску 8 ГПа на алмазні порошки крупних зернистостей без покриття та з покриттям титану.

**Методика експерименту**

Зразки для визначення пористості було отримано шляхом пресування алмазних порошків за кімнатної температури та тиску 8 ГПа в апараті високого тиску типу тороїд.

Для роботи використовували порошки АС6 125/100 і АС32 500/400 без покриття, та АС32 100/80 і АС32 400/315 з покриттям частинок титаном. Нанесення покриття було проведено методом газотранспортного переміщення металу в газовому середовищі галогенідів [6]. Загальний вміст титану в покритому порошку складав 1–2 % (за масою). Для пресування порошку було виготовлено капсули з металевої фольги.

Значення пористості матеріалу визначали за допомогою гідростатичного методу. Суть методу полягає у визначенні густини за результатами двох вимірювань маси зразків. Перше вимірювання маси відбувається в повітряному середовищі, а друге – у рідині. У даній роботі в якості рідини використовували дистильовану воду.

Значення густини зразка визначали за допомогою формули:

$$\rho_{\text{зразка}} = \frac{m \times \rho_{\text{води}}}{m - m_{\text{в}}} \qquad (1)$$

де $m$ – маса сухого зразка, $\rho_{\text{води}}$ – густина дистильованої води, $m_{\text{в}}$ – маса зразка у воді.

Виходячи з отриманих значень густини зразків, значення пористості θ вираховували за формулою:

$$\theta = (1 - \frac{\rho_{\text{зр}}}{\rho_{\text{мнк}}}) \times 100\% \qquad (2)$$

де $\rho_{\text{зр}}$ – густина зразка, $\rho_{\text{мнк}}$ – густина частинки порошку. Проведені розрахунки показали, що густина алмазної частинки, покритої титаном, перевищує густину монокристала алмазу не більше як на 0,1 %.

**Результати дослідження та їх обговорення**

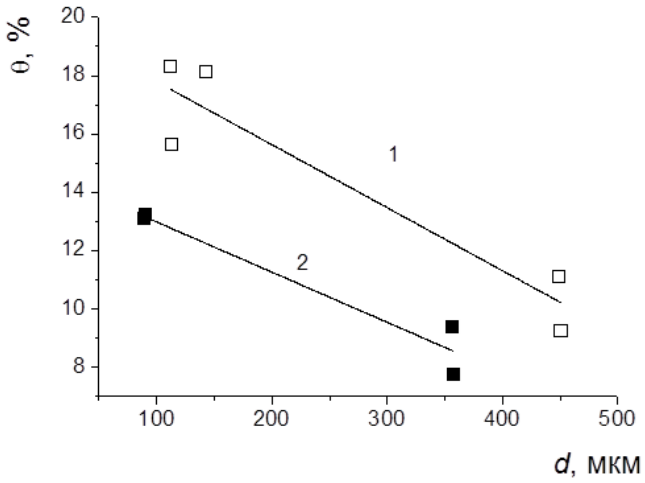
Результати проведених досліджень наведено в таблиці та на рисунку.

**Густина та пористість компактів, одержаних пресуванням алмазних порошків за кімнатної температури та тиску 8 ГПа**

| № | Алмазний порошок | ρ, г/см$^3$ | Пористість, % |
|---|---|---|---|
| 1 | 2 | 3 | 4 |
| 1 | АС80 160/125 | 2,875 [7] | 18,01 |
| 2 | АС6 125/100 | 2,978 | 15,6 |

*Закінчення таблиці*

| 1 | 2 | 3 | 4 |
|---|---|---|---|
| 3 | АС6 125/100 | 2,885 | 18,3 |
| 4 | АС32 500/400 | 3,138, | 11,1 |
| 5 | АС32 500/400 | 3,204 | 9,25 |
| 6 | АС32 100/80 з покриттям Ti | 3,069 | 13,1 |
| 7 | АС32 100/80 з покриттям Ti | 3,064 | 13,2 |
| 8 | АС32 400/315 з покриттям Ti | 3,257 | 7,73 |
| 9 | АС32 400/315 з покриттям Ti | 3,199 | 9,37 |




*Залежність від середнього розміру частинок вихідного алмазного порошку пористості компактів, одержаних пресуванням за кімнатної температури та тиску 8 ГПа алмазних шліфпорошків без покриття (1) та з покриттям титаном поверхні алмазних зерен (2)*

За результатами, наведеними на рисунку, видно, що збільшення зернистості порошку покращує його ущільнення. Так, збільшення середнього розміру частинок від 112 до 450 мкм (~ в 4 рази) майже в 2 рази зменшує пористість утвореного компакту.

Нанесення титанового покриття веде до подальшого зменшення пористості компактів. Із зменшенням розміру зерна вплив покриття на збільшення ступеню ущільнення зростає. Причиною цього, очевидно, є те, що зростає вклад проковзування частинок в ущільнення, що призводить до збільшення густини матеріалу після процесу холодного пресування [2, 3].

Таким чином, ступінь ущільнення алмазного порошку під дією високого тиску за кімнатної температури можна покращити за допомогою напилення на поверхні частинок металевого покриття, в даному випадку титанового.

**Висновки**

1. Алмазні шліфпорошки можуть служити вихідною сировиною для одержання з них полікристалів за високого тиску та високої температури. Збільшення зернистості порошку покращує його ущільнення під дією високого тиску за кімнатної температури. Так, збільшення середнього розміру частинок від 112 до 450 мкм (~ в 4 рази) майже в 2 рази зменшує пористість утвореного компакту.

2. Нанесення титанового покриття веде до подальшого зменшення пористості компактів. Із зменшенням розміру зерна вплив покриття на збільшення ступеню ущільнення

зростає за рахунок підвищення вкладу проковзування частинок в ущільнення, що призводить до збільшення густини матеріалу після процесу холодного пресування.

**O. I. Cherniyenko, V. O. Venikov, A. O. Liamtseva, A. H. Fylypovych, O. O. Bochechka**

*[1]V. Bakul Institute for Superhard Materials National Academy of Sciences of Ukraine*

**DENSIFICATION OF TITANIUM COATED DIAMOND POWDERS UNDER HIGH PRESSURE AT ROOM TEMPERATURE**

*Using the method of hydrostatic weighing, the value of the porosity of compacts formed by the action of pressure of 8 GPa at room temperature on diamond grinding powders of different grain sizes without coating and with coating of titanium on the surface of diamond grains was obtained. It is shown that an increase in the average grain size from 112 to 450 μm reduces the porosity of the formed compact by almost 2 times, and the application of a titanium coating leads to a further decrease in the porosity of the compacts. As the grain size decreases, the effect of the coating on increasing the degree of compaction increases due to the increase in the contribution of particle slippage to compaction.*

***Key words**: porosity, compaction, diamond powder, cold pressing, high pressure, titanium coating*

## Література

1. Шульженко А. А., Гаргин В. Г., Шишкин В. А., Бочечка А. А. Поликристаллические материалы на основе алмаза. – К.: Наук. думка, 1989. – 192 с.
2. Кардасевич В. С., Нестеренко Т. Н., Дегтярь Г. Я. и др. Исследование усадки навески алмазного порошка при спекании под давлением // Алмазы и сверхтвердые материалы. – 1983. – Вып. 3. – С 3–5.
3. Бочечка О.О. Фізико-хімічні основи спікання алмазних порошків під дією високого тиску та високої температури. – К.: Наук. думка, 2019. – 240 с.
4. Бочечка О. О. Одержання полікристалічних матеріалів спіканням нанодисперсних алмазних порошків за високого тиску // Сверхтвердые материалы. – 2018. – № 5. – С. 38–50.
5. Назарчук С. М., Білявина Н. М., Гаврилова В. С. та ін. Спікання нанопорошків алмазу детонаційного синтезу з добавками тугоплавких металів та їхніх оксидів // Синтез, спекание и свойства сверхтвердых материалов. – К.: Логос, 2010. – С. 101–107.
6. Шефер Г. Химические транспортные реакции. – М.: Мир, 1964. – 189 с.
7. Назарчук С.Н., Бочечка А.А., Петасюк Г.А., Белявина. Н.Н. Особенности формирования поликристаллов при спекании под высоким давлением алмазных порошков различной дисперсности // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: сб. наувн. тр. – Выпуск 11. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля, 2008. – С. 157–164.

*Надійшла 20.08.22*

## References

1. Shulzhenko, A. A., Harhin, V. H., Shishkin, V. A., Bochechka, A. A. (1989). *Polikristallicheskie materialy na osnove almaza* [Diamond-based polycrystalline materials]. N.V. Novikov (Ed.). Kiev: Naukova dumka [in Russian].
2. Kardasevych, V. S., Nesterenko, T. N., Degtiar G. Ya., at al. (1983). Issledovanie usadki naveski almaznogo poroshka pri spekanii pod davleniem [Research on the shrinkage of a sample of diamond powder during sintering under pressure]. *Almazy i sverkhtverdye materialy – Diamonds and superhard materials, 3,* 3–5 [in Russian].

3. Bochechka, O.O. (2019). *Fiziko-khimichni osnovy spikannia almaznykh poroshkiv pid diieiu vysokoho tysku ta vysokoi temperatury* [Physico-chemical bases of diamond powders sintering under the action of high pressure and high temperature]. V.Z. Turkevych (Ed.). Kyiv: Naukova dumka [in Ukrainian].
4. Bochechka, O.O. (2018). Oderzhannia polikrystalichnykh materialiv spikanniam nanodyspersnykh almaznykh poroshkiv za vysokoho tysku [Production of polycrystalline materials by sintering of nanodispersed diamond nanopowders at high pressure]. *Sverkhtverdye materialy – Superhard Materials, 5*, 38–50.
5. Nazarchuk S. M., Biliavyna N. M., Havrylova V. S., at al. (2010). Spikannia nanoporoshkiv almazu detonatsiinoho syntezu z dobavkamy tuhoplavkykh metaliv ta ikhnikh oksydiv [Sintering of diamond nanopowders of detonation synthesis with additives of refractory metals and their oxides]. *Sintez, spekanie i svoistva sverkhtverdykh materialov – Synthesis, sintering and properties of superhard materials.* Ukraine, Kiev: Logos [in Ukrainian].
6. Shefer, G. (1964). *Khimicheskie transportnye reakksii* [Chemical transport reactions]. Moskow. Mir, 189 [in Russian].
7. Nazarchuk, S. N., Bochechka, A.A., Petasiuk, G. A., Beliavina N. M. (2008). Osobennosti formirovaniia polikristallov pri spekanii pod vysokim davleniem almaznykh poroshkov razlichnoi dispersnosti [Features of the polycrystals formation during high-pressure sintering of diamond powders of various dispersion]. *Porodorazrushaiushchii i metalloobrabatyvaiushchii instrument – tekhnika i tekhnologiia ego izgotovleniia i primeneniia. – Rock cutting and metalworking tools - technique and technology of its production and application, 11,* 157–164 [in Russian].

УДК 621.921.34.620.179.4:622.24.004.69 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-213-218

**Д.Л. Коростишевський**, **А.О. Чумак**[1]; **О.І. Биков**[2], **Ю.О. Мельнійчук**, **Д.А. Стратійчук**, **О.С. Осіпов**[1], кандидати технічних наук

*[1]Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська 2, 04074, м. Київ, e-mail: mega-osipov@ukr.net*
*[2]Інститут проблем матеріалознавства ім. І.М. Францевича НАН України, вул. Кржижановського 3, 02142, м. Київ, e-mail: abykov@ipms.kiev.ua*

## ТЕРМОБАРИЧНЕ СПІКАННЯ КОМПОЗИТУ АЛМАЗ–$Fe_3C$ ТА ЙОГО СТРУКТУРНІ ОСОБЛИВОСТІ

*При спіканні системи алмаз-$Fe_3C$ методом інфільтрації алмазних мікропорошків розплавом на основі карбіду заліза, в умовах високого тиску 7,7 ГПа і температури 2100 К, були отримані зразки композиту, які мають у своєму складі алмаз в кількості 92,1 об.% та карбід залізу в кількості 7,9 об.%. Мікроструктура композиту характеризується наявністю алмазного каркаса із міцним зв'язком між алмазними зернами. Встановлено, що у структурі композиту фаза $Fe_3C$ знаходиться у вигляді макровключень у міжзернистому просторі алмазного каркасу.*

***Ключові слова:*** *алмаз, карбід залізу, високий тиск, композит, структура*

На даний час подальший розвиток нових видів бурового та ріжучого інструменту безпосередньо пов'язаний з розробками нових надтвердих композиційних матеріалів на основі алмазу, що мають високий рівень зносостійкості. При цьому необхідно відзначити сучасні науково-технічні розробки, метою і результатом яких стало достатнє збільшення показника

зносостійкості ріжучого алмазовмісного шару композитів, одержуваних методом спікання в умовах високих тисків і температур. Відомо, що при термобаричному рідкофазному спіканні алмазних мікропорошків з різними активуючими добавками, які є розчинниками вуглецю при певних *P,T*-параметрах, відбувається процес розчинення вуглецю з поверхні частинок алмазу, поступове збільшення концентрації вуглецю в розплаві до рівня вище насичення по відношенню до вуглецю та осадження нової алмазної фази на поверхню алмазних частинок, що спікаються. Внаслідок цього процесу відбувається формування міцного надтвердого алмазного каркаса [1–3]. Ступенем міцності, зв'язності такого алмазного каркаса, де між окремими алмазними частинками утворюється міжкристалітний зв'язок, і визначатиметься високий рівень показника зносостійкості спеченого матеріалу. У свою чергу, зносостійкість є основною експлуатаційно-технічною характеристикою всіх композитів, які застосовують для оснащення бурового інструменту. Пошук нових речовин і сполук, які будуть використовуватися як активуючі добавки в процесі термобаричного рідкофазного спікання алмазних мікропорошків з метою збільшення зносостійкості одержуваних композитів, є актуальним завданням. Очевидно, що отримані дані про нові сполуки, що забезпечують спонтанну кристалізацію алмазу та зростання алмазу на затравальних кристалах в умовах високих тисків та температур, є основою для отримання нових надтвердих композиційних матеріалів.

У дослідженнях [4] було зафіксовано факт спонтанної кристалізації алмазу в середовищі карбіду заліза ($Fe_3C$) в умовах високого тиску 5,3 ГПа та температури 1630 К. Показано, що в даних *P,T*-умовах карбід заліза може бути джерелом вуглецю для зародження і зростання кристалів алмазу. При такому термобаричному впливі на $Fe_3C$ після 5 хвилин витримки вже формуються кристали алмазу розміром кілька мікрон. Максимальні частинки алмазу розміром 200 мікрон були виявлені в середовищі кристалізації, коли тривалість P,T-дії становила 20 хвилин. Результати досліджень [5, 6] показують, що кристалізація природних алмазів можлива при проходженні окислювально-відновної взаємодії в системі $Fe_3C$–$Fe_2O_3$ при P,T-параметрах літосферної мантії. Встановлено, що взаємодія карбіду заліза з оксидом заліза в області високих тисків 6,5–7,0 ГПа і високих температур 1700-1900 К призводить до утворення елементарного вуглецю. Підтвердженням можливості проходження такого процесу утворення алмазу у певних шарах мантії землі є наявність у структурі природних алмазів включень молекулярних груп $Fe_3C$–$Fe_2O_3$. При вивченні

фазових рівноваг у карбідній області фазової діаграми залізо-вуглець встановлено, що зовнішній надлишковий тиск не змінює фазові процеси структуроутворення та стійкість карбідних фаз у системі Fe–C [7]. Збільшення тиску до 9,0 ГПа не вплинуло на форму фазових перетворень у карбідній ділянці фазової діаграми. У роботі [8] були поставлені експерименти в умовах високих тисків (5,6 ГПа) і температур (1700–1750 К), результатом яких було одержання алмазу шляхом епітаксійного зростання у середовищі карбіду заліза, тобто, джерелом вуглецю був $Fe_3C$. В роботі представлені дані про температуру плавлення карбіду заліза $Fe_3C$ (1670 К) при високому тиску 5,6 ГПа.

Таким чином, з метою подальшого розвитку бази науково-технічних знань у галузі спікання надтвердих композиційних матеріалів на основі алмазу в умовах високих тисків і температур у роботі, була поставлена задача постановки дослідів з термобаричного спікання системи алмаз–$Fe_3C$ і встановлення структурних особливостей зразків композиційного матеріалу.

Термобаричне спікання зразків композитів було проведено в апараті високого тиску (АВТ) типу тороїд з діаметром лунки 30 мм з використанням установки високого тиску ДО-044 та максимальним зусиллям 2500 тон. Методика експериментів описана в роботі [3]. Всі зразки композиту були отримані при тиску 7,7 ГПа, температурі 2100 К і тривалості нагріву 3 хв. В процесі нагрівання комірки високого тиску при 7,7 ГПа здійснювалися інфільтрація шару алмазного мікропорошку розплавом системи $Fe_3C$–C і формування межзеренного зв'язку при осадженні вуглецю на поверхню алмазних частинок з пересиченого розчину по відношенню

до алмазу при даних Р,Т умовах. Вихідним матеріалом був алмазний мікропорошок марки АСМ 40/28 із середнім розміром зерна 35 μm. Порошок карбіду заліза $Fe_3C$ був придбаний в китайської компанії *Guangzhou Jinhuada Chemical Co, Ltd*. Методами рентгенофазового та мікрорентгеноспектрального аналізу встановлено високу чистоту реагенту.

Визначення фазового складу зразків композитів проводили методом рентгенофазового аналізу з використанням установки ДРОН-3М в CuKα випромінюванні при ідентифікації кристалічних фаз за значеннями міжплощинних відстаней *d*(hkl) і інтенсивностей ліній *I*(hkl) рентгенівського спектра. Дифракційна картина для рентгенівського фазового аналізу була отримана при кроці сканування 0,050 і з витримкою в точці 4 с. Мікроструктуру та мікрорентгеноспектральний аналіз спеченого композита досліджували за допомогою скануючого електронного мікроскопа типу *Zeiss EVO 50 XVP*.

На рис. 1 представлені зразки композиту, які були отримані при термобаричному спіканні системи алмаз–$Fe_3C$. Усі зразки перебували у наступних розмірних інтервалах: діаметр 13,8–14,0 мм, висота 5,2–5,0 мм. Як і в попередніх аналогічних дослідженнях [3], на бічній поверхні даних зразків утворюється полікристалічний алмазний шар в результаті взаємодії розплаву на основі $Fe_3C$ з внутрішньою поверхнею графітового нагрівача. Наявність такої спонтанної кристалізації алмазу в процесі термобаричного спікання композиту є непрямою ознакою проходження процесу осадження алмазної фази на частки алмазу в процесі спікання і утворення міцного зв'язку в області їх контакту.



*Рис. 1. Зразки композиту, отриманого в системі алмаз–$Fe_3C$ після термобаричного спікання*

Методом абразивного алмазного шліфування був видалений поверхневий дефектний шар отриманих зразків композиту, після чого були проведені дослідження їх структурних особливостей. Порівняння дифракційних картин рентгенофазового аналізу, отриманих з двох торцевих сторін зразків циліндричної форми, свідчить про їхню ідентичність. На рис. 2 представлено типову дифракційну картину рентгенофазового аналізу композиту. В результаті термобаричного спікання отримано композиційний двофазний матеріал, який поряд з основною компонентою алмазу містить цементит $Fe_3C$. Наявність будь-яких інших карбідних фаз заліза у складі композиту внаслідок рентгенофазового аналізу не встановлено.

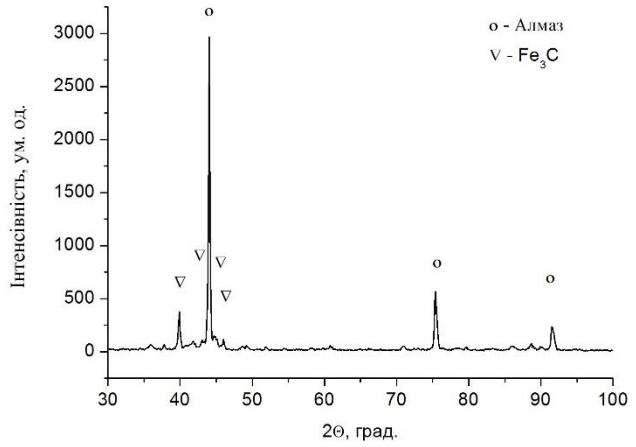



*Рис. 2. Фрагмент дифрактограми композиту, отриманого в системі алмаз–$Fe_3C$*

З метою встановлення характерних особливостей розподілу карбіду заліза в структурі композиту за допомогою мікрорентгеноспектрального аналізу було визначено залежність концентрації заліза від місця його перебування в поперечному перерізі зразка композиту. Інтегральне значення концентрації заліза визначалося на площі 520×30 мікрон (рис. 3).

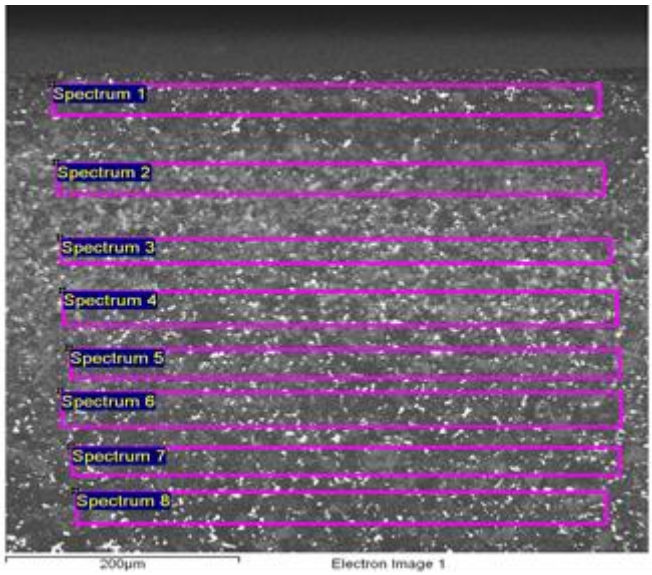



*Рис. 3. Зображення мікроструктури композиту при визначенні концентрації залізу у поперечному перетині (4,80 мм) зразка композиту алмаз–$Fe_3C$*

У таблиці наведено результати визначення концентрації заліза (мас.%) щодо вуглецю в режимі нормалізації цих двох елементів. Перший спектр є некоректним для розгляду, оскільки цей шар знаходився практично в контакті з вихідним просочуючим шаром карбіду заліза при термобаричному спіканні композиту. Таким чином, розподіл фази $Fe_3C$ у структурі композиту можна вважати практично однорідним, враховуючи, що приладова точність визначення концентрації становить ±1 мас.%.

Усі зразки отриманого композиту мають масу на 15,5 ± 0,3 % більше ваги початкового алмазного мікропорошку в комірці високого тиску перед процесом спікання, а оскільки матеріал практично безпористий і двофазний, то можна вважати, що даний композит містить таку ж кількість (мас.%) фази карбіду залізу. Тому, концентрація $Fe_3C$ в отриманому композиті становить 15,5 мас.%. Ці дані підтверджуються оціночними розрахунками концентрації карбіду заліза (15,3 мас.%) відповідно до досліджень на електронному мікроскопі (таблиця). Об'ємний вміст карбіду заліза в матеріалі розраховували виходячи з маси $Fe_3C$ в композиті і його щільності (7,40 г/см$^3$). Таким чином, об'ємний вміст фази $Fe_3C$ в отриманому композиті становить 7,9 об.%. Виходячи з цього, можна розрахувати теоретичну щільність безпористого двофазного композиту алмаз-$Fe_3C$ з об'ємним вмістом фази алмазу 92,1 % і об'ємним вмістом фази карбіду заліза 7,9 %. Вона дорівнюватиме 3,82 г/см$^3$. Щільність композиту, отримана методом гідростатичного зважування, має значення 3,80±0,01 г/см$^3$.

**Вміст вуглецю та заліза (мас.%) у спектрах (рис. 3)**

| Spectrum | C | Fe | Total |
|---|---|---|---|
| Spectrum 1 | 82.91 | 17.09 | 100.00 |
| Spectrum 2 | 85.04 | 14.96 | 100.00 |
| Spectrum 3 | 85.42 | 14.58 | 100.00 |
| Spectrum 4 | 84.82 | 15.18 | 100.00 |
| Spectrum 5 | 84.83 | 15.17 | 100.00 |
| Spectrum 6 | 84.92 | 15.08 | 100.00 |
| Spectrum 7 | 84.97 | 15.03 | 100.00 |
| Spectrum 8 | 84.10 | 15.90 | 100.00 |

На рис. 4 представлено зображення типової мікроструктури отриманого композиту за результатами електронної мікроскопії.

Овальність форми алмазних зерен в структурі композиту вказує на присутність процесу розчинення дефектної поверхні алмазних мікропорошків при такому рідкофазному спіканні. Мікрорентгеноспектральний аналіз показує, що ділянки білого кольору на мікрофотографії належать до компоненту карбіду заліза. Максимальні лінійні розміри

частинок карбіду заліза, що закристалізували в процесі охолодження після термобаричного спікання, становлять 8–10 мкм.

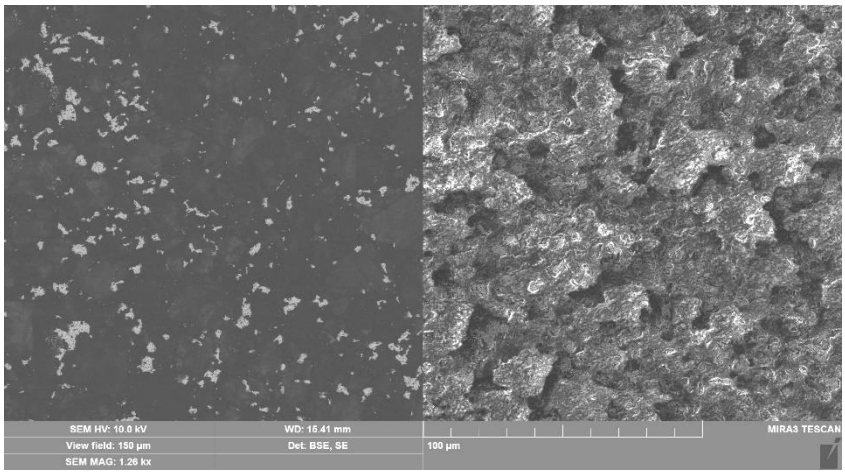



*Рис. 4. Зображення мікроструктури композиту у режимі фазового контрасту (зліва) та у режимі світлопольного зображення (справа)*

Таким чином, в результаті досліджень особливостей структури композиту, отриманого при термобаричному спіканні системи алмаз-Fe3C, встановлено, що його структура характеризується наявністю алмазного каркаса із міцним зв'язком між алмазними зернами. Композиційний двофазний матеріал має в своєму складі фазу алмазу у кількості 92,1 об.% та фазу карбіду заліза в кількості 7,9 об.%. Встановлено, що у структурі композиту фаза $Fe_3C$ знаходиться у вигляді макровключень у міжзеренному просторі алмазних частинок. Формування алмазного каркаса з високим ступенем зв'язності на границях зерен алмазу передбачає наявність високих показників зносостійкості, міцності і твердості такого композиційного матеріалу на основі алмазу.

Робота виконана за підтримки і відповідно до науково-дослідницької тематики № III-4-20 (0977) ІСМ НАН України: «Розробка композитів на основі алмазу та сполук заліза і нікелю з високими зносостійкими характеристиками для породоруйнівного інструменту на його основі».

**D.L. Korostyshevskiy, A.O. Chumak[1]; A.I. Bykov[2]; Yu.O. Melniichuk[1], D.A., Stratiichuk, A.S. Osipov[1]**

*[1]V.N. Bakul Institute for Superhard Materials of NAS Ukraine*
*[2]I.M. Frantsevich Institute for Problems of Materials Science of NAS Ukraine*

**THERMOBARIC SINTERING OF THE DIAMOND-$Fe_3C$ COMPOSITE AND ITS STRUCTURAL FEATURES**

*The composite samples were produced by the sintering of the diamond–$Fe_3C$ system using infiltration of the diamond micropowders by the iron carbide melt under high pressure of 7.7 GPa and high temperature of 2100 K. The composite samples contain diamond in the amount of 92.1 vol.% and iron carbide in the amount of 7.9 vol.%. The microstructure of the composite is characterized by the presence of a diamond frame with a strong bond between the diamond grains. It was established that the $Fe_3C$ phase has the form of macroinclusions in the intergranular space of diamond particles into the structure of the composite.*

***Key words:*** *diamond, iron carbide, high pressure, composite, structure.*

## Література

1. Шульженко А.А., Гаргин В.Г., Шишкин В.А., Бочечка А.А. Поликристаллические материалы на основе алмаза. – К.: Наукова думка, 1989. – 192 с.
2. Петруша И.А., Осипов А.С., Никишина М.В. и др. Превентивное действие нитрида кремния при высокотемпературном спекании кубического нитрида бора в условиях высоких давлений / / Сверхтв. матер. – 2015. – № 4. – С. 12–27.
3. Osipov A.S., Klimczyk P., Cygan S., et al. Diamond-$CaCO_3$ and diamond-$Li_2CO_3$ materials sintered using the HPHT method // J. of the Eur. Cer. Soc. – 2017. – Vol. 37. – P. 2553-2558.
4. Yin L.-W., Li M.-S., Cui J.-J., et al. Diamond formation using $Fe_3C$ as a carbon source at high temperature and high pressure // J. of Crystal Growth. – 2002. – Vol. 234. – P. 1–4.
5. Bataleva Yu.V., Polynov Yu.N., Borzdov Yu.M., et al. Conditions for diamond and graphite from iron carbide at the P-T parameters of lithospheric mantle // Rus. Geology and Geophysics. – 2016. – Vol. 57. – P. 176–189.
6. Bataleva Yu.V., Polynov Yu.N., Borzdov Yu.M., et al. Iron carbide as a source of carbone for graphite and diamond formation under lithospheric mantle P-T parameters // Lithos.- 2017. – Vol. 286-287. – P. 151–161.
7. Davydov S.V. Phase equilibria in the carbide region of the iron-carbon phase diagram // Steel in Trans. – 2020. – Vol. 50, N. 12. – P. 888–896.
8. Yin L.-W., Li M.-S., Liu Y.-X., et al. Diamond homo-epitaxial growth from carbide under high temperature-high pressure // Chemical Physics Letters. – 2002. – Vol. 363. – P. 211–218.

*Надійшла 06.07.22*

## References

1. Shulzhenko, A.A., Gargin, V.G., Shishkin, V.A., & Bochechka, A.A. (1989). *Policristallicheskie materialy na osnove almaza [Polycrystalline materials based on diamond]*. Kiev: Naukova Dumka [in Russian].
2. Petrusha, I.A., Osipov, A.S., Nikishina, M.V., et al. (2015). Preventivnoe deistvie nitrida kremniia pri vysokotemperaturnom spekanii kubicheskoho nitrida bora v usloviiakh vysokikh davlenii [Preventive action of silicon nitride during high-temperature sintering of cubic boron nitride under high pressure conditions]. *Superhard materials – Superhard Materials, 4,* 12–26.
3. Osipov, A.S., Klimczyk, P., Cygan, S., et al. (2017). Diamond–$CaCO_3$ and diamond–$Li_2CO_3$ materials sintered using the HPHT method. *Journal of the European Ceramic Society, 37,* 2553–2558.
4. Yin, L.-W., Li, M.-S., Cui, J.-J., et al. (2002). Diamond formation using $Fe_3C$ as a carbon source at high temperature and high pressure. *Journal of Crystal Growth, 234,* 1–4.
5. Bataleva,Yu.V., Polynov, Yu.N., Borzdov, Yu.M., et al. (2016). Conditions for diamond and graphite from iron carbide at the P-T parameters of lithospheric mantle. *Rus. Geology and Geophysics, 57,* 176–189.
6. Bataleva,Yu.V., Polynov, Yu.N., Borzdov, Yu.M., et al. (2017). Iron carbide as a source of carbone for graphite and diamond formation under lithospheric mantle P-T parameters. *Lithos, 286-287,* 151–161.
7. Davydov, S.V. (2020). Phase equilibria in the carbide region of the iron-carbon phase diagram. *Steel in Translation, 50,* 888–896.
8. Yin L.-W., Li M.-S., Liu Y.-X., et al. (2002). Diamond homo-epitaxial growth from carbide under high temperature-high pressure. *Chemical Physics Letters, 363,* 211–218.

УДК 621.921.34-492.2:666.233:539.89 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-219-228

**О. О. Бочечка,** д-р техн. наук; **О. І. Чернієнко,** канд. техн. наук;
**О. В. Кущ,** асп.; **Л. О. Романко, В. С. Гаврилова,** кандидати технічних наук;
**Д. В. Соколюк,** інж., **В. О. Вєніков**, асп.

*Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська, 2, 04074 м. Київ, Україна, e-mail: bochechka@ism.kiev.ua*

# ВПЛИВ МОДИФІКАЦІЇ ПОВЕРХНІ ЧАСТИНОК АЛМАЗНОГО НАНОПОРОШКУ ЗВ'ЯЗКАМИ C–W НА СПІКАННЯ ЗА ВИСОКОГО ТИСКУ НАНОКОМПОЗИТУ АЛМАЗ – КАРБІД ВОЛЬФРАМУ

*Досліджено вплив модифікації поверхні частинок алмазного нанопорошку зв'язками C–W на спікання в апараті високого тиску «Тороїд 20» нанокомпозиту алмаз – карбід вольфраму з суміші з триоксидом вольфраму алмазного нанопорошку статичного синтезу АСМ5 0,1/0. Підготовка до спікання полягала в очищенні алмазного нанопорошку від залишків металу-розчинника та неалмазного вуглецю, формуванні суміші, проведенні її нагрівання в вакуумі для формування зв'язків C–W з подальшим відпалом в атмосфері водню, пресуванні компактів та їхньому відпалі в вакуумі перед спіканням. Показано, що відбувається інтенсифікація спікання – ступінь ущільнення алмазного нанопорошку збільшується внаслідок модифікування поверхні зв'язками карбон–вольфрам в поєднанні з дегазацією перед спіканням та реакційною взаємодією алмазу з вольфрамом.*

***Ключові слова:*** *алмазний нанопорошок, триоксид вольфраму, функціональні групи, високий тиск, спікання, нанокомпозит алмаз – карбід вольфраму, твердість*

## Вступ

Вивченню процесу спікання алмазних порошків під дією високого тиску і високої температури присвячено ряд робіт. Загальновизнаною є точка зору, відповідно до якої основну роль у процесі ущільнення алмазних порошків в зазначених умовах грає пластична деформація алмазних частинок [1–3]. Так, в роботі [2] кінетику ущільнення вивчено за температури 1600 ºС в інтервалі 3–30 с. З отриманих експериментальних даних у відповідності з рівнянням Маккензі – Шаттлворса [4] визначено ефективну величину в'язкості. Порівняння отриманої величини з розрахованою за Френкелем для дифузії вакансій в алмазі дало підставу зробити висновок про те, що вклад дифузійних процесів в перенесення речовини під час спікання алмазних порошків в цих умовах незначний. Вивчення структури алмазних полікристалів підтвердило цей висновок [3]. Було показано, що під дією тиску біля 8 ГПа і температури 1400–1800 ºС на алмазні порошки пластична деформація здійснюється переважно шляхом генерування та ковзання дислокацій в зоні контакту зерен, а також утворення двійників, що перетинаються.

Однак, у зазначених роботах початковому періоду ущільнення (5–7 с після включення нагрівання), як правило, не надається особливого значення. У той же час основна усадка (пористість зменшується від 20 до 6%) відбувається саме в цей проміжок часу [5]. На підставі експериментальних даних зі спікання алмазного порошку за тиску 8 ГПа і температури 1550 ºС в роботі [5] виділено два етапи усадки і показано, що вони обумовлені двома різними механізмами ущільнення – взаємне проковзування і зміна форми частинок, пов'язана з розвитком процесів пластичної деформації, що призводять до суттєвої деформації ґратки алмазу на першому етапі і релаксаційними відновлювальними процесами, що спричиняють зниження рівня внутрішніх напружень в зернах полікристалу, на другому.

В даній роботі описано вплив модифікації поверхні частинок алмазного нанопорошку зв'язками C–W взаємодією з триоксидом вольфраму в газовій фазі та параметрів спікання за

високого тиску на процес ущільнення та фізико-механічні властивості нанокомпозиту алмаз – карбід вольфраму.

**Методика експерименту**

Підготовка до спікання суміші з триоксидом вольфраму алмазного нанопорошку статичного синтезу АСМ5 0,1/0 полягала в його очищенні від залишків металу-розчинника та неалмазного вуглецю. Вміст триоксиду вольфраму в суміші складав 30 % (мас.). Вказану величину було обрано на основі досвіду одержання нанокомпозиту «алмаз – карбід вольфраму» без проведення модифікації поверхні алмазних частинок зв'язками C–W [6]. Проведено нагрівання сумішей упродовж 20 хв. за температури 600 $^{o}$C в вакуумі з подальшим відпалом в атмосфері водню за температури 700 $^{o}$C упродовж 10 хв. Дослідження поглинання одержаних зразків сумішей в ІЧ – області показало наявність зв'язків C–W на поверхні наночастинок алмазу (пік 1220 см$^{-1}$). В ІЧ – спектрах поверхні частинок алмазних нанопорошків інтенсивність піків, які свідчать про наявність оксигенвмісних груп OH і C–O–C, дещо перевищує рівень шумів. Більш високий рівень мають піки, які відповідають групам COOH [7].

В умовах високого тиску досліджено кінетику спікання та температурні залежності ущільнення підготовлених сумішей.

Перед спіканням за кімнатної температури з досліджуваної суміші пресували компакти, потім їх нагрівали упродовж 10 хв. при 700 °C в вакуумі. Спікання було проведено в апараті високого тиску типу тороїд з діаметром центрального заглиблення 20 мм. Силу струму нагрівання і напругу, що подається на нагрівач, фіксували за допомогою системи оцифровування сигналу і записували на персональному комп'ютері. Температуру оцінювали за визначеним експериментально співвідношенням між споживаною електричною потужністю і ЕРС термопари Pt6%Rh-Pt30%Rh. Тиск було визначено за кімнатної температури за відомим фазовим перетворенням в Bi. У центральну частину комірки високого тиску поміщали відпалені компакти, потім створювали тиск 8,0 ГПа, нагрівали до необхідної температури, витримували задану тривалість спікання, охолоджували до кімнатної температури і знімали тиск [8].

Після спікання отримані зразки були очищені від графіту і методом гідростатичного зважування у воді визначена їхня густина [9]. Довірчий інтервал визначення густини за надійності 95% становив 0,01 г/см$^{3}$, температуру витримували з точністю ± 50 $^{o}$C.

Твердість зразків полікристалів визначали методом індентування за навантаження на індентор Кнупа 9,8 Н.

**Результати дослідження та їх обговорення**

Під дією високого тиску за кімнатної температури процес ущільнення порошків алмазу здійснюється як за рахунок взаємного переміщення порошинок, так і внаслідок деформації і викликаного нею руйнування частинок. Про це свідчать результати вивчення розподілу частинок за розмірами до і після впливу тиску 8 ГПа на порошок АСМ 40/28 [5]. Згідно з даною роботою, для вказаного порошку на цій стадії ущільнення на одну третину здійснюється за рахунок взаємного переміщення частинок, а на 2/3 – за рахунок їх дроблення. Проте із зменшенням розміру частинок порошку кількість зруйнованих внаслідок дії високого тиску монокристалів алмазу зменшується [10], а для порошків з розміром частинок менше 2 мкм практично припиняється, тому ущільнення під дією високого тиску за кімнатної температури відбувається за рахунок взаємного переміщення частинок. Це викликає збільшення пористості отриманих брикетів у порівнянні з брикетами, сформованими з мікропорошків алмазу зернистості 40/28.

Слід підкреслити, що, як зазначено в монографії [11], ковзання частинок одна відносно одної вимагає не тільки деякої зміни форми порошинок, що переміщаються, але і подолання різних стопорів (горбки, елементи шорсткості), розташованих на поверхнях, уздовж яких має здійснюватися ковзання контактуючих порошинок. Модифікування поверхні частинок,

очевидно, змінює умови проковзування частинок, а отже, впливає як на кінетику ущільнення, так і на його ступінь.

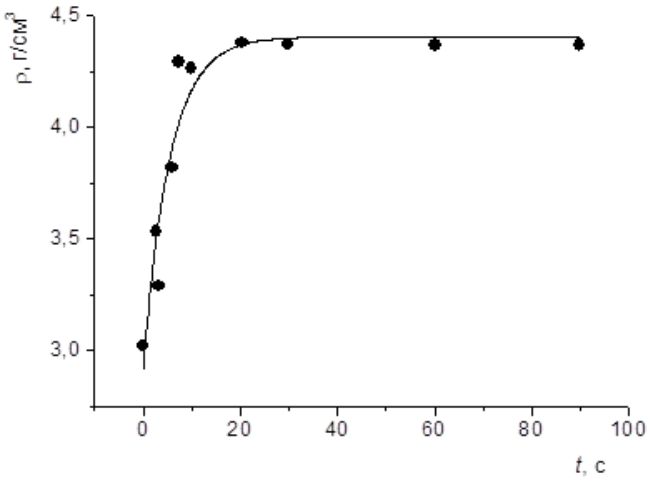



*Рис. 1. Залежність від тривалості спікання густини зразків нанокомпозиту «алмаз – карбід вольфраму», спечених за тиску 8 ГПа та температури 1650 °С із суміші з триоксидом вольфраму нанопорошку статичного синтезу*

За початкового тиску 8 ГПа та температури 1650 °С вивчено кінетику ущільнення суміші з триоксидом вольфраму алмазного нанопорошку статичного синтезу АСМ5 0,1/0 (рис. 1).

Кінетику усадки вказаної суміші за наведених параметрів ілюструє залежність від тривалості спікання пористості отриманих композитів.

Якщо величина вмісту за масою оксиду вольфраму $WO_3$ у вихідній суміші масою $m$ складала $C$, а маса, відповідно, $Cm$, і внаслідок відпалу у водні відбулась реакція $WO_3 + 3H_2 = W + 3\,H_2O$, то, виходячи із співвідношення між молекулярними масами $WO_3$ і W, одержимо, що маса вольфраму становитиме $m_W = \frac{133,8}{181,8} Cm$.

Внаслідок взаємодії алмазу і вольфраму під час спікання утворюється карбід вольфраму, маса якого складає $m_{WC} = \frac{145,8}{133,8} m_W = \frac{145,8}{181,8} Cm$. Маса спеченого композиту дорівнює сумі мас алмазу і карбіду вольфраму:

$m_к = m(1–C) + \frac{145,8}{181,8} Cm \approx m(1–C) + 0,802Cm = m(1–0,198C)$. Звідси випливає:

$$C_{WC} = \frac{m_{WC}}{m_к} \approx \frac{0,802C}{1-0,198C} \quad (1)$$

Для оцінки пористості зразків спечених композитів θ на основі експериментальних значень їхньої густини $\rho_к$ будемо вважати, що в процесі спікання відбувається утворення карбіду вольфраму WC, вміст оксиду вольфраму в композиті незначний. Виходячи з того, що об'єм зразка композиту являє собою суму об'ємів монокристальних частинок алмазу, карбіду вольфраму WC та об'єму пор, а маса – суму мас алмазу та карбіду вольфраму, для пористості композиту одержимо:

$$\theta = 1 - (1 - C_{WC})\frac{\rho_к}{\rho_a} - C_{WC}\frac{\rho_к}{\rho_{WC}} \quad (2)$$

де $C_{WC}$ – масовий вміст WC, $\rho_a$, $\rho_{WC}$ – густини монокристала алмазу та карбіду вольфраму, відповідно.

У разі відсутності пористості (θ = 0) густина композиту залежить тільки від вмісту компонент. З формули (2) випливає:

$$\rho_к = \frac{\rho_a \rho_{WC}}{\rho_{WC}(1-C_{WC}) + C_{WC}\rho_a} \quad (3)$$

В табл. 1 наведено значення величин, які входять до формул (2) і (3).

Таблиця 1. **Значення величин для розрахунку пористості зразків спечених композитів на основі експериментальних значень їхньої густини**

| Величина | Розмірність | Значення | Джерело інформації |
|---|---|---|---|
| $C$ | відн. од. | 0,30 | експеримент |
| $C_{WC}$ | відн. од. | 0,25579 | формула (1) |
| $\rho_a$ (статичний синтез) | г/см$^3$ | 3,511 | [12] |
| $\rho_{WC}$ | г/см$^3$ | 15,63 | [13] |

Залежність пористості від тривалості спікання зразків композиту «алмаз – карбід вольфраму» показано на рис. 2.

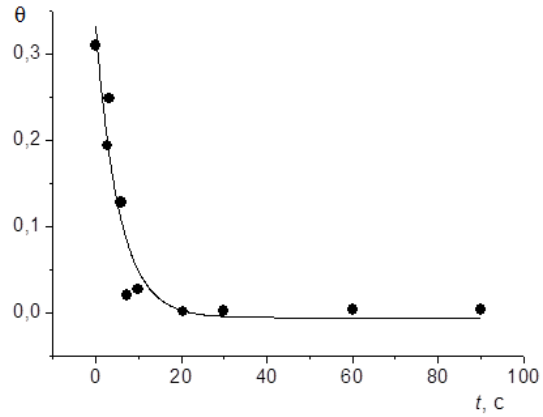



*Рис. 2. Залежність від тривалості спікання пористості зразків нанокомпозиту «алмаз – карбід вольфраму», спечених за тиску 8 ГПа та температури 1650 °С із суміші з триоксидом вольфраму нанопорошку статичного синтезу*

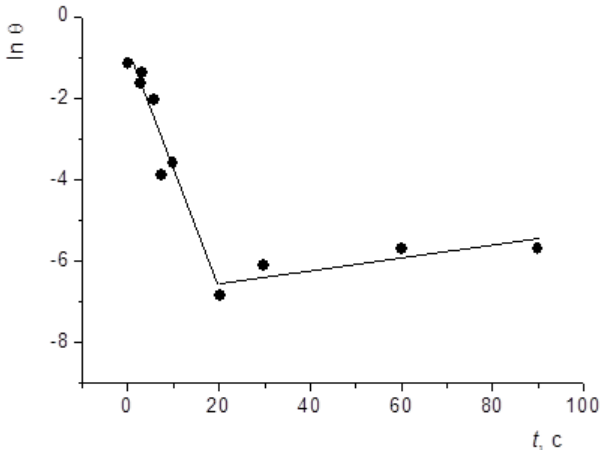



*Рис. 3. Залежність від тривалості спікання логарифма пористості зразків нанокомпозиту «алмаз – карбід вольфраму», спечених за тиску 8 ГПа та температури 1650 °С із суміші з триоксидом вольфраму нанопорошку статичного синтезу*

Як видно з рис. 1, ущільнення суміші відбувається переважно на першому етапі – упродовж 20 с. На другому етапі, упродовж наступних 70 с, в межах похибки експерименту пористість практично не змінюється.

Більш наглядно зміну пористості демонструють залежності логарифма пористості від тривалості спікання (рис. 3).

Як видно з рис. 3, на обох етапах отримані залежності пористості θ від тривалості спікання $t$ описуються рівнянням виду

$$\theta = \theta_0 \exp(-k\,t), \qquad (4)$$

де $\theta_0$ – початкова пористість, $k$ – постійний коефіцієнт. Значення вказаних коефіцієнтів наведено в табл. 2.

Таблиця 2. **Значення коефіцієнтів в рівнянні (4)**

| $\theta_0$ | | $k$, с$^{-1}$ | |
|---|---|---|---|
| Етап 1 | Етап 2 | Етап 1 | Етап 2 |
| 0,310 | 0,0011 | 0,294 | $-14{,}34\cdot10^{-3}$ |

В [11] зазначено, що під час усадки компактів під впливом ефективного всебічного стиску можна виділити 2 граничні ситуації перенесення речовини: 1) незагальмоване ковзання уздовж меж порошинок; 2) зміна об'єму пор за рахунок зміни форми порошинок. При цьому швидкість усадки в ситуації 1 більше ніж на порядок перевищує цю величину в ситуації 2. У реальності усадка має змішаний характер, але, як правило, один із зазначених механізмів переважає. Так, під час усадки за рахунок ковзання гальмування порошинок відбувається внаслідок пластичного зім'яття горбків-стопорів [11].

Таким чином, можна припустити, що на першому етапі основним механізмом ущільнення є ковзання частинок під дією високого тиску, викликане зменшенням величини критичного напруження зсуву під час нагрівання і пов'язане зі зміною форми частинок, зім'яттям горбків-стопорів [11]. На другому етапі спікання, як уже зазначалось, пористість в обох сумішах практично не зменшується, більше того, навіть відбувається деяке зменшення густини отриманих зразків композиту «алмаз – карбід вольфраму». Найбільш вагомими причинами цього є зменшення тиску в робочому об'ємі за рахунок фазових перетворень в матеріалах деталей контейнера комірки високого тиску і їхньої усадки [14] та взаємодія з оксигенвмісними сполуками, які присутні як в об'ємі пор [8], так і на поверхні алмазних наночастинок навіть після модифікації їхньої поверхні [7].

Як видно із рис. 2, пористість композиту, спеченого із нанопорошку алмазу статичного синтезу, близька до нуля. Відповідно до формули (3) густина композиту, в якому відсутня пористість, тобто всі проміжки між частинками алмазу заповнені карбідом вольфраму, становить 4,3796 г/см$^3$. Враховуючи точність визначення густини (± 0,01), можна стверджувати, що в зразках композиту, густина яких перевищує 4,39 г/см$^3$, або з'являються області, в яких відсутні контакти між зернами алмазу, або зерна карбіду вольфраму більші за зерна алмазу.

В інтервалі температур 1500–1900 °С за тиску 8 ГПа та тривалості спікання 20 с проведено дослідження температурних залежностей густини зразків нанокомпозиту алмаз – карбід вольфраму, спечених за тиску 8 ГПа з сумішей із триоксидом вольфраму алмазного нанопорошку статичного синтезу АСМ5 0,1/0, модифікованого зв'язками C–W. Вміст триоксиду вольфраму у сумішах для спікання становив 30 % (мас.). Одержану залежність наведено на рис. 4.

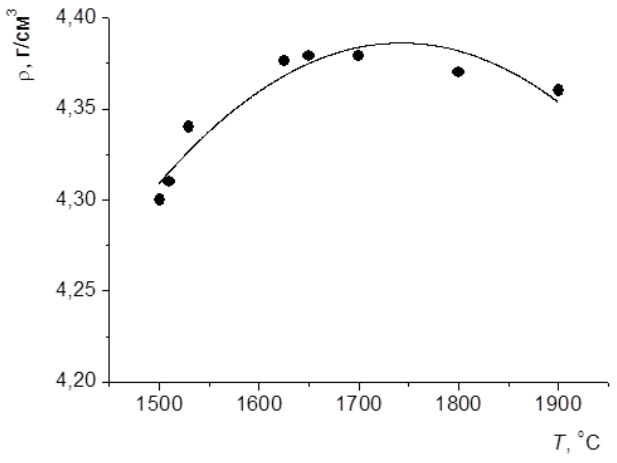



*Рис. 4. Залежність від температури спікання густини зразків нанокомпозиту «алмаз – карбід вольфраму», спечених за тиску 8 ГПа та тривалості спікання 20 с із суміші алмазного нанопорошку статичного синтезу та триоксиду вольфраму*

Як видно з рис. 4, оптимальна температура спікання лежить в інтервалі 1650–1750 °С.

Щоб оцінити вплив модифікації поверхні наночастинок алмазного порошку на його ущільнення під дією високого тиску та високої температури, порівняємо ступінь ущільнення, за який приймемо відношення об'єму алмазної складової в композиті чи полікристалі до об'єму зразка $V_a/V$, для досліджених випадків спікання полікристалів і композитів на основі алмазних нанопорошків. Якщо маса композиту складає $m$, густина $\rho_к$, концентрація за масою неалмазної добавки $C$, то об'єм композиту становить $V = \frac{m}{\rho_к}$, а об'єм алмазної складової, відповідно, $V_a = \frac{(1-C)m}{\rho_a}$. Звідси випливає:

$$\frac{V_a}{V} = (1 - C)\frac{\rho_к}{\rho_a}. \quad (5)$$

На рис. 5 наведено залежності від температури ступеня ущільнення, обчисленого за формулою (5), спечених за початкового тиску 8 ГПа зразків композиту на основі модифікованого зв'язками C–W нанопорошку алмазу статичного синтезу, а також полікристалу, спеченого з нанопорошку статичного синтезу без проведення модифікації та дегазації наночастинок алмазу [15].

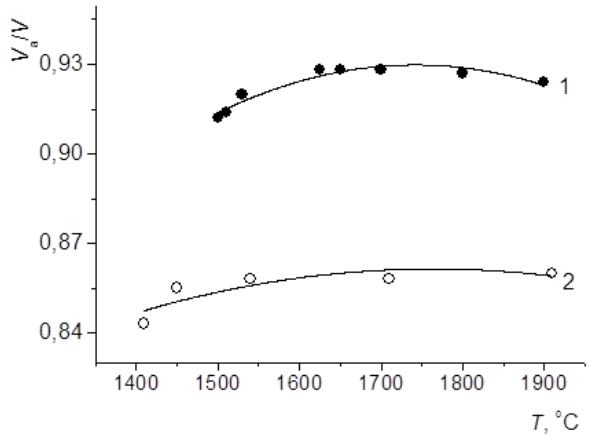



*Рис. 5. Залежність від температури спікання ступеня ущільнення алмазної складової нанокомпозиту «алмаз – карбід вольфраму» (1), спеченого з нанопорошку алмазу АСМ5 0,1/0, модифікованого зв'язками C–W, та полікристалу з цього ж порошку без проведення модифікації і дегазації (2); початковий тиск складав 8 ГПа, тривалість спікання – 20 с*

Як видно з рис. 5, ступінь ущільнення алмазного нанопорошку внаслідок проведених операцій збільшується на 8 %. В підсумку можна зазначити, що проведена модифікація поверхні в поєднанні з дегазацією перед спіканням та спікання в поєднанні з реакційною взаємодією алмазу з вольфрамом інтенсифікують процес ущільнення алмазного нанопорошку статичного синтезу під дією високого тиску та високої температури.

Для відпрацювання технології одержання нанокомпозиту «алмаз – карбід вольфраму» за визначених операцій та оптимальних параметрів обробки було проведено серію однотипних дослідів зі спікання композиту на основі алмазного нанопорошку статичного синтезу. Таким чином, спочатку готували суміш алмазного нанопорошку статичного синтезу АСМ5 0,1/0 з вмістом триоксиду вольфраму 30 % (мас.) способом ультразвукового перемішування. Далі проводили відпал суміші в вакуумі упродовж 20 хв. за температури 600 ºС. Для мінімізації кількості оксигенвмісних зв'язків OH, C–O–C на поверхні частинок алмазу проводили подальший відпал суміші в атмосфері водню за температури 700 ºС упродовж 10 хв. Далі одержану суміш було розділено на 2 частини. Одну частину в подальшому використовували для спікання, проводячи пресування з неї компактів з подальшим спорядженням комірки високого тиску. Для іншої частини суміші безпосередньо перед спіканням компакти, спресовані з неї, нагрівали упродовж 10 хв. при 700 °С в вакуумі для десорбції з поверхні алмазних частинок фізично адсорбованої води (групи COOH). Одразу після вилучення компактів з вакуумної печі їх поміщали в комірку високого тиску та здійснювали її механічну герметизацію шляхом запресовування пірофілітових і графітових дисків, між якими розміщувався компакт.

Спікання упродовж 20 с проводили в АВТ «Тороїд 20» за початкового тиску 8 ГПа та потужності струму нагрівання, яка має забезпечити оптимальну температуру 1650 ºС. Слід зазначити, що особливістю роботи вказаного АВТ є те, що інтервал встановлення температури за заданою потужністю складає біля 100 ºС – оскільки в процесі спікання змінюється провідність системи, яка залежить від багатьох факторів, в тому числі від точності виготовлення деталей комірки високого тиску, в першу чергу, нагрівальних елементів. В таблиці 3 наведено густину та твердість зразків композиту на основі нанопорошку статичного синтезу, спечених за температур, близьких до оптимальної.

Як видно з таблиці, за густиною одержані зразки досить близькі, проте ігнорування проведення десорбції газів, переважно адсорбованої води, знижує твердість зразків композиту в 2 рази (рис. 6).

Таблиця 3. **Густина та твердість зразків композиту «алмаз – карбід вольфраму», спечених за температур, близьких до оптимальної, без проведення та з проведенням дегазації перед спіканням**

| № | Проведення дегазації перед спіканням | Температура спікання, °С | Густина, г/см$^3$ | Твердість, ГПа |
|---|---|---|---|---|
| 1 | – | 1625 | 4,38 | 12 |
| 2 | – | 1625 | 4,38 | 16 |
| 3 | – | 1625 | 4,40 | 15 |
| 4 | – | 1700 | 4,37 | 15 |
| 5 | – | 1700 | 4,39 | 15 |
| 6 | – | 1650 | 4,39 | 15 |
| 7 | – | 1625 | 4,40 | 15 |
| 9 | + | 1700 | 4,37 | 31 |
| 10 | + | 1700 | 4,37 | 31 |
| 11 | + | 1725 | 4,37 | 32 |
| 12 | + | 1750 | 4,37 | 29 |

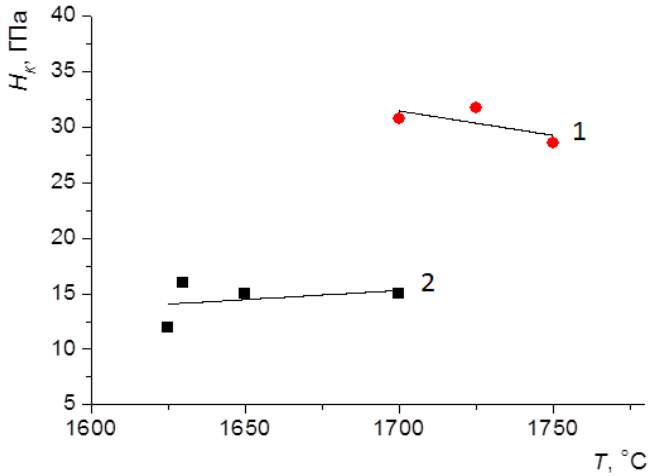



*Рис. 6. Залежність від температури спікання твердості за Кнупом зразків нанокомпозиту «алмаз – карбід вольфраму», спечених за тиску 8 ГПа та тривалості спікання 20 с із компактів, які перед спіканням були відпалені в вакуумі (1), та з компактів без відпалу (2)*

**Висновки**

1. Дослідження залежності від температури ступеня ущільнення спечених за початкового тиску 8 ГПа зразків композитів на основі нанопорошку алмазу статичного синтезу, а також полікристалу, спеченого з нанопорошку статичного синтезу без проведення

модифікації та дегазації наночастинок алмазу, показало, що ступінь ущільнення алмазного нанопорошку збільшується на 8 % внаслідок модифікування поверхні зв'язками карбон–вольфрам у поєднанні з дегазацією перед спіканням та реакційною взаємодією алмазу з вольфрамом. В підсумку можна зазначити, що проведена модифікація поверхні інтенсифікує процес ущільнення алмазного нанопорошку статичного синтезу під дією високого тиску та високої температури.

2. Встановлено, що пористість композиту, спеченого із нанопорошку алмазу статичного синтезу за тиску 8 ГПа, температури 1650 ºС та тривалості спікання більше 20 с, близька до нуля. За розрахунками густина композиту, в якому відсутня пористість, тобто всі проміжки між частинками алмазу заповнені карбідом вольфраму, становить 4,3796 г/см$^3$. Враховуючи точність визначення густини (± 0,01), можна стверджувати, що в зразках композиту, густина яких перевищує 4,39 г/см$^3$, з'являються області, в яких відсутні контакти між зернами алмазу.

3. Ігнорування проведення десорбції газів безпосередньо перед спіканням за рахунок нагрівання компактів упродовж 10 хв. при 700 °С в вакуумі знижує в 2 рази твердість зразків нанокомпозиту, спеченого з алмазного нанопорошку, модифікованого зв'язками C–W.

**O. O. Bochechka, O. I. Chernienko, O. V. Kushch, L. O. Romanko,**
**V. S. Havrylova, D. V. Sokoliuk, V. O. Venikov**

*V.N. Bakul Institute for Superhard Materials of NAS Ukraine*

**THE EFFECT OF MODIFICATION OF THE SURFACE OF DIAMOND NANOPOWDER PARTICLES WITH C–W BONDS ON THE HIGH-PRESSURE SINTERING OF A DIAMOND – TUNGSTEN CARBIDE NANOCOMPOSITE**

*The effect of modification of the surface of diamond nanopowder particles with C–W bonds on the sintering in the high-pressure apparatus «Toroid 20» of a diamond-tungsten carbide nanocomposite from a mixture of tungsten trioxide with statically synthesized diamond nanopowder ASM5 0.1/0 was studied. Preparation for sintering consisted in cleaning the diamond nanopowder from solvent metal and non-diamond carbon residues, forming the mixture, heating it in a vacuum to form C–W bonds with subsequent annealing in a hydrogen atmosphere, pressing the compacts and annealing them in a vacuum before sintering. It is shown that sintering intensifies – the degree of densification of diamond nanopowder increases as a result of surface modification with carbon–tungsten bonds in combination with degassing before sintering and the reactive interaction of diamond with tungsten.*

***Key words**: diamond nanopowder, tungsten trioxide, functional groups, high pressure, sintering, diamond–tungsten carbide nanocomposite, hardness*

## Література

1. Шульженко А. А., Гаргин В. Г. Свойства и структура алмазных поликристаллов, полученных при различных температурах спекания // Сверхтвердые материалы. – 1984. – № 2. – С. 26–30.
2. Федосеев Д. В., Соколина Г. А., Яковлев Е. Н. Пластическая деформация порошков алмаза при высоком давлении // ДАН СССР. – 1985. Т. 282, № 3. – С. 601–604.
3. Britun V.F., Oleynik G. S., Semenenko N. P. Deformation process during high-pressure sintering of the diamond powders produced by catalytic synthesis // J. Mater. Sci. – 1992. – Vol. 27, N 16. – P. 4472–4476.
4. Mackenzie J. K., Shuttleworth R. A phenomenological theory of sintering // Proc. Phys. Soc. B. – 1949. – Vol. 62, N 12. – P. 833–852.

5. Бочечка А. А. Формирование поликристаллов из алмазных микропорошков в условиях высоких давлений и температур // Сверхтвердые материалы. – 1999. – № 6. – С. 18–25.
6. Стахнив Н. Е., Девин Л. Н., Бочечка А. А. и др. Исследование влияния фазового состава режущих пластин из нанокомпозита алмаз–карбид вольфрама на процесс чистового точения сплавов алюминия и латуни // Сверхтвердые материалы. – 2018. – № 3. – С. 56–66.
7. Чернієнко О.І., Кущ О.В.; Гаращенко В.В. та ін. Модифікація нанорозмірних алмазних порошків взаємодією з триоксидом вольфраму в газовій фазі // Інструментальне матеріалознавство: зб. наук. пр. – Випуск 23. – К.: ІНМ ім. В.М. Бакуля НАН України, 2020. – С. 269–276.
8. Шульженко А.А., Гаргин В.Г., Шишкин В.А., Бочечка А.А. Поликристаллические материалы на основе алмаза / Отв. ред. Н.В. Новиков. – К.: Наук. думка, 1989. – 192 с.
9. Кивилис С.С. Плотномеры. – М: Энергия, 1980. – 280 с.
10. Бочечка А. А. Разрушение частиц алмазного порошка под воздействием высокого давления // Сверхтвердые материалы. – 1983. – № 5. – С. 9–14.
11. Гегузин Я. Е. Физика спекания. 2-е изд. – М.: Наука, 1984. – 312 с.
12. Енохович А. С. Краткий справочник по физике. –М.: Высшая школа, 1976. – 288 с.
13. Справочник химика. Т.1. / Гл. ред. Б. Никольский. –Ленинград: Химия, 1963. – 1072 с.
14. Бочечка А. А., Гаргин В. Г. Оценка изменения величины давления при спекании алмазно-твердосплавных пластин в аппарате высокого давления типа "тороид" // Сверхтвердые материалы. – 1998. – № 3. – С. 31–39.
15. Бочечка А.А., Романко Л.А., Гаврилова В.С. и др. Особенности спекания алмазных порошков различной дисперсности в условиях высокого давления // Сверхтвердые материалы. – 2007. – № 1. – С. 24-31.

*Надійшла 12.08.22*

## References

1. Shulzhenko, A.A., & Gargin, V.G. (1984). Svoistva i struktura almaznykh polikristallov, poluchennykh pri razlichnykh temperaturakh spekaniia [Properties and structure of diamond polycrystals obtained at different sintering temperatures]. *Sverkhtverdye Materialy – Superhard Materials, 2*, 26–30 [in Russian].
2. Fedoseev, D. V., Sokolina, G. A., & Jakovlev, E. N. (1985). Plasticheskaia deformatsiia poroshkov almaza pri vysokom davlenii [Plastic deformation of diamond powders at high pressure]. *Doklady AN SSSR – Reports of the Academy of Sciences of the Soviet Union, 282, 3,* 601–604 [in Russian].
3. Britun, V.F., Oleynik, G. S., Semenenko, N. P. (1992). Deformation process during high-pressure sintering of the diamond powders produced by catalytic synthesis. *J. Mater. Sci., 27, 16,* 4472–4476.
4. Mackenzie, J. K., Shuttleworth, R. (1949). A phenomenological theory of sintering. *Proc. Phys. Soc. B., 62, 12,* 833–852.
5. Bochechka, A. A. (1999). Formation of polycrystals from diamond micron powders at high pressures and temperatures. *Sverkhtverdye Materialy – Journal of Superhard Materials. 6,* 18–24.
6. Stakhniv, N. E., Devin, L. N., Bochechka, A. A., et al. (2018). Issledovanie vliianiia fazovoho sostava rezhushchikh plastin iz nanokompozita almaz–karbid volframa na protsess chistovoho tocheniia splavov aliuminiia i latuni [Study of the influence of phase composition of cutting inserts made of diamond–tungsten carbide nanocomposite on the

process of finish turning of aluminum alloys and brass]. *Sverkhtverdye Materialy – Journal of Superhard Materials, 3,* 56–66.
7. Chernienko, O. I., Kushch, O. V., Garashchenko V. V., et al. (2020). Modyfikatsiia nanorozmirnykh almaznykh poroshkiv vzaiemodiieiu z tryoksydom volframu v hazovii fazi [Modification of nanosized diamond powders by interaction with tungsten trioxide in the gas phase]. *Instrumentalne materialoznavstvo – Tooling materials science, 23,* 269–276 [in Ukrainian].
8. Shulzhenko, A. A., Gargin, V. H., Shishkin, V. A., & Bochechka, A. A. (1989). *Polikristallicheskie materialy na osnove almaza [Diamond-based polycrystalline materials]*. N.V. Novikov (Ed.). Kiev: Naukova dumka [in Russian].
9. Kivilis, S.S. (1980). *Plotnomery [Density meters]*. Moskow. Energiia [in Russian].
10. Bochechka, A. A. (1983). Razrushenie chastits almaznogo poroshka pod vozdeistviem vysokogo davleniia [Destruction of diamond powder particles under high pressure]. *Sverkhtverdye Materialy – Superhard Materials, 5*, 9–14 [in Russian].
11. Geguzin, Ja. E. (1984). *Fizika spekaniia* [The physics of sintering]. Moskow. Nauka [in Russian].
12. Enokhovich, A.S. (1976). *Kratkii spravochnik po fizike* [Concise reference book on physics]. Moskow. Vysshaia shkola [in Russian].
13. Nikolskii, B. (Eds.) (1963). *Spravochnik khimika.T. 1* [Chemist's Handbook. Vol. 1]. Leningrad: Khimiia [in Russian].
14. Bochechka, A. A., & Gardin, V. G. (1998). Otsenka izmeneniia velichiny davleniia pri spekanii almazno-tverdosplavnykh plastin v apparate vysokoho davleniia tipa "toroid" [Evaluation of the change in pressure when sintering diamond-carbide cutting blanks in a toroid-type high-pressure apparatus. *Sverkhtverdye Materialy – Journal of Superhard Materials. 3*, 31–39.
15. Bochechka A. A., Romanko L. A., Gavrilova V. S., et al. (2007). Osobennosti spekaniia almaznykh poroshkov razlichnoi dispersnosti v usloviiakh vysokoho davleniia [Special features of sintering diamond powders of various dispersions at high pressures]. *Sverkhtverdye Materialy – Journal of Superhard Materials, 1*, 24–31.

УДК 621.921.34.492.2:539.89:621.762.5 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-228-232

**А.О. Чумак**, **Д.Л. Коростишевський**; **Ю.О. Мельнійчук**, **О.М. Ісонкін**, **О.С. Осіпов**[1], **О.І. Запорожец**[2], кандидати технічних наук

*[1]Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська 2, 04074, м. Київ, e-mail: mega-osipov@ukr.net*
*[2]Інститут металофізики ім. Г.В. Курдюмова НАН України, б. Академіка Вернадського 36, 03143, м. Київ, e-mail: zapus.ua@gmail.com*

## ЗНОСОСТІЙКІСТЬ КОМПОЗИТІВ НА ОСНОВІ АЛМАЗУ ПРИ ПЕРЕРИВЧАСТОМУ ТОЧІННІ ГРАНІТУ

*Розроблено методику визначення показника зносостійкості надтвердих матеріалів при переривчастому точінні граніту. Встановлено, що зносостійкість отриманого за умов високих тисків і температур композиційного матеріалу алмаз-$Fe_3C$ в 1,3 разu перевищує зносостійкість стандартних АТП, призначених для оснащення бурових доліт.*

***Ключові слова:*** *алмаз, композит, точіння, знос, зносостійкість*

Відомо, що при бурінні долотами та коронками високотвердих тріщинуватих порід їх різальні елементи з композиційних матеріалів на основі алмазу піддаються великим ударним механічним навантаженням. Переважно ці композити являють собою алмазно-твердосплавні пластини (АТП), що спікаються в умовах високих тисків та температур. До виготовлення бурового інструменту ріжучого типу проводиться тестування АТП, у результаті визначається показник їх зносостійкості. Існують різні методики, якими можна встановити дану характеристику отриманого надтвердого матеріалу. Процес випробування композитів має бути близьким до умов експлуатації бурового інструменту. В ІНМ НАН України було створено методику визначення показника зносостійкості за величиною лінійного розміру ділянки зносу на бічній поверхні пластини композиту внаслідок обробки блоку піщаника. Було розроблено випробувальний стенд на базі поперечно-стругального верстата 7В36 [1, 2]. Слід зазначити, що при кожному зіткненні пластини композиту з краєм блоку піщаника вона зазнає удару, після якого відбувається процес стругання і її абразивне зношування (рис. 1).

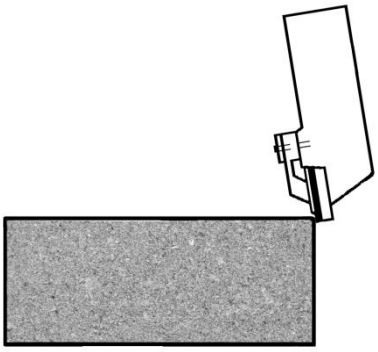


*Рис. 1. Схематичне зображення моменту контакту та удару пластини композиту в блок піщаника у процесі його обробки*

При цьому в результаті таких випробувань ділянка зносу різального шару певної кількості АТП мала сліди від удару, тобто сколювання кромки та відрив макрочастинок матеріалу різального шару (рис. 2).

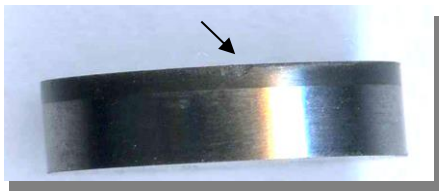


*Рис. 2. АТП після випробувань при обробці блоку піщаника. Стрілка показує ділянку зносу*

У роботі [3] розроблено методику визначення зносостійкості композитів на основі кубічного нітриду бору при переривчастому точінні циліндричних заготовок із загартованої сталі з декількома широкими пазами, отриманими при фрезеруванні вздовж заготовок. Аналогічну методику тестування було застосовано у роботі [4] при визначенні оптимального складу керамо-матричних композитів на основі кубічного нітриду бору. Таким чином, сучасні методики визначення показника зносостійкості надтвердих композиційних матеріалів засновані на поєднанні процесів абразивно-хімічного зношування різальної кромки пластини з одночасним впливом на неї ударного навантаження певної частоти. У роботі [5] нами описано методику визначення зносостійкості композитів на основі алмазу в результаті точіння циліндричного керна граніту.

