ISSN 2708-731X

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

ВІРЮ В ПЕРЕМОГУ ЗСУ

Інструментальне матеріалознавство

Tooling materials science

Збірник наукових праць

Випуск 26



Київ 2023

Інструментальне матеріалознавство
Tooling materials science
Випуск 26

ISSN 2708-731X

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





ІНСТРУМЕНТАЛЬНЕ МАТЕРІАЛОЗНАВСТВО

TOOLING MATERIALS SCIENCE

Збірник наукових праць

Випуск 26

Київ 2023

УДК 622.243.051.64
І-72

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
Г. М. Ефендієв		чл.-кор. НАН Азербайджана, д.т.н., професор
О. О. Бочечка	-	д.т.н., професор
Я.-Е. Шталь	-	профессор
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.

І-72 **Інструментальне матеріалознавство. Зб. наук. пр. Вип. 26. Київ: ІНМ ім. В. М. Бакуля НАН України, 2023. 394 с.**
ISSN 2708-731X
DOI: https://doi.org/10.33839/2708-731X-2023-26-1
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

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 Україні, 2023

УДК 622.2 DOI: 10.33839/2708-731X-26-1-3-13

А.І. Вдовиченко[1], акад. АТН Украины; **О.М. Соколов[2],** канд. техн. наук

[1]Академия технологических наук Украины, просп. акад. Глушкова, 42, г. Киев, 03680, Украина, e-mail: vdovichenkoai@gmail.com
[2]Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, ул. Автозаводская, 2, г. Киев, 04074, Украина, e-mail: ansok1953@gmail.com

ВИРОБНИЧНИК, УПРАВЛІНЕЦЬ І НАУКОВЕЦЬ ГЕОЛОГІЧНОЇ ГАЛУЗІ (ДО 80-РІЧЧЯ З ДНЯ НАРОДЖЕННЯ І 65-РІЧЧЯ ФАХОВОЇ ДІЯЛЬНОСТІ МАРТИНЕНКА ІВАНА ІВАНОВИЧА)

В статті висвітлено трудовий шлях, виробнича та наукова діяльність відомого українського геолога, дійсного члена Академії технологічних наук України, кандидата технічних наук Мартиненка Івана Івановича та його внесок в становлення і розвиток геологічної галузі України.

***Ключові слова**: кандидат технічних наук І.І. Мартиненко, геологічна галузь, Спілка буровиків України*

Свята Українська Земля
Любов'ю й сонечком зігрітим
Собі народжує людей
Розумних і талановитих.
В. Данилко, геолог, поет

Мартиненко І.І. народився в селі Кривець Маньківського району на Черкащині 11 квітня 1943 р. Його батько – учасник Другої світової війни, загинув у травні 1945 року. Мати до війни закінчила два курси геологічного факультету Київського державного університету ім. Т.Г. Шевченка, а після війни, закінчивши Київський геологорозвідувальний технікум, працювала геологом.



Іван Іванович Мартиненко (нар. 1943) – український геолог, дійсний член Академії технологічних наук України, кандидат технічних наук

Свою трудову діяльність І.І. Мартиненко розпочав з 14 років, працюючи робітником під час літніх канікул у геологорозвідувальних партіях, які проводили сейсморозвідувальні роботи в Чернігівській та Сумській областях, а також на території Херсонщини і в Криму.

Після одержання атестату про середню освіту у 1959 році в Андріяшівській середній школі І.І. Мартиненко з відзнакою закінчив Київське технічне училище № 1 (1961 р.) за спеціальністю слюсар-ремонтник і деякий час працював на авіаційному заводі помічником конструктора в технологічній лабораторії з механізації та автоматизації виробничих процесів. Але приклад близьких, які працювали в геології в багатьох регіонах країни, а також його певний досвід стали причиною, з якої молодий хлопець все ж пов'язав себе на все життя з геологією.

Навчаючись в Київському геологорозвідувальному технікумі на переддипломній практиці, він працював буровим майстром Південно-Якутської геологічної експедиції на розвідці Нерюнгрінського родовища кам'яного вугілля. Там отримав перший досвід буріння досить глибоких, понад п'ятисот метрів, свердловин.



а



б



в

Київський геологорозвідувальний технікум (Коледж геологорозвідувальних технологій): а – технікум в 1958 р. (кадр з кінофільму «Місто запалює вогні»); б – технікум в 1962 р. (кадр з кінофільму «Королева бензоколонки»);в – сучасний вигляд головного навчального корпусу коледжу

Після закінчення технікуму за спеціальністю «Техніка і технологія розвідувального буріння» (1964 р.) Мартиненко І.І. був направлений в Таджицьке геологічне управління, де працював буровим майстром на розвідці родовищ золота і поліметалів. Отримав досвід на підземних гірничих роботах.

Строкову службу в армії пройшов в Україні в оперативно-тактичних ракетних військах від рядового, сержанта – командира відділення, молодшого лейтенанта – командира взводу.

Повернувшись після армії до Середньої Азії, працював на бурових і гірничих роботах. Йому випала честь розпочати буріння першої свердловини на розвідці першого корінного в Таджикистані золоторудного родовища «Шкільне», за що,



Золоторудне родовище «Шкільне» (Таджикистан)

поряд з іншими, був відзначений як першовідкривач.

Без відриву від виробництва закінчив геологічний факультет Таджицького державного університету за спеціальністю «Геологічна зйомка і пошуки родовищ корисних копалин» (1973).

Майже десятирічний етап отримання початкових геологічних знань, надбання умінь і практичного польового досвіду закінчився, і він повертається в Україну; розпочинається перший період його діяльності в Міністерстві геології УРСР (1969–1980).

Спочатку тривалий час працював на посадах інженера і старшого інженера відділу бурових і гірничих робіт. Деякий час навіть відпрацював на таких же посадах в Міністерстві водного господарства УРСР (1972 – 1973). Ці посади не вважались кабінетними. На той час геологічною галуззю керував П.Ф. Шпак, який сам постійно працював в польовому режимі і вимагав цього від підлеглих. Тому регулярне відвідування польових експедицій, партій, дільниць і бурових бригад було невід'ємною і обов'язковою складовою в роботі усіх працівників міністерства. Таким чином, міністерство володіло об'єктивним станом справ безпосередньо на місцях, і це давало можливість приймати оптимальні і виважені управлінські рішення. Інженери відділів постійно контролювали і аналізували техніко-економічні показники виконання геологічних завдань підпорядкованих підприємств, на підставі яких розробляли ефективні напрями удосконалення усього комплексу геологорозвідувального виробництва, у відповідності з якими і ставили завдання науковим установам.

Враховуючи досвід, високу кваліфікацію і сумлінність, Івана Івановича було призначено помічником Міністра. Цей період його діяльності (1975–1980) мав особливе значення.

Головним обов'язком помічника було допомагати Міністру керувати галуззю: розробляти плани роботи, організовувати заходи, готувати тези виступів, супроводжувати в поїздках, підтримувати зв'язки із різними органами та виконувати інші доручення.

Впродовж роботи І.І. Мартиненко мав поїздки та численні зустрічі з фахівцями різних напрямків функціонування геологічної галузі Радянського Союзу, як то республік Середньої Азії та Казахстану, Якутії та Чукотського краю тощо.

Він був членом делегації Міністерства геології СРСР на засіданні РЕВ з геології. Приймав активну участь в організації та проведенні конференції геологічної спільноти – членів Карпато-Балканської Геологічної Асоціації, а також в регіональних заходах Міжнародного Геологічного Конгресу.

Упродовж років І.І. Мартиненко очолював Науково-технічне геологічне товариство України (НТТГЕО).

Досвід управління галуззю, набутий під час цієї багатогранної діяльності, був неоцінимий. Коли створились ідеальні умови для стрімкого кар'єрного зростання, Іван Іванович раптом відмовився від цього і вирішив зосередитись на науковій роботі, але обрав не наукову установу, а науково-дослідне виробництво, де працював на посадах головного інженера, начальника Дослідно-методичної партії нової техніки Державного геологічного підприємства «Північукргеологія» (1980–1993 рр.).

За його керівництва і безпосередньої участі досліджували стан геологорозвідувальних технічних засобів та технологій, розробляли ефективні напрями їх удосконалення, що забезпечувало успішне проведення регіональних геологічних робіт, підготовку до промислового освоєння родовищ бурого вугілля в Дніпробасі, фосфоритів на Волині. І.І. Мартиненко брав активну участь в організації геологорозвідувальних робіт на золото, вуглеводневу сировину, підземні води тощо.

В цей період була розроблена, випробувана і впроваджена у промислових масштабах нова технологія розвідки буровугільних родовищ з використанням комплексів з гідротранспортом керну (КГК) [1]. Застосування такої технології при розвідці розсипних родовищ дозволило успішно захистити в ДКЗ СРСР запаси титану, використовуючи вперше в практиці геологорозвідувальних робіт лише буріння з гідротранспортом керну [2].

Проблема подолання ускладнень при бурінні свердловин в зонах тріщинуватих порід була вирішена за допомогою сумішей на бітумній основі, що не твердіють [3].

Результати експериментальних і теоретичних досліджень при вирішенні розглянутих вище проблем були узагальнені в дисертаційній роботі «Дослідження, розробка і впровадження технології ліквідації геологічних ускладнень тампонажними сумішами на бітумній основі» на здобуття вченого ступеня кандидата технічних наук, наукові положення якої були переконливо підтверджені виробничими випробуваннями. Дисертація була успішно захищена у 1990 р. [4].

За досягнення в розробці технічних засобів та технологій в геологічній галузі І.І. Мартиненко був нагороджений срібною медаллю учасника ВДНГ СРСР.

З 1993 р. розпочався наступний етап діяльності І.І. Мартиненка, який був пов'язаний з управлінням наукою і технологією геологічної галузі.

Він очолив Головне управління науки і технологій Державного комітету України по геології і використанню надр, а після його перетворення у Комітет України з питань геології та використання надр став заступником начальника Головного управління з використання надр.

Майже 10 років він розробляв і контролював реалізацію програм наукової діяльності галузі. Він безпосередньо координував виконання робіт із 40 науковими установами і підприємствами.

У зв’язку із постійними, не завжди ефективними реформами після 2000 р. назва посади Івана Івановича багато разів змінювалась, але суть залишалась одна – управління геологічним вивченням та раціональним використанням надр:

- 2000–2002 рр. – начальник відділу маркетингу та інвестиційної діяльності Департаменту геології та використання надр Міністерства екології та природних ресурсів;
- 2002–2004 рр. – заступник начальника Управління гідрогеології, екології та нормативного забезпечення робіт Державної геологічної служби;
- 2004–2005 рр. – заступник начальника Управління геології нафти та газу Державного комітету природних ресурсів;
- 2005–2008 рр. – заступник начальника Управління геології нафти, газу, рудних та нерудних корисних копалин Державної геологічної служби Міністерства охорони навколишнього природного середовища України.

Мартиненко І.І. безпосередньо брав участь у підготовці проекту Закону України «Про загальнодержавну програму розвитку мінеральної сировинної бази України на період до 2010 р.», а потім у її трансформації в Загальнодержавну програму розвитку мінеральної сировинної бази України на період до 2030 року, та у підготовці інших законів і підзаконних актів з питань надрокористування.

Перебуваючи на цих управлінських посадах, продовжував спільно із іншими фахівцями галузі плідну наукову діяльність з удосконалення технології розвідувального буріння. Розроблена нова змащувальна добавка до промивальних рідин [5], запропонована імпульсна технологія буріння [6], досліджено температурний режим при імпульсній промивці [7] та забійні фактори алмазного буріння [8]. У співавторстві із представниками галузевої і університетської науки був виданий підручник по промивальним рідинам у бурінні [9].

У 2008 р. у зв’язку із віковим обмеженням для державних службовців переведений на посаду заступника головного інженера Державного науково-виробничого підприємства «Державний інформаційний геологічний фонд України», але до нинішнього часу продовжує виконувати роботи з науково-технічного та технологічного супроводження геологорозвідувальних робіт, стандартизації та метрології, нормативного забезпечення та ліцензування надрокористування, забезпечує виконання державних завдань геологічної галузі.

Мартиненко І.І. найактивніший організатор постійно діючої Міжнародної конференції «Породоруйнівний і металообробний інструмент – техніка і технологія його виготовлення і використання».

Взяв участь у 21 конференції (1999–2019). Виступив із 18 доповідями на теми стану та перспектив розвитку геологічної галузі та мінерально-сировинної бази України [10], напрямів удосконалення технології бурових робіт [11] та питань законотворчості [12].

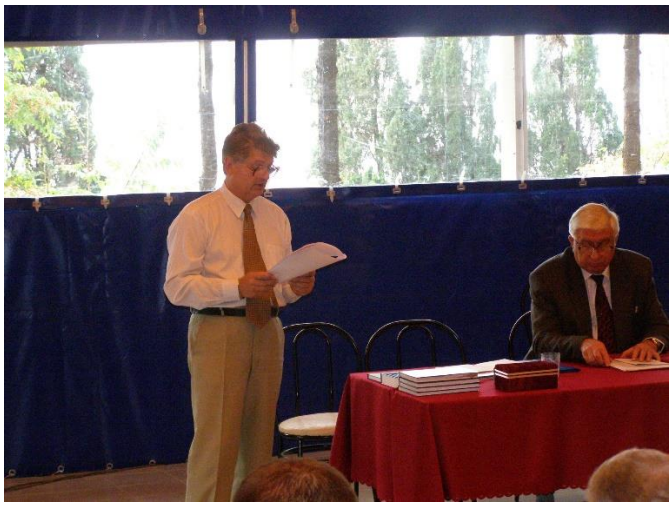


2005 р.



2006 р.





2007 р



2009 р.



2012 р.



2013 р.

Міжнародні конференції «Породоруйнівний і металообробний інструмент – техніка і технологія його виготовлення і використання» (селище Морське, АР Крим, Україна)



2014 р.



2015 р.



2016 р.



2018 р.

Міжнародні конференції «Породоруйнівний і металообробний інструмент – техніка і технологія його виготовлення і використання» (м. Трускавець)

І.І. Мартиненко не пропустив жодного засідання та інших заходів конференцій. У нього вистачало терпіння заслуховувати усі чисельні доповіді, вступати у дискусії. За його ініціативи в рішення конференцій вносилися важливі питання розвитку техніки та технології буріння в геологорозвідувальному виробництві. Це давало можливість зосереджувати увагу наукової спільноти на розв'язанні важливих проблем галузі.

Мартиненко І.І. є одним із засновників Спілки буровиків України. Довгий час був першим заступником голови правління.



2-й Міжнародний буровий форум, м. Київ, 24.10.2012 р.



3-й Міжнародний буровий форум «100 років направленому бурінню», м. Київ, 22.10.2013 р.



Пержанська конференція, присвячена пам'яті Л.С. Галецького, першовідкривача Пержанського родовища берилію (2018 р.)







IVз'їзд Союзу буровиків України (м. Київ, 18 жовтня 2023 р.)

Мартиненко І.І. активно підтримує зв'язки з викладацьким і студентським колективом Коледжу геологорозвідувальних технологій Київського національного університету ім. Тараса Шевченка. Неодноразово очолював Державну екзаменаційну комісію. Викладачі і випускники навчального закладу вдячні йому за практичні поради і настанови з актуальних питань буріння свердловин та функціонування підприємств геологічної галузі.

Мартиненко І. І. – академік академії технологічних наук України, автор 60 опублікованих наукових праць, 7 монографій, 17 патентів і винаходів.

Мартиненку І.І. присвоєно відзнаку – Почесний розвідник надр, він також нагороджений Золотою медаллю І ступеня та Золотим знаком Спілки геологів України, галузевими медалями В.І. Лучицького, Л.І. Лутугіна, «За заслуги у розвитку бурової справи» тощо.

Підкреслюючи відповідальність і працездатність Мартиненка І.І., слід зазначити, що він на протязі багатьох років є беззмінним головою профспілкового комітету Держгеонадр, членом ЦК профспілки працівників геології, геодезії та картографії України.

A.I. Vdovychenko[1], O.M. Sokolov[2]

[1]Academy of Technological Sciences of Ukraine
[2]Bakul Institute for Superhard Materials NAS of Ukraine

MANUFACTURER, MANAGER AND SCIENTIST OF THE GEOLOGICAL SECTOR
(To the 80th anniversary of the birth and 65th anniversary of professional activity of Ivan Martynenko)

The article highlights the career, production and scientific activities of the famous Ukrainian geologist, full member of the Academy of Technological Sciences of Ukraine, Candidate of Technical Sciences Ivan Ivanovich Martynenko and his contribution to the formation and development of the geological industry of Ukraine.

***Key words**: candidate of technical sciences I.I. Martynenko, geological industry, Ukrainian Association of Drillers*

Література

1. Мартыненко И.И., Музыка В.Н. Технология бурения КГК-100 буроугольных месторождений. *Разведка и охрана недр*. 1985. № 7. С. 55–59.
2. Мартыненко И.И., Зайонц О.Л., Кутовой В.Н., Швайберов С.В. Разведка россыпей ильменита КГК-100. *Разведка и охрана недр*. 1991. № 7. С. 37–41.
3. Зайонц О.Л., Абрамчук А.Б., Мартыненко И.И. Тампонирующая смесь на битумной основе. *Разведка и охрана недр*. 1985. № 3. С. 55–58.
4. Мартыненко И.И. Исследование, разработка и внедрение технологии ликвидации геологических осложнений тампонирующими смесями на битумной основе: автореф. дисс. … канд. техн. наук. Днепропетровск, 1990. 16 с.
5. Мартиненко І.І., Процишин В.Т., Вдовиченко А.І. Нова змащувальна добавка до промивних рідин для буріння геологорозвідувальних свердловин. *Мінеральні ресурси України*. 1997. № 3. С. 40 – 41.
6. Кожевников А.О., Гошовський С.В., Мартиненко І.І. Імпульсні технології буріння геологорозвідувальних свердловин. К.: УкрДГРІ, 2003. 208 с.
7. Дреус А.Ю., Кожевников А.О., Мартиненко І.І. Дослідження температурного режиму алмазної коронки при імпульсній промивці. *Вісник ДГУ*. 2005. № 12.
8. Кожевников А.А., Гошовский С.В., Мартиненко И.И., Браженко А.М. Забойные факторы алмазного бурения геологоразведочных скважин – Днепроперовск: ЧП «Лира ЛТД», 2006. 264 с.
9. Гошовский С.В., Дудля Н.А., Мартиненко И.И. Промывочные жидкости в бурении. К.: УкрГГРИ, 2008. 453 с.
10. Мартыненко И.И. Новая программа развития минерально-сырьевого комплекса Украины – один из важнейших путей для деятельности ИСМ. *Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения*. Сб. науч. тр. Вып. 14. К: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2012. С. 9–13.
11. Вдовиченко А.И., Мартыненко И.И. О создании твердосплавной повышенной эффективности коронки для колонкового бурения. *Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения*. Сб. науч. тр. Вып. 15. К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2012. С. 199–202.

12. Вдовиченко А.І., Мартиненко І.І. Про стан наукових обгрунтувань законотворчості в Україні та їхній вплив на якість формування та реалізацію державної політики в енергетичній сфері. *Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения*. Сб. науч. тр. Вып. 21. К: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2018. С. 63–69.

Надійшла 21.08.23

References

1. Martynenko, I.I., & Muzuka, V.N. (1985). Tekhnolohiia bureniia KHK-100 burouholnykh mestorozhdenii [Technology of drilling KGK-100 lignite deposits]. *Razvedka i okhrana nedr – Exploration and protection of subsoil, 7*, 55–59 [in Russian].
2. Martynenko, I.I., Zaionts, O.L., Kutovoi, V.L., & Shvaiberov, S.V. (1991). Razvedka rossypei ilmenite KHK-100 [Exploration of ilmenite placers KGK-100]. *Razvedka i okhrana nedr – Exploration and protection of subsoil, 7*, 37–41 [in Russian].
3. Zaionts, O.L., Abramchuk A.B., Martynenko, I.I. (1985). Tamponiruiushchaia smes na bitumnoi ocnove [Bitumen-based tamping compound]. *Razvedka i okhrana nedr – Exploration and protection of subsoil, 3*. 55–58 [in Russian].
4. Martynenko, I.I. (1990). *Issledovanie, razrabotka i vnedrenie tekhnolohii likvidatsi heolohicheskikh oslozhnenii tamponiruiushchimi smesiami na bitumnoi osnove [Research, development and implementation of technology for liquidation of geological complications with bitumen-based tamping mixtures]*. [Extended abstract of candidate's thesis]. Dnepropetrovsk [in Russian].
5. Martynenko, I.I., Protcishin, V.T., & Vdovichenko, A.I. (1997). Nova zmashchuvalna dobavka do promyvnykh ridyn dlia burinnia heolohorozviduvalnykh sverdlovyn [New lubricant additive for drilling fluids for exploration wells]. *Mineralni resursy Ukrainy – Mineral resources of Ukraine, 3*, 40–41[in Ukrainian].
6. Kozhevnykov, A.O., Hoshovskyi, S.V., & Martynenko I.I. (2003). *Impulsni tekhnolohii burinnia heolohorozviduvalnykh sverdlovyn – Pulse drilling technologies for exploration wells*. UkrDHRI [in Ukrainian].
7. Dreus A.IU., Kozhevnykov A.O., Martynenko I.I. (2005). Doslidzhennia temperaturnoho rezhymu almaznoi koronky pry impulsnii promyvtsi [Investigation of the temperature regime of a diamond crown during pulse washing]. *Visnyk DHU – Bulletin of the Dnipro State University, 12* [in Ukrainian].
8. Kozhevnikov, A.A., Hoshovskii S.V., Martynenko Y.Y., & Brazhenenko A.M. (2006). *Zaboinye faktory almaznoho bureniia heolohorazvedochnykh skvazhin [Stripping factors of diamond drilling of exploration wells]*. ChP «Lyra LTD» [in Russian].
9. Hoshovskii, S.V., Dudlia, N.A., & Martynenko, Y.Y. (2008). *Promyvochnye zhidkosti v burenii [Flushing fluids in drilling]*. UkrHHRI [in Russian].
10. Martynenko I.I. (2012). Novaia prohramma razvitiia myneralno-syrevoho kompleksa Ukrainy – odin iz vazhneishikh putei dlia deiatelnosti ISM [The new program of development of the mineral and raw materials complex of Ukraine is one of the most important ways for ISM activities]. *Porodorazrushaiushchii i metalloobrabatyvaiushchii instrument – tekhnika i tekhnologiia ego izgotovleniia i primeneniia – Rock Destruction and MetalWorking Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications* (14nd Issue, p. 9–13). ISM im. V.N. Bakulia, NAN Ukrainy [in Russian].
11. Vdovichenko A.I., Martynenko I.I. (2012). O sozdanii tverdosplavnoi povyshennoi effektivnosti koronki dlia kolonkovoho bureniia [On creation of a carbide-tipped high efficiency core bit for core drilling]. *Porodorazrushaiushchii i metalloobrabatyvaiushchii instrument – tekhnika i tekhnologiia ego izgotovleniia i primeneniia – Rock Destruction and*

MetalWorking Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications (15nd Issue, p. 199–202). ISM im. V.N. Bakulia, NAN Ukrainy [in Russian].

12. Vdovychenko A.I., Martynenko I.I. Pro stan naukovykh obhruntuvan zakonotvorchosti v Ukraini ta yikhnii vplyv na yakist formuvannia ta realizatsiiu derzhavnoi polityky v enerhetychnii sferi [On the state of scientific substantiation of lawmaking in Ukraine and its impact on the quality of formulation and implementation of state policy in the energy sector]. *Porodorazrushaiushchii i metalloobrabatyvaiushchii instrument – tekhnika i tekhnologiia ego izgotovleniia i primeneniia – Rock Destruction and MetalWorking Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications* (21nd Issue, p. 63–69). ISM im. V.N. Bakulia, NAN Ukrainy [in Ukrainian].

УДК 004.738.5-004.732-621.391 DOI: 10.33839/2708-731X-26-1-13-19

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

АНАЛІЗ СУЧАСНИХ МЕТОДІВ РОЗБУДОВИ ІНФОРМАЦІЙНИХ ПОРТАЛІВ НАУКОВО-АКАДЕМІЧНОЇ УСТАНОВИ

Предметом дослідження статті є аналіз сучасних підходів до розробки інформаційних порталів наукового та академічного напрямків. У статті розглянуто сучасні вимоги до веб-порталів, наявний функціонал сайтів та порталів провідних наукових установ НАНУ, методики та програмне забезпечення, за допомогою яких розроблено ці портали. Запропоновані загальні рекомендації щодо модернізації існуючого веб-порталу ІНМ та його інтеграції з соціальними мережами, методи і засоби, за допомогою яких можна провести цю модернізацію.

Ключові слова: *портал, комунікації, розповсюдження інформації, система керування контентом.*

Постановка задачі.

Історично, веб-сайт ІНМ було започатковано у 1998 році. Існуючу версію веб-порталу ІНМ було розроблено у 2008 році та модернізовано за допомогою самостійно створеної системи керування контентом у 2012 році [1]. Які питання повинен вирішувати веб-сайт наукової установи? Ці питання можна розділити на три глобальні напрямки – маркетинговий (розповсюдження інформації о наукових розробках установи), інформаційний (обмін інформацією між користувачами сайту) та іміджевий (створення позитивного іміджу установи). У кожному напрямку можна виділити деякі суб-напрямки, проте це не є важливим, бо ми зараз розглядаємо веб-портал з технічної точки зору та повинні оцінити, які саме технічні рішення потрібно використати для вирішення окреслених питань. Отже, для вирішення питань “маркетингу” нам необхідно максимально пришвидшити процес пошуку вже оприлюдненої наукової інформації та спростити процес внесення нової інформації – тобто, створити такі умови, щоб науковець з мінімальними навичками у веб-дизайні був у змозі сповістити про нову розробку або науковий семінар, що проводиться його відділом, розмістити анонс захисту дисертації, не звертаючись до адміністратора сайту. Для вирішення інформаційних питань необхідно забезпечити роботу електронної пошти та передбачити інтеграцію з соціальними мережами, як загальними, так і професійними. Створення

позитивного іміджу установи пов’язано як з зовнішнім виглядом порталу, так і з актуальністю інформації на сайті [2].

Мета роботи – на основі всебічного аналізу веб-порталів наукових установ НАН України та наявного функціоналу, який присутній на більшості порталів, а також аналізу сучасних систем керування контентом розробити рекомендації для розробки та модернізації сучасного веб-порталу інституту.

Результати дослідження

Оберемо декілька найбільш сучасних сайтів та порталів наукових установ НАНУ та зведемо їх у таблицю, з якої будемо робити порівняння наявного функціоналу.

Порівняння сайтів наукових установ НАН України

Назва установи	URL сайту	CMS або мова, на якій зроблено сайт	Можливість авторизації	Пошта	Пошук	Форум
1	2	3	4	5	6	7
НАН України	https://www.nas.gov.ua/	ASP.NET	Є	Є	Є	Ні
НФДУ	https://nrfu.org.ua	Wordpress	Є	Ні	Є	Ні
Ін-т Проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича	http://www.materials.kiev.ua	Wordpress	Ні	Ні	Ні	Ні
Інститут металофізики ім. Г. В. Курдюмова	https://www.imp.kiev.ua	PHP	Ні	Ні	Ні	Ні
Інститут електрозварювання ім. Є. О. Патона	https://paton.org.ua	Wordpress	Ні	Ні	Є	Ні
НТК «Інститут монокристалів»	https://www.isc.kh.ua	Drupal	Ні	Ні	Ні	Ні
Фізико-механічний інститут ім. Г. В. Карпенка	https://www.ipm.lviv.ua	PHP	Ні	Ні	Ні	Ні
Інститут напівпровідників ім. В. Є. Лашкарьова	https://isp.kiev.ua	Joomla	Ні	Є	Є	Ні

Закінчення таблиці

1	2	3	4	5	6	7
Головна Астрономічна обсерваторія	https://www.mao.kiev.ua/	PHP	Є	Є	Є	Є
Інститут геохімії, мінералогії та рудоутворення ім. М.П. Семененка	https://igmr.org.ua	PHP	Ні	Ні	Є	Ні
ДУ «Інститут геохімії навколишнього середовища»	https://www.igns.gov.ua	Wordpress	Ні	Ні	Є	Ні
Інститут біохімії ім. О. В. Палладіна	https://www.biochemistry.org.ua	Joomla	Ні	Ні	Є	Ні
Інститут проблем штучного інтелекту	https://www.ipai.net.ua	Drupal	Ні	Ні	Ні	Ні
Інститут біоорганічної хімії та нафтохімії ім. В. П. Кухаря	http://bpci.kiev.ua	Wordpress	Ні	Ні	Є	Ні
Інститут органічної хімії	http://ioch.kiev.ua	Wordpress	Ні	Ні	Є	Ні
Інститут гідробіології	http://hydrobio.kiev.ua	Joomla	Ні	Ні	Є	Ні
Інститут морської біології	http://www.imb.odessa.ua	PHP	Ні	Ні	Ні	Ні
Інститут мікробіології і вірусології ім. Д. К. Заболотного	https://imv.org.ua	Wordpress	Ні	Ні	Є	Ні
Інститут епідеміології та інфекційних хвороб ім. Л. В. Громашевського	https://duieih.kiev.ua	JavaScript, HTML	Ні	Ні	Є	Ні

Виходячи з аналізу (див. таблицю), бачимо, що більшість наукових установ віддає перевагу використанню готових систем керування контентом. Найбільш популярними є

Wordpress – сім інсталяцій, Joomla – три інсталяції, Drupal – дві, ASP.Net – одна. Шість установ використовують саморобні системи керування контентом або значно менш відомі. Найбільш поширеною мовою для розробки є PHP з використанням JavaScript (це відноситься як до саморобних систем, так і для Wordpress/Joomla/Droopal).

Проаналізуємо, наскільки відповідають класичному значенню терміну "інтернет-портал" сайти наукових установ.

Історично інтернет-портали виникли у другій половині 1990-х років. У той час Інтернет почав набирати популярність, і користувачі стикалися з проблемою розкиданості інформації по різних сайтах.

Основні характеристики інтернет-порталів у первісному значенні:

Багатогранність: Портали пропонували широкий спектр інформації та сервісів для різноманітних інтересів користувачів.

Персоналізація: Користувачі могли налаштовувати свій профіль і вибирати категорії новин або сервісів, що їх цікавлять.

Сервіси: Портали надавали різноманітні онлайн-сервіси, такі як електронна пошта, форуми, пошуки, онлайн-ігри і т.д.

Комунікація: Багато порталів пропонували засоби спілкування, включаючи чати, форуми або системи обміну повідомленнями, що полегшують користувачам доступ до контенту, комунікацію та розваги в мережі Інтернет.

З часом і з розвитком інтернет-технологій поняття інтернет-порталу змінилося. Сьогодні більшість веб-платформ стали набагато більш спеціалізованими і надають унікальні послуги або функціональність. Однак термін "інтернет-портал" досі використовується для позначення веб-сайтів з великим обсягом інформації та різноманітними сервісами.

Проаналізувавши таблицю, ми бачимо, що найбільш близьким до "інтернет-порталу" є сайт НАНУ, що обумовлено насамперед масштабом самої організації.

З типових функцій порталу найбільш вживаним є пошук – тринадцять установ використовують його на своїх сайтах, значно менше вживані веб-інтерфейс до електронної пошти та авторизація, функціонал форуму є лише у однієї установи.

Роздивимось більш докладно, чому деякі функції класичного порталу втрачають популярність.

Пошук є необхідним для орієнтування та навігації по матеріалам сайту. Можемо уявити лише дві підстави, чому пошуку немає (див. табл. 1) у декількох установ: по-перше, відносно складна та ресурсомістка реалізація алгоритму пошуку по всім матеріалам сайту, по-друге, можливість шукати по сайту за допомогою Google, використовуючи параметр пошуку "site: ".

Авторизація – дозволяє користувачу порталу авторизуватись та отримати, наприклад, доступ до прихованих розділів, або повноваження на редагування деяких розділів у залежності від прав доступу користувача. Не дуже розповсюджена, є лише у трьох установ (див. табл. 1). Можемо припустити, що на деяких сайтах авторизацію трохи "приховано" з метою підвищення безпеки, отже, на головній сторінці вікно для авторизації відсутнє.

Веб-інтерфейс до електронної пошти – якщо у користувача є E-mail у домені його наукової установи, дуже корисною є можливість доступу до нього за межами локальної мережі установи. Відсутність цього функціоналу на багатьох порталах установ (див. табл. 1) пов'язана з деякими підставами. По-перше, це значне поширення персональних адрес E-mail на безкоштовних доменах, наприклад, i.ua, gmail.com, ukr.net та інших. По-друге, можливість зробити переадресацію або налагодити збір пошти таким чином, щоб пошта з домену установи акумулювалася саме у персональної поштовій скрині. По-третє, значно менша роль пошти зараз у порівнянні з ситуацією навіть 10 років тому. Месенджери та соціальні мережі дуже сильно зменшили використання електронної пошти.

Форум використовується для обговорення якогось питання або події, але зараз лише одна установа використовує форум (див. табл. 1). Аналіз показує, що весь цей функціонал перейшов до соціальних мереж. Звісно, не всі бажають реєструватися у соціальної мережі, а на форумах можна залишати повідомлення анонімно. Але якщо на форумі є можливість залишати повідомлення анонімно, він дуже швидко перетворюється на "смітник" зі спаму та тролів.

На сайті сучасної наукової установи повинні бути деякі функції звичайного класичного порталу:

- Пошук по матеріалам сайту.
- Електронна пошта у домені установи. Не завжди є можливість у відрядженні, наприклад, до країн Азії отримати або відправити пошту з Gmail або I.UA.
- Можливість авторизації – дуже корисно заохочувати співробітників відділів установи до можливості редагування сторінок, присвячених їх науковій роботі.

Комунікаційний функціонал порталів на себе взяли сторінки у соціальних мережах. Сторінка в соціальній мережі може мати кілька переваг відносно того ж форуму для науково-дослідницької організації:

1. Збільшення видимості: Сторінка в соціальній мережі може допомогти збільшити видимість організації серед широкого кола людей. Можна публікувати новини, результати досліджень та іншу інформацію, що стосується діяльності, і залучати нових прихильників і партнерів.

2. Залучення співробітників: Соціальні мережі можуть служити платформою для залучення нових науковців і дослідників до вашої організації. Можна розміщувати оголошення про вакансії, публікувати інформацію про проекти та можливості для співпраці.

3. Комунікація зі спільнотою: Соціальні мережі дозволяють взаємодіяти з вашою аудиторією, відповідати на питання та коментарі, отримувати зворотній зв'язок від спільноти і враховувати їхні погляди та інтереси.

4. Розповсюдження досліджень: Можна використовувати соціальні мережі для поширення результатів ваших досліджень і просування наукових відкриттів серед широкої аудиторії.

5. Збільшення фінансування: Інколи організації можуть використовувати соціальні мережі для залучення фінансової підтримки, наприклад, шляхом створення кампаній зі збору коштів або просування грантових можливостей.

Загалом, наявність сторінки в соціальній мережі може допомогти науково-дослідницькій організації залучати ресурси, публікувати і поширювати інформацію, спілкуватися зі спільнотою і підвищувати свою репутацію в науковому середовищі.

Тобто, сторінки в соціальних мережах надають компаніям потужний інструмент для спілкування зі своєю аудиторією, підвищення впізнаваності бренду та розвитку власного бізнесу.

Дуже корисною була б інтеграція сторінки Facebook установи та порталу, а саме – автоматичне оновлення новин на базі дописів у соціальній мережі та, можливо, навпаки – створення нових дописів у Facebook на базі змін на сторінках порталу. Можливо, ця інтеграція може бути реалізована за допомогою протоколу RSS (Really Simple Syndication/Rich Site Summary), який все ще залишається важливим інструментом для отримання оновлень від веб-порталу. RSS може забезпечувати також наступний функціонал:

1. Подкасти: Багато подкастів надають RSS-стрічки для підписки. Це дозволяє слухачам автоматично отримувати нові випуски подкастів.