У цій роботі представлено результати визначення показників зносостійкості при переривчастому точінні граніту для АТП та композитів, отриманих у системах алмаз–$TiNi_3$ та алмаз–$Fe_3C$ за певних термобаричних умов.

Всі зразки композитів були отримані при спіканні в умовах високого тиску методом інфільтрації розплавів на основі сполук $TiNi_3$ та $Fe_3C$, аналогічно описаному в роботі [6]. АТП, призначені для оснащення бурового інструменту, були придбані у фірми *Dong'e Zuanbao Diamond Corporation*. Для проведення випробувань з отриманих спечених композитів в результаті алмазно-абразивної обробки кругами та вільним абразивом було виготовлено різальні пластини діаметром 9,52±0,05 мм та висотою 3,50±0,15 мм (рис. 3).



*а* *б*

*Рис. 3. Зразки композитів, отриманих у системах алмаз-$TiNi_3$, алмаз–$Fe_3C$ (а), та АТП фірми Dong'e Zuanbao Diamond Corporation (б)*

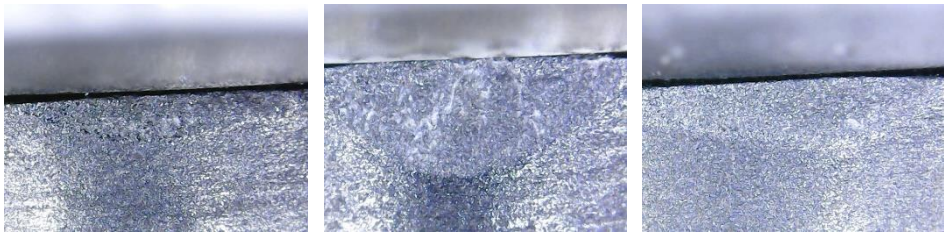
Точіння граніту проводили із швидкістю різання 90 м/хв, подача становила 0,19 мм/об, глибина різання – 0,15 мм, час точіння – 2 хв. Значення показника зносостійкості визначали за величиною лінійного розміру фаски зносу на задній поверхні пластини з точністю вимірювання ±0,01 мм. Щільність зразків композитів визначали методом гідростатичного зважування у воді з точністю ±0,01 г/см$^3$. Модуль Юнга встановлювали ультразвуковим методом, описаним у роботі [6] з точністю вимірювання ±20 ГПа.

На рис. 4 представлено керн дрібнозернистого сірого граніту Коростишівського родовища 9-ї категорії буримості, що оброблювався отриманими композитами та АТП. Глибина та ширина паза в керні граніту становила 10 мм.



*Рис. 4. Вигляд керну граніту з пазами, встановленого в патрон токарного верстата, та різця із механічно закріпленою пластиною з композиту алмаз–$Fe_3C$*

На рис. 5 представлено ділянки різальних кромок пластин композитів та АТП після випробувань при обробці керна в режимі переривчастого точіння. Спостерігався рівномірний характер зношування всіх пластин. Пластини композиту алмаз-$Fe_3C$ мають мінімальну величину зносу по задній поверхні.



*а* *б* *в*

*Рис. 5. Мікрофотографії ділянок зносу різальних кромок пластин з композиту алмаз–$Fe_3C$ (а), композиту, отриманого в системі алмаз–$TiNi_3$ (б), і АТП (в)*

У таблиці представлено результати експериментів з визначення зносостійкості при переривчастому точінні граніту, значення щільності, Модуля Юнга для композитів і різального алмазовмісного шару АТП.

**Фізико-механічні властивості зразків**

| Композиційний матеріал | Величина фаски зносу по задній поверхні, мм | Густина, г/см$^3$ | Модуль Юнга, ГПа |
|---|---|---|---|
| Алмаз–$Fe_3C$ | 0,23 | 3,80 | 910 |
| Алмаз–$TiNi_3$ | 0,53 | 3,89 | 690 |
| АТП | 0,30 | 4,15 | 810 |

Таким чином, розроблено методику визначення показника зносостійкості композитів на основі алмазу та АТП при переривчастому точінні граніту. Встановлено, що за даних режимів обробки граніту надтвердими композиційними матеріалами показник зносостійкості композиту алмаз-$Fe_3C$ перевищує аналогічну характеристику АТП на 30%.

*Робота виконана за підтримки і відповідно до науково-дослідницької тематики № III-4-20 (0977) ІНМ НАН України: «Розробка композитів на основі алмазу та сполук заліза і нікелю з високими зносостійкими характеристиками для породоруйнівного інструменту на його основі».*

**A.O. Chumak[1], D.L. Korostyshevskiy[1], Yu.O. Melniichuk[1], A.M. Isonkin[1], A.S. Osipov[1], O.I. Zaporozhets[2]**

*[1]V.N. Bakul Institute for Superhard Materials of NAS Ukraine*
*[2]G.V. Kurdyumov Institute for Metal Physics of NAS Ukraine*

**WEAR RESISTANCE OF DIAMOND-BASED COMPOSITES AT INTERRUPTING TURNING OF GRANITE**

*A methodology for determining of the wear resistance index for superhard materials during interrupting granite turning has been developed. It was established that the wear resistance of the diamond–$Fe_3C$ composite material produced under conditions of high pressure and high temperature exceeds 1.3 times the wear resistance of standard ATP intended for the equipment of drill bits.*

***Key words:*** *diamond, composite, turning, wear, wear resistance*

## Література

1. Свешников И.А., Майстренко А.Л., Заболотный С.Д., Виноградова Е.П. Экспериментальные исследования влияния зоны предразрушения на прочность горной породы при резании // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: сб. науч. тр. – Выпуск 12. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2009. – С. 98–102.
2. Олейников Б.А. Метод оценки работоспособности алмазно-твердосплавных пластин // Синтетические сверхтвердые материалы в геолого-разведочном бурении: сб. науч. тр. – К.: ИСМ АН УССР, 1987. – С. 114–116.
3. Osipov A.S., Klimczyk P, Cygan S, Melniichuk Iu.A., Petrusha I.A., Jaworska L., Composites of the cBN–$Si_3N_4$ system reinforced by SiCw for turning tools // J. Superhard Mater. – 2016. ‑ Vol. 38, N. 1. ‑ P. 1–7.
4. Halpin T., Byrne G., Barry J., Ahearne E., The performance of polycrystalline cubic boron nitride tools in continuous, semi-interrupted, and interrupted hard machining // Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: J. Eng. Manuf. – 2009. – Vol. 223. – P. 947–953.
5. Бондаренко Н.А., Осипов А.С., Исонкин А.М., Мельнийчук Ю.А., Быков А.И. Износостойкость композитов алмаз-доломит и алмаз-карбонат стронция, полученных в условиях высоких давлений и температур// Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: сб. науч. тр. – Выпуск 21. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2018. – С. 171–182.
6. Osipov A.S., Klimczyk P., Cygan S., et al., Diamond–$CaCO_3$ and diamond–$Li_2CO_3$ materials sintered using the HPHT method // J. Eur. Cer. Soc. – 2017. – Vol. 37. – P. 2553–2558.

*Надійшла 06.07.22*

## References

1. Sveshnikov, I.A., Maystrenko, A.L., Zabolotnyi, S.D., & Vinogradova, E.P. (2009). Ekperimentalnye issledovaniia vlianiia zony predrazrusheniia na prochnost hornoi porody pri rezanii. *Porodorazrushaaishchii i metalloobrabatyvaiushchii instrument – tekhnika i tekhnolohiia ego izgotovleniia i primeneniia – Rock Destruction and Metal-Working Tools – Technique and Technology of the Tool Production and Applications, 12,* 98–102 [In Russian].
2. Oleynikov, B.A., (1987). Metod otsenki rabotosposobnosti almazno-tverdosplavnykh plastin. *Sinteticheskie sverhtverdye materialy v geologo-razvedochnom burenii. – Synthetic superhard materials in geological exploration drilling.* Kiev: ISM NAN Ukrainy, 114–116 [in Russian].
3. Osipov, A.S., Klimczyk, P., Cygan, S., et al. (2016). Composites of the cBN-$Si_3N_4$ system reinforced by SiCw for turning tools. *Journal of Superhard Materials, 38, N 1,* 1‑7.
4. Halpin, T., Byrne, G., Barry, J., & Ahearne, E., (2009). The performance of polycrystalline cubic boron nitride tools in continuous, semi-interrupted, and interrupted hard machining. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufactory, 223,* 947–953.
5. Bondarenko, N.A., Osipov, A.S., Isonkin, et al. (2018). Iznosostoikost kompozitov almaz–dolomit i almaz–karbonat strontsia, poluchenykh v usloviiakh vysokikh davlenii i temperatur. *Porodorazrushaaishchii i metalloobrabatyvaiushchii instrument – tekhnika i tekhnolohiia ego izgotovleniia i primeneniia – Rock Destruction and Metal-Working Tools – Technique and Technology of the Tool Production and Applications, 21,* 171–182 [In Russian].
6. Osipov, A.S., Klimczyk, P., Cygan, S., et al. (2017). Diamond–$CaCO_3$ and diamond–$Li_2CO_3$ materials sintered using the HPHT method. *Journal of the European Ceramic Society, 37,* 2553–2558.

УДК 621.921.34-492.2:666.233:539.89 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-232-238

**О. О. Бочечка,** д-р техн. наук; **О. М. Ісонкін**, **О. С. Осіпов,**
**О. І. Чернієнко, В. С. Гаврилова, І. О. Гнатенко**,
**Ю. О. Мельнійчук** кандидати технічнмх наук; **О. В. Кущ**, асп.

# ЗНОСОСТІЙКІСТЬ АЛМАЗНИХ ПОЛІКРИСТАЛІЧНИХ ЕЛЕМЕНТІВ, СПЕЧЕНИХ ЗА ТИСКУ 8 ГПа З АЛМАЗНОГО ПОРОШКУ, СИНТЕЗОВАНОГО В СИСТЕМІ Mg–Zn–C

*Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська, 2, 04074 м. Київ, Україна, e-mail: bochechka@ism.kiev.ua*

*Зразки полікристалів були отримані спіканням за високого тиску порошків алмазу, синтезованих в системі Mg–Zn–C. Проведено дослідження зносостійкості отриманих зразків шляхом точіння ними циліндричного керна граніту Коростишівського родовища X категорії буримості. Показано, що полікристали, спечені в апараті високого тиску (АВТ) «Тороїд 20» за тиску 8 ГПа та температури 1780 °C із некласифікованого продукту синтезу, мають зносостійкість в 30 разів вищу від зносостійкості полікристалів, спечених з дрібнодисперсного порошку з розміром частинок менше 40 мкм. Зносостійкість зразків алмазних полікристалічних елементів діаметром 15 мм та висотою 3 мм, спечених в АВТ «Тороїд 30» за тих же умов з продукту синтезу в системі Mg–Zn–C, в 5,6–10,9 разів вище зносостійкості контрольного зразка, спеченого з порошку, синтезованого в системі Ni–Mn– C.*

***Ключові слова:*** *точіння керна граніту**,** зносостійкість, твердість, алмазні порошки, продукт синтезу, високий тиск, спікання, алмазний полікристал*

**Вступ**

Проведені дослідження зносостійкості зразків алмазних полікристалів, одержаних з порошків однакового зернового складу, шляхом точіння ними циліндричного керна граніту Коростишівського родовища X категорії буримості показали, що збільшення рівня ущільнення під час спікання під дією високого тиску очікувано веде до зменшення інтенсивності зношування [1].

Проте вирішальним фактором для підвищення зносостійкості полікристалів алмазу, спечених з алмазних мікропорошків, є збільшення у вихідних сумішах вмісту частинок алмазу розміром біля 100 мкм. Так, збільшення до 40 % вмісту частинок алмазу розміром більше 80 мкм у вихідних сумішах для спікання полікристалів на основі порошку алмазу з розміром частинок менше 40 мкм за однакової густини (3,44 г/см$^3$) і близьких значень твердості (47,6 і 46,7 ГПа) збільшує їхню стійкість до зношування у 5,8 рази [1].

Слід зазначити, що така кількість алмазних частинок розміром > 80 мкм (а саме 39,8 %) міститься у продукті синтезу алмазу в системі Mg–Zn–C [2]. Використання алмазного продукту синтезу для спікання алмазних полікристалів чи композитів знижує собівартість спеченого продукту, оскільки відпадає необхідність проведення додаткових операцій з виділення порошків певних зернистостей, приготування сумішей, крім того, використовуються всі синтезовані кристали алмазу, тобто відпадає так звана проблема «неходових зернистостей».

В даній роботі описано фізико-механічні властивості та стійкість до зношування полікристалів, спечених у АВТ «Тороїд-20» та «Тороїд-30» з сумішей порошків та продукту синтезу алмазу, синтезованих в системі Mg–Zn–C, під час точіння керна граніту Коростишівського родовища X категорії буримості.

**Методика експерименту**

Зразки полікристалів алмазу були спечені з алмазних порошків, синтезованих під час дії тиску 8 ГПа та температури 1700 ºС в АВТ «Тороїд-20» на суміш графіту та сплаву MgZn.

Для спікання полікристалів було використано суміші синтезованих алмазних порошків більш крупних зернистостей та дрібнодисперсного з розміром алмазних частинок менше 40 мкм, оскільки згідно з [2], склад вихідної суміші впливає на ступінь ущільнення під час спікання. Було також використано продукт синтезу алмазного порошку в системі Mg–Zn–C після хімічного очищення без проведення його класифікації за зернистостями. Склад сумішей для спікання наведено в табл. 1.

Таблиця 1. **Склад вихідних сумішей для спікання полікристалів**

| № | Склад суміші алмазних порошків, % (мас.) | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | <40 мкм після ситової класифікації продукту синтезу | <40 мкм після подрібнення порошків зернистостей 80/50 та 50/40 | 100/80 | 125/100 | >125 мкм | Продукт синтезу |
| 1 | 100,0 | – | – | – | – | – |
| 2 | 60,0 | | 25,0 | 11,1 | 3,9 | – |
| 3 | – | 60,0 | 25,0 | 11,1 | 3,9 | – |
| 4 | – | – | – | – | – | 100 |

Спікання було проведено в АВТ «Тороїд-20» за початкового тиску 8 ГПа та різних температур $T_{сп}$, його тривалість складала 20 с. Після спікання отримані зразки були очищені від графіту, методом гідростатичного зважування у воді [3] визначено їхню густину ρ, за навантаження 9,8 Н на індентор Кнупа виміряно твердість $H_K$.

Для виготовлення алмазно-твердосплавного зубка – основного робочого елемента бурового долота – діаметр алмазного полікристалічного шару має складати біля 13,5 мм, що потребує застосування АВТ з більшим об'ємом комірки високого тиску для спікання алмазного порошку. Для цього було використано АВТ «Тороїд» з діаметром центрального заглиблення 30 мм – «Тороїд 30». На рис. 1 показано загальний вигляд вказаного АВТ.



*Рис. 1. АВТ «Тороїд 30» перед навантаженням*

Зносостійкість досліджуваних зразків полікристалів та композиту діаметром 7 та висотою 1 мм визначали за результатами точіння керна граніту Коростишівського родовища X категорії буримості. Вибір цього граніту як гірської породи було обумовлено його стабільними властивостями, високою твердістю і середньою абразивністю. Випробування проводили із застосуванням токарно-гвинторізного верстата моделі 1А616. Умови проведення випробувань для всіх досліджуваних зразків були однаковими і відповідали наступним значенням: швидкість різання керна граніту 125 м/хв за поздовжньої подачі 0,99 мм/об. і глибині різання 0,05 мм. Інтенсивність зношування *I* визначали як відношення втрати маси зразків до шляху тертя [1].

Випробування зносостійкості зразків алмазних полікристалічних елементів діаметром 15 мм та висотою 3 мм проводили також на токарно-гвинторізному верстаті моделі 1А616 (рис. 2). Кутова швидкість обертання становила 450 хв$^{-1}$, заглиблення за дослід – 100 мкм, поперечна подача –0,75 мм/об.



*Рис. 2. Процес дослідження зносостійкості зразків алмазних полікристалічних елементів діаметром 15 мм та висотою 3 мм*

**Результати дослідження та їх обговорення**

Результат дослідження властивостей одержаних зразків полікристалів наведено в табл. 2. та на рис. 3.

Таблиця 2. **Температура спікання, фізико-механічні властивості та зносостійкість зразків полікристалів діаметром 7 та висотою 1 мм**

| № | Склад вихідної суміші (№ в табл. 1) | $T_{сп}$, °С | ρ, г/см$^3$ | $H_К$, ГПа | $I \cdot 10^5$, г/м |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | Алмаз: < 40 мкм (1) | 2000 | 3,46 | 47,0 | 3,150 |
| 2 | Алмаз: < 40 мкм (1) | 1840 | 3,44 | 47,6 | 4,718 |
| 3 | Алмаз: < 40 мкм + > 80 мкм (3) | 1840 | 3,43 | 40,8 | 0,955 |
| 4 | Алмаз: < 40 мкм + > 80 мкм (2) | 1750 | 3,44 | 46,7 | 0,808 |
| 5 | Алмаз – продукт синтезу (4) | 1785 | 3,39 | 66,0 | 0,210 |
| 6 | Алмаз – продукт синтезу (4) | 1710 | 3,23 | 27,0 | 1,718 |
| 7 | Алмаз – продукт синтезу (4) | 1779 | 3,35 | 65,0 | 0,397 |
| 8 | Алмаз – продукт синтезу (4) | 1779 | 3,40 | 60,0 | 0,0923 |

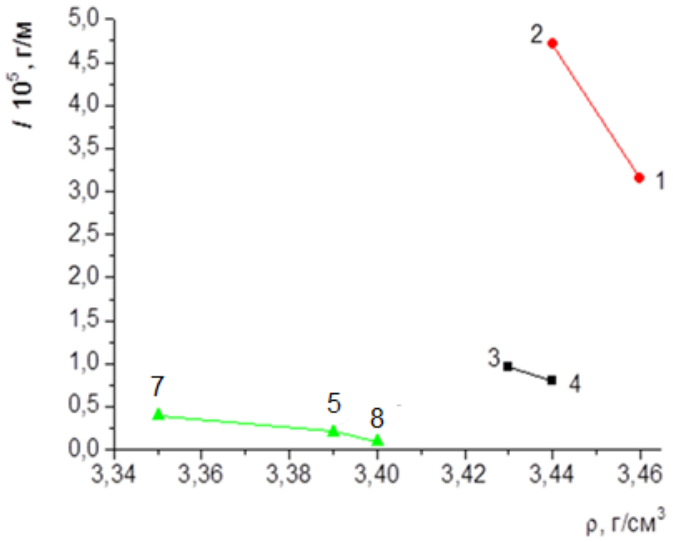



*Рис. 3. Кореляція між густиною та інтенсивністю зношування зразків полікристалів алмазу, спечених з дрібнодисперсного порошку та з сумішей дрібнодисперсного і крупнодисперсного порошків: цифри відповідають номерам зразків в табл. 2*

Як видно з наведених даних, вирішальним фактором для підвищення зносостійкості полікристалів алмазу є збільшення у вихідних сумішах вмісту частинок алмазу розміром більше 80 мкм. Так, за однакової густини (3,44 г/см$^3$) і близьких значень твердості (47,6 і 46,7 ГПа) стійкість до зношування зразка 4 в 5,8 рази більша, ніж у зразка 2. Для зразків, одержаних з порошків однакового зернового складу, збільшення рівня ущільнення під час спікання під дією високого тиску очікувано веде до зменшення інтенсивності зношування (зразки 2 – 1, 3 – 4).

Полікристали, спечені за тиску 8 ГПа та температури 1780 °С із некласифікованого продукту синтезу, мають зносостійкість в 30 разів вищу від зносостійкості полікристалів, спечених з дрібнодисперсного порошку з розміром частинок менше 40 мкм, тоді як їхня твердість збільшується лише в 1,3 – 1,4 рази, а густина навіть на кілька відсотків зменшується.

За цих параметрів в АВТ «Тороїд 30» було проведено спікання алмазних полікристалічних елементів із продукту синтезу в системі Mg–Zn–C. Для порівняння за цих же умов було спечено зразок із алмазного порошку зернистістю 63/50, синтезованого в традиційній ростовій системі Ni–Mn–C. Тривалість процесу була збільшена з 20 до 40 с, оскільки збільшення розмірів комірки високого тиску змінює тривалість встановлення постійної температури в центрі комірки.

Загальний вигляд спечених полікристалічних елементів показано на рис. 4. Для підвищення точності визначення зносостійкості було проведено механічну обробку спечених зразків (рис. 5).

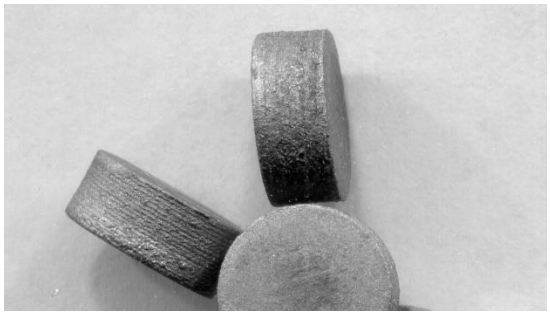


*Рис. 4. Алмазні полікристалічні елементи після спікання в АВТ*

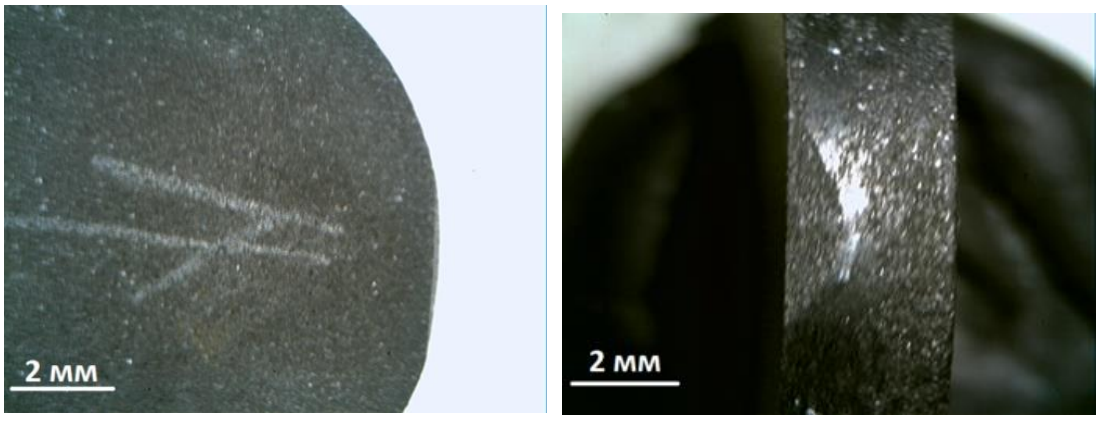


*Рис. 5. Алмазні полікристалічні елементи після механічної обробки*

Результати випробувань наведено в табл. 3, характерний вигляд алмазних полікристалічних елементів після випробування показано на рис. 6.

Таблиця 3. **Результати випробувань зносостійкості зразків алмазних полікристалічних елементів діаметром 15 мм та висотою 3 мм**

| Зразок | Діаметр керна, см | | Довжина проходу, см | Знос вставки, г | Об'єм знятої породи, $см^3$ | Інтенсивність зносу, $10^{-3}\cdot г/см^3$ |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | до | після | | | | |
| 1 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
| 1 Ni–Mn–C 63/50 | 5,72 | 5,56 | 5,1 | 0,007 | 7,25 | 0,966 |
| 2 Mg-Zn-C | 5,56 | 5,30 | 5,1 | 0,001 | 11,29 | 0,0886 |
| 3 Mg-Zn-C | 5,30 | 5,04 | 5,5 | 0,002 | 11,61 | 0,1723 |
| 4 Mg-Zn-C | 5,04 | 4,76 | 5,6 | 0,002 | 12,04 | 0,1661 |
| 5 Mg-Zn-C | 4,76 | 4,46 | 5,6 | 0,002 | 11,95 | 0,167 |
| 6 Mg-Zn-C | 4,46 | 4,19 | 5,7 | 0,001 | 10,43 | 0,0958 |




*а* *б*

*Рис. 6. Зразки алмазних полікристалічних елементів після дослідження зносостійкості: вигляд плоскої (а) та циліндричної (б) поверхні*

Як показали випробування, зносостійкість полікристалів, спечених в АВТ «Тороїд-30» з продукту синтезу в системі Mg–Zn–C, в 5,6–10,9 разів вище зносостійкості контрольного зразка, спеченого з порошку, синтезованого в системі Ni–Mn–C.

**Висновки**

1. Проведені дослідження зносостійкості отриманих зразків шляхом точіння ними циліндричного керна граніту Коростишівського родовища X категорії буримості показали, що для зразків алмазних полікристалів, одержаних з порошків однакового зернового складу, збільшення рівня ущільнення під час спікання під дією високого тиску очікувано веде до зменшення інтенсивності зношування.
2. Полікристали, спечені за тиску 8 ГПа та температури 1780 °С із некласифікованого продукту синтезу, мають зносостійкість в 30 разів вищу від зносостійкості полікристалів, спечених з дрібнодисперсного порошку з розміром частинок менше 40 мкм.
3. Зносостійкість зразків алмазних полікристалічних елементів діаметром 15 мм та висотою 3 мм, спечених в апараті високого тиску «тороїд 30» за тиску 8 ГПа та температури 1780 °С з продукту синтезу в системі Mg–Zn–C, в 5,6–10,9 разів вище зносостійкості контрольного зразка, спеченого з порошку зернистості 63/50, синтезованого в системі Ni–Mn–C.

**O. O. Bochechka, O. M. Isonkin, O. S. Osipov, O. I. Chernienko, V. S. Havrylova O., I. O. Hnatenko, Yu. O. Melniichuk, O. V. Kushch**

*[1]V.N. Bakul Institute for Superhard Materials of NAS Ukraine*

**WEAR RESISTANCE OF DIAMOND POLYCRYSTALLINE ELEMENTS SINTERED AT A PRESSURE OF 8 GPA FROM DIAMOND POWDER SYNTHESIZED IN THE Mg–Zn–C SYSTEM**

*Polycrystal samples were obtained by high-pressure sintering of diamond powders synthesized in the Mg–Zn–C system. A study of the wear resistance of the obtained samples was carried out by turning a cylindrical core of granite of the Korostyshiv deposit of the X category of roughness. It is shown that the polycrystals sintered in the high-pressure apparatus (HPA) "Toroid 20" at a pressure of 8 GPa and a temperature of 1780 °C from an unclassified synthesis product have a wear resistance 30 times higher than the wear resistance of polycrystals sintered from a finely dispersed powder with a particle size of less than 40 μm. The wear resistance of samples of diamond polycrystalline elements with a diameter of 15 mm and a height of 3 mm, sintered in the HPA "Toroid 30" under the same conditions from the synthesis product in the Mg–Zn–C system, is 5.6–10.9 times higher than the wear resistance of the control sample, sintered from the powder synthesized in the Ni–Mn–C system.*

***Key words:*** *granite core turning, wear resistance, hardness, diamond powders, synthesis product, high pressure, sintering, diamond polycrystal*

**Література**

1. Бочечка О. О., Ісонкін О М., Чернієнко О. І., Кущ О. В., Соколюк Д. В. Зносостійкість полікристалів та композиту «алмаз – карбід вольфраму», спечених з порошків алмазу, синтезованих в системі Mg–Zn–C, під час точіння керна граніту // Інструментальне матеріалознавство: зб. наук. пр. – Випуск 24. – К.: ІНМ ім. В.М. Бакуля НАН України, 2021. – С. 265–270.
2. Бочечка О. О., Петасюк Г.А., Чернієнко О. І., Кущ О. В., Гаврилова В. С., Гнатенко І. О., Гаращенко В. В. Вплив складу та властивостей алмазних порошків, синтезованих в системі Mg–Zn–C, на формування з них полікристалів під час спікання за високого тиску // Інструментальне матеріалознавство: зб. наук. пр. – Випуск 24. – К.: ІНМ ім. В.М. Бакуля НАН України, 2021. – С. 237–249.
3. Кивилис С.С. Плотномеры. – М: Энергия, 1980. – 280 с.

*Надійшла 05.08.22*

## References

1. Bochechka, O. O., Isonkin, O. M., Chernienko, O. I., & Kushch, O. V. (2021). Znosostiikist polikrystaliv ta kompozytu “almaz – karbid volframu”, spechenykh z poroshkiv almazu, syntezovanykh v systemi Mg–Zn–C, pid chas tochinnia kerna hranitu [Wear resistance of polycrystals and "diamond – tungsten carbide" composite sintered from diamond powders synthesized in the Mg–Zn–C system during granite core turning]. *Instrumentalne materialoznavstvo – Tooling materials science, 24*, 265–270 [in Ukrainian].
2. Bochechka, O. O., Petasyuk, G. A., Chernienko, O. I., at all (2021). Vplyv skladu ta vlastyvostei almaznykh poroshkiv, syntezovanykh v systemi Mg–Zn–C, na formuvannia z nykh polikrystaliv pid chas spikannia za vysokoho tysku [The influence of the composition and properties of diamond powders synthesized in the Mg–Zn–C system on the formation of polycrystals from them during high-pressure sintering]. *Instrumentalne materialoznavstvo – Tooling materials science, 24*, 237–249 [in Ukrainian].
3. Kivilis, S.S. (1980). *Plotnomery* [Density meters]. Moskow. Energiia, 280. [in Russian].

УДК 621.921.34-492.2:666.233:539.89 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-239-250

**І. А. Петруша**, д-р техн. наук; **Ю. О. Мельнійчук**, **О. С. Осіпов**, **В. Є. Мощіль**, **Д. А. Стратійчук**, **Т. І. Смірнова**, кандидати технічних наук[1];
**Н. М. Білявина**, канд. фіз.-мат. наук[2]; **В. М. Ткач**, д-р фіз.-мат. наук;
**Є. Ф. Кузьменко**, н. с.; **Ю. І. Садова**, аспірантка[1]

*[1]Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська, 2, 04074, м. Київ, Україна, e-mail: dialab@ism.kiev.ua*
*[2]Київський національний університет ім. Тараса Шевченка, пр. Академіка Глушкова, 4, 03127, м. Київ, Україна, e-mail: nbelyavina@bigmir.net*

# ІНСТРУМЕНТАЛЬНИЙ МАТЕРІАЛ З КУБІЧНОГО BN ДЛЯ ОБРОБКИ ВОЛЬФРАМО-КОБАЛЬТОВИХ ТВЕРДИХ СПЛАВІВ

*Процес прямого конверсійного спікання (ПКС) графітоподібного гексагонального нітриду бору (hBN), при якому за достатньо високих параметрів термобаричної дії можливе утворення монофазної полікристалічної структури виключно на основі кубічного BN, використано для отримання суттєво чистого (напівпрозорого) високотвердого матеріалу інструментального призначення (BL-PcBN). Для досягнення необхідних p,T-умов повної конверсії hBN→cBN було задіяно апарат високого тиску тороїдального типу (АВТТ-30). Напівпрозорі зразки BL-PcBN, що мали діаметр до 12,2 мм при товщині 4,5 мм, отримані при тиску p=8–9 ГПа і температурі T >2250 ℃ за тривалості процесу 40 с. Рентгенівські дослідження свідчили про наявність в матеріалі сильної аксіальної текстури [111], такої, що її вісь нормальна до торцевої поверхні зразка. Найбільша ретикулярна густина поверхонь (111) кристалітів cBN та їх субструктурні особливості обумовлюють надзвичайно високу твердість цієї поверхні. Так, у разі тестування з використанням піраміди Віккерса HV=80,9±0,2 ГПа (навантаження F=49 Н). Теплопровідність отриманого BL-PcBN при 300 К становила $\lambda \cong 195{,}4 \pm 2{,}3$ Вт/(м·К). Випробування працездатності матеріалів у ріжучому інструменті виконано в екстремальних умовах механічної обробки – точіння деталей з цементованого карбіду марки ВК 15. В порівнянні з ріжучою керамікою групи ВН на основі cBN (~ 97 об. %) зносостійкість різця з BL-PcBN вище в 1,5–1,9 рази, в залежності від режимів обробки. Крім цього, можливе підвищення швидкості точіння приблизно в 2 рази. Очікується, що отриманий BL-PcBN може бути ефективним і при фрезеруванні титанових сплавів, сплавів Co-Cr та жароміцних сплавів на нікелевій основі.*

***Ключові слова:*** *графітоподібний гексагональний нітрид бору, високі тиски, пряме конверсійне спікання, кубічний BN, інструментальний матеріал, точіння цементованого твердого сплаву ВК 15.*

Чистий полікристалічний кубічний нітрид бору (монофазний cBN, binderless *c*BN, *BL-c*BN) останнім часом все більше привертає увагу як об’єкт інструментального матеріалознавства. Так, наприклад, нещодавно A. Ueda з групою менеджерів (*Sumitomo Electric Industries, Ltd*) проаналізували можливості комерційного продукту *BL-c*BN за торговою маркою «*SUMIBORON BINDERLESS*», виходячи з особливостей структури, фізичних властивостей, фізико-механічних та експлуатаційних характеристик ріжучого інструменту [1]. За відмінностями в дисперсності структури використовували два варіанти BL-cBN – ультратонкий з розміром зерна $l \cong 350$ нм (NCB100) і ультрасупертонкий (IX002) з $l \cong 50$ нм.

З матеріалу NCB100, який демонстрував більш високу твердість і теплопровідність, ніж традиційний PCBN зі зв’язкою, виготовляють змінні вставки геометрії *ISO* для високошвидкісної високоточної обробки з тривалим терміном служби інструменту. Він також застосовується для фрез, здатних обробляти важкі до різання матеріали на високих швидкостях, такі як жароміцні сплави та шаруваті матеріали.

Матеріал IX002 характеризується значно більшою протяжністю міжзеренних границь, ніж NCB100, і його переважно застосовують в торцевих фрезах малого діаметру для фінішної обробки прес-форм із загартованих сталей, коли температура кромки залишається відносно

низькою під час різання. Очікується, що обидва матеріали будуть працездатними в тих випадках, коли механічний знос є основним фактором, що впливає на термін служби інструменту під час різання. Також існує певний позитивний прогноз щодо високої ефективності використання *BL-c*BN при обробці титанових сплавів, сплавів Co-Cr та жароміцних сплавів на нікелевій основі.

*Наявні передумови щодо перспективності використання BL-cBN в якості інструментального матеріалу.* H. Sumiya і K. Hirano звернули увагу на тісну аналогію в одержанні за технологією ПКС нано-полікристалічних матеріалів алмазу (NPD) і BL-PcBN [2, 3]. В разі алмазу високочистий вуглецевий матеріал (99,99 мас. % C) трансформували в NPD прямим твердофазним перетворенням за екстремальних параметрів термобаричної дії ($p$ = 16–17 ГПа, $T$ = 2200–2300 °C, $t$ = 20 хв), використовуючи двоступінчастий багатопуансонний апарат високого тиску «*Dia*» (різновид апарату «*Kawai*»; див. відео з інтернет ресурсів на https://www.youtube.com/watch?v=RBHq6mz8VMo). Встановлено, що отриманим NPD притаманна надзвичайно висока жароміцність у порівнянні з традиційним матеріалом PCD$^{TM}$, що очевидно пов'язано з підвищенням рівня міжзеренної когезії у високочистій структурі за відсутності біндерних фаз. Крім того, рекристалізаційний ріст зерен, що потенційно небезпечно падінням міцності NPD, фіксувався в умовах високих тисків лише починаючи з температури ~ 2700 °C.

При отриманні BL-PcBN Akaishi M. та Satoh T. з співвиконавцями використовували кристалічний hBN *Denkikagaku Co* ($d_{002}$ = 0,3327 нм та $L_{c(002)}$ > 100 нм), попередньо зменшивши в ньому вміст кисню від 0,3 до 0,06–0,07 мас. % шляхом термічної обробки порошку при 2100 °C протягом 2 годин у струмі високочистого азоту [4]. ПКС здійснювали за тиску 6,5–7,7 ГПа та температури 2000–2150 °C протягом 30 хв. Отриманий прозорий BL-PcBN відрізнявся високою термостійкістю. Так, після термообробок до 1300 °C розтріскування матеріалу не відбувалося, і навіть після додаткового відпалу зразка у вакуумі при 1400 °C протягом години утворення тріщин не спостерігалося, незважаючи на деякі ознаки початкових стадій зворотного перетворення cBN→hBN.

На відміну від NPD, в разі одержання BL-PcBN використовували модернізований варіант апарату «белт» з метою підвищення $p$,$T$-умов ПКС [2, 3, 5]. Тривалість термобаричної дії в експериментах становила 15 хв. Вихідний порошок hBN з менш ніж 0,03 мас. % домішки $B_2O_3$ розміщували в танталовій капсулі після пресування до густини 1,75 г/см$^3$ в сталевій прес-формі. Розміри зерен в зразках BL-PcBN, отриманих при температурах нижче 2300 °C, не перевищували 0,5 мкм. При температурах ПКС в діапазоні 2400–2700 °C зерна швидко зростають до ~ 5 мкм і більше. Порівняльні дослідження жароміцності при поперечному згинанні зразків (*TRS*) показали, що традиційний PCBN$^{TM}$ починає втрачати міцність починаючи з температур ~ 600 °C, тоді як для отриманого BL-PcBN спостерігається підвищення *TRS* майже вдвічі при нагріванні матеріалу аж до 1300 °C.

Ряд результатів з практичного застосування BL-PcBN свідчить про перспективність його використання в інструменті для прецизійної обробки залізистих матеріалів, хоча досягнутий розмір спечених заготовок відносно невеликий і не перевищує 7 мм за діаметром [5–7].

Зазначимо, що прозорість або напівпрозорість BL-PcBN, яку можна часто спостерігати при ПКС достатньо чистих вихідних порошкових та блочних піролітичних прекурсорів графітоподібного BN, можна розглядати як діагностичну ознаку повної завершеності твердофазного перетворення, при якому отримують полікристал cBN з гранично високою густиною, когезійною міцністю внутрішніх границь в субмікронній зеренній структурі та, відповідно, високими твердістю, термостійкістю, жароміцністю, теплопровідністю і пружними модулями. З огляду на технічні можливості в практичній реалізації процесів ПКС наявні результати вказують на те, що необхідні термобаричні умови можна створювати і в

апаратах тороїдального типу (АВТТ-20 і АВТТ-30) з використанням модернізованих конструкцій комірок високого тиску [8].

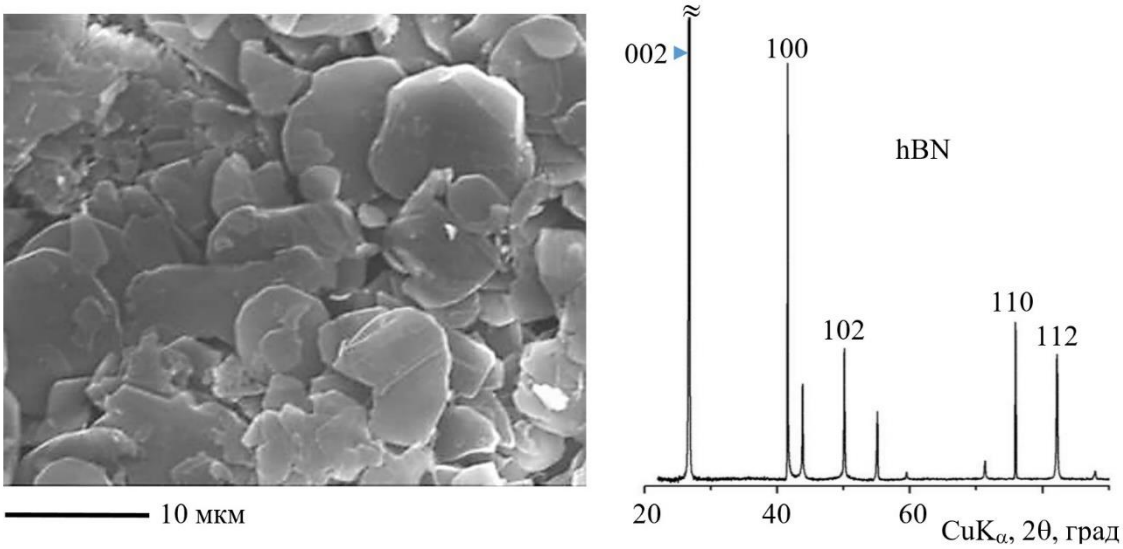
*Розвиток технологій ПКС в ІНМ НАН України*. В Інституті надтвердих матеріалів НАН України дослідження процесів ПКС hBN, а також вюртцитного BN, були розпочаті більше 50-ти років тому і в той час завершились розробкою технологічних процесів отримання інструментальних матеріалів ісміт-2 (3) [9]. Для створення високих тисків і температур використовували АВТТ-13,5 (об'єм зразка ~ 0,05 см$^3$). Подальший розвиток технологій базувався на застосуванні АВТТ-20 і АВТТ-30 з корисними робочими об'ємами для зразка відповідно до ~ 0,4 та 1,2 см$^3$.

Фундаментальні дослідження структурних механізмів твердофазних перетворень нітриду бору в багатьох аспектах проводились найбільш детально у тісній співпраці з фахівцями ІПМ НАН України, наприклад [10–12]. Було встановлено, що при високих тисках (7–10,5 ГПа) трансформації графітоподібних гексагональних або ромбоедричних структур BN в кубічну сфалеритоподібну в області відносно низьких температур відбуваються поетапно за механізмами кооперативних зсувних деформацій і, як правило, за участі проміжних метастабільних станів, зокрема з утворенням проміжної вюртцитної модифікації BN. Певні орієнтаційні співвідношення кристалічних граток вихідних та кінцевих фаз з появою в них текстур є показовим атрибутом альтернативної метастабільної поведінки за умов низької дифузійної активності. З переміщенням в область активної самодифузії незмінно досягається монофазний стан полікристалічного матеріалу виключно на основі стабільного cBN, причому текстурованість полікристалу може зберігатися, принаймні до активного розвитку збиральної рекристалізації.

Процес ПКС не є традиційним процесом спікання мікропорошків cBN і не пов'язаний з необхідністю їх придбання, або синтезу за трудомісткою технологією спонтанної масової кристалізації та збагачення продукту. Інтерес до конверсійного спікання безумовно посилюється через появу на світовому ринку різноманітних високоякісних прекурсорів hBN. Особливу увагу приділяють чистоті вихідних дисперсних матеріалів через їх схильність адсорбувати гази та вологу з повітря, а часто і через наявність в них технологічних забруднень. В процесі ПКС критичним чинником є необхідність повного завершення конверсії hBN→cBN з досягненням в полікристалічних зразках рівня густини, що наближається до теоретичного значення густини cBN ($d \cong 3{,}492$ г/см$^3$ ).

В наших експериментах з прямого конверсійного спікання чистого hBN, що були виконані в АВТТ-20 на базі пресового устаткування моделі ДО-043, використовували високі температури понад 2000 °С і тиск, підвищений до ~ 10,5 ГПа [13]. При $T \approx 2200$ °С за 40 с термобаричної дії утворювався напівпрозорий полікристалічний матеріал cBN без будь-яких залишків графітоподібної фази BN. Одержані зразки мали форму циліндрів діаметром і висотою відповідно до 8 і 4,5 мм. Методика виконання аналогічних експериментів з використанням АВТТ-30 в загальних рисах не відрізнялась, хоча і мала певні особливості [14, 15]. В даній роботі наведений ряд результатів з попередніх досліджень отриманих зразків BL-PcBN великих розмірів (структурні характеристики, деякі фізичні і фізико-механічні властивості). Прогнози щодо використання матеріалу в якості інструментального ґрунтувалися на результатах визначення зносостійкості ріжучого інструменту, що був оснащений BL-PcBN. Тестування інструменту здійснювали в тяжких умовах обробки твердого сплаву з цементованого карбіду системи WC-Co (марка ВК 15).

За зовнішньою морфологією частинкам вихідного порошку прекурсору hBN притаманна лускоподібна кругляста форма (пластинчастий габітус), що узгоджується з аналогічними результатами [13] (рис. 1, *а*).

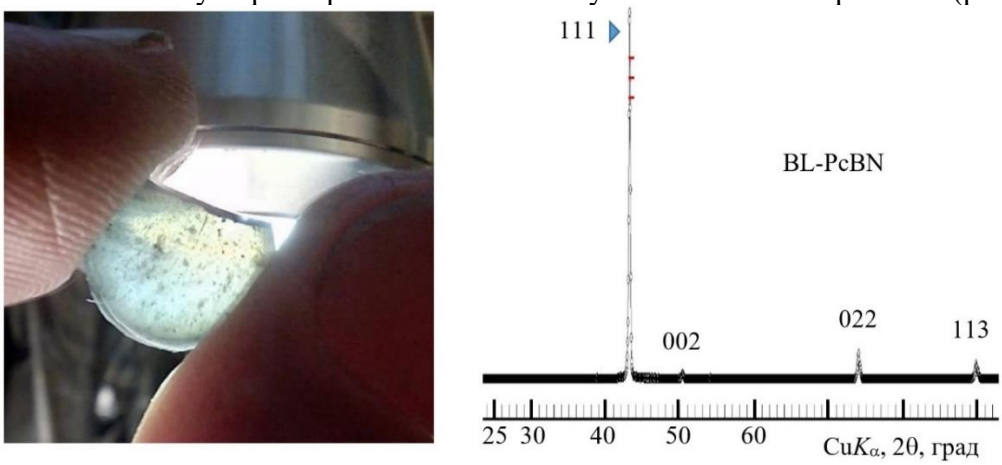



*а* *б*

*Рис. 1. Вихідний прекурсор hBN для отримання BL-PcBN шляхом ПКС: а – зовнішня морфологія частинок порошку (зображення в СЕМ Zeiss EVO 50 XVP); б – дифракційний рентгенівський спектр при зйомці на відбиття (геометрія Брегга-Брентано); індекси Міллера площин в гратці hBN наведено тільки для найбільш інтенсивних відбиттів*

Рентгенівська дифракційна картина складається виключно з відбиттів гексагональної графітоподібної модифікації BN (рис 1, *б*). Про високий рівень 3*D*-упорядкування структури з малою концентрацією турбостратних дефектів, що оцінена як $\beta \le 2{,}6$ %, свідчила відсутність помітного розмиття дифракційних рентгенівських піків. Періоди кристалічної гратки hBN становили $a = b = 0{,}25041(1)$ нм і $c = 0{,}66551(5)$ нм (просторова група $P6_3/mmc$). Об'єм елементарної комірки $V = 36{,}1595$ Å$^3$, густина $d = 2{,}279$ г/см$^3$.

Процес ПКС hBN здійснювали при температурі $T \approx 2250$ °C і тиску $p \approx 8$ ГПа за тривалості термобаричної дії 40 с [14, 15]. Отримані зразки BL-PcBN сягали розмірів 12,2 мм за діаметром при товщині до 4,5 мм. Матеріал виглядав напівпрозорим, а за результатами рентгенофазового аналізу перетворення hBN→cBN було повністю завершеним (рис. 2).




*а* *б*

*Рис. 2. Напівпрозорий BL-PcBN, отриманий методом ПКС кристалічного порошкового прекурсору hBN при тиску $p \approx 8$ ГПа і температурі $T \approx 2250$ °C за тривалості процесу 40с: а – зовнішній вигляд зразка після видалення поверхневих забруднень; б – рентгенівська дифракція в разі стандартної геометрії падаючого пучка на базисну площину зразка*

Параметри реальної структури BL-PcBN визначені з урахуванням специфічного характеру рентгенівської дифракції для даної геометрії зйомки від базисної поверхні зразка (табл. 1).

Таблиця 1. **Результати розрахунків тонкої структури BL-PcBN за даними рентгенівських досліджень**

| Характеристика | Значення показника |
|---|---|
| Параметр решітки ($a$=$b$=$c$), Å | 3,6139 (3) |
| Об'єм комірки, Å$^3$ | 47,1989 |
| Густина, г/см$^3$ | 3,493 |
| Лінійний коефіцієнт поглинання, см$^{-1}$ | 18,46 |
| Мікроспотворення, $\delta d/d$ | 0,00052 (4) |
| Мікронапруги, ε, ГПа | 0,62 (5) |
| Розмір ОКР, нм | 37,2 (18) |
| Щільність дислокацій, $D$, см$^{-2}$ | 0,220E+12 |

Як можна побачити, на рівні субструктурного стану отриманий полікристалічний матеріал є ультрафрагментованим з розміром областей когерентного розсіяння 37,2 ± 0,18 нм. Суттєво підсилене відбиття 111 на дифракційній картині зразка вказує на наявність в полікристалічному BL-PcBN сильної аксіальної текстури [111], такої, що її вісь нормальна до торцевої поверхні зразка. Як відомо з розрахунків співвідношень інтенсивностей ліній cBN [16], у випадку повної ізотропії відбиття 022 має становити 37 % від максимуму інтенсивності відбиття 111, а не 7,8 %, як це спостерігалось (рис. 2, *б*). Дифракція при ортогональній орієнтації зразка (призматична площина), навпаки, дає послаблене відбиття 111 і посилене до 41 % відбиття 022. Безумовно, поява текстури пов'язана з наявністю текстури укладання при компактуванні зразка прекурсору hBN через пластинчастий габітус його частинок, що мають розвинуту базисну площину 002 hBN (рис. 1, *а*). Кристалоорієнтований характер перетворення hBN→cBN, якому сприяє високий рівень 3*D*-упорядкування вихідної гексагональної структури ($P_3$ = 1–β; $P_3 \geq$ 97,4 %), визначає певні орієнтаційні співвідношення між вихідною та кінцевою фазами, а саме (002)*h* // (002)*w* // (111)*c*, де *w* позначає проміжну метастабільну модифікацію вюртцитного BN [12]. Внаслідок такої поведінки по завершенню ПКС кристаліти cBN однією з тетраедричних площин {111} виявляються орієнтованими переважно паралельно базисній поверхні зразка, а трьома іншими – хаотично розвернутими в азимутальних напрямках. Найбільша ретикулярна густина площин (111) кристалітів cBN та їх субструктурні особливості обумовлюють надзвичайно високу твердість цієї поверхні.

*Твердість BL-PcBN за Віккерсом*. Для визначення твердості базисної поверхні зразка був застосований твердомір Innovatest Europe BV, type Falcon 509. Для порівнянь також вимірювали твердість ріжучого матеріалу керамічного типу групи *ВН* на основі cBN (~97 об. %), позначеного далі як PcBN(*ВН*), що отриманий за традиційною технологією спікання мікропорошків кубічного BN в умовах високих тисків і температур [17]. Значення твердості відповідали середнім величинам з трьох рівноточних тестувань для кожного зі зразків. Тривалість зосередженого навантаження індентором при фіксованому зусиллі ($P$) становила 10 с. Вимірювання і розрахунки твердості виконували за стандартними процедурами з використанням співвідношення $HV$ (ГПа) = 1,854· $P$/ ($10^3 \cdot D^2$), де розмірності $P$ і $D$ мають бути

відповідно в Н і мм; $D = (d_1+d_2)/2$, де $d_1$ і $d_2$ – довжини ортогональних діагоналей відбитку від піраміди Віккерса на поверхні зразка.

Встановлено, що твердість PcBN(*BH*) суттєво залежить від структурного стану спеченої кераміки. Так, твердість зразків з максимальним рівнем деформаційного зміцнення (оптимальна температура спікання) досягає 47,2±5,1 ГПа при $P$ = 19,6 Н. В умовах високотемпературного відпалу дефектів (при спіканні вище 2400 °С) внаслідок рекристалізаційного знеміцнення структури кераміки її твердість падає приблизно до 31,8 ГПа.

В разі BL-PcBN визначення твердості для того ж $P$ були ускладнені через малі розміри відбитків, які утворювалися на базисній поверхні зразка. Збільшення зусилля навантаження до 49 Н і, відповідно, розміру відбитків дозволило виконати певні попередні оцінки твердості полікристалу, середнє значення якої досягло 80,9 ± 0,2 ГПа.

Відомо, що існує деяка неузгодженість даних з твердості монокристалів cBN через використання різних методів топографічного аналізу відбитків від піраміди [18]. Але навіть орієнтовні порівняння значень зі значною долею впевненості свідчать про більш високу твердість BL-PcBN. Зокрема, твердість грані (111) монокристалу cBN навіть при відносно малому зусиллі навантаження $P$ = 1,96 Н становить 48,2–48,9 ГПа за даними вимірювань з використанням атомно-силової мікроскопії. Разом з тим, попередні оцінки за даними вимірювань з застосуванням оптичної мікроскопії відповідають значенню ~62 ГПа [19].

*Теплопровідність напівпрозорого полікристалічного BL-PcBN.* Теплопровідність полікристалу визначали при температурі 300 К нестаціонарним методом теплової хвилі за допомогою вимірювача ІТ-02Ц, що передбачав використання еталону теплопровідності з міді високої чистоти, для якої λ = 401 Вт/(м·К). Середнє значення теплопровідності з десяти незалежних вимірювань становило $\bar{\lambda} \cong 195{,}4 \pm 2{,}3$ Вт/(м·К), де довірчий інтервал відповідає надійності 95 %. Вказане значення теплопровідності більш ніж на 40 % перевищує теплопровідність керамічного ріжучого матеріалу PcBN(*BH*). Дані по теплопровідності деформаційно зміцненого PcBN(*BH*) з густиною 3,447 г/см$^3$ для широкого інтервалу температур 25–1100 °С були отримані раніше за допомогою устаткування *LFA 467 HT HyperFlash® NETZSCH* лазерного спалаху (*NETZSCH-Gerätebau GmbH Applications Laboratory*, за участі Dr.-Ing. André Lindemann). Зразок для досліджень мав діаметр 12,5 мм і товщину 2 мм. Виконували по п’ять вимірювань за кожної з температур, визначаючи не тільки λ($T$), але й температурні залежності температуропровідності ($A$) та питомої теплоємності ($Cp$), компіляція результатів з якими наведена в табл. 2.

Таблиця 2. **Теплофізичні характеристики матеріалів на основі cBN: теплопровідність (λ), температуропровідність ($A$) та питома теплоємність ($Cp$) в залежності від температури**

| Температура, °С | BL-PcBN | PcBN(*BH*), густина 3,447 г/см$^3$ [17] | | |
|---|---|---|---|---|
| | λ, Вт/(м·К) | λ, Вт/(м·К) | $A$, мм$^2$ /с | $Cp$, Дж/(г·К) |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| 25 | 195,4 ± 2,3 | 140,357 | 60,778 | 0,670 |
| 100 | - | 133,810 | 46,765 | 0,830 |
| 200 | - | 125,893 | 35,961 | 1,016 |
| 300 | - | 116,855 | 29,730 | 1,140 |
| 400 | - | 110,266 | 25,699 | 1,245 |

*Закінчення табл. 2*

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 500 | - | 103,431 | 22,870 | 1,312 | | | |
| 600 | - | 97,542 | 20,680 | 1,368 | | | |
| 700 | - | 91,492 | 18,895 | 1,405 | | | |
| 800 | - | 86,583 | 17,389 | 1,445 | | | |
| 900 | - | 81,585 | 16,085 | 1,471 | | | |
| 1000 | - | 75,271 | 14,761 | 1,479 | | | |
| 1100 | - | 70,227 | 13,653 | 1,492 | | | |

*Оцінка працездатності ріжучого інструменту з BL-PcBN.* Оскільки для отриманого BL-PcBN характерна підвищена твердість, проводити дослідження їх працездатності при точінні високотвердих залізовуглецевих сплавів є недоцільним у зв'язку з тим, що стійкість різальних інструментів, оснащених стандартними композитами на основі cBN, становить понад 60 хвилин. У той же час далеко не всі відомі на сьогодні композити на основі cBN дозволяють ефективно оброблювати лезовим інструментом вироби з цементованих карбідів. Для вивчення можливостей застосування BL-PcBN виготовлено різальні пластини круглої форми типорозміру RNMN 09T300F (номінальні розміри: діаметр 9,52 мм, товщина 3,97 мм). Дослідження працездатності проводились при повздовжньому безударному точінні деталей з цементованого твердого сплаву марки ВК15 системи WC-Co. Обробляли втулку діаметром 30 мм, довжиною 80 мм на токарно-гвинторізному верстаті ФТ-11 (рис. 3).

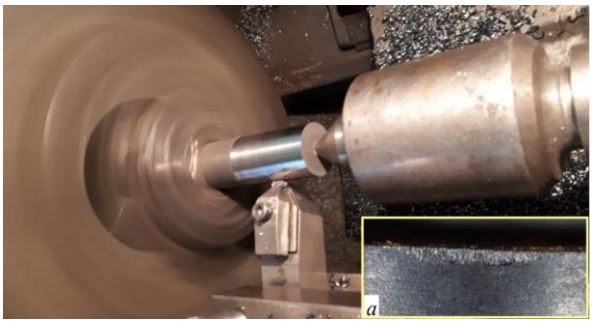


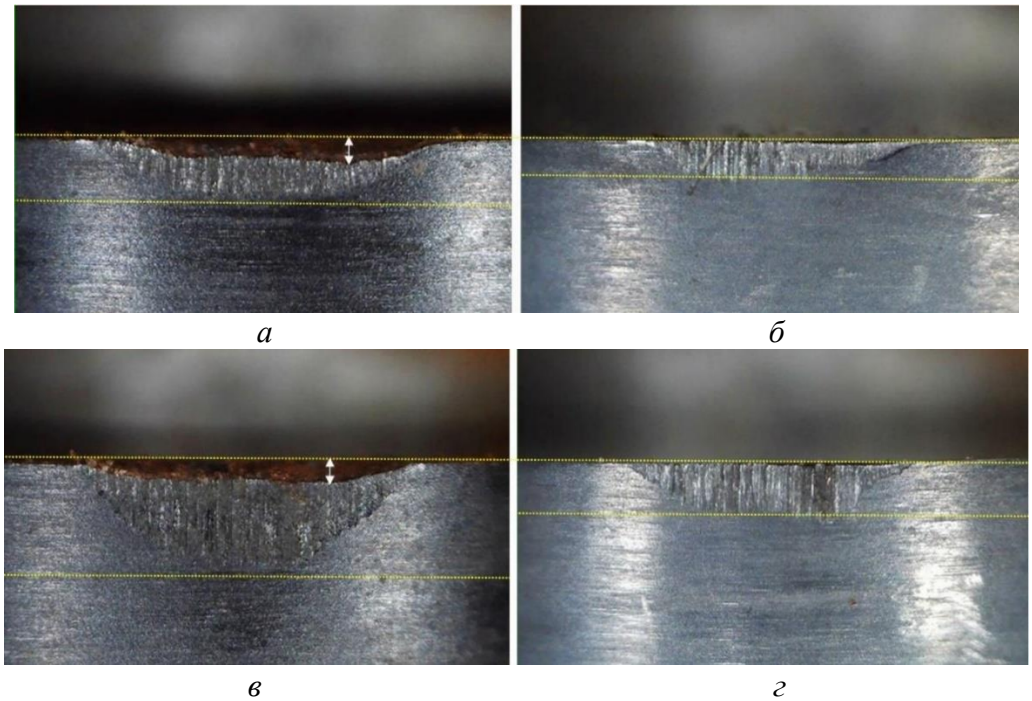

*Рис. 3. Точіння втулки з цементованого твердого сплаву марки ВК15 системи WC-Co різальною пластиною RNMN 09T300F з BL-PcBN: а – характер зносу інструменту при точінні зі швидкостями різання до 30 м/хв*

Для створення однакових умов проведення досліджень дефектний поверхневий шар із деталей попередньо було видалено. Виготовлені різальні пластини встановлювали в прохідному різці з механічним кріпленням. Геометричні параметри різальної частини: передній кут $\gamma = -10°$, задній кут $\alpha = 10°$. Дослідження проводили при незмінних величинах подачі $S = 0{,}1$ мм/об та глибини різання $t = 0{,}2$ мм.

Для порівняння показників стійкості при точінні використовували різальні пластини того ж типорозміру RNMN 09T300F, але виготовлені з інструментального матеріалу керамічного типу PcBN(*ВН*) [17]. На сьогодні різальний інструмент, оснащений такими пластинами, доволі ефективно застосовується при точінні виробів із твердого сплаву групи ВК. Співставлення результатів випробувань за швидкістю та характером зношування різальної кромки пластин показало, що матеріал BL-PcBN демонструє ряд переваг, зокрема, що його можна використовувати при значно збільшених швидкостях різання до 60 м/хв (табл. 3).

Таблиця 3. **Швидкість зношування різальної кромки інструменту в залежності від швидкості різання при точінні твердого сплаву ВК15 (*S* = 0,1 мм/об; *t* = 0,2 мм)**

| Швидкість різання, м/хв | Швидкість зношування, мкм/хв | |
|---|---|---|
| | PcBN(*ВН*) | BL-PcBN |
| 23 | 70 | 45 |
| 37 | 205 | 136 |
| 46 | 320 | 200 |
| 60 | 670 | 346 |



*а* *б* *в* *г*

*Рис. 4. Різальні кромки інструменту після точіння твердого сплаву ВК15 пластинами з різних інструментальних матеріалів зі швидкостями 37 (а, б) та 60 (в, г) м/хв: а, в – PcBN(ВН); б, г – BL-PcBN. Відстань між пунктирними лініями відповідає зносу на задній поверхні кромки; стрілки на (а, в) демонструють просідання кромок внаслідок формування кратеру зносу на передній поверхні ріжучої вставки*

Процес точіння зі швидкостями різання до $v$ = 30 м/хв характеризується поступовим рівномірним зношуванням різальних пластин з формуванням фаски зносу тільки по задній поверхні (рис. 3, *а*). При збільшенні швидкості різання на пластинах з PcBN(*ВН*) спостерігається інтенсивне руйнування різальної кромки: утворення кратеру зносу на передній поверхні і зростання фаски зносу по задній поверхні, що свідчить про більш високу інтенсивність зношування інструментального матеріалу (рис. 4).

Зауважимо, що в разі BL-PcBN зношування ріжучої кромки по передній поверхні з утворенням кратеру зносу практично не спостерігалося. Така поведінка очевидно пов’язана з підвищеною абразивною стійкістю базисної поверхні пластини завдяки її значно більш високій твердості. Результати розрахунків по визначенню швидкості зношування інструменту при точінні твердого сплаву ВК15, що наведені у табл. 3, свідчать про перспективність застосування BL-PcBN при обробці з високими швидкостями різання. У порівнянні із інструментом з PcBN(*ВН*) стійкість BL-PcBN виявляється вищою в 1,5–1,9 рази.

**Висновки**

Одержання високоефективного інструментального матеріалу cBN без будь-яких біндерних фаз можливе за технологією ПКС при використанні висококристалічних вихідних прекурсорів hBN. В цьому разі пряме некаталітичне перетворення hBN→cBN відбувається відносно легко і при тиску 8–9 ГПа практично завершується за температур ≥ 2250°С. Для структури BL-PcBN характерна текстурованість з віссю [111], що свідчить про наявність базисної поверхні в зразках, на якій кристаліти cBN переважно орієнтовані площинами (111) паралельно поверхні. Ефективність використання BL-PcBN в якості інструментального матеріалу обумовлена як його високою твердістю *H*V 5 = 80,9 ± 0,2 ГПа, так і підвищеною теплопровідністю $\bar{\lambda} \cong 195{,}4 \pm 2{,}3$ Вт/(м·К). Результати тестувань свідчать про суттєво більшу працездатність BL-PcBN при обробці цементованого твердого сплаву системи WC-Co марки ВК15 в порівнянні з традиційним керамічним матеріалом групи *ВН* на основі cBN.

**Подяка**

Автори висловлюють подяку академіку НАН України, проф. В. З. Туркевичу (ІНМ НАН України) та В. Н. Бушлі (Snr. Lect., Division of Production and Materials Engineering, Lund University, Sweden) за допомогу в організації досліджень та участь у обговоренні отриманих результатів.

*Роботу виконано у відповідності до тематики досліджень наукових робіт ІІІ-1-17 (0135) ДР № 0117U000386 та ІІІ-1-22 (0138) ЦП ДР № 0122U000404 за рахунок загального фонду бюджетного фінансування НАН України.*

**I. A. Petrusha[1], Yu. A. Mel'niichuk[1], A. S. Osipov[1], V. E. Moshchil[1], D. A. Stratiichuk[1], T. I. Smirnova[1], N. N. Belyavina[2], V. N. Tkach[1], E. F. Kuzmenko[1], Yu. I. Sadova[1]**

*[1]V.N. Bakul Institute for superhard materials of NAS of Ukraine, Kyiv*
*[2]Taras Shevchenko National University of Kyiv*

**CUBIC BN INSTRUMENTAL MATERIAL FOR PROCESSING OF TUNGSTEN-COBALT HARD ALLOYS**

*The process of direct conversion sintering (DCS) of graphite-like hexagonal boron nitride (hBN), in which at sufficiently high parameters of thermobaric exposure the formation of a single-phase polycrystalline structure exclusively on the basis of cubic BN is possible, was used to obtain a substantially pure (translucent) high-hard material for instrumental use (BL-PcBN). To achieve the necessary p,T-conditions for complete hBN→cBN conversion, a toroidal high-pressure device (ABTT-30) was applied. Translucent BL-PcBN samples with a diameter of up to 12.2 and a thickness of 4.5 mm were obtained at a pressure of p=8–9 GPa and a temperature of T >2250 ℃ with a process duration of 40 s. X-ray studies showed the presence of a strong axial texture [111] in the material, such that its axis is normal to the end surface of the sample. The highest reticular density of the (111) planes of cBN crystallites and their substructural features determine the extremely high hardness of this surface. When testing using the Vickers pyramid, HV = 80.9 GPa (load F=49 N). The thermal conductivity of the obtained BL-PcBN at 300 K was $\lambda \cong 195{,}4 \pm 2{,}3$ W/(m·K). The wear resistance test of the materials in the cutting tool was performed in extreme conditions of mechanical processing – turning of parts made from cemented carbide (WC-Co, VK 15 grade). In comparison with the cutting ceramics of the BH group based on cBN (~97 vol. %), the wear resistance of a BL-PcBN cutter is 1.5–1.9 times higher, depending on the processing conditions. In addition, it is possible to increase the turning speed by approximately 2 times. It is expected that the obtained BL-PcBN can be effective in milling titanium alloys, Co-Cr alloys and nickel-based heat-resistant alloys.*

***Key words**: graphite-like hexagonal boron nitride, high pressures, direct conversion sintering, cubic BN, tool material, turning of cemented hard alloy VK 15.*

**Література**

1. Ueda A., Watanobe N., Ishida Y., et al. Sumiboron Binderless Tools for Finishing Difficult-to-Cut Materials [Електронний ресурс] // Sumitomo Electric Techn. Rev. – 2021. – N 92. – P. 20–26. – Режим доступу – https://sumitomoelectric.com/sites/default/files/2021-04/download_documents/E92-04.pdf.
2. Sumiya H. Novel Development of High-Pressure Synthetic Diamonds «Ultra-hard Nano-polycrystalline Diamonds» [Електронний ресурс] // SEI Technical Review. – 2012. – N 74. – P. 15–23. – Режим доступу – https://global-sei.com/technology/tr/bn74/pdf/74-03.pdf.
3. Sumiya H., Hirano K. Innovative Ultra-hard Materials: Binderless Nano-polycrystalline Diamond and Nano-polycrystalline Cubic Boron Nitride [Електронний ресурс] // SEI Techn. Rev. – 2016. – N 82. – P. 21–26. – Режим доступу – https://sumitomoelectric.com/sites/default/files/2020-12/download_documents/82-04.pdf.
4. Akaishi M., Satoh T., Ishii M., et al. Synthesis of translucent sintered cubic boron nitride // J. Mater. Sci. Lett. – 1993. – Vol. 12, N 24. – P. 1883–1885.
5. Sumiya H., Uesaka S., Satoh S. Mechanical properties of high purity polycrystalline cBN synthesized by direct conversion sintering method // J. Mater. Sci. – 2000. – Vol. 35. – P. 1181–1186.
6. Taniguchi T., Akaishi M., Yamaoka S. Sintering of cubic boron nitride without additives at 7.7 GPa and above 2000 °C // J. Mater. Res. – 1999. – Vol. 14, N 1. – P. 162–169.
7. Fujisaki K., Yokota H., Furushiro N., et al. Development of ultra-fine-grain binderless cBN tool for precision ferrous materials // J. Mater. Process. Technol. – 2009. – V. 209. – P. 5646–5652.
8. Патент № 70815 Україна, МПК B 01 J 03/06. Пристрій для створення високого тиску та температури / А. Г. Гаран, І. А. Петруша, О. С. Осіпов. – Опубл. 15.10.04, Бюл. № 10.
9. Инструментальный материал исмит и применение его для обработки закаленных сталей и чугунов // Синтетические алмазы – ключ к техническому прогрессу: монография: [в 3 ч.] Ч. 2 / [А. М. Розенберг, А. И. Прихна, Ю. А. Муковоз и др.]; НАН Украины. Ин-т сверхтвердых материалов. – Киев: Наукова думка, 1977. – С. 288–294.
10. Kurdyumov A. V., Britun V. F., Petrusha I. A. Structural mechanisms of rhombohedral BN transformations into diamondlike phases // Diamond Relat. Mater. – 1996. – Vol. 5, N 11. – P. 1229–1235.
11. Britun V. F., Kurdyumov A. V., Petrusha I. A. The rBN-hBN-wBN-cBN crystal-oriented transformations in pyrolytic BN // J. Superhard Mater. – 2000. – Vol. 22, N 2. – P. 3–7.
12. Britun V. F., Kurdyumov A. V., Taniguchi T., et al. Transformations of highly ordered graphite-like phases of pyrolytic boron nitride at high pressures of static compression // J. Superhard Mater. – 2003. – Vol. 25, N 2. – P. 11−22.
13. Петруша І. А., Туркевич В. З., Осіпов О. С. та ін. Особливості структури полікристалів кубічного BN, одержаних прямим конверсійним спіканням // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника, технология его изготовления и применения: сб. науч. тр. – Выпуск 20. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2017. – С. 191–204.
14. Петруша І. А., Соколов О. М., Смірнова Т. І., Білоусов І. С. Накопичений досвід отримання прозорих моно- і полікристалів кубічного нітриду бору (короткий огляд) // Інструментальне матеріалознавство: зб. наук. праць. – Випуск 24. – К.: ІНМ ім. В.М. Бакуля НАН України, 2021. – С. 217–237; ISSN 2708-731X.
15. Звіт про НДР № ІІІ-1-17 (0135). Закономірності формування структури та властивостей термостабільних зносостійких матеріалів кубічного BN при

конверсійному спіканні та спіканні з багатокомпонентними однофазними зв'язками. – К.: ІНМ НАН України, 2021. – 276 с.
16. Курдюмов А. В., Малоголовец В. Г., Новиков Н. В. и др. Полиморфные модификации углерода и нитрида бора. – М.: Металлургия, 1994. – 318 с.
17. I. A. Petrusha, A. S. Osipov, M. V. Nikishina, et al. Preventive Action of Silicon Nitride at HT-HP Sintering of Cubic Boron Nitride // J. Superhard Mater. – 2015. – Vol. 37, N 4. – P. 222–233.
18. S. Dub, P. Lytvyn, V. Strelchuk V., et al. Vickers Hardness of Diamond and cBN Single Crystals: AFM Approach // Crystals. – 2017. – Vol. 7, N 12. – P. 369 (1–13).
19. Novikov N. V., Dub S. N., Malnev V. I. Microhardness and fracture toughness of cubic boron nitride single crystals // Sov. J. Superhard Mater. – 1983. – Vol. 5. – P. 16–20.