2. Новинні сайти: Деякі новинні портали і блоги все ще надають RSS-стрічки, щоб читачі могли отримувати свіжі новини.

3. Агрегатори новин: Багато агрегаторів новин, таких як Feedly, Inoreader і Flipboard, пропонують можливість підписки на RSS-стрічки для створення персоналізованих стрічок новин.

4. Автоматизація: RSS може бути використаним для автоматизації робіт, таких як розповсюдження нового контенту на соціальних мережах або на веб-сайті.

5. Внутрішні системи: В деяких компаніях і організаціях RSS використовується для розповсюдження внутрішніх новин та оновлень серед співробітників.

Висновки

Сучасний веб портал наукової установи повинен мати наступний функціонал: пошук по матеріалам порталу, доступ до корпоративної електронної пошти, механізм авторизації для користувачів, можливість для авторизованого користувача вносити зміни до сторінок, за які він відповідає, інтеграцію з соціальними мережами, можливість роботи з мультимедіа наповненням. Розробку такого порталу найбільш логічно вести за допомогою готової системи керування контентом (CMS). Найбільш популярною є CMS Wordpress. До неї є велика кількість плагінів, отже, можна обрати та зконфігурувати її дуже гнучко.

V.M. Kulakivskyy, O.M. Davydov, I.V. Skvortsov

V. Bakul Institute for Superhard Materials of the National Academy of Sciences of Ukraine

ANALYSIS OF MODERN METHODS OF BUILDING INFORMATION PORTALS OF A SCIENTIFIC AND ACADEMIC INSTITUTION

The subject of the article's research is the analysis of modern approaches to the development of information portals of scientific and academic areas. The article examines the modern requirements for web portals, the existing functionality of the sites and portals of the leading scientific institutions of the National Academy of Sciences, the methods and software used to develop these portals. General recommendations for the modernization of the existing ISM web portal and its integration with social networks, methods and means by which this modernization can be carried out are proposed.

Key words: *portal, communications, information distribution, content management system.*

Література

1. Кулаковский В.Н., Скворцов И.В., Мельник М.В. Использование современных технологий WEB-разработки при создании сайта института сверхтвердых материалов НАН Украины. VI Українсько-польська науково- практична конференція "Електроніка та інформаційні технології" 28-31 серпня 2014 р., Львів-Чинандієво: Тези доповідей. Львів: ЛНУ ім. Івана Франка. 2014. С.90-93.
2. Кулаковский В.Н., Скворцов И.В., Мельник М.В. Использование баз данных для хранения контента и метаинформации WEB-представительств с целью упрощения индексации поисковыми системами "Проблемы информатики и компьютерной техники" (ПИКТ-2014) труды 3-ей Международной научно-практической конференции: Тезисы докладов. Чернівці. 2014. С.190-192.

Надійшла 21.09.23

References

1. Kulakovskii, V.N., Skvortsov, I.V., & Melnik, M.V. (2014). Ispolzovanie sovremennykh tekhnolohii WEB-razrabotki pri sozdanii saita instituta sverkhtverdykh materialov NAN Ukrainy. [The use of modern WEB development technologies when creating the website of the Institute of Superhard Materials of the National Academy of Sciences of Ukraine.]

Elektronika ta informatsiini tekhnolohii. – Electronics and information technologies (p. 90–93.) LNU im. Ivana Franka. [In Russian].
2. Kulakovskii, V.N., Skvortsov, & I.V., Melnik M.V. (2014). Ispolzovanie baz dannykh dlia khraneniia kontenta i metainformatsii WEB-predstavitelstv s tseliu uproshcheniia indeksatsii poiskovymi sistemami [Using databases to store content and metainformation of WEB representations in order to simplify indexing by search engines] Problemy informatiki i *kompyuternoi tekhniki.Informatics and computer technics problems* (p. 190–192*)*. Chernivetskyi natsionalnyi universytet. [In Russian].

УДК 004.738.5-004.732-621.391 DOI: 10.33839/2708-731X-26-1-19-19

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 КАДРОВОЮ ДІЯЛЬНІСТЮ ІНСТИТУТУ НАДТВЕРДИХ МАТЕРІАЛІВ (ІНМ)

Предметом дослідження є аналіз створеної в ІНМ програмної системи «Кадри ІНМ» на основі персональних баз даних DBF-формату співробітників інституту, аналіз функціонування програмного пошуку в цій системі, що розроблено на основі цих баз даних, аналіз механізму створення кадрових наказів з метою оптимізації управління кадровою діяльністю інституту.

Ключові слова: *бази даних, система пошуку, довідники, персональні дані, тиражування, DBF, накази, групові накази, верстка.*

Постановка задачі

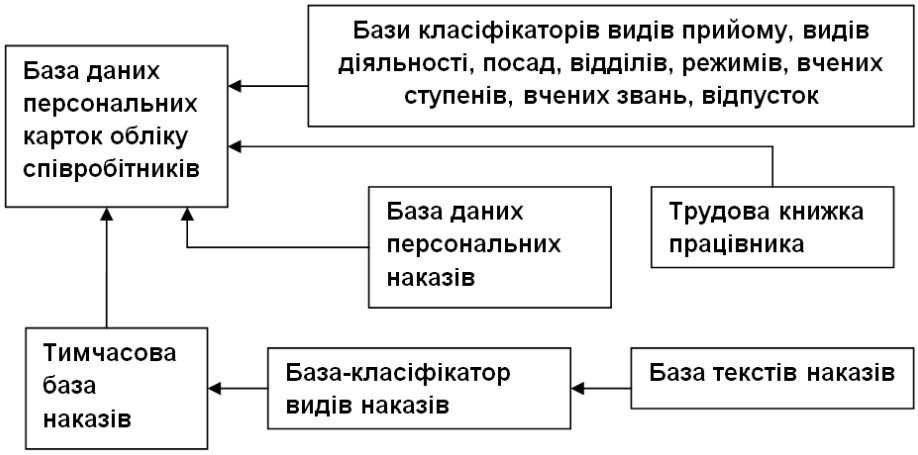
З метою обліку кадрів та кадрових документів, тобто управління кадровою діяльністю, в інституті надтвердих матеріалів (ІНМ) виникла необхідність в створенні баз даних для зберігання та використання необхідної інформації про працівника, а також у створенні систем статистичного обліку та обробки персональних даних. Крім того, виникла необхідність в автоматичному формуванні системи наказів щодо інституту, яка опирається на персональні бази даних, верстки та друку цих наказів з метою оптимізації діяльності кадрового працівника.

Метод вирішення

Методом вирішення такого завдання є розробка структури кадрових баз даних та створення на їх основі програмної системи управління кадровою діяльністю інституту. Відповідна програмна система для зберігання кадрової інформації спирається, для зручності використання, на бази даних формату DBF. Програмна система вміщує сервісні програми редагування, складання запитів, програми пошуку інформації в базах та програми друку знайденої інформації. Для верстки наказів щодо інституту програмна система підключає текстовий редактор Microsoft Word, за допомогою якого сформований автоматично системою загальний текстовий файл наказу можна редагувати і друкувати. Для розробки програм використовується мова Delphi 7. Програмна система управління кадровою діяльністю інституту та відповідні їй бази даних розміщені на внутрішньому сервері інституту (Windows 2003 Server, H:\PPO\).

Вирішення задачі.

В інституті надтвердих матеріалів створена і функціонує програмна система, яка охоплює роботу відділу кадрів. Облікові бази даних відділу кадрів (рис. 1) мають структуру файлів dBASE формату DBF [1, 2].



Малюнок 1. Бази даних кадрової системи.

Програмна система складається з трьох частин: редактор, пошукова система, система формування наказів.

Програма редагування створена для внесення даних до персональної картки працівника, тобто внесення персональних даних в запис кадрової бази даних через відповідну екранну форму, в якій є можливість швидко знайти необхідну картку за допомогою швидкого пошуку за алфавітом (малюнок 2). Сюди входять: загальні відомості, адреса, освіта, сімейні та паспортні дані, наукова діяльність, накази, відпустки, трудова книжка тощо. При цьому програма-редактор використовує допоміжні бази-класіфікатори посад, відділів, режимів роботи, видів прийому, видів діяльності, видів звільнень, вчених звань, вчених ступенів, видів відпусток тощо і створює посилання на них в головній кадровій базі (рис. 2).



Рис. 2. Бази даних кадрової системи

В програмній кадровій системі створено механізм запису в кадрову базу гіперпосилання на електронний файл, який вміщує трудову книжку працівника в цифровому форматі. Файли трудових книжок зберігаються в окремому каталозі програмної системи (рис. 3).

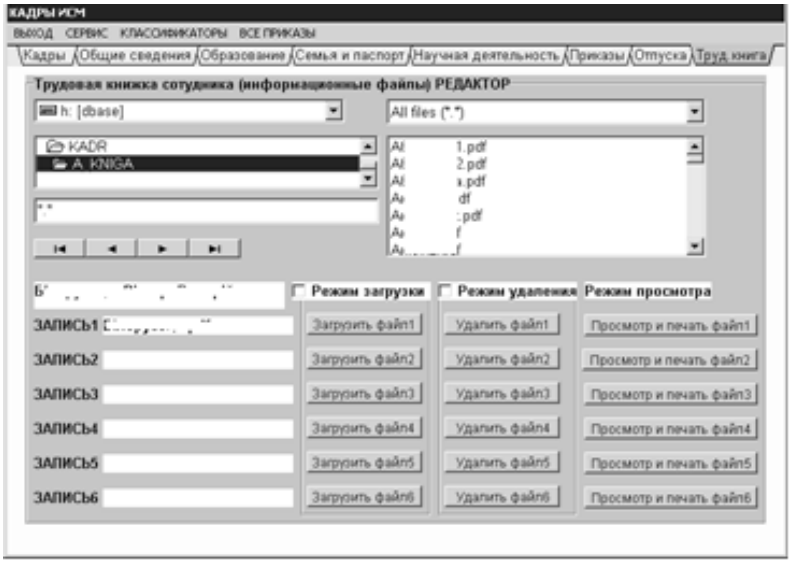


Рис. 3. Механізм підключення файлів трудових книжок до кадрової бази даних

Програмна система використовує вбудовані в неї програмні API-функції для перегляду електронної трудової книжки співробітника та її друку.

Таким чином програма-редактор пропонує максимум сервісу для заповнення персональної картки працівника.

Пошукова система. Програмна кадрова система пропонує широкий спектр пошуку за умовами та ключовими словами, використовуючи при цьому максимальну кількість полів кадрової бази для складання простих та складних запитів для пошуку, і надаючи при цьому достатньо сервісу, щоб максимально оптимізувати складний запит [1,2]. При складанні запиту система надає можливість використовувати класифікатори, описані вище (рис. 4).

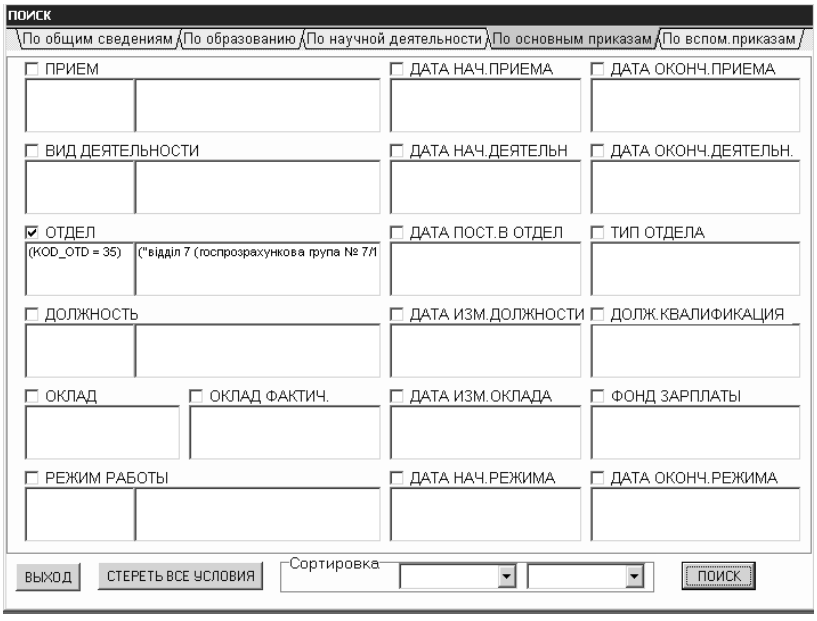


Рис. 4. Екранна форма для складання пошукового запиту в кадровій системі

Результати при виконанні запиту виводяться на екранну форму в вигляді списку співробітників, що задовольняють умовам пошуку. При цьому система надає програмний сервіс для перегляду персональних карток вибраного списку (рис. 5).



Рис.5 Екранна форма результатів пошуку в кадровій системі

Результати пошуку програмної системи надсилаються до програми-генератора кадрових статистичних звітів. Види звітів надаються системою. Статистичні дані результатів пошуку також використовуються для заповнення спеціальних форм і бланків відділу кадрів (рис.6).



Малюнок 6. Приклад автоматично сформованого звіту в кадровій системі

Система створювання наказів. В програмній кадровій системі розроблений механізм автоматичного створювання наказів, спочатку для кожної особи окремо, а потім програмно збирається загальний інститутський наказ, який складається з таких окремих наказів. При цьому розроблені і використовуються бази вхідних даних та текстів наказів, які містять тимчасову інформацію до того часу, поки наказ створюється. При виконанні наказу ці бази очищуються від тимчасової інформації. Процес створення наказів максимально оптимізований в програмній системі, що надає можливість його швидкого формування.

На початку процесу система запрошує вхідний номер та дату наказу, а також табельний номер працівника, за яким управляюча програма пов'язує його персональну картку з базою даних наказів. При створенні персонального наказу система запрошує необхідні вхідні дані: вид наказу та вхідні параметри, що його характеризують [3,4]. Необхідна додаткова інформація про особу надсилається з її персональної картки. При цьому програмна система надає кілька варіантів текстів обраного виду наказу. В результаті створення наказу в обраний текст автоматично підставляються вхідні дані про особу та вхідні параметри виду наказу (рис. 7).



Рис. 7. Приклад формування наказу для працівника в кадровій системі

В процесі формування загального наказу програмна система, виходячи з обраного номеру та дати наказу, збирає вже створені особисті накази з таким же номером і датою в тимчасових базах даних і створює таким чином загальний текст наказу в окремому текстовому файлі (рис. 1, 8).

Цей текстовий файл відображається через автоматичне підключення Microsoft Word за допомогою API-функцій програмної системи на екрані. Таким чином кадрова програмна система дає можливість редагувати текстовий файл наказу та друкувати його [3,4]. Після створення і редагування наказу здійснюється повернення з Microsoft Word назад в кадрову програмну систему (рис. 9).

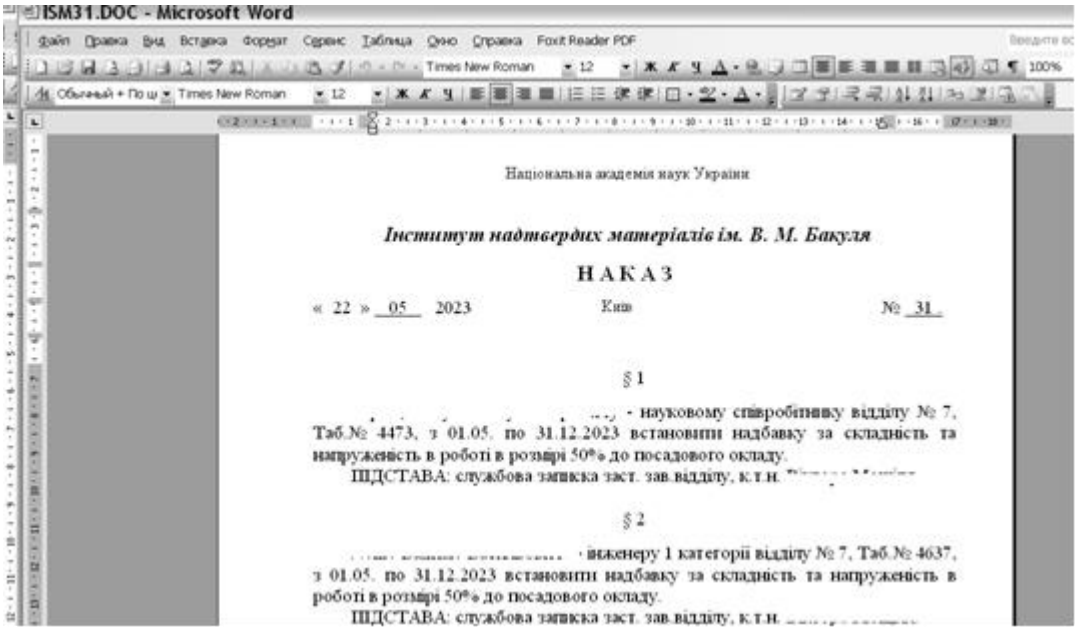


Рис. 8. Фрагмент загального наказу в кадровій системі

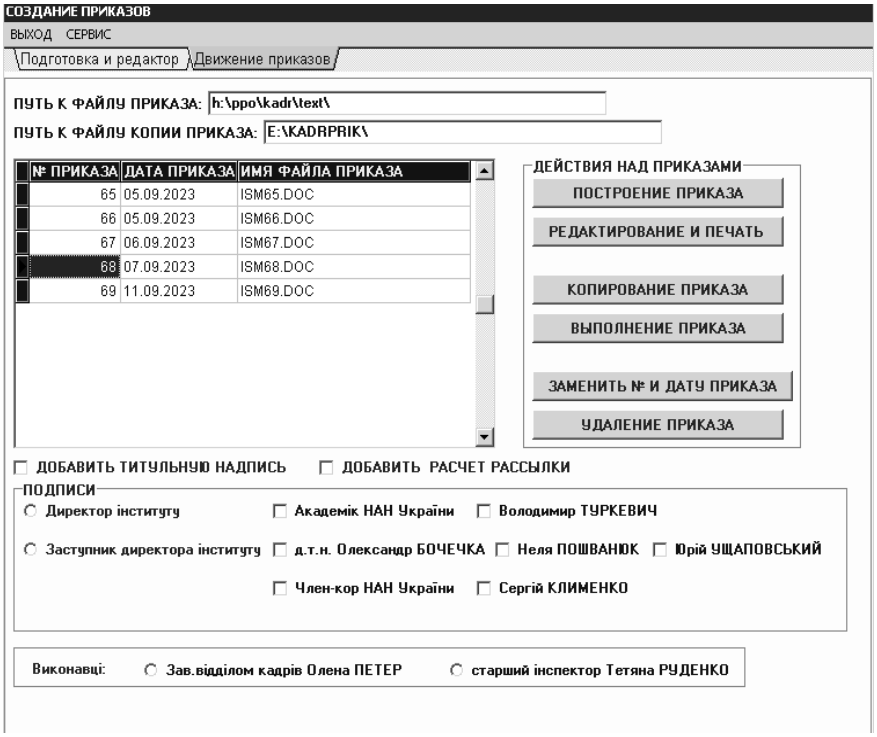


Рис. 9. Екранна форма роботи з наказами в кадровій системі

При здійсненні операції «виконання» обраного наказу програмна система здійснює перепис, «рознесення» вхідних даних наказу з тимчасових баз до персональної картки працівника та скидання відпрацьованої інформації з тимчасових баз наказів.

Велику роль в роботі кадрової системи відіграє програмна оптимізація роботи з різними видами наказів та додатковий сервіс. Це так зване створення групових наказів або тиражування наказів, коли кілька осіб мають одержати однакові накази з однаковими вхідними параметрами. Це, наприклад, можуть бути режимні накази, накази про надбавки та

доплати тощо. В такому разі створюється наказ для однієї особи з такої групи осіб, а потім програмна система запрошує табельні номери інших осіб групи і автоматично копіює вхідні дані для наказу та його текст для них. Далі програмна система верстає загальний груповий наказ, виходячи з інформації в тимчасових базах даних (рис. 10).

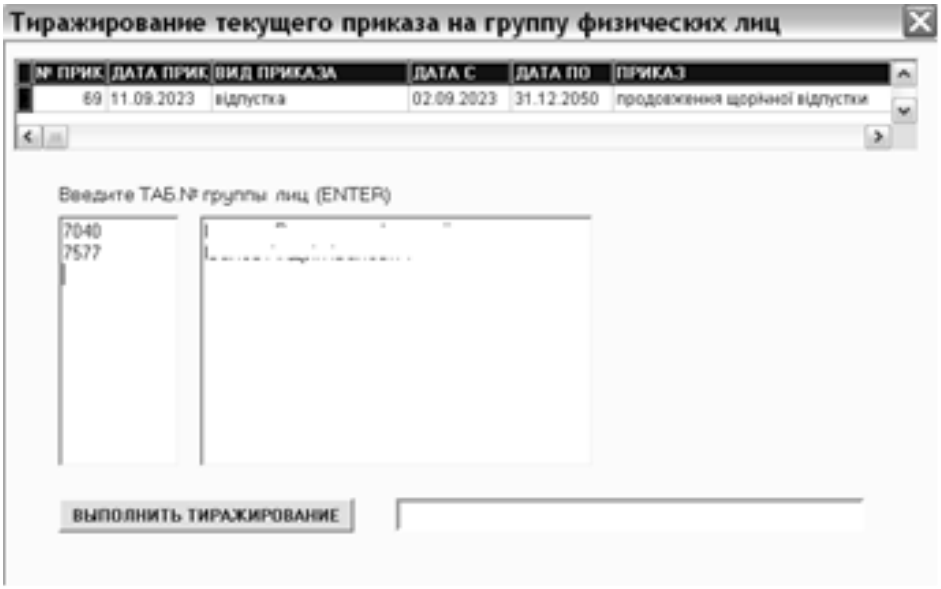


Рис. 10. Екранна форма для тиражування наказів в кадровій системі

Висновки

Розроблена програмна система управління кадрами дозволила автоматизувати керування кадрами (автоматизація кадрових наказів, облік співробітників), здійснити обмін даними між відділом кадрів та іншими відділами. Для швидкого пошуку в базах даних кадрів та генерації кадрових програмних звітів оптимізовано організацію структур баз даних таким чином, щоб спростити формування зв’язків між ними. 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 для кадрових баз не втратило своєї актуальності у деяких випадках, де використання MySQL недоцільно. Програмна кадрова система є відкритою системою в плані поповнення її основних та допоміжних баз, класифікаторів, пропонованих текстів наказів, а головне – вона може використовуватись у будь-якій організації завдяки своїй модульності та мобільності.

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 PERSONNEL MANAGEMENT PROCESSES OF THE INSTITUTE FOR SUPERHARD MATERIALS (ISM)

The subject of the research is the analysis of the software system "ISM Personnel" created at the Institute of Information Technology on the basis of personal DBF-format databases of the institute's employees, the analysis of the functioning of software search in this system developed on the basis of these databases, the analysis of the mechanism of creating personnel orders in order to optimize the management of personnel activities.

Key words: *databases, search system, directories, personal data, replication, DBF, orders, group orders, layout.*

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. DBF. Wikipedia. URL: https://en.wikipedia.org/wiki/.dbf.
3. Пашутинський Є.К. Діловодство кадрової служби: Кадри підприємства. 2-ге вид. Київ: КНТ, 2006. 272 с.
4. Б.С. Стичинський, І.В. Зуб, В.Г. Ротань. Науково-практичний коментар. До законодавства України про працю. 2-ге вид., допов. та переробл. Київ: А.С.К., 2001. 1072 с.

Надійшла 21.09.23

References

1. Tsehelniuk, V.V, & Kulakovskyi, V.N. (2010). Sistema upravleniia bazami dannykh Instituta sverkhtverdykh materialov im. V.N. Bakulia NAN Ukrainy. [Database management system of the Institute of Superhard Materials] *Instrumentalnyi svit. – World of tools, 4,* 37–38 [in Russian].
2. *DBF*. (b. d.). Wikipedia. https://en.wikipedia.org/wiki/.dbf.
3. Pashutynskyi, Ye.K. (2006). *Dilovodstvo kadrovoi sluzhby: Kadry pidpryiemstva [Personnel service records: Company personnel]*. (2nd ed.). K.N.T [in Ukrainian].
4. Stychynskyi, B.S., Zub, I.V., & Rotan,V.H. (2001). *Naukovo-praktychnyi komentar. Do zakonodavstva Ukrainy pro pratsiu [Scientific and practical commentary. To the legislation of Ukraine on labor]*. (2nd ed.). A.S.K. [in Ukrainian].

Розділ 1

ПОРОДОРУЙНІВНИЙ ІНСТРУМЕНТ З НАДТВЕРДИХ МАТЕРІАЛІВ І ТЕХНОЛОГІЯ ЙОГО ЗАСТОСУВАННЯ

УДК 622.24.051 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-27-33

Д.Л. Коростишевський[1]**,** інж.; **М.О. Бондаренко**[1] , **В.А. Мечнік**[1] , **І.І. Джанзаков**[2], доктори технічних наук; **С.К. Буктибаєва**[2], канд. техн. наук

[1]Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська, 2, 04074 Київ, e-mail: dmytrorost@gmail.com, bond@ism.kiev.ua, vlad.mechnik2019@gmail.com
[2]Атирауський Університет Нафти і Газу ім. С. Утебаєва, 060027, мкр. Привокзальний, вул. Баймуханова, 454, м. Атирау, Республіка Казахстан, e-mail:dzhanzakov-aing@mail.ru, saulek1@mail.ru

РОЗРОБКА І ВПРОВАДЖЕННЯ СУЦІЛЬНОФРЕЗЕРОВАНИХ ДОЛІТ PDC

Розглянуто недоліки існуючої зварної конструкції та технології виготовлення доліт PDC. Проведено конструкторську та технологічну підготовку для випуску нових суцільнофрезерованих доліт з використанням обладнання з програмним управлінням. Доведено, що процес виготовлення є менш трудомістким, з меншою собівартістю, а долота більш якісними.

Ключові слова: *лопатеве долото, пластини PDC, конструкція, технологія, управляюча програма.*

Вступ. Постановка задачі

В кінці 80-х років минулого століття в Інституті надтвердих матеріалів розпочинається промисловий випуск сталевих лопатевих доліт, оснащених алмазно-твердосплавними пластинами (PDC).

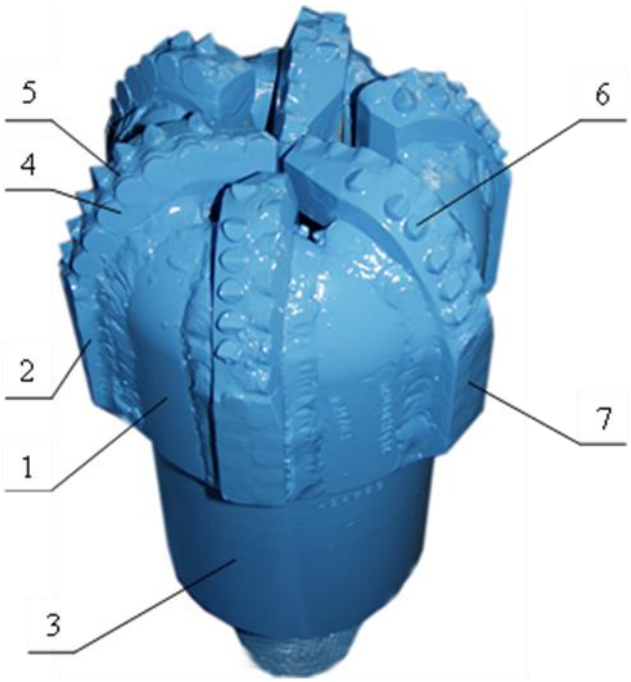


Рис.1. Конструкція лопатевого зварного долота ІНМ АП 215,9 С

Розроблені долота (рис. 1) мали зварну конструкцію та складалися з головки 1, в пази якої встановлювались лопаті 2 та різьбового загартованого перевідника 3 з ніпельною різьбовою частиною. Ріжучими елементами виступали PDC пластини 4 діаметром 13,5 мм, що

припаювалися до алмазно-твердосплавної державки 5, яка в свою чергу впаювалась в отвори, виконані в лопатях, та підрізні вставки славутича 6 сферичної, або клинової форми. Калібруюча частина долота оснащувалась вставками славутича 7 сферичної форми. Промивка долота від шламу та охолодження ріжучих елементів виконувались через центральний отвір [1].

Такій конструкції долота та існуючій технології її виготовлення притаманні наступні недоліки:

- долото технологічно виготовляти прямолопатевим, що не забезпечує плавності калібрування стінок свердловини і є причиною додаткової вібрації та ударних навантажень;
- за прямої центральної промивки, в долоті відмічається наявність зон рециркуляції з слабою очисткою, схильних до накопичення шламу та утворення сальників;
- окреме виготовлення головки та лопатей;
- лопаті з головкою поєднуються зварюванням. Сталь 40Х, з якої виконано головку, відноситься до класу металів, що складно зварюються. Тому процес технологічно складний та трудомісткий;
- за існуючою технологією лопаті поступають на зварювання після пайки в них пластин PDC. Під час процесу зварювання та подальшого процесу пайки калібрувальних вставок пластини повторно нагріваються, що негативно впливає на їх стійкість;
- більшість операцій технологічного процесу виконується на універсальному обладнанні з великою кількістю переустановлень та операцій розмітки, що негативно впливає на точність обробки та збільшує її тривалість;
- при обробці зокрема лопатей є потреба в спеціальній оснастці та спеціальному ріжучому інструменті.

Таким чином, постало завдання розробити конструкцію та впровадити в виробництво лінійку суцільнофрезерованих доліт, що не матимуть вище перерахованих недоліків.

Розробка конструкції доліт

Для вирішення поставленої задачі в CAD Solid Works було спроектовано два конструктивних варіанти доліт для різних умов буріння.

Долото ІНМ АП 218М 616 РГ (рис. 2) призначене для буріння м’яких та малоабразивних гірських порід як роторним, так і турбінним способом.

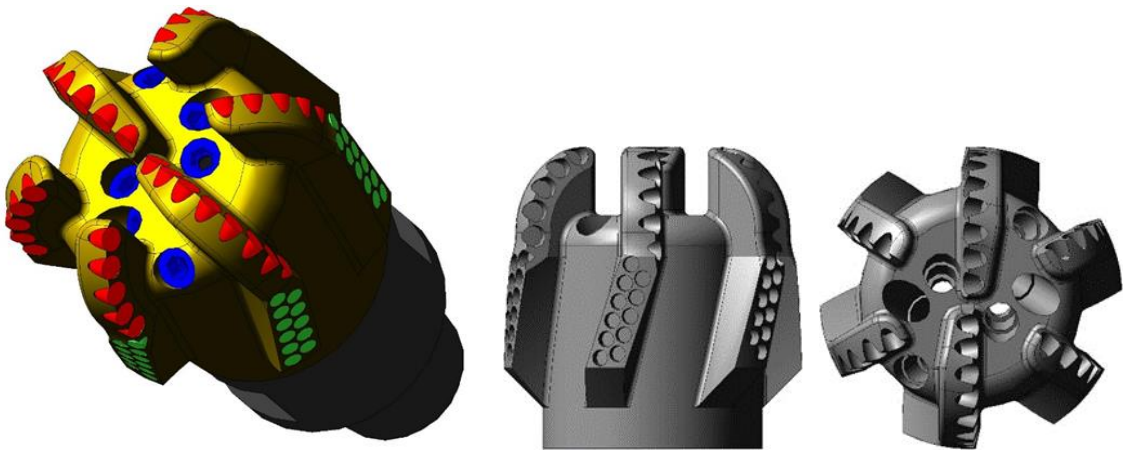
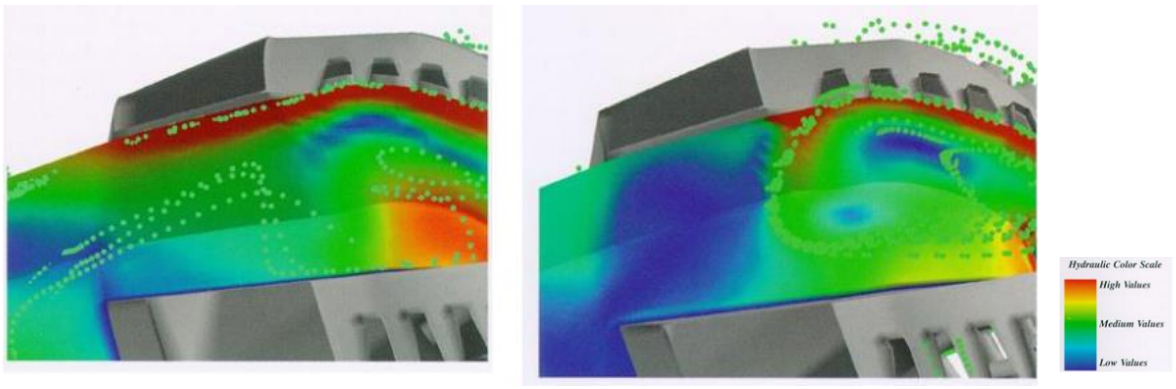


Рис. 2. Трьохвимірна модель лопатевого суцільнофрезерованого долота ІНМ АП 218 М 616 РГ та його корпус (вид спереду і зверху)

Долото має сталевий, суцільно фрезерований 6-лопатевий корпус, оснащений 36 пластинами PDC діаметром 16 мм і висотою 13 мм, з рельєфною поверхнею розділу між алмазним шаром та державкою [2, 3]. Пластини розташовані під переднім кутом різання 20˚ і мають підвищену «агресивність» за рахунок більшого вильоту над поверхнею лопатей. Промивка долота здійснюється шістьома змінними твердосплавними гідромоніторними насадками з діаметром вихідного отвору 9 мм, розташованими за симетричною схемою та попарно направленими під різними кутами. Гідравлічні розрахунки та результати моделювання потоку рідини (рис. 3, *а*), свідчать про гарну очистку долота. Лопаті долота розташовані за гвинтовою лінією для вільного виходу бурового шламу і плавності калібрування стінок свердловини.



а *б*

Рис. 3. Моделювання виносу шламу в долоті: а – ІНМ АП 218М 616 РГ; б – ІНМ АП 215,9С 613

Всі перехідні поверхні від корпуса до лопатей згладжені радіусними переходами. Профіль долота – середньопараболічний, в центрі долота сходяться дві лопаті, що утворюють внутрішній конус 20˚, для надійності його центрування на вибої. Калібрувальні вставки діаметром 12 мм розміщені в два ряди врівень з лопаттю. Для захисту корпусу від гідравлічного розмивання, після виготовлення торцева частина та лопаті наплавляються твердосплавними електродами марки Т-590. Твердість наплавленого метала – 57–63 HRC.

Долото ІНМ АП 215,9 С 613 (рис. 4) призначене для буріння порід середньої твердості і абразивності роторним або турбінним способом.

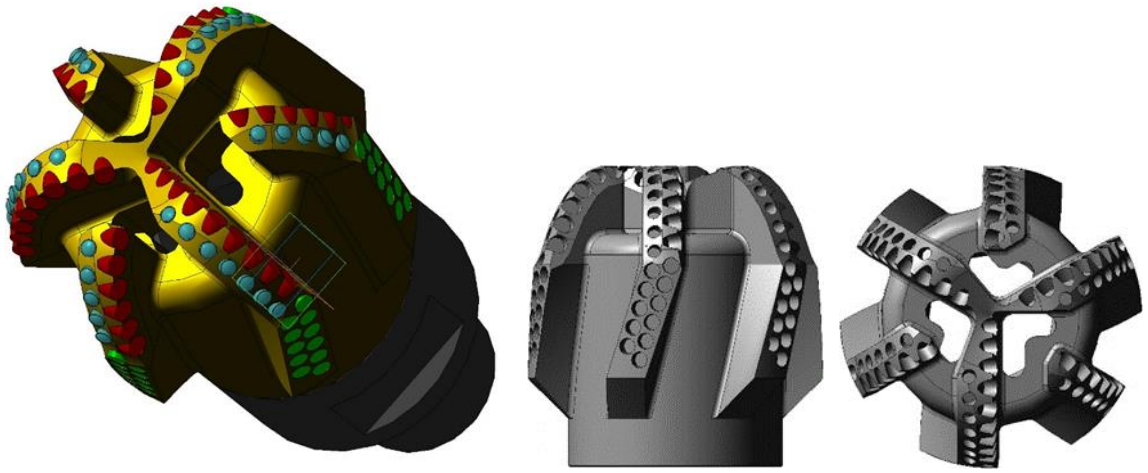


Рис. 4. Трехвимірна модель лопатевого суцільнофрезерованого долота ІНМ АП 215,9 С 613 та його корпус (вид спереду і зверху)

Має сталевий суцільно фрезерований 6-лопатевий корпус, оснащений 42 пластинами PDC діаметром 13,44 мм та висотою 10 мм, з рельєфною поверхнею розділу між алмазним шаром та державкою. Передній кут установки пластин 20˚. В проміжках між PDC по ходу різання встановлено підрізні вставки славутича діаметром 10 мм сферичної форми. Ці вставки додатково забезпечують захист долота від ударних навантажень. Вони обмежують вібрації, контролюють глибину різання і забезпечують плавне заглиблення долота в породу. Промивка долота здійснюється через фігурні пази в центральній частині долота. Гідравлічні розрахунки виконувались для бурового розчину густиною 1,2 г/см^3 при витраті 40 л/с, результати моделювання потоку рідини представлені на (рис. 3, *б*). Профіль долота середньопараболічний. Внутрішній конус 20˚ утворюють три лопаті, що сходяться в центрі. Калібрувальна частина лопатей виконана гвинтовою та оснащена двома рядами вставок славутича діаметром 12 мм, розміщених врівень. На переході від плеча долота до калібрувальної поверхні встановлені вставки славутича з підвищеною до 5 мм товщиною алмазного шару.

Розробка технології обробки суцільнофрезерованого долота

Технологічний етап виготовлення долота розпочинається з виготовлення корпуса. Циліндрична сталева заготовка із сталі марки 40Х свердлиться і в ній нарізається технологічна замкова різьба та проточується прилеглий торець, які будуть слугувати базою для усіх наступних операцій. Профіль долота та протилежний циліндричний поясок формується з однієї установки на токарному верстаті з ЧПУ моделі 16М30Ф3. Обробка виконується на різьбовій оправці з затисканням заготовки в прилеглий торець. Така схема базування забезпечує високу жорсткість в процесі обробки, в зв'язку з чим вдається досягти високої точності розмірів з відхиленнями не більше ±0,05мм.

Далі корпус з сформованим профілем встановлюється на різьбову оправку-супутник та фіксується на ній упором в прилеглий до різьби торець. Така схема базування (рис. 5) дозволяє фрезерувати, свердлити та нарізати різьби в корпусі долота з одного технологічного установа з усіх сторін. Комплексна обробка корпусу виконувалась на багатоцільовому 5-координатному верстаті МС-032 з системою ЧПУ Fanuc. Оскільки ця операція пов'язана з великою кількістю знімаємого матеріалу та є досить тривалою по часу, було використано стратегію високошвидкісного фрезерування на високих режимах. Так, для програмного чорнового фрезерування було використано корпусну кінцеву фрезу Ø25мм із змінними твердосплавними пластинами фірми Sandvik Coromant. Фреза пошарово знімала припуск з глибиною різання 0,5 мм, числом обертів 1900 об/хв, подачею 2500 мм/хв, під чистову обробку залишаючи припуск 0,2 мм. Чистове програмне фрезерування виконувалось кінцевою корпусною фрезою Ø16мм із змінними пластинами з кутом 90˚ по трьом координатам одночасно. Фреза працювала на наступних режимах: глибина різання 0,2 мм, число обертів 2500 об/хв, подача 1600 мм/хв. Отвори під пластини PDC, підрізні та калібруючі вставки виконувались

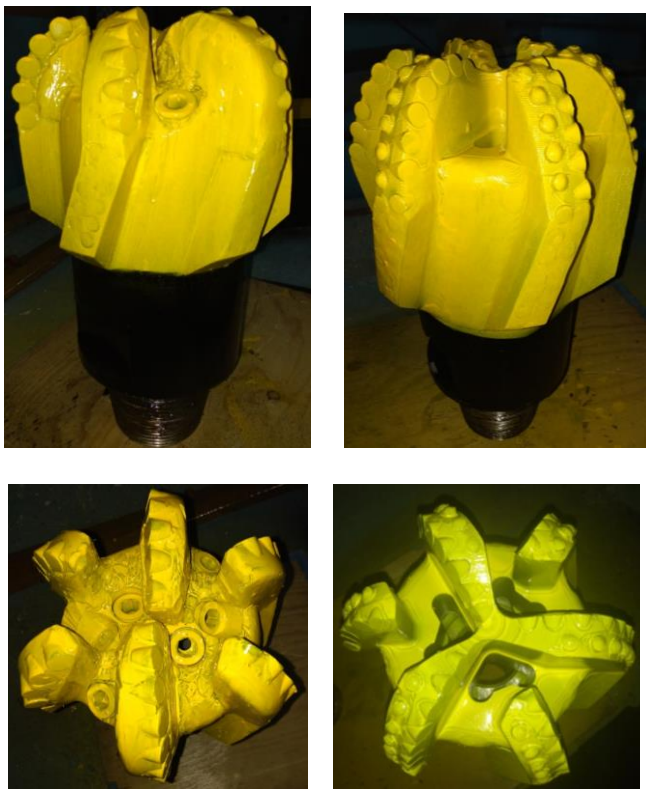


Рис. 5. Корпус долота після операції фрезерування, встановлений на спеціальній оправці-супутнику

цільнотвердосплавною фрезою діаметром 10 мм за стратегією спірального врізання. Дюймові різьби з кроком 14 ниток/дюйм та кутом профілю 55˚ під гідромоніторні насадки нарізалися програмним різьбофрезеруванням, фрезою із змінною пластиною.

В результаті було отримано корпуси високої точності та якості, час обробки двох представлених корпусів доліт сягав 12 годин для кожного.

Зміни технології відбулися і в існуючому процесі пайки долота [4, 5]. Пайка виконувалась на високочастотній установці ЛЗ-107 потужністю 100 кВт. Спочатку на припій ПрМЦФЖ 24-6-0,75 з використанням флюсу ПВ-209 (температура пайки 850˚С) паялися калібрувальні вставки. Отвори під пластини PDC для унеможливлення потрапляння залишків флюсу та припою гужоняться графітовими пробками, отвори під гідромоніторні вставки захищаються листовим азбестом. Другим етапом, збираються та паяються на припій Пср 40 з використанням флюсу марки Ф284 (температура пайки 620˚С) пластини PDC та підрізні вставки славутича. В такій послідовності пайки пластини PDC не перегріваються та зберігають свою стійкість та ріжучі властивості. Після операції пайки долото очищається дробоструменевою обробкою. Запаяні пластини та вставки перевіряються методом ультразвукового контролю на наявність дефектів і цілісність паяного з'єднання. У випадку виявлення дефектів пластин PDC чи вставок вони замінюються і контроль повторюється знову.



а *б*

Рис. 6. Долота PDC з цільнофрезерованим корпусом а – ІНМ АП 218М 616 РГ, б – ІНМ АП 215,9С 613

На завершальному етапі запаяний корпус згвинчується з перевідником та обварюється. Посилення зварного шва проточується врівень. Калібрувальна поверхня долота шліфується до проходження калібр-кільця алмазним шліфуванням.

Останньою операцією при виготовленні долота є нарізання замкової різьби на ніпелі перевідника. Долото встановлюється лопатями в розрізне кільце та затискається в патроні трубонарізного верстата. Нарізці передує виставлення радіального биття не більше 0,1 мм по пояску на корпусі долота.

Готове долото зачищається, маркується, фарбується, ніпель покривається консервувальним мастилом (рис. 6).

Висновки

1. Спроектовано два конструктивних варіанти суцільнофрезерованих доліт, оснащених пластинами PDC. Нова конструкція дозволяє виготовляти долото без окремого виготовлення лопатей та використання операції зварювання з її негативними наслідками.

2. Фрезерна обробка корпуса долота виконується з одного технологічного установа, що дозволяє отримувати виріб максимальної точності з необхідними допусками.

3. Розроблена та випробувана нова послідовність пайки різців PDC та вставок славутича, згідно якої спочатку запаюються калібрувальні вставки, а потім пластини PDC та підрізні вставки, що виключає повторний нагрів пластин та деградацію алмазного шару.

4. Встановлено, що вдосконалена технологія виготовлення доліт дозволяє отримувати готовий виріб в 3,5-5 разів швидше, ніж за стандартною технологією, що в свою чергу збільшить річний випуск та знизить собівартість виготовлення доліт.

D. Korostyshevskii, M. Bondarenko, V. Mechnik[1], I. Dzhanzakov, S. Buktybaeva[2]

[1]V. Bakul Institute for Superhard Materials of the National Academy of Sciences of Ukraine
[2]S. Utebayev Atyrau Oil and Gas University

DEVELOPMENT AND IMPLEMENTATION OF SOLID MILLED PDC BITS

The paper deals with the shortcomings of the existing welded structure and manufacturing technology of PDC bits. The design and technological preparation for the production of new solid milled bits using program-controlled equipment was carried out. It is proved that the manufacturing process is less labor-intensive and the bits are of higher quality.

Key words: *blade bit, PDC inserts, design, technology, control program..*

Література

1. Бондаренко Н.А., Жуковский А.Н., Мечник В.А. Основы создания алмазосодержащих композиционных материалов для породоразрушающих инструментов / ред. Н.В. Новиков. Киев: Институт сверхтвердых материалов им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2008. 456 с.
2. Бондаренко Н.А., Коростишевский Д.Л., Осипов А.С., Мечник В.А. Экспериментальное исследование и анализ эксплуатационных характеристик алмазно-твердосплавных пластин. *Наукові праці Донецького національного технічного університету. Сер. «Гірничо-геологічна»*. 2010. Вип. 11(161). С. 9–17.
3. Бондаренко М. О., Коростишевський Д. Л., Осіпов О. С. Методика оцінювання роботоздатності алмазно-твердосплавних пластин за дотичним напруженням на зріз. *Розвідка та розробка нафтових і газових родовищ*. 2008. № 3 – С. 55–58.
4. Бочковский А. М., Петрига П. В. Совершенствование технологии пайки бурового инструмента, оснащенного алмазно-твердосплавными пластинами. *Совершенствование техники и технологии бурения скважин*. Сб. науч. тр. К: АН Украины, 1993. С. 58–60.
5. Стефанив Б.В. Особености индукционной пайки алмазно-твердосплавных резцов с лопастью корпуса составного бурового долота. *Автоматическая сварка*. 2013. № 8. С. 50–54.

Надійшла 22.09.23

References

1. Bondarenko, N.A., Zhukovskii, A.N., & Mechnik, V.A. (2008). *Osnovy sozdaniia almazosoderzhashchikh kompozitsionnykh materialov dlia porodorazrushaiushchikh instrumentov [Fundamentals of creation of diamond-containing composite materials for rock-destroying tools]*. (N.V. Novikov, Ed.). Instytut sverkhtverdykh materialov im. V.N. Bakulia NAN Ukrainy [in Russian].
2. Bondarenko, N.A., Korostyshevskii, D.L., Osipov, A.S., & Mechnik V.A. (2010). Eksperimentalnoe issledovanie i analiz ekspluatatsionnykh kharakteristik almazno-tverdosplavnyh plastin [Experimental study and analysis of performance characteristics of

diamond-hard-alloy inserts]. *Naukovi praci Doneckogo nacionalnogo tehnichnogo universytetu. Ser. «Hirnycho-geolohichna» – Scientific papers of Donetsk National Technical University. Series "Mining and geological*", *11*(161), 9–17 [in Russian].

3. Bondarenko, N.A., Korostyshevskii D.L., Osipov, A.S., & Mechnik, V.A. (2008). Metodika otsiniuvannia robotozdatnosti almazno-tverdosplavnikh plastyn za dotychnym napruzhenniam na zriz [Methods for assessing the performance of diamond-carbide plates by tangential shear stress]. *Rozvidka ta rozrobka naftovykh i gazovykh rodovyshch – Exploration and development of oil and gas fields, 3,* 55–58 [in Ukrainian].
4. Bochkovskii, A. M., & Petriha, P. V. (1993). Sovershenstvovanie tehnolohii paiki burovoho instrumenta, osnaschennoho almazno-tverdosplavnymi plastinami. [Improvement of soldering technology of drilling tools equipped with diamond-hard-alloyed inserts]. *Sovershenstvovanie tekhniki i tekhnolohii bureniia skvazhin – Improvement of well drilling techniques and technology*. (p. 58–60). AN Ukrainy [in Russian].
5. Stefaniv, B.V. (2013). Osobennosti induktsionnoi paiki almazno-tverdosplavnykh reztsov s lopastiu korpusa sostavnoho burovoho dolota [Peculiarities of induction brazing of diamond-hard-alloy cutters with the blade of a compound drill bit housing]. *Avtomaticheskaia svarka – Automatic welding, 8,* 50–54 [in Russian].

УДК 622.23.05 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-33-39

М.Є. Чернова, член кор. УНГА, д-р техн. наук[1]; **Я.В. Кунцяк,** д-р техн. наук[2]

[1]Івано-Франківський державний технічний університет нафти і газу, кафедра загальної та прикладної фізики, Карпатська 15, 76000 Івано-Франківськ, Україна, e-mail: miracherri1@gmail.com
[2]НДІКБ бурового інструменту, пр. Палладіна 44, 03680 Київ, Україна, e-mail: 3312833@ukr.net

КОНСТРУКТИВНІ ОСОБЛИВОСТІ РІЗЬБОВИХ З`ЄДНАНЬ ОБСАДНИХ КОЛОН

Пошкодження обсадних колон є одним з найбільш серйозних випадків аварій за умов будівництва та експлуатації нафтогазових свердловин. На ліквідацію таких аварій затрачаються значні кошти, що складають майже 35% від вартості будівництва свердловини. До основних видів пошкоджень належить порушення герметичності цих колон. На сьогодні це є 25% від усіх можливих аварій, що стаються з обсадними колонами. Застосування малоефективних герметизуючих мастил, а також відсутність за контролем крутного моменту згвинчування обсадних труб є основними причинами порушення герметичності різьбових з'єднань згаданих конструкцій. Наведено аналіз впливу конструктивних параметрів на витривалість і герметичність різьбових з'єднань бурових, обсадних та насосно-компресорних труб. Науково обґрунтовано пружно-деформований стан з'єднання труб зі вставним витком. Розглядається один зі шляхів розроблення конструкції надгерметичних з'єднань тонкостінних труб зі вставним витком. Наведено суть аналітичних досліджень стосовно герметичності конструкції для високих значень тиску й температури. Визначено ймовірність оптимальних параметрів таких конструкцій.

***Ключові слова**: витривалість, з'єднання, герметичність, обсадна колона.*

Задля забезпечення України енергоносіями, які так необхідні нашій державі у часи відбудови та відновлення економічного потенціалу, особливо у повоєнний час, є важливо-необхідним підвищення рівня видобування вуглеводневої сировини, що, у свою чергу, вимагає

збільшення об'ємів бурових робіт та підвищення якості кріплення й довговічності нафтогазових свердловин.

З огляду на це, особливої уваги потребує проблема забезпечення стійкості обсадної колони під час кріплення пластичних порід (зокрема соленосних відкладів), що присутні на родовищах Дніпрово-Донецької западини. Головною особливістю буріння та кріплення в цих умовах є присутність хемогенних відкладів нижньої пермі, що мають дуже агресивні, різні за товщиною прошарки бішофітних відкладів, які в основному й є причиною ускладнень, що відбуваються під час бурінні та експлуатації свердловин.

Відомо, що одним з найбільш поширених видів пошкоджень обсадних колон є втрата герметичності їх різьбових з'єднань. Герметичність різьбових з'єднань труб забезпечує їх непроникність за умов навантажень надлишковим тиском рідини чи газу.

Обсадні труби нафтового сортаменту у відповідності до ГОСТ 632-80 (яким компанії користуються й донині) виготовляються з різьбою трикутного і трапецеїдального профілю. Трубопрокатними заводами країни значний відсоток продукції випускається з різьбою трикутного профілю (ОТТМ), яка є негерметичною (так званого безупорного типу), а існуючі ущільнюючі мастила і герметики у своїй більшості не забезпечують герметичності таких з'єднань.

Зазори в різьбі являють собою гвинтові канали і носять назву конструктивних зазорів задля забезпечення задовільного процесу згвинчування і розгвинчування різьбових з'єднань. Розміри конструктивних зазорів у багато разів перевищують висоту виступів на бокових гранях витків різьби, яка визначається чистотою поверхні. Окрім конструктивних зазорів, у довільному різьбовому з'єднанні є зазори технологічного характеру, що визначаються відхиленням параметрів різьби від номінальних, які виникають під час виготовлення, але не виходять за межі технічних умов (ТУ), що перекликаються з ГОСТ 632-80. Конструктивні та технологічні зазори спричинюють негерметичність різьбових з'єднань обсадних труб. Отже, при нарізанні різьб необхідно підвищувати точність виготовлення, а при проектуванні їх конструкцій закладати мінімальні припуски на відхилення від оптимальних значень їх геометричних параметрів.

Оскільки всі труби нафтового сортаменту з'єднуються конічними різьбами, дослідимо зміну кута підіймання витка конічної різьби. Для стандартних параметрів конічної гвинтової лінії, яку отримуємо на розгортці витка, за умов переміщення довільної матеріальної точки М (x, y, z) вздовж твірної такої гвинтової лінії, навколо вісі різьби на кут 2π, та переміститься вздовж вісі на величину рівну кроку різьби *S*. Розгортку гвинтової лінії легко відтворити візуально.

Враховуючи, що кут піднімання гвинтової лінії не змінюється і довільна на конусі лінія АВ є прямою, маємо залежність для визначення кута «φ» піднімання гвинтової лінії:

$$\varphi = arctg\frac{S}{\pi \cdot d}; \qquad (1)$$

тут *S* – крок різьби; *d* – її діаметр.

Однак, ця залежність задовольняє лише циліндричні різьби, бо в конічних різьбах діаметр змінюється і розгортка має криволінійну форму (опуклу).

Під час проєктування конічних різьб та за умов визначення геометричних параметрів у співвідношенні (1) під величиною *d* розуміють середній діаметр витка різьби, а під φ – середнє значення кута його підіймання за виток. Формула (1) призводить до значних похибок у випадку малого діаметру, великого кроку і значної конусності різьби.

Тому наявна спроба вивести рівняння конічної гвинтової лінії, базуючись на основах елементів векторного аналізу, використовуючи обраний деякий параметр ψ як кут повороту навколо вісі OZ, обравши параметр *S* як крок різьби, α – кут нахилу вектора $\vec{r}$ - твірна від початку координат від вісі OZ (S і α = const).

Вважалося, що довільна точка *M*(*x, y, z*), що належить лінії на твірній конічної гвинтової лінії, може мати таке параметричне рівняння лінії:

$$\begin{cases} x = \dfrac{s \cdot tg\alpha}{2\pi}\psi\cos\psi; \\ y = \dfrac{S \cdot tg\alpha}{2\pi}\psi\sin\psi; \\ z = \dfrac{S \cdot \psi}{2\pi}; \end{cases} \quad (2)$$

Якщо запишемо вектор-функцію $\vec{r}$ (t), годографом якої є сама гвинтова лінія, співвідношенням:

$$\vec{r}(t) = \frac{S \cdot tg\alpha}{2\pi}\psi\cos\psi \cdot \vec{i} + \frac{S \cdot tg\alpha}{2\pi}\psi\sin\psi \cdot \vec{j} + \frac{S \cdot \psi}{2\pi}\vec{k}; \quad (3)$$

та візьмемо похідну по часу, то отримаємо:

$$\frac{d\vec{r}}{dt} = \frac{S \cdot tg\alpha}{2\pi}(\cos\psi - \psi\sin\psi)\vec{i} + \frac{S \cdot tg\alpha}{2\pi}(\sin\psi + \psi\cos\psi)\vec{j} + \frac{S}{2\pi}\vec{k}; \quad (4)$$

Кут нахилу вектора $\dfrac{d\vec{r}}{dt}$ до вісі OZ виражаємо співвідношенням:

$$\cos\gamma = \frac{\dfrac{dz}{dt}}{\sqrt{\left(\dfrac{dx}{dt}\right)^2 + \left(\dfrac{dy}{dt}\right)^2 + \left(\dfrac{dz}{dt}\right)^2}}; \quad (5)$$

Підставлення (5) у (4) дає вираз:

$$\cos\gamma = \frac{S}{2\pi\sqrt{\dfrac{S^2}{4\pi^2}tg^2\alpha(\cos\psi - \psi\sin\psi)^2 + \dfrac{S^2}{4\pi^2}tg^2\alpha(\sin\psi + \psi\cos\psi)^2 + \dfrac{S^2}{4\pi^2}}} =$$

$$= \frac{1}{\sqrt{\dfrac{1}{\cos^2\alpha} + tg^2\alpha \cdot \psi^2}};$$

Якщо переписати цю залежність так, щоб вона містила лише стандартизовані величини, а також враховуючи, що $\cos\gamma = \cos(90^\circ - \varphi) - \sin\varphi$, то отримаємо:

$$\sin\varphi = \frac{1}{\sqrt{\dfrac{\pi^2 d^2}{S^2} + \dfrac{1}{\cos^2\alpha}}}; \quad (6)$$

Відповідно, кут підіймання гвинтової лінії опишеться співвідношенням:

$$\varphi = \arcsin\frac{1}{\sqrt{\dfrac{\pi^2 d^2}{S^2} + \dfrac{1}{\cos^2\alpha}}}; \quad (7)$$

Слід враховувати, що для циліндричних різьб $\angle\alpha = 0$, тоді

$$\sin\varphi_\varphi = \frac{1}{\sqrt{\dfrac{\pi^2 d^2}{S^2} + 1}}; \quad (8)$$

Відмінність співвідношення (7) для визначення кута підіймання витка різьби полягає у тому, що окрім геометричних параметрів діаметра *d* та кроку різьби *S*, враховується ще й

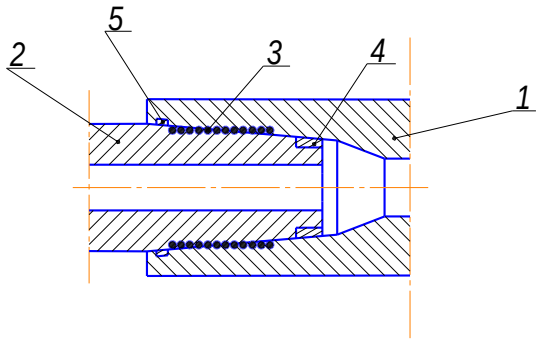
конусність різьби. Застосування отриманого співвідношення дозволяє уточнити розрахунки геометричних параметрів конічних різьб.

З метою підвищення експлуатаційних характеристик обсадних та насосно-компресорних труб під час роботи за умови високих параметрів тиску й температури, а також дії агресивних флюїдів, розроблено конструкції муфтових різьбових з'єднань із вставним спіралевидним елементом [1, 2].

Схема муфтового різьбового з'єднання із вставним елементом наведена на рис. 1. Таке різьбове з'єднання складається з муфти 1 та ніпеля 2. На внутрішній конічній поверхні муфти виконано спіралевидне заглиблення (позиція 3), на зовнішній конічній поверхні ніпеля виконано також спіралевидне заглиблення. У порожнині, що утворена конічними спіралевидними заглибленнями муфти та ніпеля, розміщується вставний конічний спіралевидний елемент, довжина котрого є на 1 виток коротшою за довжину спіралевидних заглиблень муфти й ніпеля. З обох боків спіралевидних заглиблень зроблено так звані стабілізуючі ділянки, що є на внутрішній конічній поверхні муфти та на зовнішній конічній поверхні ніпеля.

Задля підвищення герметичності з'єднання вставний спіралевидний елемент рекомендовано виготовляти із матеріалу, коефіцієнт об'ємного температурного розширення котрого є більшим, аніж у матеріалу муфти та ніпеля. За фізико-механічними властивостями для такої конструкції найбільше підходить бронза марок ОСУ-555 чи БР-ОФ7-02 або БР ОСУ4-4-2,5, так як ці модифікації відзначаються найбільшим коефіцієнтом плинності $\sigma_{0,2}$.

Конічні спіралевидні заглиблення робляться на взаємодіючих конічних поверхнях муфти та ніпеля з конусністю, що є менша за базову на величину відношення діаметра поперечного перерізу вставного спіралевидного елементу до довжини конічної поверхні муфти, чи ніпелю зі спіралевидним заглибленням. Крок спіралевидних заглиблень береться залежно від типорозміру та має межі 1,5–2,5 діаметри від поперечного перерізу вставного спіралевидного елементу.



Схематичне зображення різьбового з'єднання зі вставним спіралевидним елементом

За умови згвинчування такого з'єднання здійснюється припасування вставного спіралевидного елементу у різьбові спіралевидні заглиблення ніпеля та муфти. Разом з тим, через те, що вищенаведені модифікації бронзи у парі зі сталлю відзначаються меншим коефіцієнтом тертя у порівнянні з парою сталь-сталь, на 50%, виникає покращене припрацювання різьби за умови згвинчування-розгвинчування з'єднання.

Задля багаторазового згвинчування-розгвинчування та задля зменшення крутного моменту, кінці спіралевидного елементу фіксуються на краю гвинтового заглиблення торця муфти у спеціальному заглибленні (рисунок, позиція 5).

Оскільки зі збільшенням глибини бурової свердловини температура середовища зростає, то через те, що матеріал вставного спіралевидного елементу має більший коефіцієнт температурного розширення, аніж матеріал ніпеля та муфти, у радіальному напрямку такого різьбового з'єднання виникають додаткові контактні тиски, що тим самим спричинює його достатньо високу герметичність. Таким чином, підвищення температури середовища сприяє видовженню вставного спіралевидного елементу в різьбовому з'єднанні зазначеної конструкції, і так виникає ущільнення порожнин гвинтоподібного заглиблення у з'єднанні.

Отже, герметичність такого з'єднання залежить від точності його виготовлення, чистоти поверхні, фізико-механічних властивостей матеріалу з'єднання, величини крутного

моменту згвинчування, а незначні відхилення від оптимальних значень параметрів елементів різьбового з'єднання спричиняють його негерметичність.

Задля усунення такої ситуації, тобто задля підвищення експлуатаційних характеристик такого типу з'єднання, нами пропонується на стабілізуючій конічній ділянці ніпеля у з'єднанні проводити кільцеве циліндричне проточування (рисунок, позиція 4), куди з додатнім діаметральним натягом встановлюється полімерний герметизуючий елемент [3]. Зовнішній діаметр герметизуючого елементу та його конусність контролюється калібром-кільцем; це забезпечить центрування конічних стабілізуючих ділянок ніпеля та муфти з'єднання з додатнім діаметральним натягом. Через це відбудеться деформація герметизуючого полімерного елементу в кільцевому проточеному полі ніпеля та муфти, що описується теорією тонкостінкових кілець.

Переміщення «*w*» середини полімерного кільця під дією тиску «*P*» без краєвих ефектів описується співвідношенням:

$$w = \frac{P}{4\beta^4 D}; \tag{9}$$

тут β – коефіцієнт згасання деформацій, мм$^{-1}$; D – коефіцієнт жорсткості матеріалу на згин, Н/мм.

Коефіцієнт жорсткості герметизуючого елементу визначається співвідношенням:

$$J = \frac{E \cdot h}{R^2}; \tag{10}$$

тут E – модуль пружності матеріалу, МПа; h – товщина стінки герметизуючого елементу в її серединній частині, мм; R – зовнішній радіус циліндричної поверхні герметизуючого елементу, мм.

Радіальні переміщення герметизуючого елементу, зокрема стінок його внутрішньої поверхні, тобто закон $w = w(x)$ у довільному перерізі пружного тонкостінного кільця, описуються співвідношенням четвертого порядку, а саме:

$$\frac{d^2}{dx^2}\left(D\frac{d^2w}{dx^2}\right) + jw = \Delta P(x); \tag{11}$$

тут $\Delta P(x)$ – різниця внутрішнього та зовнішнього тисків поверхні кільця, що діють перпендикулярно до напрямку серединної поверхні.

Враховуючи те, що герметизуючий елемент має двоконічну форму, а внутрішній тиск, що діє у ніпелі та муфті різьбового з'єднання обсадної колони, є однаковим, то результатом математичних операцій з експериментальними даними для співвідношень (10) та (11) буде співвідношення першого порядку, зокрема:

$$w = \frac{P_{вн} \cdot R^2}{E \cdot h}. \tag{12}$$

З цього робимо важливий висновок про те, що пружно-деформований стан обидвох конічних поверхонь герметизуючого елементу визначається величиною радіального натягу. Зі збільшенням температури свердловини значний вплив на виникнення так званих додаткових контактних тисків у стабілізуючій ділянці муфти різьбового з'єднання обсадної колони має температурне радіальне розширення конічних поверхонь герметизуючого елементу. Це, у свою чергу, спричинює пружну деформацію самого елементу герметизації та зміну його радіусу на величину:

$$w_R = (\alpha_1 - \alpha_2)TR; \tag{13}$$

тут α_1 – температурний коефіцієнт об'ємного розширення полімерного матеріалу герметизуючого елементу, K^{-1};
α_2 – температурний коефіцієнт об'ємного розширення матеріалу різьбового з'єднання обсадної колони, $К^{-1}$; T – температура середовища, К; R – радіус герметизуючого елементу у місці деформації, мм.

Додаткові контактні тиски, що спричиняють деформацію герметизуючого елементу, описуються рівністю:

$$P_K = \frac{E \cdot h}{R}(\alpha_1 - \alpha_2)T. \tag{14}$$

Тож діючий тиск на герметизуючий полімерний елемент, що деформує його, має вираз:

$$P = \frac{P_{вн} - R^2}{E \cdot h} + \frac{E \cdot h}{R}(\alpha_1 - \alpha_2)T. \tag{15}$$

Це надає запевнення у тому, що значна різниця у величинах коефіцієнтів температурного об'ємного розширення матеріалу з'єднання обсадної колони та герметизуючого елементу є причиною підвищення контактного тиску в межах вузла герметизації, що, у свою чергу, значно підвищує його герметичність.

Герметизуючий елемент рекомендовано конструювати з полімерів типу фторвуглеводень, зокрема марки Ф4М [3], оскільки молекулярна будова таких полімерів задовольняє певні фізико-механічні характеристики з'єднання.

Промислові дослідження довели ефективність такого вузла герметизації обсадної колони.

Висновки

Аналіз конструктивних особливостей різьбових з'єднань обсадної колони призвів до забезпечення шляху вдосконалення технології зміцнення таких різьб.

Таким чином доведено 100% герметизацію різьбового з'єднання обсадної колони в умовах експлуатації за високих температур та тисків.

Експериментальні дослідження довели повну герметичність такого різьбового з'єднання у достатньо широкому інтервалі температур, а багаторазове згвинчування-розгвинчування за наявності фторопластового герметизуючого елементу на ніпелі покращує припрацювання різьби та запобігає в ній появи задирань та заїдань.

Задля застосування такого вузла герметизації в експлуатаційних умовах нами напрацьовано інструктивний матеріал. Також отримано патент на це розроблення. На перспективу є думка про те, що конструкція такої герметизації достатньо проста і надійна, тому вдосконалення не потребує.

M. Chernova[1], Ya. Kuntsiak[2]

[1]Ivano-Frankivsk National Technical University of Oil and Gas
[2]JSC "Research and Design Company for Drilling Equipment

DESIGN FEATURES OF THREADED CONNECTIONS OF CASING COLUMNS

Casing damage is one of the most serious accidents in the construction and operation of oil and gas wells. Considerable funds are spent on the elimination of such accidents, which make up almost 35% of the cost of well construction. The main types of damage include the breach of the tightness of these columns. Today, this is 25% of all possible casing accidents. The use of ineffective sealing lubricants, as well as the lack

of control of the casing pipe screwing torque, are the main reasons for the breach of the tightness of the threaded joints of the mentioned structures. An analysis of the influence of design parameters on the durability and tightness of threaded connections of drilling, casing and pump-compressor pipes is presented. The elastic-deformed state of the connection of pipes with an inserted turn has been scientifically substantiated. One of the ways of developing the design of ultra-hermetic connections of thin-walled pipes with an inserted turn is considered. The essence of analytical studies on the tightness of the structure for high values of pressure and temperature is given. The probability of optimal parameters of such structures is determined.

***Key words**: endurance, connection, tightness, casing.*

Література

1. Резьбовое соединение тонкостенных бурильных труб; пат. 1830409 Росія. Е 21В17/042 № 488116/03 заявл. 02.04.90; опубл.30.07.93. Бюл. № 28.
2. Резьбовое соединение бурильных труб: пат. RU181276U1 E21B17/042 F16L 15/001. №2018113817; заявл.16.04.2018; опубл. 09.07.2018, Бюл. № 19. 8 с.
3. Різьбове з'єднання обсадних та насосно-компресорних труб: пат. 57111 Україна: Е21В 17/02 Е21В 17/042. №u201009211; заявл. 22.07.2010; опубл. 10.02.2011, бюл. № 3. 4 с.

Надійшла 27.09.23

References

1. Chernov, B.O., Krizhanivski, Ye. I., Dovzhok, Ye. M., Khoma, D.I., Chernov, M.O. (1990). Patent of Russia. №488116/03. E21B17/042. Rezbovoye soyedineniye tonkostennyh burilnyh tryb [Threaded connection of thin-walled drill pipes] (Patent in USSR № 488116/03).
2. Zharennikov, B. S., Purtov, S. L., Kurnev, Ye. M., Dolgih, S. N., Popov, A.Yu. (2018). *Patent of Russia №2018113817 E21B17/042 F16L 15/001. Rezbovoye soyedineniye burilnyh tryb* [*Drill Pipe Threaded Connection*] (Patent in Russia № 2018113817).
3. Chernova, M. Ye., Yavorskiy, V. M., Chernov, B. O., Chernov, V. B. (2011) Patent of Ukraine №57111. МПК Е21В 17/02 Е21В 17/042. Rizbove zyednannia obsadnyh ta nasosno-kompresornyh trub [Threaded connection of casing and pump-compressor pipes] (Patent Ukraine №57111).

УДК 622.243.95 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-39-49

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

ВИЗНАЧЕННЯ ЗМІСТУ ОКРЕМИХ СКЛАДОВИХ ТЕХНОЛОГІЧНОГО ПРОЦЕСУ ГІДРОМЕХАНІЧНОГО БУРІННЯ СВЕРДЛОВИН

В роботі виконано деталізоване аналітичне, лабораторне та стендове вивчення головних закономірностей процесів руйнування гірського масиву під впливом різних факторів, а також пошук шляхів ефективного функціонування інноваційних пристроїв комплексного гідромеханічного буріння в гірських породах, які відрізняться за основними показниками фізико-механічних властивостей із наступною розробкою на основі отриманих даних раціонального техніко-технологічного регламенту спорудження свердловин різних груп приналежності із високими організаційно-економічними показниками.

Визначення основних технологічних особливостей вибійних руйнівних процесів, реалізованих при застосуванні пристроїв комбінованого гідромеханічного буріння, виконано за додержання

методик аналітичного аналізу й експериментальних досліджень, а також шляхом залучення до процесів вивчення окремих прийомів математичного і фізичного моделювання, методик теоретичної обробки й інтерпретації результатів досліджень

Вивчено основні особливості нині застосовуваних, здебільшого механічних, способів буріння свердловин. Визначено переваги гідромеханічного способу буріння з позицій суттєвої інтенсифікації вибійних процесів руйнування гірського масиву за рахунок створення розвиненої системи тріщин в породах. Визначено спільні риси циклу формування різних частин вибою свердловини при застосуванні проєктованих пристроїв. Переконливо доказано, що результати руйнівних процесів (об'єм лунки руйнування), знаходяться в залежності від таких аргументів, як інтенсивність прикладення навантаження, тобто швидкість руху куль, та їх кількість. Доведено існування фактору можливості і обґрунтованої необхідності застосування поверхнево-активних речовин в якості основних активаторів деформаційних взаємодій в парі «породоруйнівна куля - гірський масив», проте означене потребує раціонального підбору хімічних компонентів середовища руйнування.