*Надійшла 11.07.22*

## References

1. Ueda, A., Watanobe, N., Ishida, Y., et al. (2021). Sumiboron Binderless Tools for Finishing Difficult-to-Cut Materials. *Sumitomo Electric Techn. Rev., 92*, 20–26. Retrieved from https://sumitomoelectric.com/sites/default/files/2021-04/download_documents/E92-04.pdf.
2. Sumiya, H. (2012). Novel Development of High-Pressure Synthetic Diamonds «Ultra-hard Nano-polycrystalline Diamonds». *SEI Tech. Rev., 74*, 15–23. Retrieved from https://global-sei.com/technology/tr/bn74/pdf/74-03.pdf.
3. Sumiya, H., Hirano, K. (2016). Innovative Ultra-hard Materials: Binderless Nano-polycrystalline Diamond and Nano-polycrystalline Cubic Boron Nitride. *SEI Techn. Rev., 82*, 21–26. Retrieved from https://sumitomoelectric.com/sites/default/files/2020-12/download_documents/82-04.pdf.
4. Akaishi, M., Satoh, T., Ishii, M., et al. (1993). Synthesis of translucent sintered cubic boron nitride. *J. Mater. Sci. Lett., 12, 24*, 1883–1885.
5. Sumiya, H., Uesaka, S., & Satoh, S. (2000). Mechanical properties of high purity polycrystalline cBN synthesized by direct conversion sintering method. *J. Mater. Sci., 35*, 1181–1186.
6. Taniguchi, T., Akaishi, M., & Yamaoka, S. (1999). Sintering of cubic boron nitride without additives at 7.7 GPa and above 2000 °C. *J. Mater. Res., 14, 1*, 162–169.
7. Fujisaki, K., Yokota, H., Furushiro, N., et al. (2009). Development of ultra-fine-grain binderless cBN tool for precision ferrous materials. *J. Mater. Process. Technol., 209*, 5646–5652.
8. Garan, A. G., Petrusha, I. A., & Osipov, O. S. (2004). Patent of Ukraine № 70815.
9. An ismit tool material and its application for machining hardened steels and cast irons. *Synthetic diamonds – the key to technological progress*. A. M. Rozenberg, A. I. Prikhna, Yu. A. Mukovoz, et al. (1977); NAN Ukraine. In-t sverkhtverdikh materialov. (Vols 3; Vol. 2), 288–294. Kiev: Naukova Dumka.
10. Kurdyumov, A. V., Britun, V. F., & Petrusha, I. A. (1996). Structural mechanisms of rhombohedral BN transformations into diamondlike phases. *Diamond and Relat. Mater., 5, 11*, 1229–1235.
11. Britun, V. F., Kurdyumov, A. V., & Petrusha, I. A. (2000). The rBN-hBN-wBN-cBN crystal-oriented transformations in pyrolytic BN. *J. Superhard Mater., 22*, 2, 3–7.
12. Britun, V. F., Kurdyumov, A. V., Taniguchi, T., et al. (2003). Transformations of highly ordered graphite-like phases of pyrolytic boron nitride at high pressures of static compression. *J. Superhard Mater., 25, 2*, 11−22.
13. Petrusha, I. A., Turkevich, V. Z., Osipov, A. S., et al. (2017). Osoblyvosti structury polikrystaliv kubichnoho BN, oderzhanikh priamym konversiinym spikanniam [Structure peculiarities of the cubic BN polycrystals fabricated by direct conversion sintering].

*Porodorazrushaiushchii i metalloobrabatyvaiushchii instrument – tekhnika i tekhnologiia ego izgotovleniia i primeneniia – Rock Destruction and Metal-Working Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications, 20,* 191–204 [in Ukrainian.

14. Petrusha, I. A., Sokolov, A. N., Smirnova, T. I., & Bilousov, I. S. (2021). Nakopychenyi dosvid otrimannia prozorykh mono- i polikrystaliv kubichnogo nitrudu boru (korotkyi ogliad) [Accumulated experience in obtaining transparent mono- and polycrystals of cubic boron nitride (brief review)]. *Instrumentalne materialoznavsrvo – Tooling materials science, 24*, 217– 237 [in Ukrainian.
15. ISM NAS Ukraine. (2021). Zakonomirnosti formuvannia structury ta vlastyvostei termostabilnikh znosostiikykh materialiv cubichnogo BN pry konversiinomu spikanni ta spikanni z bagatocomponentnymy odnofaznymy zviazkamy [Regularities in the formation of the structure and properties of thermostable wear-resistant materials of cubic BN during conversion sintering and sintering with multicomponent single-phase binders]. *Zvit pro NDR № III-1-17 (0135), DR № 0117U000386. Kyiv: ISM NAN Ukrainy, 276 – Report on a scientific project N III-1-17 (0135), SR N 0117U000386.* Kyiv: ISM NAS Ukraine [in Ukrainian].
16. Kurdiumov, A. V., Malogolovets, V. G., Novikov, N. V., et al. (1994). *Polimorfnye modifikatsii ugleroda i nitrida bora [Polymorphic modifications of carbon and boron nitride]*. Moskva: Metallurhiia [in Russian].
17. Petrusha, I. A., Osipov, A. S., Nikishina, M. V., et al. (2015). Preventive Action of Silicon Nitride at HT-HP Sintering of Cubic Boron Nitride. *J. Superhard Mater., 37, 4*, 222–233.
18. Dub, S., Lytvyn, P., Strelchuk, V., et al. (2017). Vickers Hardness of Diamond and cBN Single Crystals: AFM Approach. *Crystals, 7, 12*, 369(1–13.
19. Novikov, N. V., Dub, S. N., & Mal'nev, V. I. (1983). Microhardness and fracture toughness of cubic boron nitride single crystals. *Soviet J. Superhard Mater., 5*, 16–20.

## Розділ 3

# РОЗРОБКА І ВПРОВАДЖЕННЯ ОБЛАДНАННЯ І ІНСТРУМЕНТУ, ОСНАЩЕНОГО ТВЕРДИМИ СПЛАВАМИ, В РІЗНИХ ГАЛУЗЯХ ПРОМИСЛОВОСТІ

УДК 669.018.025 DOI: 10.33839/2708-731X-24-1-251-259

**О. О. Матвійчук, М. О. Юрчук**, **І. О**. **Гнатенко,** кандидати технічних наук

*Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України,*
*вул. Автозаводська, 2, 04074 м. Київ, e-mail: gnatenko_i@ukr.net*

# ОСОБЛИВОСТІ ФОРМУВАННЯ СТРУКТУРИ ТА ВЛАСТИВОСТЕЙ СЕРЕДНЬОЗЕРНИСТОГО ТВЕРДОГО СПЛАВУ З НІКЕЛЕВОЮ ЗВ'ЯЗКОЮ (92% WC + 8% Ni), СПЕЧЕНОГО У ВАКУУМІ ПРИ ТЕМПЕРАТУРІ 1350 $^{O}$С ПІД РІЗНИМИ ВЕЛИЧИНАМИ ЗОВНІШНЬОГО ОДНООСЬОВОГО СТИСКУ

*Описані можливості подальшого підвищення експлуатаційних характеристик низьконікелевого твердого сплаву 92 % WC–8 % Ni шляхом використання різних методів інтенсифікації спікання. Стверджується, що направлене розміщення крупних зерен карбіду вольфраму (WC) може забезпечити анізотропію властивостей сплаву, використання якої підвищить експлуатаційні характеристики виробу. Систематичних досліджень впливу стиску на особливості зміни властивостей сплаву, в тому числі за рахунок зміни характеру розподілу зерен WC по об'єму виробу, в роботах не проводилось. На нашу думку, відсутність таких знань не дозволяє заздалегідь створювати твердосплавні вироби з підвищеними властивостями і за рахунок оптимального розподілення карбідної складової по їх об'єму.*

*Тому метою цього дослідження є визначення впливу одноосьового стиску на характер розподілу складових твердого сплаву з нікелевою зв'язкою, що в цілому забезпечить підвищення рівня його властивостей.*

*В роботі наведені результати дослідження особливостей формування структури та властивостей середньозернистого твердого сплаву ВН8 при спіканні у вакуумі за температури 1350 °С під різними величинами зовнішнього одноосьового стиску від 0 МПа (вільне спікання) до 0,6 МПа (0,4, 0,6).*

*В роботі розгорнуто описана методика дослідження сплаву та одержання зразків. Визначені стандартні значення властивостей сплаву.*

*Встановлено, що структурний стан твердого сплаву ВН8, спеченого у вакуумі без прикладання одноосьового тиску та під дією зовнішнього напруження тиску, не змінюється з ростом напруження стиску. Середній розмір перерізів зерен WC зменшився. Причиною зменшення розміру перерізів зерен WC з 1,46 мкм до 1,39 мкм є те, що при спіканні маса сплаву під дією напруження стиску переміщується. Це не дає можливості для утворення у сплаві конгломератів зерен карбіду.*

*Під впливом тиску в процесі спікання структура сплаву дещо текстуризується, з'являються випадкові поодинокі орієнтовані групи зерен WC. Очевидно, підвищення температури спікання забезпечить підвищення текстуризації структури сплаву.*

*Показано, що метод спікання доволі перспективний для виготовлення твердосплавних виробів конструкційного призначення.*

***Ключові слова:*** *твердий сплав, інтенсифікація, спікання, експлуатаційна характеристика, високий тиск, коефіцієнт усадки, кристалічна гратка, карбід вольфраму.*

## Вступ

Серед карбідовольфрамових твердих сплавів з нікелевою зв'язкою, що одержали досить значне місце в якості матеріалу як конструкційного, так і інструментального призначення, є твердий сплав з вмістом нікелевої зв'язки 8 % (за масою). Для подальшого підвищення його експлуатаційних характеристик використовують різні методи інтенсифікації

спікання. До одного із методів можна віднести механічну інтенсифікацію, яка здійснюється шляхом використання зовнішніх навантажень в процесі спікання заготовки [1–6]. На сьогодні, найбільш широкого розповсюдження одержав метод гарячого пресування з статичним та динамічним прикладанням стиску. Основною особливістю цього методу є те, що твердосплавна заготовка спікається під стиском в графітовій прес-формі, яка і надає заготовці відповідні форму та розміри. Але використання графітової прес-форми призводить до надлишкового навуглецювання заготовки, що погіршує умови праці.

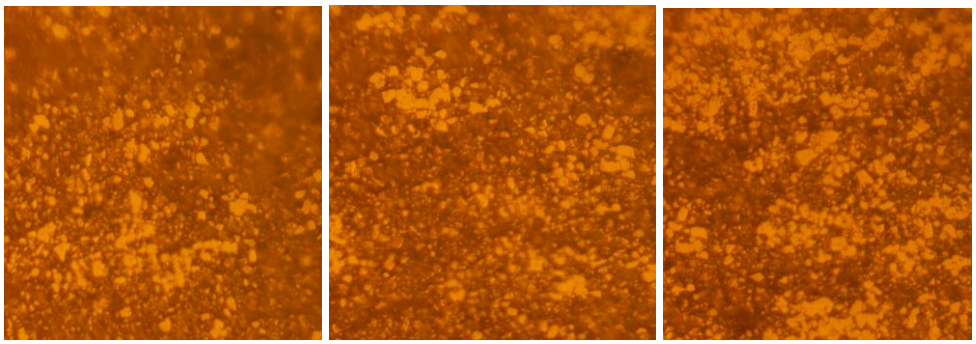
Більш прогресивним є спікання під стиском в робочому об'ємі печі, коли стиск прикладається тільки до торця заготовки. При цьому заготовка не обмежується з бокових сторін і може вільно розповзатись в різні боки під дією стиску. В роботах [7–10] наведені результати дослідження такого методу спікання.

В роботі [7] відмічено, що зміна величини міцності сплаву ВК15 знаходиться в залежності від розміщення в сплаві крупних зерен, що мають форму довгих голок, шпилів. Одержання сплавів методами компресійного спікання, гарячого пресування, просочування розплавами металів, термічної обробки та іншими, безперечно, покращують структурний стан матеріалу (зменшують залишкову пористість, стримують ріст зерна карбідної складової, змінюють склад твердого розчину на основі кобальту, змінюють напружений стан у складових фазах сплаву та інш.), однак значного впливу на характер розміщення зерен карбіду по об'єму сплаву вони не мають.

В той же час в роботах [7–9] стверджується, що направлене розміщення крупних зерен карбіду вольфраму (WC) може забезпечити анізотропію властивостей сплаву, використання якої підвищить експлуатаційні характеристики виробу. Особливо це важливо для виробів конструкційного призначення.

Однак, систематичних досліджень впливу одноосьового стиску на особливості зміни властивостей сплаву, в тому числі за рахунок зміни характеру розподілу зерен WC по об'єму виробу, в роботах [7–9] не проводилось. На нашу думку, відсутність таких знань не дозволяє заздалегідь створювати твердосплавні вироби з підвищеними властивостями і в тому числі і за рахунок оптимального розподілення карбідної складової по їх об'єму.

Тому метою цього дослідження є визначення впливу одноосьового стиску на характер розподілу складових карбідовольфрамового твердого сплаву з нікелевою зв'язкою системи 80% WC + 8% Ni, що в цілому забезпечить підвищення рівня його властивостей.



*а* *б* *в*

*Рис. 1. Структури твердого сплаву ВН8 при спіканні у вакуумі за температури 1350 °С під різними величинами зовнішнього одноосьового стиску: а – Р = 0 МПа, б – Р = 0,4 МПа, в – Р = 0,6 МПа*

В роботі наведені результати дослідження особливостей формування структури та властивостей середньозернистого твердого сплаву ВН8 при спіканні у вакуумі за температури

1350 °С під різними величинами зовнішнього одноосьового стиску від 0 МПа (вільне спікання) до 0,6 МПа (0,4, 0,6), рис.1. Також наведені паспортні дані вихідної порошкової суміші сплаву, підготовка її до пресування і пресування дослідних зразків [9].

**Методика дослідження**

Коерцитивну силу $H_{см}$ (кА/м) зразків вимірювали приладом «Кобальт-1» [11], густину спечених зразків ρ (г/см$^3$) – гідростатичним зважуванням лабораторними вагами ВЛР-200м [12], твердість зразків за Роквеллом (шкала А) *HRA* – вдавлюванням алмазного наконечника з внутрішнім кутом 120±0,5° під попереднім навантаженням 98,07 Н і загальним 1471 Н твердоміром моделі ТК-2 [13].

Для експериментів використовували вихідні порошки WC по ТУ 48-19-265-77 та карбонільного нікелю марки ПНУ ДЗТС 9722-79. З метою очищення від небажаних домішок вихідні порошки просіяли крізь сито з комірками розміром 40 мкм. Середній розмір зерна карбіду вольфраму визначали методом ртутної порометрії [14]. Середній розмір зерна карбіду вольфраму $\bar{d}_{WC}$ становив 1,6±0,1 мкм, вміст зерен розміром 0,6–4,0 мкм становив 82%, а питома площа поверхні – 1,9±0,1 м$^2$/г.

Порошки WC і нікелю перемішували у сталевому кульковому млині, футерованому твердим сплавом, в середовищі спирту етилового $C_2H_5OH$, ГОСТ 5962-67 (96%-вий розчин). Витрати спирту становили 0,2 л на 1 кг суміші. Як тіла для перемішування порошків у млинах брали твердосплавні (твердий сплав марки ВК3) кулі діаметром 10–12 мм. Відношення твердосплавних куль до суміші становило 5:1. Тривалість перемішування – 10 год. Вивантажену з млинів перемішану суміш просушували в паровій шафі за температури ~120 °С протягом 24–30 год. Просушену суміш відокремлювали від твердосплавних куль за допомогою вібросита з розміром комірок сітки 100 мкм. З метою виключення можливості винесення потоком повітря з вібросита частинок суміші відокремлювання від куль здійснювали при виключеній місцевій витяжці. Готували суміш до пресування згідно з вимогами технологічних інструкцій ІНМ НАН України [15, 16]. Перед замішуванням на пластифікаторі суміш повторно просіювали крізь сито з розміром комірок 0,1 мм. Просіяну суміш замішували на 5%-ному розчині синтетичного каучуку в бензині, додаючи до 1 кг суміші 150 мл. розчину.



*Рис. 2. Зовнішній вигляд зразка твердого сплаву ВН8, спеченого в вакуумі з прикладанням та без прикладання одноосьового стиску*

Для дослідження використовували заготовки у вигляді циліндрів діаметром 10 мм і висотою $H$ = 20 мм (рис. 2).

Пресували циліндри з підготовленої до пресування суміші на гідравлічному пресі у сталевих прес-формах. Масу наважки на один циліндр розраховували за загальноприйнятою методикою. Пористість пресовок становила ~50%. Пресовки сушили в сушильній шафі за температури ~150 °С протягом 24 год. Випалювання каучуку здійснювали в контрольованому метановодневому середовищі в горизонтальній тризонній трубчатій печі безперервної дії з молібденовими нагрівачами конструкції ІНМ НАН України (ГП-130). Вимірювали температуру нагрівання вольфрамренієвою термопарою. Характерна особливість такого способу спікання полягає в тому, що шляхом регулювання вуглецевого потенціалу газового середовища у процесі спікання вдавалось досягти необхідного вмісту загального вуглецю у сплаві та

зберегти його до завершення спікання. Вільне спікання здійснювали в електричній вакуумній печі моделі ОКБ-8086, ТУ 16-531.302-75. Залишковий тиск у камері спікання печі становив 0,13 Па. Температуру нагрівання вимірювали вольфрамренієвою термопарою.

Вміст загального вуглецю $C_{заг}$ у вихідній суміші та вільно спеченому сплаві визначали абсорбційно-газооб'ємним методом [17]. Для визначення вмісту загального вуглецю в зразках-свідках спеченого сплаву (шліфованих штапиках) останні подрібнювали у твердосплавній ступці після визначення їх необхідних властивостей. Одержану крупку просіювали крізь сито з розміром комірок 0,1 мм. Вміст загального вуглецю в суміші та сплаві наведено в табл. 1.

Таблиця 1. **Вміст загального вуглецю у вихідній суміші та спеченому сплаві ВН8**

| Марка сплаву | Вміст загального вуглецю $C_{заг}$, % за мас. | | |
|---|---|---|---|
| | при стехіометричному складі суміші | у фактично в порошковій суміші | у фактично в експериментальних зразках сплаву |
| ВН8 | 5,63 | 5,71–5,68 | 5,70–5,75 |

Зовнішній вигляд зразків, спечених під стиском та без прикладання одноосьового стиску у вакууму, майже не відрізнявся і показаний на рис. 2.

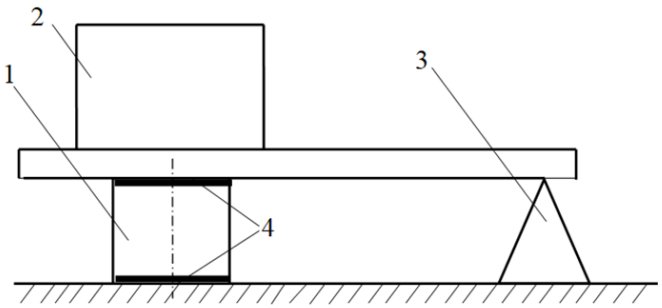



*Рис. 3. Схема навантаження циліндричного твердосплавного зразка при його випробуванні на одновісне стиснення в вакуумі в умовах високих температур: 1 – зразок; 2 – вантаж; 3 – опора; 4 – прокладка (шар) з дрібнозернистого чистого корунду ($Al_2O_3$)*

Усадку заготовок визначали шляхом вимірювання лінійних розмірів – діаметра і висоти.

Зовнішнє одноосьове напруження стискання здійснювали через графітові прокладки (рис. 3).

З метою виключення контакту експериментального зразка з графітовим оснащенням, в якому здійснювали спікання, що призвело б до зміни його хімічного складу внаслідок дифузії вуглецю при високих температурах спікання, на торці заготовок наносили тонкий шар дрібнозернистого чистого корунду ($Al_2O_3$). Величину навантаження змінювали шляхом зміни відстані зразка до опори.

**Результати дослідження та їх обговорення**

Прикладання одноосьового стиску в процесі спікання сплаву ВН8 при температурі 1350 °С не призводить до помітних змін коефіцієнтів усадки сплаву як по висоті, так і по діаметру (табл. 2). Майже не змінюються фізико-механічні властивості сплаву – густина та твердість (табл. 3).

В зразках-свідках сплавів $\eta_1$-фази не виявлено.

Стандартні значення властивостей сплаву: густина $\rho$ = 14,60–14,90 г/см$^3$, границя міцності при згині $R_{bm}$, = 1350 МПа, твердість *HRA* – 85.

Таблиця 2. **Коефіцієнт усадки твердого сплаву ВН8 після спікання під дією зовнішнього напруження стиску при температурі 1350 °С**

| Напруження стиску, кг/см$^2$ (вантаж, кг) | Тривалість дії напруження, хв | Коефіцієнт усадки по | |
|---|---|---|---|
| | | діаметру | висоті |
| 0 | 30 | 1,15 | 1,15 |
| 0,4 | 30 | 1,13 | 1,23 |
| 0,6 | 30 | 1,13 | 1,23 |

Таблиця 3. **Властивості твердого сплаву ВН8 після спікання під дією зовнішнього напруження стиску при температурі 1350 °С**

| Напруження стиску, МПа | Тривалість дії напруження, хв | Густина ρ, г/см$^3$ | Коерцитивна сила $H_{см}$, кА/м | Твердість, *HRA* | Кількість пор | | Середній розмір зерна WC перерізу $d_{сер.}$, мкм | Переріз зерна WC розміром 1,0 мкм в % на шліфах | Переріз зерна WC розміром 2,0 мкм в % на шліфах |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | | до 50 мкм, % | від 50 до 100 мкм, шт | | | |
| 0 | 30 | 11,70 | 0,9 | 73,0 | Д-1-0,1 | 54 | 1,46 | 64 | 28 |
| 0,4 | 30 | 11,66 | 0,8 | 89,0 | А-1-0,02<br>В-4-0,2 | 90, по краю скупчення пор 3×54 | 1,99 | 46 | 22 |
| 0,6 | 30 | 12,05 | 0,9 | 76,0 | А-2-0,01 | | 1,39 | 72 | 21 |

Встановлено, що структурний стан твердого сплаву ВН8, спеченого у вакуумі без прикладання одноосьового тиску та під дією зовнішнього напруження тиску, не змінюється з ростом напруження стиску. Середній розмір перерізів зерен WC зменшився з 1,46 до 1,39 мкм. При цьому збільшується кількість перерізів зерен WC з розмірами 1 мкм з 64 до 72 % і зменшується кількість перерізів зерен WC з розмірами 2 мкм з 28 до 21 %.

Причиною зменшення розміру перерізів зерен WC з 1,46 мкм до 1,39 мкм є те, що при спіканні маса сплаву під дією напруження стиску переміщується. Це не дає можливості конгломератам зерен карбіду на початкових стадіях спікання утворюватись у сплаві, а в подальшому зрощуватись один з одним та коалесцінувати.

Під впливом одноосьового тиску в процесі спікання структура сплаву дещо текстуризується, появляються випадкові поодинокі орієнтовані групи зерен WC. Очевидно, підвищення температури спікання забезпечить підвищення текстуризації структури сплаву.

**Висновки**

1. Хімічний склад сплаву (насамперед вміст у ньому вуглецю) при спіканні під дією зовнішнього напруження одноосьового стискання практично не змінюється.

2. Спіканням у вакуумі твердого сплаву ВН8 під дією одноосьового тиску можна зменшити пористість, а також дещо збільшити густину і твердість *HRA* сплаву.

3. В результаті дії напруження стиску на масу сплаву відбувається початкова текстуризація структури матеріалу. Очевидно, підвищення температури спікання призведе до відчутних змін властивостей сплаву.

4. Дослідження показали, що метод спікання твердих сплавів під дією зовнішнього напруження одноосьового стискання доволі перспективний для виготовлення твердосплавних виробів конструкційного призначення.

**O.O. Matviychuk, M. O. Yurchuk, I.O. Hnatenko**

*V. N. Bakul Institut for Superhard Materials of National Academy of Sciences of Ukraine*

**CHARACTERISTICS OF THE FORMATION OF THE STRUCTURE AND PROPERTIES OF A MEDIUM-GRAINED HARD ALLOY WITH A NICKEL BINDER (92% WC + 8% Ni) SINTERED IN VACUUM AT A TEMPERATURE OF 1350 $^{O}$C UNDER THE DIFFERENT VALUES OF THE EXTERNAL UNIAXIAL COMPRESSION**

*The possibilities of further improvement of the operational characteristics of the low-nickel hard alloy 92% WC-8% Ni by using various methods of sintering intensification are described. It is claimed that the directed placement of large grains of tungsten carbide (WC) can provide anisotropy of alloy properties, the use of which will increase the operational characteristics of the product. Systematic studies of the effect of compression on the specifics of the change in the properties of the alloy, including due to the change in the nature of the distribution of WC grains in the volume of the product, has not been carried out yet. In our opinion, the lack of such knowledge does not allow to create in advance hard alloy products with increased properties and due to the optimal distribution of the carbide component in their volume. Therefore, the purpose of this study is to determine the influence of uniaxial compression on the nature of the distribution of the components of a hard alloy with a nickel bond, which will generally ensure an increase in the level of its properties.*

*The paper presents the results of a study of the peculiarities of the formation of the structure and properties of the medium-grained hard alloy VN8 during sintering in a vacuum at a temperature of 1350 °C under different values of external uniaxial compression from 0 MPa (free sintering) up to 0.6 MPa (0.4, 0.6).*

*The work describes in detail the method of researching the alloy and obtaining samples. Standard values of alloy properties are determined.*

*It was established that the structural state of the VN8 hard alloy sintered in a vacuum without the application of uniaxial pressure and under the action of external pressure stress does not change with increasing compressive stress. The average cross-sectional size of WC grains was decreased. The reason for the decrease in the cross-sectional size of WC grains from 1.46 μm to 1.39 μm is that during sintering, the mass of the alloy moves under the action of compressive stress. This does not allow for conglomerates of carbide grains to appear in the alloy.*

*Under the influence of pressure during the sintering process, the structure of the alloy becomes texturized, random individual oriented groups of WC grains appear. Obviously, an increase in the sintering temperature will ensure an increase in the texturization of the alloy structure. It has been shown that the sintering method is quite promising for the production of structural hard alloy products.*

***Key words:*** *hard alloy, intensification, sintering, operational characteristics, high pressure, shrinkage coefficient, crystal lattice, tungsten carbide.*

## Література

1. Третьяков В.И. Основы металловедения и технологии производства спеченных твердых сплавов. –М.: Металлургия, 1976. – 528 с.
2. Бабич М.М. Неоднородность твердых сплавов по содержанию углерода и ее устранение. – К.: Наукова думка, 1975. – 174 с.
3. Бондаренко В.П., Павлоцкая Э.Г. Спекание вольфрамовых твердых сплавов в прецизионно контролируемой газовой среде. – К.: Наукова думка, 1995. – 202 с.

4. Бондаренко В.П. Спечені тверді сплави – високоефективні інструментальні та конструкційні матеріали Прогресивні матеріали і технології. У 2-х т. Т. 2. – К.: Академперіодика, 2003. – С. 219–251.
5. Бондаренко В.П. Условия обеспечения максимальной прочности и пластичности зернистых композитов // Высоконаполненные зернистые композиты. Сб. науч. тр. – К., 1991. – С. 4–14.
6. Лошак М.Г. Прочность и долговечность твердых сплавов. – К.: Наукова думка, 1984. – 328 с.
7. Бондаренко В.П., Юрчук Н.А. Спекание твердого сплава ВК15 под действием сжимающего напряжения // Породоразрушающий и металообрабатывающий инструмент-техника и технология его изготовления и применения. Сб. науч. трудов. – Выпуск 8. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2005. – С. 249–255.
8. Бондаренко В.П., Юрчук М.О. Структурний стан та властивості твердих сплавів ВК6 і ВК15 спечених під зовнішнім одноосьовим тиском // Породоразрушающий и металообрабатывающий инструмент-техника и технология его изготовления и применения. Сб. науч. тр. – Выпуск 10. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2007. – С. 393–400.
9. Бондаренко В.П., Юрчук М.О., Галков О.В. Особливості структури та властивості карбідовольфрамового твердого сплаву з нікелевою зв'язкою ВН 20 (80 % WC + 20 % Ni), спеченого у вакуумі під зовнішнім одноосьовим тиском // Породоразрушающий и металообрабатывающий инструмент-техника и технология его изготовления и применения. Сб. науч. тр. – Выпуск 17. – К. ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2014. – С. 437–444.
10. Ковальченко М.С., Лаптев А.В., Жидков А.Б., Юрчук Н.А. Связь количественных характеристик структуры с механическими свойствами горячепрессованных керметов // Материалы на основе карбидов. – К.: ИПМ АН УССР, 1986. – С. 174–180.
11. Сплавы твердые спеченные. Метод определения коэрцитивной силы: ГОСТ 24916-81 [Введен в действие от 1982-01-01]. – М.: Государственный комитет СССР по стандартам, 1981. – 8 с.
12. Сплавы твердые спеченные. Метод определения плотности: ГОСТ 20018-74 [Введен в действие от 1976-01-01]. – М.: Государственный комитет СССР по стандартам, 1974. – 11 с.
13. Сплавы твердые спеченные. Метод определения твердости по Роквеллу: ГОСТ 20017-74 [Введен в действие от 1976-01-01]. – М.: Государственный комитет СССР по стандартам, 1974. – 10 с..
14. Ермоленко Н.Ф., Эфрос М.Д. Регулирование пористой структуры оксидных адсорбентов и катализаторов – Минск: Навука и техника, 1971. – 285 с.
15. Приготовление раствора синтетического каучука в бензине: Технологическая инструкция 25000.20063. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля АН УССР, 1979. – 11 с.
16. Замешивание твердосплавных смесей: Технологическая инструкция 25000.20072. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля АН УССР, 1980. – 10 с.
17. Дымов А.М. Технический анализ. (Методы определения содержания элементов). – М.: Металлургия, 1964. – С. 31–51.

*Надійшла 12.08.22*

## References

1. Tretiakov, V.I. (1976). *Osnovy metallovedeniia i tekhnolohii proizvodstva spechennykh tverdykh splavov [Fundamentals of metallurgy and technology for the production of sintered hard alloys]*. Moscow: Metallurhia [in Russian].
2. Babich, M.M. (1975). *Neodnorodnost tverdykh splavov po soderzhaniiu uhleroda i ee ustranenie [Heterogeneity of hard alloys in terms of carbon content and its elimination]*. – Kiev: Naukova dumka [in Russian].
3. Bondarenko, V.P., & Pavlotskaia, E.G. (1995). *Spekanie volframovykh tverdykh splavov v pretsizionno kontroliruyemoi gazovoi srede [Sintering of Tungsten Hard Alloys in a Precisely Controlled Gas Environment]*. Kiev: Naukova dumka [in Russian].
4. Bondarenko, V.P. (2003). Specheni tverdi splavy – vysokoefektyvni instrumentalni ta konstruktsiini materialy [Sintered hard alloys are highly efficient tool and construction materials]. *Prohresyvni materialy i tekhnolohii [Progressive materials and technologies]*. (Vols. 1–2; Vol. 2). Kyiv: Akademperiodyka [in Ukrainian].
5. Bondarenko, V.P.(1991). Usloviya obespecheniya maksimal′noy prochnosti i plastichnosti zernistykh kompozitov [Conditions for ensuring maximum strength and plasticity of granular composites] *Vysokonapolnennye zernistye kompozity – Highly filled granular composites*. Kiev [in Russian].
6. Loshak, M.G. (1984). *Prochnost i dohovechnost tverdykh splavov [Strength and durability of hard alloys]*. Kiev: Naukova dumka [in Russian].
7. Bondarenko, V.P., & Yurchuk, N.A. (2005). Spekanie tverdoho splava VK15 pod deistviem szhimaiushcheho napriazheniia [Sintering of hard alloy VK15 under compressive stress]. *Porodorazrushaiushchii i metalloobrabatyvaiushchii instrument – tekhnika i tekhnologiia ego izgotovleniia i primeneniia – Rock Destruction and Metal-Working Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications, 8*, 249–255.
8. Bondarenko, V.P., & Yurchuk, M.O. (2007). Strukturnyi stan ta vlastyvosti tverdykh splaviv VK6 i VK15 spechenykh pid zovnishnim odnoosovym tyskom [Structural state and properties of VK6 and VK15 hard alloys sintered under external uniaxial pressure]. *Porodorazrushaiushchii i metalloobrabatyvaiushchii instrument – tekhnika i tekhnologiia ego izgotovleniia i primeneniia – Rock Destruction and Metal-Working Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications, 10*, 393–400 [in Ukrainian].
9. Bondarenko, V.P., Yurchuk, M.O., & Halkov, O.V. (2014). Osoblyvosti struktury ta vlastyvosti karbidovolframovoho tverdoho splavu z nikelevoiu zviazkoiu VN 20 (80 % WC + 20 % Ni), spechenoho u vakuumi pid zovnishnim odnoosovym tyskom [Features of the structure and properties of tungsten carbide hard alloy with nickel bond BH 20 (80% WC + 20% Ni), sintered in a vacuum under external uniaxial pressure]. *Porodorazrushaiushchii i metalloobrabatyvaiushchii instrument – tekhnika i tekhnologiia ego izgotovleniia i primeneniia – Rock Destruction and Metal-Working Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications, 10*, 437–444 [in Ukrainian].
10. Kovalchenko, M.S., Laptev, A.V., Zhidkov, A.B., & Yurchuk, N.A. (1986). Sviaz kolichestvennykh kharakteristik struktury s mekhanicheskimi svoistvami horiachepressovannykh kermetov [Relationship between the quantitative characteristics of the structure and the mechanical properties of hot-pressed cermets]. *Materialy na osnove karbidov – Materials based on carbides*, 174–180.
11. Splavy tverdye spechennye. Metod opredeleniia koertsitivnoi sily [Hard sintered alloys. Method for determining the coercive force]. (1981). *HOST 24916-81 from 01th January 1982*. Moskow: Hosudarstvennyi komytet SSSR po standartam [in Russian].

12. Splavy tverdye spechennye. Metod opredeleniia plotnosti [Hard sintered alloys. Density determination method]. (1974). *HOST 20018-74 from 01th January 1976*. Moskow: Hosudarstvennyi komytet SSSR po standartam [in Russian].
13. Splavy tverdye spechennye. Metod opredeleniia tverdosti po Rokvellu [Hard sintered alloys. Rockwell hardness method]. (1974). *HOST 20017-74 from 01th January 1976.* Moskow: Hosudarstvennyi komytet SSSR po standartam [in Russian].
14. Yermolenko, N.F., & Efros M.D. (1971). *Rehulirovanie poristoi struktury oksidnykh adsorbentov i katalizatorov [Regulation of the porous structure of oxide adsorbents and catalysts]*. Minsk: Navuka i tekhnika [in Russian].
15. Prihotovlenie rastvora sinteticheskoho kauchuka v benzine [Preparation of a solution of synthetic rubber in gasoline]. (1979). *Tekhnolohicheskaia instruktsiia 25000.20063*. Kiev: ISM im. V.N. Bakulia AN USSR [in Russian].
16. Zameshivaniye tverdosplavnykh smesey [Mixing carbide mixtures]. (1980). *Tekhnolohicheskaia instruktsiia 25000.20072*. Kiev: ISM im. V.N. Bakulia AN USSR [in Russian].
17. Dymov, A.M. (1964). *Tekhnicheskii analiz. (Metody opredeleniia soderzhaniia elementov.) [Technical analysis. (Methods for determining the content of elements)]*. Moscow: Metallurhiia [in Russian].

УДК 621.762 DOI: 10.33839/2708-731X-24-1-259-265

**Н. В. Литошенко**, **О. О. Матвійчук, І. В. Андреєв,** кандидати технічних наук

*Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська, 2, 04074 м. Київ, Україна, e-mail: lytnat@ukr.net*

## ОЦІНКА МІЦНОСТІ ТА ПЛАСТИЧНОСТІ ВИСОКОМОДУЛЬНИХ СКЕЛЕТНИХ КОМПОЗИТІВ, ОТРИМАНИХ МЕТОДОМ ПРОСОЧУВАННЯ

*Завдання наукового дослідження полягає в тому, щоб оцінити рівень міцності за умови випробування на стиск металокерамічного композиту, виготовленого з пористої високомодульної скелетної структури на основі WC методом просочування. А також дослідити залежність границь міцності $\sigma_c$, пружності $\sigma_e$, граничного значення пластичної деформації $\varepsilon_{pf}$, питомих робіт загальної A і пластичної $A_p$ деформацій від параметрів мікроструктури композитів даного класу.*

*Встановлено, що у випадку, коли пористий скелет WC(Co) просочено кобальтом (композит з максимальною міцністю), $\sigma_e$ і $\sigma_c$ слабо залежать від розміру зерна WC (в діапазоні від 20 до 80 мкм) і товщини кобальтового покриття $\delta$ (від 1,11 мкм до 7,6 мкм). Пластичність же суттєво зростає зі збільшенням $d_{WC}$ і $\delta$. Аналогічно змінюються значення A і $A_p$. Застосування запропонованого аналітичного методу математичного моделювання допомагає встановити оптимальні структуру, фазовий склад та технологічні параметри при розробці нових матеріалів.*

***Ключові слова:*** *високомодульний скелетний композит на основі WC, міцність, пластичність, структурні характеристики, просочування, аналітичний метод.*

### Вступ

В Інституті надтвердих матеріалів імені В. Н. Бакуля НАН України (ІНМ) проводилися дослідження, спрямовані на отримання нових металокерамічних композитів на основі ультракрупнозернистих порошків карбіду WC, розміри частинок яких значно вищі за 10 мкм

[1]. Продемонстровано великий потенціал цих матеріалів для практичного застосування, оскільки пористі скелетні структури, побудовані на основі таких порошків W та WC, можуть бути інфільтровані розплавами металів, сплавів та органічними матеріалами, що надає їм різних специфічних функціональних властивостей.

Встановлено [2], що використання ультракрупнозернистого порошку WC полегшує нанесення на його частинки безперервного пластичного покриття, що істотно змінює їхню взаємодію в процесі ущільнення та спікання. Отже, відкриваються нові можливості для отримання принципово нових структур металокерамічних композитів. Особливе значення має виробництво композитів з двома різними зв'язуючими фазами – у цьому випадку частинки з'єднані одним матеріалом, а пори заповнені іншим (металом, сплавом, керамікою або органічною речовиною). Використання таких композитних матеріалів, наприклад, для пар тертя, змащених малов'язкими рідинами (вода, бензин, гас, дизельне паливо, кислоти, луги та ін.) призводить до перерозподілу контактного тиску між елементами конструкцій, оскільки модуль пружності WC у кілька разів більший, ніж у сполучного металу. Коефіцієнт тертя між частинками WC змінюється за рахунок нанесення на їхню поверхню покриття або зв'язуючої фази, що заповнює пори і таким чином сприяє підвищенню зносостійкості та корозійної стійкості, а також граничних значень пластичної деформації досліджуваних твердих сплавів [3].

В [2] досліджено вплив структурних параметрів на руйнуюче навантаження під час випробування на стиск частинок WC розміром 80/40 мкм з пластичними покриттями з кобальту, нікелю і міді. А також встановлено закономірності впливу технологічних параметрів під час пресування і спікання на формування мікроструктури пористих скелетних матеріалів, спечених з отриманих частинок. За допомогою математичного моделювання визначено залежність міцності на стиск від мікроструктурних параметрів розглянутих пористих скелетних структур. Отже, дослідження високомодульних скелетних композитів, отриманих методом просочування, є логічним продовженням попередніх робіт.

Вдосконалення методів оцінювання механічних властивостей досліджуваних високомодульних твердих сплавів є актуальним та має велике практичне значення. Оптимізуючи підбір фазових складових та структурних характеристик цих матеріалів, можна суттєво вплинути на підвищення працездатності виготовлених з них деталей та конструкцій. Постійне ускладнення структури трифазного композиту вимагає відповідного розвитку аналітичних алгоритмів для проведення математичного моделювання. Огляд сучасних публікацій свідчить про те, що ця проблема залишається невирішеною. Отже, метою роботи було за допомогою запропонованих розрахункових алгоритмів оцінити рівень міцності за умови випробування на стиск композиту, виготовленого з пористої високомодульної скелетної структури WC(Co) методом просочування. А також дослідити залежність границь міцності $\sigma_c$, пружності $\sigma_e$, граничного значення пластичної деформації $\varepsilon_{pf}$, питомих робіт загальної A і пластичної $A_p$ деформацій від параметрів мікроструктури композитів даного класу.

**Експериментальні дослідження**

За допомогою розробленої методики з ультракрупнозернистих порошків WC (80/40 мкм), на частинки яких попередньо нанесено покриття з Cu, Ni, Co, було виготовлено дослідні зразки циліндричної форми і спечено за температур досягнення твердо- і рідкофазного стану металевої фази. Встановлено, що у разі рідкофазного спікання відбувалася самочинна структуризація матеріалів з WC(Ni), WC(Co) та WC(Cu). Формувалася скелетна структура, пори довільної форми якої були обмежені ланцюжками з частинок WC, скріплених манжетами пластичного металу.

Механізм руйнування під час стискання пористого композиту WC(Cu) суттєво відрізнявся від такого для WC(Ni) або WC(Co). Так, у першому випадку зі збільшенням тиску

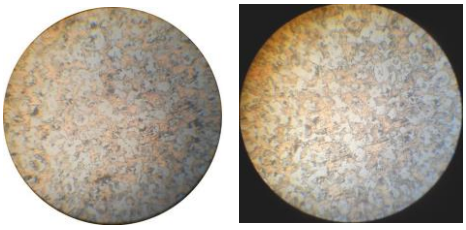
до критичного значення стадія крихкого руйнування не виявлялася, а пластичне руйнування по одній площині ковзання переходило у пластичне руйнування по кількох площинах. Натомість у другому – крихке руйнування по декількох площинах стрибкоподібно переходило у пластичне руйнування по кількох площинах.

Оскільки двофазні пористі скелетні структури WC(Ni), WC(Co) мали міцність при випробуванні на стиск (в залежності від тиску пресування та температури спікання) в 3–10 разів більшу, ніж однофазні з порошків WC без покриттів, вони були використані для просочування розплавом металів. Експериментально встановлено, що для оптимального просочування пористих скелетних структур, наприклад, міддю за температури 1120 ºС необхідно забезпечити витримку протягом 1 хв., а швидкість нагріву – 18ºС/хв. Просочуючий метал брали з надлишком для заповнення всіх пор, враховуючи зміну розмірів зразка внаслідок різних КТР фаз. На рис. 1 представлено зразок після просочення міддю.



*Рис. 1. Характерний вигляд зразка з WC(Co) після просочення міддю*

Мікроструктури просочених міддю зразків з WC(Ni) і WC(Co) практично не відрізнялися між собою (рис. 2).



*а* *б*

*Рис. 2. Просочені міддю скелетні структури, отримані за умови пресування під тиском $p_{пр}$=200 МПа, з різними покриттями частинок WC: а – WC(Ni); б – WC(Co)*

Циліндричні зразки просочених матеріалів зі скелетною структурою на основі WC(Co), WC(Ni) з розміром частинок 80/40 мкм шліфували по торцях і діаметру та випробовували на стиск. У випадку тонкого (0,6 мкм) покриття частинок WC кобальтом і нікелем та просочення міддю, під час випробування зразки руйнувалися на дві частини (рис. 3). Гранична пластична деформація $\varepsilon_{pf}$ при цьому складала 12–14 %. Міцність на стиск зразків, спресованих за більших тисків, збільшувалася. Так, наприклад, зразки WC(Co) (3,2 % Co по масі), просочені міддю за умови пресування під тиском $p_{пр}$=200 МПа, мали границю міцності $R_{cm}$=770 МПа, а усадку Δ=13 %. Для зразків з WC(Ni) (3,5 % Ni по масі), просочених міддю та спресованих з $p_{пр}$=250 МПа, отримали $R_{cm}$=900 МПа і Δ=14,6 %.



*Рис. 3. Руйнування просоченого міддю зразка WC(Co) (3,2 % Co по масі)*

Просочення скелетних структур з WC(Co) з товстим (7 мкм) кобальтовим покриттям, спечених за температури 1150 ºС, призвело до того, що пластична деформація при випробуванні на стиск збільшилася. Мідь частково була видавлена з пор, а навколо зразка в результаті утворилася оболонка товщиною 1–2 мм. (рис. 4). Так, в зразках WC(Co) (28,4 % Co



*а* *б*

*Рис. 4. Зразки WC(Co) (28,4 % Co по масі) після випробування на стиск: а – $p_{пр}$=50 МПа; б – $p_{пр}$=100 МПа*

по масі), спресованих перед спіканням з $p_{пр}$=50 МПа, границя міцності $R_{cm}$=900 МПа, а усадка Δ=40 %., тоді як за умови пресування тиском $p_{пр}$=100 МПа міцність збільшилася до $R_{cm}$=1200 МПа, а усадка склала 35 %. Відносно висока міцність на стиск композитів зі скелетною структурою з крупнозернистого WC(Co), просоченого міддю, поряд з низьким коефіцієнтом тертя вказують на значну перспективу використання даного композита в промисловості.

Для встановлення оптимальних параметрів мікроструктури та фазового складу при розробці нових високомодульних композитних матеріалів даного класу був застосований метод математичного моделювання.

**Теоретичні дослідження**

Для оцінки міцності і пластичності при випробуванні на стиск твердого сплаву, виготовленого з пористої високомодульної скелетної структури WC(Co) методом просочування, запропоновано аналітичний алгоритм, пов'язаний з розв'язанням модельної задачі термопружності [4]. Вважалося, що покриті металом зерна WC утворюють скелет з відповідним значенням коефіцієнта суміжності $C$, а об'ємний вміст фази, використаної для просочування, відповідає початковій пористості основи композиту. Розрахунки проведено для твердого сплаву, пористий скелет якого просочувався кобальтом, що за даними [2] відповідає композиту даного класу з максимальною міцністю.

Для обчислень використовуються: пружні модулі і КТР кобальтової зв'язки (μ = 81,5 ГПа, $K$ = 187,3 ГПа, α= 13,4·10$^{-6}$ К$^{-1}$) [5] і карбідної фази ((μ = 301 ГПа, $K$ = 392 ГПа, α = 5,2·10$^{-6}$ К$^{-1}$) [6]; різниця між кімнатною температурою і температурою, за якої починають виникати залишкові термічні напруження в процесі охолодження на кінцевій стадії спікання $T$ = –700 К [7]. Вихідними даними обчислювального алгоритму є границя міцності $\sigma_c$, границя пружності $\sigma_e$, граничне значення пластичної деформації $\varepsilon_{p,f}$, питома робота загальної деформації $A$ і питома робота пластичної деформації $A_p$.

Залежність пластичної деформації $\varepsilon_p$ від зовнішнього напруження $\sigma$, отримана за алгоритмом з [4], з достатньою точністю апроксимується виразом

$$\varepsilon_p = a_0 + a_1\sigma + a_2\sigma^2 + a_3\sigma^3, \qquad (1)$$

де $\varepsilon_p$ вимірюється в процентах.

Результати обчислень для деяких значень середнього розміру карбідних зерен $d_{WC}$, товщини покриття δ та об'ємного вмісту зв'язки $V_{Co}$=0,3 наведено в табл. 1 і табл. 2.

Таблиця 1. **Значення коефіцієнтів у виразі (1) для $\varepsilon_p$**

| $d_{WC}$ , мкм | δ, мкм | $a_0$ | $a_1$ | $a_2$ | $a_3$ |
|---|---|---|---|---|---|
| 20 | 1,90 | -0,130 | 0,572 | -0,886 | 0,509 |
| 20 | 1,11 | -0,192 | 0,627 | -0,689 | 0,277 |
| 80 | 7,60 | -3,808 | 15,862 | -21,972 | 10,194 |
| 80 | 4,44 | -0,935 | 3,724 | -4,965 | 2,260 |

Таблиця 2. **Деформаційні характеристики при стисканні високомодульних композитів WC(Co), отриманих методом просочування**

| $d_{WC}$, мкм | δ, мкм | $\sigma_e$, ГПа | $\sigma_c$, ГПа | $\varepsilon_{p,f}$, % | $A_p$, МДж/м$^3$ | $A$, МДж/м$^3$ |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 20 | 1,90 | 0,55 | 1,44 | 0,37 | 4,47 | 6,80 |
| 20 | 1,11 | 0,65 | 1,50 | 0,13 | 1,64 | 4,07 |
| 80 | 7,60 | 0,60 | 1,40 | 3,36 | 41 | 43 |
| 80 | 4,44 | 0,60 | 1,45 | 0,92 | 11 | 14 |

Характерними особливостями отриманих результатів (табл. 2) є наступне. Границя міцності $\sigma_c$ не суттєво залежить від таких мікроструктурних параметрів, як середній розмір карбідних зерен $d_{WC}$ і товщина металевого покриття карбідних частинок δ**.** Отже, міцність ультракрупнозернистих твердих сплавів при стисканні мало змінюється зі збільшенням середнього розміру $d_{WC}$ від 20 мкм. Протилежна тенденція спостерігається для пластичності $\varepsilon_{p,f}$ і питомої роботи деформації. Ці характеристики сильно залежать від $d_{WC}$ і δ, збільшуючись при зростанні останніх. Відомо, що питомі роботи деформації $A_p$ і $A$ належать до енергетичних характеристик матеріалу, які визначаються роботою зовнішніх сил, що деформують зразок під час механічного випробовування. Значення цих характеристик обумовлюють також в'язкість матеріалу [8].

**Висновки**

1. Створено аналітичний алгоритм для дослідження міцності і пластичності високомодульного скелетного композиту, що виготовляється методом просочування. В результаті проведених розрахунків для випадку, коли пористий скелет WC(Co) просочено кобальтом, що відповідає композиту з максимальною міцністю, виявлено, що границі пружності і міцності слабо залежать від розміру зерна WC (в діапазоні від 20 до 80 мкм) і товщини кобальтового покриття $\delta$ (від 1,11 мкм до 7,6 мкм), в той час як пластичність суттєво зростає зі збільшенням $d_{WC}$ і $\delta$. Аналогічно змінюються і такі енергетичні характеристики матеріалу як питомі роботи пластичної і повної деформацій. Так, наприклад, для композиту з об'ємним вмістом зв'язки $V_{Co}$=0,3 і $d_{WC}$=80 мкм збільшення товщини покриття з 4,44 мкм до 7,6 мкм підвищує питому роботу пластичної деформації майже в 4 рази (з 11 до 41 МДж/м$^3$).

2. Порівняння експериментальних значень міцності просочених зразків з теоретичними даними показало, що міцність отриманих зразків приблизно на 20% менша за розраховану, що обумовлює необхідність проведення додаткових досліджень.

3. Висока міцність при стиску композитів зі скелетною структурою з крупнозернистого WC(Co), просоченого міддю, поряд з низьким коефіцієнтом тертя вказують на значну перспективу використання даного композита в промисловості.

**N.V. Lytoshenko, O.O. Matvichuk, I.V. Andreiev**

*V.M. Bakul Institute for superhard materials of NAS of Ukraine*

**ESTIMATION OF STRENGTH AND PLASTICITY OF HIGH-MODULAR SKELETAL COMPOSITES OBTAINED BY IMPREGNATION METHOD**

*The task of the scientific research is to evaluate the level of strength under the conditions of compression testing of a hard alloy made of a porous high-modulus skeletal structure based on WC by the seepage method. It is also to investigate the dependence of the limits of strength $\sigma_c$, elasticity $\sigma_e$, the limit value of plastic deformation $\varepsilon_{pf}$, specific works of general deformation A and plastic deformation $A_p$ on the parameters of the microstructure of composites of this class.*

*It was established that in the case when the porous WC(Co) skeleton is impregnated with cobalt (composite with maximum strength), $\sigma_e$ and $\sigma_c$ weakly depend on the size of the WC grain (in the range from 20 to 80 μm) and the thickness of the cobalt coating (from 1, 11 μm to 7.6 μm). Plasticity, on the other hand, increases significantly with an increase in $d_{WC}$ and $\delta$. A and $A_p$ change in the similar way. The application of the proposed analytical method of mathematical modeling helps to establish the optimal structure, phase composition and technological parameters during the development of new materials.*

***Key words:*** *high-modulus skeletal composite based on WC, impregnation method, strength, plasticity, structural characteristics, analytical method.*

## Література

1. Bondarenko V.P., Andreyev I.V., Savchuk I.V., Matviichuk O.O., Ievdokymova O.V., Galkov A.V. Recent researches on the metal-ceramic composites based on the decamicron-grained WC // Int. J. Refract. Hard. Met. –2013. –V. 39. – P. 18–31.
2. Андреєв І.В., Матвійчук О.О., Литошенко Н.В., Гнатенко І.О., Євдокімова О.В. Мікроструктура і властивості пористих скелетних композитів на основі ультракрупнозернистого карбіду вольфраму з металевим покриттям // Надтверді матеріали. – 2022. – № 4. – С. 49–61.
3. Бондаренко В.П. Триботехнические композиты с высокомодульными наполнителями. – К.: Наукова думка, 1987. – 232 с.
4. Головчан В.Т., Литошенко Н.В. О прочности твердых сплавов системы WC–Co // Современные спеченные твердые сплавы / Н.В. Новиков (ред.). – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля, 2008. – С. 298–312.
5. Литошенко Н.В. Оценка условного предела упругости твердого сплава WC–Co при растяжении // Проблемы прочности. – 1999. – № 6. – С. 116–122.
6. Bondarenko V.P., Litoshenko N.V. Residual thermal stresses in a three-phase cermet composite with a layer-structured refractory component // J. Superhard Mater. – 2019. – V.41, N. 5. – P. 364–368.
7. Туманов В.И., Креймер Г.А., Сафонова О.С. Прочностные и пластические свойства твердых сплавов WC–Co при сжатии // Изв. АН СССР. Металлы. – 1969. – № 4. – С. 249–252.
8. Фридман Я.Б. Механические свойства металлов. Часть 1. Деформация и разрушение – М: Машиностроение. – 1974. –472 с.

*Надійшла 12.08.22*

## References

1. Bondarenko, V.P., Andreyev, I.V., Savchuk, I.V., et al. (2013). Recent researches on the metal-ceramic composites based on the decamicron-grained WC. *Int. J. Refract. Hard. Met. 39*, 18–31.
2. Andreyev, I.V., Matviichuk, O.O., Lytoshenko, N.V., et al. (2022). Mikrostruktura i vlastuvosti porustuh srtletnuh kompozutiv na osnovi ultrokrupnozernustogo karbidu volframu z metalevum pokruttam [Microstructure and properties of porous skeletal composites based on the ultracoarsegrained tungsten carbide with metal coating]. *Nadtverdi materialu – Superhard materials, 4*, 1–14. [in Ukrainian].
3. Bondarenko, V.P. (1987). *Tribotehnicheskie kompozity s vusokomodulnumi napo-lnitelami [Tribotechnical composites with high modulus fillers]*.– Kiev: Naukova dumka [in Russian].
4. Golovchan, V.T., & Lytoshenko, N.V. (2008). O prochnosti tverdukh splavov sistemy WC–Co [On the strength of hard alloys of the WC– system Co]. Sovremennye spechennye tverdye splavy [Modern Sintered Carbide]. N.V. Novikov (Ed.); ISM im. V.N. Bakulia NAN Ukrainy. Kiev [in Russian].
5. Lytoshenko, N.V.(1999).Otsenka uslovnoho predela upruhosti tverdoho splava WC–Co pri rastahenii [Estimation of the conditional elastic limit of the hard alloy WC–Co during stretching]. *Problemy prochnosti – Strength issues, 6,* 116–122 [in Russian].
6. Bondarenko, V.P., & Litoshenko N.V. (2019). Residual thermal stresses in a three-phase cermet composite with a layer-structured refractory component. *J. Superhard Mater., 41, 5,*

364–368.
7. Tumanov, V.I., Kreimer, G.A., & Safonov, O.S. (1969). Prochnostnye i plasticheskie svoictva tverdyh splavov WC–Co pri szhatii [Durability and plasticity properties of WC–Co hard alloys under compression.] *Izvestiia AN SSSR. Metalurhiia – Proceedings of the Academy of Sciences of the USSR. Metallurgy, 4,* 249–252 [in Russian].
8. Fridman, J.B. (1974). *Mekhanicheskie svoistva metalov [Mechanical properties of metals]*. (Vols. 1–2). M.: Mashinostroenie [in Russian].

УДК 544.1;538.9 DOI: 10.33839/2708-731X-24-1-265-271

**С.О. Лисовенко**[1] , **О.С. Роїк**[2] , кандидати хімічних наук **І.О. Гнатенко**[1], **І.В. Андреєв**[1], **О.С. Осіпов**[1], кандидати технічних наук

*[1]Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська 2, 04074 м. Київ, e-mail: gnatenko_i@ukr.net*
*[2]Київський Національний Університет імені Тараса Шевченка, просп. Академіка Глушкова 4, 03127 м. Київ, Україна*

## ОСОБЛИВОСТІ РЕНТГЕНОГРАФІЧНОГО ВИВЧЕННЯ ФАЗОВОГО СКЛАДУ СПЕЧЕНОГО ТВЕРДОГО СПЛАВУ WC–6Co, ОБРОБЛЕНОГО В АПАРАТІ ВИСОКОГО ТИСКУ ТИПУ «ТОРОЇД»

*Тверді сплави системи WC–6Co, що застосовуються для виготовлення матриць типу «ковадло із заглибленням» в апаратах високого тиску, працюють в умовах циклічних навантажень під високим тиском (до 1–10 ГПа) та високою температурою (1000–1700 °С). Тому важливою задачею роботи було визначити зміни у фазовому складі матеріалу або в окремих його компонентах, що працюють за таких умов. Для цього застосовували рентгенографічний метод аналізу матеріалів. Встановлено, що в результаті дії високого тиску (8 ГПа) та високої температури (1550 °С в 1 та 2 цикли навантаження) на твердий сплав фазовий склад матеріалу залишається незмінним, нових фаз не виникає. В результаті аналізу помічено відмінності в отриманих результатах у залежності від якості підготовки поверхні зразка перед проведенням зйомки. Тому в даній роботі показано вплив якості обробки поверхні досліджуваних зразків на визначення їх фазового складу. Чим вища якість підготовленої поверхні, тобто поверхні зразка де готувався шліф (дзеркальна поверхня без подряпин та з мінімальною шорсткістю, менше 1 мкм), тим точнішими будуть результати вимірювання ширини піків, а також їх кількість та якість. При зйомці поверхні зразка твердого сплаву WC–6Co безпосередньо після грубого шліфування алмазними кругами зернистістю більше 120 мкм було отримано рентгенограми з широкими піками, що призводило до злиття близько стоячих.*

***Ключові слова:*** *рентгенофазовий аналіз, твердий сплав, шорсткість поверхні, ширина піків, апарат високого тиску, обробка під тиском*

Тверді сплави часто застосовуються як конструкційні елементи в апаратах високого тиску (АВТ) при синтезуванні різного роду матеріалів (синтетичні алмази, кубічний нітрид бору та матеріали на його основі, алмазні композиційні твердосплавні матеріали та інше). Зазвичай, це матриці різних типів (чечевиця, ковадло із заглибленням) в апаратах високого тиску типу «Тороїд» або пуансони в багатопуансонних апаратах високого тиску типу *Walker* або типу *Kawai*, що працюють в умовах високих тисків (до 10 ГПа) та високих температур (до 2000 °*С*) і

витримують декілька циклів навантажень за таких умов. Тому пошук шляхів збільшення ресурсу роботи даних твердосплавних матеріалів і досі є актуальним [1–4]. Саме з цією метою проводяться дослідження з визначення впливу циклічних баротермічних навантажень (1 та 2 цикли) на зміну фазового складу твердого сплаву WC–6Co. З метою визначення такого впливу та розуміння процесів, що відбуваються внаслідок дії високого тиску та температури на матеріал, важливо фіксувати мінімальні відхилення від вихідного стану матеріалу.

Одним зі способів дослідження твердих сплавів системи WC–6Co є рентгенодифракційний аналіз, який включає не лише фазовий якісний (за положенням піків) та кількісний (за їх площею), а й аналіз величини когерентних блоків та мікронапружень (за їх формою). Тому проведення рентгенофазового аналізу з метою визначення змін в кристалічних гратках компонентів матеріалу має бути максимально точним. В даній роботі показано, як шорстка поверхня негативно впливає на результати зйомки твердосплавних зразків на θ-θ дифрактометрі. В роботі було проведено рентгеноструктурні дослідження спечених зразків із твердого сплаву WC–6Co (після обробки в апараті високого тиску типу «ТОРОЇД»).

**Методика проведення досліджень**

В якості вихідних були використані порошкові суміші твердих сплавів WC–6Co серійного виробництва (СТП 00196144-0727-2004), виробник ВАТ «Кіровградський завод твердих сплавів» та ДНВП «Алкон-твердосплав» концерну «АЛКОН» НАН України. В роботі використовували суміші середньозернистих ($d_{WC}$ = 2,0 ± 0,2 мкм) сплавів. Спресовані зразки у вигляді циліндрів Ø 10 мм і висотою 7,5 мм сушили в електричній шафі при температурах 100–120 °*C* протягом 24 годин, а потім піддавали попередньому спіканню (нормалізації) при температурі 1060 °*C* в графітовій крупці в водневому середовищі. Кінцеве спікання зразків проводили в середовищі вакууму з витримкою 30 хв. при температурі 1450 °C.

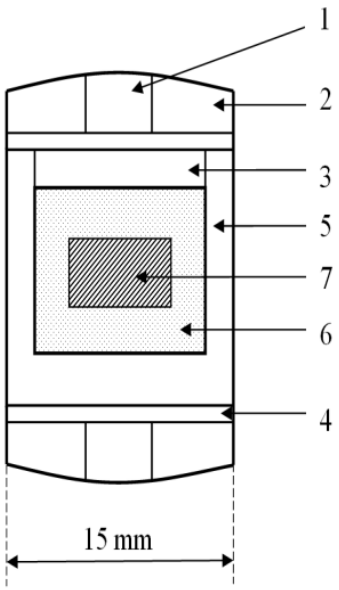



*Рис. 1. Схема оснащення комірки високого тиску: 1 – $ZrO_3$ (40 об. %) + графіт (60 об. %); 2 – пірофіліт; 3 – графітовий диск; 4 – Mo, товщина 0,2 мм; 5 – графітовий стакан (нагрівач); 6 – CsCl; 7 – зразок WC–6Co*

Термобаричну обробку (НРНТ) зразків із спечених твердих сплавів здійснювали в апараті високого тиску типу «Тороїд-30». Схему комірки високого тиску наведено на рис. 1.

Такі конструкційні елементи як матриці витримують не один цикл навантажень при їх експлуатації. Тому твердосплавні зразки з сплавів WC-6Co, які піддавалися баротермічній (НРНТ) обробці, за визначених умов (тиску 8 ГПа та температури 1550 °*C*) було повторно оброблено в 1 (партія 7) та 2 (партія 8) цикли навантаження в АВТ.

Спечені твердосплавні зразки до та після кожного циклу НРНТ обробки досліджувалися із застосуванням методу рентгенофазового аналізу.

Для проведення досліджень спечені зразки піддавали шліфуванню та поліруванню. Для циліндричних зразків непаралельність і не перпендикулярність не повинні перевищувати 0,01

мм або 10 мкм. Режим алмазного шліфування повинен забезпечувати відсутність на зразках шліфувальних мікротріщин і припікання. Процес шліфування – це послідовне стирання поверхні зразка алмазним абразивним інструментом на плоскошліфувальних верстатах різної конструкції; мінімальна шорсткість поверхні, що досягається на верстаті, становить 80–120 мкм.

Для досягнення максимальної чистоти поверхні, без подряпин, на поверхні попередньо шліфованого зразка готується шліф (полірована до дзеркального блиску поверхня). Операцію полірування виконують алмазною пастою АСМ 1/0 на колі, обтягнутому фетром. Операція полірування повинна виконуватись так, щоб шліфи не нагрівались вище 50 °С. Якість виготовленого шліфа перевіряється під мікроскопом при збільшенні 100–200 разів. Поверхня зразка не повинна мати рисок і подряпин, а також слідів вимивання або викришування структурних складових; мінімальна шорсткість має становити менше мкм.

Підготовлені зразки знімались в MoK$\alpha$ випромінюванні на установці ДРОН-3. Фокусування за Брегом-Брентано. Щілини: 1 мм — на коліматорі, 0,5 мм — на детекторі, горизонтальна щілина — 6мм. Реєстрація рентгенівського випромінювання здійснювалась з використанням сцинтиляційного блоку детектування БДС-6-05. Зйомка проводилась по точках.

Розрахунки проводились з допомогою програми XRCEA, яку розробляє один з авторів; її можна завантажити за посиланням: https://github.com/Lysovenko/XRCEA.

Програма дозволяє:

- порівнювати рентгенограму з наявними в базі даних шаблонами;
- аналітично розраховувати фон дифрактограми;
- знаходити позиції рефлексів або уточнювати їх, якщо вони грубо наперед задані, з використанням методу Нелдера – Міда;
- знаходити параметри комірки.

В даній роботі показано, як шорстка поверхня негативно впливає на результати зйомки твердосплавних зразків на θ-θ дифрактометрі.

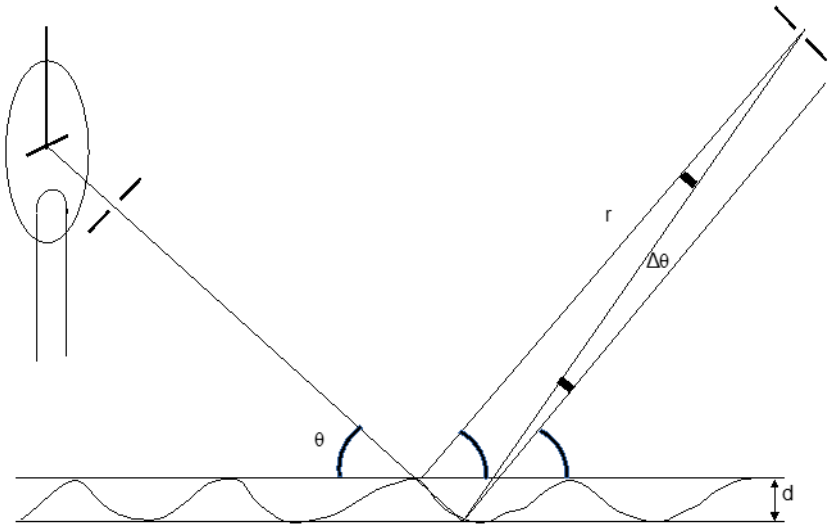



*Рис. 2. Відбиття рентгенівських променів шорсткою поверхнею*

В роботах [5–7] на прикладі порошків показано вплив неоднорідності зразка на криву поглинання рентгенівських променів. Зі зменшенням кута розсіювання посилюється поглинання променів в порошку. Таким чином, при роботі з порошками та шорсткими поверхнями потрібно вносити поправку на поглинання, якщо площа/висота досліджуваних піків важлива.

На рис. 2 показана схема ходу рентгенівських променів в θ-θ дифрактометрі при зйомці зразка з шорсткою поверхнею.

З показаної на рис. 2 схеми можна вивести таке рівняння:

$$tg(\Delta\theta) = \frac{dsin(2\theta)}{\left(r - \frac{dcos(2\theta)}{sin(\theta)}\right)sin(\theta)} \quad (1)$$

де Δθ – похибка кута розсіювання, яка виникає при відбитті з дна подряпини з глибиною *d,* θ – кут розсіювання рентгенівських променів. Вклад шорсткості в розширення піків зменшується зі зростанням кута розсіювання рентгенівських променів (2θ). Коефіцієнт поглинання MoK$\alpha$ випромінювання для Co – достатньо високий (40.40 ± 0.32 см$^2$/г), щоб рентгенівські промені заходили на невелику глибину, порівняно з глибиною подряпин від шліфування. Тому шорсткість сприяє збільшенню глибини проникнення променів, а отже, збільшенню Δθ.

**Результати дослідження**

Порівняння рентгенограм зразків наведено на рис. 3.

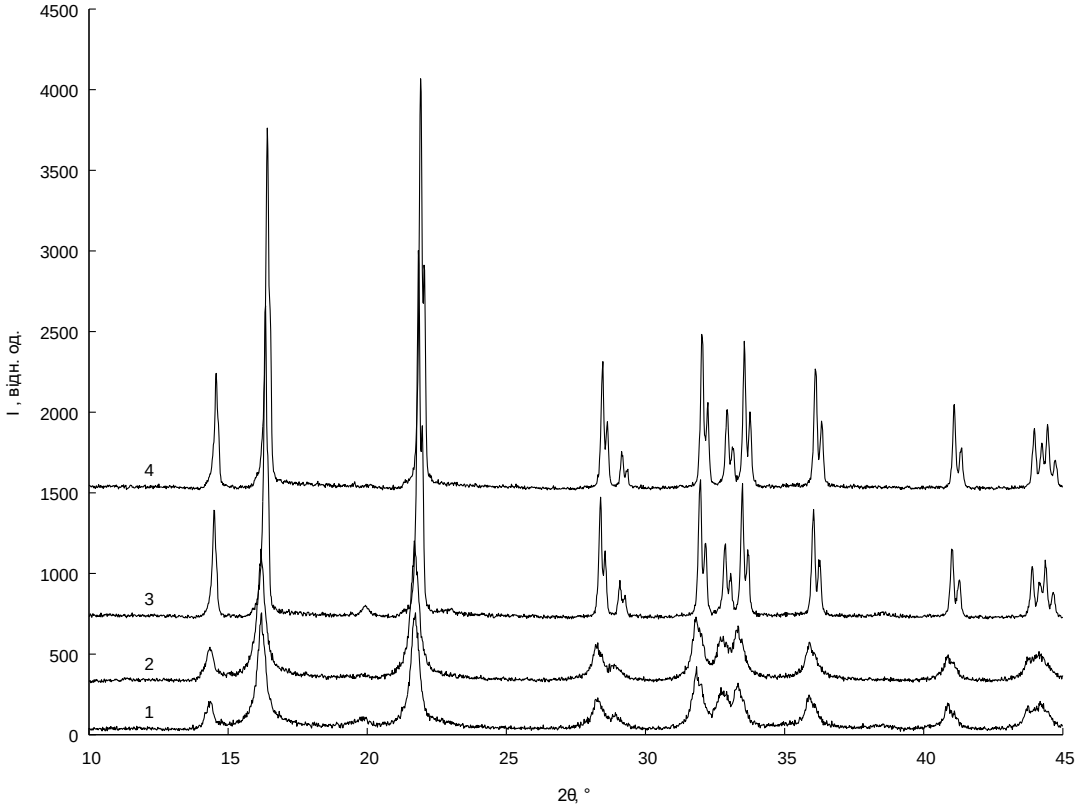



*Рис. 3. Порівняння рентгенограм зі шліфованою та полірованою поверхнею. 1 – зразок 7 після шліфування, 2 – зразок 8 після шліфування, 3 – зразок 7 після полірування, 4 – зразок 8 після полірування*

З рис. 3 видно, що у полірованих зразків (криві 3, 4) піки настільки вузькі, що MoKα-дублети починають візуально проявлятись при вже 28°, тоді як у відшліфованих піки (2 1 0) (43,89°) та (2 0 2) (44,33°) злились в одну широку лінію (криві 1, 2).

Аналіз наведених рентгенограм показав, що якість підготовки поверхні дослідного зразка (з шліфом або без нього) може істотно спотворювати результати рентгеноструктурного аналізу, що призведе до хибних висновків і може вплинути на подальший хід досліджень.

При зйомці поверхні зразка твердого сплаву WC–6Co безпосередньо після грубого шліфування алмазними кругами зернистістю більше 120 мкм було отримано рентгенограми з широкими піками, що призводило до злиття близько стоячих.

Також в результаті проведених досліджень визначено оптимальні умови зйомки, за яких встановлено, що застосування HPHT обробки до вже спечених твердих сплавів WC–6Co веде до зміни одного з параметрів кристалічної ґратки карбіду вольфраму; застосування повторного циклу HPHT обробки також сприяє подальшому зменшенню параметру *c*.

Аналіз наведених рентгенограм показав, що внаслідок другого циклу HPHT обробки досліджуваних сплавів піки ліній WC (002, 200, 102, 201 та 112) стали менш вираженими та більш розмитими. Це вказує на те, що зміни відбуваються на рівні кристалічної ґратки карбіду WC.

В роботі було визначено та співставлено між собою параметри кристалічної ґратки карбіду вольфраму для всіх циклів баротермічної обробки, результати наведено на рис. 4.