Представлені до обговорення результати аналітичних й лабораторно-стендових досліджень є підґрунтям для розробки конструктивних і методичних основ реалізації базових принципів гідромеханічного буріння; вони з успіхом можуть бути використанні при адаптації інших способів буріння до конкретних свердловинних умов.

Ключові слова: *гідромеханічне буріння, свердловина, вибій, дисперсійне середовище, гірська порода, адсорбція, поверхнево-активна речовина, породоруйнівна куля, деформація, очисний агент.*

Вступ

Розвинена промисловість потребує для свого сталого функціонування наявності джерел енергії та сировинних компонентів, абсолютна більшість яких знаходиться в земних надрах на віддалених горизонтах [1].

Відомо, що здійснення будь-яких робіт, які тим або іншим чином пов'язані із пошуком, розвідкою та розробкою різноманітних родовищ корисних копалин в обов'язковому порядку супроводжується застосуванням свердловинних технологій. Позначене свідчить про те, що існує потреба в спорудженні великої кількості свердловин (шляхом застосування операцій буріння), цілком очевидно, різної глибини та таких, що розташовані в товщі гірських порід із значним коливанням механічних властивостей [2].

Слід зазначити наступне: механічні властивості гірських порід характеризуються поведінкою останніх при впливі на них зовнішніх сил різного походження та інтенсивності. Щодо особливостей самого циклу отримання свердловин, то він супроводжується руйнуванням гірських порід при застосуванні, здебільшого, механічного впливу (не виключаючи інших). Однак аналіз процесів буріння свердловин доводить, що швидкість їх поглиблення в гірському масиві не є достатньою для того, щоб можна було вести розмову про досягнення гранично високих техніко-економічних показників. Зробимо акцент на важливому положенні: поглиблення свердловини – це комплекс операцій, який складається, безпосередньо з руйнування гірської породи на вибої означеної специфічної гірської виробки (круглого перерізу та малого, порівняно з довжиною, діаметру), очищення вибою та стовбура останньої від зруйнованої породи (продуктів руйнування у вигляді бурового шламу), подавання бурового інструменту на вибій із певним зусиллям. Інтенсифікація руйнування – за буріння свердловин – дозволить, до прикладу, пришвидшити проходження необхідного інтервалу стовбура свердловини, який потребує свого закріплення (через поглинання, прояви, нестійкість тощо), та тим самим уникнути невиправданих витрат на дотримання параметрів гідравлічної програми промивання означеної гірської виробки [3].

Пошук шляхів удосконалення процесів дезінтеграції гірських порід повинен в обов'язковому порядку ґрунтуватися на детальному аналізі елементарного акту взаємодії ініціатора руйнування (будь-якого фізичного походження та втілення) із об'єктом впливу.

Технологія буріння повинна бути спроєктована таким чином, щоб механізм реалізації вибійних процесів, циркуляційна ланка свердловини, привод бурової установки сприяли збільшенню ефективності та економічності руйнування порід вибою [4].

Робіт, що присвячені розгляду окремих операцій складного процесу спорудження свердловин, існує достатня кількість [5], проте всі вони можуть бути класифіковані за певним напрямком раціоналізації та метою, що досягається. Вказане в повній мірі відноситься і до механізму руйнування гірського масиву. Його особливості, згідно з уявленнями дослідників та взятими до аналізу фактичними даними [6], будуть, підкреслимо – укрупнено, визначатися фізико-механічними властивостями гірських порід (до них відносять механічну міцність, пружність, пластичність, крихкість, твердість, абразивність, щільність, пористість, стійкість тощо); способом активної взаємодії із об'єктом впливу – гірським масивом, який супроводжується застосуванням відповідних технічних засобів та інструменту; режимно-технологічними параметрами вибійних руйнівних процесів (їх суть та номенклатура повністю залежать від прийнятого до реалізації методу дезінтеграції породного масиву).

Виходячи з ключових позицій циклу руйнування гірського масиву та основних відомостей про нього [7], можемо зазначити, що фізико-механічні властивості гірських порід в окремих аспектах можуть бути піддані цілеспрямованому регулюванню з метою зниження опору руйнуванню (це не єдиний можливий варіант рішення, але в даному ракурсі він виступає головним завданням); досягається вказане за рахунок скерованого регулювання властивостей промивальних рідин, в циркуляційному середовищі яких, власне, і відбувається кожний елементарний акт руйнівного процесу.

Щодо особливостей застосовуваних нині способів буріння [8], то їх можна умовно поділити на механічні (здійснювані за допомогою спеціального, стаціонарно розташованого в привибійній зоні свердловини, породоруйнівного інструменту, у вигляді бурових доліт та коронок певного конструктивного виконання, із озброєнням типу твердого сплаву або алмазів різного походження і адаптації до застосовування) та немеханічні (в даному випадку це так звані фізичні, а саме: термічні, вибухові, гідравлічні, електрофізичні та комплексні, що допускають можливість застосування сучасних досягнень, наприклад, хімічних наук), які знаходяться на стадії промислового застосування, лабораторного вивчення або аналітичних досліджень. Зазначимо тут, що чисто обертальний метод буріння, як і його модифікації, є найбільш розповсюдженим; більшість робіт виконується саме за допомогою цього виду буріння, але це не є підставою вважати його найбільш досконалим [9].

Вивчення матеріалів лабораторно-стендових робіт [10], присвячених безпосередньо дослідженню акту руйнування гірських порід, доводе, що удосконалення процесів формування вибою свердловини в гірському масиві може відбуватися на підставі суттєвої трансформації протікання відповідного циклу в напрямку зростання інтенсивності деформаційного впливу, комбінування різнорідних полів активної дії на об'єкт обробки.

Розглядаючи можливість удосконалення будь-яких технологічних процесів [11], до числа останніх цілком обґрунтовано належить також і буровий, необхідно констатувати, що це здійсненним є лише за умов вивчення всіх його складових в логічній взаємодії та залежності. Оскільки в основу сформульованих підходів покладено необхідність раціоналізації акту руйнування гірських порід, до уваги слід прийняти: відбиток властивостей гірського масиву на закономірності розвитку в ньому руйнівних деформацій; явища фізико-хімічної взаємодії циркуляційного середовища, у вигляді промивальної рідини, на механізм відділення та транспортування на поверхню продуктів руйнування гірських порід (бурового шламу), а також механізм взаємно-обумовлюючого впливу породоруйнівного вузлу та породного вибою.

Складність поставленого завдання є очевидною, позаяк безпосереднє вивчення акту руйнування гірського масиву, на вибої споруджуваної свердловини, майже нездійсненне. Викладена обставина суттєво обмежує можливості щодо визначення якісної та кількісної сторін реальних руйнівних процесів та значно ускладнює перевірку адекватності відповідних

теоретичних положень. З огляду на викладене, не потребує жодних доказів те, що тільки на підставі комплексного дослідження багатогранних чинників процесів руйнування гірських порід можлива побудова реальної картини відповідних вибійних процесів та супроводжуючих їх явищ [12].

На даний час існує украй необхідна потреба в розробці інноваційних підходів до вирішення проблематики збільшення продуктивності циклу буріння свердловин різного призначення. Це може розглядатися як підвищення швидкостей поглиблення, а може і виступати чинником скорочення витрат на інструмент, обладнання, енергетичні компоненти, оскільки перелічене становить досить велику частку від загальної кінцевої вартості спорудження свердловин, особливо в складних геологічних та гірничотехнічних умовах [13].

Вивчення основних властивостей та характеру поведінки гірських порід відносно до необхідності розробки прийомів їх ефективного руйнування є обов'язковим елементом наступного вдосконалення підходів до вибору прийнятного способу дезінтеграції гірського масиву, його техніко-технологічного супроводження; за вказаного з'явиться реальна можливість отримання вихідних розрахункових і обмежуючих даних для обґрунтування раціональних критеріїв впливу на хід на направленість вибійних процесів [14].

В означених умовах кардинально важливо сформулювати гранично точний алгоритм пошуку корисних рішень, оскільки вони тільки в своєму взаємозв'язку дозволять досягти необхідних результатів.

Мета статті полягає в деталізованому аналітичному, лабораторному та стендовому вивченні головних закономірностей процесів руйнування гірського масиву під впливом різних факторів, а також пошуку шляхів ефективного функціонування інноваційних пристроїв комплексного гідромеханічного буріння в гірських породах, які відрізняються за основними показниками фізико-механічних властивостей, із наступною розробкою на основі отриманих даних раціонального техніко-технологічного регламенту спорудження свердловин різних груп приналежності із високими організаційно-економічними показниками.

Обґрунтування вживання і опис вибраної автором методики

Визначення основних технологічних особливостей вибійних руйнівних процесів, реалізованих при застосуванні пристроїв комбінованого гідромеханічного буріння, виконано за додержання методик аналітичного аналізу й експериментальних досліджень, а також шляхом залучення до процесів вивчення окремих прийомів математичного й фізичного моделювання, методик теоретичної обробки й інтерпретації результатів досліджень у середовищі SOLIDWORKS, STATGRAPHICS, MATHCAD, відповідних контрольно-вимірювальних приладів, інструментарію й матеріалів [11, 15].

Вибійні процеси моделювалось на спеціальній стендовій установці, обладнаній контрольно-вимірювальними приладами й пристроями (зокрема: витратомір, манометр, тахометр, координатник, підшипниковий вузол позиціонування, механізм подавання).

Результати процесу руйнування гірського масиву ударами куль контролювалися за допомогою електронного штангенциркулю з глибиноміром (глибина лунки руйнування). Об'єм лунки руйнування визначався шляхом заповнення її пластиліном або парафіном.

Поверхневий натяг промивальної рідини визначався сталагмометричним методом, що ґрунтується на залежності кількості крапель, утворених з об'єму сталагмометра, від поверхневого натягу рідини.

Результати дослідження

Предметно визначено, що з ряду найбільш вагомих операцій циклу спорудження свердловин, особливої уваги заслуговує етап формування стовбуру вказаної виробки в

гірському масиві, а саме руйнування породи за допомогою застосування певного виду, наприклад механічного, впливу [6].

Саме операція руйнування гірської породи має досить великий апарат можливостей свого корінного вдосконалення; тут важливо визначитися з принципами підходів до означеного. Складність пошуку ефективних (та вкрай насущних для сучасного етапу розвитку техніки і технології буріння) рішень щодо розробки досконалих прийомів та методів руйнування гірського масиву полягає, серед іншого, у відомих труднощах прямого вивчення свердловинних дезінтеграційних процесів. На даний час не існує жодного достатньо точного інструментарію контролю розвитку миттєвих та інтегральних процесів акту руйнування гірського масиву в реальних умовах буріння свердловин. На допомогу тут може прийти лабораторне вивчення всього процесу руйнування гірських порід, або його окремих етапів, на спеціально сконструйованих стендах із відповідним методологічним супроводженням; такий підхід дозволяє уникнути більшості перепон, що виникають за досліджень та інтерпретації реальних свердловинних умов руйнування. Проте, як відомо, моделювання в цілому, та свердловинних умов зокрема, на лабораторному стенді також передбачає наявність деякого спрощення та прийняття спеціальних обмежень. З певною вірогідністю можна імітувати лише роботу вибійної компоновки бурового снаряда, без впливу на неї всієї бурильної колони. Додає складнощів і деяка невідповідність фізико-механічних властивостей досліджуваних стендових блоків гірських порід їх природному стану в товщі геологічного розрізу. При цьому стендові дослідження дозволяють досить предметно моделювати роботу озброєння механічного породоруйнівного інструменту у вигляді кожного окремого індентора, занурюваного в гірську породу. Суттєві можливості відкриває аналітичний метод вивчення процесів руйнування, що в деякому наближенні дозволяє розкрити ті їх сторони, які недоступні для безпосереднього свердловинного вивчення та моделювання [4].

Відповідно до даних численних досліджень циклу руйнування гірської породи механічними методами, його можна звести до прояву оборотних (пружних) та незворотних (пластичних) деформацій із зминанням, роздавлюванням та різанням [9]. Для досягнення максимальної ефективності механічних методів, їх необхідно реалізовувати за наступних умов: активна дія механічного інструменту на породу повинна сприяти якнайповнішому розвитку деформацій; із метою недопущення зайвих витрат енергії на повторне руйнування і подрібнення вже відділеної від масиву гірської породи, останню потрібно миттєво видаляти із зони руйнування; треба уникати, або зводити до певного мінімуму витрати роботи, які пов’язані із тертям та зношуванням породоруйнівного інструменту; процеси руйнування необхідно здійснювати при мінімальних витратах роботи на пластичні та пружні деформації, іншими словами збільшувати швидкості прикладення руйнівних навантажень, що досить складно реалізувати, як технічно так і технологічно, при застосуванні класичних механічних способів руйнування гірського масиву.

Резюмуючи, можна сформулювати наступні суттєві положення: механічне буріння виступає способом, який здійснюється виключно породоруйнівними інструментами різного конструктивного виконання, причому гірська порода руйнується в результаті саме механічного впливу породоруйнівного інструменту на породний вибій; недоліків механічного буріння достатньо велика кількість, проте до головних з них належить знос робочих елементів породоруйнівних інструментів, що призводить до необхідності його заміни, а також низький коефіцієнт використання енергії, який закономірно зменшується із збільшенням глибини свердловини [14].

Приймаючи до уваги перелічені особливості механічного способу буріння із застосуванням відповідних доліт, було запропоновано його деяким чином трансформувати, а саме включити до конструкції названого інструменту вузли для формування потоків високонапірних струменів. Оформлена таким чином компонувальна схема отримала назву гідромоніторного долота, яке, на відміну від доліт із звичайним – центральним промиванням,

додатково використовує енергетичні характеристики потоку промивальної рідини з метою досягнення більш досконалого очищення свердловини та інтенсифікації процесів руйнування породи. Досвід гідромоніторного буріння було поширено шляхом уведення в потік абразивних матеріалів, таких як кварцовий пісок та сталеві кулі невеликого діаметру, що дозволило пришвидшити розвиток процесів руйнування гірської породи на вибої свердловини [7].

Отже, способи буріння, що додатково використовують енергію потоку промивальної рідини для здійснення процесів руйнування можна віднести до так званих фізичних способів, а доповнюючи їх наявністю активного впливу хімічних полів, поява яких досягається введенням до промивальних рідин деякої кількості поверхнево-активних речовин (ПАР) [16], названі способи цілком обґрунтовано можна вважати комплексними. До таких можна віднести послідовно розроблюваний гідромеханічний спосіб буріння, ефективно здійснюваний із застосуванням рухливих твердих куль (а в деяких інтерпретаціях – дробу) [8]. Суттєвою особливістю зазначеного способу є комплексування в конструкції технічних засобів гідромеханічного буріння різних за механізмом способів формування свердловини в її вибійній частині, тобто – гідромеханічний вплив на центральну частину вибою та, особливий в реалізації, так званий механогідравлічний на периферійну. Процес руйнування, в даному випадку, має суттєві відмітні ознаки, прояв яких пов'язаний із принципово різними механізмами утворення центральної й периферійної частин вибою свердловини, оскільки залучення до контактної взаємодії із гірським масивом породоруйнівних елементів відбувається за різних технологічних схем. Результатом вказаного є кардинальна розбіжність між послідовністю й результатами кожної складової акту руйнування породи, відповідно до схеми реалізації, та поява гострої необхідності суворо однозначної класифікації комплексних процесів створення вибою свердловини.

При гідромеханічному бурінні формування руйнівних напружень – для центральної частини вибою свердловини – здійснюється у спосіб ініціювання руху твердих сталевих куль, які при певній набутій швидкості стикаються з вибоєм та утворюють у ньому зону деформацій у вигляді лунки руйнування; охарактеризувати останню можна такими параметрами як глибина (h_p, мм) та об'єм ($V_p \cdot 10^3$, мм^3). Саме вказані величини дозволяють судити про досягнутий рівень інтенсифікації вибійних руйнівних процесів для гірської породи [12].

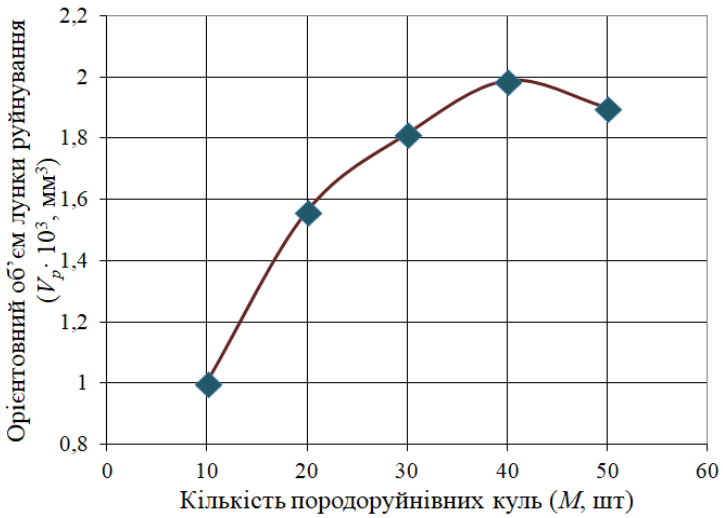


Рис. 1. Взаємозв'язок між параметрами M та V_p при дослідженні вибійних процесів в модельних свердловинах гідромеханічного буріння для умов руйнування зразків крупнозернистого граніту

Важливим питанням проєктування раціонального технологічного регламенту гідромеханічного буріння є визначення мінімально необхідної кількості куль (M), що циркулюють в привибійній зоні свердловини та створюють умови для виникнення зон руйнування. В результаті проведених стендових досліджень вдалось з'ясувати деякі закономірності впливу параметру M на результати розвитку руйнівних процесів (рис. 1).

Наведені ілюстративні дані (рис. 1) свідчать про те, що такий параметр як об'єм лунки руйнування в гірському масиві V_p знаходиться в залежності від кількості одночасно задіяних

в процесах вибійної циркуляції куль (*M*); причому число *M* чинить різнохарактерний вплив на результати руйнування та для нього можна знайти раціональне значення, яке буде відповідати найбільш ефективній фазі процесу вибійного руйнування за реалізації основ гідромеханічного способу. Досліджування здійснювалися при орієнтовних швидкостях руху породоруйнівних куль $v \approx 40$ м/с, діаметр останніх складав $d_к = 5$ мм; процеси руйнування відбувалися в середовищі технічної води, додатково обробленої ПАР сульфонол (концентраційний вміст $C = 3{,}0$ г/л).

Численними дослідженнями переконливо доведено, що очисний агент, представлений технічною водою, не може створювати достатньо прийнятних умов інтенсифікації деформаційних явищ у гірському масиві. Тільки очисні агенти, які додатково оброблені ПАР, можуть виступати активними учасниками процесу руйнування, особливо показово це можна продемонструвати на прикладі реалізації основ гідромеханічного способу, який, з позицій наявності значної за масштабами системи деформаційних порушень у вигляді тріщин, може бути значно позитивно трансформований у напрямку суттєвого зниження міцності оброблюваних поверхонь в результаті виникнення наслідків прояву явищ зменшення поверхневого натягу та адсорбції.

В табл. 1 представлено стендові результати вивчення процесів руйнування модельного гірського масиву за умов протікання деформаційних процесів в середовищах, які містять компоненти ПАР.

Таблиця 1. Експериментальні дані щодо результативності обробки промивальних рідин деякими ПАР та їх композицією

Найменування досліджуваних гірських порід	Стан вибою модельної свердловини	Найменування ПАР або їх композицій	Режимні та технологічні параметри процесу руйнування гірських порід		
			Орієнтовна швидкість прикладення руйнівного навантаження (v, м/с)		
			20	30	40
			Приблизний об'єм лунки руйнування ($V_p \cdot 10^3$, мм^3)		
граніт крупнозернистий	монолітний	Сульфонол	0,829	1,13	1,814
		Катапін К	0,622	0,846	1,36
		ОП-10	0,468	0,664	0,948
		Сульфонол + ОП-10	0,998	1,342	2,12

Детальний аналіз даних табл. 1 дає суттєві відомості про механізм впливу окремих типів ПАР та їх композицій на процеси розвитку й результати прояву руйнівних деформацій; також доведено, що за умов експерименту найбільшою поверхневою активністю відзначаються композиції реагентів (суміш сульфонолу та ОП-10). Хімічна обробка очисного агенту, представленого технічною водою відбувалося у такому компонентному співвідношенні: сульфонол з $C = 3{,}0$ г/л, ОП-10 з $C = 3 \cdot 10^{-6}$ моль/л і електроліт $CaCl_2$ з $C = 1 \cdot 10^{-3}$ моль/л (застосування фонової речовини $CaCl_2$ полягало в нівелюванні впливу сторонніх іонів дисперсійного середовища, які чинять активний хімічний вплив на результати адсорбції – головного фактору інтенсифікації руйнівних процесів.

Відповідно до вирішуваних задач, ідентифікатором корисності конкретного ПАР може слугувати величина поверхневого натягу (σ, Н/м) підданих хімічній обробці очисних агентів (табл. 2).

Таблиця 2. Результати визначення поверхневого натягу промивальних рідин, хімічно оброблених деякими ПАР та їх композицією

Найменування оброблюваного середовища	Найменування ПАР або їх композицій	Фізико-хімічні характеристики процесу обробки промивальної рідини							
		Концентрація ПАР у водному розчині (C, г/л)							
		0	0,5	1	2	3	4	5	6
		Поверхневий натяг (σ, Н/м)							
вода технічна	Сульфонол	72	50	38	32	29,6	29,2	29	28,8
	Катапін К	72	60	46,8	41,6	39,98	39,92	39,9	39,88
	ОП-10	72	70	68	60	54,8	43,6	35	33,8
	Сульфонол + ОП-10	72	57,8	35,2	25,2	24,2	24	23,8	23,6

Проводячи аналіз даних табл. 2, можна констатувати, що існує цілком закономірний зв'язок між параметрами σ (поверхневий натяг) та V_p (об'єм лунки руйнування), тобто обов'язковою умовою інтенсифікації вибійних деформаційних та руйнівних процесів виступає якомога більше зниження величини поверхневого натягу застосовуваних промивальних рідин.

Хімічна обробка промивальних рідин сприяє також і позитивному зрушенню в механізмі протікання процесів формування профілю периферійної зони вибою свердловини за допомогою куль та спеціальних конструкцій руйнівних органів – це так званий механогідравлічний спосіб (рис. 2).

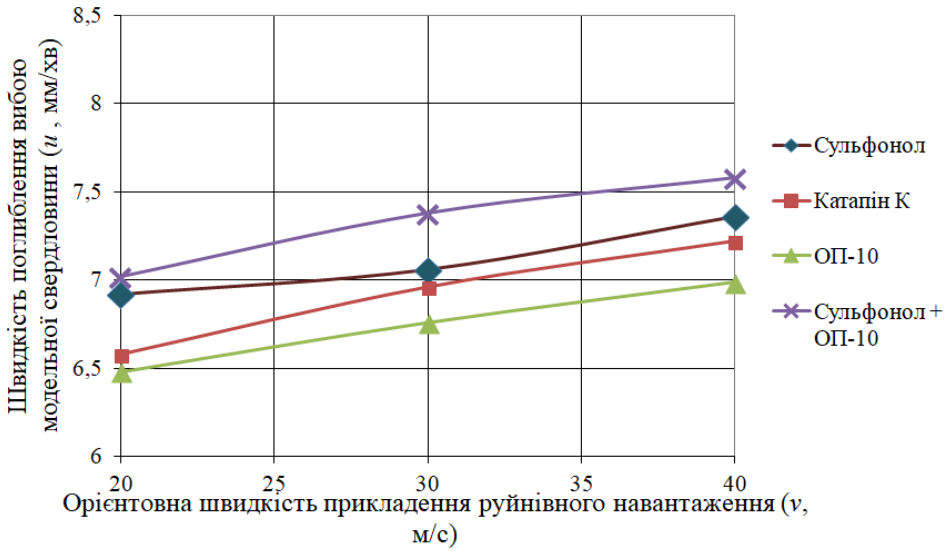


Рис. 2. Механізм протікання деформаційних процесів при обробці периферійної зони свердловини гідромеханічного буріння

Наведені на рис. 2 експериментальні дані беззаперечно доводять існування впливу наявності активних компонентів в промивальній рідині на хід процесів та результати розвитку руйнівних деформацій (на прикладі швидкості поглиблення вибою модельної свердловини u, вимірюваної в мм/хв) при формуванні периферійної частини свердловини гідромеханічного буріння. Таким чином можна стверджувати, що в ряду «Сульфонол - Катапін К - ОП-10 - Сульфонол + ОП-10» (розміщених в порядку результативності впливу на параметр u), композиційний склад ПАР є найбільш прийнятним.

Висновки

1. Шляхом аналітичного підходу з'ясовано основні аспекти реалізації сучасних механічних способів буріння, вказано на їх переваги та недоліки.

2. З'ясовано основні принципи впливу кількості одночасно працюючих на вибої споруджуваної свердловини породоруйнівних куль на результати руйнівних процесів за реалізації принципів гідромеханічного буріння.

3. Вивчено особливості деформаційних взаємодій в парі «породоруйнівна куля - гірський масив» (при обробці різних частин вибою свердловини гідромеханічного буріння), які протікають в хімічно-активованому, за допомогою відповідних поверхнево-активних речовин, середовищі.

4. Подальші аналітичні та лабораторно-стендові дослідження основних параметрів гідромеханічного буріння необхідно продовжувати в напрямках пошуку раціональних техніко-технологічних схем їх супроводження з максимальною адаптацією до конкретних свердловинних умов.

A. Ihnatov

National Technical University "Dnipro Polytechnic"

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

Detailed analytical, laboratory and bench study of the main patterns of rock destruction processes under the influence of various factors. Finding ways to effectively operate innovative devices for complex hydromechanical drilling in rocks that differ in the main indicators of physical and mechanical properties. Development of technical and technological regulations for the construction of wells of different access groups with high organizational and economic indicators.

Determination of the main technological features of downhole destruction processes implemented while using combined hydromechanical drilling devices was carried out in compliance with the methods of analytical analysis and experimental research. It was also used to involve in the process of studying certain techniques of mathematical and physical modeling, methods of theoretical processing and interpretation of research results.

The main features of the currently used, mainly mechanical, methods of drilling wells have been studied. The advantages of the hydromechanical drilling method have been determined from the standpoint of significant intensification of downhole processes of destruction of the rock mass due to the creation of a developed crack system in the rocks. The general features of the formation cycle of different parts of the well bottom when using the designed devices are determined. It has been convincingly proven that the results of destruction processes (the volume of the destruction hole) depend on such arguments as the intensity of the load applied, in other words, the speed of movement of the balls, and their number. The existence of the factor of possibility and justified necessity of using surfactants as the main activators of deformation interactions in the "rock-breaking ball - rock massif" pair has been proven, but this requires a rational selection of the chemical components of the destruction medium.

The results of analytical and laboratory bench studies presented for discussion are the basis for the development of constructive and methodological foundations for the implementation of the basic principles of hydromechanical drilling; they can be successfully used when adapting other drilling methods to specific well conditions.

Key words: *hydromechanical drilling, borehole, well face, dispersion medium, rock, adsorption, surfactant, rock-breaking balls, deformation, cleaning agent.*

Література

1. Robertson, J.O., Chilingar, G.V. Environmental aspects of oil and gas production. Scrivener Publishing LLC, 2017. – 396 p.
2. Vaddadi, N. Introduction to oil well drilling. Bathos (U Vee Infosystems), 2015. – 204 p.

3. 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.
4. Aziukovskyi O.O., Koroviaka Ye.A., Ihnatov A.O. Drilling and operation of oil and gas wells in difficult conditions. Dnipro: Zhurfond, 2023. – 159 p.
5. Коровяка Є.А., Ігнатов А.О. Прогресивні технології спорудження свердловин. – Дніпро: НТУ «ДП», 2020. – 166 с.
6. 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.
7. Ihnatov A. Analyzing mechanics of rock breaking under conditions of hydromechanical drilling. *Mining of Mineral Deposits*. 2021. Vol. 15, N 3. P. 122–129.
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. Hossain M.E., Islam M.R. Drilling engineering: problems and solutions. Wiley – Scrivener Publishing, 2018. – 627 p.
10. 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.
11. Lyes, B. Reconfigurable Manufacturing Systems: From Design to Implementation (Springer Series in Advanced Manufacturing). Springer, 2020. – P. 250.
12. Ihnatov, A., Haddad, J.S., Koroviaka, Ye.A., Aziukovskyi, O., Rastsvietaiev, V., Dmytruk, O. Study of rational regime and technological parameters of the hydromechanical drilling method. *Archives of Mining Sciences*. 2023. N 2. P. 285 – 299.
13. Войтенко В., Вітрик В. Технологія і техніка буріння. К.: Центр Європи, 2012. – 708 с.
14. Azar J.J., Robello S.G. Drilling Engineering. – PennWell Corporation, 2007 – 486 p.
15. Sadeghi, J. Uncertainty Modeling for Engineers. Github publishing, 2021 – 96 p.
16. Гупало О.П., Тушницький О.П. Органічна хімія. – К.: Знання, 2010. – 431 с.

Надійшла 13.10.23

References

1. Robertson, J.O. & Chilingar, G.V. (2017). *Environmental aspects of oil and gas production*. Scrivener publishing.
2. Vaddadi, N. (2015). *Introduction to oil well drilling*. Bathos (U Vee Infosystems).
3. 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].
4. Aziukovskyi O.O., Koroviaka Ye.A., & Ihnatov A.O. (2023). *Drilling and operation of oil and gas wells in difficult conditions*. Dnipro: Zhurfond.
5. Koroviaka, Ye.A. & Ihnatov, A.O. (2020). Prohresyvni tekhnolohii sporudzhennia sverdlovyn: monograph [Advanced well construction technologies]. Dnipro University of Technology [in Ukrainian].
6. 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.

7. Ihnatov, A. (2021). Analyzing mechanics of rock breaking under conditions of hydromechanical drilling. *Mining of Mineral Deposits, 15(3),* 122–129.
8. 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.
9. Hossain, M.E., & Islam, M.R. (2018). *Drilling engineering: problems and solutions*. Wiley – Scrivener Publishing
10. 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 University of Technology [in Ukrainian].
11. Lyes, B. (2020). Reconfigurable Manufacturing Systems: From Design to Implementation. Springer Series in Advanced Manufacturing.
12. Ihnatov, A.O., Haddad, J.S., Koroviaka, Ye.A., et al. (2023) Study of rational regime and technological parameters of the hydromechanical drilling method. *Archives of Mining Sciences. 2,* 285–299.
13. Voitenko, V., & Vitryk, V. (2012). Tekhnolohiia i tekhnika burinnia [Technology and technique of drilling]. Center of Europe [in Ukrainian].
14. Azar, J.J., & Robello, S.G. (2007). *Drilling Engineering*. PennWell Corporation.
15. Sadeghi, J. (2021). *Uncertainty Modeling for Engineers.* Github publishing.
16. Hupalo, O.P., & Tushnytskyi, O.P. (2010). *Orhanichna khimiia [Organic chemistry]*. Znannia [in Ukrainian].

УДК 622.233:551.49 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-49-58

А. К. Судаков[1], д-р техн. наук, **Г.В. Гапіч[2]**, канд. техн. наук, **А. С. Шумов[1], Л.В. Голуб[1]**

[1]Національний технічний університет «Дніпровська політехніка», пр. Дмитра Яворницького, 19, 49005, Дніпро, E-mail: sudakovy@ukr.net, Shumov.An.S@nmu.one
[2]Дніпровський державний аграрно-економічний університет, вул. Сергія Єфремова, 25, 49600, м. Дніпро, E-mail: hapich.h.v@dsau.dp.ua

ОГЛЯД В'ЯЖУЧИХ РЕЧОВИН ДЛЯ ВИГОТОВЛЕННЯ БЛОКОВИХ ГРАВІЙНИХ ФІЛЬТРІВ ГІДРОГЕОЛОГІЧНИХ СВЕРДЛОВИН

Метою роботи є аналіз існуючих в'яжучих речовин блокових гравійних фільтрів, використовуваних для обладнання ними водоприймальних частин гідрогеологічних свердловин. Поставлені завдання вирішувалися комплексним методом дослідження, що включає аналіз і узагальнення літературних і патентних джерел. Виконано аналіз існуючих в'яжучих речовин блокових гравійних фільтрів, результатом якого стала розробка класифікації в'яжучих матеріалів, заснованої на процесах гідратації, полімеризації, фазового переходу. У класифікації наведені речовини, які використовувалися як в'яжучі матеріали для виготовлення циліндрово-порожніх блоків фільтрів, а також матеріали, використання яких принципово можливо після проведення додаткових досліджень.

***Ключові слова**: гідрогеологічні свердловини, блокові гравійні фільтри, в'яжучі речовини.*

Вступ

Більшість проблем, пов'язаних із кількістю та якістю питної води в Україні, викликані чотирма глобальними факторами.

Перший фактор полягає у забрудненні поверхневих вод відходами промислових підприємств та сільським господарством. Це є серйозною проблемою з огляду на те, що в основному вода, яку п'ють українці, береться з річок. На початку року було проведено скринінг води у басейні р. Дніпр, який виявив перевищення вмісту нітратів, фосфатів, пестицидів та інших шкідливих речовин.

Великим та фактично неконтрольованим джерелом забруднення вод є сільське господарство. З полів та ферм у річки та підземні води потрапляє багато шкідливих речовин, проте більша частина забруднення води аграріями офіційно не фіксується. На відміну від промислових підприємств, забруднення тут розсіяне великою територією, тому конкретного місця, де можна заміряти, немає.

Другий фактор – джерелом забруднення є комунально-побутові стоки (близько 60% викидів). Застарілі водоочисні системи не здатні впоратися із забрудненими стічними водами.

Як стверджують фахівці Київводоканалу, через поганий стан мереж багато українців отримують воду значно гіршої якості, ніж та, яку подають водогони. До речі, у Києві відсоток аварійних мереж водопостачання складає – 44,5%. Ще гірша ситуація у Луганській та Донецькій областях – 58,9 та 54,6%, у Львівській – 49,7%, Кіровоградській – 47,6%, Волинській – 46,5% та Харківській – 46% [1].

Третій фактор – це кліматичні зміни, забруднення неочищеними стоками, прибережна забудова, розорювання лук, видобуток корисних копалин, встановлення незаконних заплав, надмірний водозабір для сільськогосподарських, господарських та промислових потреб.

Четвертий фактор – це наслідки війни в Україні. Використання різних видів зброї призводить до катастрофічних змін екологічної та гідрогеологічної обстановки не лише на території України, а й частково на території Європи та Азії.

З урахуванням вище наведеного, організація питного та технічного водопостачання населення України є першочерговим завданням місцевих адміністрацій. Для цього необхідно буріння гідрогеологічних свердловин.

Водночас і до активних бойових дій сотні населених пунктів України не мали надійних джерел питної води. За перспектив деокупації півдня та сходу України та існуючої екологічної та гуманітарної катастрофи слід очікувати кратного збільшення водопотреби. Законом України № 3933-VI затверджена Загальнодержавна програма «Питна вода України», якою зокрема передбачене спорудження тисяч гідрогеологічних свердловин для вирішення проблеми водозабезпечення населення проблемних регіонів. Однак, без спорудження гідрогеологічних свердловин, які обладнані сучасними системами свердловинної очистки води, ця проблема не матиме належного вирішення.