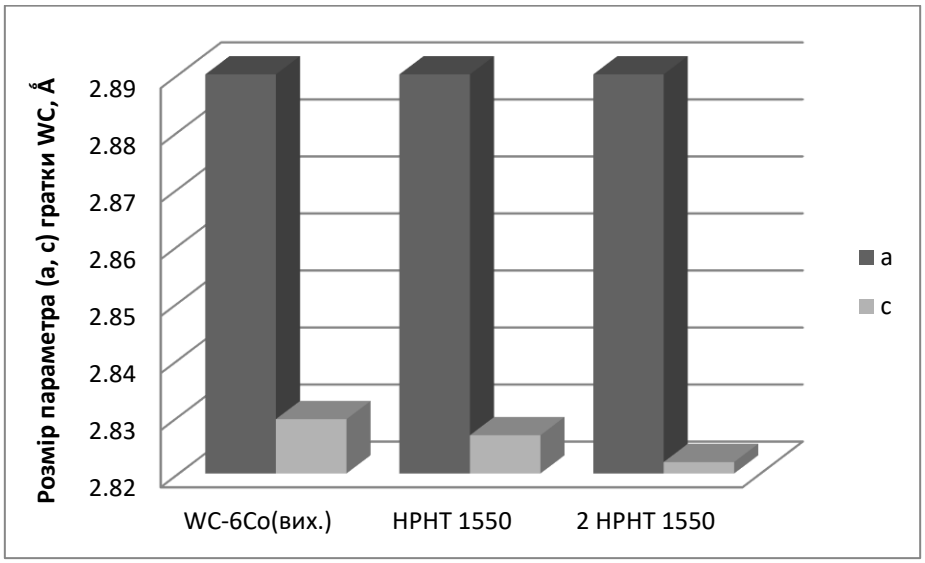



*Рис. 4. Значення параметрів «a» та «c» кристалічної ґратки карбіду WC, що входить до складу твердих сплавів WC–6Co*

Помітно, що зміни дуже відносні, проте тенденція до стиснення кристалічної ґратки карбіду простежується, і особливо це помітно саме після 2 циклу навантаження. Кожна наступна обробка впливає на кристалічну ґратку карбіду вольфраму, що поступово може змінювати його геометрію. Тобто, з кожним наступним циклом навантаження на матеріал відбуваються незворотні зміни в будові карбіду вольфраму, що може відображатися і на напруженому стані матеріалу в цілому.

**Висновки**

1. Визначено фазовий склад твердого сплаву системи WC-6Co після баротермічної обробки в апараті високого тиску типу «ТОРОЇД». Встановлено, що в результаті дії високого тиску (8 ГПа) та високої температури (1550 °*C* в 1 та 2 цикли навантаження) на твердий сплав фазовий склад матеріалу залишається незмінним, нових фаз не виникає.

2. Чим вища якість підготовленої поверхні, тобто поверхні зразка де готувався шліф (дзеркальна поверхня без подряпин та з мінімальною шорсткістю, менше 1 мкм), тим точнішими будуть результати вимірювання ширини піків, а також їх кількість та якість.

3. При зйомці поверхні зразка твердого сплаву WC–6Co безпосередньо після грубого шліфування алмазними кругами зернистістю більше 120 мкм було отримано рентгенограми з широкими піками, що призводило до злиття близько стоячих.

4. При порівнянні результатів досліджень, особливо при визначенні впливу тих чи інших технологічних факторів на зміну структури та фазового складу твердосплавних матеріалів, слід зважати на якість підготовленої поверхні зразків. Чим менша шорсткість, тим вища якість зйомки.

**S. O. Lysovenko[1], O.S. Roik[2], I.O. Hnatenko[1], I.V. Andreiev[1], O. S. Osipov[1]**

*[1]V.M. Bakul of Institute of Superhard Materials NAS of Ukraine*
*[2]Kyiv National University of Taras Shevchenko*

**FEATURES OF THE X-RAY STUDY OF THE PHASE COMPOSITION OF THE SINTERED WC–6Co CEMENTED CARBIDES AFTER HIGH PRESSURE TREATMENT IN APPARATUS OF THE «TOROID» TYPE**

*Cemented carbides of the WC–6Co system, used for the manufacture of dies of the «anvil with recess» type in high-pressure devices, work under the conditions of cyclic loads under high pressure (up to 1–10 GPa) and at high temperature (1000–1700 °C). Therefore, an important task of the work was to determine changes in the phase composition of the material or in its individual components operating under such conditions. For this, the X-ray method of material analysis was used. It was established that as a result of the action of high pressure (8 GPa) and high temperature (1550 °C in 1 and 2 load cycles) on a WC–Co cemented carbides, the phase composition of the material remains unchanged. As a result of the analysis, differences in the obtained results were noticed depending on the quality of the preparation of the surface of the sample before the shooting. Therefore, this work shows the influence of the quality of the surface treatment of the studied samples on the determination of their phase composition. The higher the quality of the prepared surface is, that being the surface of the sample where the grind was prepared (mirror surface without scratches and with minimal roughness, less than 1 μm), the more accurate the results of measuring the width of the peaks will be, as well as their number and quality. During X-ray imaging the surface of the WC–6Co hard alloy sample immediately after rough grinding with diamond wheels with a grain size of more than 120 μm, X-ray patterns with broad peaks were obtained, which led to the fusion of closely spaced ones.*

***Key words:*** *X-ray phase analysis, cemented carbide, surface roughness, peak width, high-pressure apparatus, high-pressure treatment*

**Література**

1. Ishii T., Liu Z., Katsura T. A. Breakthrough in Pressure Generation by a Kawai-Type Multi-Anvil Apparatus with Tungsten Carbide Anvils // Engineering. – 2019. – Vol. 5, N 3. – P. 434–440.
2. Ishii T., Shi L., Huang R., Tsujino N., Druzhbin D., Myhill R., Li Y., Wang L., Yamamoto T., Miyajima N., Kawazoe T., Nishiyama N.,. Higo Y., Tange Y., Katsura T. Generation of pressures over 40 GPa using Kawai-type multi-anvil press with tungsten carbide anvils // Review of scientific instruments. – 2016. – Vol. 87, N 2 . – 024501.
3. Wada K., Yagi T., Gotou H., Iizuka R., Kawakami M., Kitamura K., Hayashi K. Development of new WC–Ni hardmetals for use in high pressure experiments // High Pressure Research. – 2015. – Vol. 35, N 3. – 263–272.
4. Hnatenko, I. O., Andreyev, I. V. & Bondarenko V.P. Analyzing the Effect of High Pressures and Temperatures on the Formation of the Structure and Properties of WC–Co Hard Alloys // Journal of Superhard Materials. – 2021. – Vol. 43, N 4. – P. 261–264.
5. Ungar T. Microstructural parameters from X-ray diffraction peak broadening // Scripta Materialia — 2004. — 51, N 8. — P. 777–781
6. Hermann H., Ermrich M. Microabsorbtion of X-ray intensity in randomly packed powder specimens // Acta Cryst. – 1987. – Vol. A43. – P. 401–405.

7. Scarlett, N., Madsen, I. Effect of microabsorption on the determination of amorphous content via powder X-ray diffraction // Powder Diffraction, - 2018. – 33, N 1. – P. 26–37.

*Надійшла 21.08.22*

**References**

1. Ishii, T., Liu, Z., & Katsura, T. A. (2019). A Breakthrough in Pressure Generation by a Kawai-Type Multi-Anvil Apparatus with Tungsten Carbide Anvils. *Engineering*, *5*, *3*, 434–440.
2. Ishii, T., Shi, L., Huang, R.,et al. (2016). Generation of pressures over 40 GPa using Kawai-type multi-anvil press with tungsten carbide anvils. *Review of scientific instruments*, *87*, *2*, 024501.
3. Wada K., Yagi T., Gotou H., et al. (2015). Development of new WC–Ni hardmetals for use in high pressure experiments. *High Pressure Research*, *35*, *3*, 263–272.
4. Hnatenko, I. O., Andreyev, I. V. & Bondarenko V.P.(2021) Analyzing the Effect of High Pressures and Temperatures on the Formation of the Structure and Proerties of WC–Co Hard Alloys. *Journal of Superhard Materials, 43, 4*, 261–264.
5. Ungar, T. (2004). Microstructural parameters from X-ray diffraction peak broadening. *Scripta Materialia, 51, 8,* 777–781.
6. Hermann, H., & Ermrich, M. (1987). Microabsorbtion of X-ray intensity in randomly packed powder specimens. *Acta Cryst., A43*, 401–405.
7. Scarlett, N., & Madsen, I. (2018). Effect of microabsorption on the determination of amorphous content via powder X-ray diffraction. *Powder Diffraction, 33, 1*, 26–37.

УДК 669.018.25 DOI: 10.33839/2708-731X-24-1-271-285

**В.П. Ботвинко**, канд. техн. наук

*Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України,*
*вул. Автозаводська, 2, 04074 м. Київ, e-mail: tverdosplav@ism.kiev.ua*

# ПІДВИЩЕННЯ ЗНОСОСТІЙКОСТІ ШЛІФОВАНИХ РІЖУЧИХ ПЛАСТИН З ТВЕРДИХ СПЛАВІВ ШЛЯХОМ ХІМІЧНОЇ ОБРОБКИ

*Розроблено метод підвищення зносостійкості шліфованих ріжучих пластин з твердих сплавів Т5К10 шляхом хімічної обробки (пасивації) з метою створення твердого поверхневого шару із карбідів WC, (Ti,W)C з високоточним рівнем дискретності, який міцно з'єднаний з основою інструменту. При хімічній обробці частково видаляється кобальт з поверхневого шару інструменту з утворенням міцно зчеплених з карбідним скелетом сплаву солей тугоплавких металів кобальту, вольфраму та титану, які можуть служити в якості антифрикційних присадок і гальмувати процес адгезії ріжучого клина із стружкою з утворенням наросту.*

***Ключові слова:*** *тверді сплави, ріжучі пластини, хімічна обробка, карбідний скелет*

## Вступ

Для підвищення експлуатаційних властивостей твердосплавних виробів після їх спікання часто використовують додаткові технологічні операції. Наразі актуальною є

додаткова обробка поверхні виробу з метою зміни стану поверхні, наприклад, застосування покриттів із тугоплавких карбідів, нітридів, оксидів, карбонітридів та їх шаруватих структур [1–10]. У 1969 році фірми «Крупп» та «Сандвік» отримали твердосплавні пластини, покриті карбідом титану із газової фази. У 1988 році фірма «Сандвік» виготовила вставки бурового інструменту з більшим вмістом кобальту всередині вставки та меншим у поверхневому шарі. Головна ідея цих технологій полягає в отриманні твердосплавних виробів із твердим зносостійким поверхневим шаром та міцною в'язкою серцевиною. Найбільше підвищують довговічність твердосплавних виробів дискретні карбідні покриття. На сьогоднішній день практично всі провідні виробники твердосплавних різальних інструментів наносять на робочі поверхні захисні, зносостійкі покриття. Найбільш часто покриття наносять PVD, CVD методами, які вимагають використання складного унікального обладнання.

Процес різання характеризується наявністю високих контактних тисків, великих питомих сил тертя та деформацій, а також високих контактних температур супроводжуються високими нормальними тисками, що перевищують границю текучості [1–4].

При таких тисках на інструменті може утворитися наріст (схоплювання) [1–4], видалення якого призводить до передчасного виходу інструмента із ладу.

**Методика експерименту**

Ріжучі пластини із твердого сплаву марки Т5К10, висхідні та зміцнені хімічною обробкою, пройшли топографічні дослідження поверхні та визначення зносостійкості випробування в умовах ІНМ ім. В.М. Бакуля НАН України.

Топографічні дослідження зразків твердого сплаву проводилися за допомогою безконтактного інтерференційного нанопрофілометр *Micron-Alpha*.

Нанопрофілометр *Micron-Alpha* призначений для відтворення нано- та мікротопографії поверхні методом обробки послідовності інтерференційних даних при частково когерентному освітленні.

Нанопрофілометр дозволяє:

– будувати 2D та 3D зображення поверхні;
– кількісно оцінювати топографію та характеристики шорсткості поверхні.

Токарна обробка проводилась у відділі №18 ІНМ ім. В.М. Бакуля НАН України на токарно-гвинторізному верстаті ФТ11 з використанням державок (ISO 1832-85) з механічним кріпленням ріжучих пластин.

Ріжучі пластини типу RNMN 120400T мали форму рівностороннього трикутника. Геометричні параметри пластин – розмір сторони 5 мм, товщина 3 мм, зміцнююча фаска 0,4 мм.

Порівняння працездатності зміцнених пластин проводили з висхідними пластинами тієї же партії.

Дослідні пластини із сплавів Т5К10 випробовувались при чистовому точінні виготовлених із загартованої сталі ХВГ валів діаметром 89 мм та довжиною 400 мм. Пластини встановлювали в різець з механічним кріпленням, що забезпечувало такі геометричні параметри різальної частини – задній кут $\gamma$=-10°, передній кут $\alpha$=10°. За критерій зносу було прийнято знос пластин по задній поверхні 0,4 мм. Режими різання: швидкість різання $v$ =86 м/хв, подача – $S$=0,17 мм/об, глибина різання $t$=0,25 мм. Різання проводили без охолодження. Різання проводили трьома вершинами кожної пластини і розраховували середнє значення.

Перед обробкою ріжучі пластини знежирювались бензином та спиртом. Хімічна обробка (пасивація) робочих поверхонь твердосплавних ріжучих пластин з висхідних (пластина 1) сплавів Т5К10 проводилась розчинами кислот – плавикової HF, азотної $HNO_3$, фосфорної $H_3PO_4$ – в спирті (пластина 2), розчином хлорного заліза $FeCl_3$ в соляній кислоті HCl

(пластина 3), розчином хлорного заліза $FeCl_3$ в HCl та реактивом Муракамі (пластина 4), з метою створення зносостійкого поверхневого шару [11–12].




*Рис. 1. Зображення відсканованої поверхні пластини 1 (висхідної)*

Хлорне залізо $FeCl_3$ для підвищення його окислювальної здатності насичують соляною кислотою. Хлорне залізо активно вступає в реакцію з металевою зв'язкою, при цьому не діє на карбід вольфраму. Насичений розчин $FeCl_3$ в соляній кислоті вважається кислотним окисником.

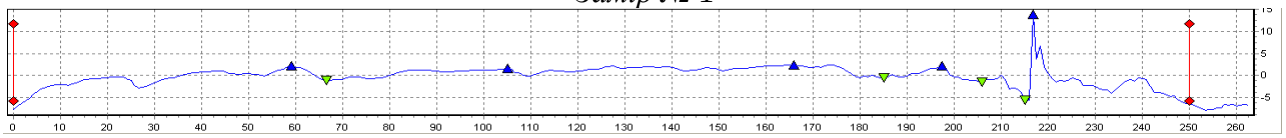
Реактив Муракамі створений таким чином, що в процесі поєднання компонентів (червоної кров'яної солі та лугу) відбувається реакція окислення з виділенням активного кисню, який окислює тільки границі зерен WC, і при цьому не взаємодіє з металевою зв'язкою. Реактив Муракамі вважається лужним окисником.

**Результати дослідження та їх обговорення**

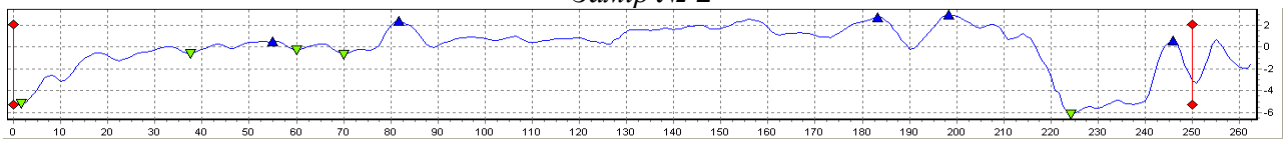
Випробувались на стійкість при різанні пластини (03114–120401) із сплавів Т5К10, виготовлені на Кіровградському комбінаті твердих сплавів. Випробування на зносостійкість висхідних та зміцнених пластин проводилися при точінні загартованої сталі ХВГ (220−240 НВ). Результати досліджень наведені на рис. 1–12, табл. 1–5.

Топографічні характеристики поверхні пластин визначали по 5 лініях (рис. 1), 3D–зображення поверхні пластини 1 наведено на рис. 1, профілограми наведено на рис. 2, а результати обробки профілограм – в табл. 1.

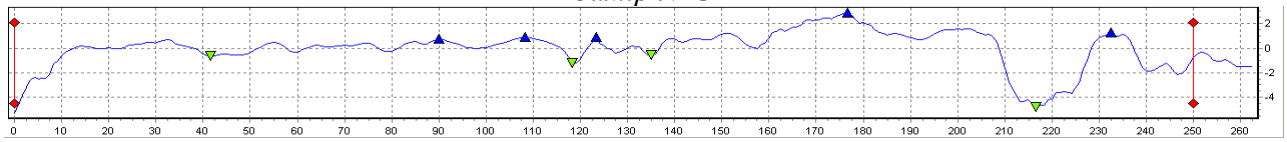
*Замір № 1*



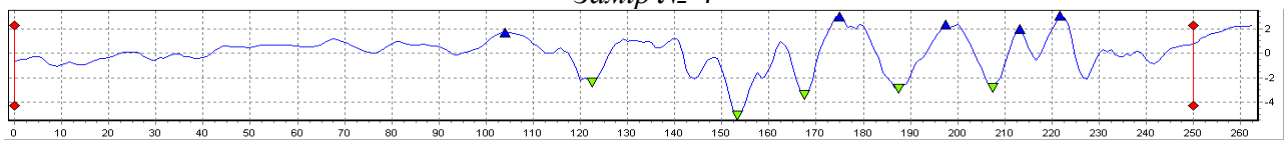
*Замір № 2*



*Замір № 3*



*Замір № 4*



*Замір № 5*

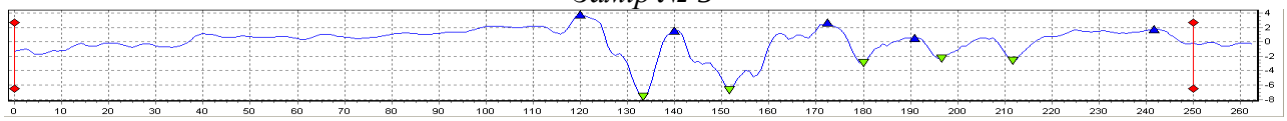


*Рис. 2. Профілограми шорсткості поверхні висхідної пластини*

Таблиця 1. **Результати вимірювання параметрів шорсткості поверхні висхідної пластини**

| № досл. | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | Ср. |
|---|---|---|---|---|---|---|
| *Rz* | 7,7 | 4,4 | 3,9 | 5,7 | 6,5 | 5,6±1,2 |
| *Ra* | 1,6 | 1,6 | 1,0 | 1,0 | 1,443 | 1,3±0,2 |
| *Rq* | 2,2 | 2,2 | 1,5 | 1,3 | 1,9 | 1,8 |
| *Rt* | 7,6 | 6,2 | 5,3 | 5,1 | 7,6 | 6,4 |

*Тут і в наступних таблицях: Rz – висота нерівностей, мкм; Ra – середнє арифметичне відхилення профілю, мкм; Rq – середнє квадратичне відхилення; Rt – максимальна висота нерівностей профілю.*

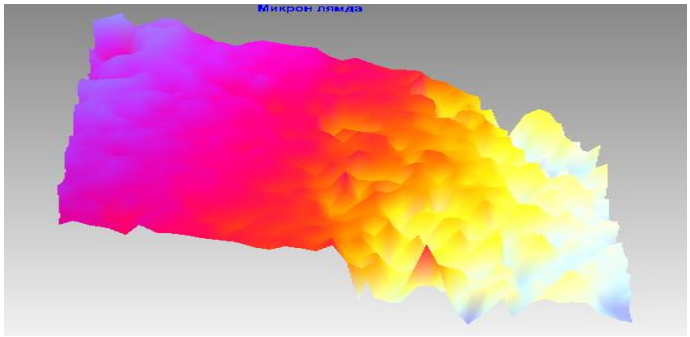



*Рис. 3. 3-D зображення відсканованої поверхні висхідної пластини*

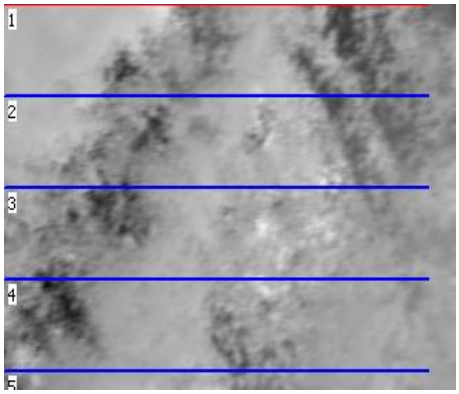
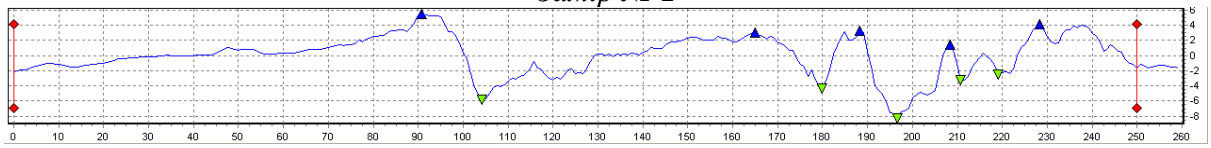
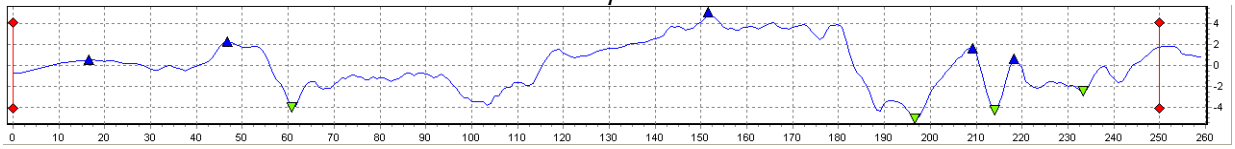



*Рис. 4. Зображення відсканованої поверхні пластини 2 (після обробки розчинами кислот $HF+HNO_3,+H_3PO_4$)*

*Замір № 1*



*Замір № 2*



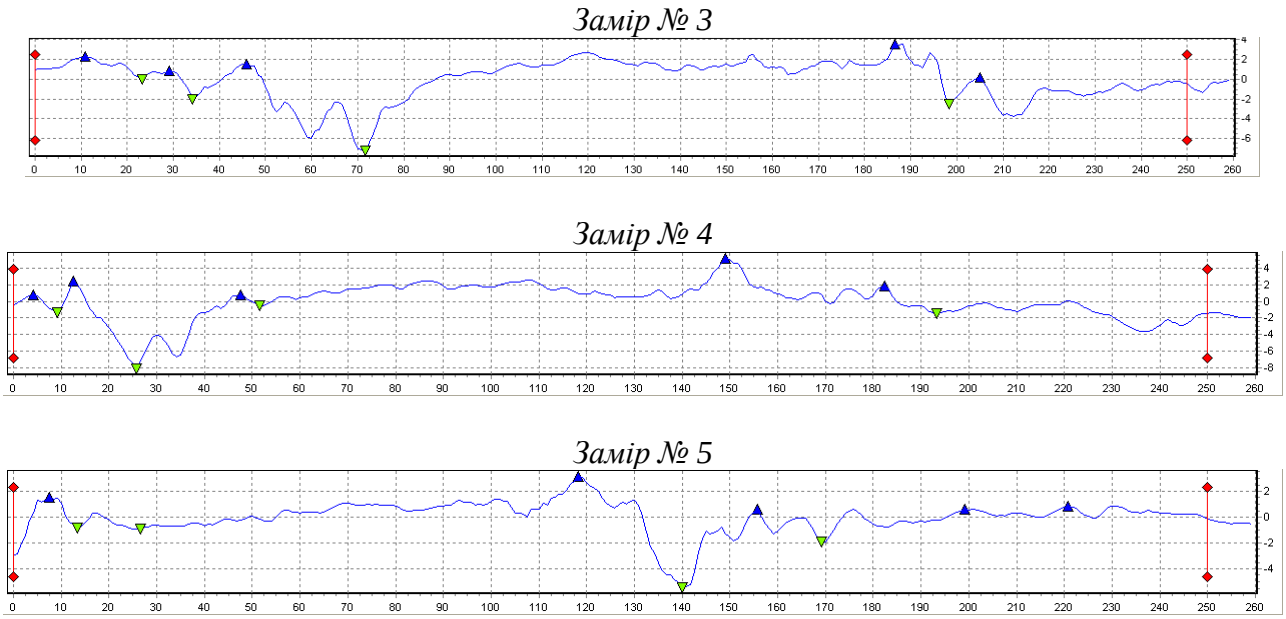



*Рис. 5. Профілограми шорсткості поверхні ріжучої пластини 2 (після обробки розчинами кислот)*

Таблиця 2. **Результати вимірювання параметрів шорсткості поверхні пластини 2 після обробки розчинами кислот**

| № досл. | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | Ср. |
|---|---|---|---|---|---|---|
| *Rz* | 8,4 | 5,3 | 4,6 | 4,6 | 3,8 | 5,3±1,2 |
| *Ra* | 2 | 1,8 | 1,6 | 1,6 | 0,9 | 1,6±0,3 |
| *Rq* | 2,6 | 2,2 | 2,1 | 2,2 | 1,3 | 2,1 |
| *Rt* | 8,3 | 5,1 | 7,2 | 8,2 | 5,5 | 6,9 |

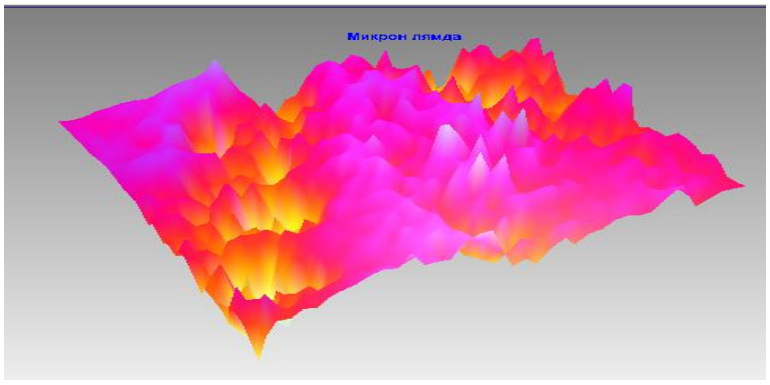



*Рис. 6. 3-D зображення відсканованої поверхні пластини 2 післяобробки розчинами кислот $HF+HNO_3,+H_3PO_4$*

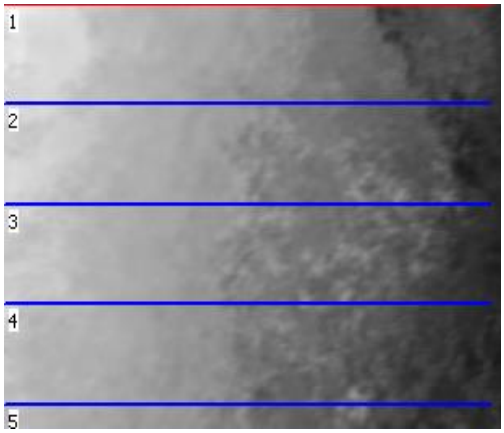



*Рис. 7. Зображення відсканованої поверхні пластини 3 (після обробки розчином хлорного заліза в соляній кислоті)*

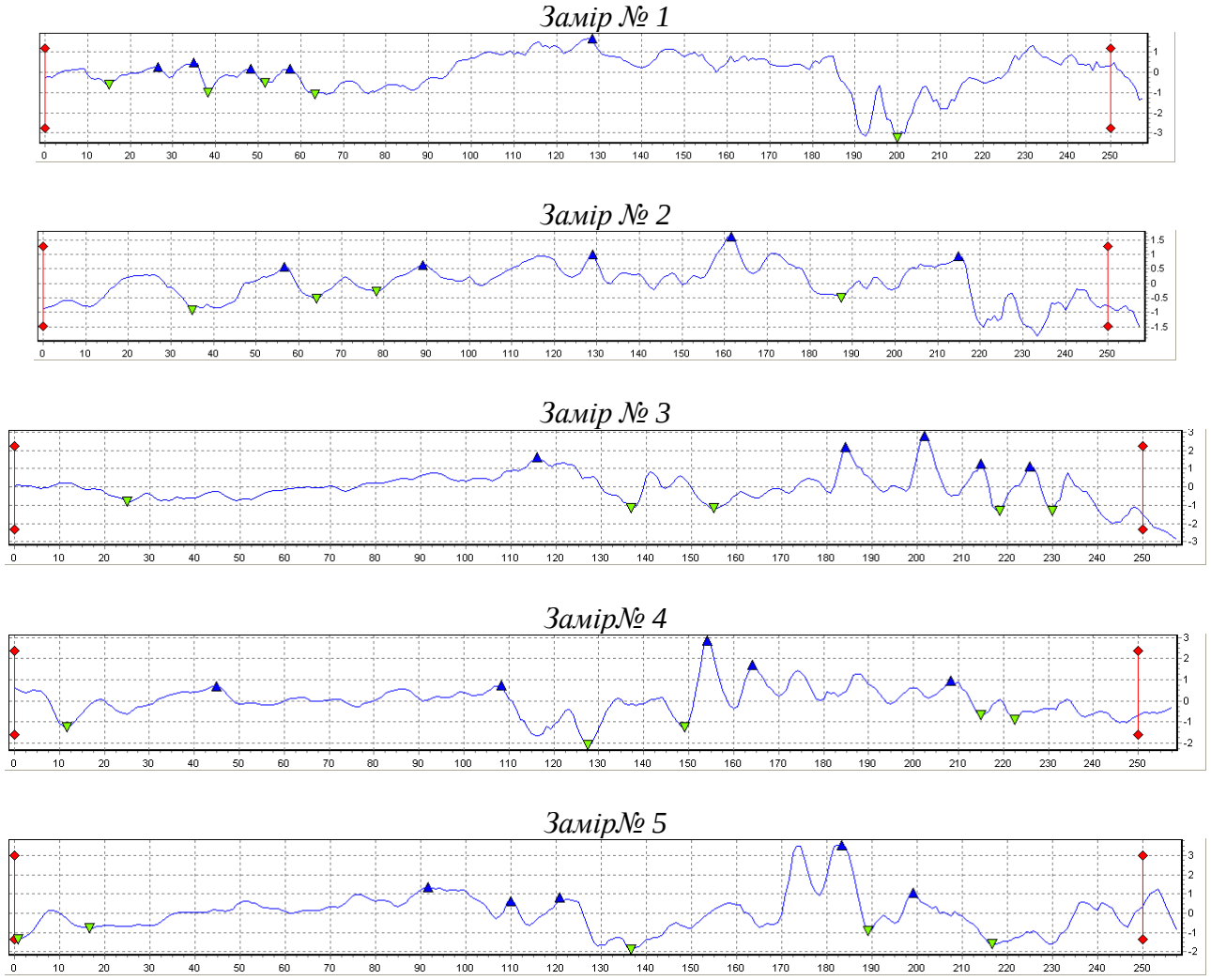



*Рис. 8. Профілограми шорсткості поверхні ріжучої пластини 3 (після обробки розчином хлорного заліза в соляній кислоті)*

Таблиця 3. **Результати вимірювання параметрів шорсткості поверхні пластини 3 (після обробки розчином хлорного заліза в соляній кислоті)**

| № досл. | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | Ср. |
|---|---|---|---|---|---|---|
| *Rz* | 1,8 | 1,6 | 2,9 | 2,6 | 2,8 | 2,3±0,5 |
| *Ra* | 0,7 | 0,5 | 0,6 | 0,5 | 0,7 | 0,6±0,1 |
| *Rq* | 0,9 | 0,6 | 0,8 | 0,7 | 1,0 | 0,8 |
| *Rt* | 3,2 | 1,8 | 2,0 | 2,0 | 1,9 | 2,2 |

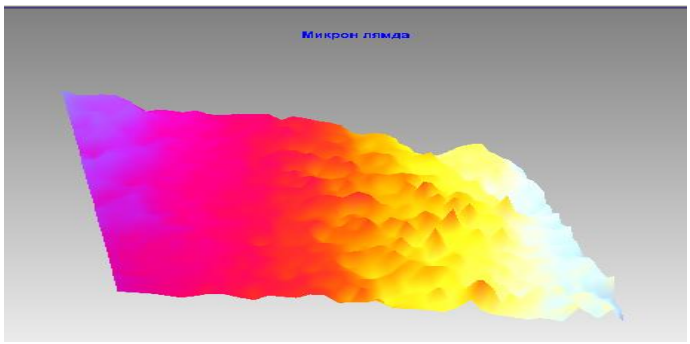



*Рис. 9. 3-D зображення відсканованої поверхні пластини 3 (після обробки розчином хлорного заліза в соляній кислоті)*

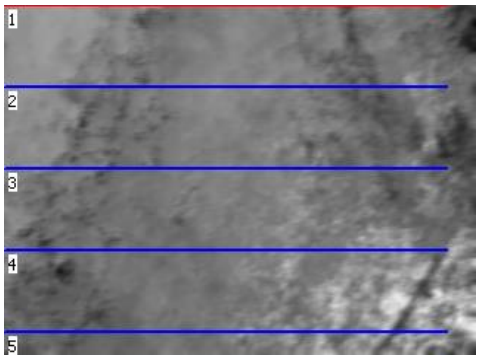
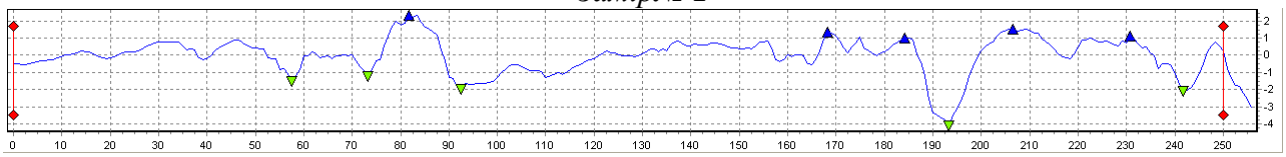
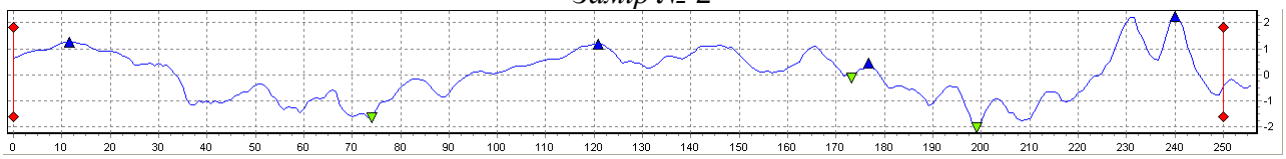



*Рис. 10. Зображення відсканованої поверхні пластини 4 (після обробки розчином хлорного заліза в соляній кислоті та реактивом Муракамі)*

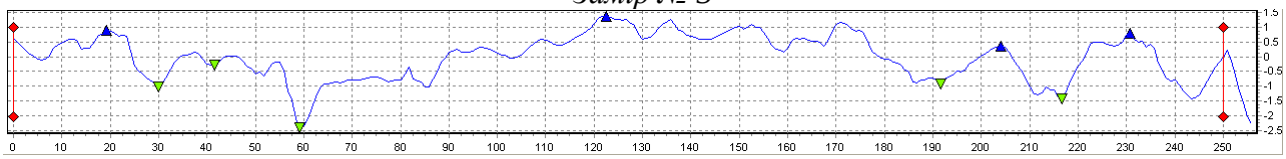
*Замір№ 1*



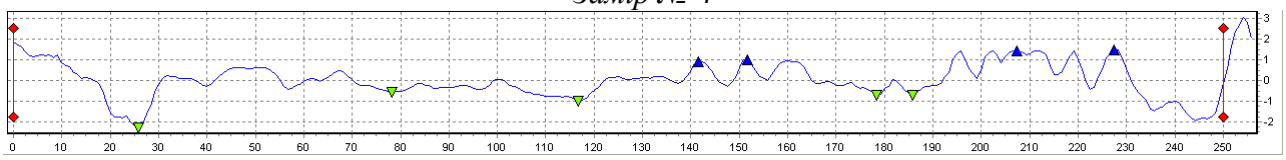
*Замір № 2*



*Замір № 3*



*Замір № 4*



*Замір № 5*

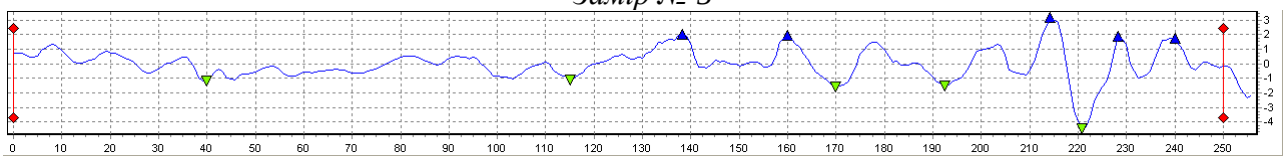


*Рис. 11 . Профілограми шорсткості поверхні пластини 4 (після обробки розчином хлорного заліза та реактивом Муракамі).*

Таблиця 5. **Результати вимірювання параметрів шорсткості поверхні пластини 4 (обробка розчином хлорного заліза та реактивом Муракамі)**

| № досл. | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | Ср. |
|---|---|---|---|---|---|---|
| *Rz* | 3,7 | 2,6 | 2,0 | 2,4 | 4,1 | 3±0,8 |
| *Ra* | 0,7 | 0,8 | 0,6 | 0,6 | 0,7 | 0,7±0,1 |
| *Rq* | 1,0 | 0,9 | 0,7 | 0,8 | 1,0 | 0,9 |
| *Rt* | 4,1 | 2,0 | 2,4 | 2,3 | 4,5 | 3 |

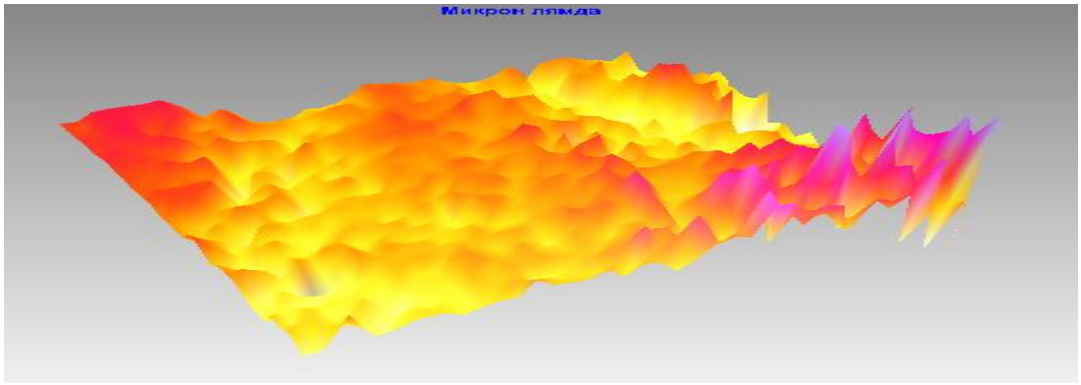



*Рис. 12. 3-D зображення відсканованої поверхні пластини 4 після обробки розчином хлорного заліза в соляній кислоті.*

Узагальнені результати проведених досліджень наведені на рис. 13.

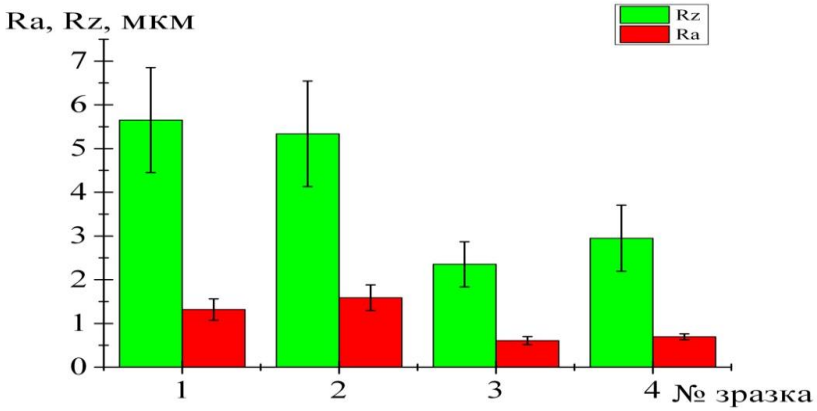
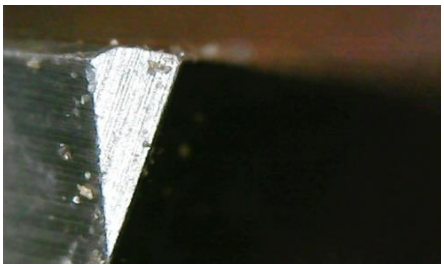
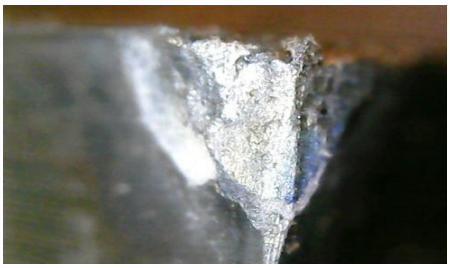



*Рис. 13. Параметри шорсткості Ra, Rz пластин (1–4): 1 − вих; 2 − оброблений $HF+HNO_3,+H_3PO_4$; 3 − оброблений розчином $FeCl_3$ у HCl; 4 − оброблений розчином $FeCl_3$ у HCl та реактивом Муракамі*

Зменшення шорсткості поверхні шліфованих пластин (рис. 14) після пасивації хлорним залізом та розчином Муракамі, ймовірно, може бути пов'язано з витравленням вершин нерівностей поверхні після шліфування, які містять високий рівень залишкових напружень.

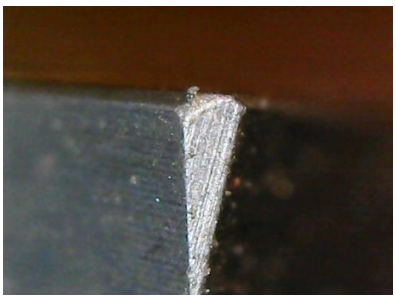


*T=0 хв; $h_з$=0 мм*

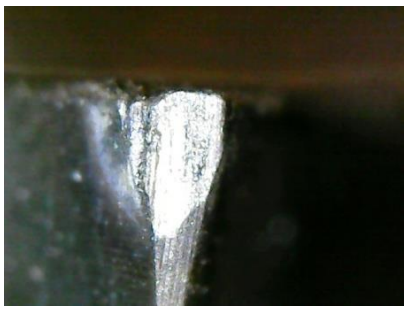


*T=<3 хв; $h_з$=0,8 мм (руйнування вершини)*

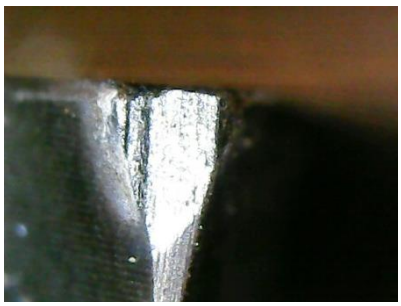
*Рис. 14. Знос по задній поверхні ріжучого клина від часу точіння висхідної пластини 1*



*T=0 хв; $h_з$=0 мм*

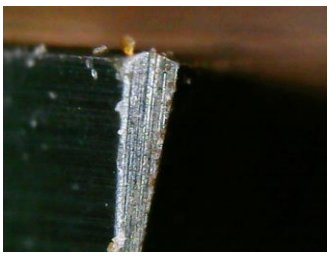


*T=3 хв; $h_з$=0,55 мм*

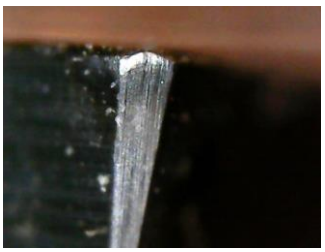


*T=6 хв; $h_з$=0,63 мм*

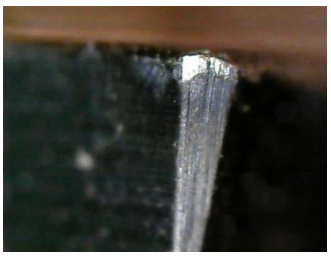
*Рис. 15. Знос по задній поверхні ріжучого клина від часу точіння пластини 2 (після обробки розчином $HF+HNO_3,+H_3PO_4$)*



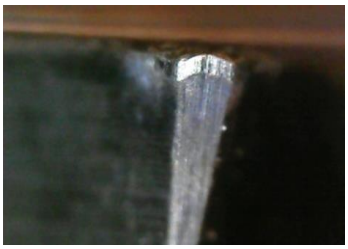
*T=0 хв; $h_з$=0 мм*



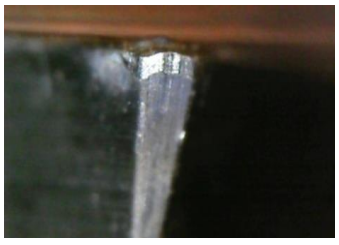
*T=3 хв; $h_з$=0,07 мм*



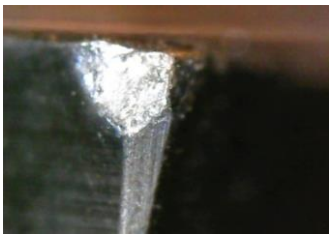
*T=6 хв; $h_з$=0,12 мм*



*T=9 хв; $h_з$=0,13 мм*

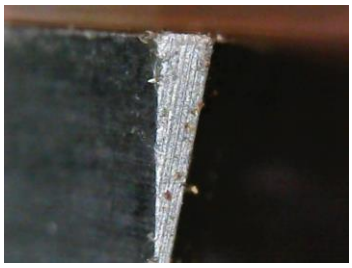


*T=12 хв; $h_з$=0,14 мм*

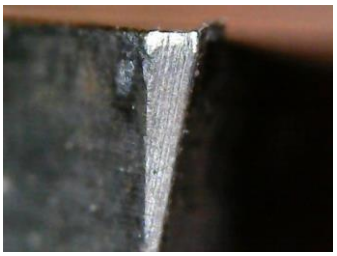


*T=15 хв; $h_з$=0,40 мм*

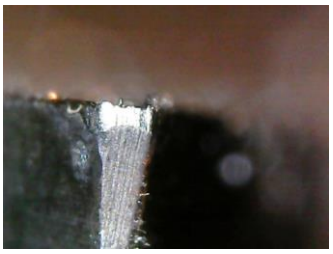
*Рис. 16. Знос по задній поверхні ріжучого клина від часу точіння пластини 3 (після обробки розчином хлорного заліза в соляній кислоті)*



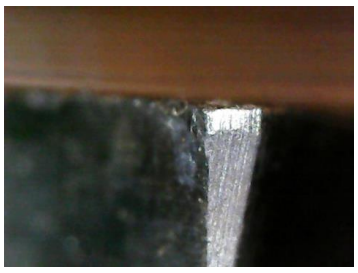
*T=0 хв; $h_з$=0 мм*



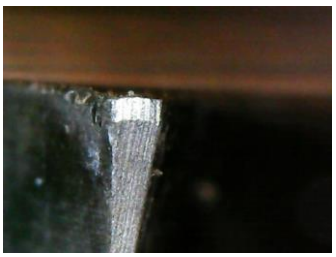
*T=3 хв; $h_з$=0,08 мм*



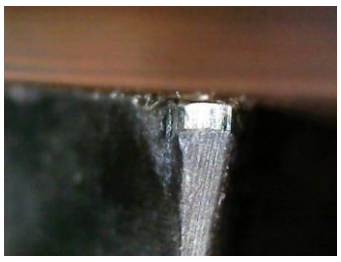
*T=6 хв; $h_з$=0,13 мм*



*T=9 хв; $h_з$=0,13 мм*



*T=12 хв; $h_з$=0,13 мм*



*T=15 хв; $h_з$=0,14 мм*



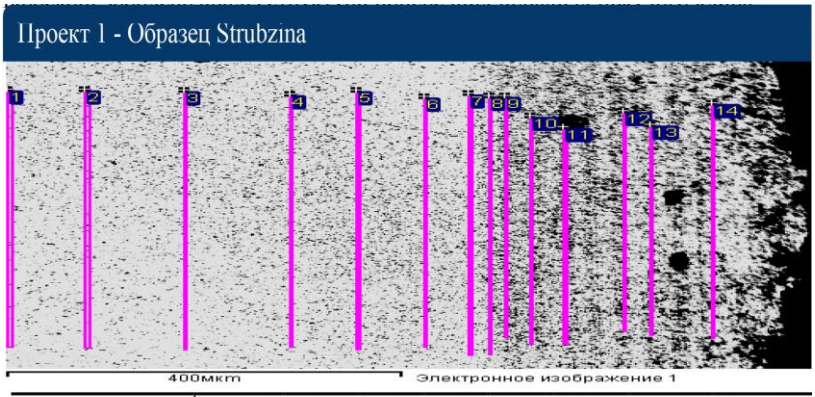
*T=18 хв; $h_з$=0,15 мм*

*Рис. 17. Знос по задній поверхні ріжучого клина від часу точіння пластини 4 (після обробки розчином хлорного заліза в соляній кислоті та реактивом Муракамі)*

Пасивація шліфованих ріжучих пластин із сплаву Т5К10 призводить до підвищення зносостійкості при різанні на 40 %. Знос по задній поверхні ріжучого клина від часу точіння пластини 4 після обробки реактивами хлорного заліза та реактивом Муракамі рівномірно поступовий в порівнянні з крихким зносом висхідних пластин та пластин, пасивованих іншими методами (рис. 14–17). Такий характер зносу, можливо, обумовлений розтравлюванням границь WC-WC, що є перепоною розповсюдженню мікротріщин при відколах.

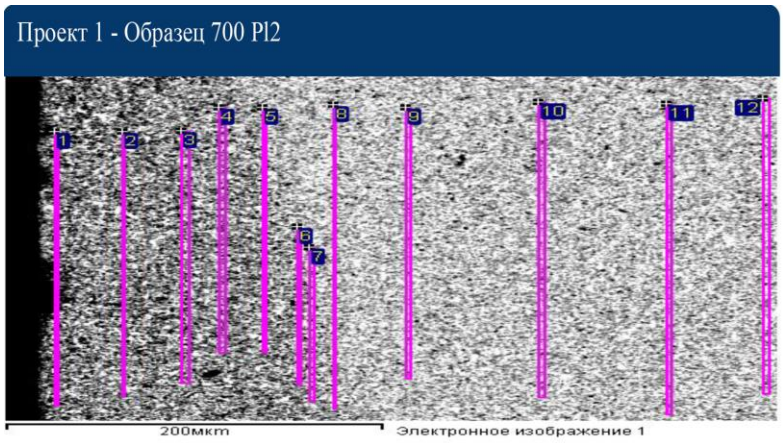
Після випробувань на стійкість ріжучих пластин на електронному мікроскопі зроблено аналіз структури поперечних шліфів їх ріжучого клина (рис. 18).

Для дослідження впливу обробки поверхні твердосплавної пластини зі сплаву Т5К10 розчином $FeCl_3$ у HCl та реактивом Муракамі на хімічний склад поверхневого шару пластини була протравлена лише частина пластини (рис. 19). З рис. 19 випливає, що на травленій поверхні збільшився вміст вуглецю в 1,5 раза, кисню в 4–5 разів, зменшився вміст кобальту в 8 разів і вольфраму в 1,03 раза. Наявність заліза не встановлена. Вміст титану практично не змінився. Збільшення вмісту вуглецю, на наш погляд, обумовлено зменшенням вмісту атомів металів – кобальту та вольфраму. Збільшення вмісту кисню, ймовірно, обумовлено утворенням оксидів, склад яких поки що не встановлено.




| Спектр | В стат. | C | O | Ti | Co | W | Итог | Co+ W |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 1 | Да | 7.46 | 0.45 | 6.63 | 4.84 | 80.62 | 100.00 | 85,46 |
| 2 | Да | 6.76 | 0.62 | 7.22 | 5.24 | 80.17 | 100.00 | 85,41 |
| 3 | Да | 6.68 | 0.56 | 7.01 | 4.79 | 80.97 | 100.00 | 85,76 |
| 4 | Да | 6.89 | 0.64 | 7.20 | 5.11 | 80.16 | 100.00 | 85,27 |
| 5 | Да | 7.10 | 1.19 | 6.61 | 5.14 | 79.97 | 100.00 | 85,11 |
| 6 | Да | 6.61 | 0.53 | 7.70 | 4.60 | 80.57 | 100.00 | 85,17 |
| 7 | Да | 7.22 | 0.77 | 7.27 | 3.79 | 80.95 | 100.00 | 84,74 |
| **8** | **Да** | **8.52** | **1.62** | **7.80** | **1.20** | **80.86** | **100.00** | **82,06** |
| **9** | **Да** | **9.05** | **1.72** | **7.40** | **0.90** | **80.92** | **100.00** | **81,82** |
| **10** | **Да** | **10.79** | **2.51** | **7.33** | **0.94** | **78.43** | **100.00** | **79,37** |
| **11** | **Да** | **12.08** | **2.99** | **7.47** | **0.47** | **76.99** | **100.00** | **77,46** |
| **12** | **Да** | **12.11** | **2.39** | **7.11** | **0.74** | **77.65** | **100.00** | **78,39** |
| **13** | **Да** | **11.20** | **2.91** | **7.94** | **0.98** | **76.97** | **100.00** | **77,95** |
| **14** | **Да** | **11.81** | **3.35** | **7.40** | **0.24** | **77.19** | **100.00** | **77,43** |

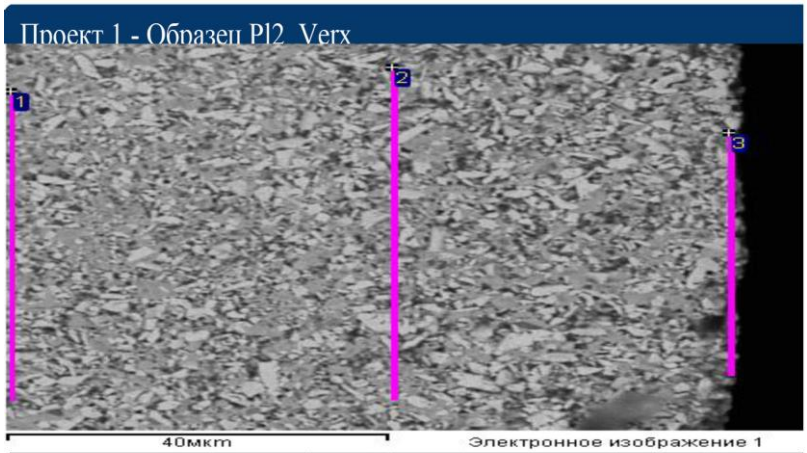
*Рис. 18. Структура та розподіл хімічних елементів нетравленої (лінії 1–7) та травленої (лінії 10–14) розчином FeCl3 у HCl та реактивом Муракамі ділянок поверхонь шліфа пластини 1 зі сплаву Т5К10 (лінії 8, 9 відносяться до перехідної зони і при аналізі результатів не враховуються)*




| Спектр | В стат. | C | O | Ti | Co | W | Итог | Co+ W |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **1** | **Да** | **10.53** | **3.03** | **8.06** | **0.28** | **78.09** | **100.00** | **78,37** |
| **2** | **Да** | **9.40** | **1.99** | **8.33** | **0.28** | **79.99** | **100.00** | **80,27** |
| **3** | **Да** | **9.82** | **2.09** | **8.52** | **0.56** | **79.00** | **100.00** | **79,56** |
| **4** | **Да** | **9.71** | **1.54** | **8.08** | **0.68** | **79.99** | **100.00** | **80,67** |
| **5** | **Да** | **8.59** | **1.89** | **7.07** | **0.98** | **81.48** | **100.00** | **82,46** |
| **6** | **Да** | **8.11** | **1.24** | **7.45** | **0.74** | **82.45** | **100.00** | **83,19** |
| **7** | **Да** | **8.57** | **1.13** | **8.41** | **0.90** | **80.99** | **100.00** | **81,89** |
| 8 | Да | 7.53 | 1.19 | 7.56 | 2.79 | 80.93 | 100.00 | 83,27 |
| 9 | Да | 6.79 | 0.38 | 7.01 | 3.31 | 82.51 | 100.00 | 85,82 |
| 10 | Да | 6.31 | 0.46 | 7.74 | 3.07 | 82.42 | 100.00 | 85,49 |
| 11 | Да | 7.21 | 0.76 | 8.18 | 3.85 | 80.00 | 100.00 | 83,85 |
| 12 | Да | 7.60 | 0.81 | 7.21 | 3.53 | 80.85 | 100.00 | 83,38 |
| Макс. | | 10.53 | 3.03 | 8.52 | 3.85 | 82.51 | | |
| Мин. | | 6.31 | 0.38 | 7.01 | 0.28 | 78.09 | | Ваг.% |

*Рис. 19. Структура та розподіл хімічних елементів на травленій (лінії 1–7) та нетравленій (лінії 8–12) поверхнях шліфа ріжучого клина пластини 4 зі сплаву Т5К10*

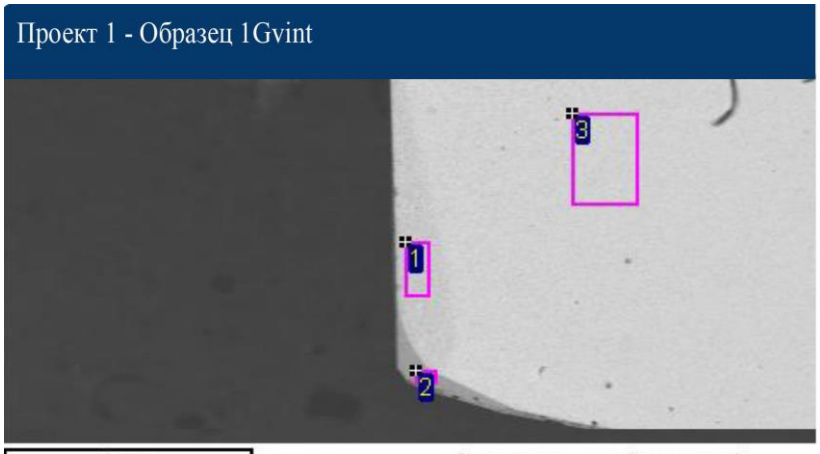
На рис. 20 наведено результати аналогічних досліджень на поверхні пластини 4.




| Спектр | В стат. | C | O | Ti | W | Итог |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 1 | Да | 13.39 | 4.08 | 6.98 | 75.55 | 100.00 |
| **2** | **Да** | **15.85** | **4.67** | **6.66** | **72.82** | **100.00** |
| **3** | **Да** | **5.22** | **0.76** | **5.31** | **88.72** | **100.00** |
| Макс. | | 15.85 | 4.67 | 6.98 | 88.72 | |
| Мин. | | 5.22 | 0.76 | 5.31 | 72.82 | Ваг.% |

*Рис. 20. Структура та розподіл хімічних елементів на травленій (лінії 1–3) поверхні шліфа, близькій до краю пластини зі сплаву Т5К10*

З рис. 20 видно, що і в даному випадку на травленій поверхні збільшується вміст вуглецю в 1,2–1,5 рази, кисню в 2–5 разів, титану в 1,1–1,2 рази та зменшується вміст кобальту в 5−10 разів і вольфраму в 1,04 рази (лінії 1–7) в порівнянні з нетравленою поверхнею (лінії 8–12). Наведені на рис. 16 та 17 результати свідчать про суттєвий вплив травлення не тільки на шорсткість поверхні, а й на хімічний склад поверхневого шару, що й забезпечує підвищену зносостійкість різців.




| Спектр | В стат. | C | O | Ti | Co | W | Итог | Co+ W |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **1** | **Да** | **9.99** | **2.53** | **7.98** | **0.56** | **78.94** | **100.00** | **79,5** |
| **2** | **Да** | **14.33** | **3.55** | **6.81** | **0.99** | **74.33** | **100.00** | **75,32** |
| 3 | Да | 6.74 | 1.18 | 7,19 | 4.29 | 80.60 | 100.00 | 84,89 |
| Макс. | | 14.33 | 3.55 | 7.98 | 4.29 | 80.60 | | |
| Мин. | | 6.74 | 1.18 | 6.81 | 0.56 | 74.33 | | Ваг.% |

*Рис. 21. Структура та розподіл хімічних елементів на травленій (точки 1,2) та нетравленій (точка 3) поверхнях шліфа ріжучого клина зі сплаву Т5К10*

З рис. 21 видно, що на травленій поверхні (точки 1,2) збільшується вміст вуглецю в 1,5–2 рази, кисню в 2,5–3 рази, зменшується вміст кобальту в 4–7 разів та вольфраму в 1,05 раза. Отримані результати

свідчать про те, що до появи катастрофічного зносу навіть в місці зносу дія реактивів зберігається і різець ще може працювати. Загалом, з рис. 17–19 випливає, що травлення вказаними реактивами призводить до суттєвої зміни хімічного складу травленої поверхні, що суттєво підвищує зносостійкість різців.

Аналіз отриманих результатів показує, що використання хімічної обробки поверхонь пластин із сплавів Т5К10 дозволяє підвищити стійкість різальних інструментів в 2 і більше разів. Такий ефект досягається тим, що після хімічної обробки пасивації на поверхні різального інструменту залишається шар карбідного скелета та з'являються оксиди з високими антифрикційними властивостями, що в цілому дозволяє зменшити адгезійну взаємодію поверхні інструменту зі стружкою.

Механізм зношування інструментів, які піддавались пасивації, та стандартних інструментів має схожий характер – інтенсивне абразивне стирання по задній поверхні та утворення лунки зносу по передній поверхні, проте слід відмітити, що при використанні інструменту після пасивації спостерігається зменшення інтенсивності утворення наросту на передній поверхні та викришування ріжучої кромки. Останнє пов’язано із зменшенням коефіцієнта тертя на контактних ділянках інструменту та зменшенням адгезійної взаємодії з оброблюваним матеріалом.

Загалом можна відмітити, що механізм зносу хімічно оброблених пластин з твердих сплавів Т5К10 може бути складним і багатогранним та потребує багатьох методів дослідження.

**Висновки**

1. Хімічна обробка ріжучих пластин з твердих сплавів Т5К10 призводить до підвищення зносостійкості при різанні в 2 і більше разів.
2. Для встановлення основних причин підвищення зносостійкості і найбільш перспективних областей використання ріжучих пластин з хімічною обробкою потрібні додаткові дослідження на інших важкооброблюваних матеріалах (титанові сплави, нержавіючі сталі), де є проблема адгезії та хімічної взаємодії в'язкого твердого оброблюваного матеріалу з поверхнею інструменту.
3. Ефект підвищення зносостійкості твердосплавних виробів хімічною пасивацією поверхні може бути підвищеним за рахунок оптимізації режимів хімічної обробки та підбору марок твердих сплавів, форми ріжучих пластин, оброблюваних матеріалів, виробів, виробництв, де він буде максимальним.
4. Знос по задній поверхні ріжучого клина від часу точіння пластини 4 після обробки розчином хлорного заліза в соляній кислоті HCl та реактивом Муракамі рівномірно поступовий в порівнянні з крихким зносом висхідних пластин.

Автор висловлює подяку чл.-кор. НАН України, д.т.н., проф. Бондаренко В.П. за сприяння в роботі та цінні поради, с.н.с., к.т.н. Клименко С.А. за визначення параметрів шорсткості поверхні та зносостійкості ріжучих пластин.

**V.P. Botvinko**

*V. N. Bakul Institut for Superhard Materials of National Academy of Sciences of Ukraine*

**INCREASING THE WEAR RESISTANCE OF HARD ALLOY CUTTING TOOLS BY CHEMICAL TREATMENT**

*A method for increasing the wear resistance of ground cutting plates made from hard alloys T5K10 by chemical treatment (passivation) has been developed in order to create a solid surface layer of WC, (Ti,W)C carbides, which is firmly connected to the tool base, with a high-precision level of discreteness. During the chemical treatment, cobalt is partially removed from the surface layer of the tool with the formation of salts of refractory metals of cobalt, tungsten and titanium that are firmly adhered to the carbide skeleton of the alloy; these salts can serve as antifriction additives and slow down the process of chip material sticking to the cutting edge and forming the built-up edge. When cutting hardened steel with machined carbide plates, the energy of cutting is dissipated (scattered) by the destruction of many etched boundaries of the WC-WC surface and the formation of microcracks tangential to the surface.*

***Key words**: hard alloys, cutting plates, chemical treatment, carbide skeleton.*

## Література

1. Третьяков В.И. Основы металловедения и технологии производства спеченных твердых сплавов. – М.: Металлургия, 1976. – 528 с.
2. Фальковский В. А., Клячко Л. И. Твердые сплавы. – М.: Руда и металлы, 2005. – 413 с.
3. Киффер Р., Шварцкопф П. Твердые сплавы. – М.: Металлургиздат, 1957. – 664 с.
4. Панов В.С., Чувилин А.М., Фальковский В.А. Технология и свойства спеченных твердых сплавов и изделий из них. – М.: МИСИС, 2004. – 464 с.
5. Лоладзе Т.Н. Прочность и износостойкость режущего инструмента. – М.: Машиностроение, 1982. – 320 с.
6. Семенов А.П. Схватывание металлов. – М.: Машгиз, 1958. – 280 с.
7. Костецкий Б.И. Трение, смазка и износ в машинах. – Киев: Техника, 1970, – 395с.
8. Крагельский И.В. Трение и износ в машинах. – М.: Машиностроение, 1968. – 592 с.
9. Розенберг А.М., Розенберг О. А. Механика пластического деформирования в процесах резания и деформирующего протягивания. – Киев: Наук. думка, 1990. – 320 с.
10. Розенберг О. А. Механика взаимодействия инструмента с изделием при деформирующем протягивании. – Киев: Наук. думка, 1981. – 288 с.
11. Ляшенко Б.А., Новиков Н.В., Клименко С.А. Дискретное модифицирование поверхностного слоя деталей машин и инструментов. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2017. – 264 с.
12. Клименко С.А., Манохин А.С., Копейкина М.Ю., Клименко С.А., Мельнийчук Ю.А., Чумак А.А. Высокопроизводительная чистовая лезвийная обработка деталей из сталей высокой прочности / под. ред. С.А. Клименко. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2018. – 304 с.
13. Беккерт М., Клемм Х. Способы металлографического травления. – М.: Металлургия, 1988. – С. 400.
14. Чапорова И.Н., Чернявский К.С. Структура спечённых твердых сплавов. – М.: Металлургия, 1974. – 247 с.

*Надійшла 17.08.22*

**References**


1. Tretiakov, V.I. (1976). *Osnovy metallovedeniia i tekhnolohii proizvodstva spechennykh tverdykh splavov [Fundamentals of metallurgy and technology for the production of sintered hard alloys]*. Moscow: Metallurhiia [in Russian].
2. Falkovskii, V.A., & Kliachko, L.Y. (2005). *Tverdye splavy [Hard alloys]*. Moscow: Ruda i metally [in Russian].
3. Kiffer, R., & Shvartskopf, P. (1957). *Tverdye splavy [Hard alloys]*. Moscow: Metallurhizdat [in Russian].
4. Panov, V.S., Chuvilin A.M., & Falkovskii, V.A. (2004). *Tekhnolohiia y svoistva spechennykh tverdykh splavov i yzdelyi iz nikh [Technology and properties of sintered hard alloys and products from them]*. Moscow: MISIS [in Russian].
5. Loladze, T.N. (1982). *Prochnost i iznosostoikost rezhushcheho instrumenta [Strength and wear resistance of the cutting tool]*. Moscow: Mashinostroenie [in Russian].
6. Semenov, A.P. (1958). *Skhvatyvanye metallov [Seizure of metals]*. – Moscow: Mashhiz [in Russian].
7. Kostetskii, B.I. (1970). *Trenie, smazka i iznos v mashinakh [Friction, lubrication and wear in machines]*. Kiev: Tekhnika [in Russian].
8. Krahelskii, I.V. (1968). *Trenie i iznos v mashinakh [Friction and wear in machines]*. – M.: Mashinostroenie [in Russian].
9. Rozenberh, A.M., & Rozenberh, O. A. (1990). *Mekhanika plasticheskoho deformyrovaniia v protsesakh rezaniia i deformyruiushcheho protiahivaniia [Mechanics of plastic deformation in the processes of cutting and deforming broaching]*. Kiev: Nauk. dumka [in Russian].
10. Rozenberh, O. A. (1981). *Mekhanika vzaimodeistviia instrumenta s izdeliem pri deformiruiushchem protiahivanii [Mechanics of interaction of a tool with a product during deforming broaching]*. Kiev: Nauk. dumka [in Russian].
11. Liashenko, B.A., Novikov, N.V., & Klimenko, S.A. (2017). *Diskretnoe modifitsirovanie poverkhnostnoho sloia detalei mashin i instrumentov [Discrete modification of the surface layer of machine parts and tools]*. Kiev: ISM im. V.N. Bakulia NAN Ukrainy [in Russian].
12. Klimenko, S.A., Manokhin, A.S., Kopeikina, M.Yu., et al. (2018). *Vysokoproizvoditelnaia chistovaia lezviinaia obrabotka detalei iz stalei vysokoi prochnosti [High-performance finishing blade machining of parts made of high-strength steels]*. S.A. Klimenko (Ed.). Kiev: ISM im. V.N. Bakulia NAN Ukrainy [in Russian].
13. Bekkert, M., & Klemm K.H. (1988). *Sposoby metallohraficheskoho travleniia [Methods of metallographic etching]*. Moscow: Metallurhiia [in Russian].
14. Chaporova, Y.N., & Cherniavskii, K.S. (1974). *Struktura spechennykh tverdykh splavov [Structure of sintered hard alloys]*. Moscow: Metallurhiia [in Russian].

УДК 621.791.92:669.018.25 DOI: 10.33839/2708-731X-24-1-286-293

**М.М. Прокопів**, **О.В. Харченко**, кандидати технічних наук, **Ю.П. Ущаповський**

*Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська 2, 04074 м. Київ, e-mail: yuriush@ism.kiev.ua*

# ПІДВИЩЕННЯ ЗНОСОСТІЙКОСТІ РОБОЧИХ ОРГАНІВ ГІРНИЧОДОБУВНОЇ ТЕХНІКИ

*У статті запропоновано твердосплавне армування сталевих поверхонь зубів ковшів екскаваторів шаруватими штирями з підвищеними фізико-механічними характеристиками. Оптимізовано конструкцію армуючих елементів, встановлено оптимальні параметри зварювання та склад твердосплавних штирів.*

*Для виготовлення твердосплавних елементів застосовувалися серійні і регенеровані суміші із вмістом зв'язки від 12 до 20%. Спікання вставок проводилося в прохідній, вакуумній печах. Встановлено, що шляхом збільшення значення сили струму і тривалості імпульсу можна забезпечити кріплення твердосплавних вставок на сталевих поверхнях, але при цьому визначальним параметром буде міцність зварного шва, яка залежить від матеріалу зносостійкої вставки та параметрів приварювання.*

*Встановлені оптимальні параметри приварювання армуючих вставок: тривалість імпульсу – T=0,04 с, струм – I = 850 А. Але при вмісті зв'язки понад 15% вартість робіт з наплавлення не є ефективною через значне зменшення зносостійкості та збільшення вартості. В результаті проведених лабораторних досліджень та виробничих випробувань встановлено, що зносостійкість армованих твердосплавними елементами із WC–Tic–Co–Ni–Al–Fe сплаву зубів ковшів екскаваторів підвищена в 1,7–1,9 у порівнянні з серійними інструментами та є економічно вигідним внаслідок здешевлення складових сплавів.*

*Для подальшого підвищення експлуатаційних властивостей армуючих твердосплавних елементів та розширення їх області застосування необхідно підвищити ударно-абразивну зносостійкість сплавів на багатокарбідній основі із вмістом багатокомпонентних зв'язок 8–10%.*

***Ключові слова**: зварне армування, твердий сплав, полікарбідна основа, багатокомпонентна зв'язка, наплавлення, зуби ковшів, долота чизелів глибокорозпушувачів, зносостійкість.*

## Вступ

Підвищення зносостійкості сталевих робочих органів виконується шляхом застосування легованих сталей з різними ефективними способами механічної та термічної обробок [1–4]. Значно збільшити зносостійкість можливо тільки шляхом закріплення на поверхнях вставок, пластин різних форм з нових надтвердих матеріалів, які повинні збільшувати термін експлуатації поверхні, що контактує з породою Загалом, покриття має забезпечувати збільшення зносостійкості за наявності додаткових технологічних витрат з нанесення покриття та вартості матеріалів, при збереженні конкурентної ринкової ціни.