На кафедрі нафтогазової інженерії та буріння НТУ «Дніпровська політехніка» протягом багатьох років ведуться роботи з розробки та модернізації технологій буріння гідрогеологічних свердловин зі створенням нових систем очищення видобутих вод від механічних домішок. На сьогоднішній день розроблено ряд технологій виготовлення блокових гравійних фільтрів та обладнання ними водоприймальної частини гідрогеологічних свердловин, які пройшли дослідно-виробниче впровадження на виробництві. Але технології є недосконалими. Тому останніми роками ведеться пошук нових в’яжучих речовин та технологій виготовлення і обладнання блоковими гравійними фільтрами гідрогеологічних свердловин. Особливістю їх є змінність реологічних властивостей в’яжучих речовин у часі. З їх додаванням можна виготовляти на денній поверхні блокові гравійні фільтри, з властивостями пухкого гравійного обсипання, після приведення їх у робочій стан у продуктивному горизонті [2, 4–6, 12–20, 22].

Фільтр складається з низки блоків гравію, покладених один на одного та з'єднаних фільтровою колонною. Блоки зазвичай виготовляються із гравію, частинки якого змішуються разом з в'яжучою речовиною.

Процес виробництва блокових гравійних фільтрів включає такі етапи: фракціонування гравію; промивання та висушування гравію; змішення гравію разом з в'яжучою речовиною з наступним формуванням циліндрово-порожніх блоків. Зовнішній вигляд наведено на рисунку.



а *б* *в*

Рис. 1. Блокові гравійні фільтри: а – з використанням у якості в'яжучого цементу; б – з використанням у якості в'яжучого епоксидної смоли; в – з використанням у якості в'яжучого желатину

Використання блокових гравійних фільтрів має низку недоліків. Аналізу їх працездатності присвячено ряд робіт [2, 4–10, 12–20], на підставі яких можна зробити наступні висновки [2, 5–6, 17–20, 22].

1. Введення нерозчинних в'яжучих речовин у масу гравію призводить до утворення тупикових пор, у зв'язку з чим у гравійних блоках затримуються дрібні частинки водоносних порід, що різко підвищує вхідний опір у фільтрах і знижує продуктивність свердловин. Це особливо проявляється у фільтрах, виготовлених із дрібного гравію.

2. У разі використання сталевих колон можуть утворюватися продукти корозії, які проникають у фільтр. Це зв'язано з тим, що продукти корозії менше за розміром і легше переносяться рідиною. Підвищена інтенсивність хімічного засмічення (іржа, інші продукти корозії) може призвести до проблем, серед яких є зниження швидкості потоку води, підвищений перепад тиску, підвищений знос насосів та іншого обладнання, у деяких випадках повне засмічення фільтра.

3. Руйнування при відновленні продуктивності свердловин за допомогою вибуху. При кислотних обробках блокових гравійних фільтрів з використанням клею БФ різко знижується механічна міцність блоків, а відновлення продуктивності свердловин менш ефективне порівняно зі свердловинами, обладнаними фільтрами з пухким контуром гравійного обсипання.

4. Значні ушкодження під час перевезень. У деяких організаціях бій фільтрів досягав 40-60%. При встановленні фільтрів у зимовий час спостерігалися пошкодження блоків внаслідок замерзання та розширення води в порах блоків.

Все вказане вище призвело до того, що виробництво блокових гравійних фільтрів в Україні було обмежено, проте за кордоном ці технології застосовуються.

Метою роботи є аналіз існуючих в'яжучих речовин блокових гравійних фільтрів, використовуваних для обладнання ними водоприймальних частин гідрогеологічних свердловин.

Результати дослідження

Блокові гравійні фільтри повинні відповідати таким вимогам:

– блоки, що надягаються на фільтрові труби (колони), повинні зберігати необхідну міцність, достатню для транспортування та облаштування фільтрами продуктивних горизонтів гідрогеологічних свердловин;

– в'яжучі речовини повинні бути розчинними у часі у свердловинній рідині;

– час розчинення в’яжучої речовини у гравійному блоці має бути контрольованим;

– у процесі освоєння свердловин в'яжучі речовини повинні повністю видалятися з гравійного осипання;

– конструкція гравійних фільтрів після освоєння свердловин повинна забезпечувати найменший гідравлічний опір видобуваємої води.

У табл. 1 наведено класифікацію в’яжучих речовин, які використовувалися та на наш погляд можуть бути використаними для виготовлення блокових гравійних фільтрів [2–4, 11, 15–20], згідно з якою всі в’яжучі речовини можна розділити на **нерозчинні** та **розчинні**.

Нерозчинні в’яжучі речовини

Порошкоподібні – омонолічують гравійний матеріал у результаті реакції **гідратації** в'яжучих речовин. Це тонко подрібнені матеріали (порошки), які, змішуючись з водою, утворюють пластичне тісто, здатне в процесі хімічної взаємодії з нею схопитися і набрати міцність. При цьому, зв'язуючи введений в нього гравій, в процесі хімічної реакції утворюється гравійний блок. В’яжучі речовини наведені в класифікації в’яжучих речовин (таблиця).

Класифікація в’яжучих речовин блокових гравійних фільтрів

В’яжучі речовини, які використовуються в блокових гравійних фільтрах			
Нерозчинні			
порошкоподібні	**клейові**	**термопласти**	**реактопласти**
цемент, гіпс, автоклавні в’яжучі, вапно, алебастр	гумовий клей, клей БФ, фосфати, полілакридний гель, балеклітовий лак, латекси	поліетилен-терефталат, поліетилен, поліестер, дакрон, майлар, лавсан	формальдегід, поліефір, поліуретан, епоксидні смоли, епоксидовані відходи оксипропі-ленгліколю (ЕВО) фенольна смола, меламін, бакеліт
Розчинні			
вода, водний розчин крохмалю, водний розчин ССБ, водний розчин гіпана, розчин цукру, карамель (на основі цукру), водний розчин желатину, водний розчин КМЦ, водний розчин силікату натрію, меляса			

Переваги:

– мають високу міцність на стискання, що робить їх стійкими до механічних навантажень;

- хімічно стабільні, стійкі до розкладання хімічними речовинами у навколишньому середовищі;
- відносно недорогі, що робить їх економічно вигідним варіантом для створення блокових гравійних фільтрів.

Недоліки:

- утворюють тупикові пори, що підвищують гідравлічний опір при видобутку води;
- мають малу продуктивність;
- крихкість при динамічному впливі, що призводить до утворення порожнин, а в умовах свердловин до піскування.

Клейові в'яжучі речовини До них відносять в'яжучі речовини, які утворюють камінь або драглі за рахунок реакції **полімеризації**. До складу цих матеріалів входять високомолекулярні органічні речовини – полімери. Полімери складаються з ланок мономерів. В'яжучі речовини наведені в класифікації в'яжучих речовин (табл. 1).

Переваги:

- обмежено стійкі до деформацій;
- стійкі до механічних навантажень;
- мають швидкий час схоплювання.

Недоліки:

- є найдорожчими з усіх типів в'яжучих речовин;
- вимагають особливих умов твердіння, таких як висока температура або вологість;
- мають низьку ефективну пористість;
- утворюють тупикові пори, що підвищують гідравлічний опір при видобутку води;
- деякі клеї мають у своєму складі агресивні речовини (кислоти та луги).

Термопласти – полімерні матеріали, які не розчиняються у воді, у яких завершено утворення структури, що забезпечує багатократний зворотній перехід матеріалу в пластичний стан при нагріванні і в склоподібний при охолодженні. Макромолекули в ньому не є поперечно зшитими. Такі полімери розм'якшуються або топляться при нагріванні і знову затвердівають при охолодженні. Вони, як правило, розчинні в органічних розчинниках: наприклад, поліетилен, полівінілхлорид [21].

За звичайної температури термопласти знаходяться в твердому стані. При підвищенні температури вони переходять у високоеластичний, і далі – у в'язкотекучий стан, що забезпечує можливість формування їх різними методами. Ці переходи зворотні та можуть повторюватися багато разів, що дозволяє, зокрема, переробку побутових і виробничих відходів з термопластів на нові вироби. Переробка термопластів у вироби не супроводжується незворотною хімічною реакцією. З термопластів у буровій практиці знайшли застосування поліетилентерефталат та поліетилен [22]. В'яжучі речовини наведені в класифікації в'яжучих речовин (табл. 1).

Переваги:

– не розмивається водою і можуть застосовуватися у свердловині незалежно від швидкості руху підземних вод;

– хімічно інертні;

– протягом тривалого часу не змінюють фізико-механічні властивості;

– термопласти придатні до повторної обробки (формування);

– вартість порівняна з вартістю цементу і набагато нижче за вартість таких тампонажних матеріалів як сірка, бітум, синтетичні смоли.

Недоліки:

– можуть утворювати тупикові пори, що підвищують гідравлічний опір при видобутку води;

– можуть давати усадку при твердінні.

Реактопласти – є класом полімерних матеріалів. Процес **полімеризації** реактопластів заснований на хімічній реакції, яка називається реакцією конденсації. Під час цієї реакції молекули смоли зв'язуються у тримери, димери або полімери, утворюючи тривимірну мережу. Вони можуть витримувати температуру до 200°C (392°F) без плавлення. Їх властивість дозволяє виготовляти міцні блокові гравійні фільтри. В'яжучи речовини наведені в класифікації в'яжучих речовин (табл. 1).

Переваги

- стійкі до механічних навантажень;
- стійкі до нагрівання;
- з їх допомогою можна створювати складні форми блокових гравійних фільтрів;
- стійкі до хімічних речовин та розчинників;
- можуть бути перероблені та розтоплені кілька разів без хімічних змін.

Недоліки:

- дорогі у виробництві блокових гравійних фільтрів;
- утворюють тупикові пори, що підвищують гідравлічний опір при видобутку води;
- вимагають особливих умов твердіння, таких як висока температура.

Розчинні в'яжучі речовини

В'яжучі речовини, які омонолічують гравійний матеріал у результаті **фазового переходу** (фазового перетворення) в'яжучої речовини з рідкого стану в твердий і навпаки. Наприклад, при замерзанні вода зазнає фазового переходу з рідкого стану у твердий з омонолічуванням гравію і з наступним разомонолічуванням при їх розтопленні. В'яжучи речовини наведені в класифікації в'яжучих речовин (таблиця).

Переваги:

- добре розчиняються у воді;
- мають високі фільтрувальні властивості, при цьому є можливість формування навколо каркаса фільтра гравійного шару високої якості;
- нешкідливі для довкілля, що робить їх добрим вибором для застосувань, де вплив на довкілля є проблемою;
- економічно доцільні при виготовленні блокових гравійних фільтрів.

Недоліки:

- потрібні особливі умови затвердіння, такі як висока або низька температура;
- передчасне розтоплення закріплюючого матеріалу, що викликає руйнування структури гравійної обсипки.

Класифікація в'яжучих речовин блокових гравійних фільтрів

Виходячи з вище викладеного, в'яжучі речовини блокових гравійних фільтрів можна розділити на дві групи (таблиця). До першої групи належать в'яжучі, які забезпечують докорінну зміну властивостей матеріалу гравійної обсипки на тривалий термін. До цієї групи відносяться в'яжучі, що омонолічують гравійний матеріал за рахунок гідратації (порошкоподібні), полімеризації (клейові, термопласти та реактопласти). До другої групи відносяться в'яжучі, що омонолічують гравійний матеріал за рахунок фазового переходу, і у яких монолітність матеріалу гравійного обсипання забезпечується на короткий час – на час транспортування та встановлення фільтра у продуктивному горизонті.

На наш погляд, відповідають вимогам ті в'яжучі речовини, що увійшли до другої групи.

У табл. 1 наведені застосовувані в'яжучі речовини, котрі не застосовувалися для виготовлення блокових гравійних фільтрів, але їх застосування після проведення додаткових досліджень можливе.

Висновки

1. Запропоновано класифікацію в'яжучих речовин для омонолічування на денній поверхні землі циліндрово-порожнього гравійного блоку фільтра гідрогеологічних свердловин. Ці матеріали знайдуть практичне застосування у навчальному процесі при підготовці фахівців з буріння гідрогеологічних свердловин.

2. Виконано аналіз в'яжучих речовин блокових гравійних фільтрів, що використовуються для обладнання водоприймальних частин гідрогеологічних свердловин, в результаті якого в'яжучі речовини можна розділити на нерозчинні (порошкоподібні, клейові, термопласти, реактопласти) та розчинні.

3. Аналіз показав, що на сьогоднішній день є великий вибір в'яжучих речовин, які мають низку переваг і недоліків. З одного боку, в'яжучі речовини можуть покращувати фізико-механічні властивості гравійного фільтру, з іншого боку, також можуть збільшити вартість та створити проблеми експлуатації блокових гравійних фільтрів; тому при розробці сучасних технологій виготовлення блокових гравійних фільтрів для гідрогеологічних свердловин необхідно враховувати вище зазначені фактори.

4. Отримано подальший розвиток для дослідження нових в'яжучих речовин. При виборі в'яжучої речовини для технології виготовлення блокових гравійних фільтрів в'яжуча речовина повинна відповідати таким вимогам:

- бути інертною по відношенню до матеріалу гравійного обсипання фільтра;
- у процесі транспортування та складання фільтра на буровій, блоковий гравійний фільтр повинен бути міцним;
- в'яжучі речовини повинні бути розчинними у часі у свердловинній рідині;
- у процесі освоєння свердловин в'яжучі речовини повинні повністю видалятися з гравійного осипання;
- бути екологічно чистими;
- бути недефіцитними і мати невисоку вартість.

Стаття опублікована в рамках проекту «Гідрогеологічне та технологічне обґрунтування альтернативного водопостачання населення України в період військового стану та післявоєнного відновлення» (№ д.р. 0123U101745).

A. Sudakov[1], H. Hapich[2], A. Shumov[1], L. Holub[1]

[1]Dnipro University of Technology, Ukraine
[2]Dnipro State Agrarian and Economic University, Ukraine

OVERVIEW OF BINDING SUBSTANCES FOR MANUFACTURING BLOCK GRAVEL FILTERS OF HYDROGEOLOGICAL WELLS

The purpose of the work is the analysis of the existing binders of block gravel filters, which water-receiving parts of hydrogeological wells are equipped with. The tasks set were solved by a complex method of research, which includes the analysis and generalization of literary and patent sources. An analysis of the existing binders of block gravel filters was performed, resulting in the development of a classification of binder materials based on the processes of hydration, polymerization, and phase transition. The classification includes substances that were used as binding materials for the manufacture of cylinder-hollow filter blocks, as well as materials that can be possibly used after additional research is carried out.

Key words: *drilling wells, block gravel filters, binders.*

Література

1. Сайт «Київводоканал». URL: https://vodokanal.kiev.ua/ [in Ukrainian].

2. Caenn R., Darley H.C.H., Gray G.R. Composition and Properties of Drilling and Completion Fluids. 6th edition. Gulf Professional Publishing, 2011. 720 p.
3. Дворкін Л. Й., Марчук В. В., Зятюк Ю.Ю. Цементно-шлакові суміші для 3D принтеру. *Будівельні матеріали та вироби*. 2021. Т. 102, № 1-2. С. 14–19.
4. Судаков А.К. Наукові основи технології обладнання бурових свердловин кріогенно-гравійними фільтрами: дис. … д-ра. техн. наук: 05.15.10 – Дніпропетровськ, 2014. 412 с.
5. Судаков А.К., Фем'як Я.М., Чудик І.І., Федик О.М., Щуцький В.І. Буріння свердловин на воду: навчальний посібник. Дрогобич: Посвіт, 2022. 344 с.
6. Кожевников А.О., Судаков А.К. Гравійні фільтри бурових свердловин. Дніпропетровськ: Національний гірничий університет, 2011. 186 с.
7. Кожевников А. О., Судаков А. К., Дреус А. Ю. Наукові основи інноваційної технології обладнання бурових свердловин кріогенно-гравійними фільтрами. *Наука та інновації*. 2015. Т. 11, № 3. С. 23–38.
8. Rowles R. Drilling for Water: A Practical Manual. Routledge: Published Free Shipping, 1995. 188 p.
9. Кожевников А.О., Судаков А.К. Кріогенно-гравійні фільтри свердловин – Дніпропетровськ: Літограф, 2014. 305 с.
10. Кожевников А.О., Отебаєв М., Судаков А.К. та ін. Гравійні фільтри свердловин на рідкі та газоподібні корисні копалини. Алмати: КазНТУ, 2015. 346 с.
11. Дворкін Л.Й. Будівельні в'яжучі матеріали: підручник. Рівне: НУВГП, 2019. 622 с.
12. Гравійний фільтр: пат. 87993 Україна: МПК E21B 43/00; опубл. 10.09.2009, Бюл. № 17.
13. Гравійний фільтр: пат. 89261 Україна: МПК E21B 43/08; E03B 03/00; опубл. 11.01.2010, Бюл. № 1.
14. Гравійний фільтр: пат. 88726 Україна МПК E21B 43/08; опубл. 10.11.2009, Бюл. № 21.
15. Гравійний фільтр: пат. 88569 Україна МПК E21B 43/08; опубл. 26.10.2009, Бюл. № 20.
16. Блоковий гравійний фільтр: пат. 120114 Україна МПК E21B 43/08; опубл. 10.10.2019, Бюл. № 19.
17. Блоковий гравійний фільтр для будівництва свердловин: заявка на корисну модель № u202302200 Україна МПК E21B 43/08; заявл. 09.05.2023.
18. Блоковий гравійний фільтр для будівництва свердловин: заявка на корисну модель № u202302225 Україна МПК E21B 43/08; заявл. 10.05.2023.
19. Блоковий гравійний фільтр для будівництва свердловин: заявка на корисну модель № u202302211 Україна МПК E21B 43/08; заявл. 11.05.2023.
20. Блоковий гравійний фільтр для будівництва свердловин: заявка на корисну модель № u202302247 Україна МПК E21B 43/08; заявл. 12.05.2023.
21. Опейда Й., Швайка О. Глосарій термінів з хімії: глосарій. Донецьк: Вебер, 2008. 738 с.
22. Судакова Д.А. Обґрунтування параметрів технології ізоляції поглинаючих горизонтів бурових свердловин: дис. … канд. техн. наук: 05.15.10. Івано-Франківськ, 2018. – 240 с.

Надійшла 13.07.23

References

1. *Київводоканал* (b.d.). Kyivvodokanal [Kyivwater] https://vodokanal.kiev.ua/ [Ukrainian].

2. Caenn, R., Darley, H.C.H., & Gray, G.R. (2011). *Composition and Properties of Drilling and Completion Fluids*. Gulf Professional Publishing.
3. Dvorkin, L., Marchuk, V., & Zyatuk, Yu. (2021). Tsementno-shlakovi sumishi dlia 3D prynteru [Cement slag concrete for 3D printer]. *Budivelni materialy ta vyroby. – Building materials and products, 102*(1-2), 14-19 [Ukrainian].
4. Sudakov, A.K. (2014). Naukovi osnovy tekhnolohiyi obladnannya burovykh sverdlovyn kriohenno-hraviynymy fil′tramy [Scientific basis of the technology of drilling well equipment with cryogenic gravel filters]. [Doctor's dissertation], Dnipropetrovsk [Ukrainian].
5. Sudakov, A.K., Femyak, Y.M., Chudyk, I.I., Fedyk, O.M., Shchutskyi, V.I. (2022). *Burinnya sverdlovyn na vodu [Drilling water wells]*. Posvit [in Ukraine].
6. Kozhevnikov, A.O., Sudakov, A.K. (2011). *Hraviyni filtry burovykh sverdlovyn [Gravel filters of boreholes]*.National Mining University [Ukrainian].
7. Kozhevnikov, A.O., Sudakov, A.K. Dreus, O.Y. (2015). Naukovi osnovy innovatsiynoyi tekhnolohiyi obladnannya burovykh sverdlovyn kriohenno-hraviynymy filtramy [Scientific basis of innovative technology of drilling wells equipment with cryogenic-gravel filters] *Nauka ta innovatsiyi. – Science and innovation, 11*(3), 23–38 [Ukrainian].
8. Rowles, R. (1995). *Drilling for Water: A Practical Manual*. Routledge: Published Free Shipping.
9. Kozhevnikov, A.O., & Sudakov, A.K. (2014). Kriohenno-hraviini filtry sverdlovyn [Cryogenic-gravel filters of wells]. Litohraf [in Ukrainian].
10. Kozhevnikov, A.O., Otebaev, M., Sudakov, A.K., et al. (2014). Hraviini filtry sverdlovyn na ridki ta hazopodibni korysni kopalyny [Gravel filters of wells for liquid and gaseous minerals]. KazNTU [in Ukrainian].
11. Dvorkin, L.Y. (2019). Budivelni viazhuchi materialy [Construction binding materials]. NUVHP [in Ukrainian].
12. Kozhevnikov, A.O., Sudakov, A.K. (2009). *Patent of Ukraine № 87993 МПК E21B 43/00. Hraviinyi filtr [Gravel filter]*. (Patent Ukrainy № *87993*) [in Ukrainian].
13. Kozhevnikov, A.O., Sudakov, A.K., Kamyshatskyi, O.F., et al. (2010). *Patent of Ukraine № 89261 E21B 43/08; E03B 03/00. Hraviinyi filtr [Gravel filter]*. (Patent Ukrainy № 89261) [in Ukrainian].
14. Kozhevnikov, A.O., Sudakov, A.K., Kamyshatskyi, O.F., et al. (2009). *Patent of Ukraine № 887226 МПК E21B 43/08. Hraviinyi filtr [Gravel filter]*. (Patent Ukrainy № 887226) [in Ukrainian].
15. Kozhevnikov, A.O., Sudakov, A.K., Kamishatskyi, et al. (2009). *Patent of Ukraine № 88569 МПК E21B 43/08. Hraviinyi filtr [Gravel filter]*. (Patent Ukrainy № 88569) [in Ukrainian].
16. Sudakov, A.K., Sudakova, D.A. (2019). *Patent of Ukraine № 120114 МПК E21B 43/08. Blokovyi hraviinyi filtr [Block gravel filter]*. (Patent Ukrainy № 120114) [in Ukrainian].
17. Pavlychenko, A.V., Sudakov, A.K., Zagrytseno, et al. (2023). *Application for utility model of Ukraine № u202302200 МПК E21B 43/08. Blokovyi hraviinyi filtr dlia budivnytstva sverdlovyn [Block gravel filter for well construction]*. (Zaiavka na korysnu model Ukrainy № u202302200) [in Ukrainian].
18. Pavlychenko, A.V., Sudakov, A.K., *Zagrytseno, et al. (2023). Application for utility model of Ukraine № u202302225 МПК E21B 43/08. Blokovyi hraviinyi filtr dlia budivnytstva sverdlovyn [Block gravel filter for well construction]*. (Zaiavka na korysnu model Ukrainy № u202302225) [in Ukrainian].
19. Pavlychenko, A.V., Sudakov, A.K., Zagrytseno, A.M., et al. (2023). Application for utility model of Ukraine № u202302211 *МПК E21B 43/08*. Blokovyi hraviinyi filtr dlia

budivnytstva sverdlovyn [Block gravel filter for well construction]. (Zaiavka na korysnu model Ukrainy № u202302211) [in Ukrainian].
20. Pavlychenko, A.V., Sudakov, A.K., Zagrytseno, & A.M., Shumov, A.S. (2023). Application for utility model of Ukraine № u202302247 МПК E21B 43/08. Blokovyi hraviinyi filtr dlia budivnytstva sverdlovyn [Block gravel filter for well construction]. (Zaiavka na korysnu model Ukrainy № u202302247) [in Ukrainian].
21. Opeida, J., & Shvaika, O. (2008). *Hlosarii terminiv z khimii [Glossary of chemistry terms*]. Weber [in Ukraine].
22. Sudakova, D.A. (2018). *Obhruntuvannia parametriv tekhnolohii izoliatsii pohlynaiuchykh horyzontiv burovykh sverdlovyn [Justification of the parameters of the isolation technology of absorbing horizons of boreholes]*. [Candidate's dissertation]. Ivano-Frankivsk [in Ukraine].

УДК 622.24.06 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-58-68

Є.А. Коровяка, А.О. Ігнатов, кандидати технічних наук;
О.М. Давиденко, д-р техн. наук; **М.Р. Мекшун**

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

АНАЛІЗ ДЕЯКИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ ПРОМИВАЛЬНИХ РІДИН ТА ЇХ ВПЛИВУ НА ПОКАЗНИКИ ПРОЦЕСУ БУРІННЯ СВЕРДЛОВИН

Проведено аналітико-лабораторне вивчення основних задач, які стоять перед промивальними рідинами, а також факторів циркуляційних процесів, що мають місце в споруджуваній свердловині з наступною розробкою технологічних заходів раціоналізації гідравлічної програми промивання вибою і стовбура означеної специфічної гірської виробки на основі чинника зменшення гідравлічних втрат та потужності для експлуатованих насосів.

Експериментально доведено, що найбільше зниження гідравлічних опорів може бути одержано при застосуванні групи чистих органічних полімерних сполук та із деякими добавками; причому ефективність зниження гідравлічних опорів може сягати для вказаних речовин більш ніж 50%. Встановлено, що введення до складу промивальних рідин активних речовин в оптимальних концентраціях сприяє покращенню експлуатаційних характеристик роботи бурового насоса. Визначено раціональний концентраційний інтервал для ряду хімічно-активних речовин, який є найбільш ефективним з позицій надання промивальним рідинам властивості комплексного корегування окремих показників циркуляційних свердловинних процесів. Проаналізовано механізм впливу активованих промивальних рідин на характеристичні показники гідравлічного процесу руху промивальної рідини при обертанні бурильної колони в споруджуваній свердловині.

Шляхом детальних експериментальних досліджень показано наявність ефекту впливу деяких хімічно активних речовин на окремі складові комплексного свердловинного циркуляційного процесу; раціоналізація таких складових дозволить максимально повно використовувати резерви наявного і проєктованого бурового обладнання та інструменту. Отримані базові дані є підґрунтям для подальших розробок в напрямку підвищення якості і надійності реалізації гідравлічних програм промивання свердловин різних призначень та типів.

Ключові слова: *промивальна рідина, свердловина, активна речовина, гідравлічний опір, полімери, циркуляція, насос, розчин.*

Постановка проблеми

Процес буріння свердловин різного призначення складається з ряду послідовно виконуваних операцій [1]; безпосередньо тими, які сприяють отриманню названої специфічної виробки в породному масиві, виступають: руйнування гірської породи спеціальним інструментом та видалення зруйнованої породи на поверхню за допомогою, здебільшого, промивальних рідин із індивідуальними фізичними і хімічними властивостями [2].

Перед промивальними рідинами стоїть завдання виконання значної кількості функцій, які не зводяться лише до необхідності видалення продуктів руйнування гірського масиву. За рахунок науково-обґрунтованого розгляду всіх особливостей циркуляційних процесів у споруджуваній бурінням свердловині, можна побачити велику кількість можливих аспектів прояву позитивного впливу промивальних рідин на хід і результативність окремих сторін комплексного процесу спорудження свердловин [3].

Промивальні рідини, як речовини, що здатні до плинності та мають змогу змінювати свої фізико-хімічні властивості під впливом різних фізичних і хімічних полів, можуть бути з успіхом адаптовані до різноманітних потреб, виконанням яких досягаються деякі суттєві покращення процесів буріння [4].

Промивальні рідини представляють собою не тільки циркуляційне середовище, яке забезпечує певного виду гідростатичну або гідродинамічну взаємодію зі стінками свердловини та буровим шламом; вони також активно впливають, наприклад, на механізм руйнування гірської породи на вибої свердловини. Саме тому необхідно чітко представляти критерії такої взаємодії та шляхи її можливого регулювання в потрібному напрямку [5].

Для правильного розуміння внутрішньо-свердловинних процесів, які мають місце при циркуляції промивальної рідини, необхідно мати вичерпну інформацію про всі складові кожного самостійного їх циклу та правильно орієнтуватися в причинно-наслідкових зв’язках між ними [6].

Спрямована спеціальна обробка промивальних рідин (з метою регулювання їх деяких властивостей, або надання останніх як таких) істотно розширює можливі області застосування даного класу циркуляційних середовищ [7]. Все означене висуває на перший план необхідність глибокого аналізу передумов побудови програми обробки промивальних рідин та наступного коректного їх використовування в практиці.

Аналіз останніх досліджень і публікацій

Технологія застосування промивальних рідин пройшла довгий шлях від простого застосування технічної води, яка в процесі циркуляції в свердловині збагачувалася частинками зруйнованої породи [1], що надавали їй певних властивостей, до полімерних та інших подібних систем. Все це супроводжувалось проведенням різних за науковою глибиною та масштабами розкриття взаємозв’язків дослідженнями аналітично-лабораторного та промислового характеру [8]. Найбільша кількість дослідницьких робіт в галузі проєктування і застосування промивальних рідин присвячена групі глинистих розчинів, які являються найбільш розповсюдженими речовинами, що забезпечують супроводження циркуляційних процесів буріння свердловин; основною особливістю вказаних рідин є здатність утворювати на стінках стовбура свердловини так звану глинисту кірку (відносно тонкий шар ущільненого глинистого розчину, вибурених уламків гірської породи та самих глинистих частинок). Переконливо доведено, що глиниста кірка як така забезпечує суттєве зменшення проникності стінок стовбура свердловини, сприяє підвищенню міри зв'язності слабозцементованих гірських порід, знижує силу тертя бурильних та обсадних труб об стінки свердловини [9].

Основні властивості глинистих промивальних рідин залежать від якості глинистих порошків, що слугують їх дисперсною фазою, та характеристиками застосовуваних хімічних реагентів-регуляторів [10].

Досить багато досліджень було проведено в напрямку з'ясування механізму впливу технологічних властивостей промивальних рідин на фактор збереження стійкості стінок стовбура свердловини; необхідність забезпечення гідродинамічної рівноваги в системі «свердловина – пласт гірської породи»; працездатність застосовуваного породоруйнівного інструменту, гідравлічних та електричних вибійних двигунів, бурильних і обсадних труб та іншого основного і допоміжного свердловинного бурового обладнання [5].

Останнім часом спостерігається стійка тенденція підвищення практичного інтересу до питань можливості ефективного застосування промивальних рідин із підвищеними змащувальними властивостями, зниженим вмістом твердої фази, а також газорідинних систем для відповідних умов [2].

Виділення невирішених раніше частин загальної проблеми

Досить велике різноманіття геолого-технічних особливостей спорудження свердловин та виконуваних ними функцій і завдань [11], інтенсивний розвиток техніки та технології буріння, значний прогрес хімічного виробництва, підвищення вимог щодо економічної складової бурових робіт, а також суворі обмеження відносно проблематики охороні довкілля – це лише невеликий перелік питань, що ставляться перед розглядуваною галуззю в ракурсі необхідності постійного удосконалення рецептур промивальних рідин та їх основних технологічних властивостей.

Досвід спорудження свердловин дозволив сформулювати декілька необхідних вимог до властивостей промивальних рідин, визначуваних їх функціями, а саме вони повинні: ефективно очищати вибій та стовбур свердловини від частинок розбурюваних порід і видаляти їх на денну поверхню; утримувати частинки породи в завислому стані і запобігати їх осадженню на вибій споруджуваної свердловини; створювати достатній гідростатичний тиск для попередження проявів флюїдів та їх фонтанування; охолоджувати вибійний інструмент під час його роботи; забезпечувати стійкість стінок стовбура свердловини; утворювати на стінках свердловини фільтраційну кірку; забезпечувати змащування бурового інструменту; передавати гідравлічну потужність відповідному вибійному обладнанню; виконувати роль каналу зв'язку із вибоєм споруджуваної свердловини [12].

Для якнайповнішого виконання свого функціонального призначення, промивальні рідини повинні володіти відповідними фізико-хімічними властивостями, до основних з яких належать: густина, в'язкість, водовіддача, липкість, плинність, змащувальні властивості, гідравлічний опір, здатність проникнення в продуктивні пласти, міра вспінення та запустіння та ряд ін. Перелічене потребує спеціальних методів і прийомів приготування та спрямованої обробки рідин відповідними хімічними реагентами, підбір яких проводиться не тільки для кожної конкретної свердловини із певними геолого-технічними умовами, а навіть для окремих інтервалів буріння [10].

Все перераховане вимагає від інженерів-практиків та дослідників науково-обґрунтованого підходу до питань розробки рецептур промивальних рідин та їх адаптації до конкретних свердловинних умов [8].

Мета статті полягає в аналітико-лабораторному вивченні задач, які стоять перед промивальними рідинами, а також факторів циркуляційних процесів, що мають місце в споруджуваній свердловині, та наступній розробці технологічних заходів раціоналізації гідравлічної програми промивання вибою і стовбура означеної специфічної гірської виробки на основі чинника зменшення гідравлічних втрат та потужності для експлуатованих насосів.

Методики

Аналітичне та лабораторне з'ясування технологічних особливостей реалізації гідравлічної програми промивання бурових свердловин виконано із застосуванням сучасних

методів теоретичних і експериментальних прийомів вивчення відповідних процесів, зокрема шляхом використання загальних принципів математичного та фізичного моделювання, методичних принципів обробки проміжних і кінцевих результатів досліджень у середовищі *EXCEL, MATHCAD*, контрольно-вимірювальних систем і приладів [13].

Протікання циркуляційних свердловинних процесів моделювалось на спеціально сконструйованому та відповідно оснащеному напівпромисловому експериментальному стенді навчального бурового полігону Національного технічного університету «Дніпровська політехніка» із застосуванням, у тому числі, бурової установки ЗІФ-650м та відповідного інструменту і пристосувань.

Виклад основного матеріалу дослідження

Для того, щоб більш ясно уявляти собі картину тих явищ, які мають місце під час реалізації процесів промивання бурових свердловин, необхідно уважно прослідкувати за ходом реалізації функцій промивальної рідини [11]. Приготована промивальна рідина буровими насосами подається до циркуляційного контуру, найбільш протяжною ланкою якого є колона бурильних труб. Раціоналізація цього етапу процесу промивання може бути досягнута за рахунок зменшення коефіцієнту опору при русі рідини по внутрішньому каналу бурильної колони.

Суттєвість ефекту зменшення гідравлічних опорів за циркуляції рідини трубопроводом – при додаванні до останньої деяких добавок – була помічена достатньо давно. Проте на достатньому науковому рівні вказане було обґрунтовано Б. Томсом, та отримало назву ефект Томса (англ. *Toms effect*), який полягає в наступному [3]: зменшення втрат тиску при турбулентному режимі руху води і розчинів на основі останньої може бути досягнуто при введенні до перелічених речовин деяких полімерів в дуже малих концентраціях. На фізичному рівні ефект Томса пояснюється так: при русі турбулентного потоку рідини – із активними добавками – вздовж твердої поверхні стінки труби створюється структурований, не порушений потоком рідини шар, що гасить турбулентність і перешкоджає відриву прикордонного шару від стінки. Молекули розчиненого в рідині полімеру (час релаксації яких збігається з масштабами турбулентних вихорів) гасять вихори, а також перешкоджають генеруванню нових, що дозволяє значно зменшити інтенсивність поперечних пульсацій, а тим самим скоротити втрати тиску на тертя. Встановлено, що полімерні добавки знижують гідравлічні опори, але рівень ефекту залежить від типу полімеру і значення критерію Рейнольдса, який характеризує режим течії.

Для додаткового уточнення деяких особливостей режиму руху промивальних рідин в циркуляційному контурі бурової свердловини, на кафедрі нафтогазової інженерії та буріння НТУ «Дніпровська політехніка» були проведені спеціальні дослідження щодо вивчення впливу різних добавок на явище зниження гідравлічних опорів при русі рідини трубопроводом на лабораторній установці (рис. 1). Відповідно до технологічної схеми стендової установки, вона включала в свій состав мірний бак, з якого досліджувану рідину насосом подавали в допоміжну ємність, звідки вона надходила в експериментальний трубопровід, що на своїх кінцях мав ділянки стабілізації, рівні за довжиною 50 діаметрам самого циркуляційного трубопроводу. При роботі з відцентровим насосом із системи виключали допоміжну ємність; при цьому рідину, що досліджується, з бака подавали безпосередньо у вимірювальну ділянку. Перепад тиску на робочій ділянці труби вимірювали двома манометрами, а витрату визначали за допомогою мірного циліндра. Регулювання витрати в системі здійснювали вентилем. Під час проведення досліджень застосовували таку методику: попередньо готували розчин досить розповсюдженої хімічної сполуки-полімеру ПАА (загалом це ряд полімерів на основі акриламіду та його похідних) та йому подібних хімічно активних речовин 10% концентрації, який потім розбавляли, заливали в бак і ретельно перемішували. Перед початком проведення вимірювань і наприкінці відбирали необхідну пробу розчину для визначення його умовної в'язкості [4].