Відомі тверді сплави при їх приварюванні до сталі з використанням традиційних методів схильні до утворення гарячих тріщин у зоні термічного впливу. При цьому різниця в коефіцієнтах термічного розширення твердих сплавів і сталі призводить до розшарування і відриву шару, що наплавляється в складних умовах експлуатації.

Крім того, в зоні шва відбувається зміна складу структури та фізико-механічних властивостей у зварному шві сталі з твердим сплавом, що наплавляється. В результаті плавлення у зоні зварного шва [5] утворюються складні багатокомпонентні сплави. При цьому

швидкість переміщення меж складових взаємодіючих поверхонь залежить від хімічного складу компонентів, що сплавляються.

Останнім часом розпочалися роботи з підвищення зносостійкості робочих поверхонь шляхом приварювання до них дискретних елементів – штирів. Це значно підвищило продуктивність робіт з нанесення дешевих зносостійких покриттів, проте ефективно приварювати вдається лише штирі із хромистого чавуну, що дає незначний приріст зносостійкості. Подальшого підвищення зносостійкості робочих поверхонь можна досягти лише приварюючи штирі із високоміцних, спечених твердих сплавів. Існуючі режими приварювання відпрацьовані для хромистого чавуну, інших матеріалів, але не придатні для приварювання штирів із твердих сплавів. При ударних навантаженнях приварені твердосплавні штирі з серійних марок сплавів легко відокремлювались від сталевої поверхні, в зварних швах утворювались тріщини та дефекти.

Наведені вище дані вказували на те, що при зміцненні сталевих поверхонь твердосплавними штирями необхідно забезпечити спеціальний режим приварювання, оптимізувати склад та конструкцію штиря. У зв'язку з цим метою цієї роботи є розробка та обґрунтування конструкцій та складу металокерамічних твердосплавних шаруватих армуючих штирів, а також параметрів приварювання (сили струму та тривалості імпульсу).

**Результати лабораторних випробувань різних конструкцій армуючих елементів.**

Відомо [5], що рідкий метал або розплав металів, що утворюється в процесі зварювання, захищають від впливу кисню і азоту повітря розплавленим шлаком, який зазвичай утворюється при плавленні флюсу, що подається в зону зварювання. У запропонованому способі приварювання армуючих штирів захисних добавок та флюсів не застосовувалося.

Дослідження проводились у два етапи. Перший – розробка конструкції штирів, а другий – вибір марок твердих сплавів та електротехнічних режимів приварювання зносостійких штирів. Для досліджень були використані штирі з чавуну, штирі з чавуну армованого втулками та вставками з твердих сплавів і суцільно твердосплавних штирів (як з однорідною структурою, так і з шаруватою структурою), штирі з алмазовмісного композиту, по 10 штук кожного складу та п’яти різних конструкцій.

Порівняльні випробування складалися з двох основних операцій: 1) приварювання підготовлених зразків до плити з марганцевої сталі; 2) ударне навантаження приваренного зразка з підрахунком кількості циклів до його руйнування, або його відриву від місця кріплення. Для приварювання використовувався зварювальний апарат марки «Елотоп 1702». Сила струму приварювання варіювалася від 700А до 1000А. Тривалість імпульсу змінювалася від 0,02 с до 0,06 с.

Ударне навантаження здійснювалося на експериментальній установці маятникового типу, що забезпечує фіксоване ударне навантаження, однакове для всіх зразків. У процесі випробувань фіксувалися дефекти: раковини, тріщини, неоднорідність шва та твердосплавної поверхні. Розглянемо п’ять конструкції штирів, що використані у дослідженнях.

Конструкція № 1 являє собою чавунний штир із зовнішньою твердосплавною втулкою. Зовнішня втулка з'єднується з робочою частиною штиря пайкою. Таке конструктивне рішення дозволяє використовувати переваги ефективного кріплення чавунного штиря до сталі, а зносостійкість підвищується за рахунок матеріалу втулки.

Конструкція № 2 являє собою шарувату конструкцію. Верхня, допоміжна частина і нижня частина виготовлені з хромистого чавуну, а зносостійка частина – із твердого сплаву. Усі деталі конструкції з'єднані між собою методом паяння припоєм Л63.

Конструкція № 3 дозволяє підвищити властивості чавунного штиря за рахунок оснащення його вставкою з алмазовмісного композиційного матеріалу. Ця пластина,

виступаючи над чавунним корпусом штиря, сприймає основну частку абразивних навантажень. Для цього до торця чавунного штиря припаюється зносостійка вставка з КАМ.

Конструкція № 4 не передбачає використання складових з чавуну, натомість передбачаючи поєднання сталевого корпусу – технологічної частини штиря, з робочою частиною – твердосплавним циліндром ø 15 мм; h = 5 мм. Верхня технологічна частина виготовляється зі Ст3. Для проходження імпульсу струму твердосплавна вставка до сталевого корпусу припаюється латунним припоєм Л63.

Розроблена також конструкція № 5, в якій робоча частина являє аналогічно конструкції № 4 твердосплавний циліндр ø 15 мм; h = 5 мм. Верхня технологічна частина виконується зі Ст3. Але вставка, виготовлена на полікарбідній основі та багатокомпонентній зв'язці WC–TiC–Co–Ni–Al–Fe, має шарувату структуру, із нижнім легованим шаром, який забезпечує міцне приварювання до сталевої поверхні.

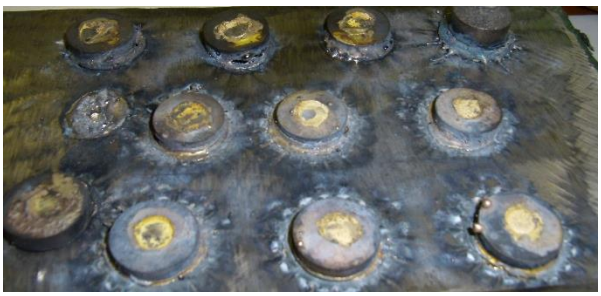


*Рис. 1. Приварені армуючі штирі на сталевій поверхні*

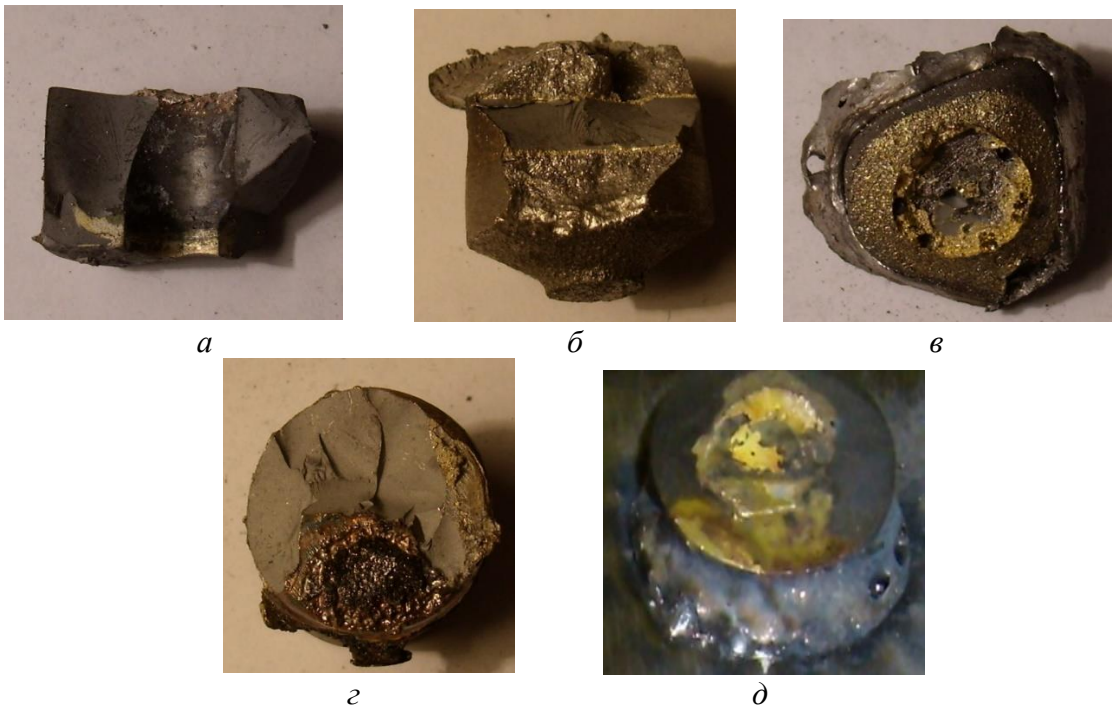
Всі п'ять наведених конструкцій штирів приварювалися до підготовленої поверхні із сталі Г13 (рис. 1).

Результати стійкості випробуваних штирів кожної з наведених вище конструкцій наведено у табл.1. Приварка проводилася за різних тривалостей імпульсу *T* від 200 до 600 мс при силі змінного струму *I* від 600 до 800 А (табл. 1).

Таблиця 1. **Порівняльна характеристика зносостійкості конструкцій приварених армуючих штирів при циклічному навантаженні**

| № п/п | Найменування конструкції штиря | Кількість циклів навантажения, до відриву, *N* |
|---|---|---|
| 1 | Чавунний штир, армований твердосплавною втулкою (конструкція № 1) | 7 |
| 2 | Штир з проміжною твердосплавною вставкою (конструкція № 2) | 5 |
| 3 | Чавунний штир, оснащений композиційною алмазовмісною вставкою (конструкція № 3) | 3 |
| 4 | Сталева технологічна частина з робочою частиною, вставкою з WC–Co твердого сплаву (конструкція № 4) | 10 |
| 5 | Сталевий корпус з робочою частиною, вставкою з WC–Ti–Co–Ni–Al–Fe сплаву (конструкція № 5) | 14 |

Серед виготовлених та випробуваних у лабораторних умовах конструкцій найбільша стійкість до відриву була у штирів конструкції № 5 (14 циклів навантажень). У зв'язку із цим подальші експерименти проводилися на штирях конструкції № 4, 5. Зруйновані в результаті випробувань армуючі елементи різних конструкцій представлені на рис. 2.



*а* *б* *в* *г* *д*

*Рис. 2. Характерні види руйнування армуючих елементів: а – розколювання зовнішньої армуючої твердосплавної втулки; б – сколювання шаруватого штиря; в – розплавлення вставки з КАМ; г – сколювання твердосплавної вставки; д – міцне утримання вставки із твердого сплаву на багатокарбідній основі з багатокомпонентною зв'язкою*

Відомо, що WC–Co тверді сплави мають мікротвердість 14,0–15,0 ГПа. Карбід вольфраму, що становить від 85 до 90 % маси сплаву, має мікротвердість 17,0 ГПа. Мікротвердість основних породоутворюючих мінералів: кварцу, польового шпату, піроксенів, амфібол, кальцитів – значно нижче твердого сплаву. Тому кварц із мікротвердістю 12,0 ГПа не може абразивно впливати на зерна WC. Знос твердого сплаву [6] відбувається взаємодоповнюючими стадіями: 1) абразивне вимивання зв'язки та мікроруйнування окремих фрагментів твердосплавного скелета; 2) втомне руйнування твердого сплаву; 3) руйнування зерен WC внаслідок високих ударних навантажень та температур (до 1000 °C); 4) перехід від механічних видів зносу до фізико-механічних, пов'язаних із термічним зміцненням та окисленням поверхні тертя.

Для забезпечення максимального захисту поверхні від ударно-абразивного зношування були проведені випробування зі штирями конструкції № 5 з використанням зносостійких елементів твердих сплавів різних марок. Необхідно підкреслити, що твердість твердого сплаву ВН20 дорівнює твердості хромистого чавуну, проте його межа міцності при вигині сплаву в 3 рази вище. Але з-за високої вартості і низької зносостійкості сплав ВН20 не використовувався в дослідженнях.

Для виготовлення твердосплавних вставок застосовувалися твердосплавні суміші. Спікання вставок проводилося в прецизійному контрольованому метано-водневому газовому середовищі [7] і в вакуумі. Процес спікання є багатоланковим фізико-хімічним процесом [8]. Але саме цей процес дозволяє суворо контролювати вміст вуглецю в твердих сплавах, що спікаються, для отримання WC–Co і WC–Ni сплавів з однорідною двофазною структурою з вмістом вуглецю, відповідним двофазної області WC–Co, тобто виключає появу в сплаві третьої фази, яка веде до крихкого руйнування твердого сплаву.

Таблиця 2. **Властивості хромистого чавуну та твердих сплавів для наплавок зносостійких армуючих елементів згідно ТУУ 28.4-30153645.004-2001**

| № п/п | Марка сплаву | Твердість, *HRA* | Межа міцності при згині $Rm_{20}$, МПа | Густина, г/см$^3$ |
|---|---|---|---|---|
| 1 | Чавун ЧХ9Н5. | 80 | 580 | 7,0 - 7,3 |
| 2 | Твердий сплав ВН20 | 57 | 1570 | 13,4-13,7 |
| 3 | Твердий сплав ВК6 | 88,5 | 1520 | 14,6-15,0 |
| 4 | Твердий сплав ВК8 | 85,5 | 2100 | 14,0-14,3 |
| 5 | Твердый сплав ВК15 | 86,0 | 1860 | 13,9-14,4 |
| 6 | Твердий сплав ВКН | 87,5 | 1900 | 13,5-13,8 |

Для кожної марки сплаву були оптимізовані параметри імпульсного приварювання. На рис. 3 представлені залежності кількості циклів навантаження до відриву *N* твердосплавних штирів, нанесених на сталеву поверхню, від різних значень тривалості імпульсу від 300 до 550 мс при силі змінного струму *I* = 850 А для різних марок твердих сплавів.

При малих тривалостях імпульсу відбувається локальне прихоплювання частин штирів, а при великих має місце оплавлення контактного шару з утворенням раковин, що супроводжується сіткою тріщин твердосплавної зносостійкої вставки. Таким чином, при аналізі отриманих залежностей (рис. 3) були отримані дані про те, що збільшуючи значення сили струму і тривалості імпульсу, можна домогтися утримання зразків на поверхні. Але при цьому визначальним параметром є міцність зварного шва, що залежить від матеріалу, який повинен бути зі сформованим шаром із високою твердістю і зносостійкістю робочої поверхні та мати високолегований пластичний шар, який забезпечує утворення міцного однорідного зварного шва без раковин і тріщин. Найбільше циклів навантаження до відриву витримують наплавлення зі сплаву ВКН при тривалості імпульсу зварювання 0,4 с. Саме ці наплавлення при використанні оптимізованого режиму приварювання було обрано для подальшого промислового випробування.

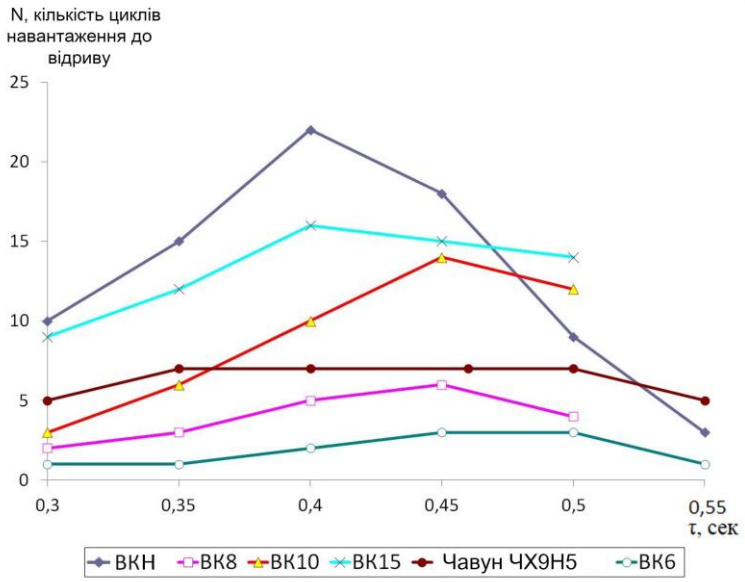
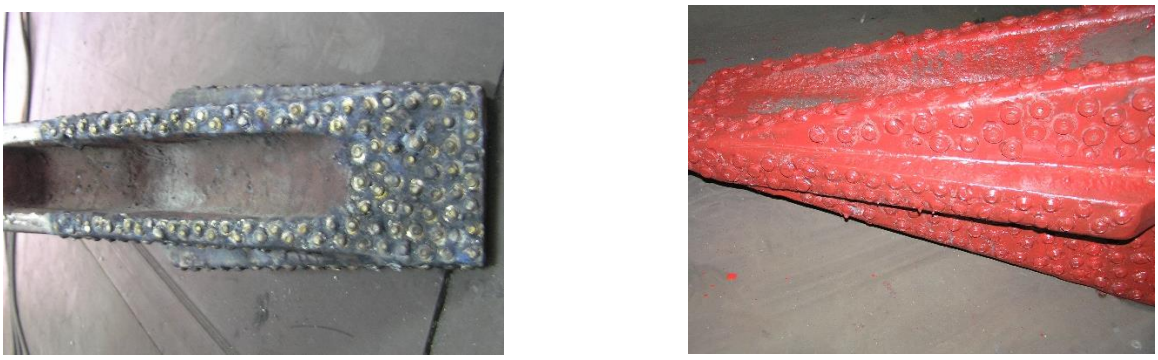



*Рис. 3. Залежність кількості циклів навантаження до відриву N від тривалості імпульсу t (сек) наплавок із різних марок твердих сплавів: ВК6, ВК8, ВК-10, ВК15, ВКН, хромистий чавун ЧХ9Н5*

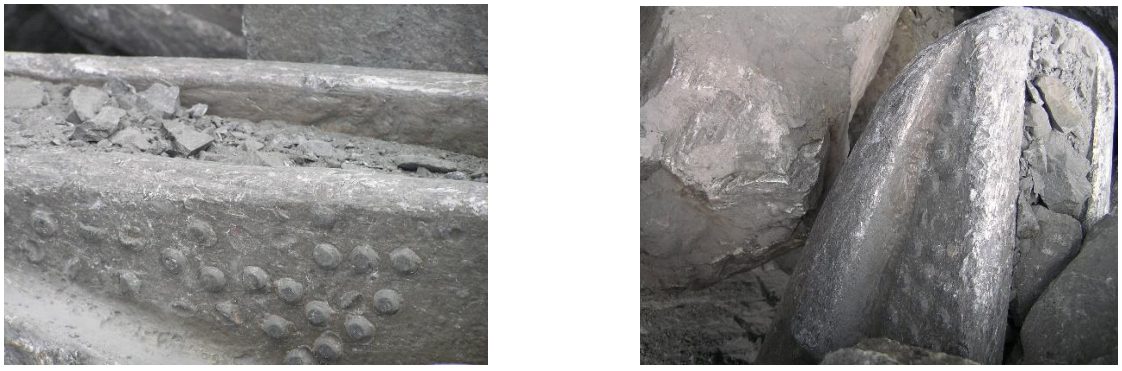
Були проведені виробничі випробування зубів ковшів екскаваторів з твердосплавними армуючими штирями зі сплаву композиту на основі легованої матриці WC, TiC і багатокомпонентної звязки Co, Ni, Fe (а) марки ВКМ. Для визначення експлуатаційних властивостей зносостійкого

покриття у виробничих умовах на зуби ковша екскаватора були нанесені армуючі елементи (рис. 4, 5) згідно з розробленими способами [9, 10].



*а* *б*

*Рис. 4. Зуби для ковша екскаватора з нанесеними твердосплавними армуючими елементами: а – поверхні з наплавленими штирями; б – антикорозійне покриття армованих поверхонь*



*а* *б*

*Рис. 5. Зношені поверхні, армовані зносостійкими елементами із твердого сплаву ВКН: а – зношена армована бічна поверхня; б – зношена армована передня поверхня*

Армовані зуби монтувалися на ківш екскаваторів ЕКГ-8І, порівнювалися у роботі із зубами неармованими. Обсяг переробленої гірничої маси становив 24,318 тис. м$^3$, відповідно норма витрати армованих зубів на 1 тис. м$^3$ гірничої маси становила 0,21 шт. Планова норма витрати зубів на екскаваторній ділянці №1 – 0,40 шт. на тис. м$^3$, а фактична у неармованих зубів – 0,37 шт. на тис. м$^3$ гірничої маси.

**Висновки**

Максимальну зносостійкість ковшів екскаваторів ЕКГ-8І забезпечили твердосплавні армуючі елементи з сплаву ВКН при параметрах приварювання: $I$ = 850А, тривалості імпульсу: $t$ = 400 мс. При змісті зв'язки понад 15% вартість робіт з наплавлення не є ефективною через збільшення вартості. В результаті виробничих випробувань комбінованих твердосплавних штирів із сплаву ВКН визначено, що витрата армованих зубів у 1,76–1,9 менше, ніж неармованих.

Для подальшого підвищення експлуатаційних властивостей техніки та розширення галузі застосування технології імпульсного армування твердосплавними елементами необхідно підвищити ударно-абразивну зносостійкість сплавів на полікарбідній основі і сплавів із вмістом багатокопонентної зв'язки 8–10 %.

**M.M. Prokopiv, O.V. Kharchenko, Yu.P. Ushchapovskyy**

*V. N. Bakul Institute for Superhard Materials of National Academy of Sciences of Ukraine*

**IMPROVING THE WEAR RESISTANCE OF THE WORKING BODIES OF MINING EQUIPMENT**

*The article proposes cemented carbide reinforcement of the steel surfaces of the teeth of excavator buckets with layered pins with increased physical and mechanical characteristics. The design of the reinforcing elements was optimized, the optimal welding parameters and the composition of the hard alloy pins were established.*

*For the manufacture of hard alloy elements, serial and regenerated mixtures with a bond content of 13 to 20% were used. Sintering of the inserts was carried out in pass-through, vacuum furnaces.*

*It was established that by increasing the value of the current and the duration of the pulse, it is possible to ensure the attachment of hard alloy inserts on steel surfaces, but the determining parameter will be the strength of the weld seam, which depends on the material of the wear-resistant insert and the welding parameters. Optimal welding parameters of reinforcing inserts are set: pulse duration – T=0.04 s, current – I = 850 A. But with a bond content of more than 15%, the cost of surfacing works is not effective due to a significant decrease in wear resistance and an increase in cost. As a result of laboratory research and production tests, it was established that the wear resistance of bucket teeth of excavators and chisels of deep rippers reinforced with cemented carbide elements made of WC–TiC–Co–Ni–Al–Fe alloy is increased by 1.7÷1.9 compared to serial tools and is economically beneficial due to the reduction in the price of the constituent alloys. In order to further improve the operational properties of reinforcing hard alloy elements and expand their scope of application, it is necessary to increase the impact-abrasive wear resistance of multi-carbide based alloys with a content of multicomponent bonds of 8–10%.*

***Key words**: welded reinforcement, hard alloy, polycarbide base, multi-component bond, surfacing, bucket teeth, chisel bits of deep looseners, wear resistance.*

## Література

1. Гречнева М.В., Толкачев С.А., Владимирцев И.К. Повышение износостойкости деталей горных машин // Вестник ИрГТУ. – 2011. – № 12 (59). – С. 26–29.
2. Болобов В.И., Баталов А.П., Бочков В.С., Чупин С.А. Износостойкость стали 110Г13Л в различных абразивных средах // Записки Горного института. – 2014. – Т. 209. – С. 17–22.
3. Лотоус В.В., Наумова Е.А., Драгобецкий В.В. Повышение износостойкости зубьев ковшей экскаваторов при избирательном взрывном упрочнении // Сучасні ресурсоенергозберігаючі технології гірничого виробництва. – 2014. – 1(13). – С. 157–164.
4. Shivali S., Amardeep S.K., Jasmaninder S.G., Gurmeet S.C. Wear Behavior of Weld Overlays on Excavator Bucket Teeth. // *Tribology International*, 2006. Vol. 39, N 6. – P. 570–574.
5. Технология электрической сварки металлов и сплавов плавлением / Под ред. акад Б. Е. Патона. – М.: Машиностроение, 1974. – 768 с.
6. Арцимович Г.В. Механофизические основы создания породоразрушающего инструмента. – Новосибирск: Наука, 1985. – 268 с.
7. Бондаренко В. П., Павлоцкая Э. Г. Спекание вольфрамовых твердых сплавов в прецизионно-контролируемой газовой среде. – К.: Наукова думка, 1995. – 204 с.
8. Бабич М.М. Неоднородность твердых сплавов по содержанию углерода и ее устранение. – К.: Наукова думка, 1975. – 175 с.
9. Патент на корисну модель № 23230 Україна МПК B23K 9/23 (2006.01), B23K 9/00. Спосіб формування зносостійкого покриття / А.К. Кінах, В. О. Півень, М. В. Новіков,

В. П. Бондаренко, М. В. Тараненко, А. М. Папіж, Ю. П. Ущаповський. – Опубл. 10.05.07, Бюл. № 6.

10. Патент на корисну модель №23231 Україна МПК B23K 9/23 (2006.01), B23K 9/00. Спосіб формування зносостійкого покриття / А.К. Кінах, В. О. Півень, М. В. Новіков, В. П. Бондаренко, М. В. Тараненко, А. М. Папіж, Ю. П. Ущаповський. – Опубл. 10.05.07, Бюл. № 6.

*Надійшла 05.09.22*

**References**

1. Grechneva, M.V., Tolkachev, S.A., & Vladimirtsev, I.K. (2011). Povyshenie iznosostoikosti detalei gornykh mashin [Improving the wear resistance of mining machine parts]. *Vestnyk Yrkutskoho hornoho tekhnycheskoho unyversyteta – Bulletin of the Irkutsk Mining Technical University, 12 (59),* 26–29 [in Russian].
2. Bolobov, V.I., Batalov, A.P., Bochkov, V.S., & Chupin, S.A. (2014). Iznosostoikost stali 110H13L v razlichnykh abrazivnykh sredakh [Wear resistance of 110G13L steel in various abrasive media]. *Zapyski Hornoho instituta – Notes of the Mining Institute, 209,* 17–22 [in Russian].
3. Lotous, V.V., Naumova, E.A.,& Drahobetskii V.V. (2014). Povyshenie iznosostoikosti zubev kovshei ekskavatorov pri izbiratelnom vzryvnom uprochnenii [Improving the wear resistance of excavator bucket teeth with selective explosive hardening]. *Suchasni resursoenerhozberihaiuchi tekhnolohii hirnychoho vyrobnytstva – Modern resource-energy-saving technologies of mining production, 1(13),* 157–164 [in Russian].
4. Shivali, S., Amardeep, S.K., Jasmaninder, S.G., & Gurmeet, S.C. (2006). Wear Behavior of Weld Overlays on Excavator Bucket Teeth. *Tribology International, 39, 6,* 570–574.
5. Paton, B. Ye. (Ed.). (1974). *Tekhnolohiia elektricheskoi svarky metallov i splavov plavleniem [Technology of electric fusion welding of metals and alloys]*. Moscow: Mashinostroenie [in Russian].
6. Artsimovich, G. V. (1985). *Mekhanofizicheskie osnovy sozdaniia porodorazrushaiushcheho instrumenta [Mechanophysical basis of creation of a rock-destroying tool]*. Novosibirsk: Nauka [in Russian].
7. Bondarenko, V. P., & Pavlotskaia, E. G. (1995). *Spekanie volframovykh tverdykh splavov v pretsizionno-kontroliruemoi hazovoi srede [Sintering of tungsten hard alloys in a precision-controlled gas environment]*. Kiev: Naukova Dumka [in Russian].
8. Babich, M.M. (1975). *Neodnorodnost tverdykh splavov po soderzhaniiu uhleroda y ee ustranenye [Inhomogeneity of hard alloys in terms of carbon content and its elimination]*. Kiev: Naukova Dumka [in Russian].
9. Kinakh, A.K., Piven, V. O., Novikov, M. V. (2007). Utility model patent of Ukraine 23230 [in Ukrainian].
10. Kinakh, A.K., Piven, V. O., Novikov, M. V. (2007). Utility model patent of Ukraine 23231 [in Ukrainian].

УДК 004.85:621.762.3:537.528 DOI: 10.33839/2708-731X-24-1-294-301

**М. С. Присташ**[1], **С. Ф. Присташ**[2], кандидати технічних наук; **О. М. Сизоненко**, д-р техн. наук; **А. С. Торпаков**, **Є. В. Липян**[1]; **Н. О. Олійник**[3], кандидати технічних наук

[1]*Інститут імпульсних процесів і технологій НАН України, просп. Богоявленський, 43а, 54018, м. Миколаїв, Україна, e-mail: sizonenko43@rambler.ru*
[2]*Національний університет кораблебудування ім. адм. Макарова, просп. Героїв України, 9, 54025, м. Миколаїв, Україна, e-mail: belayasvf@gmail.com*
[3]*Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська, 2, 04074, м. Київ, Україна, e-mail:oleynik_nonna@ukr.net*

# ПРОГНОЗУВАННЯ ПРОЦЕСІВ ВИСОКОВОЛЬТНОГО ЕЛЕКТРОРОЗРЯДНОГО СИНТЕЗУ КАРБІДУ ТИТАНУ ІЗ ВИКОРИСТАННЯМ МЕТОДІВ МАШИННОГО НАВЧАННЯ

*Шляхом математичного моделювання з використанням методів машинного навчання отримані поверхні розподілу температури плазми в каналі розряду, значень тиску в каналі розряду, тиску на стінці камери, кількості карбіду титану, що утворився під час обробки в залежності від міжелектродного проміжку та кількості імпульсів, при використанні іскрового розряду та концентрації порошку титану у гасі 0,07 кг/дм$^3$, частоті слідування імпульсів 0,3 Гц та енергії одиничного впливу 1кДж. Встановлена можливість використання методів машинного навчання для прогнозування процесів та результатів високовольтної електророзрядної обробки порошку титану у гасі із використанням іскрового розряду та необхідність розглянути інші, більш точні алгоритми машинного навчання.*

***Ключові слова:*** *карбід титану, високовольтний електричний розряд, плазма, гас, машинне навчання, логістична регресія, метод Random forest.*

## Вступ

Традиційні методи аналізу складу та властивостей матеріалів є трудомісткими та дорогими. Сучасним лабораторіям у середньому потрібно до 10 років на розробку нових матеріалів і до 20 років для їх масового виробництва. Однак, використання технологій моделювання при розробці нових матеріалів дозволяє зменшити час розробки та впровадження нових матеріалів майже у два рази за рахунок високої швидкості отримання результатів, повторюваності, безпечності, швидкому виявленню помилок та низькій вартості.

Моделювання, засноване на великих базах даних, засновується на припущенні, що, оскільки дані надходять як з добре вивчених, так і не з дуже добре вивчених розділів фізики, що відносяться до розглянутого питання, розвиток моделі, заснованої на великих базах даних, може врахувати всю фізику явища разом [1].

Високовольтна електророзрядна обробка (ВЕР) порошкових сумішей – це один з сучасних методів подрібнення та зміни фазового складу порошків металів та надтвердих матеріалів, який відзначається не лише ефективністю, а і низькою собівартістю процесу у порівнянні з класичними методами подрібнення. Зокрема, ВЕР використовується для створення карбідотитанових твердих сплавів [2] та подрібнення порошків карбіду бору [3] та синтетичного алмазу [4].

Але фізичний механізм процесів диспергування при використанні ВЕР у рідині вивчено ще недостатньо. У роботах [5, 6] висловлено припущення, що основну роль у руйнуванні частинок

матеріалу, що знаходяться в зоні розряду, грає ударна хвиля, що генерується каналом іскрового розряду. Крім цього, в процесі диспергування в різній мірі беруть участь об'ємна мікрокавітація, руйнування частинок при ударі об стінки розрядної камери і взаємне стирання частинок при перемішуванні у всьому об'ємі камери. Вибір порошку титану обумовлений актуальністю та широкими можливостями його використання в якості наповнювача, модифікатора, або компонента металоматричних композитів, в тому числі і карбідотитанових твердих сплавів.

Враховуючи це, використання методу моделювання на великих базах даних може дати більш точні результати прогнозування процесів та результатів ВЕР обробки.

Тому метою роботи є дослідження можливості використання методів машинного навчання для прогнозування результатів високовольтної електророзрядної обробки порошку титану у вуглеводневій рідині.

**Об’єкти і методи дослідження**

В загальному вигляді процес машинного навчання складається з вхідних даних, алгоритму та результатів, які були отримані. Додатково до процесу можуть бути додані дані попереднього «навчання» моделі, що дозволяє оцінити точність прогнозу. Така модель має назву «контрольована».

В якості алгоритмів модулювання було обрано логістичну регресію та метод *Random forest*. В якості мови реалізації – язик програмування *Python* та додаток *Colaboratory*, або скорочено *Colab* – продукт від *Google Research*. *Colab* дозволяє писати та виконувати довільний код *Python* через браузер і особливо добре підходить для реалізації машинного навчання та аналізу даних.

Логістична регресія – це алгоритм класифікації, що використовується для віднесення даних до дискретного набору класів. На відміну від лінійної регресії, що виводить безперервні числові значення, логістична перетворює вихідні дані за допомогою сигмоїду. Це один з найпростіших алгоритмів, який можна використовувати для вирішення задач класифікації [7].

*Random forest* – метод машинного навчання для класифікації, регресії та інших завдань, який працює за допомогою побудови численних дерев прийняття рішень під час тренування моделі й продукує усереднений прогноз (регресію) побудованих дерев [8, 9].

В якості даних для моделювання були використані результати обробки вихідного порошку титану в гасі із використанням одновістрійної електродної системи, яка дозволяє реалізувати у середовищі гас-порошок іскровий розряд (ІР), отримані в період в 2013 до 2021 років. Дані включали у себе інформацію про кількість імпульсів обробки, розрядний проміжок, тиск у канали розряду та тиск на стінках камери, яка детально розглянута у роботах [2–4, 10], та кількість карбіду титану, розраховану за методикою *RIR* [11].

Однією з поставлених задач моделювання було визначити базові елементарні характеристики ВЕР обробки, які можна безпосередньо контролювати, і які б чинили вплив на результати самої обробки. Для цього було проведено попередню обробку даних, що дозволило виключити сталі величини для всіх обраних обробок – концентрацію порошку титану у вуглеводневій рідині (0,07 г/дм$^3$), енергію одиничного розряду (1 кДж) та частоту слідування розрядів (0,3 Гц). Це дозволило визначити основні змінні, які стануть вхідними даними, а саме розрядний проміжок та кількість імпульсів впливу, що впливають на формування каналу розряду та характеристики середовища, а тому і на вихідні дані: температуру плазми, тиск у каналі розряду, тиск на стінці камери та кількість карбіду титану, що утворився після ВЕР обробки.

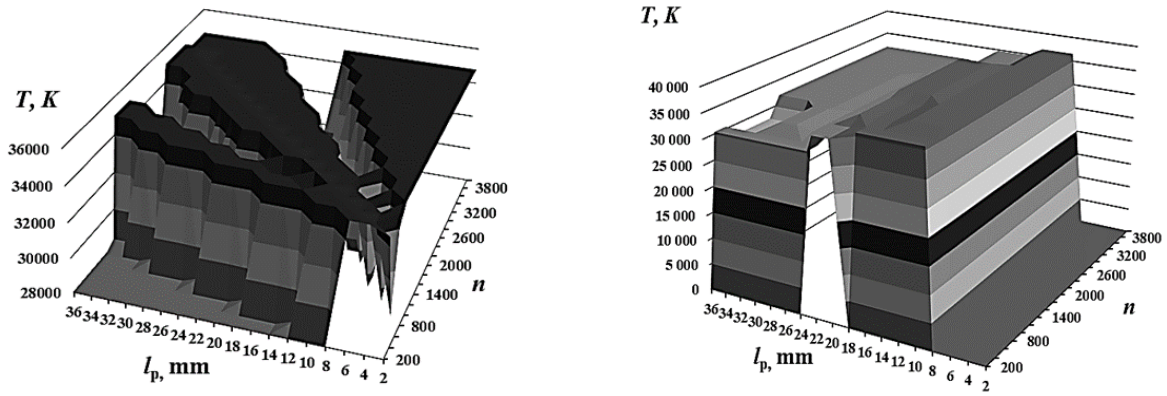
Величина розрядного проміжку безпосередньо впливає на форму, довжину та об’єм плазмового каналу розряду і на режим ВЕР, який буде реалізовано після його пробою [2–4, 10]. По мірі збільшення кількості імпульсів відбувається піроліз гасу з утворенням твердофазного нановуглецю та диспергуванням частинок оброблюваного порошку, що

спричиняє поступову зміну властивостей робочого середовища і, як наслідок, зміну гідродинамічних характеристик розряду та режиму ВЕР. До того ж, ВЕР супроводжується поступовою ерозією електроду та може супроводжуватись змінами геометрії електродної системи, що призводить до зміни ефективного значення міжелектродного проміжку під час обробки та також впливає на характеристики розряду [2–4, 10].

Для прогнозування вихідних даних була використана контрольована модель машинного навчання. Для цього дані були поділені у співвідношенні 80 / 20 відсотків для визначення точності прогнозу, для чого була використана метрика *Accuracy* [12].

**Результати і обговорення**

Завдяки використанню моделі логістичної регресії були отримані наступні залежності температури плазмового каналу від величини міжелектродного проміжку та кількості імпульсів обробки (рис. 1, *а*). Встановлено, що розподіл є доволі нерівномірним, а отримані значення складають близько 28000 К для кількості імпульсів від 200 до 1000 майже у всіх значеннях міжелектродного проміжку, та до 35000 К при збільшенні кількості імпульсів з 1000 до 1400. Це може бути пов’язано із зменшенням ефективного значення міжелектродного проміжку в результаті диспергування частинок та зростання кількості седиментованих у робочій рідині у зоні міжелектродного проміжку частинок порошку. Окремо слід відзначити, що температури плазми у 35000 К характерні для проміжку з 2 мм до 14 мм, та спостерігаються також при лінійному зростанні міжелектродного проміжку та кількості імпульсів впливу. Також на розподілі спостерігаються зони зменшення температури плазми до 28000 К, що може бути пов’язано із змінами, які відбуваються у середовищі гас-порошок титану.

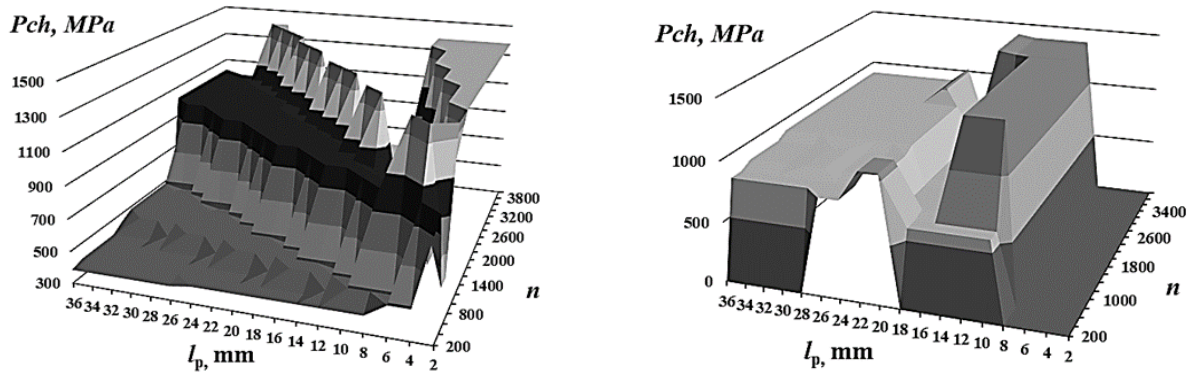



*а* *б*

*Рис. 1. Розподіл значень температури плазми в каналі розряду в залежності від міжелектродного проміжку та кількості імпульсів при використанні ІР, отриманий згідно з моделями логістичної регресії (а) та Random forest (б)*

Розподіли, отримані за допомогою *Random forest*, відрізняються від отриманих за допомогою логістичної регресії (рис. 1, *б*). Так, у міжелектродному проміжку від 2 мм до 8 мм згідно з результатами моделювання плазмового каналу не утворюється взагалі. Фактично, у такому режимі пробій відбувається, але реалізовується режим короткого замкнення, який суттєво відрізняється від типових для ВЕР-обробки порошкових сумішей режимів ВЕР. При більших величинах проміжку температура плазми майже у всіх можливих випадках складає близько 30000 К, а найвищі значення, до 35000 К, вона має на проміжку від 8 мм до 18 мм на усьому проміжку кількості імпульсів обробки. Це пов’язано із тим, що запасена енергія одиничного розряду у таких режимах виділяється у меншому об’ємі плазмового каналу.

При утворенні в міжелектродному проміжку плазми формується хвиля стиснення-розтягування, яка рухається від зони каналу розряду до стінок камери. На рис. 2, *а* зображено розподіл значень тиску в каналі розряду в залежності від міжелектродного проміжку та кількості імпульсів при використанні іскрового розряду.




*а* *б*

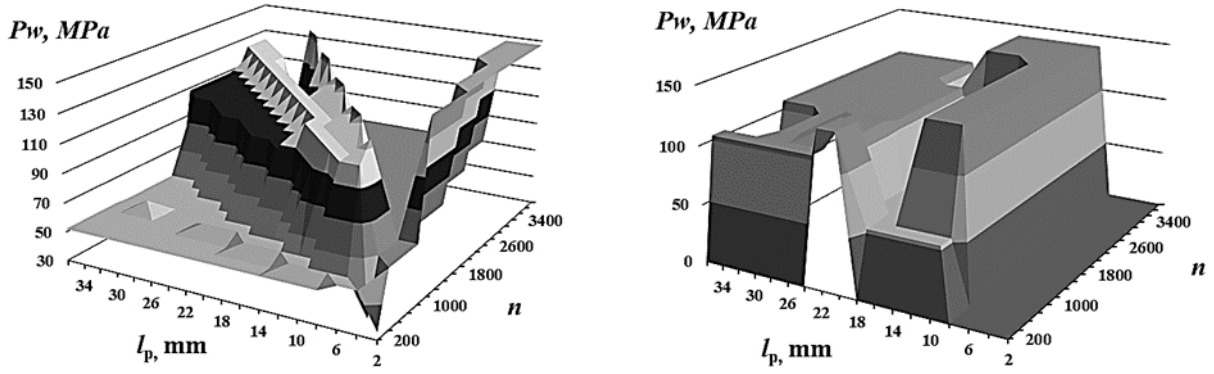
*Рис. 2. Розподіл значень тиску в каналі розряду в залежності від міжелектродного проміжку та кількості імпульсів при використанні ІР, отриманий згідно з моделями логістичної регресії (а) та Random forest (б)*

Видно, що значення амплітуди тиску у каналі від 800 МПа до 1300 МПа характерні для зони лінійної залежності збільшення як міжелектродного проміжку, так і кількості розрядів впливу.

Також слід зазначити, що найбільшим значенням тиску в каналі (до 1800 МПа) розряду характеризується область із міжелектродним проміжком від 2 мм до 6 мм, починаючи з 1000 імпульсів обробки.

Відповідно до розподілу температури плазми при Random forest, тиск у каналі розряду (рис. 2, *б*) дорівнює нулю у міжелектродному проміжку від 2 мм до 8 мм, у проміжку від 8 до 18 мм має максимальні значення до 1,5 ГПа майже при усіх значеннях кількості імпульсів обробки, а у проміжку від 18 мм до 36 мм тиск дорівнює 1 ГПа. Такі результати пов’язані із тим, що у проміжку від 2 до 8 мм при обробці титану у гасі реалізується режим короткого замкнення, який не є ефективним ані з точку зору диспергування, ані з точки зору синтезу карбіду титану, тому такі обробки практично не виконувалися, а їх результати у значній мірі відсутні у вихідній базі даних.

Стабільно високими значеннями тиску на стінці камери (до 130 МПа), згідно з моделями логістичної регресії, характеризуються зони, що належать до лінійної залежності збільшення міжелектродного проміжку та кількості розрядів впливу (див. рис. 3, а). Найбільші значення тиску на стінці камері (150 МПа) мають зони, що відповідають найвищим значенням тиску у каналі розряду – це області із міжелектродним проміжком від 2 мм до 6 мм, починаючи з 1000 імпульсів обробки.



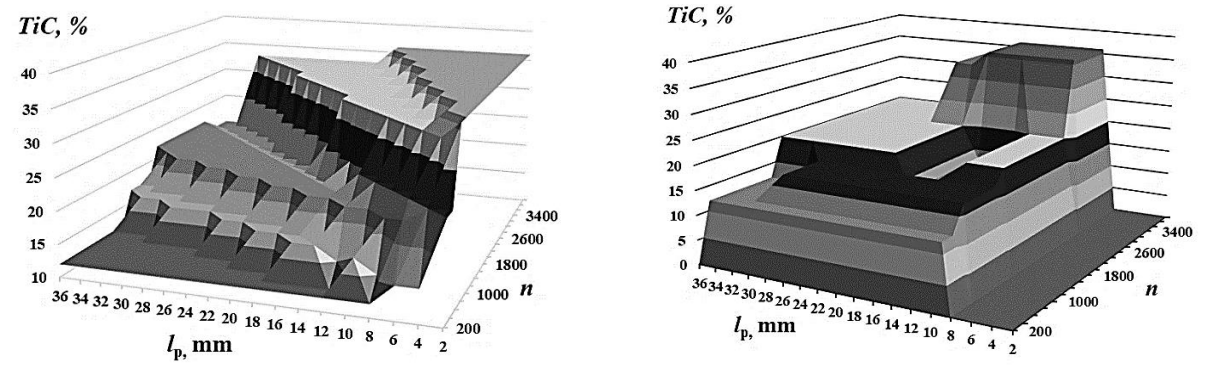

*а* *б*

*Рис. 3. Розподіл тиску на стінці камери в залежності від міжелектродного проміжку та кількості імпульсів при використанні ІР, отриманий згідно з моделями логістичної регресії (а) та Random forest (б)*

Величина тиску на стінках камери згідно з *Random forest* (рис. 3, *б*) також співвідноситься з величинами температури плазми та тиском в каналі розряду (рис. 1, *б* та 2, *б*). Так, у міжелектродному проміжку від 2 мм до 8 мм значення тиску дорівнює 0, на проміжку від 8 мм до 18 мм на усьому проміжку кількості імпульсів обробки має максимальні значення у 140 МПа, а у проміжку від 18 мм до 36 мм – становить близько 100 МПа незалежно від кількості імпульсів обробки.

У результаті гідродинамічного впливу та впливу плазми каналу розряду на порошок титану у гасі під час ВЕР-обробки відбувається його подрібнення, сфероїдизація часток та хімічні перетворення з утворенням карбіду титану [10, 13].

На рис. 4 наведені дані щодо кількості карбіду титану, який утворився під час ВЕР-обробки. Цей процес залежить від багатьох факторів: подрібнення, присутності плазми, наявності вільного вуглецю – але, згідно з моделлю логістичної регресії, кількість карбіду під час обробки поступово збільшується з 0 до 40 % зі збільшенням кількості імпульсів обробки від 200 до 4000. Однак, для міжелектродного проміжку від 20 мм до 36 мм цей процес активно починається від 1000 імпульсів обробки, а при 4000 імпульсів кількість утвореного карбіду не перевищує 30 %.




*а* *б*

*Рис. 4. Розподіл кількості карбіду титану що утворився під час обробки в залежності від міжелектродного проміжку та кількості імпульсів при використанні ІР, отриманий згідно з моделями логістичної регресії (а) та Random forest (б)*

На рис. 4, *б* зображена прогнозована кількість карбіду титану, що утвориться після ВЕР-обробки згідно *Random forest*. При міжелектродному проміжку від 2 мм до 8 мм карбідизації не відбувається (оскільки у такому проміжку може реалізуватися лише режим короткого замкнення), у проміжку від 8 до 36 мм при кількості імпульсів обробки від 200 до 2000 утворюється близько 10 % карбіду титану, а від 2000 до 4000 імпульсів – близько 20 %. Однак, при значенні міжелектродного проміжку від 10 мм до 20 мм та кількості імпульсів обробки від 2500 до 4000 можна досягти карбідизації титану на рівні 35 %.

Варто зазначити, що результати моделювання не враховують можливої зміни міжелектродного проміжку під час обробки внаслідок взаємодії шару порошку із гідропотоками. І хоча отримані дані знаходяться у межах моделі, з них не можна робити практичних висновків щодо оптимальної для карбідизації величини міжелектродного проміжку у діапазоні вище 20 мм.

**Висновки**

Показана можливість використання методів машинного навчання для прогнозування значень температури плазми в каналі розряду, тиску в каналі розряду, тиску на стінках камери та кількості утвореного карбіду титану в залежності від міжелектродного проміжку та кількості імпульсів в результаті високовольтної електророзрядної обробки порошку титану у гасі із реалізацією ІР.

Встановлено, що згідно з прогнозами логістичної регресії найвищі значення температури плазми та тиску при обробці можна отримати, пропорційно збільшуючи значення кількості імпульсів обробки відповідно до значення міжелектродного проміжку, а карбідизація титану відбувається краще на проміжку до 18 мм зі збільшенням кількості імпульсів обробки.

Результати прогнозування за допомогою Random forest мають більшу точність відносно експериментальних даних та свідчать про те, що при використанні міжелектродного проміжку від 10 мм до 18 мм значення температури плазми досягають 40000 К, тиск у каналі розряду – 1,5 ГПа, а тиск на стінках камери – 140 МПа. При значенні міжелектродного проміжку від 10 мм до 20 мм та кількості імпульсів обробки від 2500 до 4000 можна досягти карбідизації титану на рівні 35 %. Також методика Random forest більш коректно враховує той факт, що обробка із проміжком від 2 до 8 мм є реалізацією неефективного режиму короткого замкнення, який практично не досліджувався.

**M. S. Prystash[1], S. F. Prystash[2], O. M. Syzonenko[1], A. S. Torpakov[1], Ye. V. Lypian[1], N. O. Oliinyk[3]**

[1]*Institute of Pulse Processes and Technologies of the National Academy of Sciences of Ukraine*
[2]*Admiral Makarov National University of Shipbuilding*
[3]*V. M. Bakul Institute for Superhard Materials of the National Academy of Sciences of Ukraine*

**FORECASTING PROCESSES OF HIGH VOLTAGE ELECTRIC DISCHARGE SYNTHESIS OF TITANIUM CARBIDE USING MACHINE LEARNING METHODS**

*The surfaces of the plasma temperature distribution in the discharge channel, the values of the pressure in the discharge channel, the pressure on the chamber wall, the amount of titanium carbide formed during processing depending on the interelectrode gap and the number of pulses are obtained by mathematical modeling using machine learning methods for spark discharge at the concentration of titanium powder in kerosene of 0.07 kg / dm3, the pulse repetition frequency of 0.3 Hz and the energy of single impact of 1 kJ. The possibility of using machine learning methods to predict the processes and results of high-voltage electric*

*discharge treatment of titanium powder in kerosene using spark discharge and the need to consider other, more accurate machine learning algorithms, are shown.*

***Key words**: titanium carbide, high voltage electric discharge, plasma, kerosene, machine learning, logistic regression, Random forest method.*

## Література

1. Bouchiba K., Kayvantash K., Hanna K. Whitepaper: The Emergence of Artificial Intelligence in CAE Simulation for manufacturers. Брошюра компании MSC Software [Электронний ресурс]. – Режим доступу: https://www.mscsoftware.com/artificial-intelligence-manufacturing-report (дата звернення: 10.04.2022).
2. Sizonenko O. N., Baglyuk G. A., Raichenko A. I., et al. Effect of high-voltage discharge on the particle size of hard alloy powders // Powder Metallurgy and Metal Ceramics. – 2011. – Vol. 49, N 11. – P. 630–636.
3. Syzonenko O.M., Loboda P.I., Zaichenko A.D., et al. The influence of high-voltage electrical discharge on dispersion and structure of $B_4C$ powder // J. Superhard Materials. – 2017. – Vol. 39, N 4. – P. 243–250.
4. Sizonenko O. N., Oleinik N. A., Petasyuk G. A., et al. Effect of high-voltage electrical discharge treatment of diamond powders on their mechanical characteristics // Powder Metallurgy and Metal Ceramics. – 2013. – Vol. 57, N 7. – P. 365–369.
5. Гаврилов Г. Н., Горовенко Г. Г., Малюшевский П. П., Рябинин А. Г. Разрядноимпульсная технология обработки минеральных сред. – К.: Наукова думка, 1979. – 163 с.
6. Курец В. И., Усов А. Ф., Цукерман В. А. Электроимпульсная дезинтеграция материалов. – Апатиты: Изд-во Кольского научного центра РАН, 2002. – 324 с.
7. Hastie T., Tibshirani R., Friedman J. The Elements of Statistical Learning, 2nd edition. – Springer, 2009. – 533 p.
8. Breiman L. Random Forests // Machine Learning. – 2001. – Vol. 45. – P. 5–32.
9. Raschka S., Mirjalili V. Python machine learning: Machine learning and deep learning with Python, scikit-learn, and TensorFlow 2. – Packt Publishing Ltd, 2019. – 622 p.
10. Sizonenko O. M., Prystash M. S., Taftai E. I., et al. Modeling of Electric-Discharge Processes in the Course of Treatment of Titanium in Hydrocarbon Liquids // Materials Science. – 2021. – Vol. 57. – P. 209–214.
11. Chipera S. J., Bish D. L. Multireflection RIR and intensity normalizations for quantitative analyses: Applications to feldspars and zeolites // Powder Diffraction. – 1995. – Vol. 10. – P. 47–55.
12. Powers D.M.W. Evaluation: from precision, recall and f-measure to roc, informedness, markedness & correlation // Journal of Machine Learning Technologies. – 2011. – Vol. 2, N 1. – P. 37–63.
13. Sizonenko O. N., Baglyuk G. A., Taftai E. I., et al. Dispersion and carburization of titanium powders by electric discharge // Powder Metallurgy and Metal Ceramics. – 2013. – Vol. 52, N 5. – P. 247–253.

*Надійшла 28.06.22*

## References

1. Bouchiba, K., Kayvantash, K., & Hanna, K. Whitepaper: The Emergence of Artificial Intelligence in CAE Simulation for manufacturers. MSC Software bulletin. (n.d.). *www.mscsoftware.com*. Retrieved from // www.mscsoftware.com/artificial-intelligence-

manufacturing-report
2. Sizonenko, O. N., Baglyuk, G. A., Raichenko, A. I., et al. (2011). Effect of high-voltage discharge on the particle size of hard alloy powders. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics, 49, 11,* 630–636.
3. Sizonenko, O.M., Loboda, P.I., Zaichenko, A.D. et al. (2017). The influence of high-voltage electrical discharge on dispersion and structure of $B_4C$ powder. *Journal of Superhard Materials, 39, 4,* 243–250.
4. Sizonenko, O. N., Oleinik, N. A., Petasyuk, G. A., et al. (2013). Effect of high-voltage electrical discharge treatment of diamond powders on their mechanical characteristics. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics, 57, 7,* 365–369.
5. Gavrilov, G. N., Gorovenko, G. G., Malyushvskii, & P. P., Ryabinin, A. G. (1979). *Razriadnoimpulsnaia tekhnolohiia obrabotki mineralnykh sred [Pulsed discharge technology of mineral mediums treatment]*. – Kiev: Naukova Dumka [in Russian].
6. Kurets, V. I., Usov, A. F., & Tsukerman, V. A. (2002). *Elektroimpulsnaia dezintehartsia materialov [Electric pulse disintegration of materials]*. – Apatity: RAS Kola scientific centre publishing house [in Russian].
7. Hastie, T., Tibshirani, R., & Friedman, J. (2009). *The Elements of Statistical Learning, 2nd edition.* – Springer.
8. Breiman, L. (2001). Random Forests. *Machine Learning, 45,* 5–32.
9. Raschka, S., & Mirjalili, V. (2019). *Python machine learning: Machine learning and deep learning with Python, scikit-learn, and TensorFlow 2*. – Packt Publishing Ltd.
10. Sizonenko, O. M., Prystash, M. S., Taftai, E. I., et al. (2021). Modeling of Electric-Discharge Processes in the Course of Treatment of Titanium in Hydrocarbon Liquids. *Materials Science, 57,* 209–214.
11. Chipera, S. J. & Bish, D. L. (1995). Multireflection RIR and intensity normalizations for quantitative analyses: Applications to feldspars and zeolites. *Powder Diffraction, 10,* 47–55.
12. Powers, D.M.W. (2011). Evaluation: from precision, recall and f-measure to roc, informedness, markedness & correlation. *Journal of Machine Learning Technologies, 2, 1,* 37–63.
13. Sizonenko, O. N., Baglyuk, G. A., Taftai, E. I., et al. (2013). Dispersion and carburization of titanium powders by electric discharge. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics, 52, 5,* 247–253.

УДК 620.178.152.341.4:621.744: 666.798.2 DOI: 10.33839/2708-731X-24-1-302-311

**Т. О. Псярнецька**[1]; **М. О. Цисар**[1], **А.М. Бабак**[2], кандидати технічних наук; **О. О. Лєщук**[1], д-р техн. наук; **Т. О. Косенчук**[1]; **В. В. Івженко**[1], канд. техн. наук; **В. І. Щидловський**[1]

*[1]Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська, 2, 04074 м. Київ, e-mail: t_tsysar@ism.kiev.ua*
*[2]Національний технічний університет України «Київський політехнічний інститут ім. Ігоря Сікорського», пр. Перемоги 37, 03056 м. Київ, e-mail: sopromat_dpm@ukr.net*

# ДОСЛІДЖЕННЯ УЩІЛЬНЕННЯ ЧАСТОК КЕРАМІКИ SiC, WC, AlN МІКРОІНДЕНТУВАННЯМ В НАПІВФАБРИКАТАХ У ФОРМІ КУЛІ З ОТВОРОМ, ОТРИМАНИХ ІНЖЕКЦІЙНИМ ЛИТТЯМ

*Комп'ютерне моделювання стало невід'ємною складовою роботи інженера-конструктора, що значно прискорило та знизило собівартість процесу переходу від проектування до виробництва за рахунок зменшення кількості промислових випробувань.*

*Мета досліджень: доповнення результатів моделювання відомостями про остаточне ущільнення матеріалу в зоні найповільнішого остигання за рахунок додаткового пресування.*

*Методи дослідження: інформаційно-аналітичні дослідження, комп'ютерне моделювання, механічні випробування.*

*Результати досліджень: для поперечного зрізу дослідного зразка було побудовано тривимірну мапу мікротвердості, що підтвердило факт ущільнення часток кераміки та утворення крупних агломератів в центральній зоні найповільнішого остигання.*

*Практичне значення: отримані відомості дозволять оптимізувати процес підготовки пластичних керамічних мас та формування напівфабрикатів на етапі лиття у прес-форму.*

***Ключові слова:*** *інжекційне формування, комп'ютерне моделювання, індентування, мікротвердість, карбід кремнію, карбід вольфраму, нітрид алюмінію.*

## Вступ

Поняття «кераміка» та «вироби з кераміки» за останню половину сторіччя суттєво розширились. Саме визначення походить від давньогрецького keramos – глина, та відповідно «кераміка» – гончарне мистецтво. Серійне виробництво наклало на це поняття свій відбиток, і мистецтво перетворилось на технологічний процес. Також суттєво розширилась сфера застосування: з'явилось таке поняття як технічна кераміка, де на зміну водного розчину глини прийшли розчини на основі карбідів, оксидів, нітридів металів. Кераміку на основі тугоплавких сполук та керметів почали використовувати не лише як кухонне приладдя, а і в таких галузях як: медицина, електроніка, авіація та космонавтика, машино- та станкобудування, хімічна промисловість [1].

В зв'язку з цим до якості керамічних виробів почали висувати нові вимоги, під якими згідно з міжнародним стандартом ISO 8402:1994 і державним стандартом України ДСТУ ISO 9002-95 розуміють сукупність характеристик [2,3]. Однією з обов'язкових характеристик виробу є взаємозамінність, під якою розуміють властивість конструкції виробу забезпечувати можливість установки чи заміни кожної з її незалежно виготовлених деталей чи складаних одиниць. Через це було створено нові методи виробництва більш схожих на виготовлення серійних деталей в металургії, такі як: прокат, шлікерне лиття, інжекційне формування [4].

За останні роки метод інжекційного формування еволюціонував та відокремився від методу шлікерного лиття [5]. Сутність методу полягає у тому, що для виготовлення виробів готується термопластична маса на основі керамічного порошку та зв'язуючого [6]. В подальшому вона інжектується за рахунок пластичної течії під дією тиску в прес-формі. Відносне переміщення частинок і їх щільне укладання можливі тільки за наявності між ними прошарку пластифікатору – зв'язуючого. Пластифікатор, разом із полегшенням ковзання частинок порошку одна відносно одної і стінок прес-форми, додає заготівкам деяку додаткову адгезійну міцність за рахунок клеючої здатності.

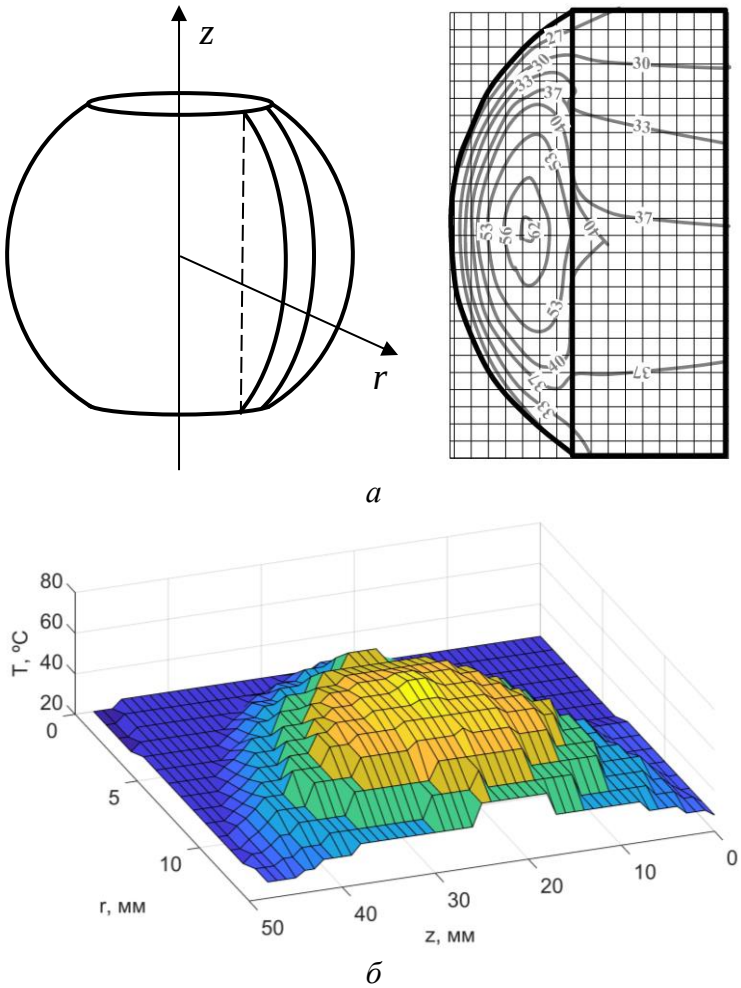
На даний час існує достатня кількість публікацій, в яких висвітлені питання підбору зв'язуючого [1], характеристик керамічних порошків та їх сумішей [4, 5], процесу попередньої грануляції [6, 7] аналізу властивостей спечених матеріалів [8]. Проте дослідженнями на проміжних етапах методу інжекційного формування, як другорядних, нехтують, оскільки вважається, що зміни властивостей пластичних керамічних мас не мають суттєвого впливу на якість кінцевого продукту, а саме спеченого керамічного виробу. Одним з таких етапів є інжекційне лиття у прес-форму, для якого фактично відсутні методи оцінки якості відлитих напівфабрикатів. Однак є розрахункові моделі, що дозволяють провести моделювання процесу заповнення форми.



*Рис. 1. Розподіл ліній спаю в кулі з отвором, отриманий комп'ютерним моделюванням*

В статті представлено результати розрахунків за двома моделями, призначеними для оптимізації параметрів формування виробів з пластичних керамічних мас. Вихідними даними для першої моделі є параметри технологічного процесу: температура, тиск, точка вприску, геометрія форми, на основі яких будується тривимірна візуалізація напівфабрикату з можливими дефектами [9], а саме: лінії спаю, повітряні пустоти тощо (рис. 1). Вихідними даними для другої моделі є: теплопровідність компонентів пластичних керамічних мас і матеріалів форми та її конструкція, на основі яких розрахунковим шляхом отримують розподіл температурних полів у залежності від часу остигання для плоского перерізу (рис. 2, *а*).

Проте, жодна з цих моделей не враховує можливе ущільнення вихідної органо-керамічної суміші в процесі інжекційного формування. При вприску температура пластичних керамічних мас миттєво падає до температури твердого стану біля стінок форми, однак в центральній частині вона залишається близькою до температури плавлення воску протягом 5–10 с. Враховуючи технологічний параметр – час витримки під тиском, – можна зробити припущення про нерівномірність (анізотропію) розподілу часток кераміки по об'єму напівфабрикату.




*а*

*б*

*Рис. 2. Розподіл температурних полів 7 с: а – 2D зображення, яке відповідає зрізу кулі з циліндричним отвором, б – 3D зображення*

Одним із методів дослідження анізотропії є метод мікроіндентування. В ряді публікацій [10] показано, що він дуже чутливий до фазових переходів, розміру зерен, ширині міжзеренних прошарків, структурного складу спеченої кераміки. В цій роботі ми пропонуємо дослідження напівфабрикату з пластичних керамічних мас методом мікроіндентування і побудову поля твердості по площині зрізу, що дасть змогу оцінити нерівномірність ущільнення пластичних керамічних мас. Згідно з розподілом температурних ізоліній в площині зрізу через 7 с з початку повного заповнення форми, ми будуємо тривимірне зображення температурних полів з накладеною сіткою, що має мінімально допустимий крок комірки в вузлах, в яких необхідно проводити індентування (рис. 2, *б*), що складає 500 мкм.

Згідно з вищевикладеним, у постановці задачі на експеримент ми робимо ряд припущень:

- максимальне ущільнення відбувається в середині сформованої заготовки з пластичних керамічних мас, ця ділянка відповідає розподіленню температурних полів (рис. 2 *б*) і знаходиться в зоні найповільнішого остигання;
- заповнення є рівномірним без можливого відриву частин, вже застиглих біля стінок форми, заготовки з пластичних керамічних мас за рахунок гідравлічного удару (рис. 1);

- для отримання максимально достовірних результатів при постановці задачі на дослідження необхідно вибрати оптимальні: навантаження та крок між уколами.

Мінімальне значення відстані між уколами нами вже було обмежено відстанню між температурними ізолініями (рис. 2. *а*); максимальне значення відстані між уколами визначається згідно ДСТУ ISO 6507-1:2007, воно складатиме 2–2,5 від довжини діагоналі уколу [11].

**Підготовка зразків**

Процес підготовки дослідних зразків стандартами не регламентований і складається з декількох етапів: розпил, попереднє шліфування, остаточне полірування.

Розкрій кулі з циліндричним отвором на сегменти здійснюється ручним пильним інструментом марки *Sparta* 240245, оснащеним полотном марки *KL*-0002 зі стандартними зубцями (ширина полотна – 0,5 мм, товщина – 0,25 мм) [11–13]. Слід зазначити, що зубці полотна будуть суттєво зношуватись, оскільки частки кераміки, які входять в склад напівфабрикату, мають високу абразивну здатність. Відсутність контролю зносу полотна може призвести до сколів та тріщин зразка. Швидкість різання не повинна бути великою, оскільки воскова стружка з частками кераміки буде налипати на полотно, а частки кераміки (вихідного порошку) формуватимуть неконтрольовано глибокі борозни.

Згідно ДСТУ ISO 6507-1:2007 для визначення мікротвердості, є відповідні вимоги до плоскопаралельності опорної поверхні та поверхні, на якій проводиться індентування. Цю плоскопаралельність досягають попередньою обробкою шліфувальним папером PS30 [14], за допомогою мініатюрних тисків (рис. 3, *в*). Зазначимо, що зразок у формі відрізаного сегменту кулі з циліндричним отвором є крихким, і надмірне натискання на неї може призвести до часткового або повного його руйнування.




*а* *б* *в* *г*

*Рис. 3. Зображення зразку: а – схематичне; б – із збільшенням ×2; в – в тисках із збільшенням ×2; г – із збільшенням ×9*

Фінішна обробка здійснюється за допомогою технічного бархату ХБ (з фабричною вогнетривкою обробкою) щільністю 460 г/м$^2$, склад 97% поліестер, 3% еластан згідно з ГОСТ 20566-75 [15]. Обробка здійснюється рівномірними повздовжніми рухами. Швидкість повздовжньої подачі при обробці не повинна бути високою, оскільки це може призвести до розтоплення воску та опущенню часток кераміки в більш низькі шари зразку, а також до наносу шарів зв'язуючого на поверхню, що в свою чергу призведе до викривлення експериментальних даних. Так саме слід уникати надмірного натискання, оскільки це може призвести до часткового або повного руйнування зразка.

**Дослідження та результати**

Експериментальна частина складається з двох етапів: попередні дослідження масштабного фактору, згідно з законом механічної подібності, та оптимального навантаження; результатом остаточних досліджень є побудова тривимірних полів мікротвердості в площині перерізу.

Попередні дослідження необхідні в зв'язку з тим, що пластичні керамічні маси методом індентування раніше не досліджувались; таким чином, потрібно впевнитись, що ми отримуємо відомості про характеристику матеріалу, а не параметр, що залежить від зусилля [16].

При дуже малих навантаженнях ми отримуємо низьке значення твердості, близьке до твердості зв'язуючого. Це неприпустимо, оскільки нам потрібно експериментально отримати відомості про ущільнення часток кераміки в суміші, як інтегральну характеристику матеріалу. Проте, метод повинен бути достатньо чутливим для виявлення відповідної зональної будови, що обмежує максимальне навантаження на індентор. Таким чином, дослідження при дуже малих навантаженнях нас не влаштовують, як і при дуже великих. На рис. 4 видно дві лінії уколів, отриманих при різному навантаженні: 20 та 50 г.

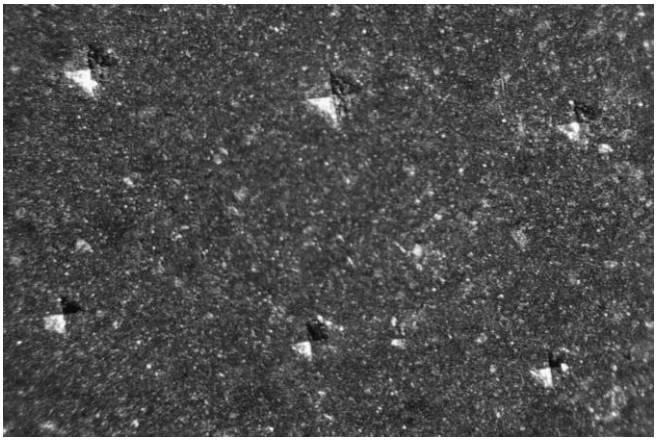
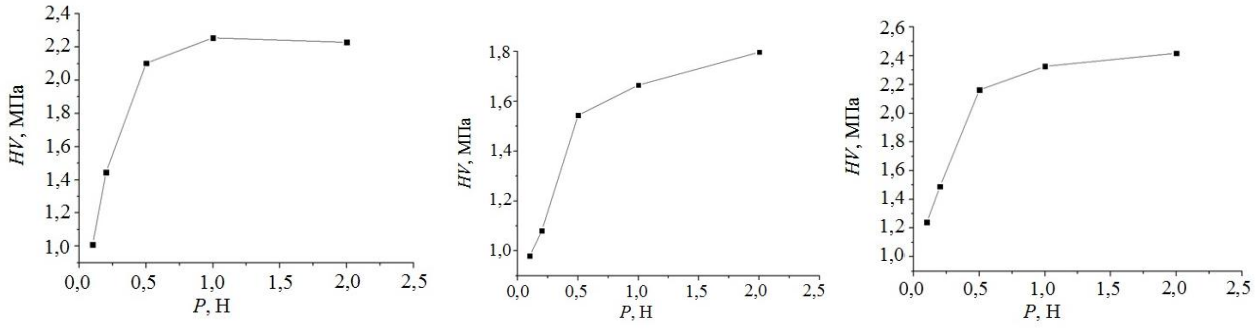


*Рис. 4. Зображення уколів при навантаженні на індентор 20 та 50 г*

Дослідним шляхом було додатково виявлено, що при малих розмірах відбитку індентора окремі зерна або їх агломерати можуть перекривати діагональ відбитку, викривляючи експериментальні данні. Похибка від такого роду викривлень може сягати від 10 до 25 %, що є неприпустимим [16]. Було проведено серію уколів, по десять з різним навантаженням, та побудовано залежність усередненого значення мікротвердості від зусилля навантаження (рис. 5).