Після включення насоса в системі дослідницького гідравлічного стенду, в трубопроводі, за допомогою вентиля встановлювали певну витрату, потім приступали безпосередньо до вимірювань, в процесі яких фіксували значення перепаду тиску і витрату рідини. Дослідження проводили при різних значеннях витрати та концентрації активних речовин. Для кожного окремого випадку вимірювання, за постійної температури, повторювали не менше трьох разів і визначали середні величини. Після кожного проведеного дослідження трубу промивали та перевіряли її чистоту. Оцінку впливу активних речовин на показники величини гідравлічного опору при циркуляції досліджуваної рідини трубопроводом проводили за значенням коефіцієнта опору, який розраховували на підставі отриманих експериментальних даних, шляхом застосування відомого виразу Дарсі-Вейсбаха [5] для визначення перепаду тиску

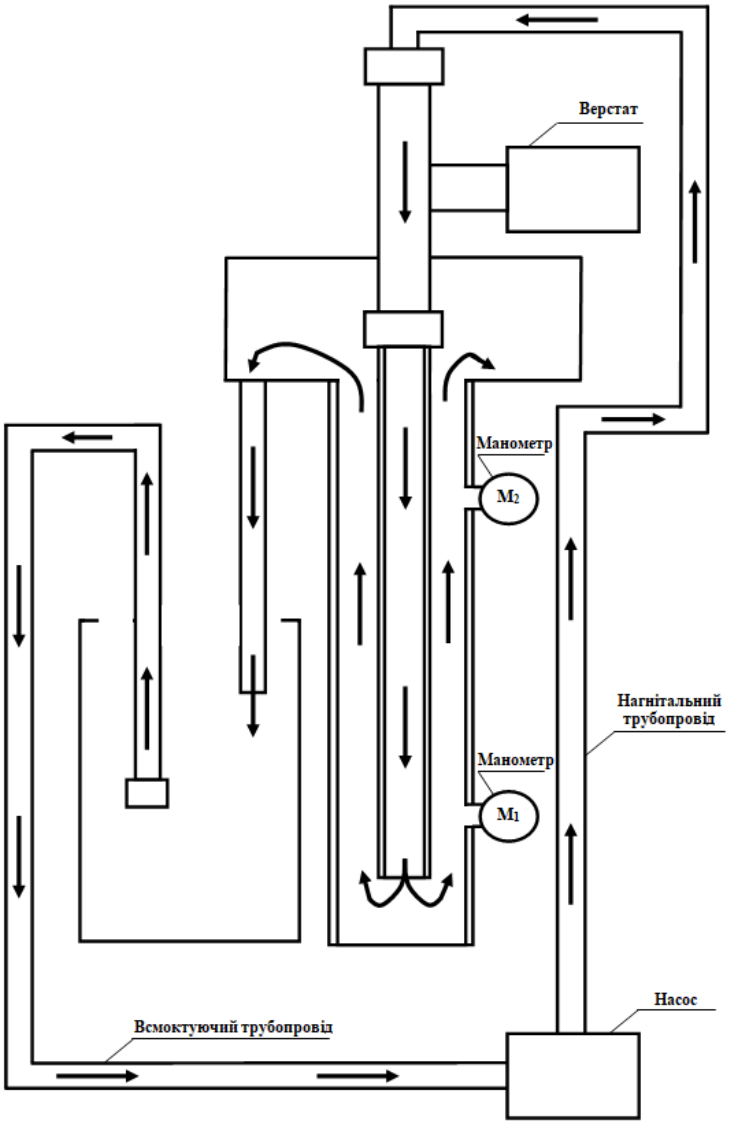


Рис. 1. Схема спеціальної стендової установки для визначення гідравлічних характеристик циркуляційного контуру бурової свердловини

$$\Delta P = \lambda \frac{\gamma \cdot v^2}{2 \cdot g} \cdot \frac{l}{d}, \qquad (1)$$

звідки

$$\lambda = \frac{2 \cdot g \cdot \Delta P \cdot d}{l \cdot v^2 \cdot \gamma}, \qquad (2)$$

де ΔP – перепад тиску в досліджуваному трубопроводі; g – прискорення сили тяжіння; l – довжина вимірювальної ділянки трубопроводу; v – середня швидкість руху потоку рідини в трубопроводі; d – діаметр труби досліджуваної ланки трубопроводу; γ – питома вага досліджуваної рідини.

Так звана ефективність, отримувана від застосування активних речовин для прояву ефекту зниження гідравлічних опорів, визначалась за формулою

$$E = \frac{\lambda_в - \lambda_{АР}}{\lambda_в} \cdot 100\%, \qquad (3)$$

де $\lambda_в$ и $\lambda_{АР}$ – числові значення коефіцієнтів гідравлічного опору при циркуляції технічної води та водного розчину активної речовини відповідно.

Результати проведених експериментальних досліджень (таблиця) беззаперечно свідчать, що найбільше зниження гідравлічних опорів може бути одержано при застосуванні

ПАА із деякими добавками та поліоксиетилену, ефективність зниження гідравлічних опорів для яких сягає більш 50%.

Характер впливу активних речовин на ефект зниження гідравлічних опорів при циркуляції досліджуваних рідин по трубопроводу

№ з/п	Розчинник	Активна речовина		Коефіцієнт гідравлічного опору при циркуляції досліджуваної рідини λ	Ефективність, %
		Назва	Концентрація, %		
1	Вода	-	-	0,031	0
2		ПАА	0,01	0,027	13
3			0,05	0,017	45
4			0,1	0,015	51
5		Поліоксиетилен	0,005	0,015	51
6			0,01	0,015	51
7		Поліакрилонітрил	0,01	0,030	3
8			0,05	0,027	13
9			0,1	0,026	16
10			0,5	0,020	35
11		Сульфатне мило	0,5	0,031	0
12			1,0	0,027	13
13			2,0	0,027	13
14		ПАА + сульфатне мило	0,05 + 0,5	0,015	51
15		Поліакриламід + талове масло + ОП-10	0,05 + 0,5 + 0,25	0,015	51
16		Диталан + NaCl	0,5 + 5	0,018	42
17		Метаупон	0,5	0,024	22

Наочна графічна демонстрація результативності *E* від застосування деяких активних речовин та їх сумішей для зниження гідравлічних опорів в циркуляційній системі (визначена за формулою 3) представлена на рис. 2.

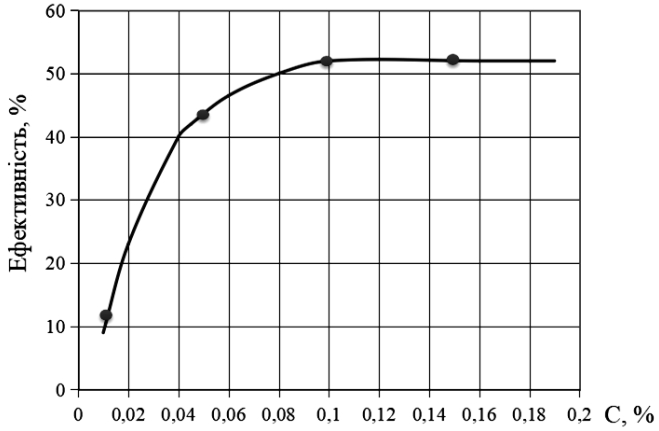


Рис. 2. Деяка усереднена залежність ефективності зниження гідравлічного опору E (%) при циркуляції активованих рідин від концентрації активних речовин C (%)

Аналізуючи дані рис. 2, можна побачити наступну якісну залежність: найбільший вплив на ефект зниження гідравлічних опорів чинять активні речовини при їх концентрації в розчині до 0,1; при подальшому зростанні показника С ефект впливу стабілізується та залишається майже незмінним.

В результаті проведених експериментальних досліджень також вдалось встановити, що введення до складу рідин, наприклад, поліакриламіду в оптимальних концентраціях сприяє деякому покращенню характеристик роботи насоса; останнє проявляється в зниженні витрат потужності.

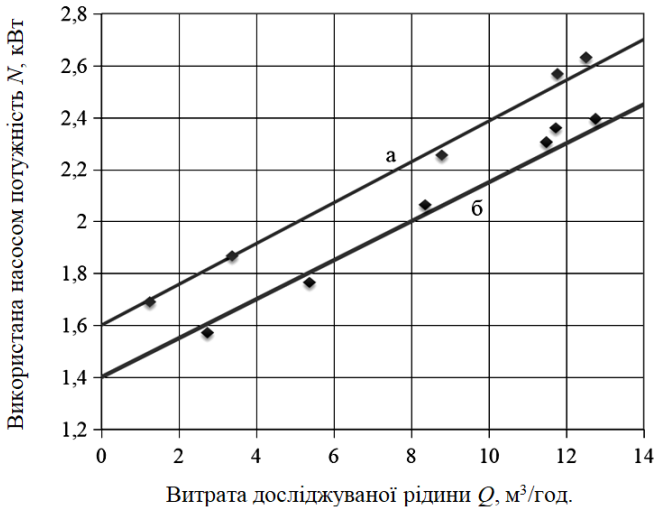


Рис. 3. Характеристична залежність рівня витрачуваної насосом потужності від витрати рідини: а – вода; б – вода з добавкою 0,05% ПАА

При проведенні означених досліджень (рис. 3) визначали розрідження на вході в насос, тиск на виході з нього, рівень витрачуваної електродвигуном насоса потужності та витрату рідини. Дані вказаного рисунку свідчать про комплексність впливу активних речовин (на прикладі ПАА) на перебіг циркуляційних процесів в гідравлічному контурі та дозволяють констатувати можливість застосування полімерних речовин для стабілізації показників енергетичної ефективності роботи експлуатованих бурових насосів.

У процесі проведення розглядуваних лабораторних досліджень було також встановлено здатність полімерів поступово втрачати ефективність у результаті деструкції молекул [14]. Загалом деструкцію можна визначити як явище, що супроводжується розривом хімічних зв'язків головного ланцюга макромолекули; залежно від природи факторів, які викликають явище деструкції, розрізняють фізичну та хімічну деструкції; на практиці вказані типи реакцій в полімерах відбуваються одночасно, часто прискорюючи одна одну. Показником наявності в циркуляційній системі явища деструкції можна прийняти ефективність *E* зниження гідравлічних опорів (рис. 4).

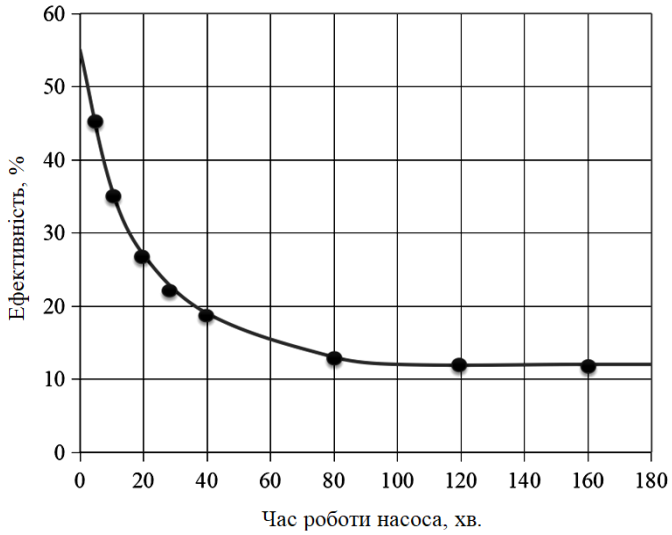


Рис. 4. Залежність ефективності дії Е речовини ПАА від часу роботи насоса

На прикладі циркуляційних характеристик, визначених для ПАА, можна констатувати наявність для означеного типу полімеру присутності явища деструкції, яке виражається в досить швидкому значному зниженні масштабу впливу розчиненої в промивальній рідині активної речовини на результативність зменшення гідравлічних опорів, що, у свою чергу, потребує проведення додаткових хімічних обробок циркулюючих рідин.

Крім розглянутих факторів, було також з'ясовано притаманність розчинам полімерів явища зменшення гідравлічних опорів (рис. 5) при русі рідин поруч з трубами, що обертаються (модель роботи бурильної колони).

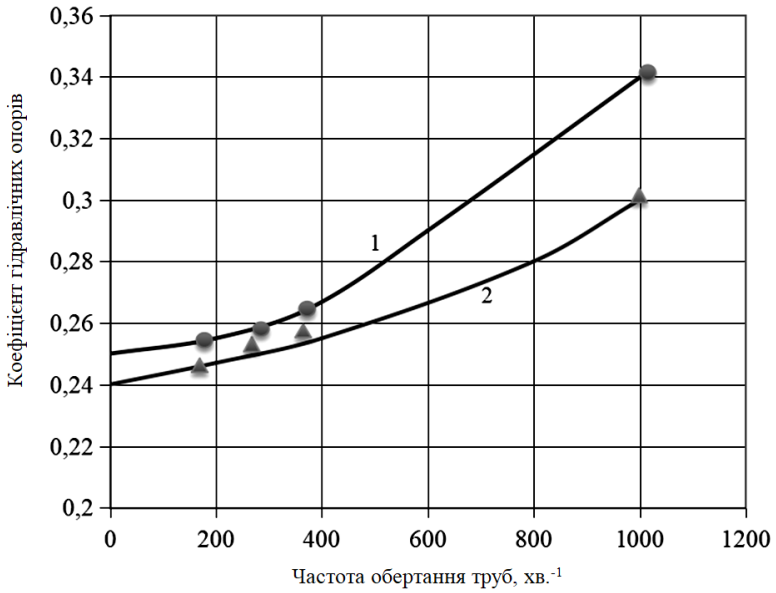


Рис. 5. Залежність рівня гідравлічних опорів від частоти обертання колони труб при циркуляції рідини в затрубному просторі: 1 – вода; 2 – 0,5% водний розчин ПАА

Дані рис. 5 показово доводять, що із зростанням частоти обертання труб також зростають гідравлічні опори в циркуляційній системі, проте інтенсивність їх росту можна суттєво зменшити шляхом введення до складу застосовуваних рідин активних добавок у вигляді полімерів.

Висновки

1. На аналітичному рівні розглянуто основні складові процесу спорудження свердловин із акцентом на необхідність раціоналізації такої важливої складової вказаного виробничого циклу, як промивання названих гірських виробок у всіх своїх проявах впливу на направленість і хід свердловинних процесів та відповідних ним технологічних операцій.
2. Конкретними промислово-лабораторними прикладами доведено необхідність здійснення цілеспрямованої обробки бурових промивальних рідин спеціальними реагентами-регуляторами, що дозволяють отримувати ті фізико-хімічні властивості для свердловинного циркуляційного середовища, які сприятимуть частковому або повному уникненню порушень нормального перебігу процесу спорудження свердловин.
3. Досить детально розглянуто характеристичні особливості впливу ряду активних речовин (в залежності від їх хімічного походження та концентраційного вмісту) на ефект зниження гідравлічних опорів при циркуляції промивальних рідин в трубах та насосному обладнані.
4. Наступні, за логічним порядком, теоретичні та експериментальні дослідження особливостей циркуляційних процесів в споруджуваних свердловинах різного призначення повинні продовжуватись в напрямках створення раціональних рецептур промивальних рідин комплексної дії із максимальним врахуванням геолого-технічних умов застосування останніх та ефективності їх впливу на гаму свердловинних чинників.

Ye. Koroviaka, A. Ihnatov, O. Davydenko, M. Mekshun

National Technical University «Dnipro Polytechnic»

ANALYSIS OF SOME PROPERTIES OF DRILLING MUD AND THEIR INFLUENCE ON WELL DRILLING PROCESS INDICATORS

An analytical and laboratory study of the main tasks facing the flushing fluids, as well as the factors of circulation processes occurring in the well under construction, was carried out with the subsequent development of technological measures to rationalize the hydraulic program for flushing the bottom hole and the borehole of the specified specific mine workings based on the factor of reducing hydraulic losses and power for the operated pumps.

It has been experimentally proven that the greatest reduction in hydraulic resistance can be obtained by using a group of pure organic polymer compounds and with some additives; the efficiency of reducing hydraulic resistance can reach more than 50% for these substances. It has been established that the introduction of active substances in the composition of flushing fluids in optimal concentrations helps to improve the performance characteristics of the drilling pump. The rational concentration interval for a number of chemically active substances has been determined, which is the most effective from the standpoint of providing the flushing fluids with the property of complex correction of individual indicators of circulating well processes. The mechanism of influence of activated flushing fluids on the characteristic indicators of the hydraulic process of flushing fluid movement during the rotation of the drill string in a well under construction is analyzed.

Detailed experimental studies have shown the presence of the effect of some chemically active substances on individual components of the complex downhole circulation process; rationalization of such components will allow the maximum use of the reserves of existing and designed drilling equipment and tools. The obtained basic data are the basis for further developments to improve the quality and reliability of hydraulic well flushing programs for various purposes and types.

Key words: *drilling mud, well, active ingredient, hydraulic resistance, polymers, circulation, pump, solution.*

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. 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. *Earth and Environmental Science*. IOP Conf. Series. Vol. 1049. 2022. P. 012031.
3. Vaddadi, N. Introduction to oil well drilling. Bathos (U Vee Infosystems), 2015. 204 p.
4. Войтенко В., Вітрик В. Технологія і техніка буріння. К.: Центр Європи, 2012. 708 с.
5. 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.
6. Hossain, M.E., & Islam, M.R. Drilling engineering: problems and solutions. Wiley – Scrivener publishing, 2018. – 627 p.
7. Коровяка Є.А., Ігнатов А.О. Прогресивні технології спорудження свердловин. – Дніпро: НТУ «ДП», 2020. 166 с.
8. 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.
9. 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. .Вип. 24. К.: ІНМ ім. В.Н. Бакуля НАН України, 2021. .С. 87–102.

10. Aziukovskyi O.O., Koroviaka Ye.A., Ihnatov A.O. Drilling and operation of oil and gas wells in difficult conditions. Dnipro: Zhurfond, 2023. 159 p.
11. Lopez, J. C., Lopez, J. E., & Javier, F. Drilling and blasting of rocks. CRC Press Taylor & Francis, 2017 408 p.
12. 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.
13. Curry, G.L. Feldman, R.M. Manufacturing systems. Modeling and analysis. – Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag, 2011. 338 p.
14. Sharma K.K., Sharma L.K. A Textbook of Physical Chemistry, 6th Edition. Vikas Publishing House, 2016. 863 p.

Надійшла 13.10.23

References

1. Ihnatov, A. (2021). Analyzing mechanics of rock breaking under conditions of hydromechanical drilling. *Mining of Mineral Deposits, 15*(3), 122–129.
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*. (1049nd, p. 012031).
3. Vaddadi, N. (2015). *Introduction to oil well drilling*. Bathos (U Vee Infosystems).
4. Voitenko, V., & Vitryk, V. (2012). *Tekhnolohiya i tekhnika burinnya [Technology and technique of drilling]*. Center of Europe [in Ukrainian].
5. 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 University of Technology [in Ukrainian].
6. Hossain, M.E., & Islam, M.R. (2018). D*rilling engineering: problems and solutions*. Wiley – Scrivener Publishing.
7. Koroviaka, Ye.A. & Ihnatov, A.O. (2020). *Prohresyvni tekhnolohii sporudzhennia sverdlovyn: monograph [Advanced well construction technologies]*. Dnipro University of Technology [in Ukrainian].
8. 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].
9. 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.* (24nd, p. 87– 02) [in Ukrainian].
10. Aziukovskyi O.O., Koroviaka Ye.A., & Ihnatov A.O. (2023). *Drilling and operation of oil and gas wells in difficult conditions*. Dnipro: Zhurfond.
11. Lopez, J. C., Lopez, J. E., & Javier, F. (2017). *Drilling and blasting of rocks.* CRC Press Taylor & Francis.
12. 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.
13. Curry, G.L. & Feldman, R.M. (2011). *Manufacturing systems. Modeling and analysis*. Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag.
14. Sharma K.K., & Sharma L.K. (2016). *A Textbook of Physical Chemistry, 6th Edition.* Vikas Publishing House.

УДК 622.24:504.05 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-68-79

А.В. Павличенко, д-р техн. наук; **А.О. Ігнатов, Є.А. Коровяка,** кандидати технічних наук; **І.К. Аскеров**

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

ОСНОВНІ ТЕХНІКО-ТЕХНОЛОГІЧНІ ТА ЕКОЛОГІЧНІ АСПЕКТИ СПОРУДЖЕННЯ ЕКСПЛУАТАЦІЙНИХ СВЕРДЛОВИН

Питання забезпечення належного захисту навколишнього середовища та охорони надр будуть ефективно вирішені в разі прийняття до уваги геологічної будови конкретного родовища, обґрунтованого вибору необхідного обладнання та матеріалів, а також застосування прогресивних методів розкриття та освоєння продуктивних горизонтів.

В роботі проведено детальний аналіз послідовного алгоритму створення ефективного та еколого-безпечного регламенту освоєння нафтогазових родовищ із відповідним удосконаленим техніко-технологічним супроводженням циклів розвідувального та експлуатаційного буріння в складних геологічних і гірничотехнічних умовах.

Одержані результати ґрунтовних аналітико-лабораторних досліджень, а також деякі узагальнення літературних даних, є базовими для проєктування технічного супроводу і технологічних параметрів процесів розробки нафтогазових покладів. При розробці проєктів освоєння родовищ корисних копалин, особлива увага повинна приділятися питанням охорони навколишнього середовища за рахунок реалізації комплексних заходів раціонального використання природних ресурсів, що і доведено в представленій роботі.

Ключові слова: *свердловина, промивальна рідина, гірська порода, екологічна безпека, тампонажний цемент, вибій, робочий цикл, хімічний реагент, буровий шлам, вуглеводні.*

Постановка проблеми

Для нашої держави саме нафтова і газова промисловість виступають пріоритетним та перспективним напрямком розвитку економіки [1]. Стале функціонування нафтової і газової галузей має на меті забезпечення різних секторів промислового виробництва та побутових потреб енергоносіями та відповідною потребам замкнутих циклів хімічною сировиною.

Дамо декілька необхідних пояснень, які дозволять сформулювати ключові вимоги до процесів розробки родовищ нафти і газу. Загалом нафта представляє собою горючу корисну копалину, з хімічної точки зору це досить складна суміш вуглеводнів різних класів [2]. Фізично нафту можна охарактеризувати як в'язку рідину жовтувато-зеленого, червоно-коричневого упритул до чорного кольору, іноді зустрічається навіть безбарвна нафта; вона має характерний запах, як правило, її густина менше ніж густина води, в останній вона нерозчинна. З геологічних характеристик нафти, необхідно підкреслити те, що вона утворюється разом з газоподібними вуглеводнями на глибині понад 1000 м; може залягати на глибинах від десятків

метрів до 5000 м і навіть дещо більше. Природний газ представляє собою суміш газів (метану – до 98%, етану, пропану, бутану тощо), що утворилася (доречи як і нафта), відповідно до основних (проте дискусійних) положень теорії органічного походження вуглеводнів, в надрах при анаеробному розкладанні органічних речовин та наступній конденсації у так званих пастках верхньої мантії (вони виступають частиною природного резервуара, в якій зберігаються та циркулюють вуглеводні). Природний газ не має кольору і запаху. Поклади природного газу, як і нафти, знаходиться на глибинах від 1000 м до декількох кілометрів, упритул до 6000 метрів і більше. Наведені факти дають чітку уяву про те, що за вказаних умов (найголовнішою з яких є достатньо великі глибини) пошук, розвідка і видобуток розглядуваного типу вуглеводнів можливі лише за використання свердловинних технологій.

Необхідними факторами існування покладів нафти і газу є такі наступні: власне кажучи наявність самих вуглеводнів; наявність колекторських властивостей для гірських порід, що вміщують нафту і газ; наявність пасткових умов (іншими словами повинні існувати – флюїдовмісний об’єм, тобто породи-колектори та флюїдоупори, тобто породи-покришки, які екранують поклад вуглеводнів). Нафта та газ поступово накопичуються в пористих, кавернозних або тріщинуватих гірських породах-колекторах, що залягають серед слабо-проникних порід-покришок [3]. Зазначимо тут, що переважно більша частина природного резервуару заповнена так званими седиментаційними водами; вуглеводні, у порівнянні з присутньою в пастці водою, є більш пізніми утвореннями. Вірну відповідь про наявність покладів вуглеводнів у пастці може дати тільки буріння і випробування свердловин відповідної конструкції; причому означене повинно супроводжуватися беззаперечним дотриманням норм екологічної безпеки та захисту навколишнього середовища [4].

Аналіз останніх досліджень і публікацій

Сучасний етап розвитку нафтогазової промисловості наполегливо вимагає відкриття та експлуатації нових потужних нафтових та газових родовищ (у тому числі нині не залучених до розробки через особливості походження та складність геологічних умов залягання), що може бути досягнуто виключно за деталізованого наукового підходу до вивчення надр [2].

Відповідно до вирішуваної проблематики, прийняті до аналізу літературні джерела інформації та дані промислових організацій [5], беззаперечно доводять, що умови проведення геолого-бурових робіт, скерованих на вирішення вельми актуальних проблем пошуку та розвідки перспективних та промислово-придатних родовищ вуглеводнів постійно змінюються, а методика їх досліджень достатньо швидко ускладнюється.

Наразі ми можемо констатувати, що геолого-пошукові та розвідувальні роботи на нафту і газ проводять на великих (понад 6000 м) глибинах; до вивчення та експлуатації залучаються родовища вуглеводнів розташовані не лише в типових осадових басейнах, а й у кристалічних докембрійських породах; згадані поклади знаходяться як на суші, так і, відповідно до загального визначення, у морських акваторіях [6].

Практика здійснення циклу операцій з промислової розробки родовищ вуглеводнів доводить, що подальший сталий інноваційний розвиток нафтогазодобувної галузі промисловості неодмінно потребує проведення широкомасштабних теоретичних і прикладних науково-технічних досліджень (із залученням значних за обсягом фінансових джерел), результати яких стануть міцним підґрунтям проведення пошуково-розвідувальних робіт [7].

Тільки вичерпні знання з базових фундаментальних та прикладних дисциплін дають змогу геологам та технологам здійснювати обґрунтування складних за змістом і наповненням проєктів розробки родовищ [8]. Швидке орієнтування в питаннях нафтогазопромислової геології та гідрогеології, техніки і технології буріння, екології а також наступної експлуатації нафтових і газових свердловин дозволяє інженерам-практикам створювати раціональні регламенти спорудження свердловин різного призначення та номенклатури із високими техніко-економічними показниками. Не останню роль тут також відіграють питання бурової

механіки, проблематика монтажу (демонтажу) і експлуатації бурових установок, допоміжного обладнання та інструменту, устаткування для виконання ремонтних робіт в свердловині [1].

Виділення невирішених раніше частин загальної проблеми

Нами показано, що забезпечення послідовного інноваційного розвитку нафтової і газової промисловості неодмінно потребує використання бурових свердловинних та інших суміжних робіт з метою здійснення циклів пошуку, детальної розвідки і ефективної розробки нафтових і газових покладів [9].

Техніка і технологія буріння нафтових і газових свердловин, для своєї повної відповідності вимогам значного ускладнення умов спорудження свердловин (збільшення об'ємів глибокого і надглибокого експлуатаційного буріння, необхідність спорудження похило спрямованих і горизонтальних свердловин), повинні постійно удосконалюватися. Виробничий цикл отримання в земних надрах свердловини, як інженерної споруди, є складним та високовартісним, тому ще не стадії проєктування регламенту її будівництва необхідно сформулювати конкретні керівні вимоги до означеної специфічної гірської виробки, як до об'єкту тривалої, ефективної і безаварійної експлуатації, а при її спорудженні забезпечити повне виконання принципів і норм технологічної, виконавчої та екологічної безпеки [10].

Неодмінною обставиною досконалості проєктних рішень щодо створення раціонального регламенту спорудження нафтогазових (і не тільки) свердловин є наявність у інженерного персоналу максимально вичерпних даних щодо: геологічних особливостей розроблюваного родовища; ознак конструкції свердловин з огляду на необхідність їх промивання, кріплення та цементування (можливо, в складних термобаричних та геологічних умовах прояву ускладнень), виконуваних за недопущення проникнення шкідливих компонентів в оточуюче середовище; основних свердловинних процесів, які протікають при бурінні, а також їх впливу на експлуатаційні характеристики нафтогазових пластів при розкритті та випробуванні [11].

На відміну від особливостей виконання робіт з розвідки та освоєння родовищ інших видів корисних копалин, для покладів нафти і газу означені роботи знаходяться в прямій підпорядкованості обґрунтованості вибору доцільного методу буріння і застосовуваного бурового, а також видобувного устаткування. Тут свердловина виступає тим єдиним засобом сполучення із глибоко розташованими земними надрами, який забезпечує доступ до пластових флюїдів, що залягають, до того ж, в багатьох випадках, під великим тиском. Правильний вибір технології і технічних засобів для розробки конкретного родовища нафти і газу залежить від вірності аналізу численних природних та штучних факторів спорудження і експлуатації свердловин [12].

Резюмуючи викладене, можна стверджувати наступне. Нагальними питаннями розвитку розглядуваної галузі є істотне підвищення ефективності спорудження глибоких і надглибоких свердловин різних груп призначення, що полягає в: суттєвому підвищенні геологічної інформативності бурових робіт; вдосконаленні структури техніко-технологічного забезпечення процесу буріння; кардинальному скороченні досить значних витрат на боротьбу зі свердловинними ускладненнями; забезпеченні проєктованої якості кріплення та розкриття продуктивних горизонтів в складних гірничо-геологічних умовах із дотриманням обмежувальних вимог екологічної безпеки.

Мета статті полягає в детальному аналізі послідовного алгоритму створення ефективного та еколого-безпечного регламенту освоєння нафтогазових родовищ із відповідним удосконаленим техніко-технологічним супроводженням циклів розвідувального та експлуатаційного буріння в складних геологічних і гірничотехнічних умовах.

Обґрунтування вживання і опис вибраної автором методики

Проведені аналітичні дослідження виробничих процесів спорудження свердловин на нафту і газ (та їх екологічної складової) проводилися із застосуванням широко випробуваної для вирішення відповідних інженерних завдань послідовності наступних операцій [13]: 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 дослідження

Необхідно зазначити, що відповідно до норм діючого законодавства, а саме Закону України «Про оцінку впливу на довкілля» [14], оцінка впливу на довкілля необхідна при прийнятті рішення про так звану «планову діяльність», до якої належать: будівництво, реконструкція, технічне переоснащення, розширення, перепрофілювання, ліквідація (демонтаж) об’єктів, та інше втручання в природне середовище; в нашому випадку роботи відносяться до узагальненої категорії – спорудження та експлуатація свердловин.

В типовому випадку послідовність розробки родовища корисних копалин (для наших умов нафтогазового) складається, укрупнено, з таких комплексних виробничих циклів: геологорозвідувальні роботи; буріння свердловин (категорії розвідувальних та експлуатаційних); видобуток і промислова підготовка вуглеводнів; транспортування та зберігання; переробка. Вплив, того або іншого походження, на довкілля буде відбуватися на усіх перелічених етапах [15].

Таким чином оцінка впливу на довкілля безпосередньо спрямована на формування і реалізацію заходів, метою яких є: запобігання виникненню негативного впливу на навколишнє природне середовище; забезпечення екологічної безпеки, охорони довкілля, раціонального використання і відтворення природних ресурсів у процесі прийняття управлінських рішень про провадження планованої діяльності, яка може мати значний вплив на довкілля, з урахуванням державних, громадських та приватних інтересів [14].

Під час реалізації етапу підготовчих робіт зі спорудження геологорозвідувальних та експлуатаційних свердловин виникає необхідність у раціональному виборі та відповідному плануванні земельних ділянок для влаштування бурових майданчиків (рис. 1). Вказані роботи, зокрема, полягають у зрізуванні родючого шару з поверхні будівельного майданчика і переміщенні його за межі ділянки проведення робіт для складування; при будівництві свердловин на родючих землях активного сільгоспкористування необхідно знімати та окремо зберігати родючий шар для подальшої рекультивації [16].

Необхідно зауважити, що надання земельних ділянок під спорудження свердловин у тимчасове користування здійснюється на весь період проведення бурових робіт, після чого вони мають бути повернуті користувачеві землі у стані, придатному для подальшого сільськогосподарського використання.

Процеси буріння свердловин, з екологічної точки зору, можна вважати впливом на геологічне середовище, який за розробки нафтогазових родовищ [17], виявляється у вигляді порушень нормативного стану геологічного розрізу свердловин при виконанні в них відповідних операцій технологічного циклу.

Уникнути негативного впливу на означене геологічне середовище можна за рахунок застосування раціональних конструкцій свердловин, які передбачають послідовне перекриття пробурених інтервалів згідно сумісного графіку тисків (рис. 2) до проектних глибин обсадними колонами [18].



Рис. 1. Приклади облаштування бурових майданчиків та їх плануванні за умов використання земель активного сільгоспкористування (розвідувальні та експлуатаційні свердловини)

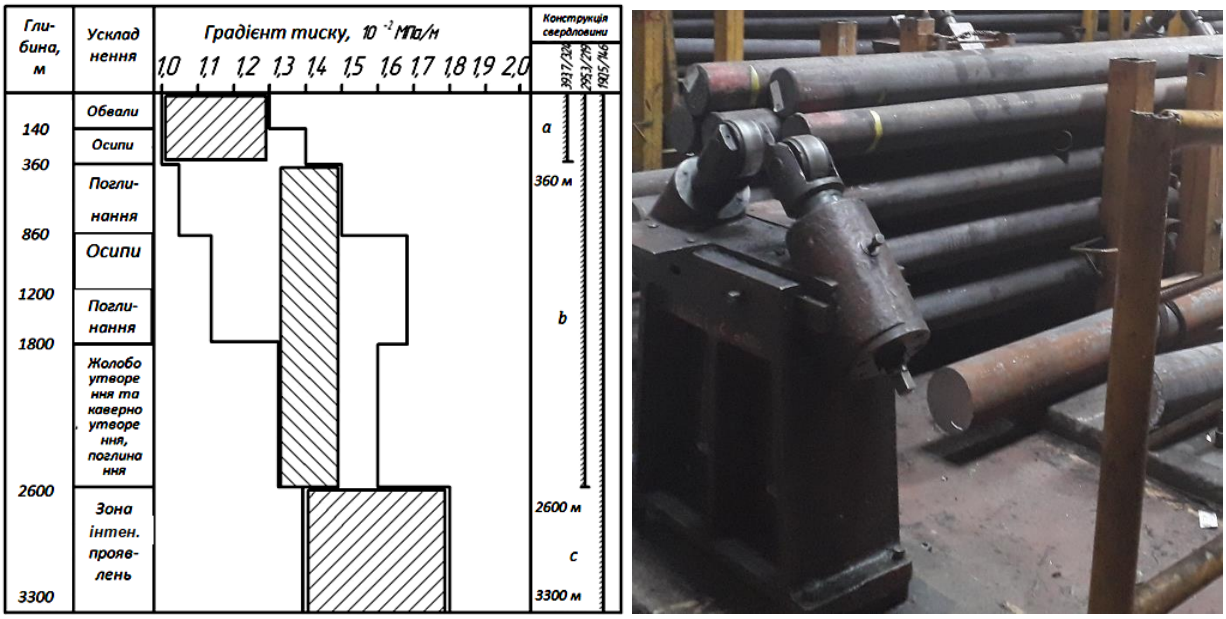


Рис. 2. Умовний графік зміни коефіцієнтів аномальності пластових тисків і індексів тисків початку поглинання промивальної рідини та обсадні труби

Із метою запобігання прояву затрубного руху пластових флюїдів із наступним засміченням водоносних горизонтів, а також міграції вуглеводнів в приповерхневі пласти, обсадні колони цементуються високоміцними тампонажними портландцементами до гирла свердловини (табл. 1).