*а* *б* *в*

*Рис. 5. Залежність мікротвердості від зусилля індентування пластичних керамічних мас: а – на основі SiC; б – на основі AlN; в – на основі WC*

Як можна побачити, при зусиллі індентування в 10 та 20 г значення ще міняються, а після зусилля в 50 г ми виходимо на майже однакові значення твердості. Тобто, оптимальним для нашого ПКМ є зусилля від 50 г і більше. Оскільки при уколі з зусиллям 100 г ми отримуємо впевнений відбиток із чіткими краями, було прийнято рішення подальше дослідження проводити саме з цим зусиллям. Середнє значення діагоналі відбитку за 10 уколами склало

250 мкм; таким чином, згідно з ДСТУ ISO 6507-1:2007 [11] ми можемо проводити уколи з максимальним кроком 500 мкм між центрами індентування.

На рис. 6 можна побачити серію уколів, які були зроблені при зусиллі індентування 100 г. Переміщення зразку відносно вістря здійснювалось за рахунок мікрометричних гвинтів з кроком 500 мкм. Зображення відбитків було отримано за допомогою біологічного мікроскопу фірми S*kydust* модель *XSP-1406* із максимальним збільшенням 1200, оснащеного цифровою приставкою 5МП.

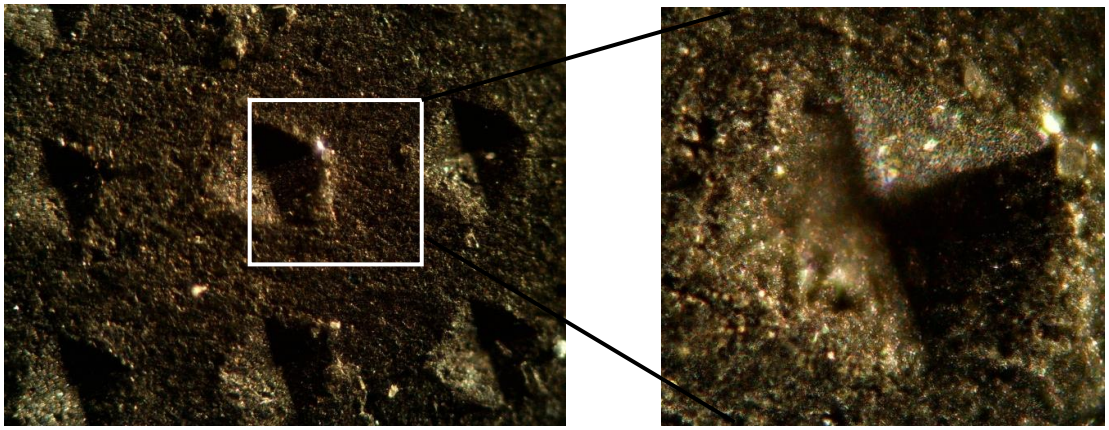


*Рис. 6. Зображення уколів на поверхні зразка з пластичних керамічних мас на основі SiC*

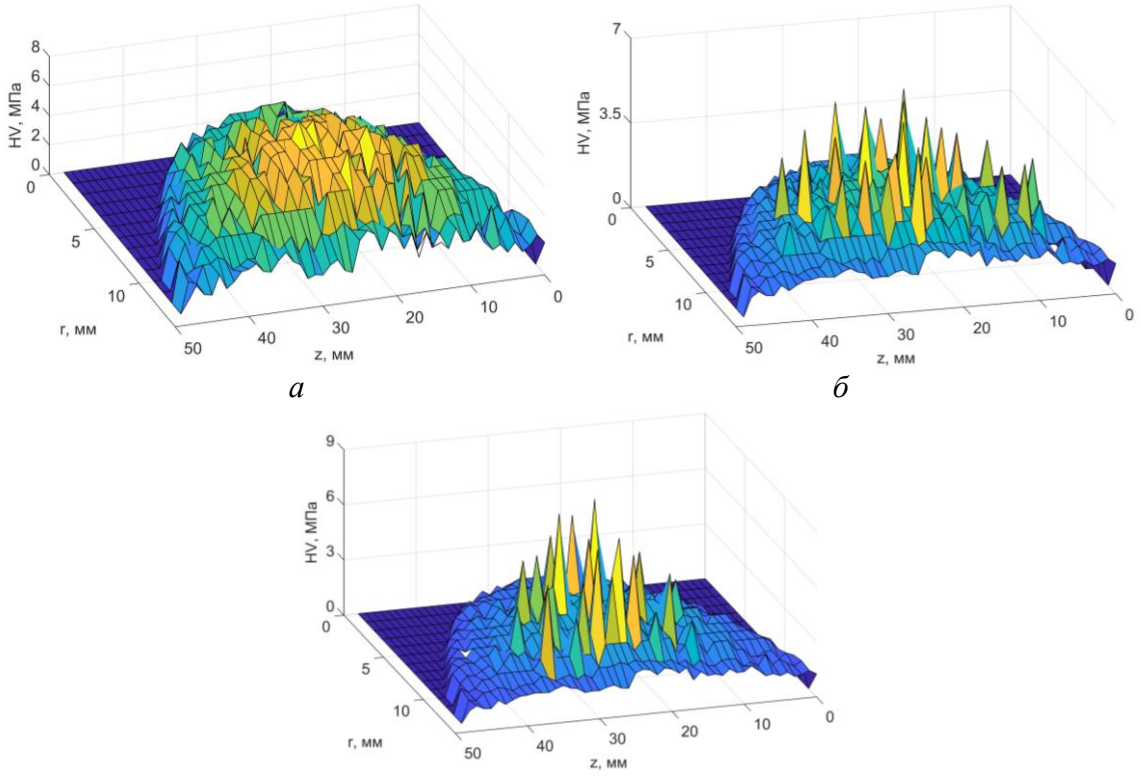



*Рис. 7. 3D-зображення поля мікротвердості в площині осьового перерізу заготовки в формі кулі з циліндричним отвором з пластичних керамічних мас: а – на основі SiC; б – на основі AlN; в – на основі WC*

Перерахунок параметрів відбитків при заданому зусиллі дозволило нам сформувати матрицю та побудувати 3D мапу розподілу твердості по поверхні зрізу (рис. 7). Чутливість методу дослідження до неоднорідності матеріалу на мікрорівні дозволяє з великою точністю визначати ущільнення матеріалу вздовж поверхні зрізу. Як видно, максимальні значення мікротвердості мають місце в зоні найповільнішого застигання, що відповідає максимальному ущільненню пластичного керамічного матеріалу заготовки в прес-формі.

Найбільш однорідними є зразки з ПКМ на основі карбіду кремнію, а найменш однорідними – зразки на основі карбіду вольфраму, що пов'язано із великим відсотковим вмістом за об'ємом зв'язуючого; таким чином, мінімальна твердість буде близькою до твердості чистого парафіну, а максимальна буде залежати від розміру агломератів. Твердість майже 9 МПа показує, що процес попередньої грануляції з використанням бджолиного воску хоч і сприяє, але не дозволяє повністю уникнути формування агломератів. Середнє значення мікротвердості по перерізу наведено в таблиці.

**Середнє значення мікротвердості по перерізу для пластичних керамічних мас на основі SiC, AlN, WC**

| Розміри виробу *D/d*, мм | SiC | AlN | WC |
|---|---|---|---|
| 55/28 | 2,3 | 2,1 | 1,9 |

**Висновки**

Метод інжекційного формування – це сучасна, інноваційна та досить молода технологія в галузі порошкової металургії. Незважаючи на те, що метод досить розвинений і має в своєму арсеналі інженерно-розрахунковий апарат, комп'ютерне моделювання, промислові випробування та ряд експериментальних методик, є ще досить велика кількість невисвітлених аспектів, здатних його покращити на різних етапах виробництва. Так, наприклад, в комп'ютерних моделях не враховується гранулометричний склад порошків, оскільки це суттєво ускладнює математичний апарат. На проміжних етапах від замішування пластичних мас, інжектування, і до процесу відгонки зв'язуючого фактично відсутні експериментальні методи оцінки якості напівфабрикатів, відомості про яку отримують виключно за допомогою комп'ютерних моделей, що покладено в основу проектування прес-форм та оптимізації параметрів процесу інжекційного формування. Доповнення результатів комп'ютерного моделювання новими експериментальними даними дає можливість вдосконалення моделі за рахунок доповнення новими частинами математичного апарату. Представлений у статті комплексний підхід до вивчення матеріалу напівфабрикату, отриманого методом інжекційного формування, дає можливість у подальшому використовувати отримані результати в проектуванні найбільш ефективних прес-форм та підборі оптимальних параметрів процесу інжекційного формування.

**T. O. Psiarnetska[1], M. O. Tsysar[1], A. M. Babak[2], O. O. Lyeshchuk[1], T. O. Kosenchuk[1], V. V. Ivzhenko[1], V. I. Shchydlovskyi[1]**

*[1]Bakul Institute for Superhard Materials NAS of Ukraine*
*[2]National Technical University of Ukraine «Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute»*

**RESEARCHING MICROINDENTATION OF SiC, WC, AlN CERAMIC PARTICLES COMPACTION IN SEMI-FINISHED PRODUCTS IN THE SHAPE OF A SPHERE WITH A HOLE OBTAINED BY INJECTION MOLDING**

*Computer modeling has become an integral part of the work of a design engineer, significantly accelerating and reducing the cost of the transition from design to production by reducing the number of industrial tests.*

*The purpose of the research: supplementing the simulation results with information about the final compaction of the material in the slowest cooling zone due to additional pressing.*

*Research methods: information and analytical research, computer modeling, mechanical tests.*

*Research results: a three-dimensional microhardness map was constructed for the cross-section of the test sample, which confirmed the fact of compaction of ceramic particles and the formation of large agglomerates in the central zone of the slowest cooling.*

*Practical significance: the obtained information will allow to optimize the process of preparation of plastic ceramic masses and formation of semi-finished products at the stage of casting into a press mold.*

***Key words**: injection molding, computer modeling, indentation, microhardness, silicon carbide, tungsten carbide, aluminum nitride.*

**Література**

1. Lashway K. W., Storm R. S. Progress in ceramic component fabrication technology // AIAA Rar. – 1982. – Vol. 211. – P. 5.
2. ISO 8402-94. Управління якістю і забезпечення якості. – К.: ДП «УкрНДНЦ», 1994. – 39 с.
3. ДСТУ ISO 9002-95. Системи якості модель забезпечення якості в процесі виробництва, монтажу та обслуговування. – К.: ДП «УкрНДНЦ», 1996. – 49 с.
4. Третьяков Ю. Д. Керамика – материал будущего. – М.: Знание, 1987. – 48 с.
5. Heany D.F., Greene C. G. Effect of moulding parameters on final sintered component dimensions // Euro PM2004, Vienna, Austria, 17–21 October 2004. – Vol. 4. – P. 433–438.
6. Cerman R. M., Bose A. Injection Molding of Metals and Ceramics. – Princeton, PA, 1997. – 413 p.
7. Инжекционное формование порошков металлических и керамических материалов // Нихон киндзоку гаккай кайхо. Bull. Jap. Inst. Metals. – 1987. – Vol. 26, N 3. – С. 473–480.
8. Исследование керамики // Mol. Research Dev. Report. – 1986. – № 2. – С. 41–57.
9. Цисар Т. О., Лєщук О. О. Комп’ютерне моделювання інжекційного лиття керамічних виробів різного функціонального призначення // Вісник Національного технічного університету України «Київський політехнічний інститут». Сер.: Машинобудування. – 2012. – № 66. – С. 151–157.
10. Хохлова Ю. А., Ищенко Д. А., Хохлов М. А. Индентирование от макро- до нанометрового уровня и примеры исследования свойств материалов с особой структурой // Техническая диагностика и неразрушающий контроль. – 2017. – № 1. – С. 30–36.
11. ДСТУ ISO 6507-1:2007. Матеріали металеві. Визначення твердості за Віккерсом. Метод випробування. – К.: ДП «УкрНДНЦ», 2008. – 21 с.

12. ДСТУ 7809:2015. Прокат сортовий, калібрований із спеціальним обробленням поверхні з вуглецевої якісної конструкційної сталі. Загальні технічні вимоги. – К.: ДП «УкрНДНЦ», 2016. – 25 с.
13. ДСТУ 8429:2015. Прокат із ресорно-пружинної вуглецевої та легованої сталі. Технічні умови. – К.: ДП «УкрНДНЦ», 2016. – 20 с.
14. ГОСТ 10054-82. Шкурка шліфувальна паперова водостійка. Технічні умови. – К.: ДП «УкрНДНЦ», 1983. – 34 с.
15. ГОСТ 20566-75. Ткани и штучные изделия текстильные. Правила приемки и метод отбора проб. – К.: ДП «УкрНДНЦ», 1976. – 63 с.
16. Григорьев В.К. Твердость и микротвердость металлов. – М.: Наука, 1976. – 230 с.

*Надійшла 10.08.22*

**References**

1. Lashway, K. W., & Storm R. S. (1982). Progress in ceramic component fabrication technology. *AIAA Rar., 211*, 5.
2. Upravlinnia yakistiu i zabezpechennia yakosti [Quality management and quality assurance]. (1994). *ISO 8402-94*. Kyiv: DP «UkrNDNTS» [in Ukrainian].
3. Systemy yakosti model zabezpechennia yakosti v protsesi vyrobnytstva, montazhu ta obsluhovuvannia [Quality systems are a model of quality assurance in the process of production, installation and maintenance]. (1996). . *DSTU ISO 9002-95*. – Kyiv: DP «UkrNDNTS» [in Ukrainian].
4. Tretyakov, Yu.D. (1987). *Keramika material budushchogo [Ceramics material of the future]*. Moscow: Znanie [in Russian].
5. Heany, D.F., & Greene C. G. (2004). Effect of moulding parameters on final sintered component dimensions. *Euro PM2004, Vienna, Austria, 4*, 433–438.
6. Cerman, R. M, & Bose A. (1997). *Injection molding of metals and ceramics*. – Princeton, PA.
7. (1987). Inzhektsionnoe formovanie poroshkov metallicheskikh i keramicheskikh materialov [Injection molding of powders of metal and ceramic materials]. *Nikhon kindzoku gakkay kaykho. Bull. Jap. Inst. Metals, 26, 3,* 473–480 [in Russian].
8. (1986). Issledovanie keramiki [Study of ceramics]. *Mol. Research Dev. Report, 2,* 41–57.
9. Tsysar, T. O., & Lyeshchuk, O. O. (2012). Kompyuterne modelyuvannia inzhektsiinoho lyttia keramichnykh vyrobiv riznoho funktsionalnoho pryznachennia [Computer modeling of injection molding of ceramic products of various functional purposes] *Visnyk Natsionalnoho tekhnichnoho universytetu Ukrainy «Kyivskyi politekhnichnyi instytut». Ser.: Mashynobuduvannya – Bulletin of the National Technical University of Ukraine "Kyiv Polytechnic Institute". Ser.: Mechanical engineering, 66,* 151–157 [in Ukrainian].
10. Khokhlova, Yu. A., Ishchenko, D. A., & Khokhlov, M. A. (2017). Indentirovanie ot makro- do nanometrovoho urovnia i primery issledovaniia svoistv materialov s osoboi strukturoi [Indentation from macro- to nanometer level and examples of studying the properties of materials with a special structure] *Tekhnicheskaia diahnostika i nerazrushayushchii kontrol – Technical diagnostics and non-destructive testing, 1,* 30–36. [in Russian].
11. Materialy metalevi. Vyznachennia tverdosti za Vikkersom. Metod vyprobuvannia [Metal materials. Degree of hardness for Vickers. Sample method]. (2008). *DSTU ISO 6507-1:2007*. Kyiv: DP «UkrNDNTS» [in Ukrainian].
12. Prokat sortovyi, kalibrovanyi iz spetsialnym obroblenniam poverkhni z vuhletsevoi yakisnoi konstruktsiinoi stali. Zahalni tekhnichni vymohy [High-quality rolled products,

sizing from special surface treatment from carbonaceous yak construction steel. Global technical support]. (2016). *DSTU 7809:2015*. Kyiv: DP «UkrNDNTS» [in Russian].
13. Prokat iz resorno-pruzhynnoi vuhletsevoi ta lehovanoi stali. Tekhnichni umovy [Rolled from spring-spring carbon and alloy steel. Specifications]. (2016). *DSTU 8429:2015*. Kyiv: DP «UkrNDNTS» [in Ukrainian].
14. Shkurka shlifuvalna paperova vodostiika. Tekhnichni umovy [The sanding paper skin is waterproof. Specifications]. (1983). *HOST 10054-82*. Kyiv: DP «UkrNDNTS» [in Ukrainian].
15. Tkani i shtuchnye izdeliia tekstilnye. Pravila priemki i metod otbora prob [Textile fabrics and piece goods. Acceptance rules and sampling method]. (1976). *HOST 20566-75*. Kiev: DP «UkrNDNTS» [in Russian].
16. 16. Grigorev, V. K. (1976). *Tverdost i mikrotverdost metallov [Hardness and microhardness of metals]*. Moscow: Nauka [in Russian].

УДК 539.216:621.762 DOI: 10.33839/2708-731X-24-1-311-321

**В.В. Івженко,** канд. техн. наук, **В.М. Ткач**, д-р фіз.-мат. наук, **Т.О. Косенчук**

*Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська, 2, 04074, м. Київ, E-mail: ivv@ism.kiev.ua*

## ВПЛИВ СКЛАДУ ТА ТИСКУ НА МЕХАНІЧНІ ВЛАСТИВОСТІ ТА ЗНОСОСТІЙКІСТЬ СІАЛОНУ

*Досліджені кінетика спікання під тиском 10 і 25 МПа β′-сіалонів зі складом Z=1,0; 2,0, отриманих з порошків нітриду кремнію з 5% α-фази, 95% β-фази і 79% α-фази, 21% β-фази. Встановлено, що в матеріалах з використанням порошку $Si_3N_4$ з високим вмістом α-фази при тиску 10 МПа ущільнення проходить до відносної щільності 0,96 – 0,98, а кількість рідкої фази на швидкість ущільнення практично не впливає. Досліджені пористість, тріщиностійкість, твердість і зносостійкість β′-сіалонів зі складом Z=1,0; 2,0, отриманих з порошків нітриду кремнію при тиску 25 і 10 МПа. Встановлено, що при використанні порошку нітриду кремнію з високим вмістом α-фази пористість матеріалів на 30-50% менша, ніж при використанні порошку з низьким вмістом. Це зменшення не залежить від тиску при спіканні, а тріщиностійкість, твердість, зносостійкість матеріалів збільшуються на 10-30%. Досліджені залежності тріщиностійкості, твердості і зносостійкості β′-сіалонів від їх складу в інтервалі з Z=1-3, а також часу витримки при спіканні під тиском 10 МПа. Розроблено процес отримання виробів з сіалону методом гарячого пресування при тиску 10 МПа, який забезпечує зносостійкість матеріалу на рівні зносостійкості сіалону, спеченого при тиску 25 МПа.*

***Ключові слова**: нітрид кремнію, нітрид алюмінію, сіалон, спікання під тиском, ущільнення, структура, тріщиностійкість, твердість, зносостійкість.*

Нітрид кремнію має значний потенціал для виготовлення високотемпературних, зносостійких та корозійностійких матеріалів внаслідок високої твердості, міцності, високого опору повзучості та значної стійкості до окислення [1].

Технологія спікання під тиском (гарячого пресування) широко використовується в порошковій металургії тугоплавких сполук для отримання матеріалів з мінімальною

пористістю. Змінюючи параметри процесу, а саме температуру, тиск, тривалість витримки, можна отримувати матеріали з різною структурою.

Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України має 40–річний досвід розробки нітридкремнієвих матеріалів. Розроблено ряд технологічних процесів виготовлення з них виробів для використання в машинобудуванні, металургії, космічній техніці [2–6].

Мета роботи полягає у вивченні закономірностей формування структури та властивостей матеріалів з порошкової системи $Si_3N_4$-AlN-$Al_2O_3$ і розробки процесу отримання виробів з сіалону методом гарячого пресування при тиску 10 МПа, який забезпечує зносостійкість матеріалу на рівні зносостійкості сіалону, спеченого при тиску 25 МПа. Робота є продовженням раніше проведених досліджень зносостійкості матеріалів на основі нітриду кремнію і карбіду кремнію [7, 8].

Для дослідження використовували порошок нітриду кремнію з вмістом α-фази 79%, середнім розміром часток 12,5 мкм; порошок нітриду кремнію з вмістом 5% α-фази, 95% β-фази, середнім розміром часток 7,0 мкм. Використовували також порошок AlN з середнім розміром часток 5,0 мкм, синтезований прямим азотуванням алюмінієвого порошку в атмосфері азоту, та порошок оксиду алюмінію з розміром часток 0,3 мкм. Хімічний склад і дисперсність вихідних порошків $Si_3N_4$; AlN надані в табл. 1.

Таблиця 1. **Хімічний склад і дисперсність вихідних порошків**

| № | Порошок | *d*, мкм | Вміст елементів, % | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | N | $Si_{св.}$ | Fe | O | Ca | Cl |
| 1 | $Si_3N_4$ 79% α-фази | 12,5 | 38,4 | 0,5 | 0,8 | 2,8 | – | – |
| 2 | $Si_3N_4$ 5% α-фази, 95% β-фази | 7,0 | 37,7 | 0,8 | 1,2 | 2,0 | - | - |
| 3 | AlN | 5,0 | 33.3 | - | 0,02 | 0.5 | - | - |

Розмел порошків нітриду кремнію і нітриду алюмінію проводили в кульовому млині в вологому середовищі з використанням твердосплавних мелючих тіл. Тривалість розмелу становила 48 год. Після розмелу питома поверхня порошку нітриду кремнію становила 6,3 $м^2/г$, а середній розмір часток 1,1 мкм. Порошкові системи готувались змішуванням компонентів у стальному барабані тілами з оксиду алюмінію протягом 24 год.

Зразки отримували гарячим пресуванням в графітових пресформах при температурі 1750 °С під тиском 25 МПа протягом 60–120 хв. Пресформи нагрівали індукційним способом. В якості параметра спікання використовували усадку по довжині зразку та величину *F*, яка дорівнює

$$F = l_1 - l_2 / l_1 - l_3,$$

де $l_1$, $l_2$, $l_3$ – довжина спресованого, спеченого та компактного тіла.

Густину і пористість матеріалу розраховували за методикою, регламентованою ДСТУ EN ISO 3369:2014. Вимірювання твердості по Вікерсу $H_V$ (при навантаженні 150 Н) проводили на цифровому мікротвердомірі *Matsuzawa MXT*70. Відбиток пірамідки вивчали на оптичному мікроскопі NU–2E виробництва фірми *Carl Zeiss* при 750–кратному збільшенні. Визначення тріщиностійкості (в'язкості руйнування $K_{1c}$) проводили по методу Еванса–Чарльза по довжині радіальних тріщин з кутів відбитка індентора Віккерса. Розрахунок зносостійкості матеріалів

проводили з використанням результатів досліджень залежності зносостійкості композиційного матеріалу від його твердості та тріщиностійкості [9], а саме формули

$$S = H_V^{0.5} \cdot K_{1c}^{0,75}$$

де: $S$ – зносостійкість, $H_V$ – твердість, $K_{1c}$ – тріщиностійкість.

Клас матеріалів на основі нітриду кремнію, який об'єднує тверді розчини між сполуками $Si_3N_4$, AlN і $Al_2O_3$ із структурою $\beta - Si_3N_4$ [10], виділяють як β′-сіалони. Ці композити відповідають формулі $Si_{6-z}Al_zO_zN_{8-z}$, де Z=0–4,2. β′-сіалони ділять на два типу: β′-сіалони низької ступені заміщення, які складаються з кристалічної β′-фази і міжкристалічної склофази (матриці), і β′-сіалони високої ступені заміщення, які складаються з включень кристалічної β′- фази та міжзеренної кристалічної фази. В табл. 2 надані літературні дані про вміст сполук у вихідній шихті β′-сіалонів для $Z$=1,0–2,0 [10].

Таблиця 2. **Вміст сполук у вихідній шихті β′-сіалонів для Z=1,0–2,0**

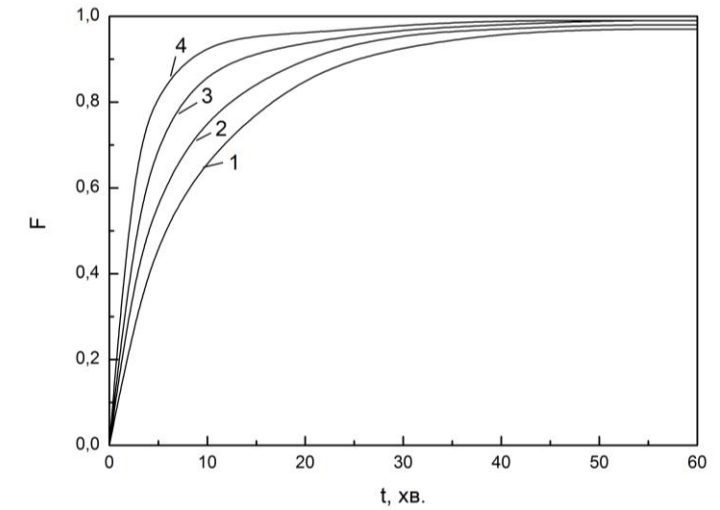
| № | $Z$ | $Si_3N_4$ | AlN | $Al_2O_3$ |
|---|---|---|---|---|
| 1 | 1,0 | 83,54 | 7,16 | 9,19 |
| 2 | 1,5 | 75,14 | 9,34 | 15,50 |
| 3 | 2,0 | 66,70 | 11,52 | 21,78 |

Ущільнення в системі $Si_3N_4$–AlN–$Al_2O_3$ може розглядатись як результат спікання під тиском в присутності рідкої фази. Поява рідкої фази при гарячому пресуванні сіалонів суттєво активує процеси ущільнення та формування структури за рахунок в'язкості системи, більш легкого міжчасткового ковзання та перегрупування, інтенсифікації масопереносу. Рідкофазне спікання може призводити до отримання практично компактних матеріалів, воно суттєво залежить від змочування рідкими компонентами твердих поверхонь [10].

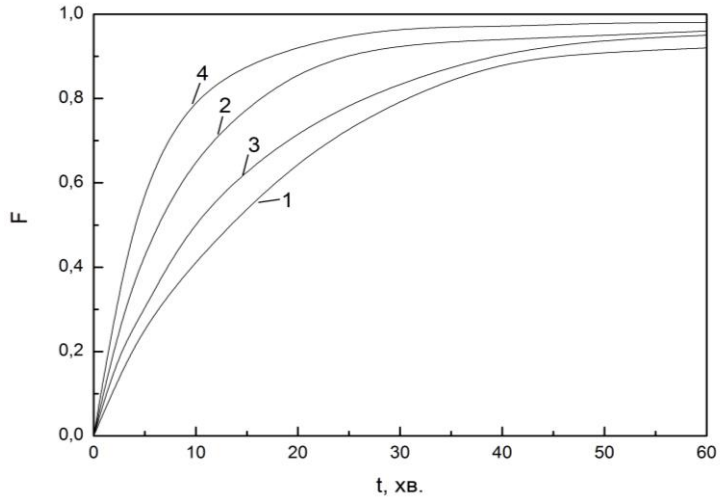
При рідкофазному спіканні спостерігається: перегрупування часток в результаті заповнення рідкою фазою зазорів між ними; розчинення – осадження речовин, що призводить до придання часткам правильної форми, їх збільшення при перекристалізації та коалесценції, з одного боку, і диспергування при зернограничному проникненню, з іншого боку; твердофазне спікання на заключній стадії, коли рідка фаза, яка вже збагачена тугоплавкими компонентами, поступово закристалізовується. Заключна стадія не завжди проявляється виразно. Важливо, що в залежності від складу та умов спікання ролі другої і третьої стадій можуть бути різними, навіть до виключення. Таким чином, стадія перегрупування часток при рідкофазному спіканні є переважною і не залежить від того, який характер взаємодії мають компоненти суміші, яка спікається (розчиняються чи не розчиняються компоненти один в одному, залишається чи зникає в процесі спікання рідка фаза) [11].

З метою розробки експериментальної технології отримання виробів були проведені дослідження кінетики ущільнення під тиском зразків ∅80 мм висотою 50 мм з порошкових систем $Si_3N_4$–AlN–$Al_2O_3$, які мали Z=1,0 і Z=2,0. В якості параметра спікання розраховувалась усадка по довжині зразку $F$.

На рис. 1 представлені залежності зміни параметра $F$ для зразків сіалонів з Z=1,0 і Z=2,0 при спіканні під тиском 25, 10 МПа.




*а*




*б*

*Рис. 1. Залежність параметра спікання (F) сіалонів з Z=1,0, Z=2,0 від часу (t) і температури (T) спікання під тиском 25 МПа (а), 10 МПа (б), отриманих з порошку нітриду кремнію з вмістом 5% α-фази, 95% β-фази і з вмістом 79% α-фази, 21% β-фази: 1 – матеріали з Z=1,0; 5% α-фази, 95% β-фази; 2 – матеріали з Z=1,0; 79% α-фази, 21% β-фази; 3 – матеріали з Z=2,0; 5% α-фази, 95% β- фази; 4 – матеріали з Z=2,0; 79% α-фази, 21% β-фази*

Аналіз результатів показує, що збільшення тиску значно підвищує щільність матеріалів. Для досягнення високої щільності в матеріалах, отриманих з використанням порошку нітриду кремнію з 5% α-фази, 95% β-фази, необхідні тиски 25 МПа і велика кількість рідкої фази (склад с Z=2,0). Ущільнення в матеріалах з використанням порошку нітриду кремнію з 79% α-фази, 21% β-фази проходить достатньо інтенсивно і при тисках 10 МПа. При цьому кількість рідкої фази на швидкість ущільнення впливає несуттєво.

На рис 2, 3 представлені мікроструктури поверхонь шліфів β′-сіалону з Z=1,0; 2,0, отриманих з порошку нітриду кремнію з вмістом 5% α-фази, 95% β- фази спіканням при 1750 °С під тиском 25 МПа протягом 60 хв.

В табл. 3 представлені зміни відносної щільності як функції часу спікання під тиском 25 МПа при 1750 °С для різних складів β′-сіалонів. При цьому використовувався порошок нітриду кремнію з 5% α-фази, 95% β-фази.

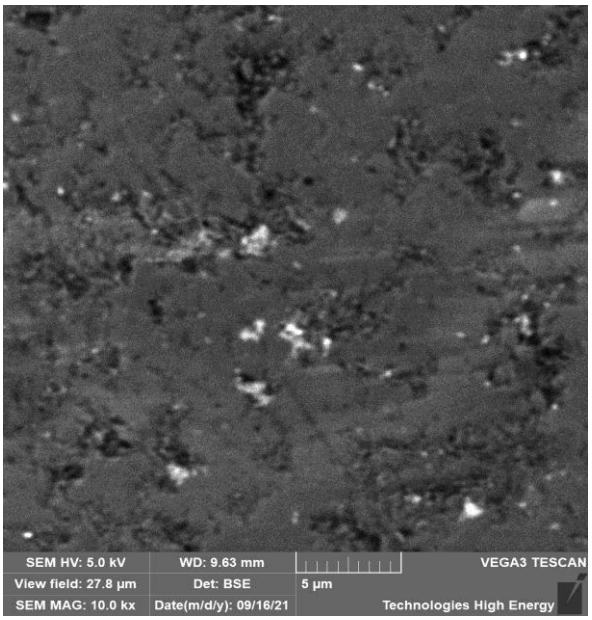



*Рис. 2. Мікроструктура поверхні шліфа β′-сіалону з Z=1,0, отриманого з порошку нітриду кремнію з вмістом 5% α-фази, 95% β-фази спіканням при 1750 °С під тиском 25 МПа протягом 60 хв*

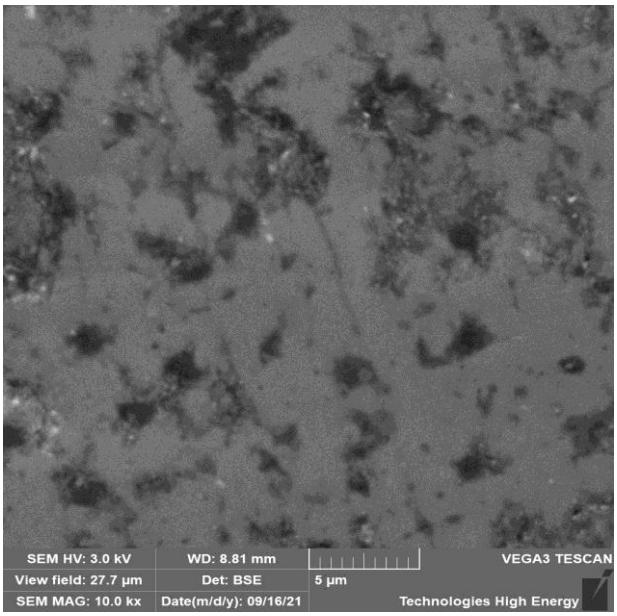



*Рис. 3. Мікроструктура поверхні шліфа β′-сіалону з Z=2,0, отриманого з порошку нітриду кремнію з вмістом 5% α-фази, 95% β-фази спіканням при 1750 °С під тиском 25 МПа протягом 60 хв*

Таблиця 3. **Зміна відносної щільності β′-сіалонів, отриманих з порошку нітриду кремнію з 5% α-фази, 95% β-фази, в залежності від часу спікання під тиском 25 МПа при 1750 °С**

| № | Значення *Z* | Час ізотермічної витримки, хв | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | | Відносна щільність | | | | |
| | | 5 | 20 | 30 | 40 | 60 |
| 1 | 1,0 | *0,94* | 0,95 | 0,96 | 0,97 | 0,97 |
| 2 | 2,0 | 0,98 | 0,99 | 0,99 | 0,99 | 0,99 |

З табл. 3 видно, що найбільше ущільнення матеріалів проходить в зразках матеріалів з великим вмістом рідкої фази.

На рис. 4, 5 представлені мікроструктури поверхонь шліфів β′-сіалону з Z=1,0; 3,0, отриманих з порошку нітриду кремнію з вмістом 79% α-фази, 21% β-фази спіканням при 1750 °С під тиском 25 МПа протягом 60 хв.

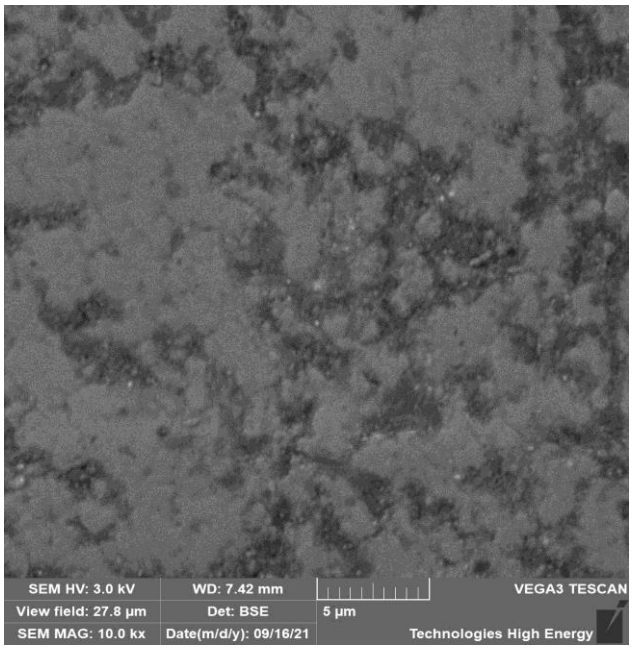



*Рис. 4. Мікроструктура поверхні шліфа β′-сіалону з Z=1,0, отриманого з порошку нітриду кремнію з вмістом 79% α-фази, 21% β-фази спіканням при 1750 °С під тиском 25 МПа протягом 60 хв*

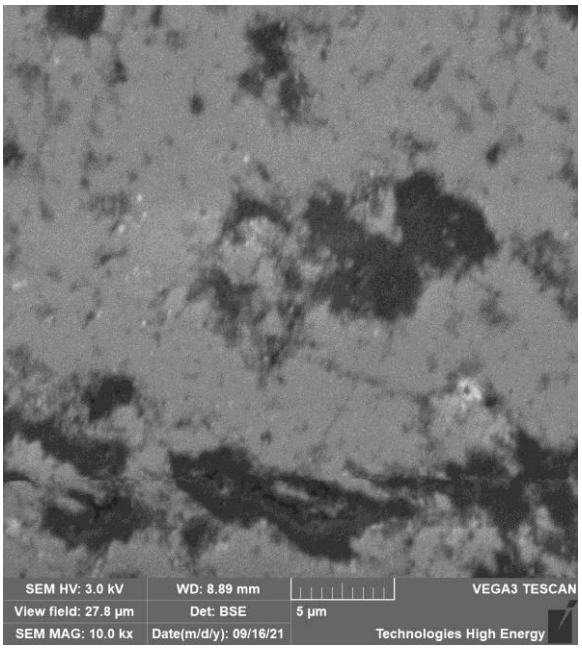



*Рис. 5. Мікроструктура поверхні шліфа β′-сіалону з Z=3,0, отриманого з порошку нітриду кремнію з вмістом 79% α-фази, 21% β-фази спіканням при 1750 °С під тиском 25 МПа протягом 60 хв*

В табл. 4 представлені зміни відносної щільності як функції часу спікання під тиском 10 МПа при 1750 °С для різних складів β′-сіалонів. При цьому використовувався порошок нітриду кремнію з вмістом 79% α-фази, 21% β-фази.

Таблиця 4. **Зміна відносної щільності β′-сіалонів, отриманих з порошку нітриду кремнію з вмістом 79% α-фази, 21% β-фази, в залежності від часу спікання під тиском 10 МПа при 1750 °С**

| № | Значення Z | Час ізотермічної витримки, хв | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | | Відносна щільність | | | | |
| | | 5 | 20 | 30 | 40 | 60 |
| 1 | 1,0 | 0,45 | 0,87 | 0,93 | 0,95 | 0,96 |
| 2 | 2,0 | 0,59 | 0,93 | 0,96 | 0,97 | 0,98 |

Проведені дослідження показують, що в матеріалах з використанням порошку нітриду кремнію з 79% α-фази, 21% β-фази при тисках 10 МПа ущільнення проходить до відносної щільності 0,96 – 0,98. При цьому кількість рідкої фази на швидкість ущільнення впливає несуттєво.

В табл. 5 представлені результати досліджень фізико-механічних властивостей матеріалів з Z=1,0 і Z=2,0, отриманих з порошків нітриду кремнію з вмістом 5% α-фази, 95% β-фази і вмістом 79% α-фази, 21% β-фази спіканням при 1750 °С під тиском 25, 10 МПа протягом 60 хв.

Таблиця 5. **Фізико-механічні властивості β′-сіалонів з Z=1,0 і Z=2,0, отриманих з порошків нітриду кремнію з вмістом 5% α-фази, 95% β-фази і вмістом 79% α-фази, 21% β-фази спіканням при 1750 °С під тиском 25, 10 МПа протягом 60 хв**

| № | Властивість | $Si_3N_4$ з 5% α -фази | | | | $Si_3N_4$ з 79% α-фази | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | *Z*=1,0 | | *Z*=2,0 | | *Z*=1,0 | | *Z*=2,0 | |
| | | 25 МПа | 10 МПа | 25 МПа | 10 МПа | 25 МПа | 10 МПа | 25 МПа | 10 МПа |
| 1 | Пористість, % | 3,0 | 8,1 | 1,2 | 4,0 | 1,9 | 4,1 | 0,8 | 2,0 |
| 2 | Тріщиностійкість, МПа·$М^{0,5}$ | 4,2 | - | 3,2 | 3,0 | 4,7 | 4,0 | 4,1 | 3,8 |
| 3 | Твердість, ГПа | 14,7 | - | 14,8 | 13,7 | 15,4 | 14,3 | 15,6 | 14,3 |
| 4 | Зносостійкість | 11,2 | - | 9,2 | 8,4 | 12,5 | 10,7 | 11,4 | 10,3 |

Результати досліджень свідчать про те, що при використанні порошку нітриду кремнію з вмістом 79% α-фази, 21% β-фази пористість матеріалів на 30-50% менша, ніж при використанні порошку нітриду кремнію з вмістом 5% α-фази, 95% β-фази. Це зменшення практично не залежить від тиску при спіканні. При цьому їх тріщиностійкість, твердість, зносостійкість збільшуються на 10-30%.

В табл. 6 представлені результати досліджень фізико-механічних властивостей матеріалів з *Z*=1,0; 2,0; 3,0, отриманих з порошку нітриду кремнію з вмістом 79% α-фази, 21% β-фази спіканням при 1750 °С під тиском 25, 10 МПа протягом 60 хв.

Таблиця 6. **Фізико-механічні властивості β′-сіалонів з Z=1,0; 2,0; 3,0, отриманих з порошку нітриду кремнію з вмістом 79% α-фази, 21% β-фази спіканням при 1750 °С під тиском 25, 10 МПа протягом 60 хв**

| № | *Z* | Властивість; тиск при спіканні, МПа | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | Пористість,% | | Тріщиностійкість, МПа·$М^{0,5}$ | | Твердість, ГПа | | Зносостійкість | |
| | | 25 | 10 | 25 | 10 | 25 | 10 | 25 | 10 |
| 1 | 1,0 | 1,9 | 4,1 | 4,7 | 4,0 | 15,4 | 14,3 | 12,5 | 10,7 |
| 2 | 2,0 | 0,8 | 2,0 | 4,1 | 3,8 | 15,6 | 14,3 | 11,4 | 10,3 |
| 3 | 3,0 | 0,8 | 1,4 | 3,3 | 3,1 | 14,2 | 14,2 | 9,2 | 8,8 |

На рис. 6–8 представлені залежності тріщиностійкості, твердості, зносостійкості β′-сіалонів, отриманих з порошку нітриду кремнію з вмістом 79% α-фази, 21% β-фази, від складу (*Z*).

Твердість сіалонів, отриманих при тиску 25 МПа, збільшується при *Z*=2,0 і суттєво зменшується при *Z*=3,0 (відносно складу *Z*=1). Твердість сіалонів, отриманих при тиску 10 МПа, в досліджуємому інтервалі *Z* не змінюється. Тріщиностійкість мало зменшується при *Z*=2,0 і значно зменшується при *Z*=3,0. Аналогічно змінюється і зносостійкість.

Дослідження показали (табл. 6), що при спіканні під тиском 10 МПа найбільш перспективними сіалонами для отримання максимальної зносостійкості є β′-сіалони складом *Z*=2. Збільшення вмісту оксиду алюмінію в вихідній шихті призводить до збільшення кількості рідкої фази при температурі спікання, що в свою чергу збільшує ущільнення. При витримці 60 хв сіалон складом *Z*=2,0 ущільнюється до пористості 2,0 %, а сіалон складом *Z*=1,0 – до пористості 4,1 %. При цій витримці сіалон складом *Z*=2,0 має характеристики тріщиностійкості та твердості,

аналогічні цим властивостям сіалону складом Z=1,0. Сіалон складом Z=3,0 має низькі характеристики тріщиностійкості та твердості.

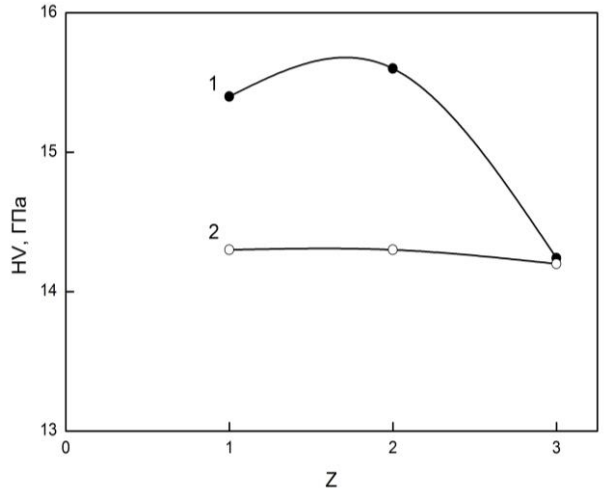



*Рис. 6. Залежності твердості (HV) від складу (Z) β′-сіалонів, отриманих при температурі спікання 1750 ºС, витримці 60 хв: 1 – тиск 25 МПа (■); 2 – тиск 10 МПа (●)*

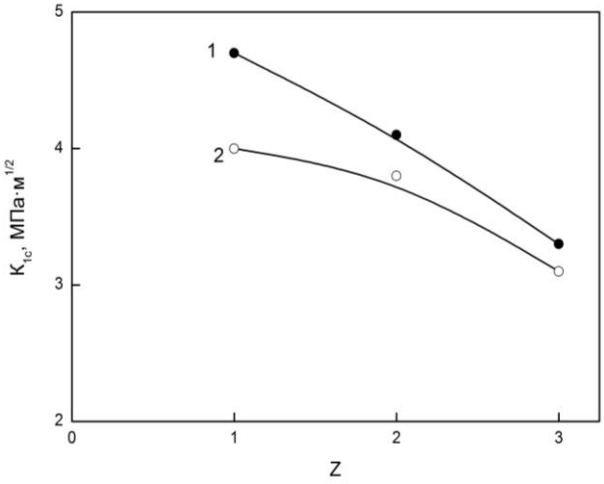



*Рис. 7. Залежності тріщиностійкості (К1с) від складу (Z) β′-сіалонів, отриманих при температурі спікання 1750 ºС, витримці 60 хв: 1 – тиск 25 МПа (■); 2 – тиск 10 МПа (●)*

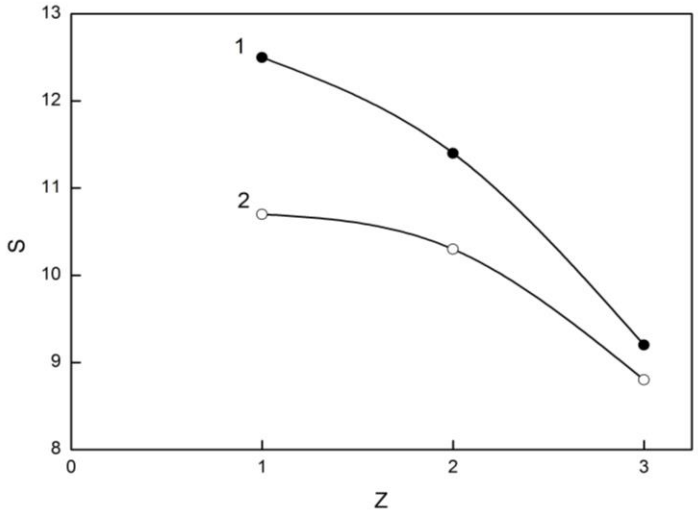



*Рис. 8. Залежності зносостійкості (S) від складу (Z) β′-сіалонів, отриманих при температурі спікання 1750 ºС, витримці 60 хв: 1 – тиск 25 МПа (■); 2 – тиск 10 МПа (●);*

В табл. 7 надані результати досліджень фізико-механічних властивостей β′-сіалонів з Z=1,0; 2,0, отриманих з порошків нітриду кремнію з вмістом 79% α-фази, 21% β-фази. Спікання проводили при 1750 °С під тиском 10 МПа протягом 60, 90, 120 хв.

Таблиця 7. **Фізико-механічні властивості β′-сіалонів з Z=1,0; 2,0, отриманих з порошків нітриду кремнію з вмістом 79% α-фази, 21% β-фази спіканням при 1750 °С під тиском 10 МПа протягом 60, 90, 120 хв**

| № | *Z* | Властивість; час витримки, хв | | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | Пористість, % | | | Тріщиностійкість, МПа·М$^{0,5}$ | | | Твердість, ГПа | | | Зносостійкість | | |
| | | 60 | 90 | 120 | 60 | 90 | 120 | 60 | 90 | 120 | 60 | 90 | 120 |
| 1 | 1,0 | 4,1 | 3,9 | 3,9 | 4,0 | 3,9 | 3,9 | 14,3 | 14,5 | 14,5 | 10,7 | 10,6 | 10,6 |
| 2 | 2,0 | 2,0 | 1,2 | 0,9 | 3,8 | 4,1 | 4,1 | 14,3 | 14,9 | 15,7 | 10,3 | 11,1 | 11,4 |

Аналіз результатів досліджень показує, що збільшення часу витримки до 120 хв дозволяє знизити пористість сіалону складом *Z*=2,0 до 0,9 %, тріщиностійкість підняти з 3,8 до 4,1 МПа·М$^{0,5}$, а твердість – з 14,3 до 15,7 ГПа. Пористість, тріщиностійкість і твердість сіалону складом Z=1,0 при збільшенні часу витримки до 120 хв практично не міняється. В результаті при спіканні під тиском 10 МПа протягом 120 хв зносостійкість сіалону складом *Z*=2,0 підвищується з 10,3 до 11.4. При цьому зносостійкість сіалону складом *Z*=1,0 становить 10,6.

При спіканні під тиском 25 МПа протягом 60 хв зносостійкість сіалону складом *Z*=2,0 становить 11,4 (табл. 6). Застосування розробленого процесу спікання виробів при тиску 10 МПа дозволяє досягти рівня зносостійкості сіалону, спеченому при тиску 25 МПа, і зменшити споживання графіту від 5 до 20 разів.

**Висновки**

1. Досліджені кінетика спікання під тиском 10 і 25 МПа β′-сіалонів зі складом *Z*=1,0; 2,0, отриманих з порошків нітриду кремнію з 5% α-фази, 95% β- фази і 79% α-фази, 21% β-фази. Встановлено, що в матеріалах з використанням порошку нітриду кремнію з високим вмістом α-фази при тиску 10 МПа ущільнення проходить до відносної щільності 0,96 – 0,98. При цьому кількість рідкої фази на швидкість ущільнення практично не впливає.

2. Досліджені пористість, тріщиностійкість, твердість і зносостійкість β′-сіалонів зі складом *Z*=1,0; 2,0, отриманих при тиску 25 і 10 МПа. Встановлено, що при використанні порошку нітриду кремнію з високим вмістом α-фази пористість матеріалів на 30-50% менша, ніж при використанні порошку з низьким вмістом. Це зменшення не залежить від тиску при спіканні, а тріщиностійкість, твердість, зносостійкість матеріалів збільшуються на 10-30%.

3. Досліджені залежності тріщиностійкості, твердості і зносостійкості β′-сіалонів, отриманих з порошку нітриду кремнію з 79% α-фази, 21% β-фази, від їх складу в інтервалі *Z*=1-3, а також часу витримки при спіканні під тиском 10 МПа

4. Розроблено процес отримання виробів з сіалону методом гарячого пресування при тиску 10 МПа, який забезпечує зносостійкість матеріалу на рівні зносостійкості сіалону, спеченого при тиску 25 МПа.

**V.V. Ivzhenko, V.N. Tkach, T.A. Kosenchuk**

[1]*Bakul Institute for Superhard Materials NAS of Ukraine*

**INFLUENCE OF COMPOSITION AND PRESSURE ON MECHANICAL PROPERTIES AND WEAR RESISTANCE OF CIALON**

*The kinetics of sintering under pressure of 10 and 25 MPa β'-sialons with composition Z = 1.0; 2.0, obtained from powders of silicon nitride with 5% α-phase, 95% β-phase and 79% α-phase, 21% β-phase, was*

*researched. It was found that in materials using $Si_3N_4$ powder with a high content of α-phase at a pressure of 10 MPa, the compaction goes on until a relative density of 0.96–0.98, and the amount of liquid phase has little effect on the compaction rate. The porosity, crack resistance, hardness and wear resistance of β′-sialons with composition Z = 1.0, 2.0, obtained from powders of silicon nitride at a pressure of 25 and 10 MPa, were studied. It was found that when using silicon nitride powder with a high content of α-phase, the porosity of the materials is 30-50% lower than when using a powder with a low content. This reduction does not depend on the sintering pressure; and crack resistance, hardness, wear resistance of materials increase by 10-30%. The dependences of crack resistance, hardness and wear resistance of β′-sialons on their composition in the range of Z = 1-3, as well as exposure time during sintering at a pressure of 10 MPa, were studied. The process of obtaining sialon products by hot pressing at a pressure of 10 MPa, which provides wear resistance of the material at the level of wear resistance of sialon sintered at a pressure of 25 MPa, was developed.*

***Key words**: silicon nitride, aluminum nitride, sialon, pressure sintering, sealing, structure, crack resistance, hardness, wear resistance.*

## Література

1. Андриевский Р.А., Спивак И.И. Нитрид кремния и материалы на его основе. – М.: Металлургия, 1984. – 136 с.
2. Ivzhenko V., Kuzenkova M., Svirid A., Dub S. Structure and properties of silicon and titanium nitrides – base materials // Proc. of Second Int. Symp. on brittle matrix composites (BCM-2). – Cedzyma, 1988. – P. 31–32.
3. Совершенствование конструкционных керамических материалов и керамических узлов турбины // Науч.–техн. отчет № 4557 о НИР “Аксиома–89”. Разд. ГТД; Науч.–исслед. ин–т двигателей. – М., 1990. – 61 с.
4. Гогоци Ю. Г., Завада В. П., Ивженко В. В., Зудин Н.Н., Траскавский В.В. Прочность нитридо-кремниевой керамики в различных средах // Сверхтвердые матер. – 1990. – № 3. – С. 25–30.
5. Лавринович А. В., Крыль Я. А., Ивженко В. В., Исаков А.А., Назаров В.Г. Влияние механической обработки и отжига на свойства нитридокремниевой керамики // Сверхтвердые матер. – 1991. – № 3. – С. 33–36.
6. Ивженко В.В., Кайдаш О.Н., Сарнавская Г.Ф., Дуб С.Н., Попов В.А. Износо- и ударостойкая керамика на основе ковалентных соединений $Si_3N_4$, $B_4C$, SiC // Синтез, спекание и свойства сверхтвердых материалов: Сб. науч. тр. – Серия Материаловедение. –К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля, 2011. – С. 153–161
7. Івженко В. В., Дуб С. М., Ткач В. М., Косенчук Т. О. Розробка термостійкого матеріалу на основі нітриду кремнію з підвищеною зносостійкістю // Інструментальне матеріалознавство: Зб. наук. пр.– Випуск 24. – К.: ІНМ ім. В.М. Бакуля НАН України, 2021. – С. 430–440.
8. Івженко В. В., Геворкян Е. С., Косенчук Т. О. Спікання та властивості матеріалів на основі карбідів кремнію, бору і титана, отриманих методом електроіскрового спікання // Надтверді матеріали. – 2021. – № 6. – С. 35–46.
9. Майстренко А.Л., Дуб С.Н. Прогнозирование износостойкости хрупких материалов по твёрдости и трещиностойкости // Заводская лаборатория. – 1993. – № 1. –С. 52–54.
10. Riley R. M. Silicon nitride and related materials // J. Amer. Ceram. Soc. – 2000. – Vol. 63. – P. 245–265.
11. Komeya K., Komatsu M., Komeda T., Goto Y., Tsuge A. High-strength silicon nitride ceramics obtained by grain-boundary crystallization // Journal of Materials Science. – 1991. – Vol. 26. – N 20. – P. 5513–5516.

*Надійшла 27.06.22*

## References


1. Andrievskii, R.A., & Spivak I.I. (1984). *Nitrid kremniia i materialy na yeho osnove [Silicon nitride and materials based on it]*. Moscow: Metallurhiia [in Russian]
2. Ivzhenko, V., Kuzenkova, M., Svirid, A., Dub, S. (1988). Structure and properties of silicon and titanium nitrides – base materials. *Proc. of Second Int. Symp. on brittle matrix composites (BCM-2), Cedzyma, 31–32*.
3. Nauchno issledovatelskii institut dvihatelei – Engine Research Institute. (1990). *Sovershenstvovanie konstruktsyonnykh keramycheskikh materialov i keramycheskikh uzlov turbiny [Improvement of structural ceramic materials and ceramic units of the turbine]* (4557). Moscow: Nauchno issledovatelskii institut dvihatelei – Engine Research Institute. [in Russian].
4. Gogotsi, Yu.G., Zavada, V.P., Ivzhenko, V.V., et al. (1990). Prochnost nitrido-kremnievoi keramiki v razlichnykh sredakh [Strength of silicon nitride ceramics in various environments]. *Sverkhtverdye materialy. – Superhard materials, 3,* 25–30 [in Russian].
5. Lavrinovich, A.V., Kryl, Ya.A., Ivzhenko, V.V., et.al. (1991). Vliianie mekhanicheskoi obrabotki i otzhiha na svoistva nitridokremnievoi keramiki [Effect of mechanical treatment and annealing on the properties of silicon nitride ceramics]. *Sverkhtverdye materialy. – Superhard materials, 3,* 33–36 [in Russian].
6. Ivzhenko, V.V., Kaidash, O.N., Sarnavskaia, G.F. et.al. (2011). Iznoso- i udarostoikaia keramika na osnove kovalentnykh soedinenii $Si_3N_4$, $B_4C$, SiC. [Wear- and shock-resistant ceramics based on covalent compounds $Si_3N_4$, $B_4C$, SiC]. *Sintez, spekanie i svoistva sverkhtverdykh materialov: Sb.nauch. tr. – Seriia Materialovedenie. – ISM im. V.N. Bakulia – Synthesis, sintering and properties of superhard materials: collection of scientific papers. – ser. of Materials Science. – ISM them. V.N. Bakul,* 153–161. [in Russian].
7. Ivzhenko, V.V., Dub, S.M., Tkach, V.M., & Kosenchuk, T.O. (2021). Development of heat-resistant material based on silicon nitride with high wear resistance. *Instrumental Materials Science, 24,* 430–440.
8. Ivzhenko, V.V., Gevorkyan, E.S., & Kosenchuk, T.O. (2021). Sintering and properties of materials based on carbides of silicon, boron and titanium, obtained by the method of electrospark sintering. *Superhard materials, 6,* 35–46.
9. Maistrenko, A.L., & Dub, S.N. (1993). Prohnozirovanie iznosostoikosti khrupkikh materialov po tverdosti i treshchinostoikosti [Prediction of wear resistance of brittle materials by hardness and crack resistance]. *Zavodskaia laboratoriia – Factory laboratory, 1,* 52–54. [in Russian].
10. Riley, R. M. (2000). Silicon nitride and related materials. *J. Amer. Ceram. Soc., 63,* 245–265.
11. Komeya, K., Komatsu, M., Komeda, T., et al. (1991). High-strength silicon nitride ceramics obtained by grain-boundary crystallization. *Journal of Materials Science, 26, 20,* 5513–5516.

УДК 537.226.1:666.3-1 DOI: 10.33839/2708-731X-24-1-322-330

**В. І. Часник,** канд. техн. наук[1];
**І. П. Фесенко**, **О. М. Кайдаш**, доктори технічних наук[2]

*[1]Державне підприємство НДІ «Оріон», 8А, вул. Антона Цедіка, 03057, м. Київ, Україна, e-mail*: *vassiliyiv@gmail.com*
*[2]Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, 2, вул. Автозаводська, 04074, м. Київ, e-mail*: oka07@ism.kiev.ua

# ДОСЛІДЖЕННЯ ЕЛЕКТРИЧНОГО ОПОРУ І ПОГЛИНАННЯ МІКРОХВИЛЬОВОГО ВИПРОМІНЮВАННЯ В КОМПОЗИТАХ AlN–SiC З ВИСОКИМ ВМІСТОМ КАРБІДУ КРЕМНІЮ

*Досліджено керамічні композити AlN–SiC, придатні для використання у якості об'ємних поглиначів мікрохвильового випромінювання. За великої кількості експериментальних даних встановлено взаємозв'язок між об'ємним електричним опором, добротністю та поглинанням мікрохвильового випромінювання в діапазоні частот 30–40 ГГц у напівпровідникових композитах AlN–SiC з високим вмістом частинок карбіду кремнію. В одній і тій же партії з 100 виробів поглинання мікрохвильового випромінювання змінюється лише на 10–15%. Показано, що поглинання випромінювання зростає при зменшенні об'ємного опору в композитах AlN–50%SiC: коефіцієнт поглинання зростає в 5 разів (з 1,58 до 8,0 дБ/мм) зі зменшенням опору в 8,9 рази (з 17,8 до 2,0 кОм). Розкид значень об'ємного електричного опору ймовірно пов'язаний з опором провідних ланцюжків різної довжини, що складаються з частинок карбіду кремнію різного розміру. Для збільшення поглинання електромагнітної енергії керамічні композити AlN–SiC з високим вмістом карбіду кремнію повинні мати знижений об'ємний опір порядку 1–2 кОм.*

***Ключові слова**: нітрид алюмінію, карбід кремнію, об'ємний поглинач мікрохвильового випромінювання, електричний опір, добротність, поглинання електромагнітної енергії*

## Вступ

Дослідженню композитів AlN–SiC з високим вмістом карбіду кремнію від 20 до 50% присвячена велика кількість публікацій. Це пов'язане з тим, що ці композити використовуються в приладах НВЧ-техніки – магнетронах, клістронах та лампах біжучої хвилі (ЛБХ) – як об'ємні поглиначі мікрохвильового випромінювання. Найчастіше вони мають форму кілець і дисків, розміри яких безпосередньо пов'язані з діапазоном робочої смуги частот. Чим вища частота, тим менші розміри всіх деталей у вакуумній частині приладів. Відповідно, менші і розміри об'ємних поглиначів мікрохвильового випромінювання. Так, наприклад, за частоти 30–40 ГГц діаметр кільця об'ємного поглинача, що розміщується в резонаторі сповільнювальної системи ЛБХ, становить близько 4 мм, а його товщина – 1,0–1,2 мм. Незважаючи на такі невеликі розміри, кільця поглинача мають поглинати значну частину відбитої НВЧ потужності. Отже, для забезпечення стійкої роботи ЛБХ поглинання НВЧ енергії повинно бути досить високим.

Керамічні композити AlN–SiC з вмістом карбіду кремнію від 40 до 50% відповідають цим вимогам. Хоча за своєю природою вони є типовими напівпровідниками з досить високим опором, який може коливатися в достатньо великому інтервалі, в залежності від кількості добавок і способів отримання композитів. Проте робіт, у яких є відомості про питомий електричний опор композитів AlN–SiC, дуже мало [1–6]. Причому ці дані помітно відрізняються

в залежності від способів спікання композитів. Найчастіше використовують гаряче пресування [1–4] або вільне спікання [5, 6]. Так, при гарячому пресуванні за вмісту 50–65% SiC питомий електричний опір змінюється на 6 порядків з $8{,}9\cdot10^5$ Ом·см [1] до $10^{10}$ Ом·см [2] і $10^{12}$ Ом·см [3]. При вільному спіканні (без тиску) питомий електричний опір теж змінюється з $10^5$ Ом·см [5] до $6\cdot10^7$ Ом·см [6], тобто майже на три порядки, але це все ж значно менше, ніж при гарячому пресуванні. Тому дослідження електричного опору в композитах AlN–SiC, отриманих методом вільного спікання, на нашу думку, є перспективним завданням. Саме той факт, що питомий електричний опір вільноспечених композитів змінюється на три, а не на шість порядків, є підставою для припущення про те, що можна встановити взаємозв'язок електричного опору з поглинанням мікрохвильового випромінювання в цих композитах.

Мета роботи – на основі великої кількості експериментальних даних по питомому електричному опору композитів AlN–SiC встановити взаємозв'язок між опором та поглинанням мікрохвильового випромінювання в діапазоні частот 30–40 ГГц.

**Матеріали та методи дослідження**

*Характеристика вихідних порошків*. Для виготовлення вихідної шихти суміш порошків AlN, SiC та $Y_2O_3$ розмелювали на планетарному активаторі. Порошок AlN виробництва ДЗХР (Україна) має питому поверхню 2 $м^2$/г. Порошки SiC пічного синтезу різної дисперсності виготовили на ЗАК (Україна). Як активатор спікання AlN використали 4% $Y_2O_3$ виробництва КГМК (Киргизстан). Композити одержали вільним спіканням у шахтній печі опору за температури 1900 °С протягом 60 хв у середовищі азоту. Технологічні подробиці їх виготовлення докладно описані у [7]. В подальшому для спрощення будемо позначати склад композита як AlN–50%[1]SiC.

За даними гранулометричного аналізу порошок SiC складається з двох фракцій. Середній діаметр частинок карбіду кремнію у субмікронній фракції дорівнює 0,34 мкм, а у мікронній фракції – 2,4 мкм. З усього діапазону розмірів мікронна фракція SiC становить 23%, а субмікронна – 77%. З яких частинок SiC сформуються провідні ланцюжки, що визначають електричний опір, процес є більшою чи меншою мірою випадковим і при спіканні не контрольованим.

Досліджено три партії виробів з композита AlN–50%SiC: дві партії дисків розміром ∅4,2×1,0 мм по 20 і 40 шт. і 20 шт. кілець розміром ∅4,2×∅1,9×1,0 мм.

*Методи дослідження*. Вимірювання електричного опору виготовлених композитів не вимагає вартісного обладнання та спеціальної апаратури. Усі виміри опору зразків проводяться за постійного струму, а отже, не залежать від частоти електромагнітного випромінювання (коливання) електромагнітної хвилі. Привабливою стороною вимірювань електричного опору композитів є безсумнівна простота на відміну від вимірювання чи визначення інших електрофізичних характеристик композитів – таких як діелектрична проникність, теплопровідність, чи поглинання мікрохвильового випромінювання. Тим більше, що саме для таких вимірювань необхідні зразки композитів певного розміру і з досить високою точністю. Найчастіше необхідне не тільки шліфування, а й полірування поверхні. А для вимірювання опору зразків високої точності їх розмірів не потрібно.

Електричний опір дисків розміром ∅4,2×1,0 мм з добротністю $Q$ = 50, виготовлених з композита AlN–50%SiC, вимірювали двома приладами: цифровим мультиметром UT 30D у модифікованій струбцині (рис. 1) та приладом Л2-56 – вимірювачем характеристик напівпровідникових приладів – за напруги $U$ = 3,5 і струму $I$ = 0,52–0,56 мА. Похибка

[1] Тут і надалі склад композитів наведено у % (за масою)

вимірювання опору цифровим мультиметром UT 30D становить 0,05%, тобто ±10 Ом на шкалі 20 кОм. Прилад Л2-56 вимірює струми від 1·10-9 до 1 А та напругу від 1·10-3 до 103 В.

Вигляд модифікованої струбцини показано на рис. 1, її опис наведено нижче. Струбцина потрібна для забезпечення належного сильного притискання зразка для вимірювання електричного опору між мідним і латунним дисками, до яких приєднуються проводи мультиметру.

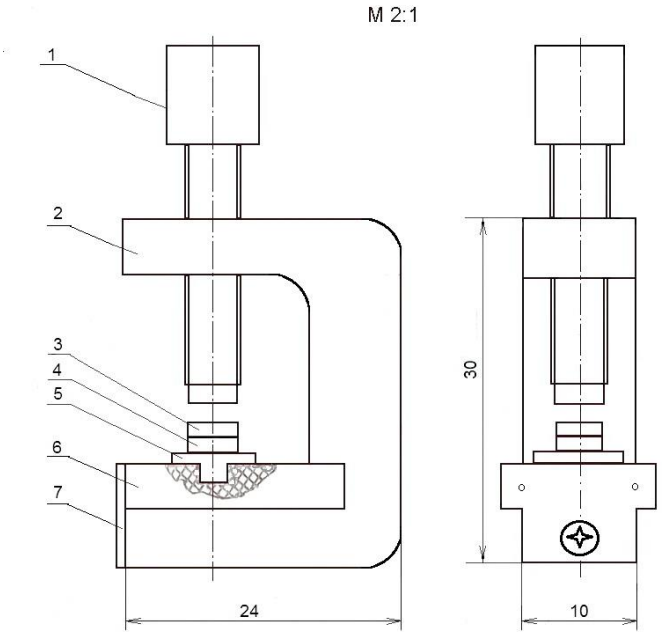



*Рис. 1. Струбцина для забезпечення належного контакту при вимірюванні електричного опору в зразках композита AlN–SiC: 1 – гвинт з різьбою М5, 2 – корпус струбцини, 3 – мідний диск, 4 – зразок для вимірювання, 5 – латунний диск, 6 – пластина з фторопласту, 7 – фіксуюча пластина*

Корпус струбцини (*2*) виготовлений зі сталі та покритий шаром нікелю товщиною 10–12 мкм (рис. 1). На основі корпусу шириною 10 мм та висотою 5 мм розташована пластина з фторопласту Ф-4 (*6*) розміром 20×14×4 мм. Пластина має два виступи довжиною 3 мм і товщиною 2 мм, що фіксують її положення щодо основи струбцини від зміщення праворуч-ліворуч. Щоб уникнути зсунення пластини з Ф-4 вперед-назад, вона зафіксована пластиною (*7*) з латуні. Пластина (*7*) прикріплена до основи струбцини гвинтом. У пластині (*7*) є два отвори для штифтів ∅1 мм довжиною 5 мм, що фіксують пластину з Ф-4. На цій пластині розташований диск ∅8×1 мм з латуні ЛЗ-59 (*5*). Диск (*6*) має невелику циліндричну частину ∅3×2 мм.

Цей виступ входить в пластину з фторопласту і надійно фіксується в проточці 3 мм глибиною 2,5 мм. Шорсткість поверхні диска (*5*) і мідного диска *(3*), що дотикаються до вимірюваного зразка (*4*) з композита AlN–SiC, становить не більше 1,2 мкм, для належного контакту при вимірюванні електричного опору зразка. Головка гвинта (*1*) з різьбленням М5 має накатку для виключення прослизання при остаточному притисканні гвинтом (*1*) мідного диска (*3*) до вимірюваного зразка (*4*) та латунного диска (*5*).

Питомий електричний опір $R_{\text{пит}}$ (у Ом·см) обчислюється за відомим співвідношенням:

$$R_{\text{пит}} = \frac{U}{I} \cdot \frac{S}{h} = R \cdot \frac{\pi r^2}{h_{\text{д}}} \qquad (1)$$

де $U$ – напруга в В, $I$ – струм в А, $S$ – поперечний переріз провідника (зразка) довжиною $h$, виражений в см, $R$ – об'ємний електричний опір в Ом. Для випадку диска: $r$ – радіус диска в см, $h_{\text{д}}$ – його товщина в см.

Питомий електричний опір для дисків ∅4,2×1,0 мм становить $R_{пит}$ = 1,4$R$ (Ом·см), а для кілець ∅4,2×∅1,9×1,0 мм – $R_{пит}$ = 1,1$R$ (Ом·см). Надалі всі значення наводяться для об'ємного електричного опору в кОм.

Вимірювання затухання (ослаблення) мікрохвиль в децибелах (дБ) в кільці поглинача проводили на Панорамному вимірювачі КСХН[2] та ослаблення Р2–65, який працює в частотному діапазоні 25,9–37,7 ГГц, з перерізом високочастотного (ВЧ) тракту 7,2×3,4 мм. Похибка вимірювання затухання на фіксованій частоті становить менше 5 %. Докладно метод вимірювання затухання в кільці поглинача композита описано в [7]. Для співставлення затухання в зразках об'ємних поглиначів, що мають різні розміри, зазвичай використовують коефіцієнт поглинання електромагнітної енергії $L$ (в дБ/мм), тобто затухання в поглиначі у відношенні до одиниці довжини.

Розміри резонатора ∅5,5×10 мм спеціально обрані такими, щоб досліджувати добротність дисків або кілець в діапазоні частот 33–35 ГГц. Досліджували добротність $Q$ кожного зразка з композита AlN–SiC, що чисельно дорівнює відношенню резонансної частоти $f_0$ до ширини резонансної кривої $\Delta f$ на рівні половинної потужності: $Q = f_0/\Delta f$. Добротність обернено пропорційна затуханню, тобто, чим більша ширина резонансної кривої (чим більше $\Delta f$), тим більше затухання. Тобто, $Q$ визначає рівень поглинання НВЧ випромінювання в циліндричному резонаторі – чим менша добротність, тим вище поглинання.

**Результати та їх обговорення**

На рис. 2 наведено значення електричного опору для десяти дисків з композита AlN–50%SiC, виміряні двома приладами: цифровим мультиметром *UT 30D* (*1*) та приладом Л2-56 (*2*) – вимірювачем характеристик напівпровідникових приладів. Як видно із рис. 2, електричний опір, визначений цими двома приладами, мало відрізняється один від одного для одних і тих же дисків.

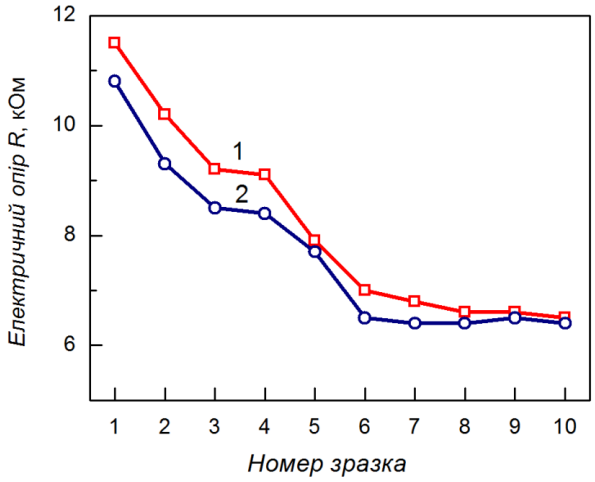


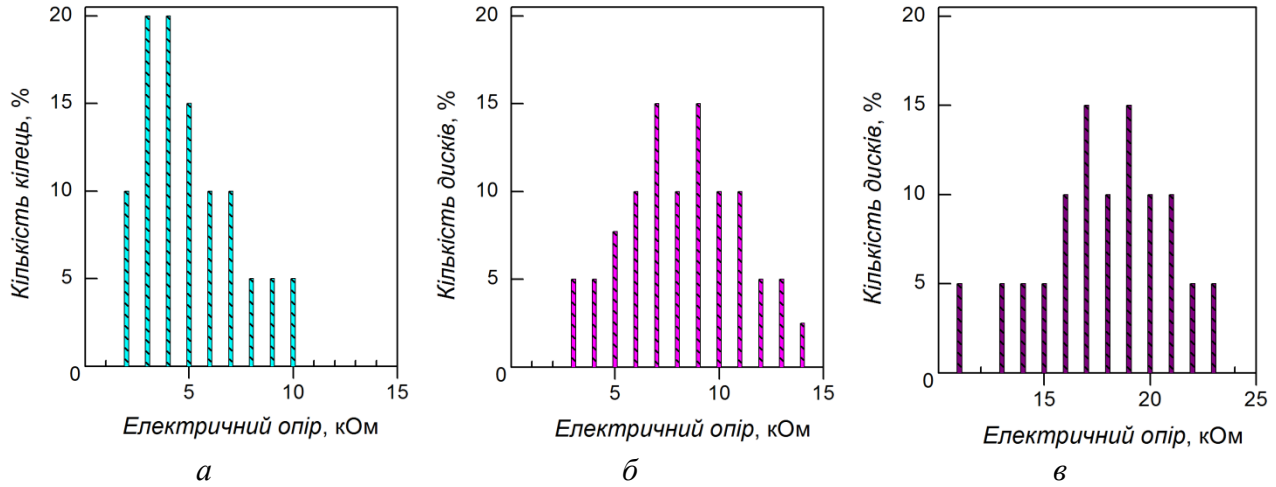

*Рис. 2. Електричний опір композита AlN–50%SiC, визначений по 10-ти дискам розміром ∅4,2×1,0 мм, виміряний цифровим мультиметром UT 30D (1) та приладом Л2-56 (2)*

Максимальна відмінність у трьох дисках становить 8%. Середнє значення опору і $R_{сер}$ = 8,1 кОм (*1*) та $R_{сер}$ = 7,7 кОм (*2*). Відмінність по середнім значенням опору складає лише 5%. Отже, для практичних цілей виміряні значення електричного опору дисків у струбцині (рис. 1) досить точні та достовірні. Тому всі подальші значення електричного опору у цій роботі проведено на цифровому мультиметрі UT 30D. Слід зазначити, що всі десять дисків мають одне і те саме значення добротності $Q$ = 50, тобто, поглинання мікрохвильового випромінювання у них однакове і становить $L$ = 4,9 дБ/мм. Разом з цим існує розкид значень щодо опору від 6,5 до 11,5 кОм – у 1,77 рази (*1*), та від 6,4 до 10,8 кОм – у 1,69 рази (*2*). Це свідчить про те, що електричний опір у зразках дослідженого композита AlN–50%SiC більш

[2] КСХН – коефіцієнт стоячої хвилі по напрузі

чутливий до різного роду відмінностей та змін у макроструктурі дисків, ніж поглинання мікрохвильового випромінювання. І, ймовірно, це пов'язане як із розмірами частинок SiC, з яких формуються ланцюжки, так і з відстанями між сусідніми частинками у цих ланцюжках.

Розкид значень по електричному опору в 1,7–1,8 разів у десяти дисках (рис. 2) показав, що для з'ясування взаємозв'язку опору з поглинанням мікрохвильового випромінювання та для виключення випадковостей у визначенні середнього значення опору в групі з малою зміною добротності необхідно брати для аналізу досить велику кількість зразків. Тому для достовірно визначеного значення середнього опору з кілець та дисків було сформовано три групи зразків. У цих групах значення добротності, виміряної в резонаторі ∅5,5×10 мм, а отже, і поглинання мікрохвильового випромінювання відрізнялося на 5–8%. Розподіл зразків композита AlN–50%SiC по електричному опору у цих трьох групах представлено на рис. 3: для 20 шт. кілець ∅4,2×∅1,9×1,0 мм з добротністю $34 \le Q \le 38$ (*а*), 40 шт. дисків ∅4,2×1,0 мм з добротністю $48 \le Q \le 52$ (*б*), та 20 шт. дисків ∅4,2×1,0 мм із добротністю $88 \le Q \le 92$ (*в*).




*а* *б* *в*

*Рис. 3. Характеристика зразків композита AlN–50%SiC по електричному опору для партії: з 20 шт. кілець за добротності $34 \le Q \le 38$ (а); 40 шт. дисків за добротності $48 \le Q \le 52$ (б); 20 шт. дисків за добротності $88 \le Q \le 92$ (в)*

Як випливає з рис. 3, розкид значень по електричному опору становить до 5 разів для кілець, до 4,7 разів для дисків з добротністю $48 \le Q \le 52$ і до 2,1 разів для дисків з $88 \le Q \le 92$.

Розраховані середні значення опору для кожної з трьох груп зразків складають: 5 кОм за $Q_{сер} = 36$ для кілець у першій групі, 8,2 кОм за $Q_{сер} = 50$ для дисків у другій групі та 14,9 кОм за $Q_{сер} = 90$ для дисків у третій групі. Ці результати представлені на рис. 4 точками *2, 3, 4*. Серед партії виготовлених кілець були два кільця з опором 2 кОм та $Q = 27$. Ці значення відповідають т. *1* на рис. 4.

У двох партіях виготовлених дисків ∅4,2×1,0 мм (по 100 шт. у кожній), було 7 дисків з добротностями $117 \le Q \le 123$, тобто $Q_{сер} = 120$. Їхні о́пори складали 13, 14, 16, 18, 19, 21 і 24 кОм, тобто $R_{сер} = 17{,}8$ кОм. Ці середні значення опору і добротності позначено на рис. 4 точкою *5*. Таким чином, крива на рис. 4 показує взаємозв'язок середнього значення електричного опору в інтервалі $2{,}0 \le R_{сер} \le 17{,}8$ кОм та середнього значення добротності в інтервалі $27 \le Q \le 120$. Як видно з рис. 4, що більший опір, то більша і добротність зразків композита AlN–50%SiC.

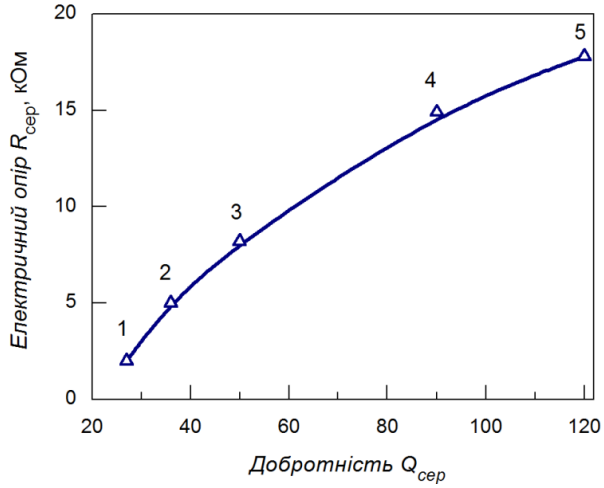



*Рис. 4. Взаємозв'язок середнього об'ємного електричного опору $R_{сер}$ та середньої добротності $Q_{сер}$ композита AlN–50%SiC в кільцях розміром ∅4,2×∅1,9×1,0 мм (1, 2) та у дисках розміром ∅4,2×1,0 мм (3, 4, 5)*

Як відомо, добротність однозначно пов'язана з поглинанням мікрохвильового випромінювання, тобто поглинання буде тим більшим, чим меншою буде добротність зразків. Цей встановлений взаємозв'язок поглинання та добротності для кілець та дисків, виміряний у резонаторі ∅5,5×10 мм у діапазоні частот 34,1–34,2 ГГц, наведено у [8].

З урахуванням цієї інформації побудовано залежність на рис. 5, що показує взаємозв'язок коефіцієнта поглинання електромагнітної енергії $L$ та середнього об'ємного електричного опору композита AlN–50%SiC, – це точки *1*, *2* у кільцях та точки *3*, *4*, *5* у дисках. Цей взаємозв'язок носить закономірний характер – чим менший об'ємний опір, тим більшим є поглинання електромагнітної енергії (мікрохвильового випромінювання). Принаймні при вимірюванні опору композита AlN–50%SiC від одиниць до десятків кОм, це твердження можна вважати встановленим фактом. Так, наприклад, зменшення опору в 2,5 рази (з 5,0 до 2,0 кОм – точки *1* та *2* на рис. 4) призводить до зростання поглинання електромагнітної енергії з 6,5 до 9,0 дБ/мм, тобто на 2,5 дБ/мм, що відповідає збільшенню у 1,8 рази. Якщо ж зменшити опір композита AlN–SiC в 4,1 рази (з 8,2 до 2,0 кОм – див. точки *3* і *1*), то поглинання збільшиться на 4,1 дБ/мм (з 4,9 до 9,0 дБ/мм), що відповідає збільшенню поглинання у 2,5 рази.

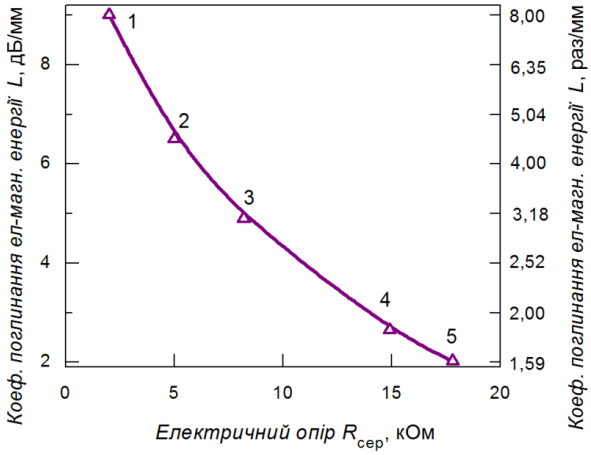



*Рис. 5. Взаємозв'язок коефіцієнта поглинання електромагнітної енергії $L$ і середнього об'ємного електричного опору $R_{сер}$ композита AlN–50%SiC в кільцях розміром ∅4,2×∅1,9×1,0 мм (1, 2) та в дисках розміром ∅4,2×1,0 мм (3, 4, 5)*

Це дуже суттєве збільшення поглинання електромагнітної енергії особливо важливе для виготовлення об'ємних поглиначів, призначених для роботи в приладах НВЧ міліметрового діапазону хвиль (30–300 ГГц). Тому тепер перед фахівцями-матеріалознавцями можна поставити цілком конкретне завдання – отримати композити AlN–SiC не тільки з

високою теплопровідністю і високим вмістом карбіду кремнію, але одночасно з цим з метою збільшення поглинання – знизити об'ємний питомий електричний опір до величини 1–2 кОм.

Тим більше, що труднощів у його вимірюванні та контролі немає. При створенні цих композитів головною рекомендацією є одне – достовірними значеннями об'ємного електричного опору вважатимуться лише його середні значення, виміряні на десятках зразків однієї і тієї ж виготовленої партії. При цьому розкид значень опору до 2-х разів при тій же добротності або тому самому поглинанні можна вважати цілком прийнятним результатом для розробленого композита AlN–SiC.

На макроскопічному рівні розкид значень вимірюваного об'ємного електричного опору пов'язаний головним чином з опором провідних ланцюжків, що складаються з частинок карбіду кремнію різних розмірів, і з проміжками між частинками SiC у цих провідних ланцюжках. Частинки випадковим чином збираються в провідні ланцюжки і їх кількість нам невідома. Важливо те, що сумарний опір має бути близько 1–2 кОм при хорошій повторюваності значень опору від партії до партії.

Виміряна добротність зразків і пов'язане з нею поглинання електромагнітної енергії визначається лише вмістом SiC, присутністю різних домішок і дефектів кристалічної ґратки карбіду кремнію. А все це визначається складом спеченого композита, і тому зразки з однієї партії за значенням добротності відрізняються всього на 5–10%, незалежно від форми зразків (кільця або диски). На мікроскопічному (атомному) рівні поглинання електромагнітної енергії залежить від кількості вільних електронів, що взаємодіють з квантами електромагнітного поля, тобто з квантами електромагнітної хвилі. Ця хвиля має певну частоту та відповідну цій частоті енергію. У нашому випадку ця частота становить 34,1–34,2 ГГц. На цій частоті фотони (кванти електромагнітної хвилі) мають енергію близько $1{,}4 \cdot 10^{-4}$ еВ.

Електрон, поглинаючи фотон з такою енергією, знаходиться у збудженому стані близько $10^{-8}$ с, а потім випромінює фотон на тій же частоті в навколишній простір. У нашому випадку – переважно в ту саму частинку карбіду кремнію. Глибина проникнення фотонів становить приблизно 100 нм, що відповідає близько 200 площинам кристалічної ґратки карбіду кремнію. Таким чином, майже весь процес поглинання та випромінювання фотонів відбувається всередині частинок SiC, тобто всередині об'єму композита AlN–SiC. Тому великого розкиду у рівні поглинання електромагнітного випромінювання у зразках композита, виготовлених з однієї партії за однакових умов (температурі та тривалості спікання, тиску), не може бути. Цілком ясно, що кількість вільних електронів, що взаємодіють з фотонами електромагнітної хвилі, не залежить від того, яким чином частинки SiC збираються в провідні ланцюжки або провідні конгломерати.

**Висновки**

Аналіз експериментальних даних по питомому об'ємному електричному опору та поглинанню електромагнітної енергії дозволив встановити, що між ними існує певна кореляція у композитах AlN–50%SiC. Причому цей взаємозв'язок носить закономірний характер: поглинання електромагнітної енергії тим більше, чим менший об'ємний електричний опір.

Значний розкид значень за величиною електричного опору завжди існує навіть у одній партії виробів з композита AlN–SiC, виготовленій за однакових умов спікання. Варто наголосити, що навіть за одного і того ж значення поглинання електромагнітної енергії електричний опір композита може відрізнятися до 2 разів.

Розкид значень об'ємного опору, ймовірно, пов'язаний з опором провідних ланцюжків різної довжини, що складаються з частинок карбіду кремнію різного розміру.

Встановлено, що з метою збільшення поглинання електромагнітної енергії керамічні композити AlN–SiC з високим вмістом карбіду кремнію повинні мати об'ємний опір порядку 1–2 кОм.

**V. I. Chasnyk [1], I. P. Fesenko[2], O. M. Kaidash[2]**

[1]*State Enterprise Scientific Research Institute ORION*
[2]*Bakul Institute for Superhard Materials of the National Academy of Sciences of Ukraine*

**STUDY OF ELECTRICAL RESISTANCE AND ABSORPTION OF MICROWAVE RADIATION IN AlN–SiC COMPOSITES WITH A HIGH SILICON CARBIDE CONTENT**

*AlN–SiC ceramic composites suitable for use as bulk microwave absorbers has been studied. With a large amount of experimental data, a relationship between the volume electrical resistance, the quality factor, and the absorption of microwave radiation in the frequency range of 30–40 GHz has been established in AlN–SiC semiconductor composites with a high content of silicon carbide particles. In the same batch of 100 products, the absorption of microwave radiation changes by only 10–15%. It is shown that the absorption of radiation increases with a decrease in the volume resistance in the AlN–50% SiC composites: the absorption coefficient increases by a factor of 5 (from 1.58 to 8.0 dB/mm) with a decrease in resistance by a factor of 8.9 (from 17.8 up to 2.0 kΩ). The scatter in the values of volumetric electrical resistance is probably related to the resistance of leading chains of different lengths, consisting of silicon carbide particles of different sizes. To increase the absorption of electromagnetic energy, AlN–SiC ceramic composites with a high content of silicon carbide should have a reduced volume resistance on the order of 1–2 kΩ.*

***Key words**: aluminum nitride, silicon carbide, bulk absorber of microwave radiation, electrical resistance, quality factor, absorption of electromagnetic energy*

## Література

1. Гетьман О. И., Коблянский Ю. В., Зависляк И. В. и др. Электрофизические характеристики высокопоглощающей керамики на основе системы AlN–SiC // Порошковая металлургия. – 2019. – № 9/10. – С. 24–35.
2. Kim K. J., Kim Y. W., Lim K. Y., Nishimura T., Narimatsu E. Electrical and thermal properties of SiC–AlN ceramics without sintering additives // J. Eur. Ceram. Soc. – 2015. – Vol. 35. – P. 2715–2721.
3. Avrov D.D., Bakin A.S., Dorozhkin S.I., et al. Electrical conductivity of ceramics of SiC–AlN, SiC–BeO, $Al_2O_3$ in the temperature range 300–1800 K // High-Temperature Electronic Materials, Devices and Sensors Conference. (Cat. No. 98EX132). – 1998. – P. 196–198.
4. Kim K.J., Lim K.-Y., Kim Y.-W. Control of electrical resistivity in silicon carbide ceramics sintered with aluminum nitride and yttria // J. Am. Ceram. Soc. – 2013. – Vol. 96, N 11. – P. 3463–3469.
5. Lu Y., Zang X., Du B. Investigation of the effect of the SiC particle size on the properties of the AlN–SiC composite ceramic // Materials Chemistry and Physics. – 2021. – Vol. 261, N 1. – P. 124222–124229.
6. Сербенюк Т.Б., Пріхна Т.О., Свердун В.Б., та ін. Вплив добавки $Y_2O_3$ на структуроутворення та властивості композиційних матеріалів на основі AlN–SiC // Надтверді матеріали. – 2018. – № 1. – С. 12–22.
7. Часник В. І., Часник Д. В., Фесенко І. П., Кайдаш О. М. Дослідження теплопровідності, питомого електричного опору і поглинання мікрохвильового випромінювання вільноспечених композитів AlN–$Y_2O_3$–Mo і AlN–$Y_2O_3$–TiN //

Надтверді матеріали. – 2020. – № 3. – С. 51–65.
8. Часник В. І., Кайдаш О. М., Вовк Л. М., Фесенко І. П. Вплив дисперсності карбіду кремнію на діелектричні характеристики, теплопровідність і поглинання мікрохвильового випромінювання вільноспечених композитів AlN–(20–50)%SiC // Порошкова металургія. – 2021. – № 11–12. – С. 31–39.

*Надійшла 11.06.22*

## References

1. Getman, O., Kobljanskyj, Yu. V., Zavislyak, I. V., et al. (2019). Electrical characteristics of highly-absorbing ceramics in the AlN–SiC system. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, *9/10,* 24–35.
2. Kim, K. J., Kim, Y. W., Lim, K. Y., et al. (2015). Electrical and thermal properties of SiC–AlN ceramics without sintering additives. *J. Eur. Ceram. Soc.*, *35*, 2715–2721.
3. Avrov, D. D.; Bakin, A. S.; Dorozhkin, S. I.; et al. (1998). Electrical conductivity of ceramics of SiC–AlN, SiC–BeO, $Al_2O_3$ in the temperature range 300–1800 K. *High-Temperature Electronic Materials, Devices and Sensors Conference.* (Cat. No. 98EX132). 196–198.
4. Kim, K. J., Lim, K.-Y., & Kim, Y.-W. (2013). Control of electrical resistivity in silicon carbide ceramics sintered with aluminum nitride and yttria. *J. Am. Ceram. Soc*. *96, 11,* 3463–3469.
5. Lu, Y., Zang, X., & Du, B. (2021). Investigation of the effect of the SiC particle size on the properties of the AlN–SiC composite ceramic. *Materials Chemistry and Physics*., *261, 1,* 124222–124229.
6. Serbenyuk, T. B., Prikhna, T. O., Sverdun, V. B., et al. (2018). Effect of the additive of $Y_2O_3$ on the structure formation and properties of composite materials based on AlN–SiC. *J Superhard Mater*., *40, 1*. 8–15. doi.: 10.3103/S1063457618010021.
7. Chasnyk, V. I., Chasnyk, D. V., Fesenko, I. P., & Kaidash O. M. (2020). A study of the thermal conductivity, electrical resistivity and microwave absorption of pressureless sintered AlN–$Y_2O_3$–Mo and AlN–$Y_2O_3$–TiN composites. *J. Superhard Mater., 42, 3,* 165–176.
8. Chasnyk, V. I., Kaidash, O. M., Vovk, L. M., & Fesenko, I. P. (2021). Influence of the silicon carbide dispersion on dielectric characteristics, thermal conductivity and microwave radiation absorption of pressureless sintered AlN–(20–50)%SiC composites. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, *11–12*, 31–39.

УДК 621.371 DOI: 10.33839/2708-731X-24-1-331-337

**Ю.Д. Філатов**[1], **В.І. Сідорко**[1], **А.Ю. Бояринцев**[2], доктори технічних наук,
**С.В. Ковальов**[1], **В.Г. Кулич**[1], **В.А. Ковальов**[3], **О.Я. Юрчишин**[3], кандидати технічних наук

*[1]Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України,*
*вул. Автозаводська 2, 04074 м. Київ, e-mail: filatov@ism.kiev.ua*
*[2]Інститут сцинтиляційних матеріалів НАН України, пр. Науки 60, 61072 м. Харків,*
*e-mail: boyarintsev@isma.kharkov.ua*
*[3]Національний технічний університет України «Київський політехнічний інститут ім. Ігоря Сікорського», пр. Перемоги 37, 03056 м. Київ, e-mail: urchyshynoks@ukr.net*

# ПОЛІРУВАННЯ ОПТИЧНИХ ПОВЕРХОНЬ ДЕТАЛЕЙ З ПОЛІМЕРНИХ МАТЕРІАЛІВ

*Метою даного дослідження є вивчення закономірностей впливу фізико-хімічних властивостей оброблюваного матеріалу та дисперсної системи на показники полірування полімерних оптичних матеріалів. На основі аналізу механізму полірування неметалевих матеріалів показано, що видалення оброблюваного матеріалу і формування шорсткості поверхні є наслідком видалення з неї наночастинок шламу, яке відбувається в результаті ферстерівского резонансного перенесення енергії (FRET) між частинками дисперсної фази та оброблюваною поверхнею в резонаторі, що утворюється двома паралельними поверхнями оброблюваного матеріалу і притиру. Система «оброблювана поверхня – дисперсна система – поверхня притиру» представлена як квантовий генератор наночастинок, потужність генерації яких залежить від добротності резонатора і визначає показники полірування. В результаті досліджень встановлено, що під час полірування оптичних поверхонь деталей з полістиролу, поліметилметакрилату та аллілдігліколькарбонату за допомогою дисперсних систем з мікро- та нанопорошків продуктивність полірування експоненційно зменшується за підвищення частотного показника ефективності FRET та лінійно зростає за підвищення часового показника ефективності FRET. Показано, що шорсткість полірованих поверхонь погіршується за зменшення частотного показника. За зменшення часового показника ефективності FRET шорсткість оброблених поверхонь поліпшується. Встановлено, що продуктивність полірування полімерних оптичних матеріалів нелінійно збільшується, а шорсткість полірованих поверхонь погіршується за підвищення добротності резонатора. Результати дослідження доцільно використовувати при розробці процесів хіміко-механічного полірування неметалевих матеріалів.*

***Ключові слова**: полірування, дисперсна система, наночастинки, швидкість зняття матеріалу, шорсткість.*

## Вступ

На теперішній час полірування оптичних поверхонь деталей з неметалевих матеріалів, в тому числі полімерних, які використовуються для виготовлення сцинтиляторів з полістиролу (ПС), контактних та інтраокулярних лінз з поліметилметакрилату (ПММА), лінз для окулярів з аллілдігліколькарбонату (CR-39), здійснюється за допомогою полірувальних дисперсійних систем з неабразивних мікро- та нанопорошків [1–3]. Продуктивність полірування та шорсткість оптичних поверхонь залежать від реологічних властивостей дисперсної системи, структури оброблюваного матеріалу, а також діелектричних та спектроскопічних характеристик оброблюваного матеріалу та дисперсної системи [4–6]. Незадовільна якість полірованих поверхонь оптичних деталей з полімерних оптичних матеріалів пов’язана з недосконалістю технології їх механічної обробки та відсутністю полірувальних дисперсійних

систем, які б забезпечували високі продуктивність та якість обробки полірованих поверхонь. Саме тому дослідження впливу фізико-хімічних властивостей оброблюваного матеріалу та дисперсної системи на продуктивність зняття оброблюваного матеріалу і шорсткість оброблених поверхонь під час полірування полімерних оптичних матеріалів є актуальним.

Метою даного дослідження є вивчення закономірностей впливу фізико-хімічних властивостей оброблюваного матеріалу та дисперсної системи на показники полірування полімерних оптичних матеріалів.

**Методика дослідження**

Дослідження закономірностей зняття оброблюваного матеріалу та формування нанопрофілю полірованої поверхні здійснювалось при поліруванні плоских поверхонь деталей з оптичних полімерних матеріалів діаметром 60 мм на верстаті мод. 2ШП-200М за допомогою притиру з пінополіуретану діаметром 100 мм при зусиллі притискання деталі до притиру 50 Н, середній температурі в зоні контакту оброблюваної деталі та притиру $T$ = 298 $K$. Оброблювались полімерні матеріали: полістирол (ПС) (діелектрична проникність $\varepsilon_1$=2,5, коефіцієнт теплопровідності $\lambda_1$=0,15 Вт/(м·$K$)), поліметилметакрилат (ПММА) ($\varepsilon_1$=3,9, $\lambda_1$=0,19 Вт/(м·$K$)), поліаллілдігліколькарбонат (CR-39) ($\varepsilon_1$=10,0, $\lambda_1$=0,20 Вт/(м·$K$)). Полірування здійснювалось за допомогою дисперсної системи з мікро- та нанопорошків (ДС1) ($\varepsilon_2$=6,1) та водяної суспензії двооксиду церію (ДС2) ($\varepsilon_2$=21,2). Частоти власних коливань молекулярних фрагментів частинок полірувального порошку дисперсної системи ДС1, визначені за спектрами ІЧ-поглинання (Фур'є-спектрометр *Nicolet 6700*), складали (см$^{-1}$): 597, 733, 777, 850, 870, 943, 984, 1085, а дисперсної системи ДС2 – 465, 521, 848. Досліджувані полімерні оптичні матеріали характеризувались частотами власних коливань молекулярних фрагментів, які визначались за відповідними ІЧ-спектрами: ПС – 537, 696, 753, 905, 1027 (см$^{-1}$), ПММА – 481, 750, 840, 960, 1065 (см$^{-1}$), CR-39 – 495, 621, 792, 839 (см$^{-1}$). Підготовка плоских поверхонь оптичних деталей під полірування здійснювалась за допомогою традиційних методів тонкого та надтонкого шліфування. Розміри частинок полірувального порошку визначались за зображеннями, отриманими за допомогою растрового електронного мікроскопу Zeiss-EVO50 з системою мікроаналізу *AZtec*. Зняття оброблюваного матеріалу визначалось ваговим методом за допомогою аналітичних терезів. Параметри шорсткості полірованих поверхонь визначали методом комп'ютерного моделювання та контролювали за допомогою безконтактного інтерференційного 3D профілографа «*Micron-alpha*».

**Механізм утворення частинок шламу під час полірування**

Згідно з сучасними уявленнями про механізм утворення нанорельєфу обробленої поверхні під час полірування неметалевих матеріалів видалення оброблюваного матеріалу і формування шорсткості поверхні є наслідком видалення з неї частинок шламу, яке відбувається при взаємодії оброблюваної поверхні та частинок дисперсної фази полірувальної дисперсної системи. Видалення оброблюваного матеріалу у вигляді наночастинок шламу відбувається в результаті ферстерівського резонансного перенесення енергії (*FRET*) [7, 8] між частинками дисперсної фази та оброблюваною поверхнею в резонаторі, що утворюється двома паралельними поверхнями оброблюваного матеріалу і притиру, між якими розташована дисперсна система. Ефективність *FRET* на частотах $\omega_2{}^m$ і $\omega_1{}^m$ ($\omega_2{}^m$, $\omega_1{}^m$ – частоти коливань молекулярних фрагментів кластерів на поверхні частинок полірувального порошку та на оброблюваній поверхні) залежить від енергії частинок шламу $\Delta E_m$, коефіцієнту ефективності передачі енергії $\psi$ та часу життя кластерів оброблюваної поверхні $\tau_m$ і частинок полірувального порошку $\tau_p$ у збудженому стані, та характеризується частотним $K_\nu = \dfrac{\omega_2^m \omega_1^p}{\omega_1^m \omega_2^p}$ і

часовим $K_\tau = \frac{\tau_p}{\tau_m}$ показниками. При цьому система «оброблювана поверхня – дисперсна система – поверхня притиру» являє собою квантовий генератор наночастинок, потужність генерації якого залежить від розмірів і добротності резонатора, яка визначається як $q_m = \omega_1^m/(\omega_2^m - \omega_1^m)$.

Швидкість зняття оброблюваного матеріалу $Q$ визначається відповідно до формули

$$Q = q_m \lambda_1 V \frac{L_t T}{\Delta E_m \psi} \frac{\tau_m \tau_p}{t_c}, \quad (1)$$

де $\lambda_1$ – коефіцієнт теплопровідності оброблюваного матеріалу; $V$ – об'єм частинок шламу; $L_t$ – довжина шляху тертя частинки полірувального порошку по оброблюваній поверхні; $t_c = d/u$ – час контакту частинки полірувального порошку з оброблюваною поверхнею, $d$ – розмір частинок полірувального порошку; $u$ – швидкість відносного переміщення деталі та притиру.

Результати розрахунку параметрів взаємодії оброблюваної поверхні з полірувальною дисперсною системою та показники полірування полімерних оптичних матеріалів наведено в табл. 1, 2.

Таблиця 1. **Параметри взаємодії оброблюваної поверхні з дисперсною системою при поліруванні полімерних оптичних матеріалів**

| Параметри взаємодії поверхні з дисперсною системою | Оброблюваний матеріал | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | ПС | ПММА | CR-39 | ПС | ПММА | CR-39 |
| | Полірувальна дисперсна система | | | | | |
| | ДС1 | | | ДС2 | | |
| Частота $\omega_1^m$, $10^{13}$ с$^{-1}$ (см$^{-1}$) | 13,12 (696) | 14,14 (750) | 14,93 (792) | 14,19 (753) | 15,83 (840) | 14,93 (792) |
| Частота $\omega_2^m$, $10^{13}$ с$^{-1}$ (см$^{-1}$) | 13,82 (733) | 14,65 (777) | 16,02 (850) | 15,98 (848) | 15,98 (848) | 15,98 (848) |
| Частота $\omega_1^p$, $10^{13}$ с$^{-1}$ (см$^{-1}$) | 14,19 (753) | 14,14 (750) | 11,71 (621) | 17,06 (905) | 9,067 (481) | 9,331 (495) |
| Частота $\omega_2^p$, $10^{13}$ с$^{-1}$ (см$^{-1}$) | 13,82 (733) | 13,82 (733) | 11,25 (597) | 8,765 (465) | 8,765 (465) | 8,765 (465) |
| Енергія частинок шламу $\Delta E_m$, еВ | 9,3 | 22,4 | 4,1 | 1,1 | 5,3 | 4,6 |
| Час життя $\tau_m$ і $\tau_p$, мкс | 1,50<br>0,33 | 1,90<br>0,49 | 0,65<br>0,10 | 0,15<br>0,07 | 0,15<br>0,64 | 0,43<br>0,50 |
| Коефіцієнт ефективності $\psi$ | 0,95 | 0,97 | 0,93 | 0,89 | 0,99 | 0,93 |
| Показник $K_v$ | 1,08 | 1,06 | 1,12 | 1,20 | 1,04 | 1,14 |
| Показник $K_\tau$ | 0,22 | 0,26 | 0,15 | 0,47 | 4,41 | 1,14 |
| Добротність резонатора $q_m$ | 18,7 | 27,7 | 13,7 | 7,9 | 105,5 | 14,2 |

Таблиця 2. **Показники полірування полімерних оптичних матеріалів**

| Оброблюваний матеріал | ПС | ПММА | CR-39 | ПС | ПММА | CR-39 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Дисперсна система | ДС1 | | | ДС2 | | |
| Продуктивність полірування: $Q$, $10^{-13}$ м$^3$/с | 37,8 | 143,0 | 4,9 | 0,3 | 362,3 | 7,7 |
| Експеримент: | | | | | | |
| $10^{-13}$ м$^3$/с | 39,3 | 155,0 | 5,0 | – | 363,0 | 7,2 |
| мкм/год | 5,0 | 19,0 | 0,6 | – | 46,0 | 1,0 |
| Параметри шорсткості | | | | | | |
| $Ra$, нм | 8,9 | 12,0 | 7,3 | 5,2 | 29,1 | 7,6 |
| $Rq$, нм | 9,6 | 12,8 | 7,7 | 5,5 | 31,3 | 7,9 |
| $R$max, нм | 17,1 | 20,3 | 13,0 | 9,6 | 51,1 | 13,1 |

В результаті досліджень встановлено, що під час полірування оптичних поверхонь деталей з полістиролу (ПС), поліметилметакрилату (ПММА) та аллілдігліколькарбонату (CR-39) за допомогою дисперсних систем ДС1 і ДС2 енергія частинок шламу $\Delta E_m$ зменшується при зменшенні спектрального розділення ($\omega_2^m$ – $\omega_1^m$) між частинками дисперсної фази і оброблюваним матеріалом.

Показано, що залежність продуктивності полірування полімерних оптичних матеріалів від частотного показника $K_\nu$ є експоненційно спадаючою функцією, яку можна апроксимувати як $Q = Q_0 \exp[-\alpha(K_\nu - 1)]$ (де $\alpha = \begin{cases} 60{,}1 \\ 45{,}7 \end{cases}$, $Q_0 = \begin{cases} 5{,}6 \cdot 10^{-10} \\ 3{,}1 \cdot 10^{-10} \end{cases}$ м$^3$/с – коефіцієнти, які визначено за методом найменших квадратів, похибка апроксимації менша 1 %).

Швидкість зняття оброблюваного матеріалу $Q_0$ за умови абсолютного резонансу, коли $K_\nu \to 1$, під час полірування оптичних поверхонь полімерних матеріалів за допомогою дисперсної системи ДС1 майже вдвічі більша, ніж при використанні дисперсної системи ДС2. Разом з тим встановлено, що продуктивність полірування полімерних оптичних матеріалів за допомогою дисперсних систем ДС1 і ДС2 за підвищення показника $K_\tau$ нелінійно зростає. Залежності продуктивності полірування полімерних оптичних матеріалів від узагальнених показників ефективності передачі енергії $K_\nu$ і $K_\tau$ показують, що саме співвідношення частот коливань молекулярних фрагментів на поверхні частинок полірувального порошку та на оброблюваній поверхні і час життя кластерів частинок полірувального порошку та оброблюваної поверхні у збудженому стані визначають ефективність ферстерівского резонансного перенесення енергії, і відповідно, процесу видалення оброблюваного матеріалу.

При дослідженні формування нанорельєфу оброблених поверхонь показано, що шорсткість полірованих поверхонь деталей з полімерних оптичних матеріалів погіршується за зменшення частотного показника $K_\nu$. Залежність $Ra = f(K_\nu)$ в напівлогарифмічному масштабі показує, що за збільшення спектрального розділення між частинками дисперсної фази полірувальної дисперсної системи і оброблюваним матеріалом параметр шорсткості $Ra$ оброблюваної поверхні зменшується відповідно до експоненціальної функції, яка має вигляд $Ra = Ra_0 \exp[-\alpha_2(K_\nu - 1)]$ (де $\alpha_2 = \begin{cases} 8{,}2 \\ 11{,}1 \end{cases}$, $Ra_0 = \begin{cases} 18{,}5 \\ 43{,}9 \end{cases}$ нм – коефіцієнти, які визначено за методом найменших квадратів, похибка апроксимації 1 %). Параметр шорсткості $Ra_0$ за умови резонансу, коли $K_\nu \to 1$, під час полірування оптичних поверхонь полімерних матеріалів

за допомогою дисперсної системи ДС2 більш ніж удвічі більший, ніж при використанні дисперсної системи ДС1. Слід зауважити, що ця залежність знаходиться у повній відповідності до залежності продуктивності полірування від частотного показника $K_\nu$, що є природним, оскільки зняття оброблюваного матеріалу і формування нанопрофілю оброблюваної поверхні відбуваються одночасно в процесі полірування.

Залежності параметрів шорсткості *Ra*, *Rq*, *R*max полірованих поверхонь деталей з полімерних оптичних матеріалів від часового показника $K_\tau$ показують, що вони лінійно зростають за підвищення $K_\tau$ у відповідності до формули $\begin{pmatrix} Ra \\ Rq \\ R\max \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \alpha_3 \\ \alpha_4 \end{pmatrix} K_\tau$ ($\alpha_3 = \begin{pmatrix} 44{,}1 \\ 47{,}2 \\ 79{,}6 \end{pmatrix}$ нм, $\alpha_4 = \begin{pmatrix} 6{,}4 \\ 6{,}9 \\ 11{,}2 \end{pmatrix}$ нм – коефіцієнти, визначені методом найменших квадратів, характерні для дисперсних систем ДС1 і ДС2; похибки апроксимації 3–6% і 8–10% відповідно).

Крім того, встановлено, що продуктивність полірування полімерних оптичних матеріалів нелінійно збільшується, а шорсткість полірованих поверхонь погіршується за підвищення добротності резонатора. Залежності параметрів шорсткості *Ra*, *Rq*, *R*max полірованих поверхонь від добротності резонатора $q_m$ можна апроксимувати лінійно зростаючими функціями $\begin{pmatrix} Ra \\ Rq \\ R\max \end{pmatrix} = \alpha_5 q_m + \beta_5$ (де $\alpha_5 = \begin{pmatrix} 23{,}8 \\ 25{,}8 \\ 41{,}4 \end{pmatrix}$ нм, $\beta_5 = \begin{pmatrix} 4{,}0 \\ 4{,}1 \\ 7{,}4 \end{pmatrix}$ нм – коефіцієнти, визначені методом найменших квадратів, похибка апроксимації 5–6%).

Експериментальна перевірка отриманих результатів, яка здійснювалась за результатами вимірювань величини зняття оброблюваного матеріалу, показала, що результати теоретичного розрахунку продуктивності полірування полімерних оптичних матеріалів збігаються з результатами експериментів; їх відхилення складає від 1 до 8 %.

**Висновки**

В результаті дослідження механізму полірування полімерних оптичних матеріалів за допомогою дисперсних систем з мікро- та наночастинок полірувальних порошків встановлено, що продуктивність полірування і параметри шорсткості оброблених поверхонь збільшуються за зменшення частотного показника $K_\nu$ і збільшення часового показника $K_\tau$ та добротності резонатора, який утворюється поверхнями оброблюваної деталі і притиру під час полірування.

**Yu.D. Filatov, V.I. Sidorko[1], A.Y. Boyarintsev[2], S.V. Kovalev, V.G. Kulich[1], V.A. Kovalev, O.Ya. Yurchyshyn[3]**

*[1]V.N. Bakul Institut for Superhard Materials of the National Academy of Sciences of Ukraine*
*[2]Institute for Scintillation Materials of the National Academy of Sciences of Ukraine*
*[3]National Technical University of Ukraine "Kyiv Polytechnic Institute. Igor Sikorsky», Ukraine*

**POLISHING OF OPTICAL SURFACES OF PARTS MADE OF POLYMERIC MATERIALS**

*The purpose of this study is to study the patterns of influence of physicochemical properties of the processed material and the dispersed system on the polishing performance of polymer optical materials. Based on the analysis of the polishing mechanism of non-metallic materials, it is shown that material removal and*

*surface roughness formation is a consequence of sludge nanoparticle removal resulting from Ferster resonant energy transfer (FRET) between dispersed phase particles and treated surface in resonator processed material and grinding. The system "treated surface – dispersed system – grinding surface" is presented as a quantum generator of nanoparticles, the generation power of which depends on the quality factor of the resonator and determines the polishing properties. Studies have shown that when polishing the optical surfaces of polystyrene, polymethylmethacrylate and allyldiglycolcarbonate parts using dispersed micro- and nanopowder systems, polishing productivity decreases exponentially with frequency indicator of FRET efficiency and increases linearly with increasing increase of time indicator of FRET. It is shown that the roughness of polished surfaces deteriorates with frequency indicator. By reducing the time indicator efficiency of FRET, the roughness of the treated surfaces improves. It is established that the polishing productivity of polymer optical materials increases nonlinearly, and the roughness of polished surfaces deteriorates with increasing the quality factor of the resonator. The results of the study should be used in the development of chemical-mechanical polishing of non-metallic materials.*

***Key words**: polishing, dispersed system, nanoparticles, material removal rate, roughness.*

## Література

1. Filatov Yu. D. Polishing of Precision Surfaces of Optoelectronic Device Elements Made of Glass, Sitall, and Optical and Semiconductor Crystals: A Review // J. Superhard Mater. – 2020. – 42, N 1. – P. 30–48.
2. Філатов Ю.Д., Сідорко В.І., Філатов О.Ю., Ковальов С.В. Фізичні засади формоутворення прецизійних поверхонь під час механічної обробки неметалевих матеріалів. – К.: Наук. думка, 2017. – 248 с.
3. Filatov Yu. D. Modeling and experimental study of surfaces optoelectronic elements from crystal materials in polishing / eds. J. Zhang et al. Simulation and Experiments of Material-Oriented Ultra-Precision Machining // Springer Tracts in Mechanical Engineering. Springer Nature Singapore Pte Ltd. – 2019. – P. 129–165.
4. Filatov Yu.D., Sidorko V.I., Kovalev S.V., Kovalev V.A. Effect of the Rheological Properties of a Dispersed System on the Polishing Indicators of Optical Glass and Glass Ceramics // J. Superhard Mater. – 2021. – 43, N 1. – P. 65–73.
5. Filatov Yu.D., Sidorko V.I., Kovalev S.V., Kovalev V.A., Effect of the Processed Material Structure on the Polishing Quality of Optical Surfaces // J. Superhard Materials. – 2021. – Vol. 43, N 6. – P. 435–443.
6. Filatov Yu.D., Sidorko V.I., Boyarintsev A.Y., Kovalev S.V., Garachenko V.V., Kovalev V.A., Effect of the Spectroscopic Parameters of the Processed Material and Polishing Powder on the Parameters of Polishing // J. Superhard Materials. – 2022. – Vol. 44, N 1. – P. 37–45.
7. Dovzhenko D., Lednev M., Mochalov K., Vaskan I., Rakovich Yu., Nabiev I. Polariton-assisted manipulation of energy relaxation pathways: donor–acceptor role reversal in a tuneable microcavity // Chem. Sci. – 2021. – Vol. 12. – P. 12794-12805.
8. Nabiev I., Strong light-matter coupling for optical switching through the fluorescence and FRET control. PhysBioSymp 2019 // J. Physics: Conference Series. – 2021. – Vol. 2058 (012001). – P. 1–7.

*Надійшла 03.06.22*

## References

1. Filatov, Yu.D. (2020). Polishing of Precision Surfaces of Optoelectronic Device Elements Made of Glass, Sitall, and Optical and Semiconductor Crystals: A Review. *J. Superhard Mater., 42, 1,* 30–48.

2. Filatov, Iu.D., Sidorko, V.I., Filatov, O.Iu., et al., *Fizychni zasady formoutvorennia pretsyziinykh poverkhon pid chas mekhanichnoi obrobky nemetalevykh materialiv [Physical principles of forming precision surfaces during machining of non-metallic materials]*. Kiyv: Naukova dumka [in Ukrainian].
3. Filatov Yu.D. (2019). Modeling and experimental study of surfaces optoelectronic elements from crystal materials in polishing / eds. J. Zhang et al. Simulation and Experiments of Material-Oriented Ultra-Precision Machining. *Springer Tracts in Mechanical Engineering. Springer Nature Singapore Pte Ltd.,* 129–165.
4. Filatov, Yu.D., Sidorko, V.I., Kovalev, S.V., et al. (2021). Effect of the Rheological Properties of a Dispersed System on the Polishing Indicators of Optical Glass and Glass Ceramics. *J. Superhard Mater., 43, 1,* 65–73.
5. Al-Kadhemy, M.F.H., Rasheed, Z.S., & Salim, S.R. (2016). Fourier transform infrared spectroscopy for irradiation coumarin doped polystyrene polymer films by alpha ray. *J. Radiation Research and Appl. Sciences., 9, 3,* 321–331.
6. Babitha, K.K., Sreedevi, A., Priyanka, K.P., et al. (2015). Structural characterization and optical studies of $CeO_2$ nanoparticles synthesized by chemical precipitation. *Indian Journal of Pure & Applied Physics., 53,* 596–603.
7. Suratwala, T.I. (2018) *Materials Science and Technology of Optical Fabrication.* USA, Hoboken: Wiley.
8. Jones, G.A., & Bradshaw, D.S. (2019). Resonance Energy Transfer: From Fundamental Theory to Recept Applications. *Front. Phys., 7, 100,* 1–19.
9. Singldinger, A., Gramlich, M., Gruber, et al. (2020). Nonradiative Energy Transfer between Thickness-Controlled Halide Perovskite Nanoplatelets. *ACS Energy Lett., 5,* 1380–1385.

УДК 621.002.3; 678.029.46:544.733; 678:66.08/.09

DOI: 10.33839/2708-731X-24-1-337-345

**Є. О. Пащенко**, д-р техн. наук; **Д. О. Савченко, С. А. Кухаренко**, кандидати технічних наук; **В. М. Бичихін**, **С. В. Скороход**; **С. В. Рябченко,** канд. техн. наук

*Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, 2, вул. Автозаводська, 04074, м. Київ, Україна, e–mail*: lab6_1@ukr.net

## ФІЗИКО-ХІМІЧНЕ МОДИФІКУВАННЯ ПОВЕРХНІ МЕТАЛІЧНИХ СУБСТРАТІВ ДЛЯ ЗАБЕЗПЕЧЕННЯ ВИСОКОЇ АДГЕЗІЇ ТА ДОВГОВІЧНОСТІ ПОКРИТТІВ

*Визначений найбільш ефективний комплекс підготовки поверхні металічних субстратів з легованих сталей, що забезпечує максимальну довговічність адгезійного контакту на границі розділу субстрат-полімерне покриття. Він передбачає хімічне прищеплення функціональних груп, що забезпечують змочування поверхонь субстратів розчинами чи розплавами олігомерних зв'язуючих та хімічну взаємодію з компонентами покриттів. Прищеплення здійснили шляхом обробки попередньо підготовлених металічних поверхонь розчинами аміносиланів.*

***Ключові слова**: модифікування (функціоналізації) поверхні, нікелеві підкладки, механізм самодовільного прищеплення солей діазонію, адгезійний контакт на границі розділу субстрат-полімерне покриття*

Однім із успішних способів модифікування поверхні металічних субстратів для підвищення адгезійного контакту з покриттям є використання солей діазонію [1, 2]. Широке застосування знаходить так звана «самодовільна реакція» солей діазонію з поверхнею різних субстратів, що полягає в простому зануренні субстрату в розчин солі діазонію. При цьому можуть утворюватися ковалентні зв'язки з функціональними групами поверхні. Такий зв'язок між металом і С було виявлено РФЕС-дослідженням самодовільно прищеплених плівок на Cu [3]. Наші експерименти також свідчать про такий зв'язок у самодовільно прищеплених плівках на нікелевих підкладках в ацетонітрилі. Навіть якщо міжфазного зв'язку не спостерігалося, утворення плівок можна пояснити прищепленням арил-катіонів або радикалів на поверхню, одержану внаслідок дедіазонування, причому далі плівка зростала по радикальному механізму або катіонному приєднанню до прищепленого фенільного шару.

Експерименти проводилися у деіонізованій воді (ДВ) або у безводному ацетонітрилі (АЦН [$H_2O$] < 0,0015 %) за кімнатної температури. Використали тетрафторборат 4-нітробензолдіазонію (НБДТ) та тетрафторборат 4-метоксибензолдіазонію (МБДТ). Синтезували діазонієві тетрафторборатні солі 4-карбоксианіліну, 4-тіометиланіліну, 4-трифторметиланіліну і 3,4,5-трихлораніліну. Солі діазонію перед використанням зберігали за -18 °С внаслідок їх низької стабільності за кімнатної температури. Їх характеризували методами ІЧ та ЯМР.

Нікелеві підкладки отримували катодним розпиленням 500 нм нікелю на пластинах зі скла *Pyrex* (37×6 мм$^2$). Для вивчення складу самодовільно прищеплених плівок, пластини Ni були занурені на 1 год у водні (pH = 5,5) або ацетонітрильні розчини, що містять лише солі діазонію (0,046 М). Підкладки були проаналізовані методами АСМ (атомно-силової мікроскопії), ІЧ-ППВО (порушеного повного внутрішнього відбиття) та РФЕС.

НБДТ, МБДТ та тетрафторборат 3,4,5-трихлорбензолдіазонію було випробувано для визначення впливу електронних ефектів заміщуючих груп на виявлення інтерфейсного зв'язку. Остання сіль також повинна була покращити виявлення міжфазного зв'язку Ni–C, оскільки вона стерично обмежує зростання шару і збільшує співвідношення Ni–C/C–C. Ці три солі діазонію повинні самодовільно відновлюватися нікелем, оскільки окисно-відновні потенціали НБДТ і МБДТ складають відповідно 0,49 В і 0,25 В. Значення окиснювально-відновного потенціалу для трихлорбензолдіазонієвої солі ще не виміряно. Час прищеплення складав 1 год. Плівки, отримані на нікелі, охарактеризовані методами ІЧ-ППВВ та РФЕС. В ІЧ-спектрі, що відповідає самодовільному прищепленню НБДТ, на нікелі є дві характерні смуги поглинання $NO_2$-груп при 1525 см$^{-1}$ (асиметричне розтягнення) та 1350 см$^{-1}$ (симетричне розтягнення).

Нікель вже використовувався для спостереження за допомогою РФЕС зв'язків метал–вуглець, що виникають в результаті прямої прив'язки вінілових мономерів в апротонних умовах. На нікелевих підкладках після прищеплення МБДТ з'являється компонент із центром 283,5 еВ (зв'язок Ni–C). Відповідний пік зв'язків метал–вуглець у нашому експерименті дуже слабкий. Однак ми, безперечно, можемо віднести це до зв'язку з сіллю діазонію, оскільки вона була відсутня у вихідному субстраті. Слабкість піку при 283,5 еВ може бути пояснена низькою щільністю прищеплення внаслідок часткового відновлення оксиду нікелю. Можна виділити з трьох різних режимів прищеплення найбільш красномовні експерименти для демонстрації існування ковалентного зв'язку підкладка–плівка для зразків з кінцевим потенціалом -2,2 В. Прищеплення у цьому випадку не було виявлено, але сигнал від зв'язків Ni–C при 283,5 еВ міг бути виявлений після контакту з солями діазонію, і його повністю можна віднести до зв'язку метал–вуглець на границі розділу. В цьому випадку також було проаналізовано вміст азоту при -2,2 В з подальшою обробкою МБДТ. Пік азоту з центром при 400 еВ у спектрі вихідної нікелевої пластини явно присутній і відповідає поверхневому органічному

забрудненню через ймовірну адсорбцію молекул розчинника. Сигнал N 1s, що спостерігається на зразку, обробленому сіллю діазонію, містить аналогічний компонент, що виникає через те ж забруднення, а також за рахунок азогрупи із самодовільно утвореної плівки полі(метоксифенілену), прищепленої на нікель.

Додатковий компонент, виявлений при низькій енергії зв'язку (397,7 еВ), був приписаний зв'язкам Ni–N на границі розділу підкладка–плівка. Це свідчить про існування другого типу прищеплення діазонієвої солі на поверхню нікелю, що виникає в результаті утворення Ni–N=N–Ph–OMe, оскільки вклад другого атома азоту може бути врахований в основному піку при 400 еВ.

Основні параметри прищеплення, такі як природа діазонієвої солі та вплив її концентрації на прищеплення, а також різні розчинники були досліджені, щоб визначити, чи потрібні певні умови для спостереження самодовільно прищепленої плівки. Ми протестували таке прищеплення з солями діазонію, що несуть групи з великим діапазоном індуктивних та мезомерних ефектів, такими як солі нітро-, карбокси-, бром-, тіометил- та метоксибензолдіазонію. Оскільки деякі з цих груп не мають чіткої ІЧ-сигнатури, прищеплені зразки були проаналізовані за допомогою РФЕС. У всіх випадках успішне самодовільне прищеплення було ідентифіковано завдяки присутності компонента близько 406 еВ (N 1s), що приписується нітрогрупам у разі НБДТ, компонента COO (при 288,6 еВ C 1s) у випадку карбоксибензолу, солі діазонію, сигнатури брому у разі бромованої солі діазонію, сигналу сірки у разі сполуки $SCH_3$, та більш інтенсивної області зв'язків C−O у разі прищеплення МБДТ. Були одержані РФЕС-спектри N 1s плівок, отриманих із усіх випробуваних солей діазонію.

У всіх випадках було ідентифіковано компонент, що відноситься до зв'язків –N=N–. Як раніше спостерігалося у разі прищеплення НБДТ на нікель, зв'язки Ni–N також були виявлені при використанні солей Br- та $CH_3S$-діазонію, що передбачає наявність азозв'язків на границі розділу плівка–підкладка. Зв'язки Ni–N не могли спостерігатися у спектрах, що відповідають прищепленню солей карбокси- або метоксибензолдіазонію, що не дозволило нам дати послідовне пояснення, оскільки плівки мали відносно велику товщину. Також не вдалося виявити явного впливу природи пара-замісника: групи з теоретично подібними електронними ефектами, такі як тіометильна та метоксигрупа, дали різні результати. У всіх випадках ми намагалися оцінити товщину прищеплених шарів, використовуючи загасання сигналу РФЕС за наявності плівки. Однак розрахункові значення товщини виявилися ідентичними значенням товщини чистої нікелевої підкладки (5–6 нм).

Оскільки пара-замісник в солях діазонію не вплинув на прищеплення, для подальшого дослідження ми вибрали НБДТ, оскільки нітрогрупи легко ідентифікувати за допомогою ІЧ- і РФЕС. Ми вивчили вплив концентрації НБДТ при самодовільному прищепленні на нікель у водному розчині ($H_2O$ ДІ). Результати ІЧ-ППВВ плівок після процедури промивання залежно від кількості НБДТ у розчині представлені у табл. 1. Ці результати показують, що аналогічні кількості прищеплених нітрогруп спостерігаються, коли концентрація солі діазонію вища $10^{-5}$ М. Така ж кількість зменшується з концентрацією нижче за цей поріг і незначна для концентрації $10^{-8}$ М. Наші експерименти продемонстрували, що для отримання кількості НБДТ, яку можна визначити, в розчині була потрібна робота принаймні з $10^{-8}$ моль НБДТ, що відповідає концентрації НБДТ в розчині близько $2\times10^{-7}$ М, яка потрібна для отримання детектованої прищепленої плівки.

Таблиця 1. **Інтенсивність смуги поглинання $v^s_{NO_2}$ (ІЧ-спектроскопія) при функціоналізації поверхні нікелю шляхом обробки водними розчинами НБДТ різної концентрації протягом 1 год**

| Концентрація НБДТ, М | Кількість, моль | $I\ v^s_{NO_2}$, % |
|---|---|---|
| $4{,}6 \times 10^{-2}$ | $2{,}5 \times 10^{-3}$ | 0,23 |
| $2{,}3 \times 10^{-2}$ | $1{,}3 \times 10^{-3}$ | 0,21 |
| $10^{-2}$ | $5{,}5 \times 10^{-4}$ | 0,22 |
| $4{,}6 \times 10^{-3}$ | $2{,}5 \times 10^{-4}$ | 0,24 |
| $10^{-3}$ | $5{,}5 \times 10^{-5}$ | 0,22 |
| $10^{-4}$ | $5{,}5 \times 10^{-6}$ | 0,25 |
| $10^{-5}$ | $5{,}5 \times 10^{-7}$ | 0,20 |
| $10^{-6}$ | $5{,}5 \times 10^{-8}$ | 0,10 |
| $10^{-7}$ | $5{,}5 \times 10^{-9}$ | 0,01 |
| $10^{-8}$ | $5{,}5 \times 10^{-10}$ | – |

Проте, у кислих середовищах такі інтенсивності ІЧ-випромінювання оцінюються як відповідні товщині від 1,3 до 1,7 ± 0,5 нм. Якою б не була кислота (HCl або $H_2SO_4$), основна тенденція, виявлена в табл. 2 і порівняна зі значеннями ІЧ-поглинання, отриманими в $H_2O$ ДІ, – чим нижчий pH, тим менша кількість прищепленої речовини. Однак самодовільне прищеплення з НБДТ спостерігається незалежно від pH та кислоти, що використовуються для контролю цього pH.

Таблиця 2. **Інтенсивність смуги поглинання $v^s_{NO_2}$ (ІЧ-спектроскопія) при функціоналізації поверхні нікелю шляхом обробки водними розчинами НБДТ (0,046 М) протягом 1 год з різною природою та концентрацією кислоти**

| pH розчину | Кислота | $I\ v^s_{NO_2}$, % |
|---|---|---|
| 0,30 | Розчин HCl | 0,07 |
| 1,10 | | 0,06 |
| 1,96 | | 0,17 |
| 3,05 | | 0,17 |
| 0,30 | Розчин $H_2SO_4$ | 0,12 |
| 1,32 | | 0,13 |
| 1,88 | | 0,19 |
| 2,68 | | 0,20 |

Процес самодовільного прищеплення також був протестований в ацетонітрилі з НБДТ. Сигнал ІЧ-аналізу прищеплених зразків був дуже слабким: 0,07 % для симетричного розтягування груп $NO_2$. РФЕС-спектр N 1s підкладки після промивання доводить прищеплення шару полінітрофеніленів у цьому розчиннику. Що стосується самодовільного прищеплення НБДТ в $H_2O$ ДІ, зв'язки Ni−N присутні у плівці та в дуже близьких пропорціях з атомами азоту, які беруть участь у зв'язках −N=N− (площа РФЕС Ni−N ~ 276 ум. од. та −N=N− ~ 344 ум. од.), що вказує на те, що більша частина азозв'язків розташована на границі розділу плівка–підкладка (−N=N− інтерфейс / −N=N− всього = 8/9).

Щоб підтвердити існування самодовільного прищеплення солей діазонію в органічному середовищі і розширити діапазон протестованих солей діазонію, ту ж реакцію проводили з 4-трифторметилбензолдіазонієм. Ця сіль може використовуватися тільки в органічних середовищах внаслідок її поганої розчинності у воді і, як передбачається, через стеричні ефекти $CF_3$ в пара-положенні, що обмежує зростання шару. Оскільки очікувана прищеплена плівка не дає хорошого маркера для вимірювання ІЧ-ППВВ, зразок охарактеризували тільки за допомогою РФЕС.

Два компоненти при 292,7 еВ (C 1s) і 687,9 еВ (F 1s) можуть бути віднесені до зв'язків C–F із трифторметильної групи. Інший пік у спектрі F 1s походить від неорганічних фторидів ($BF_4^-$). Спостереження захоплених протиіонів було незвичайним у наших експериментах; однак їхня присутність була зареєстрована, ймовірно, внаслідок високої чутливості РФЕС-спектрометра у поєднанні з неповним промиванням, підтвердженим спектральним аналізом рівня ядра N 1s.

Цей пік показує нітриди нікелю (398,1 еВ) та азогрупи як границі розділу (гр.розділу), і на плівці (400 еВ), і навіть пік при 401,6 еВ від непрореагувавших діазонієвих груп. Однак при порівнянні площ РФЕС усередині плівок більше азозв'язків, ніж на границі розділу $A(N=N)_{гр.розділу} = A(Ni{-}N) = 53$ ум. од. і $A(N=N)_{всередині} = (A(N=N)_{всього} - A(N=N)_{гр.розділу})/2 = 74$ ум. од. Більше того, з порівняння площ РФЕС можна зробити висновок, що близько третини трифторметилфенільних груп пов'язані азозв'язком із субстратом (поверхневі або вже прищеплені органічні фрагменти), тоді як решта безпосередньо приєднана до нього через атом вуглецю.

Далі ми зосередилися на дослідженні можливого механізму, такого як механічне закріплення, катіонний або радикальний шлях, та запропонували механізм, що відповідає всім експериментальним даним для поверхонь нікелю. Через шорсткість підкладки (5,1 нм) механічне закріплення солей діазонію, де молекули фенілу прищеплено на поверхню, було нашим першим припущенням. Однак, оскільки ми спостерігали зв'язок Ni–N разом з відсутністю груп $N_2^+$, ми виключили цю можливість. Крім того, з більш гладкими підкладками (Si/Cr/Ni, 2,9 нм) ми отримали аналогічні плівки лише з меншою кількістю нітрофенільних груп (табл. 3) на поверхні з низькою шорсткістю.

Таблиця 3. **РФЕС-спектри нітрогену на функціоналізованій поверхні нікелю, легованого атомами Si та Cr, та скляної підкладки з напиленим шаром Ni та Cr шляхом їх обробки розчином НБДТ (0,005 М) протягом 1 год**

| Площа піків в РФЕС-спектрах N 1s, ум.од. | | |
|---|---|---|
| Пік | Ni–Si–Cr | Скляна підкладка з Cr та Ni |
| Ni–N | 44 | 72 |
| N=N | 121 | 76 |
| $NO_2$+$NH_2$ | 222 | 413 |

Другий можливий механізм самодовільного прищеплення солей діазонію до нікелю включає катіонні частинки. Ця гіпотеза катіонного шляху була перевірена шляхом зміни кількох параметрів, таких як температура, вплив світла або його відсутності, зменшення pH середовища. За кімнатної температури, а також при 2 °C проведення реакції без світла дає менше прищеплених нітрофенільних груп, ніж при освітленні, але прищеплена плівка все ж була отримана. Крім того, в літературі повідомлялося про фотохімічне розкладання солей діазонію у воді з утворенням арильних катіонів.

Таким чином, катіонний механізм відіграє роль у самодовільному прищепленні на нікель. Відповідний механізм прищеплення можна було б описати наступним чином: по-перше, внаслідок короткого часу життя арильних катіонів у воді до неї будуть прикріплюватися тільки ті, що утворюються біля підкладки, а потім арильні катіони можуть сприяти зростанню плівки шляхом їх приєднання до ароматичних кілець, вже прищеплених до поверхні нікелю, з подальшим видаленням $H^+$. Така гіпотеза про катіонний механізм підтверджується раніше описаними експериментами щодо впливу pH на прищеплення.

З результатів, представлених у табл. 2, ми дійшли висновку, що чим нижчий pH, тим менше нітрофенільних груп виявляється на поверхні. Це також добре узгоджується із даними (інтенсивність $v^s_{NO_2}$ залежно від pH) у разі самодовільного утворення плівок у фосфатних буферних розчинах з різними значеннями pH. Солі діазонію вважаються стабільнішими в кислих розчинах, оскільки вони обмежують їх розкладання на арильні катіони гетеролітичним шляхом. Однак у розчині HCl аніон $Cl^-$ може діяти як зв'язуюче для фенільних катіонів, що, таким чином, пояснює меншу кількість нітрофенільних груп у плівках порівняно з плівками, синтезованими $H_2SO_4$. Отже, можлива участь катіонного механізму в самодовільному прищепленні солей діазонію до нікелю. Відомо також, що при термічному розкладі солей діазонію утворюються арильні катіони. Тому вплив температури на реакцію оцінювали шляхом реєстрації залежності інтенсивності ІЧ $v^s_{NO_2}$ від температури. Вище 40 °C висока температура, що показують екзотермічним піком на ДСК близько 45 °C для НБДТ у воді. Нижче 40 °C вплив температури видається незначним. Тому роль термічного розкладання солей діазонію важко оцінити. Щоб підтвердити роль температури та впливу світла на самодовільну реакцію в цілому, їх вплив був також перевірено в ацетонітрилі, оскільки для цього розчинника також повідомлялося про утворення арильних катіонів.

Робота в ацетонітрилі дозволяє досягти дещо нижчої температури, ніж у воді. Як показано в табл. 4, навіть при -18 °C у темряві прищеплення з НБДТ на нікелі все ще спостерігалося. Однак склад цієї плівки відрізняється від плівки, що синтезується при освітленні (УФ) за кімнатної температури. Справді, плівка, отримана в темряві при -18 °C, переважно містить Ni−N=N− на границі розділу, і більша частина нітрофенільних груп прикріплюється до поверхні таким чином, тоді як половина прищеплених нітрофенільних груп втратила свою N–N-складову при дії світла (див. табл. 4).

Таблиця 4. **Площа піків хімічних груп на РФЕС-спектрах (N 1s) поверхні нікелю, функціоналізованої шляхом обробки НБДТ(0,005 М) в ацетонітрилі протягом 1 год за кімнатної температури під дією сонячного світла (УФ), та за -18 °C без дії сонячного світла**

| Площа піків в РФЕС-спектрах N 1s, ум. од. | | |
|---|---|---|
| Пік | Кімнатна температура, УФ | -18 °C, без УФ |
| Ni–N | 313 | 276 |
| N=N | 303 | 344 |
| $NO_2$ + $NH_2$ | 436 | 696 |

Отже, світло і, меншою мірою, температура помітно впливають на прищеплення і відповідальні за присутність нітрофенільних груп (не пов'язаних через азов'язкок) у плівках. Крім того, навіть після вжиття всіх можливих запобіжних заходів, щоб уникнути розкладання солей діазонію на арильні катіони, прищеплення спостерігалося. Отже, ми встановили, що участь катіонного механізму в самодовільному прищепленні солей діазонію до нікелю є лише частковою; необхідно розглянути інший механізм.

Поряд із механізмами, запропонованими у разі самодовільного прищеплення солей діазонію на відновлювальні метали, зрештою було розглянуто радикальний механізм, що пояснює самодовільне прищеплення на нікель. Ми дослідили наявність вільних радикалів методом електронного парамагнітного резонансу (ЕПР) із використанням методу спінових пасток. Дослідження методом ЕПР розчину НБДТ не виявило радикалів. Отже, це доводить відсутність гомолітичного руйнування діазонієвої солі.

Як згадувалося вище в наших експериментах, $1\times10^{-8}$ моль діазонієвої солі було б достатньо для отримання щільноупакованого шару нітрофенільних груп на нікелевих пластинах. Границя виявлення ЕПР в умовах наших експериментів була оцінена в $4\times10^{-7}$ моль. Таким чином, можна припустити, що дуже низька концентрація арильних радикалів, необхідна для прищеплення упакованого моношару полінітрофеніленів, не може бути виявлена за допомогою ЕПР. Отже, експерименти ЕПР недостатньо чутливі, щоб зробити безпосередній висновок про участь арильних радикалів у механізмі самодовільного прищеплення. Непрямий спосіб продемонструвати присутність арильних радикалів під час самодовільної реакції полягає у проведенні прищеплення інгібітором радикальних форм у розчині. Ми зосередилися на впливі МНП як інгібітора, а субстрати були охарактеризовані РФЕС.

Кількість $NO_2 + NH_2$ у плівці вища для реакції, яка проводиться без МНП, що узгоджується з результатами ІЧ-ППВВ ($v^S_{NO_2}$ 0,34 для НБДТ та 0,14 для НБДТ + МНП). Проаналізувавши площу для кожного компонента, що є в плівці, ми виявили, що склади двох зразків різняться. Коли МНП знаходиться в розчині, у плівці більше зв'язків Ni–N (тобто азомістків між поверхнею та плівкою), але менше азозв'язків. Більше того, більшість нітрофенільних груп приєднані до субстрату (поверхневим або вже прищепленим фрагментом) або зв'язком. Це показує, що, на відміну від того, що спостерігалося для зразків, прищеплених без МНП, нітрофенільні фрагменти практично не прищепилися безпосередньо на субстрат у разі реакції в присутності МНП. Отже, згідно з розбіжностями, що спостерігаються, ймовірна часткова участь радикального механізму в самодовільному прищепленні солей діазонію на нікель. Однак прищеплена плівка все ще спостерігається, незважаючи на наявність спінової пастки в розчині солі діазонію: сам по собі радикальний механізм не може повністю пояснити це самодовільне прищеплення. Перед тим, як шукати додатковий механізм, ми дослідили утворення арильних радикалів і зробили висновок, що зменшення кількості нітрофенільних фрагментів у разі плівок, прищеплених у присутності МНП, ймовірно, пов'язане з небажаною реакцією спінової пастки з арильними катіонами у розчинах.

Жоден із раніше описаних механізмів неспроможний повністю пояснити самодовільне прищеплення солей діазонію до нікелю. Головний результат, який викликає подив, – це наявність зв'язків Ni–N на границі розділу плівка–підкладка, що демонструє РФЕС-аналіз. Ми дійшли висновку, що катіони діазонію можуть безпосередньо взаємодіяти з поверхнею нікелю через діазонієву групу. Така гіпотеза узгоджується з експериментальними результатами. По-перше, це пояснює наявність зв'язків Ni–N, а також азогруп на границі розділу. По-друге, це відповідає утворенню залишкової органічної плівки незалежно від температури, освітленості, шорсткості поверхні нікелю, середовища, наявності зв'язувачів іонів і концентрації солі діазонію.

Відзначимо, що самодовільне прищеплення солей діазонію до нікелю в результаті простого занурення підкладок в розчин солі діазонію в нормальних умовах (кімнатна температура, вплив світла і т. п.) призводить до утворення дуже тонких плівок поліфенілену. Зростання такої плівки, яке, ймовірно, відбувається за рахунок додаткових механізмів, мабуть, обмежене тільки моно- або бі-прошарками, незалежно від використаної солі діазонію.

Перший механізм включає пряму реакцію катіонів діазонію з поверхнею нікелю та утворення зв'язків Ni–N=N–Ph–R. Інші фенільні групи в самодовільно прищепленому шарі виникають внаслідок взаємодії арильних катіонів в результаті розкладання діазонієвої солі, головним чином світлом, з поверхнею або іншими фенільними групами, вже пов'язаними з підкладкою.

Оскільки не було отримано чітких доказів утворення арильних радикалів під час цієї реакції, азогрупи всередині плівки приписуються діазонієвим сполуками або взаємодії арильних катіонів на раніше прикріплені пара-заміщені фенілгрупи. Таким чином, щеплення солей діазонію на поверхні нікелю було досягнуто та порівнювалось із використанням самодовільного процесу. Такий процес проводиться шляхом простого занурення субстратів у розчини (органічні або водні), що містять лише розчинену сіль діазонію. У разі підкладок Ni ми продемонстрували за допомогою РФЕС-аналізу наявність обох типів міжфазних зв'язків, Ni–C і Ni–N. Ми вперше довели, що принаймні частина солі діазонію прищеплена атомами азоту. Такі результати свідчать про співіснування принаймні двох механізмів прищеплення. Ми показали, що хімічний механізм, що призводить до утворення арильних плівок на поверхні нікелю за рахунок самодовільного прищеплення солей арил-діазонію, може бути віднесений до катіонного, всупереч тому, що стверджується в основних опублікованих роботах на цю тему. З одного боку, експерименти в залежності від УФ та температури ясно вказують на гетеролітичну дедіазоніацію, що призводить до утворення арильного катіону. З іншого боку, всі наші експерименти можна інтерпретувати як пряму реакцію між катіоном діазонію та поверхнею нікелю. Це найпростіший спосіб пояснити утворення азогруп на границі розділу, а також усередині плівок. Ці два катіонні механізми сприяють утворенню тонкої плівки.