В табл. 2 представлено основні технологічні показники тампонажного цементу (адаптованого до наявності хемогенних відкладів в геологічному розрізі свердловини), та утворюваного з нього цементного каменю [19].

Таблиця 1. Типова характеристика конструкції свердловини

Назва колони	Діаметр колони, мм	Глибина спуску колони, м	Інтервал цементування від башмака, м	Діаметр долота, мм
Напрямок	630	10	До гирла	-
Кондуктор	324	360	До гирла	393,7
Проміжна	219	2600	До гирла	295,3
Експлуатаційна	146	3300	До гирла	215,9

Таблиця 2. Характеристика рецептури тампонажного розчину та механічних властивостей цементного каменю

Назва показника		Значення показника
Густина цементного розчину, кг/м^3		1810
Розтічність цементного тіста, мм		220
Водовідділення, мл		0
Водовіддача, см^3/30 хв		36
Температура досліджень, ºС		60
Час загуснення до 30 одиниць Бердена, год-хв		5-10
Терміни тужавлення, год-хв, (початок / кінець)		6-50 / 7-45
Міцність цементного каменю, МН/м^2, у віці однієї доби	при вигинанні	5,2
	при стисканні	14,2
Міцність цементного каменю, МН/м^2, у віці двох діб	при вигинанні	7,02
	при стисканні	20,6
Розширення, %		0,6
Проникність, 10^{-15} м^2		0,0127

Позначимо тут, що найбільш небезпечним для геологічного середовища можуть бути інтенсивні неконтрольовані нафтогазопроявлення, особливо у випадку їх переходу у відкрите фонтанування (відмічене може статися при розкритті високонапірних нафтогазоносних горизонтів) [20]. Для запобігання виникнення вказаних явищ, технологією буріння (що повністю відображена в геолого-технічному проєкті на спорудження свердловини) повинно бути передбачено застосування комплексних техніко-технологічних рішень, а саме: вибір раціональної конструкції свердловини, яка повністю унеможливлює гідророзрив розкритих свердловиною гірських порід; надійна герметизація гирла відповідним противикидним обладнанням (рис. 3); підбір типорозміру та матеріалу труб обсадної колони, виходячи з очікуваного максимально можливого тиску на гирлі свердловини в процесі буріння останньої

і випробування на приплив пластових флюїдів; обґрунтування технологічних параметрів промивальної рідини, що забезпечують (серед іншого) створення необхідного гідростатичного тиску в свердловині, перевищуючого пластовий.



Рис. 3. Конструкція противикидного обладнання (превентора) та приклад його встановлення на гирлі свердловини

Вибір типу промивальної рідини та хімічних реагентів для її обробки, які не допускають активний прояв порушення цілісності стовбуру споруджуваної свердловини та попереджають виникнення фільтраційних явищ, повинен здійснюватися на підставі вивчення фізичних властивостей відповідних гірських порід та характеру їх поведінки в активному середовищі (табл. 3).

Таблиця 3. Рекомендовані для конкретних геолого-технічних умов типи промивальних рідин

Варіант прояву ускладнення	Типові гірські породи	Рекомендовані промивальні рідини
Обвали, розмив	Піски	Глинясті розчини з підвищеною кількістю твердої фази, обважнені розчини
Обвали, набухання, пластична течія, розмив	Суглинки, глини	Інгібовані глинясті розчини
Обвали, осипи, слабе набухання, пластична течія, розмив	Сланці глинясті	Інгібовані глинясті розчини із зниженою водовіддачею
Обвали, осипи, слабкий розмив, вивали	Сланці піщано-глинясті	Глинясті розчини, полімерні, комбіновані

Для виконання промивальними рідинами своїх завдань (вони повинні володіти тиксотропними властивостями – легко прокачуватись; бути інертними до гірських порід; мати

широкий діапазон регулювання густини; кольматувати пори і тріщини в стінках свердловини тощо), їх необхідно піддавати спеціальній хімічній обробці відповідними реагентами (табл. 4).

Таблиця 4. Деякі характеристики застосовуваних для хімічної обробки промивальних рідин реагентів-регуляторів

Найменування застосовуваного реагенту	Вид поставки реагенту	Як використовується	Рекомендовані концентрації (в перекладі на вихідний продукт)	Побічна дія
Понижувачі водовіддачі				
Вугле-лужний реагент (ВЛР)	Рідкий (ВЛР)	В вихідному виді	5–20%	Розріджує дисперсні системи
Концентрована сульфіт-спиртова барда (КССБ)	Рідкий (КССБ)	В вихідному виді	3–10% (в прісних розчинах)	
	Порошкоподібний (КССБ)	В вихідному виді	1–3% (в прісних розчинах)	
	Порошкоподібний (КССБ-1)	В вихідному виді	1–4% (в прісних і висококальцієвих)	
	Порошкоподібний (КССБ-2)	В вихідному виді	1–5% (в мінералізованих)	
	Порошкоподібний (КССБ-3)	В вихідному виді	1–6% (в мінералізованих при t до 200^0C)	
Карбоксиметилцелюлоза (КМЦ)	Порошкоподібний (КМЦ-500)	В замоченому в воді виді в відношенні 1:10	0,5–1,0% в прісних і мінералізованих при pH = 8 - 10	Підвищує в'язкість дисперсних систем
	Те ж (КМЦ-600)		1,0–2,0% в високомінералізованих	
	Те ж (КМЦ-700)		1,0–2,5% в високомінералізованих	Підвищує в'язкість дисперсних систем, використовується для виготовлення малоглинистих розчинів
Інгібітори глин і глинистих порід				
Хлористий калій KCl	Кристалічний	У вигляді водного розчину	3–7%	Приводить до гідрофобної коагуляції
Хлористий кальцій $CaCl_2$	Кристалічний		1,5–3,0%	

Найменування застосовуваного реагенту	Вид поставки реагенту	Як використовується	Рекомендовані концентрації (в перекладі на вихідний продукт)	Побічна дія
				глинястих розчинів
Мастильні добавки				
Сульфанол НП-1	Гранульований, порошкоподібний, пастоподібний, рідкий	У вигляді водного розчину 1% концентрації	0,05–0,2%	Має виражену емульгуючу дію
Емульгатори				
Емульсол лісохімічний ЕЛ-4	Пастоподібна речовина	У вигляді водного розчину	0,5–5,0% в водах підвищеної жорсткості	Має мастильну дію
Емульсол нафтохімічний ЕН-4			1.0–5.0% в жорстких водах	

Виходячи з наведених в табл. 4 даних, можна зробити висновок про те, що промивальні рідини містять у своєму складі активні хімічні компоненти, проникнення в ґрунт яких неприпустимо; тому з метою недопускання попадання фільтрату промивальних рідини, хімічних реагентів-регуляторів, стічних вод, площадки під буровою установкою, силовими та енергетичними агрегатами, насосними установками, блоком приготування та регенерації промивальних рідин, складом хімічних реагентів повинні бути викладені залізобетонними плитами, щілини між якими необхідно загерметизувати цементним розчином або бетоном на товщину застосовуваних плит. Доставляння застосовуваних при обробці промивальних рідин і тампонажних розчинів хімічних реагентів-регуляторів на буровий майданчик необхідно передбачати в герметичній тарі, яка унеможливлює прояв негативного впливу на навколишнє середовище та обслуговуючий персонал від випаровування, розпорошування активних хімічних сполук при вантажних роботах.

Недопущення забруднення приповерхневих водоносних горизонтів відходами буріння (відпрацьовані промивальні рідини, буровий шлам тощо), ґрунтується на необхідності їх тимчасового зберігання в спеціальних земляних обвалованих та гідроізольованих шламових амбарах (рис. 4).



Рис. 4. Приклади шламових амбарів при спорудженні свердловин

Таким чином, перелічені екологічні заходи покликані забезпечити захист ґрунту і підземних вод від проникнення в них поверхневих забруднювачів у вигляді фільтрату промивальних рідин та активних хімічних компонентів останніх і нафти, а також будуть зберігати геологічне середовище від негативного впливу процесів та явищ геологічного і техногенного характеру.

Висновки

1. Представлена робота є аналітичним дослідженням ключових питань створення ефективної, з позицій технології спорудження свердловин та екологічної безпеки, програми розробки родовищ нафти і газу.
2. Пропонована наукова стаття містить відомості про порядок організації робіт при спорудженні свердловин та його техніко-технологічне супроводження, що в комплексі дозволяють уникати ускладнень та аварій.
3. Кожній з складнопобудованих операції технологічного циклу спорудження свердловин на нафту і газ та інших суміжних робіт, надано опис відповідного екологічного аспекту захисту оточуючого середовища.
4. Подальше удосконалення операцій виробничого циклу спорудження розвідувальних та експлуатаційних свердловин в обов'язковому порядку повинно супроводжуватися ґрунтовною розробкою відповідних заходів з недопущення порушення технологічної послідовності та екологічної рівноваги виконання робіт на конкретній промисловій ділянці.

A. Pavlychenko, A. Ihnatov, Ye. Koroviaka, I. Askerov

National Technical University «Dnipro Polytechnic»

BASIC TECHNICAL, TECHNOLOGICAL AND ECOLOGICAL ASPECTS OF THE CONSTRUCTION PRODUCTION WELLS

The issues of ensuring proper environmental protection and subsoil protection will be effectively resolved if the geological structure of a particular field is taken into account, the necessary equipment and materials are reasonably selected, and advanced methods of discovering and developing productive horizons are applied.

The paper provides a detailed analysis of the sequential algorithm for creating an effective and environmentally friendly regulation for the development of oil and gas fields with the corresponding improved technical and technological support for exploration and production drilling cycles in complex geological and mining conditions.

The obtained results of thorough analytical and laboratory research, as well as some generalizations of literature data, are the basis for designing technical support and technological parameters of oil and gas development processes. When developing projects for the development of mineral deposits, special attention should be paid to environmental protection through the implementation of comprehensive measures for the rational use of natural resources, as proved in the presented work.

Key words: *well, mud fluid, rock, ecology safety, well cement, bottom hole, operating cycle, chemical reagent, drill cuttings, hydrocarbons.*

Література

1. Коровяка Є.А., Ігнатов А.О. Прогресивні технології спорудження свердловин. Дніпро: НТУ «ДП», 2020. 166 с.
2. Ouadfeul S. Aliouane L. Oil and Gas Wells. IntechOpen, 2020. 325 p.
3. Matthew J. Hatami P. E. Oilfield Survival Guide. Oilfield Books, LLC, 2017. 325 p.
4. Дядін Д.В., Журавель М.Ю., Клочко П.В. Оцінка стану довкілля на ділянках аварійних свердловин. *Екологічна безпека та збалансоване ресурсокористування*. 2018. Вип. 1. С. 4–13.

5. Ihnatov A. Analyzing mechanics of rock breaking under conditions of hydromechanical drilling. *Mining of Mineral Deposits*. 2021. Vol. 15, N 3. P. 122–129.
6. Aziukovskyi O.O., Koroviaka Ye.A., Ihnatov A.O. Drilling and operation of oil and gas wells in difficult conditions. – Dnipro: Zhurfond, 2023. – 159 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. Vaddadi, N. Introduction to oil well drilling. Bathos (U Vee Infosystems), 2015. 204 p.
10. Дрозд, О.М., Журавель, М.Ю., Найдьонова, О.Є., Леженіна, І.П., Полчанінова, Н.Ю. Визначення локальних змін підтримувальної екосистемної послуги ґрунтів територій нафтогазовидобутку. *Екологічна безпека та збалансоване ресурсокористування*. 2018. Вип. 2. С. 14–25.
11. Azar J.J., Robello S.G. Drilling Engineering. PennWell Corporation, 2007. 486 p.
12. Lopez J. C., Lopez J. E., Javier F. Drilling and blasting of rocks. CRC Press Taylor & Francis, 2017. 408 p.
13. Lyes B. Reconfigurable Manufacturing Systems: From Design to Implementation. *Springer Series in Advanced Manufacturing*. 2020. P. 250.
14. Про оцінку впливу на довкілля: Закон України від 23.05.2017 р. № 2059-VIII : станом на 7 верес. 2023 р. URL: https://zakon.rada.gov.ua/laws/show/ 2059-19#Text (дата звернення: 12.10.2023).
15. Маркіна Н. К., Горишнякова Я. В., Пилипенко Л. В., Сидельник О. С., Петік В. О. Наукове обґрунтування умов реалізації водоохоронних заходів при забрудненні водного середовища рідкими та розчиненими нафтопродуктами. *Проблеми охорони навколишнього природного середовища та екологічної безпеки*. 2022. № 44. С. 110–119.
16. Мислюк М.А., Рибчич І.Й., Яремійчук Р.С. Буріння свердловин. Довідник: у 5 т. Т. 5: Ускладнення. Аварії. Екологія. К.: «Інтерпрес ЛТД», 2004. 294 с.
17. 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.
18. Коцкулич Я.С., Тищенко О.В. Закінчування свердловин. К.: Інтерпрес ЛТД, 2004. 366 с.
19. Ігнатов А.О., Ставичний Є.М. Лабораторні та промислові дослідження процесу цементування нафтогазових свердловин в умовах товщ осадових порід. *Інструментальне матеріалознавство*. Зб. наук. пр. Вип. 23. К.: ІНМ ім. В.Н. Бакуля НАН України, 2020. – С. 88–103.
20. Robertson J.O. Chilingar G.V. Environmental aspects of oil and gas production. Scrivener publishing, 2017. 396 p.

Надійшла 13.10.23

References

1. Koroviaka, Ye.A. & Ihnatov, A.O. (2020). *Prohresyvni tekhnolohii sporudzhennia sverdlovyn [Advanced well construction technologies]*. Dnipro University of Technology [in Ukrainian].
2. Ouadfeul, S. & Aliouane, L. (2020). *Oil and Gas Wells*. IntechOpen.

3. Matthew, J., & Hatami, P. E. (2017). *Oilfield Survival Guide.* Oilfield Books, LLC.
4. Diadin, D. V., Zhuravel, M. YU., & Klochko, P. V. (2018). Otsinka stanu dovkillia na diliankakh avariinykh sverdlovyn [Assessment of the state of the environment in areas of emergency wells]. *Environmental safety and balanced resource use, 1*, 4–13 [in Ukrainian].
5. Ihnatov, A. (2021). Analyzing mechanics of rock breaking under conditions of hydromechanical drilling. *Mining of Mineral Deposits, 15*(3), 122–129.
6. Aziukovskyi, O.O., Koroviaka, Ye.A., & Ihnatov, A.O. (2023). *Drilling and operation of oil and gas wells in difficult conditions*. Zhurfond.
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. Gas Hydrate Technologies: Global Trends, Challenges and Horizons-2020. E3S Web of Conferences, 230, 01016. Retrieved from https://doi.org/10.1051/e3sconf/202123001016.
9. Vaddadi, N. (2015). *Introduction to oil well drilling*. Bathos (U Vee Infosystems).
10. Drozd, O. M., Zhuravel, M. YU., Naidonova, O. YE., et. al. (2018). Vyznachennia lokalnykh zmin pidtrymuvalnoi ekosystemnoi posluhy gruntiv terytorii naftohazovydobutku [Determination of local changes in the supporting ecosystem services of soils in oil and gas production areas]. *Environmental safety and balanced resource use, 2*, 14–25 [in Ukrainian].
11. Azar, J.J., & Robello, S.G. (2007). *Drilling Engineering*. PennWell Corporation.
12. Lopez, J. C., Lopez, J. E., & Javier, F. (2017). *Drilling and blasting of rocks.* CRC Press Taylor & Francis.
13. Lyes, B. (2020). *Reconfigurable Manufacturing Systems: From Design to Implementation*. Springer Series in Advanced Manufacturing.
14. Pro otsinku vplyvu na dovkillia, Zakon Ukrainy [On Environmental Impact Assessment, Law of Ukraine] № 2059-VIII (2023) (Ukraina) [in Ukrainian].
15. Markina, N., Horyshniakova, YA., Pylypenko, L., et. al. (2022). Naukove obgruntuvannia umov realizatsii vodookhoronnykh zakhodiv pry zabrudnenni vodnoho seredovyshcha ridkymy ta rozchynenymy naftoproduktamy [Scientific substantiation of the conditions for the implementation of water protection measures in case of pollution of the aquatic environment with rare and dissolved petroleum products]. *Problems of environmental protection and environmental safety, 44*, 110–119. [in Ukrainian].
16. Mysliuk, M.A., Rybchych, I.I., Yaremiichuk, R.S. (2004). Uskladnennia. Avarii. Ekolohiia [Complications. Accidents. Ecology]. Interpres LTD [in Ukrainian].
17. 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 University of Technology [in Ukrainian].
18. Kotskulych, Ya.S., & Tyshchenko, O.V. (2004). *Zakinchuvannia sverdlovyn [Well completion]*. Interpres LTD [in Ukrainian].
19. 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.* (23nd Issue, p. 88 – 103) [in Ukrainian].
20. Robertson, J.O. & Chilingar, G.V. (2017). *Environmental aspects of oil and gas production*. Scrivener publishing.

УДК 622.245.4 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-80-92

А.В. Павличенко[1], д-р техн. наук;
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*

ОСОБЛИВОСТІ ТЕХНІКО-ТЕХНОЛОГІЧНОГО СУПРОВОДЖЕННЯ ОПЕРАЦІЙ КРІПЛЕННЯ ТА ЦЕМЕНТУВАННЯ СВЕРДЛОВИН

В статті наведено результати ґрунтовного аналітичного і лабораторного вивчення базових факторів надійної реалізації процесів кріплення та цементування експлуатаційних нафтогазових свердловин, за наявності для них складних геолого-літологічних і технологічних умов, шляхом розробки та впровадження інноваційних прийомів і методів забезпечення якості стовбура свердловини.

Дослідження основних особливостей спорудження свердловин у складних умовах, зокрема процесів їх підготовки до кріплення та наступного цементування, виконано із застосуванням сучасних методів аналітичного аналізу й експериментальних досліджень із використанням прийомів математичного та фізичного моделювання, методик моделювання та обробки результатів.

Проаналізовано основні проблематичні питання розробки нафтогазових родовищ, з огляду на необхідність створення для них надійних каналів транспортування вуглеводневої сировини. Сформульовано ключові вимоги до технологічного циклу проведення операцій з кріплення та наступного цементування стовбура свердловини, ускладненого наявністю в ньому потужних товщ осадових відкладень з кавернозними виробками в них. Окреслено деякі суттєві напрямки вдосконалення техніко-технологічних прийомів і методів циклу кріплення свердловин в складних геолого-літологічних умовах. В якості пріоритетного напрямку розвитку технології кріплення свердловин обрані прийоми та методи підготовки стовбура свердловини до спуску обсадної колони з її наступним кріпленням. Обґрунтовано необхідність встановлення фізичної та гідравлічної сутності явищ та процесів, які відбуваються при роботі пристроїв для обробки стовбура споруджуваної свердловини. Показано перспективність застосування тих пристроїв для обробки стовбура свердловини, які дозволяють створювати активний рух промивальної рідини в застійних зонах означеної гірської виробки.

Ключові слова: *глинисті осадові відкладення, каверна, стовбур свердловини, кріплення, умови буріння, лопатевий механізм, цементний камінь, колона обсадних труб, процеси видобутку, активний потік рідини.*

Постановка проблеми

Проблематика розробки родовищ рідких та газоподібних корисних копалин неодмінно пов’язана із необхідністю спорудження особливого класу гірських виробок – бурових свердловин, які виступають єдиним каналом транспортування, в даному випадку, нафти і газу на денну поверхню [1].

Свердловина являє собою складну інженерну споруду значної глибини та спеціальної конструкції [2]. Для експлуатаційних свердловин, якими і виступає клас останніх під загальним термінологічним визначенням – нафтогазові, важливим є те, що вони повинні забезпечити достатньо довгий термін роботи з позицій можливості отримання якісної сировини з глибоко розташованого покладу. Зазначене може бути забезпечено лише в тому випадку, коли стовбур свердловини (для умов розробки родовищ – експлуатаційної) надійно закріплений обсадними трубами, а отриманий простір між породними стінками та зовнішньою поверхнею труб заповнений міцним та непроникним тампонажним (цементним) каменем відповідних властивостей [3].

Загалом, перед процесами кріплення і цементування саме експлуатаційних свердловин ставиться виконання декількох завдань, найбільш важливими серед яких будуть наступні: створення довговічного міцного та герметичного каналу для транспортування рідини або газу із продуктивного пласта на поверхню, а також у зворотному напрямку (останнє, до прикладу, буде випадком необхідності підвищення ступеню вилучення корисної копалини з надр); надійне герметичне розмежування всіх проникних пластів між собою та недопущення взаємних перетоків; штучне підвищення міцності стінок стовбура свердловини, які складені недостатньо стійкими гірськими породами, схильними до різного роду деформацій і руйнувань; цементний протекторний захист експлуатаційного каналу, представленого металевими обсадними трубами, від корозії при контакті з агресивними середовищами, наявними в свердловині (активними пластовими рідинами, газами тощо); створення умов для надійного закріплення на гирлі свердловини експлуатаційного обладнання.

Висока надійність кріплення свердловин та наступного цементування може бути досягнута лише за умов комплексного розв’язання наступних задач: досягнення якісності підготовки стовбура свердловини до кріплення, особливо в інтервалах, що ускладнені місцевими розширеннями; забезпечення довготривалого екранування флюїдонасичених пластів; сувора необхідність застосування тих тампонажних матеріалів, структурно-механічні та отримувані згодом експлуатаційні властивості яких повністю відповідають складним геолого-технічним умовам конкретного родовища вуглеводневої сировини [4].

Забезпечення повного виконання сформульованих вимог є досить складним завданням, проте саме такі комплексні підходи є запорукою того, що в земних надрах буде сформовано надійний канал зв'язку між продуктивним горизонтом та поверхневим експлуатаційним обладнанням за повного дотримання правил безпечного ведення видобувних робіт на нафтогазових родовищах із певними обмеженнями, які накладаються керівними нормами щодо охорони надр та навколишнього середовища [5].

Аналіз останніх досліджень і публікацій

Відповідно до спрямованості досліджень і розробок в напрямку створення умов якісного кріплення та наступного цементування обсадних колон, головною метою сучасного етапу розвитку технології спорудження свердловин можна з упевненістю вважати проєктування базисних засад довговічної безаварійної експлуатації свердловин на нафту і газ [6].

Цілим рядом лабораторно-промислових досліджень переконливо доведено, що прояв ускладнень в експлуатованих свердловинах (наприклад, міжпластові перетікання і затрубні флюїдопрояви) є однозначним результатом формування проникного негерметичного цементного кільця; останнє, здебільшого, обумовлено спектром причин, основними з яких можна вважати: відсутність належної підготовки стовбура свердловини до процесу спуску обсадної колони, невідповідність властивостей використовуваних тампонажних розчинів і технології їх застосування даним конкретним геолого-технічним умовам. Згідно існуючих думок дослідників, підтверджених наявним промисловим досвідом, якість кріплення та цементування свердловин визначається як комплексом технологічних прийомів, застосовуваних у процесі реалізації підготовчих заходів до цементування, так і аспектами гідравлічної програми самого циклу цементування свердловин, а також їх прямої залежності від фізико-хімічних властивостей бурових промивальних, буферних і тампонажних розчинів, що застосовуються при спорудженні свердловин [7].

Низкою дослідницьких робіт було переконливо показано, що всі складові комплексних процесів кріплення і цементування свердловин в обов’язковому порядку повинні ґрунтуватися на даних щодо дійсного стану стовбура свердловини, якість якого погіршується невідповідністю номінальному діаметру породоруйнівного інструменту, наявністю в його стінках вироблень у вигляді каверн (із глинисто-шламовими відкладеннями в них) та жолобів, сформованістю на стінках стовбура рихлої глинистої кірки [8].

Проведені масштабні лабораторні дослідження деяких технологічних властивостей тампонажного розчину для цементування обсадних колон, який активно взаємодіяв із сторонніми домішками, так само як і сформованого з нього цементного каменю, показали наступне: в означених умовах спостерігаються критичні незворотні зміни, які є причиною необхідності проведення у свердловинах складних ремонтно-виправних робіт [9].

Отже, в результаті аналізу джерел інформації можна констатувати: для отримання якісного каналу транспортування вуглеводневої сировини на поверхню у вигляді свердловини, необхідно нівелювати для неї вплив геологічних, технологічних і фізико-хімічних факторів [10].

Виділення невирішених раніше частин загальної проблеми

Не потребує переконливих доказів твердження про те, що саме кріплення стовбуру свердловини в процесі його спорудження, серед іншого, дозволяє запобігти руйнуванню стінок останнього з неодмінним утворенням кавернозних виробок, в більшості випадків значних розмірів. У разі вже утворених каверн необхідно додержуватися суворих вимог щодо ізоляції їх впливу на результати кріплення і цементування свердловин [11].

Результати геофізичних досліджень свердловин засвідчують, що їх стовбур не циліндричний по всій довжині, а містить глибокі в радіальному напрямі розширення (каверни). Уламки зруйнованої гірської породи скупчуються в кавернах і утворюють високов'язкі малорухомі глинисто-шламові відкладення, інтегральною характеристикою яких виступає кут їх укосу. В процесі буріння наявність таких скупчень шламу не спричиняє особливих ускладнень. Водночас вони є основними причинами міжпластової міграції вод, газо-, водо- та нафтопроявлень під час експлуатації свердловин. Проблема забезпечення якісного тампонування в кавернозній зоні, передусім, пов'язана з питаннями ефективного очищення застійних зон у кавернах [12].

Саме процеси якісного кріплення та цементування свердловин, на завершальній стадії їх спорудження, забезпечують: безперешкодний доступ до продуктивного пласту, необхідний для створення замкнутого ланцюгу експлуатації глибинного покладу корисної копалини; можливість проведення ремонтно-відновлювальних робіт з метою усунення гіпотетичних міжпластових перетікань флюїдів у сформованому затрубному просторі; суттєве підвищення надійності і довговічності свердловини як капітальної гірничотехнічної споруди із тривалим терміном стаціонарної роботи [13].

Все вказане буде можливим лише за умов виконання завдання з виключення невиправданого шламоскупчення в кавернах, забезпечення видалення глинисто-шламових відкладень з останніх та недопущення їх активного змішування з цементним (тампонажним) розчином [2].

В результаті широкого узагальнення детальних матеріалів теоретичних, лабораторних і промислових досліджень, а також фактичних геологічних, геофізичних й техніко-технологічних даних відносно основних нафтогазових родовищ України і країн зарубіжжя доведено, що однозначно ефективною свердловинною технологією є видалення глинисто-шламових відкладень з каверн спеціальними пристроями, або переведення їх в інертний стан [14].

Мета статті – аналітичне і лабораторне вивчення базових факторів надійної реалізації процесів кріплення та цементування експлуатаційних нафтогазових свердловин, за наявності для них складних геолого-літологічних і технологічних умов, шляхом розроблення та впровадження інноваційних прийомів і методів забезпечення якості стовбура свердловини.

Обґрунтування вживання і опис вибраної автором методики

Дослідження основних особливостей споруджування свердловин у складних умовах, зокрема процесів їх підготовки до кріплення та наступного цементування, 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].

Дослідження циркуляційних процесів при роботі проєктованого пристрою виконано на спеціальному стенді, який може бути використаний при проведенні експериментальних перевірок працездатності пристроїв для обробки стовбура свердловини в умовах, максимально наближених до реальних, що дозволяє отримати цілком достовірні локальні кількісні гідроаеродинамічні характеристики потоків циркулюючих агентів, викликаних роботою виконавчих органів досліджуваних моделей [16], а також вивчення складних процесів шламоскупчення, з широким варіюванням технологічних параметрів циклу очищення, в ускладнених кавернозних ділянках споруджуваної методами буріння свердловини.

Виклад основного матеріалу дослідження

Відповідно до розглянутого раніше, відокремлення пластів необхідно вважати найвідповідальнішим етапом з усього великого комплексу робіт зі спорудження експлуатаційних нафтогазових свердловин. Основним завданням тут виступає реалізація, в рамках означеного циклу, прийомів підготовки стовбура свердловини до спуску обсадної колони та, власне, закачування цементного (тампонажного) розчину до затрубного простору з метою створення в ньому надійної ізоляції у вигляді щільного матеріалу – цементного (тампонажного) каменю, як результату затвердіння розчину [4].

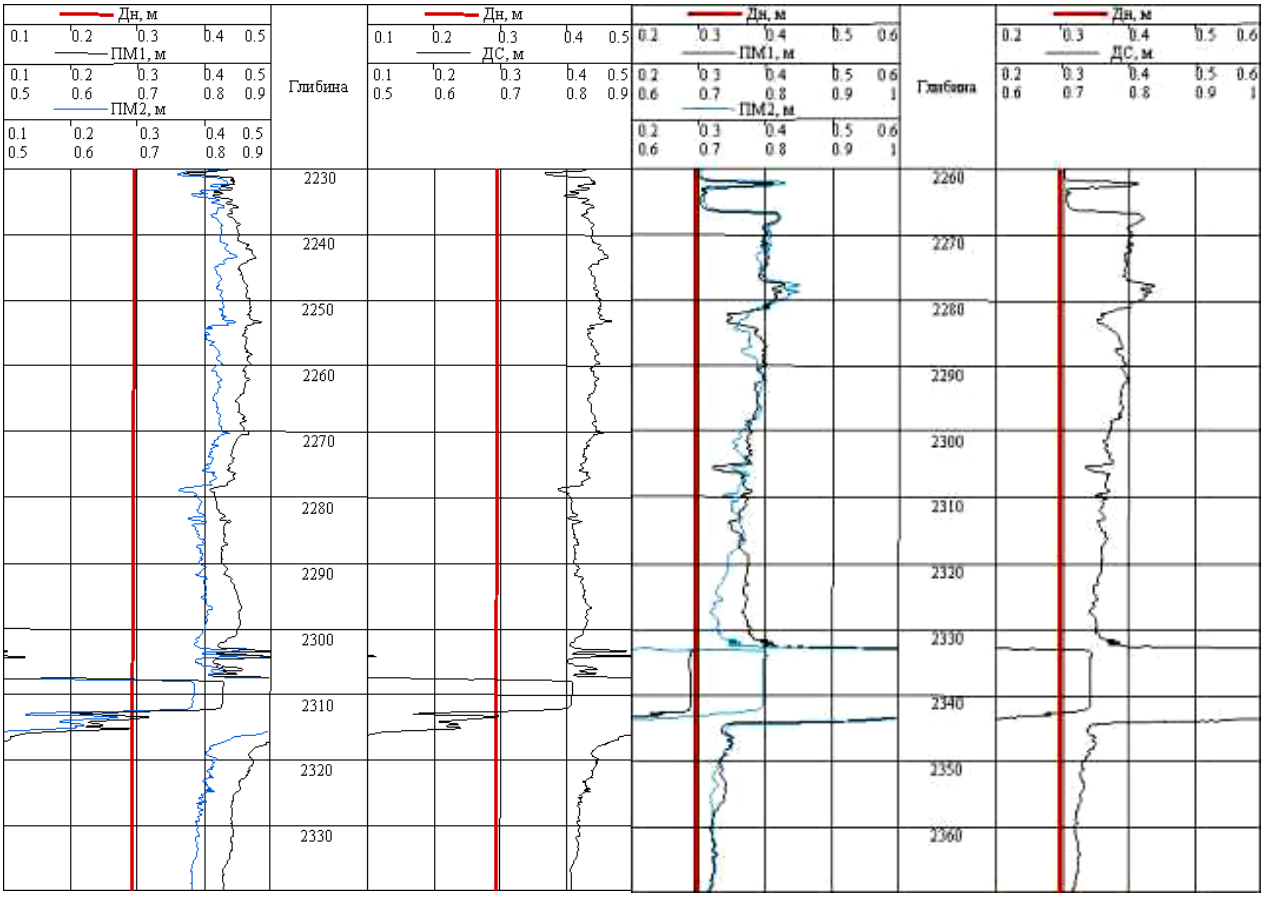


Рис. 1. Приклад розвитку процесу каверноутворення в свердловинах

Детальні результати геофізичних досліджень свердловин переконливо засвідчують, що їх стовбур не циліндричний по всій довжині, а містить глибокі в радіальному напрямі

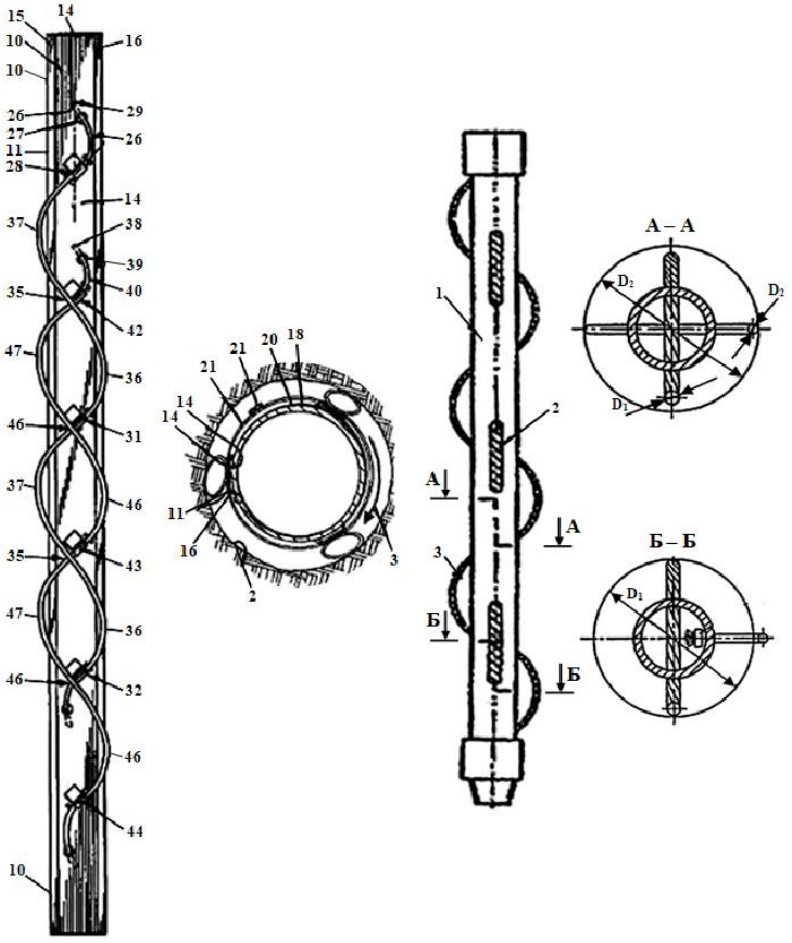
розширення (каверни) (рис. 1) [8]. Уламки зруйнованої гірської породи, що транспортуються з вибою споруджуваної свердловини, скупчуються в кавернозних ділянках і з часом утворюють в них високов'язкі малорухомі глинисто-шламові відкладення, інтегральною характеристикою яких виступає кут їх укосу φ. У процесі буріння наявність таких скупчень шламу не спричиняє особливих ускладнень, тут можливі лише часткові опливання цих скупчень у стовбур свердловини. Водночас, через їх залишення в стовбурі свердловини, вони стають основними причинами міжпластової міграції вод, газо-, водо- та нафтопроявлень під час експлуатації свердловин. Проблема забезпечення якісного тампонування свердловин в цілому та в кавернозних зонах зокрема пов'язана, щонайперше, з питаннями ефективного очищення застійних зон (різними способами та засобами із відповідним технічним супроводженням) у кавернах та видалення означених скупчень [12].

На даний час відомі декілька найпоширеніших, відносно працездатних конструкцій пристроїв механічного виконання, призначених для здійснення процесу обробки стовбура свердловини (перед спуском обсадної колони) і зокрема для видалення глинистих відкладень/фільтраційної кірки з його стінок, орієнтовна товщина яких/якої представлена в табл. 1.