**Висновки**

Визначений найбільший ефективний комплекс підготовки поверхні металічних субстратів з легованих сталей, що забезпечує максимальну довговічність адгезійного контакту на границі розділу субстрат-полімерне покриття. Протокол обробки поверхонь субстратів передбачає хімічне прищеплення функціональних груп, що забезпечують змочування поверхонь субстратів розчинами чи розплавами олігомерних зв'язуючих та хімічну взаємодію з компонентами покриттів. Прищеплення здійснили шляхом обробки попередньо підготовлених металічних поверхонь розчинами аміносиланів.

**Eu. O. Pashchenko, D. O. Savchenko, S. A. Kukharenko,**
**V. N. Bychykhin, S. V. Skorokhod, S. V. Ryabchenko**

*V.N. Bakul Institut for Superhard Materials of the National Academy of Sciences of Ukraine*

**PHYSICO-CHEMICAL MODIFICATION OF THE METALLIC SUBSTRATES SURFACE TO ENSURE HIGH ADHESION AND DURABILITY OF COATINGS**

*The most effective complex of surface preparation of metal substrates from alloy steels that provides the maximum durability of adhesive contact on the interface of a substrate-polymeric covering is determined. It involves the chemical grafting of functional groups that provide wetting of substrate surfaces with solutions*

*or melts of oligomeric binders and chemical interaction with coating components. Grafting was carried out by treating pre-prepared metal surfaces with solutions of aminosilanes.*

***Key words**: surface modification (functionalization), nickel substrates, mechanism of spontaneous inoculation of diazonium salts, adhesive contact at the substrate-polymer coating interface*

## Література

1. Gohier A., Nekelson F., Helezen M.; Jegou P., Deniau G., Palacin S., Mayne-L'Hermite M. Tunable grafting of functional polymers onto carbon nanotubes using diazonium chemistry in aqueous media // J. Mater. Chem. – 2011. – Vol. 21. – P. 4615.
2. Barrière F., Downard A.J.; Barriere F. Covalent modification of graphitic carbon substrates by non-electrochemical methods // J. Solid State Electrochem. – 2008 – Vol. 12. – P. 1231−1244.
3. Hurley B. L., McCreery R. L. Covalent bonding of organic molecules to Cu and Al alloy 2024 T3 surfaces via diazonium ion reduction // J. Electrochem. Soc. – 2004. – Vol. 151. – P. B252−B259.

*Надійшла 24.05.22*

## References

4. Gohier, A., Nekelson, F., Helezen, M., et al. (2011). Tunable grafting of functional polymers onto carbon nanotubes using diazonium chemistry in aqueous media. *J. Mater. Chem.*, *21*, 4615.
5. Barrière, F., Downard, A.J., & Barriere F. (2008). Covalent modification of graphitic carbon substrates by non-electrochemical methods. *J. Solid State Electrochem*, *12*, 1231−1244.
6. Hurley, B. L., & McCreery, R. L. (2004). Covalent bonding of organic molecules to Cu and Al alloy 2024 T3 surfaces via diazonium ion reduction. *J. Electrochem. Soc.*, *151*, B252−B259.

УДК 621.002.3-419; 678.029.46:544.733 DOI: 10.33839/2708-731X-24-1-346-354

**Є. О. Пащенко**, д-р техн. наук; **Д. О. Савченко, С. А. Кухаренко**, кандидати технічних наук; **О. М. Кайдаш,** д-р техн. наук; **Р. М. Курганов**

*Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, 2, вул. Автозаводська, 04074, м. Київ, Україна, e–mail*: lab6_1@ukr.net

# РОЗРОБКА ПОЛІМЕРНИХ ПОКРИТТІВ З ЕФЕКТОМ САМОЗМАЩУВАННЯ НА ОСНОВІ ПОЛІІМІДІВ З НАНОЧАСТИНКАМИ ОКСИДУ КРЕМНІЮ

*Вивчено вплив наночастинок $SiO_2$ на покращення термічної стабільності і термічної стійкості та підвищення механічних властивостей композитів. Показано, що додавання нано-$SiO_2$ в композитах ефективне для обмеження адгезійного зносу та сприяння зниженню коефіцієнту тертя. Висока термічна стійкість та підвищені механічні властивості роблять виготовлені композити потенційним матеріалом для застосування в самозмащувальних підшипниках, до яких висуваються вимоги низького коефіцієнта тертя за дискретного режиму роботи.*

***Ключові слова**: композити з наповнювачем нано-$SiO_2$, твердість за Шором, границя міцності під час стискання, адгезійний знос, коефіцієнт тертя*

## Вступ

Самозмащувальні полімерні композиційні покриття з регульованими трибологічними та механічними властивостями широко застосовуються на механічних деталях для зменшення тертя та зносу, що покращує загальні характеристики для таких застосувань, як деталі аерокосмічних супутників, вали, шестерні та втулки. Додавання функціональних наповнювачів може продовжити термін служби покриттів, забезпечуючи поєднання низького тертя, високої зносостійкості, витримування високих навантажень, високої термостійкості та високої адгезії.

Полімерні покриття з низькою міцністю на зсув мають хорошу здатність до самозмащення і зносостійкість, а також можуть забезпечувати надзвичайно низькі коефіцієнти тертя і зносу. Самозмащувальні полімерні покриття поєднують властивості, які не притаманні іншим твердим мастильним покриттям, і мають особливі переваги в областях, де важливими факторами є вартість, вага, корозійна стійкість або біосумісність [1]. Однак полімерні самозмащувальні покриття мають багато обмежень: слабку зносостійкість, підвищений знос і знижений термін служби. Низька теплопровідність та погана термостійкість дозволяють покриттям легко розм’якшуватися та руйнуватися за високої температури. Їх трибологічні характеристики суттєво залежать від навколишнього середовища. Комбінування матеріалів з різними властивостями – це ефективний метод покращення властивостей матеріалу за рахунок повного використання переваг двох або більше компонентів, при цьому властивості матеріалів можуть бути адаптовані та оптимізовані. Функціональні наповнювачі використовуються для поліпшення характеристик полімерних покриттів, включаючи забезпечення стабільного та низького коефіцієнта тертя, високої теплопровідності та термостійкості, покращених механічних властивостей для більш високих навантажень та оптимальної адгезії між покриттям та підкладкою.

Для дослідження у якості матриці змащувального покриття було обрано полімерний матеріал поліімід (ПІ). Однак, використання одного полімеру як змащувального покриття завжди має певні обмеження. З метою усунення таких обмежень, наприклад, для покращення трибологічних та механічних властивостей використовують наповнювачі – це матеріали на основі вуглецю, сульфіди перехідних металів, керамічні наночастинки та ін. В якості наповнювача було вибрано наночастинки оксиду кремнію.

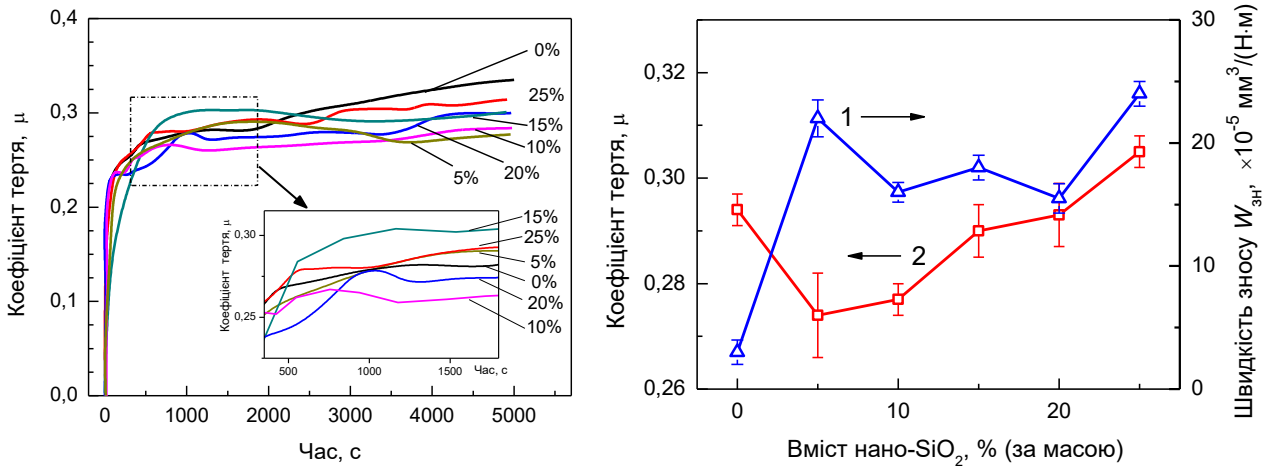
Мета роботи – вивчити вплив наповнювача (нано-$SiO_2$) на покращення термічної стабільності, термічної стійкості і підвищення механічних властивостей композитів та обмеження адгезійного зносу і зниження коефіцієнту тертя.

**Матеріали та методи дослідження**

Виготовлення композиційних матеріалів на основі поліімідів(ПІ) та наночастинок оксиду кремнію (нано-$SiO_2$) проводили золь-гель методом. Для цього амінофенілсульфон (0,372 г) додавали в круглодонну колбу і розчиняли в N-метил-2-піролідоні (6 г). Додавали туди бензофенонтетракарбоновий ангідрид (0,3 г). Суміш безперервно перемішували протягом 24 год, і суміш тетраетоксисилану і дистильованої води (5/1 у розрахунку на молярні кількості тетраетоксисилану) додавали в цю ж колбу. Далі додавали соляну кислоту (HCl) для підтримки pH 4, потім суміш перемішували за кімнатної температури протягом 24 год з отриманням прозорого розчину. Золь-гель процес проводився шляхом гідролізу алкоксидів з утворенням гідроксильних груп та з утворенням тривимірної сітки на їх основі. Отриманий матеріал був нанесений на металеву підкладку та підданий термічній обробці в печі. Плівку сушили в печі за 80 °С протягом 5 год, а потім нагрівали за різних температур та тривалості (125 °С протягом 2 год; 150 °С протягом 2 год; 180 °С протягом 1 год; 200 °С протягом 1 год; 250 °С протягом 1 год і 300 °С протягом 0,5 год) для перетворення кислоти в однорідну поліімідну плівку завтовшки від 80–210 мкм.

**Результати та їх обговорення**

Криві залежності коефіцієнта тертя μ композитів ПІ/нано-$SiO_2$ з різним вмістом нано-$SiO_2$ за навантаження 10 Н від часу та швидкості ковзання 0,08 м/с та їх середні значення показані на рис. 1.




*а* *б*

*Рис. 1. Залежність коефіцієнта тертя μ від часу випробування та вмісту нано-$SiO_2$ у композиті ПІ/нано-$SiO_2$ при навантаженні 10 Н і швидкості ковзання 0,08 м/с (а) та зміна швидкості зносу $W_{зн}$ (1) і коефіцієнта тертя μ (2) композитів ПІ/нано-$SiO_2$ зі зростанням вмісту нано-$SiO_2$ (б)*

З рис. 1, *б* можна зробити висновок, що додавання нано-$SiO_2$ у кількості нижчій за 10 % корисне для зниження коефіцієнта тертя. При вмісті 5 % нано-$SiO_2$, μ знаходиться на мінімальному рівні 0,274, на відміну від 0,294 для чистого ПІ. Такий ефект може забезпечуватися завдяки однорідній дисперсії частинок нано-$SiO_2$ та сильній міжфазній

взаємодії між матрицями ПІ та нано-$SiO_2$ [2]. Тим часом частинки зношування діють як ролики в зоні контакту, які змінюють тертя ковзання на тертя кочення [2]. Отже, μ композитів ПІ/нано-$SiO_2$ зменшується, коли вміст частинок нано-$SiO_2$ нижчий за 10–15 %. Однак зі збільшенням кількості наночастинок вони сприяють відшаровуванню полімерних матриць і виробляють більше частинок зносу, що посилює абразивний знос [3]. Таким чином, коефіцієнт тертя композитів ПІ/нано-$SiO_2$ збільшується, коли вміст частинок нано-$SiO_2$ знаходиться в діапазоні від 5 до 25 %. Як показано на рис. 1, *б*, швидкість зносу композитів ПІ вища, ніж у чистого ПІ, та на 2 порядки вища, ніж наведена у [4]. Слід зазначити, що композити ПІ/нано-$SiO_2$ у поточному дослідженні структурно відрізняються від згаданих у літературі, що є прямим результатом застосованої стратегії синтезу *in-situ*. Частинки нано-$SiO_2$ були диспергованні в N-метил-2-піролідоні для безпосередньої участі в синтезі композитів ПІ/нано-$SiO_2$, що істотно відрізняється від механічного змішування продуктів ПІ та добавок, використаних у [4]. Одним із прямих результатів стратегії синтезу *in-situ* є різна молекулярна маса композитів ПІ/$SiO_2$ [5], яка тісно пов'язана з трибологічними властивостями композитів на основі ПІ [6] та є реакцією зшивання у процесі формування – це ще один аспект, що впливає на трибологічні властивості композитів на основі ПІ [7]. Крім того, погіршена міцність зв'язку між плівкою та поверхнею контртіла може бути додатковим фактором, який відповідає за зниження зносостійкості композитів ПІ/нано-$SiO_2$ [8]. Це викликає локальне розшаровування плівок, що призводить до різкого збільшення швидкості зношування композитів ПІ/нано-$SiO_2$ [8].

Як показали дослідження, зношена поверхня композитів ПІ/нано-$SiO_2$ з вмістом нано-$SiO_2$ 5 % є гладкою і характеризується невеликими потертостями в результаті абразивного зносу. Крім того, на зношених поверхнях залишається дрібне сміття. Перенесена плівка композитів ПІ/нано-$SiO_2$ із вмістом нано-$SiO_2$ 5 % є відносно товстою та однорідною, що дозволяє припустити, що адгезійний та абразивний знос відіграють важливу роль у механізмі зносу [9]. Переважно адгезійний знос, зношені поверхні чистого ПІ – грубі та сильні задири; перехідна перенесена плівка товста, горбиста і нерівна [9]. Додавання нано-$SiO_2$ викликає величезні зміни на зношених поверхнях та перенесеній плівці, які відповідають найнижчому коефіцієнту тертя композитів ПІ/нано-$SiO_2$ із вмістом нано-$SiO_2$ 5 %. Однак ударна в'язкість композитів на основі ПІ знижується при додаванні наночастинок $SiO_2$ [10], бо вони сприяють відшаровуванню матриць ПІ та створюють більше уламків між парами тертя [4]. Тим часом розшарування плівок вказує на міцність зв'язку між плівками та контртілом, що нижча за умов експерименту, описаного в статті [8]. Отже, прямий контакт між зразками та контртілом збільшує швидкість зносу композитів ПІ. Іншими словами, зносостійкість композитів ПІ/нано-$SiO_2$ з 5 % нано-$SiO_2$ нижча (див. рис. 1, б).

Коли вміст нано-$SiO_2$ досягає 10 %, на зношених поверхнях можна виявити явні здуття без подряпин. Це означає, що зі збільшенням вмісту нано-$SiO_2$ спостерігається перехід переважного механізму зносу від адгезійного до абразивного зносу. Більш товсте і широке перенесення сприяє зниженню швидкості зносу зі збільшенням вмісту нано-$SiO_2$ з 5 до 10 %, хоча локальні перенесені плівки явно відшаровуються (див. рис. 1).

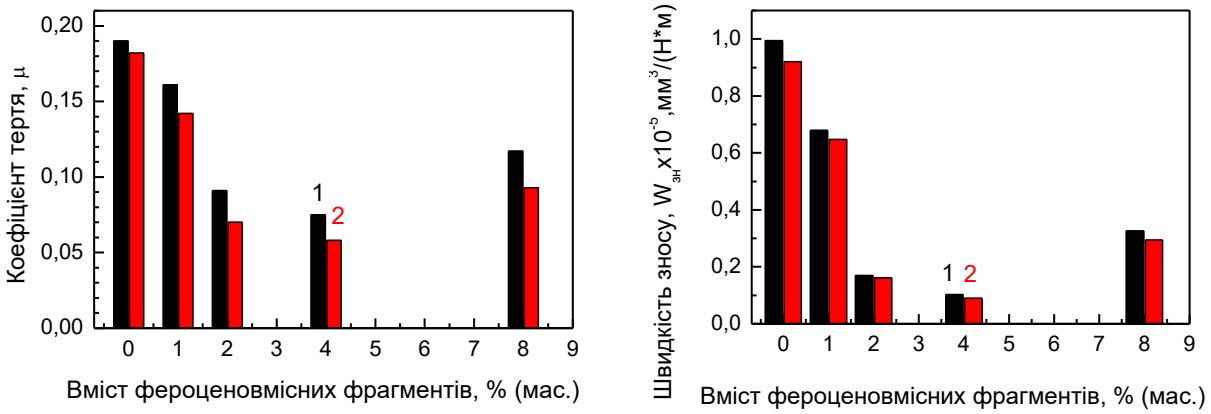
Коли вміст нано-$SiO_2$ збільшується до 15 %, спостерігається погіршення морфології зношеної поверхні, а також з'являються деякі глибокі борозни та мікропори на зношених поверхнях. Поява подряпин означає наявність в парі тертя серйозних абразивних характеристик, що погіршують тертя. Цей висновок також підтверджується безліччю уламків зношування та агрегатів нано-$SiO_2$ на поверхні перенесеної плівки.

В результаті агрегація частинок нано-$SiO_2$ на поверхні перенесеної плівки може подряпати поверхню зразків, що збільшує швидкість зносу композитів ПІ/нано-$SiO_2$. Типові подряпини, мікроямки та мікротріщини спостерігаються на морфології зношеної поверхні зі

збільшенням вмісту нано-$SiO_2$ до 20 %. Це свідчить про те, що абразивний знос і втомна витривалість є основними формами зносу. Порівняно із вмістом нано-$SiO_2$ 15 %, на поверхні широких і тонких перенесених плівок видно слабку агломерацію частинок нано-$SiO_2$, що викликає невелике збільшення зносостійкості ПІ/нано-$SiO_2$ (рис. 1, *б*). У підсумку слід зазначити, що основним механізмом зношування композитів ПІ/нано-$SiO_2$ є абразивне зношування, яке викликає зниження μ, оскільки частинки зношування діють як ролики при нижчому вмісті $SiO_2$ [2].

Тим часом широка, гладка та однорідна перенесена плівка сприяє покращенню трибологічних властивостей композитів ПІ/нано-$SiO_2$. Однак міцність зв'язку між перенесеною плівкою та контртілом нижча в умовах експерименту, описаного в цій статті, що призводить до локального відшаровування перенесених плівок при нижчому вмісті $SiO_2$ і шорсткості країв перенесених плівок при більш високому вмісті. Отже, прямий контакт між композитами та контртілом є одним із факторів поганої зносостійкості композитів ПІ/нано-$SiO_2$ [8]. Крім того, агрегація нано-$SiO_2$ на поверхні плівок при вищому вмісті $SiO_2$ збільшує твердість плівок і дряпає поверхню композитів ПІ, що також є причиною високої швидкості зношування плівки композита ПІ/нано-$SiO_2$.

Крім того, μ і швидкість зносу композитів ПІ/нано-$SiO_2$ при різних навантаженнях були вивчені при швидкості ковзання 0,08 м/с з відповідними результатами, наведеними на рис. 2.




*а* *б*

*Рис. 2. Коефіцієнт тертя μ (а) і питома швидкість зносу Wзн (б) для матеріалів, з наповнювачем нано-SiO2: 1 – з використанням алілового естеру довголанцюгової дикарбонової кислоти на основі піромелітового ангідриду; 2 – з використанням алілового естеру довголанцюгової дикарбонової кислоти на основі бензофенонтетракарбонового ангідриду*

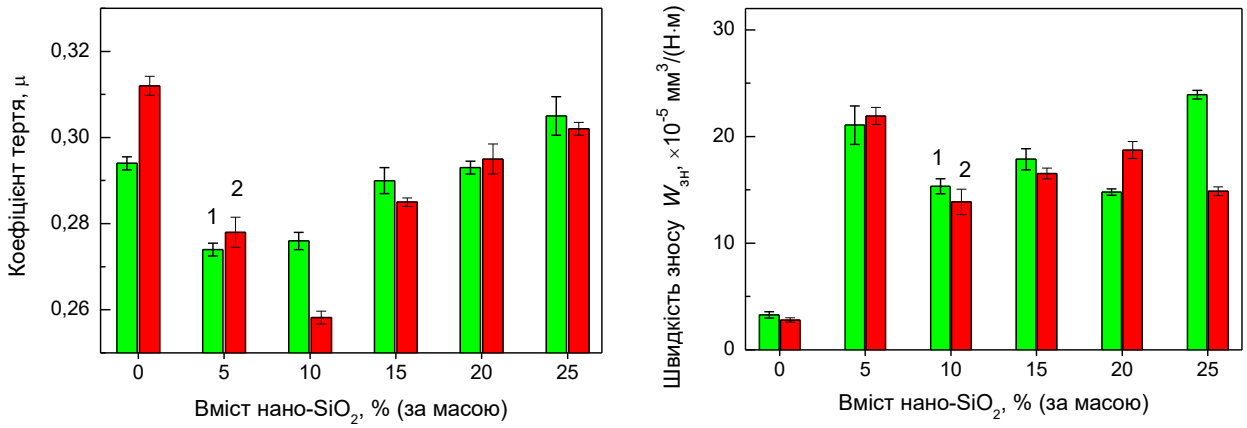
Можна бачити, що μ має аналогічну залежність від вмісту похідних фероцену і при легких, і при важких навантаженнях (рис. 2, *а*). До того ж, μ для 5 % фероцену є найнижчим для обох навантажень 5 і 10 Н. Крім того, основна тенденція полягає в тому, що при великому навантаженні спостерігається відносно невеликий коефіцієнт тертя, що вказує на те, що композити мало підходять для умов навантаження. Теоретично це можна пояснити рівнянням:

$$\mu = k \cdot N^{n-1},$$

де μ – коефіцієнт тертя, $N$ – навантаження, $k$ та $n$ – константи, причому $n$ знаходиться в діапазоні від 2/3 до 1) [9].

Як показано на рис. 2, *б*, швидкість зносу композитів ПІ/нано-$SiO_2$ набагато вища, ніж у чистого ПІ. Швидкість зносу спочатку значно зростає зі збільшенням вмісту похідного фероцену від 0 до 5 %, а потім стає майже однаковою в діапазоні 5–20 %. Подальше помірне збільшення швидкості зносу стає очевидним, коли вміст добавки досягає 25 %. Оскільки абразивний знос зазвичай є основною характеристикою зношування композитів з високим вмістом наповнювача, посилення абразивного зносу відбувається зі збільшенням навантаження [11]. Тим часом швидкість зносу при легкому навантаженні відносно мала в порівнянні зі зносом при великому навантаженні, показуючи, що композити з більш високим вмістом добавки мають тенденцію бути більш зносостійкими при легкому навантаженні.

На рис. 3 показано вплив вмісту нано-$SiO_2$ на коефіцієнт тертя та швидкість зносу композитів ПІ/нано-$SiO_2$ при двох різних швидкостях ковзання 0,04 та 0,08 м/с з навантаженням 10 Н.

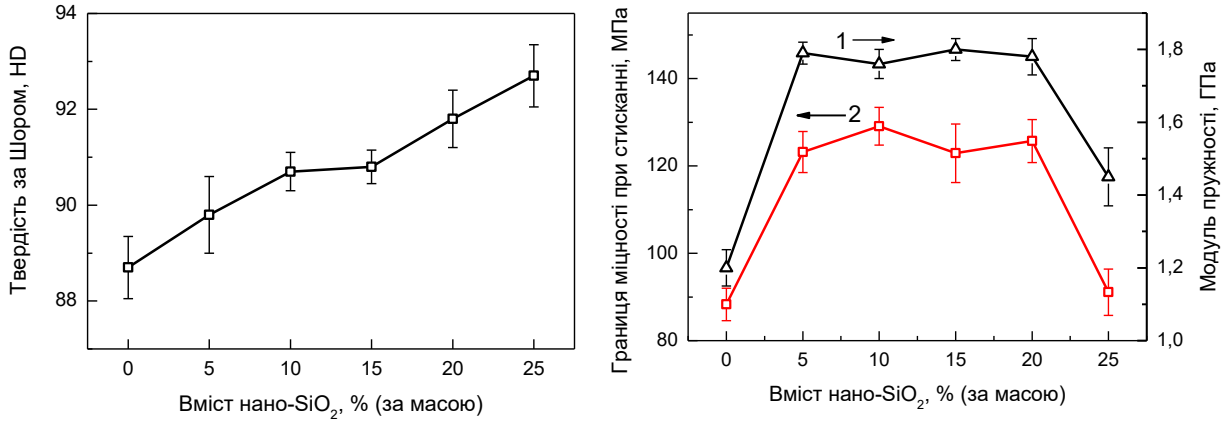



*а* *б*

*Рис. 3. Залежність коефіцієнту тертя μ (а) та швидкості зносу Wзн (б) композитів ПІ/нано-$SiO_2$ від різного вмісту нано-$SiO_2$ та швидкості ковзання 0,04 м/с (1) або 0,08 м/с (2) з навантаженням 10 Н*

З рис. 3, *а* видно, що коефіцієнт тертя композитів ПІ/нано-$SiO_2$ при швидкості ковзання 0,04 м/с вищий, ніж при 0,08 м/с, для того випадку, коли вміст нано-$SiO_2$ є меншим 5 %. Однак при вмісті нано-$SiO_2$ 10 % (за винятком 20 %) μ композитів ПІ/нано-$SiO_2$ при 0,04 м/с виявляється нижчим, ніж при 0,08 м/с. Високий вміст нано-$SiO_2$ викликає появу більшої кількості сміття в зоні контакту при високій швидкості, що, у свою чергу, призводить до збільшення μ, що збігається з основною тенденцією зміни швидкості зносу при різних швидкостях ковзання.

Було вивчено морфологію зношених поверхонь і перенесених плівок композитів ПІ/нано-$SiO_2$, що ковзають по сталевій кульці ШХ15СГ при 0,08 м/с і 10 Н. Сила тертя може бути розкладена на міжфазну адгезію та задир [12], що призводить до адгезивного та абразивного зносу на ковзаючих поверхнях композитів ПІ/нано-$SiO_2$. З іншого боку, на силу тертя зазвичай впливають механічні властивості та теплота тертя зразків [13]. Додавання частинок нано-$SiO_2$ впливає на механічні властивості композитів ПІ/нано-$SiO_2$, як показано на рис. 4. Отже, механізм зносу змінюється із збільшенням вмісту нано-$SiO_2$.




*а* *б*

*Рис. 4. Механічні властивості композитів ПІ/нано-SiO2 з різним вмістом нано-SiO2: (а) твердість за Шором і (б) модуль пружності (1) та границя міцності під час стискання (2)*

На додаток, результати проведеного у ПЕМ елементного аналізу ЕДС (енергодисперсійної спектроскопії) для перенесеної плівки були співставлені з результатами дослідження механізму стирання. Наразі результати аналізу перенесених плівок зведені в таблиці. Основні компоненти перенесених плівок містять C, O, Si, Fe і Cr. Наявність C, O і Si означає, що уламки композитів ПІ/нано-$SiO_2$ прилипають до поверхні стальної кульки.

**Зведені результати ЕДС аналізу перенесених плівок**

| Склад зразку, % (за масою) | Елемент у перенесеній плівці, % (за масою) | | | |
|---|---|---|---|---|
| | C | Cr | Fe | Si |
| ПІ/5 % $SiO_2$ | 68,7 | 3,79 | 13,75 | 2,51 |
| ПІ/10 % $SiO_2$ | 72,3 | 1,82 | 6,10 | 2,14 |
| ПІ/15 % $SiO_2$ | 58,9 | 4,10 | 15,52 | 7,02 |
| ПІ/20 % $SiO_2$ | 51,2 | 5,26 | 20,81 | 5,73 |

Враховуючи невелику товщину перенесених плівок, їх компоненти дозволяють припустити, що піки Fe і Cr переважно пов'язані зі стальною кулькою. Зі збільшенням вмісту нано-$SiO_2$ маса елементів у перенесених плівках істотно змінюється, що дозволяє припустити, що товщина перенесених плівок змінюється зі збільшенням вмісту нано-$SiO_2$. Товщина перенесених плівок для різного вмісту нано-$SiO_2$ може бути розміщена в наступній послідовності: 10 % > 5 % > 15 % > 20 %.

Таким чином можна зробити висновок, що при вмісті нано-$SiO_2$ від 5 до 20 % границя міцності під час стискання композитів ПІ/нано-$SiO_2$ збільшилася приблизно на 43 %, а модуль стиску на 45 % вищий, ніж у чистого ПІ (рис. 4, *б*). Також було показано, що збільшення твердості лінійно зростає зі збільшенням вмісту нано-$SiO_2$ від 0 до 25 % (рис. 4, *а*). Внаслідок цього коефіцієнт тертя композитів ПІ/нано-$SiO_2$ спочатку зменшувався на 6,8 % зі збільшенням вмісту нано-$SiO_2$ з 0 до 5 %, а потім збільшувався на 11 % зі зростанням вмісту нано-$SiO_2$ з 5 до 25 % (рис. 3, *а*). Найнижчий μ спостерігався при вмісті нано-$SiO_2$ у діапазоні 5–10 %, тоді як швидкість зношування композитів ПІ/нано-$SiO_2$ при такому вмісті нано-$SiO_2$ стала вищою, ніж у чистого ПІ (рис. 3, *б*). Таким чином було доведено, що додавання нано-$SiO_2$ в діапазоні 5–10 % доцільно використовувати в композитах для ефективного обмеження

адгезійного зносу та сприяння зниженню коефіцієнту тертя. Оскільки плівка легко відшаровується, а нано-$SiO_2$ має тенденцію накопичуватися на поверхні плівок, зносостійкість композитів ПІ/нано-$SiO_2$ буде погіршуватися.

**Висновки**

Вивчено вплив частинок наповнювача (нано-$SiO_2$) на покращення термічної стабільності і термічної стійкості та підвищення механічних властивостей композитів. Показано, що твердість за Шором збільшується на 4,5 % зі зростанням вмісту диоксиду кремнію до 25 % (за масою), за вмісту (5–20) % (за масою) границя міцності під час стискання композитів підвищується на 43 %, а модуль пружності – на 45 %. Висока термічна стійкість та підвищені механічні властивості роблять виготовлені композити потенційним матеріалом для застосування в самозмащувальних підшипниках, до яких висуваються вимоги низького коефіцієнта тертя за дискретного режиму роботи.

Додавання нано-$SiO_2$ в діапазоні 5–10 % в композитах ефективне для обмеження адгезійного зносу та сприяння зниженню коефіцієнту тертя. Коефіцієнт тертя композитів ПІ/нано-$SiO_2$ зменшується на 6,8 % зі збільшенням вмісту нано-$SiO_2$ з 0 до 5 %. Подальше зростання вмісту нано-$SiO_2$ до 25 % збільшує μ на 11 %.

**E. O. Pashchenko, D. O. Savchenko, S. A. Kukharenko, O. M. Kaidash, R. M. Kurganov**

*V.N. Bakul Institut for Superhard Materials of the National Academy of Sciences of Ukraine*

**DEVELOPMENT OF POLYMER COATINGS WITH THE EFFECT OF SELF-LUBRICATION BASED ON POLYIMIDS WITH NANOPARTICLES OF SILICON OXIDE**

*The influence of $SiO_2$ nanoparticles on the improvement of thermal stability and increase of mechanical properties of composites has been studied. It has been shown that the addition of nano-$SiO_2$ in composites is effective in limiting adhesion wear and helping to reduce the coefficient of friction. High thermal stability and high mechanical properties make the manufactured composites a potential material for use in self-lubricating bearings, which are subject to the requirements of low coefficient of friction in discrete mode.*

***Key words**: composites with nano-$SiO_2$ filler, Shore hardness, compressive strength, adhesion wear, coefficient of friction*

**Література**

1. Wang C., Brown G.O., Burris D.L., Korley L.S., Epps T.H. Coating architects: Manipulating multiscale structures to optimize interfacial properties for coating applications // ACS Appl. Polym. Mater. – 2019. – Vol. 1, N 9. – P. 2249–2266.
2. Shi Y., Mu L., Feng X. The tribological behavior of nanometer and micrometer $TiO_2$ particlefilled polytetrafluoroethylene/polyimide // Mater Des – 2011. – Vol. 32, N 2. – P. 964–970.
3. Jiang W., Jin X., Zhang H. Poly(ether ether ketone)/wrapped graphite nanosheets with poly(ether sulfone) composites: Preparation, mechanical properties, and tribological behavior // J Appl Polym Sci. – 2015. – Vol. 132, N 14. – Art. № 41728.
4. Tewari U.S., Bijwe J. Comparative studies on sliding wear of polyimide composites // Compos. – 1991. – Vol. 22, N 3. –P. 204–210.
5. Min C-K., Wu T-B., Yang W-T. Functionalized mesoporous silica/polyimide nanocomposite thin films with improved mechanical properties and low dielectric constant // Compos Sci and Technol. – 2008. – Vol. 68, N 6. – P. 1570–1578.
6. Wang Y., Wang T., Wang Q. Effect of molecular weight on tribological properties of

thermosetting polyimide under high temperature // Tribol Int. – 2014. – Vol. 78, N 4. – P. 47–59.
7. Liu H., Wang T.M., Wang Q.H. In situ synthesis and properties of PMR PI/$SiO_2$ nanocomposites // J Appl Polym Sci. – 2012. – Vol. 125, N 1. –P. 488–493.
8. Bahadur S., Sunkara C. Effect of transfer film structure, composition and bonding on the tribological behavior of polyphenylene sulfide filled with nano particles of $TiO_2$, ZnO, CuO and SiC // Wear. – 2005. – Vol. 258, N 9. – P. 1411–1421.
9. Menezes P.L., Kishore, Kailas S.V., Lovell M.R. Friction and transfer layer formation in polymer-steel tribo-system: role of surface texture and roughness parameters // Wear. – 2011. – Vol. 271, N 9. – P. 2213–2221.
10. Lva M., Zheng.F., Wang.Q.H., Wang.T.M, Liang.Y.M. Effect of proton irradiation on the friction and wear properties of polyimide // Wear. – 2014. – Vol. 316, N 1–2. – P. 30–36.
11. Zhang X.R., Pei X.Q., Wang Q.H. Friction and wear studies of polyimide composites filled with short carbon fibers and graphite and micro $SiO_2$ // Mater Des. – 2009. – Vol. 30, N 10. – P. 4414–4420.
12. Zhang G., Schlarb A.K., Tria S., Elkedim O. Tensile and tribological behaviors of PEEK/nano-$SiO_2$ composites compounded using a ball milling technique // Compos Sci Technol. – 2008. – Vol. 68, N 15–16. – P. 3073–3080.
13. Friedrich K., Flock J., Varadi K., Neder Z. Experimental and numerical evaluation of the mechanical properties of compacted wear debris layers formed between composite and steel surfaces in sliding contact // Wear. – 2001. – Vol. 251, N 1–12. – P. 1202–1212.

*Надійшла 24.05.22*

## References

1. Wang, C., Brown, G.O., Burris, D.L., et al. (2019). Coating architects: Manipulating multiscale structures to optimize interfacial properties for coating applications. *ACS Appl. Polym. Mater, 1, 9*, 2249–2266.
2. Shi, Y., Mu, L., & Feng, X. (2011). The tribological behavior of nanometer and micrometer $TiO_2$ particlefilled polytetrafluoroethylene/polyimide. *Mater Des*. *32, 2*, 964–970.
3. Jiang, W., Jin, X., & Zhang, H. (2015). Poly(ether ether ketone)/wrapped graphite nanosheets with poly(ether sulfone) composites: Preparation, mechanical properties, and tribological behavior. *J Appl Polym Sci. 132, 14*. Art. № 41728.
4. Tewari, U.S., & Bijwe, J. (1991). Comparative studies on sliding wear of polyimide composites. *Compos, 22, 3*, 204–210.
5. Min, C-K., Wu, T-B., & Yang, W-T. (2008). Functionalized mesoporous silica/polyimide nanocomposite thin films with improved mechanical properties and low dielectric constant. *Compos Sci and Technol. 68, 6*, 1570–1578.
6. Wang, Y., Wang, T., & Wang, Q. (2014). Effect of molecular weight on tribological properties of thermosetting polyimide under high temperature. *Tribol Int. 78, 4*, 47–59.
7. Liu, H., Wang, T.M., & Wang, Q.H. (2012). In situ synthesis and properties of PMR PI/$SiO_2$ nanocomposites. *J Appl Polym Sci., 125, 1*, P. 488–493.
8. Bahadur, S., & Sunkara, C. (2005). Effect of transfer film structure, composition and bonding on the tribological behavior of polyphenylene sulfide filled with nano particles of $TiO_2$, ZnO, CuO and SiC. *Wear, 258, 9*, 1411–1421.
9. Menezes, P.L., Kishore, Kailas, S.V., & Lovell, M.R. (2011). Friction and transfer layer formation in polymer-steel tribo-system: role of surface texture and roughness parameters.

*Wear, 271, 9,* 2213–2221.
10. Lva, M., Zheng., F., Wang., Q.H., et al. (2014). Effect of proton irradiation on the friction and wear properties of polyimide. *Wear, 316, 1–2*, 30–36.
11. Zhang, X.R., Pei, X.Q., & Wang, Q.H. (2009). Friction and wear studies of polyimide composites filled with short carbon fibers and graphite and micro $SiO_2$. *Mater Des. 30, 10*, 4414–4420.
12. Zhang, G., Schlarb, A.K., Tria, S., & Elkedim, O. (2008). Tensile and tribological behaviors of PEEK/nano-$SiO_2$ composites compounded using a ball milling technique. *Compos Sci Technol. 68, 15–16*, 3073–3080.
13. 13. Friedrich, K., Flock, J., Varadi, K., & Neder, Z. (2001). Experimental and numerical evaluation of the mechanical properties of compacted wear debris layers formed between composite and steel surfaces in sliding contact. *Wear, 251, 1–12*, 1202–1212.

# ЗМІСТ

## *ПАМ'ЯТНІ ДАТИ, ІСТОРІЯ, ІНФОРМАЦІЯ*

В.М. Колодницький
ДВОМОВНИЙ УКРАЇНСЬКО-АНГЛІЙСЬКИЙ СЛОВНИК КЛЮЧОВИХ СЛІВ ЖУРНАЛУ «НАДТВЕРДІ МАТЕРІАЛИ» ..... 3

В.В. Цегельнюк, І.В.Скворцов, В.М. Кулаківський
АВТОМАТИЗАЦІЯ ПРОЦЕСІВ УПРАВЛІННЯ НАУКОВОЮ, ПЛАНОВО-ФІНАНСОВОЮ, БУХГАЛТЕРСЬКО-ОБЛІКОВОЮ ТА КАДРОВОЮ ДІЯЛЬНІСТЮ ІНСТИТУТУ НАДТВЕРДИХ МАТЕРІАЛІВ ..... 7

В.М. Кулаківський, О.М. Давидов, І.В. Скворцов
ВИКОРИСТАННЯ РЕКУРСИВНОЇ МАРШРУТИЗАЦІЇ ДЛЯ РЕЗЕРВУВАННЯ ТА БАЛАНСУВАННЯ НАВАНТАЖЕННЯ МІЖ КАНАЛАМИ ДЛЯ РОЗПОДІЛЕНОЇ ГЕТЕРОГЕННОЇ МЕРЕЖІ ПІДПРИЄМСТВА НА ПРИКЛАДІ МЕРЕЖІ ІНМ НАН УКРАЇНИ ..... 15

# Розділ 1

## *ПОРОДОРУЙНІВНИЙ ІНСТРУМЕНТ З НАДТВЕРДИХ МАТЕРІАЛІВ І ТЕХНОЛОГІЯ ЙОГО ЗАСТОСУВАННЯ*

О.М. Ісонкін, Г.Д. Ільницька, Г.А. Петасюк
ДОСЛІДЖЕННЯ ВЗАЄМОЗВ'ЯЗКУ ВЛАСТИВОСТЕЙ АЛМАЗНИХ ШЛІФПОРОШКІВ З ХАРАКТЕРОМ ЇХНЬОГО ЗНОСУ ПРИ РУЙНУВАННІ ГІРСЬКОЇ ПОРОДИ ..... 21

М. Є. Чернова, Я. В. Кунцяк
ФІЗИЧНІ Й КОНСТРУКТИВНІ ОСОБЛИВОСТІ КОМПОНУВАННЯ НИЗУ БУРИЛЬНОЇ КОЛОНИ З ОБВАЖНЕНИХ БУРИЛЬНИХ ТРУБ ЗМІННОГО МОМЕНТУ ІНЕРЦІЇ ..... 27

А.І. Вдовиченко, В.М. Калинович
РЕЗУЛЬТАТИ ВПРОВАДЖЕННЯ КГК-100 ПРИ РОЗВІДЦІ РОЗСИПНИХ ТИТАНОВИХ РОДОВИЩ ..... 34

А.К. Судаков, А.Ю. Дреус, Д.А. Судакова, М.І. Кононов
СПОСОБИ ФОРМУВАННЯ ІЗОЛЯЦІЙНОЇ ОБОЛОНКИ, ОСНОВАНІ НА ЯВИЩІ ФАЗОВОГО ПЕРЕХОДУ ТАМПОНАЖНОГО МАТЕРІАЛУ ..... 40

А.О. Ігнатов
ДОСЛІДЖЕННЯ ТЕХНОЛОГІЧНИХ ОСОБЛИВОСТЕЙ РЕАЛІЗАЦІЇ ГІДРОМЕХАНІЧНОГО СПОСОБУ БУРІННЯ ..... 54

Л.Н. Ширін, Р.Р. Єгорченко
ВДОСКОНАЛЕННЯ МЕТОДІВ ТЕХНІЧНОГО ОБСЛУГОВУВАННЯ ТА РЕНОВАЦІЇ ШАХТНИХ ДЕГАЗАЦІЙНИХ ГАЗОПРОВОДІВ ..... 66

В.Л. Хоменко, О.А. Пащенко, Т.М. Калюжна, А.А. Слаута
БУРОВІ ДОЛОТА, АРМОВАНІ PDC РІЗЦЯМИ, ЩО ОБЕРТАЮТЬСЯ
В ПРОЦЕСІ БУРІННЯ ..... 75

А.В. Павличенко, Є.А. Коровяка, А.О. Ігнатов, В.О. Расцвєтаєв, О.О. Дмитрук
ВИВЧЕННЯ ОСНОВНИХ ОЗНАК ТЕХНОЛОГІЇ БУРІННЯ НЕГЛИБОКИХ
СВЕРДЛОВИН В СКЛАДНИХ ГІРНИЧО-ГЕОЛОГІЧНИХ УМОВАХ ..... 82

А.О. Ігнатов, І.К. Аскеров
РОЗРОБКА ОКРЕМИХ ТЕХНІЧНИХ І ТЕХНОЛОГІЧНИХ ПАРАМЕТРІВ
ГІДРОУДАРНОГО БУРІННЯ СВЕРДЛОВИН ..... 96

А.О. Ігнатов, О.М. Давиденко, В.Л. Хоменко, О.А. Пащенко,
В.В. Яворська, С.О. Шипунов, Я.С. Ткаченко
ПЕРСПЕКТИВИ ЗАСТОСУВАННЯ НЕМЕХАНІЧНИХ СПОСОБІВ БУРІННЯ ..... 106

А.О. Ігнатов, Є.М. Ставичний
ДЕЯКІ ПИТАННЯ ТЕХНОЛОГІЙ ПРОМИВАННЯ ТА КРІПЛЕННЯ
СВЕРДЛОВИН У СКЛАДНИХ УМОВАХ ..... 119

## Розділ 2

## *ІНСТРУМЕНТАЛЬНІ, КОНСТРУКЦІЙНІ І ФУНКЦІОНАЛЬНІ МАТЕРІАЛИ НА ОСНОВІ АЛМАЗУ І КУБІЧНОГО НІТРИДУ БОРУ*

В. М. Квасниця, С. О. Івахненко, Г. Д. Ільницька, О. М. Супрун,
В. В. Лисаковський, Т. В. Коваленко, А. В. Бурченя
ФІГУРИ РОЗЧИНЕННЯ НА КРИСТАЛАХ МОНОКРИСТАЛІВ АЛМАЗІВ,
ОТРИМАНИХ В ОБЛАСТІ ТЕРМОДИНАМІЧНОЇ СТАБІЛЬНОСТІ ..... 133

Т.В. Коваленко, П.М. Литвин, В.В. Лисаковський, С.О. Івахненко, О.О. Заневський,
В.В. Стрельчук, А.С. Ніколенко
ПОЛІЕДРИЧНІ ФОРМИ МОНОКРИСТАЛІВ АЛМАЗУ
З РОЗВИНУТИМИ ГРАНЯМИ ТЕТРАГОНТРИОКТАЕДРА ..... 144

С. О. Гордєєв, В. В. Лисаковський, В. Ю. Клочок, А. В. Бурченя, Т. О. Сакал
ОСОБЛИВОСТІ НАПРАВЛЕНОГО РОСТУ МОНОКРИСТАЛІВ
АЛМАЗУ В СИСТЕМІ Fe-Ni-Zn-C ..... 149

С. Б. Полотняк, О. О. Лєщук, В. В. Лисаковський, С. О. Івахненко
ЧИСЕЛЬНЕ МОДЕЛЮВАННЯ ВПЛИВУ РОЗМІРУ ОПОРНОЇ ПОВЕРХНІ
ПУАНСОНІВ ШЕСТИПУАНСОННОГО КУБІЧНОГО АПАРАТА ВИСОКОГО
ТИСКУ НА РІВЕНЬ ДОСЯЖНОГО ТИСКУ ТА ГРАНИЧНИЙ СТАН ПУАНСОНІВ ..... 154

Г. Д. Ільницька, В. І. Лавріненко, О. Б. Логінова, В. В. Лисаковський,
О. М. Соколов, В. В. Смоквина, І. М. Зайцева, А. П. Закора,
В. В. Тимошенко, Л. Й. Котинська, Т. О. Косенчук
ВПЛИВ ХІМІЧНОЇ ОБРОБКИ ПОВЕРХНІ ЗЕРЕН АЛМАЗУ НА ОТРИМАННЯ
ШЛІФПОРОШКІВ АЛМАЗУ З ПІДВИЩЕНОЮ ОДНОРІДНІСТЮ ЗА МІЦНІСТЮ ..... 164

Р.Ю. Чаплинський В.І. Грушко В. А Лисаковський О.О. Занєвський Е.Є. Петросян, Т.В. Микитюк Є.І. Міцкевич, О.Г. Лисенко
ВОЛЬТ-АМПЕРНІ ХАРАКТЕРИСТИКИ НРНТ АЛМАЗІВ,
ВИРОЩЕНИХ ПРИ ВАРІАЦІЇ СКЛАДУ РОСТОВИХ СИСТЕМ ..... 172

Г.А. Петасюк
ДОСЛІДЖЕННЯ РОЗРАХУНКОВОЇ ТОВЩИНИ ПОКРИВУ
АЛМАЗНИХ ПОРОШКІВ ПРИ ВИКОРИСТАННІ РОЗМІРНИХ ПАРАМЕТРІВ
ЗЕРЕН, ОТРИМАНИХ ЗА ДОПОМОГОЮ ПРИЛАДУ DiaInspect.OSM ..... 178

М.О. Цисар, А.П. Закора, А.М. Бабак, С.А. Івахненко,
В. В. Лисаковський, Г.Д. Ільницька, О.О. Заневський, В.Ю. Клочок
ВПЛИВ ТЕРМІЧНОЇ ТА ХІМІКО-ТЕРМІЧНОЇ ОБРОБОК
МОНОКРИСТАЛІВ АЛМАЗУ ТИПУ Ib НА СТАТИЧНУ МІЦНІСТЬ..... 184

В.Г. Полторацький, О.О. Бочечка, В.І. Лавріненко, О.В. Лещенко, В.П. Білоченко,
Я.Л. Сільченко, С.О. Лисовенко, О.О. Пасічний, Г.Д. Ільницька, І.М. Зайцева
ФОРМУВАННЯ ТЕРМОСТАБІЛЬНИХ ЗНОСОСТІЙКИХ ПОКРИТТІВ
НА ПОВЕРХНІ ЗЕРЕН ШЛІФПОРОШКІВ З СУМІШЕЙ РОЗЧИННИХ
ТА НЕРОЗЧИННИХ КИСНЕ-, СИЛІКАТО- ТА КАРБІДОВМІСНИХ
АКТИВОВАНИХ КОМПОНЕНТІВ ..... 192

Н.О. Олійник, Г.Д. Ільницька, Г.А. Базалій, О.М. Сизоненко
ВПЛИВ СПОСОБУ ПІДГОТОВКИ ПОРОШКІВ СИНТЕТИЧНОГО
АЛМАЗУ ДО РОЗПОДІЛУ У МАГНІТНОМУ ПОЛІ НА ФІЗИКОМЕХАНІЧНІ
ТА МАГНІТНІ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПРОДУКТІВ РОЗПОДІЛУ ..... 200

О. І. Чернієнко, В. О. Вєніков, А. О. Лямцева, А. Г. Филипович, О. О. Бочечка
УЩІЛЬНЕННЯ АЛМАЗНИХ ПОРОШКІВ З ТИТАНОВИМ ПОКРИТТЯМ
ПІД ДІЄЮ ВИСОКОГО ТИСКУ ЗА КІМНАТНОЇ ТЕМПЕРАТУРИ..... 209

О Д.Л. Коростишевський, А.О. Чумак1; О.І. Биков2, Ю.О. Мельнійчук,
Д.А. Стратійчук, О.С. Осіпов
ТЕРМОБАРИЧНЕ СПІКАННЯ КОМПОЗИТУ АЛМАЗ-$Fe_3C$
ТА ЙОГО СТРУКТУРНІ ОСОБЛИВОСТІ ..... 213

О. О. Бочечка, О. І. Чернієнко, О. В. Кущ, Л. О. Романко,
В. С. Гаврилова, Д. В. Соколюк, В. О. Вєніков
ВПЛИВ МОДИФІКАЦІЇ ПОВЕРХНІ ЧАСТИНОК АЛМАЗНОГО НАНОПОРОШКУ
ЗВ'ЯЗКАМИ C–W НА СПІКАННЯ ЗА ВИСОКОГО ТИСКУ НАНОКОМПОЗИТУ
АЛМАЗ – КАРБІД ВОЛЬФРАМУ ..... 219

А.О. Чумак, Д.Л. Коростишевський; Ю.О. Мельнійчук,
О.М. Ісонкін, О.С. Осіпов, О.І. Запорожец
ЗНОСОСТІЙКІСТЬ КОМПОЗИТІВ НА ОСНОВІ АЛМАЗУ
ПРИ ПЕРЕРИВЧАСТОМУ ТОЧІННІ ГРАНІТУ ..... 228

О. О. Бочечка, О. М. Ісонкін, О. С. Осіпов, О. І. Чернієнко,
В. С. Гаврилова, І. О. Гнатенко, Ю. О. Мельнійчук О. В. Кущ
ЗНОСОСТІЙКІСТЬ АЛМАЗНИХ ПОЛІКРИСТАЛІЧНИХ ЕЛЕМЕНТІВ,
СПЕЧЕНИХ ЗА ТИСКУ 8 ГПа З АЛМАЗНОГО ПОРОШКУ,
СИНТЕЗОВАНОГО В СИСТЕМІ Mg–Zn–C..... 232

І. А. Петруша, Ю. О. Мельнійчук, О. С. Осіпов, В. Є. Мощіль, Д. А. Стратійчук,
Т. І. Смірнова, Н. М. Білявина, В. М. Ткач, Є. Ф. Кузьменко, Ю. І. Садова
ІНСТРУМЕНТАЛЬНИЙ МАТЕРІАЛ З КУБІЧНОГО BN ДЛЯ ОБРОБКИ
ВОЛЬФРАМО-КОБАЛЬТОВИХ ТВЕРДИХ СПЛАВІВ ..... 239

# Розділ 3

## *РОЗРОБКА І ВПРОВАДЖЕННЯ ОБЛАДНАННЯ І ІНСТРУМЕНТУ, ОСНАЩЕНОГО ТВЕРДИМИ СПЛАВАМИ, В РІЗНИХ ГАЛУЗЯХ ПРОМИСЛОВОСТІ*

О. О. Матвійчук, М. О. Юрчук, І. О. Гнатенко
ОСОБЛИВОСТІ ФОРМУВАННЯ СТРУКТУРИ ТА ВЛАСТИВОСТЕЙ СЕРЕДНЬОЗЕРНИСТОГО ТВЕРДОГО СПЛАВУ З НІКЕЛЕВОЮ ЗВЯ'ЗКОЮ (92% WC + 8% NI), СПЕЧЕНОГО У ВАКУУМІ ПРИ ТЕМПЕРАТУРІ 1350 ОС ПІД РІЗНИМИ ВЕЛИЧИНАМИ ЗОВНІШНЬОГО ОДНООСЬОВОГО СТИСКУ ..... 251

Н. В. Литошенко, О. О. Матвійчук, І. В. Андреєв
ОЦІНКА МІЦНОСТІ ТА ПЛАСТИЧНОСТІ ВИСОКОМОДУЛЬНИХ СКЕЛЕТНИХ КОМПОЗИТІВ, ОТРИМАНИХ МЕТОДОМ ПРОСОЧУВАННЯ ..... 259

С.О. Лисовенко, О.С. Роїк, І.О. Гнатенко, І.В. Андреєв, О.С. Осіпов
ОСОБЛИВОСТІ РЕНТГЕНОГРАФІЧНОГО ВИВЧЕННЯ ФАЗОВОГО СКЛАДУ СПЕЧЕНОГО ТВЕРДОГО СПЛАВУ WC-6Co, ОБРОБЛЕНОГО В АПАРАТІ ВИСОКОГО ТИСКУ ТИПУ "ТОРОЇД"..... 265

В.П. Ботвинко
ПІДВИЩЕННЯ ЗНОСОСТІЙКОСТІ ШЛІФОВАНИХ РІЖУЧИХ ПЛАСТИН З ТВЕРДИХ СПЛАВІВ ШЛЯХОМ ХІМІЧНОЇ ОБРОБКИ ..... 271

М.М. Прокопів, О.В. Харченко, Ю.П. Ущаповський
ПІДВИЩЕННЯ ЗНОСОСТІЙКОСТІ РОБОЧИХ ОРГАНІВ ГІРНИЧОДОБУВНОЇ ТЕХНІКИ ..... 286

М. С. Присташ, С. Ф. Присташ, О. М. Сизоненко, А. С. Торпаков, Є. В. Липян, Н. О. Олійник
ПРОГНОЗУВАННЯ ПРОЦЕСІВ ВИСОКОВОЛЬТНОГО ЕЛЕКТРОРОЗРЯДНОГО СИНТЕЗУ КАРБІДУ ТИТАНУ ІЗ ВИКОРИСТАННЯМ МЕТОДІВ МАШИННОГО НАВЧАННЯ ..... 294

Т. О. Псярнецька, М. О. Цисар, А.М. Бабак, О. О. Лєщук, Т. О. Косенчук, В. В. Івженко, В. І. Щидловський
ДОСЛІДЖЕННЯ УЩІЛЬНЕННЯ ЧАСТОК КЕРАМІКИ SiC, WC, AlN МІКРОІНДЕНТУВАННЯМ В НАПІВФАБРИКАТАХ У ФОРМІ КУЛІ З ОТВОРОМ, ОТРИМАНИХ ІНЖЕКЦІЙНИМ ЛИТТЯМ ..... 302

В.В. Івженко, В.М. Ткач, Т.О. Косенчук
ВПЛИВ СКЛАДУ ТА ТИСКУ НА МЕХАНІЧНІ ВЛАСТИВОСТІ ТА ЗНОСОСТІЙКІСТЬ СІАЛОНУ ..... 311

В. І. Часник, І. П. Фесенко, О. М. Кайдаш
ДОСЛІДЖЕННЯ ЕЛЕКТРИЧНОГО ОПОРУ І ПОГЛИНАННЯ
МІКРОХВИЛЬОВОГО ВИПРОМІНЮВАННЯ В КОМПОЗИТАХ
AlN–SiC З ВИСОКИМ ВМІСТОМ КАРБІДУ КРЕМНІЮ ..... 322

Ю.Д. Філатов, В.І. Сідорко, А.Ю. Бояринцев, С.В. Ковальов,
В.Г. Кулич, В.А. Ковальов, О.Я. Юрчишин
ПОЛІРУВАННЯ ОПТИЧНИХ ПОВЕРХОНЬ ДЕТАЛЕЙ
З ПОЛІМЕРНИХ МАТЕРІАЛІВ ..... 331

Є. О. Пащенко, Д. О. Савченко, С. А. Кухаренко, В. М. Бичихін,
С. В. Скороход; С. В. Рябченко
ФІЗИКО-ХІМІЧНЕ МОДИФІКУВАННЯ ПОВЕРХНІ МЕТАЛІЧНИХ
СУБСТРАТІВ ДЛЯ ЗАБЕЗПЕЧЕННЯ ВИСОКОЇ АДГЕЗІЇ
ТА ДОВГОВІЧНОСТІ ПОКРИТТІВ ..... 337

Є. О. Пащенко, Д. О. Савченко, С. А. Кухаренко, О. М. Кайдаш, Р. М. Курганов
РОЗРОБКА ПОЛІМЕРНИХ ПОКРИТТІВ З ЕФЕКТОМ САМОЗМАЩУВАННЯ
НА ОСНОВІ ПОЛІІМІДІВ З НАНОЧАСТИНКАМИ ОКСИДУ КРЕМНІЮ ..... 346

## CONTENTS

### *MEMORABLE DATES, HISTORY, INFORMATION*

V.M. Kolodnitskyi
BILINGUAL UKRAINIAN-ENGLISH DICTIONARY OF KEYWORDS
OF THE JOURNAL OF SUPERHARD MATERIALS ..... 3

V.V. Tsehelniuk, I. V. Skvortsov, V. M. Kulakivskyy
AUTOMATION OF MANAGEMENT PROCESSES OF SCIENTIFIC,
PLANNING AND FINANCIAL ACCOUNTING AND PERSONNEL
ACTIVITIES OF THE INSTITUTE OF SUPERHARD MATERIALS ..... 7

V. M. Kulakivskyy, O. M. Davydov , I. V. Skvortsov
APPLYING OF RECURSIVE ROUTING FOR REDUNDANCY
AND LOAD BALANCING FOR A DISTRIBUTED HETEROGENEOUS
NETWORK OF AN ENTERPRISE ON THE EXAMPLE
OF V.BAKUL INSTITUTE FOR SUPERHARD MATERIALS ..... 15

## Section 1

### *ROCK-DESTRUCTION TOOL MADE FROM SUPERHARD MATERIALS AND TECHNOLOGY OF ITS APPLICATION*

A.M. Isonkin, H.D. Ilnytska, G.A. Petasyuk
STUDY OF THE RELATIONSHIP OF THE PROPERTIES OF DIAMOND
GRINDING POWDER WITH THE CHARACTER OF THEIR WEAR
IN THE DESTRUCTION OF ROCKS ..... 21

M. Je. Chernova, Ja. V. Kuntsiak
PHYSICAL AND STRUCTURAL FEATURES OF THE COMPOSITION
OF THE BOTTOM OF A DRILL STRING FROM WEIGHTED DRILLING
PIPES WITH A VARIABLE MOMENT OF INERTIA ..... 27

A.I. Vdovichenko, V.M. Kalynovych
RESULTS OF THE IMPLEMENTATION OF KGK-100 IN THE EXPLORATION
OF PLACER TITANIUM DEPOSITS ..... 34

A. Sudakov, A. Dreus, D. Sudakova, M. Kononov
THE APPROACHES TO FORMATION OF INSULATION SHELL
USING THE PHASE TRANSITION OF PLUGGING MATERIAL ..... 40

A.O. Ihnatov
STUDY OF TECHNOLOGICAL FEATURES OF THE IMPLEMENTATION
OF THE HYDROMECHANICAL DRILLING METHOD ..... 53

L. Shyrin, R. Yehorchenko
IMPROVEMENT OF THE TECHNIQUES OF MAINTENANCE
AND RENOVATION OF THE MINE DEGASSING PIPELINE ..... 65

V.L. Khomenko, O.A. Pashchenko, T.M. Kalyuzhna, A.A. Slauta
DRILL BITS REINFORCED WITH PDC CUTTERS ROTATING DURING DRILLING ..... 74

A.V. Pavlychenko, Ye.A. Koroviaka, A.O. Ihnatov, V.O. Rastsvietaiev, O.O. Dmytruk
STUDY OF THE MAIN FEATURES OF THE TECHNOLOGY OF DRILLING
SHALLOW WELLS IN DIFFICULT MINING AND GEOLOGICAL CONDITIONS ..... 82

A.O. Ihnatov, I.K. Askerov
DEVELOPMENT OF INDIVIDUAL TECHNICAL AND TECHNOLOGICAL
PARAMETERS OF HYDROPERCUSSION WELL DRILLING ..... 96

A.O. Ihnatov, O.M. Davydenko, V.L. Khomenko, O.A. Pashchenko,
V.V. Yavorska, S.O. Shypunov, Ya.S. Tkachenko
PROSPECTS FOR THE USE OF NON-MECHANICAL DRILLING METHODS ..... 106

A.O. Ihnatov, Ye.M. Stavychnyi
SOME ISSUES OF FLUSHING TECHNOLOGIES AND WELL
CASING IN DIFFICULT CONDITIONS ..... 119

## Section 2

## *TOOL, STRUCTURAL AND FUNCTIONAL MATERIALS BASED ON DIAMOND AND CUBIC BORON NITRIDE*

V. M. Kvasnytsya, S. O. Ivakhnenko, G. D. Ilnytska, O. M. Suprun,
V. V. Lysakovskiy, T. V. Kovalenko, A. V. Burchenia
DISSOLUTION FIGURES ON CRYSTALS OF DIAMOND MONOCRYSTALS
OBTAINED IN THE AREA OF THERMODYNAMIC STABILITY ..... 133

T.V. Kovalenko, P.M. Lytvyn, V.V. Lysakovskiy, S.O. Ivakhnenko,
O.O. Zanevskyy, V.V. Strelchuk, A.S. Nikolenko
POLYHEDRIC FORMS OF DIAMOND SINGLE CRYSTALS
WITH DEVELOPED FACES OF THE TETRAGONTRIOCTAHEDRON ..... 144

S. O. Hordieiev; V. V. Lysakovskyi, V. Y. Klochok, A. V. Burchenia, T. O. Sakal
PECULIAQRITIES OF THE DIRECTED GROWTH OF SINGLE
CRYSTALS DIAMOND IN THE Fe-Ni-Zn-C SYSTEM ..... 149

S. B. Polotnyak, O. O. Lyeshchuk, V. V. Lysakovskyi, S. O. Ivakhnenko
NUMERICAL SIMULATION OF THE INFLUENCE OF THE PUNCH
SUPPORT SURFACE SIZE OF A SIX-PUNCH HIGH-PRESSURE CUBIC
APPARATUS ON THE LEVEL OF ACHIEVABLE PRESSURE
AND LIMIT STATE OF THE PUNCHES ..... 154

H. Ilnytska, V. Lavrinenko, O. Loginova, V. Lysakovskyi, O. Sokolov,
I. Zaitseva, A. Zakora, V. Tymoshenko, L. Kotynska, T. Kosenchuk
INFLUENCE OF CHEMICAL TREATMENT OF DIAMOND GRAINS SURFACE
ON OBTAINING DIAMOND GRINDING POWDERS WITH INCREASED
UNIFORMITY IN STRENGTH ..... 164

R.Yu. Chaplynskyi, V.I. Grushko, V.V. Lysakovskyi, O.O. Zanevskyi, E.E. Petrosyan,
T.V. Mykytiuk, E.I. Mitskevich, O.G. Lysenko
CURRENT-VOLTAGE CHARACTERISTICS OF HPHT DIAMONDS
GROWN WITH VARIATIONS IN THE COMPOSITION OF GROWTH SYSTEMS ..... 172

G.A. Petasyuk
INVESTIGATION OF THE CALCULATED THICKNESS OF DIAMOND
POWDER COATING USING THE SIZE PARAMETERS
OF GRAINS OBTAINED WITH THE DEVICE DiaInspect.OSM ..... 178

M.O. Tsysa, A.P. Zakora, A.M. Babak, S.A. Ivakhnenko,
V.V. Lysakovskyi, H.D. Ilnytska, O.O. Zanevskyy, V.Yu. Klochok
INFLUENCE OF HEAT AND CHEMICAL-THERMAL TREATMENT
OF DIAMOND TYPE Ib SINGLE CRYSTALS ON STATIC STRENGTH ..... 184

V.G. Poltoratskii, O.O. Bochechka, V.I. Lavrinenko, O.V. Leshchenko, V.P. Bilochenko,
Ya.L. Silchenko, S.O. Lysovenko, O.O. Pasichnyi, G.D. Ilnytska, I.M. Zaitseva
FORMATION OF THERMOSTABLE WEAR-RESISTANT COATINGS
ON THE SURFACE OF GRAINS OF GRINDING POWDERS FROM
A MIXTURE OF SOLUBLE AND INSOLUBLE OXYGEN-, SILICATE-
AND CARBIDE-CONTAINING ACTIVATED COMPONENTS ..... 192

N.O. Oliinyk, G.D. Ilnitska, G.A. Bazaliy, O.N. Sizonenko
INFLUENCE OF THE METHOD OF PREPARING SYNTHETIC DIAMOND
POWDERS FOR SEPARATION IN A MAGNETIC FIELD
ON THE PHYSICOMECHANICAL AND MAGNETIC CHARACTERISTICS
OF SEPARATION PRODUCTS ..... 200

O. I. Cherniyenko, V. O. Venikov, A. O. Liamtseva, A. H. Fylypovych, O. O. Bochechka
DENSIFICATION OF TITANIUM COATED DIAMOND POWDERS UNDER HIGH
PRESSURE AT ROOM TEMPERATURE ..... 209

D.L. Korostyshevskiy, A.O. Chumak; A.I. Bykov; Yu.O. Melniichuk,
D.A., Stratiichuk, A.S. Osipov
THERMOBARIC SINTERING OF THE DIAMOND-Fe3C
COMPOSITE AND ITS STRUCTURAL FEATURES ..... 213

O. O. Bochechka, O. I. Chernienko, O. V. Kushch, L. O. Romanko,
V. S. Havrylova, D. V. Sokoliuk, V. O. Venikov
THE EFFECT OF MODIFICATION OF THE SURFACE OF DIAMOND
NANOPOWDER PARTICLES WITH C–W BONDS ON THE HIGH-PRESSURE
SINTERING OF A DIAMOND – TUNGSTEN CARBIDE NANOCOMPOSITE ..... 219

A.O. Chumak, D.L. Korostyshevskiy, Yu.O. Melniichuk,
A.M. Isonkin, A.S. Osipov, O.I. Zaporozhets
WEAR RESISTANCE OF DIAMOND-BASED COMPOSITES
AT INTERRUPTING TURNING OF GRANITE..... 228

O. O. Bochechka, O. M. Isonkin, O. S. Osipov, O. I. Chernienko,
V. S. Havrylova O., I. O. Hnatenko, Yu. O. Melniichuk, O. V. Kushch
WEAR RESISTANCE OF DIAMOND POLYCRYSTALLINE ELEMENTS
SINTERED AT A PRESSURE OF 8 GPA FROM DIAMOND POWDER
SYNTHESIZED IN THE Mg–Zn–C SYSTEM. ..... 232

I. A. Petrusha, Yu. A. Mel'niichuk, A. S. Osipov, V. E. Moshchil, D. A. Stratiichuk,
T. I. Smirnova, N. N. Belyavina, V. N. Tkach, E. F. Kuz'menko, Yu. I. Sadova
CUBIC BN INSTRUMENTAL MATERIAL FOR PROCESSING
OF TUNGSTEN-COBALT HARD ALLOYS ..... 239

## Section 3

## *DEVELOPMENT AND APPLICATION IN DIFFERENT INDUSTRIAL BRANCHES OF MACHINERY AND TOOLS EQUIPPED WITH HARD ALLOYS*

O.O. Matviychuk, M. O. Yurchuk, I.O. Hnatenko
CHARACTERISTICS OF THE FORMATION OF THE STRUCTURE
AND PROPERTIES OF A MEDIUM-GRAINED HARD ALLOY
WITH A NICKEL BINDER (92% WC + 8% NI) SINTERED IN VACUUM
AT A TEMPERATURE OF 1350 OC UNDER THE DIFFERENT VALUES
OF THE EXTERNAL UNIAXIAL COMPRESSION ..... 251

N.V. Lytoshenko, O.O. Matvichuk, I.V. Andreiev
ESTIMATION OF STRENGTH AND PLASTICITY OF HIGH-MODULAR
SKELETAL COMPOSITES OBTAINED BY IMPREGNATION METHOD ..... 259

S. O. Lysovenko, O.S. Roik, I.O. Hnatenko, I.V. Andreiev, O. S. Osipov
FEATURES OF THE X-RAY STUDY OF THE PHASE COMPOSITION
OF THE SINTERED WC–6CO CEMENTED CARBIDES AFTER
HIGH PRESSURE TREATMENT IN APPARATUS OF THE «TOROID» TYPE ..... 265

V.P. Botvinko
INCREASING THE WEAR RESISTANCE OF HARD ALLOY CUTTING
TOOLS BY CHEMICAL TREATMENT ..... 271

M.M. Prokopiv, O.V. Kharchenko, Yu.P. Ushchapovskyy
IMPROVING THE WEAR RESISTANCE OF THE WORKING
BODIES OF MINING EQUIPMENT ..... 286

M. S. Prystash, S. F. Prystash, O. M. Syzonenko,
A. S. Torpakov, Ye. V. Lypian, N. O. Oliinyk
FORECASTING PROCESSES OF HIGH VOLTAGE ELECTRIC
DISCHARGE SYNTHESIS OF TITANIUM CARBIDE USING
MACHINE LEARNING METHODS ..... 294

T. O. Psiarnetska, M. O. Tsysar, A. M. Babak, O. O. Lyeshchuk,
T. O. Kosenchuk, V. V. Ivzhenko, V. I. Shchydlovskyi
RESEARCHING MICROINDENTATION OF SiC, WC, AlN CERAMIC PARTICLES
COMPACTION IN SEMI-FINISHED PRODUCTS IN THE SHAPE
OF A SPHERE WITH A HOLE OBTAINED BY INJECTION MOLDING ..... 302

V.V. Ivzhenko, V.N. Tkach, T.A. Kosenchuk
INFLUENCE OF COMPOSITION AND PRESSURE ON MECHANICAL
PROPERTIES AND WEAR RESISTANCE OF CIALON ..... 311

V. I. Chasnyk, I. P. Fesenko, O. M. Kaidash
STUDY OF ELECTRICAL RESISTANCE AND ABSORPTION
OF MICROWAVE RADIATION IN AlN–SiC COMPOSITES
WITH A HIGH SILICON CARBIDE CONTENT ..... 322

Yu.D. Filatov, V.I. Sidorko, A.Y. Boyarintsev, S.V. Kovalev, V.G. Kulich,
V.A. Kovalev, O.Ya. Yurchyshyn
POLISHING OF OPTICAL SURFACES OF PARTS MADE
OF POLYMERIC MATERIALS ..... 331

Eu. O. Pashchenko, D. O. Savchenko, S. A. Kukharenko,
V. N. Bychykhin, S. V. Skorokhod, S. V. Ryabchenko
PHYSICO-CHEMICAL MODIFICATION OF THE METALLIC
SUBSTRATES SURFACE TO ENSURE HIGH ADHESION
AND DURABILITY OF COATINGS ..... 337

E. O. Pashchenko, D. O. Savchenko, S. A. Kukharenko,
O. M. Kaidash, R. M. Kurganov
DEVELOPMENT OF POLYMER COATINGS WITH THE EFFECT
OF SELF-LUBRICATION BASED ON POLYIMIDS
WITH NANOPARTICLES OF SILICON OXIDE ..... 346