Таблиця 1. Параметри промивальної рідини та характеристики глинистої фільтраційної кірки на прикладі споруджуваних свердловин

Свердловина	Глибина, м	Густина промивальної рідини, кг/м^3	Умовна в'язкість, с	Фільтрація за 30 хв, см^3	СНЗ за 1/10 хв, дПа	Товщина кірки, мм
55	2265	1350	59	12	43/54	2
	2305	1480	51	6	21/36	1
	2432	1560	47	7	33/56	1
	2578	1560	60	10	45/58	2
	2604	1600	90	10	66/78	2
36	2277	1300	50	18	66/82	4
	2319	1550	40	16	50/68	3
	2456	1550	35	12	20/45	2
	2557	1540	32	7	14/23	1,5
	2609	1540	40	6	13/22	1
36-а	2280	1260	32	16	15/32	3
	2327	1500	73	10	62/73	2
	2439	1600	48	10	36/48	2
	2556	1590	72	8	56/72	1,5
	2610	1600	77	7	60/70	1

Найбільше поширення в практиці спорудження свердловин отримав доволі експлуатаційно-придатний в конкретних умовах пристрій підготовки стовбура свердловини, який складається з корпусу і розташованих уздовж його вісі скребкових елементів, причому останні виконані у вигляді петель, утворених відрізками металевого каната різного діаметру (рис. 2).



а *б*

Рис. 2. Схематичне зображення пристроїв для очищення стінок свердловини зі спіральними металевими петлями

Пристрій, що зображено на рис. 2, *а*, складається з корпусу *14*, на якому за допомогою скоб *28* по спіралі закріплені відрізки металевого каната *35*. Петля каната *45*, між двома скобами, хвилеподібно зігнута, причому підошва петлі одного відрізку каната перекривається гребенем хвилі іншого. Розмір петлі формується при вигинанні каната. Обробка стінок стовбура свердловини при просуванні і обертанні корпусу пристрою здійснюється гребеневою частиною гнучкої канатної петлі. Пристрій, який запропоновано конструювати за принциповою схемою, зображеною на рис. 2, *б*, пропонується для обробки стовбура свердловини, діаметр якого більше номінального. Означений пристрій включає корпус, в стінках якого виконані різні за розмірами радіальні отвори (розташовані в діаметрально протилежних площинах), крізь які протягується металевий канат двох характеристик: товстий *2* діаметром d_1 і тонкий *3* діаметром d_2. Розміри петель з цих канатів, що утворюють шкребковий елемент, також різні: коло D_2 петлі з тонкого d_2 каната більше за петлю діаметром D_1 з товстого d_1 каната. Кінці канатів кріпляться в корпусі *1* за допомогою роз'ємних втулок *4*.

Пристрій спускається у свердловину і одночасно приводиться в обертальний рух. Виконання шкребкових елементів у вигляді петель з різною товщиною і діаметром забезпечує почергову дію шкребкових елементів на стінки свердловини. Спочатку видаляється верхній (рихлий) шар глинистої кірки петлями з тонкого *3* канату, при цьому відбувається також її часткове ущільнення вже на деякій відстані від поверхні. У міру обробки кірки в контакт з нею вступають петлі з товстого каната *2*. Відбувається подальше ущільнення глинистої кірки, яка

залишилася, що сприяє поліпшенню умов розміщення та тужавіння в затрубному просторі закачуваного цементного розчину.

Однак загальним недоліком розглянутих пристроїв та інших відомих конструкцій є те, що вони не створюють достатньої сили, здатної зруйнувати відкладення, присутні в кавернозних інтервалах. В основу вирішення вказаної проблеми був покладений принцип проєктування пристрою, що дозволяє створювати направлені потоки рідини, дія яких призводить до руйнування глинисто-шламових відкладень. У зв'язку з цим, на кафедрі нафтогазової інженерії та буріння Національного технічного університету «Дніпровська політехніка» розроблена конструкція пристрою поінтервальної обробки стовбура свердловини (рис. 3) [16], яка містить циліндричний корпус *1* і шарнірні механізми *2* з лопатями *4*. У зовнішній поверхні стінок корпусу виконані два діаметрально протилежних паза *3* для розміщення відповідних шарнірних механізмів, верхні кінці яких пов'язані з пружинами стиснення *5*, призначеними для їх розкриття (вимушеного закриття) відносно корпусу. У замковому елементі *7* розміщено два, пов'язаних з нижніми кінцями шарнірних механізмів, повзуни із можливістю переміщення уздовж внутрішньої стінки відповідного паза. Наявністю пружини створюється необхідної сили притиснення сферичної направляючої *6*, призначеної для забезпечення рухливого контакту відносно стінок стовбура оброблюваної свердловини.

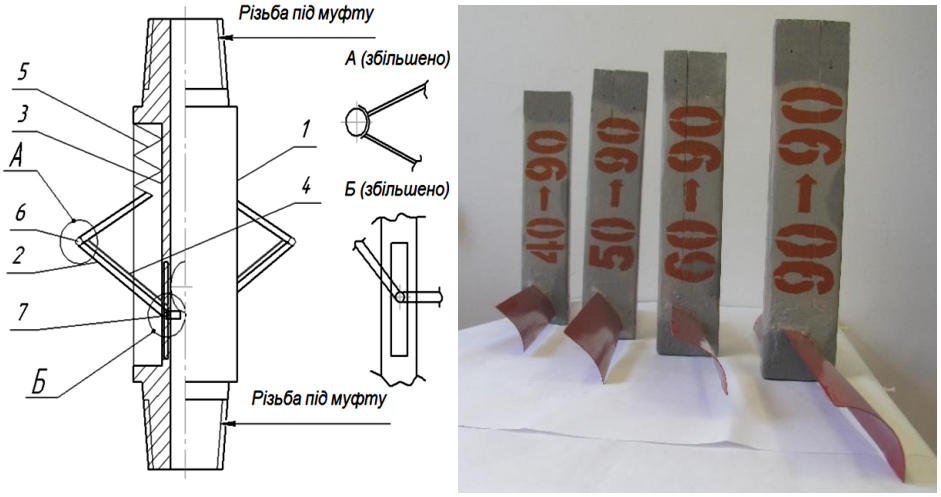


Рис. 3. Принципова схема пристрою для обробки стовбура свердловини та робочі моделі його лопатевого робочого органу

При потраплянні в каверну шарнірні механізми з лопатями розкриваються за рахунок пружини стиснення і за допомогою обертання бурильної колони здійснюють радіальний рух навколо вісі пристрою. Під дією лопатей в місцевих розширеннях стовбура свердловини виникають спрямовані потоки рідини, які впливають на кавернозні глинисто-шламові скупчення та руйнують їх. При виході пристрою з кожної оброблюваної каверни на сферичні направляючі *6* шарнірного механізму *2* діють стискаючі сили збоку стовбура свердловини і механізм стуляється; пристрій в складеному стані продовжує спускатися в свердловину з відкриттям в наступних кавернозних ділянках. При доходженні пристрою до вибою свердловини всередину бурильної колони вкидається сталева куля, яка під гідродинамічною дією потоку промивальної рідини доходить всередину пристрою та контактує з повзунами замка *7*. Під дією тиску промивальної рідини шпильки зрізуються та повзуни рухаються униз відносно корпусу пристрою. Це призводить до втягування шарнірних механізмів із лопатями усередину пазів та переводу його в неробочий стан [17].

Враховуючи приналежність розглядуваного пристрою так званого поінтервального очищення стовбура споруджуваної свердловини до класу гідравлічних, цілком виправданим буде застосування такого підходу до вирішення насущних питань його розрахунку, конструювання і виготовлення, який ґрунтується на чиннику забезпечення досягнення певних показників роботи; серед них можна виділити наступні основні: число оборотів, гідравлічна активність викликаних потоків, сила направленої дії.

При обертанні пристрою, включеного до складу нижньої частини бурильної колони, під дією сил тиску лопатевого механізму на деякий об'єм промивальної рідини створюється її вимушене переміщення. Максимальна міра ефективності застосування пристрою для очищення з'явиться тільки у разі отримання активним потоком рідини заданих гідравлічних характеристик, що є похідною числа оборотів лопатевого органу з відповідними векторними видозмінами, обумовленими його геометрією (кут входу потоку на лопать θ, кут виходу потоку з лопаті θ', ширина лопаті h або сумарна площа її проекції ΣS (виражена у відсотках від площі кола, описуваного краєм лопаті) на площину нормальну вісі пристрою) та параметрами каналу течії. В табл. 2 наведено рекомендовані геометричні характеристики лопатевих робочих органів пристрою для підготовки стовбура свердловини та їх умовні позначення.

Таблиця 2. Рекомендовані основні геометричні характеристики лопатевих робочих органів пристрою для підготовки стовбура свердловини до спуску обсадної колони та їх умовні позначення

Радіус розкриття лопатевого органу, мм	Характеристика лопаті, градуси		Ширина лопаті h, мм	Умовне позначення лопаті
	кут входу потоку θ	кут виходу потоку θ'		
300	25–30	50–55	100	ЛІ
	25–30	50–55	150	ЛІІ
	30–35	55–65	100	ЛІІІ
	30–35	55–65	150	ЛІV
400	25–30	50–55	100	ЛV
	25–30	50–55	150	ЛVI
	30–35	55–65	100	ЛVII
	30–35	55–65	150	ЛVIII
500	25–30	50–55	100	ЛІХ
	25–30	50–55	150	ЛХ
	30–35	55–65	100	ЛХІ
	30–35	55–65	150	ЛХІІ

В результаті стендових досліджень циркуляційних процесів у стовбурі свердловини встановлено, що існує гранично досяжне значення кута укосу шламових відкладень φ, яке може бути отримано при роботі пристрою в кавернозній ділянці стовбура свердловини. Виходячи з цього, в якості критерію ефективності роботи пристрою для підготовки стовбура свердловини до цементування може бути прийняте значення φ, а саме його максимальне зниження за певний проміжок часу. В табл. 3 наведено рекомендовані параметри режиму обробки кавернозних інтервалів стовбура свердловини для кожної з лопатей, геометричні характеристики яких представлені в табл. 2.

Таблиця 3. Рекомендовані параметри режиму обробки кавернозних інтервалів стовбура свердловини при застосуванні відповідного пристрою

Умовне позначення лопаті	Кут укосу шламових відкладень φ, градуси	Частота обертання пристрою n, хв$^{-1}$	Швидкість подавання пристрою, мм/хв	Час обробки кавернозного інтервалу t, хв
ЛІ	35	210–230	0	11–13
	65	200–220	0–50	8–11
ЛІІ	35	190–210	0	10–12
	65	180–200	0–50	6–9
ЛІІІ	35	160–190	0–50	9–12
	65	150–170	0–100	6–8
ЛІV	35	160–180	0–50	8–11
	65	140–160	0–100	5–7
ЛV	35	190–210	0	12–17
	65	180–200	0–50	10–14
ЛVІ	35	170–190	0	11–15
	65	160–180	0–50	9–12
ЛVІІ	35	140–170	0–50	12–15
	65	130–150	0–100	8–11
ЛVІІІ	35	140–160	0–50	10–13
	65	120–140	0–100	7–9
ЛІХ	35	160–180	0	13–17
	65	150–170	0–50	11–15
ЛХ	35	150–170	0	13–18
	65	140–160	0–50	11–13
ЛХІ	35	120–150	0–50	14–18
	65	110–130	0–100	13–16
ЛХІІ	35	120–140	0–50	12–16
	65	100–120	0–100	10–12

Дані табл. 3 дозволяють розробляти ефективний технологічний режим обробки кавернозного інтервалу свердловини при варіюванні діаметральних розмірів каверн, частоти обертання бурильної колони n, до складу якої включено пристрій для обробки, кута укосу шламових відкладень φ, геометричних розмірів лопатевого органу відповідної кутової характеристики.

Висновки

1. Гостра необхідність запобігання дефектів кріплення зумовлена, передусім, проявом деформаційних процесів та порушенням стійкості обсадних колон через наявність кавернозних зон із глинисто-шламовими відкладеннями, виникнення й стійке формування яких обумовлене безліччю об'єктивних геологічних і суб'єктивних технологічних чинників.

2. Проходка нафтогазових та іншого типу свердловин в потужних товщах глинистих відкладень неодмінно супроводжується проявом геологічного походження ускладнень, зокрема, спостерігається доволі негативне стійке явище підвищеного ступеню каверноутворення та наступного шламонакопичення в названих інтервалах.

3. Від якості і досконалості проведення операцій з очищення стовбура свердловини знаходиться в прямій залежності можливість виконання ізоляційною оболонкою обсадних колон її найважливіших функцій.

4. За результатами дослідно-стендових та промислових випробувань, пропонована технологія підготовки стовбура свердловини може бути рекомендована до широкого використання під час здійснення операцій кріплення означених гірських виробок на відповідних родовищах, а подальші експериментально-теоретичні дослідження повинні неодмінно продовжуватися у напрямках створення алгоритмів ефективних прийомів і методів підготовки геологічно-ускладненого стовбура свердловини до цементування відповідно до гірничо-літологічних і техніко-технологічних особливостей спорудження конкретної свердловини.

A. Pavlychenko, A. Ihnatov, Ye. Stavychnyi

National Technical University «Dnipro Polytechnic»

FEATURES OF TECHNICAL AND TECHNOLOGICAL SUPPORT FOR WELL CASING AND CEMENTING OPERATIONS

The article presents the results of a thorough analytical and laboratory study of the basic factors of reliable implementation of the processes of cementing and cementing of production oil and gas wells, in the presence of complex geological, lithological and technological conditions, by developing and implementing innovative techniques and methods to ensure the quality of the wellbore.

The study of the main features of well construction in difficult conditions, in particular, the processes of their preparation for cementing and subsequent cementing, was carried out with the use of modern methods of analytical analysis and experimental research using mathematical and physical modeling techniques, modeling methods and processing of results.

The main problematic issues of oil and gas field development are analyzed, taking into account the need to create reliable channels for the transportation of hydrocarbon raw materials. The key requirements for the technological cycle of wellbore cementing operations are formulated, complicated by the presence of thick sedimentary deposits with cavernous workings in them. Some significant directions for improving technical and technological techniques and methods of the well cementing cycle in difficult geological and lithological conditions are outlined. The techniques and methods for preparing the wellbore for casing run with its subsequent cementing are selected as a priority area for the development of well casing technology. The necessity of establishing the physical and hydraulic essence of the phenomena and processes that occur during the operation of devices for processing the wellbore of a well under construction is substantiated. The prospects of using those devices for wellbore treatment that allow creating an active movement of the washing fluid in the stagnant zones of the indicated mine workings are shown.

Key words: *clayey sedimentary deposits, cavern, wellbore, casing, drilling conditions, blade mechanism, cement stone, casing string, production processes, active fluid flow.*

Література

1. Azar J.J., Robello S.G. Drilling Engineering. PennWell Corporation, 2007. 486 p.
2. Hossain M.E., Islam M.R. Drilling engineering: problems and solutions. Wiley – Scrivener publishing, 2018. 627 p.
3. Коцкулич Я.С., Тищенко О.В. Закінчування свердловин. К.: Інтерпрес ЛТД, 2004. 366 с.

4. 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. Вип. 24. К.: ІНМ ім. В.Н. Бакуля НАН України, 2021. С. 87–102.
5. 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.
6. Aziukovskyi O.O., Koroviaka Ye.A., Ihnatov A.O. Drilling and operation of oil and gas wells in difficult conditions. Dnipro: Zhurfond, 2023. 159 p.
7. Ігнатов А.О., Ставичний Є.М. Лабораторні та промислові дослідження процесу цементування нафтогазових свердловин в умовах товщ осадових порід. *Інструментальне матеріалознавство*. Зб. наук. пр. Вип. 23. К.: ІНМ ім. В.Н. Бакуля НАН України, 2020. .С. 88–103.
8. 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. .Вып. 22. К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2019. С. 164–174.
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 Conf. Series: Earth and Environmental Science*. 2022. Vol. 1049. 012031.
10. 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.
11. Войтенко В., Вітрик В. Технологія і техніка буріння. Київ: Центр Європи, 2012. 708 с.
12. 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.
13. 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.
14. Коровяка Є.А., Ігнатов А.О. Прогресивні технології спорудження свердловин. Дніпро: НТУ «ДП», 2020. 166 с.
15. Curry, G.L. & Feldman, R.M. Manufacturing systems. Modeling and analysis. Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag, 2011. 338 p.
16. Стенд для дослідження аерогідродинамічних потоків: пат. 114761 Україна: МПК E21B47/00; опубл. 25.07.17, Бюл. № 14.
17. Пристрій для обробки стовбура свердловини: пат. 90541 Україна: МПК E21B37/02; опубл. 11.05.10, Бюл. № 9.
18. 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.

Надійшла 13.10.23

References

1. Azar, J.J., & Robello, S.G. (2007). *Drilling Engineering*. PennWell Corporation.
2. Hossain, M.E., & Islam, M.R. (2018). D*rilling engineering: problems and solutions*. Wiley – Scrivener Publishing.
3. Kotskulych, Ya.S., & Tyshchenko, O.V. (2004). *Zakinchuvannia sverdlovyn [Well completion]*. Interpres LTD [in Ukrainian].
4. 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.* (24nd Issue, p. 87– 102) [in Ukrainian].
5. 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 University of Technology [in Ukrainian].
6. Aziukovskyi O.O., Koroviaka Ye.A., Ihnatov A.O. (2023). Drilling and operation of oil and gas wells in difficult conditions. Dnipro: Zhurfond.
7. 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*. (23nd Issue, p. 88–103) [in Ukrainian].
8. 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*. (22nd Issue, p. 164–174) [in Ukrainian].
9. 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.
10. 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.
11. Voitenko, V., & Vitryk, V. (2012). *Tekhnolohiya i tekhnika burinnya [Technology and technique of drilling]*. Center of Europe [in Ukrainian].
12. Davidenko, A. Ighnatov, A. (2016). Basic results of researches of lining and plugging processes at wells construction. *Metallurgical and Mining Industry*, *9*, 58–64.
13. 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].

14. Koroviaka, Ye.A. & Ihnatov, A.O. (2020). *Prohresyvni tekhnolohii sporudzhennia sverdlovyn: monograph [Advanced well construction technologies]*. Dnipro University of Technology [in Ukrainian].
15. Curry, G.L. & Feldman, R.M. (2011). *Manufacturing systems. Modeling and analysis*. Springer-Verlag.
16. Davydenko, O.M., Ihnatov, A.O., Dvornyk, S.Y. (2017). *Patent of Ukraine № 114761. МПК E21B47/00. Stend dlia doslidzhennia aerohidrodynamichnykh potokiv [Aero-hydrodynamic flow test bench]*. (Patent Ukrainy № 114761) [in Ukrainian].
17. Davydenko, O.M., Ihnatov, A.O., Yatsyk V.V. (2010). *Patent of Ukraine № 90541 Prystrii dlia obrobky stovbura sverdlovyny [Device for wellbore treatment]*. (Patent Ukrainy № 90541) [in Ukrainian].
18. 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].

Розділ 2

ІНСТРУМЕНТАЛЬНІ, КОНСТРУКЦІЙНІ І ФУНКЦІОНАЛЬНІ МАТЕРІАЛИ НА ОСНОВІ АЛМАЗУ І КУБІЧНОГО НІТРИДУ БОРУ

УДК 548.4:539.3 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-93-103

А. В. Бурченя[1], Т. В. Коваленко[1], О. М. Супрун[1], С.О. Гордєєв[1], кандидати технічних наук; **В. В. Лисаковський[1]**, д-р техн. наук; **В. Ю. Клочок[1]**, д-р філософії; **А. С. Ніколенко[2]**, канд. фіз.-мат. наук; **В. В. Стрельчук[2]**, д-р фіз.-мат. наук.

[1]Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська, 2, 04074, м. Київ, Україна, e-mail: burcheniaav@gmail.com
[2]Інститут фізики напівпровідників ім. В.Є. Лашкарьова НАН України, пр. Науки, 41, 03028, м. Київ, Україна, e-mail: nikolenko.andrii@gmail.com

ДОСКОНАЛІСТЬ ГРАННИХ ФОРМ HPHT-МОНОКРИСТАЛІВ АЛМАЗУ В ЗАЛЕЖНОСТІ ВІД РІВНЯ ПЕРЕСИЧЕННЯ ВУГЛЕЦЕМ РОСТОВОГО СЕРЕДОВИЩА

Досліджено особливості розчин-розплавної кристалізації монокристалів алмаза масою до 15 карат в метал-вуглецевих ростових системах за тисків 5,8-6,2 ГПа та температур 1300-1550 °С з отриманням повногранних форм росту протягом часу циклів вирощування до 220 год. Вивчено змінення значень пересичень ростової системи вуглецем на різних етапах процесу вирощування в металевих розчинниках на базі Fe–Co–C та його вплив на габітус і морфологію граней вирощених монокристалів алмаза. Сформульовані основні вимоги стосовно підтримання необхідних значень величин пересичення для забезпечення умов вирощування гранних монокристалів алмаза при умові збереження розвитку досконалих гранних форм {111} та {100}.

Ключові слова: *морфологія монокристалів алмазу, ріст монокристалів алмазу, вирощування з розплаву, алмаз.*

Вступ

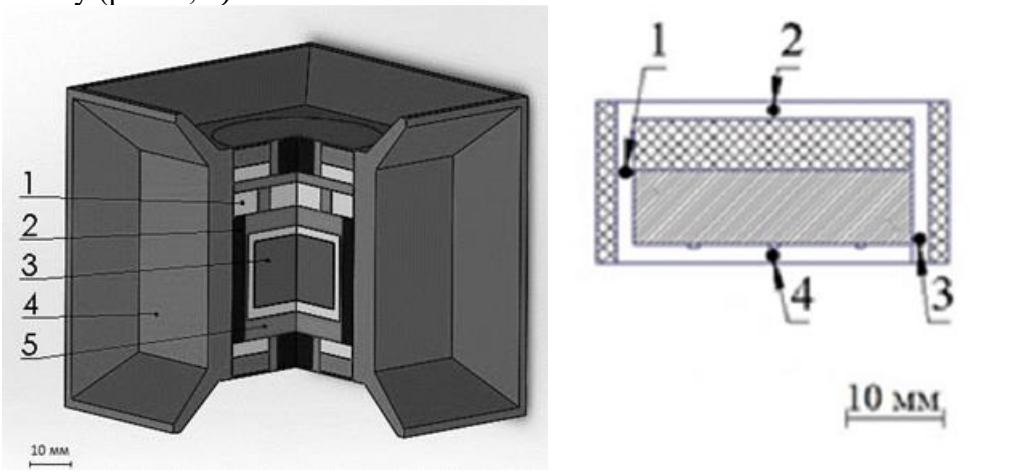
Використання апаратів високого тиску кубічного типу з значеннями ростового об’єму 30 см^3 та більше на сьогодні дає можливість створення умов для реалізації методу HPHT-кристалізації алмазу в області термодинамічної стабільності та можливість його промислового використання [1, 2]. Застосування такої апаратури дозволяє значно підвищити максимальні розміри кристалів та отримувати зразки з рекордними показниками маси [3–5].

Більш детальне вивчення особливостей процесу вирощування великих монокристалів алмаза масою понад 3 карати з використанням шестипуансонних пресів виявило недоліки в підході до процесу їх вирощування, пов’язані з контролем температури процесу вирощування та необхідністю більш ретельної оцінки по значеннях параметрів електричного струму. Як свідчать експериментальні дані, у цьому випадку точність керування процесом достатньо низька і при довготривалих витримках можливе відхилення температури на десятки градусів. Це пов’язано з перерозподілом температури і її градієнтів в процесі збільшення об’єму монокристалу алмазу. В результаті спостерігається відхилення від повногранної форми кристалу у ростовому об’ємі у напрямку розвитку бінарних кристалів [6] з захватом включень сплаву-розчинника, негативних форм та інших дефектів росту. Дефектні кристали придатні для використання лише частково, корисна їх маса не перевищує 40–50 % від загальної, що значно обмежує економічну продуктивність процесів вирощування при умові погіршення якості отримуваних зразків монокристалів в цілому.

Головною метою дослідження було вивчення факторів, що призводять до порушення розвитку вихідної первинної гранної форми, а також визначення умов, які необхідні для вирощування для отримання зразків з збереженням її впродовж усього часу вирощування для досягнення маси 10 каратів і відсутності погіршення структурної досконалості.

Деталі проведення експериментів

При проведенні досліджень було використано апарат високого тиску зусиллям навантаження 6×28,5 МН CS-VII [7] та розмірами натискної площадки пуансонів 56х56 мм. Цикли вирощування проводили за тиску 5,8–6,2 ГПа та температур в ростовому об'ємі 1300–1550 °С; температурні градієнти, визначені розрахунковим методом та перевірені експериментально, вибирались в межах 3–10 °С/мм. Для проведення циклів вирощування в ростових системах на основі Fe-Co-C використовувалась ростова комірка, зображена на рис. 1, *а*. Затравочні монокристали алмаза орієнтувались гранню куба розміром ≈0,5 мкм до сплаву-розчинника. Контроль тиску при навантаженні шестипуансонного здійснювали згідно розроблених нами методів [8]. Температура та температурні градієнти визначались за допомогою термопарних датчиків, вмонтованих в вимірювальні блоки, скомпоновані шляхом пресування ізоляції з CsCl та дротами термопар Pt/PtRh$_{10}$. Спаї вимірювальних блоків розміщувались таким чином, щоб дозволяти вимірювати у вибраних характеристичних точках ростового об'єму (рис. 1, *б*).



а *б*

Рис. 1. Схематичне зображення складання ростової комірки та ростового шару з використанням термопарних датчиків для вимірювання температур: а – загальний вигляд ростової комірки для вирощування монокристалів алмаза; 1 – електроізоляція; 2 – теплоізоляція; 3 – ростовий об'єм; 4 – контейнер для стиснення та створення високого тиску; 5 – резистивна система нагріву; б – характеристичні точки 1–4 для розміщення спаїв термопар в ростовому об'ємі комірки високого тиску, які ізольовані за допомогою хлористого цезію в місцях контакту графітового джерела вуглецю з сплавом-розчинником на периферії ростового об'єму (1), у центрі верхньої частини графітового джерела (2) та на краю (3) і в центрі нижньої частини сплаву-розчинника (4)

Термопарні дроти під'єднувались до контролера, що дозволяв підтримувати та корегувати показники температури в автоматичному режимі. Дослідження продуктів кристалізації та компонентного складу ростової системи проводили за допомогою рентгеноспектрального аналізу та скануючої електронної мікроскопії. Вивчення поверхні алмаза виконувалось методами оптичної та електронної мікроскопії.

Результати досліджень та їх обговорення

Використання визначених стандартних підходів до проведення циклів вирощування передбачає створення необхідних термобаричних умов з сталим розподілом температур та температурних градієнтів на початку циклу вирощування без додаткового їх регулювання на більш пізніх стадіях [9, 10]. Це дає змогу достатньо просто отримувати зразки монокристалів

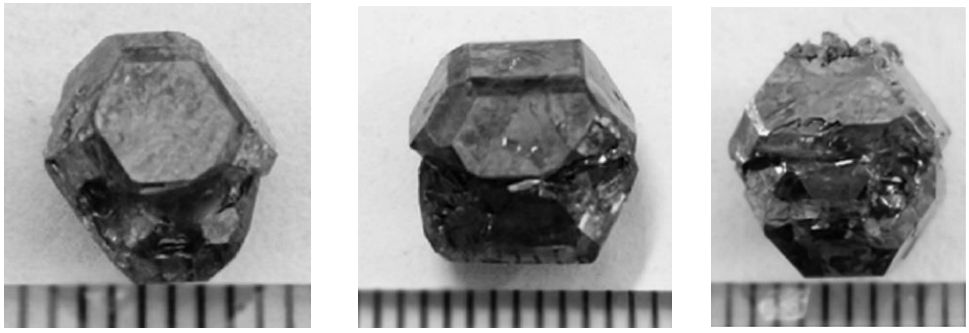
без порушення досконалості огранки масою 3 – 4 карати при використанні тривалості циклів 100–150 год, рис. 2 [11–13]. Спроби збільшення часу вирощування понад 150 год для отримання більших по масі кристалів призводять до порушення росту гранних форм монокристалів та проявлення ознак скелетного росту на периферійних частинах (рис. 3).



Рис. 2. Монокристали алмаза типу Ib, отримані в циклах вирощування тривалістю вирощування t=118 – 120 год, маса кристалів 3,5 – 4,2 каратів

Проведені попередні дослідження елементного складу сплаву–розчинника за допомогою рентгеноспектрального аналізу після завершення циклів вирощування тривалістю 100-120 год та вилучення продуктів кристалізації з ростової комірки показало, що він вміщує Fe – від 63,28 до 65,86 мас. %; Co – від 38,01 до 34.29 мас. %, C – від 13,25 до 28,52 мас. %.

Спроби звичайного масштабування при переході до більш тривалих циклів вирощування (200–240 год) з метою збільшення маси одиничних монокристалів алмазу призводять до утворення дефектних кристалів з перериванням росту первинної гранної форми (рис. 3) та утворення окремої частини, яка розвивається від верхньої грані первинної частини. В результаті цього утворюються бінарні форми [14].



а *б* *в*

Рис. 3. Зовнішній вигляд монокристалів алмазу типу Ib, характеристичний для бінарного росту: а – тривалість циклу вирощування t=189 год, маса m=7,93 каратів, температура вирощування T=1453–1389 ºC; б – t=178 год, m=9,72 каратів, T=1445–1392 ºC; в – t=192 год, m=8,07 каратів, T=1441–1378 ºC

Експериментальним шляхом було встановлено, що при досягненні лінійних розмірів монокристала більше 5±0,5 мм в напрямку від затравочного кристала до джерела вуглецю при умові визначених оптимальних початкових значень температури та температурних градієнтів спостерігається зміна розподілу лінійних швидкостей росту окремих кристалографічних форм росту. Грані, які знаходяться в більш оптимальній області відносно пересичень вуглецю, починають заростати швидше, ніж ті, що розташовані ближче до затравочного кристала. В результаті грань куба, яка знаходиться найближче до джерела вуглецю, буде розвинута більше, ніж грані тетрагонтриоктаедра і октаедра.

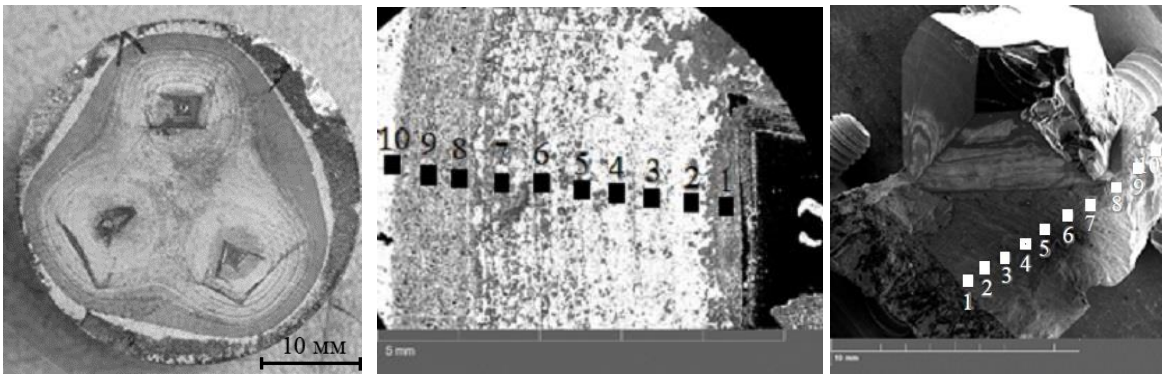
Враховуючи той факт, що забудова граней відбувається шляхом переміщення сходинок росту від ребер та вершин кристала до центру [15], то можливе виникнення ефектів неповної забудови граней без завершення їх формування за рахунок зниження значень пересичень вуглецем на фронті кристалізації, що особливо характерно для нижньої частини кристалу. В результаті цього спостерігається формування окремого субіндивіду, який відокремлений від

початкової форми росту. Цей ефект є найбільш показовим для 4-х граней октаедра, які розташовані поблизу місця переходу у бінарну форму росту.

Як показали дослідження, проведені шляхом контролю умов вирощування з використанням термопарних датчиків, додатковим стимулюючим фактором утворення кристалів з ефектами неповної забудови граней є зниження температури вирощування, що вдалося встановити шляхом контролю з використанням термопарних датчиків. Починаючи з часу 80-90 год від початку циклів вирощування, спостерігається поступове падіння температури в ростовій комірці зі швидкістю в середньому 0,2-0,4 °С/год. Цей ефект пов'язаний, очевидно, з збільшенням об’єму алмазу як високотеплопровідної фази та перерозподілу тепловідводу в нижній частині ростової комірки в цілому. Очевидно, що зниження температури ростового середовища прямо впливає на величини розчинності вуглецю, в результаті чого погіршується досконаліть гранної форми монокристалів.

Для дослідження зміни концентрації вуглецю було відібрано зразок сплаву-розчинника з трьома вирощеними монокристалами алмаза, для яких тривалість циклу вирощування складала 207 год (рис. 4, а), вихідна температура в зоні ініціації росту алмаза ≈1370 °С; середній осьовий температурний градієнт складав 5 ±0,5 °С/мм.

Вивчення компонентного складу сплаву-розчинника проводилось навздовж поверхні кристалів рентгеноспектральним методом в осьовому та радіальному напрямках з кроком в 1 мм (рис. 4, б, в). Характеристики концентрації вуглецю, отримані з цих даних, дозволили прослідкувати їх змінення в осьовому та радіальному напрямках, рис. 5.

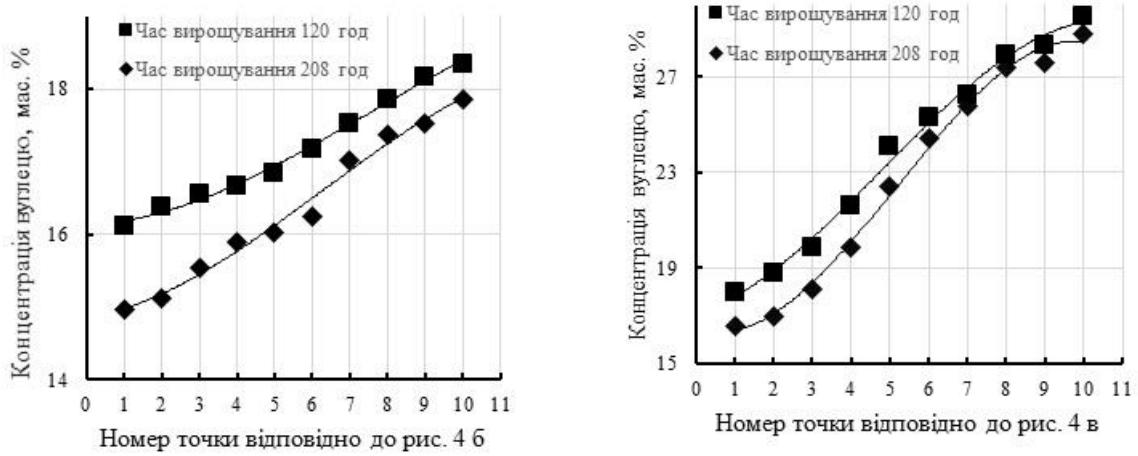


а *б* *в*

Рис. 4. Зовнішній вигляд (а), оптичне зображення (б) поверхні та сколу (в) сплаву-розчинника з монокристалами алмаза після вилучення з ростової комірки

Дослідження компонентного складу методом оптичної мікроскопії показало, що як і у випадку з результатами, отриманими для сплавів-розчинників з тривалістю циклів вирощування 100–120 год, ростова система складається з карбідів заліза, кобальту, вуглецю у вигляді графіту та алмазу (отриманого внаслідок вторинної кристалізації в момент зупинки нагріву). Зміна значень концентрацій вуглецю в осьовому та радіальному напрямках у ростовій системі складає 13–30 мас. % (рис. 5).

Як видно з рис. 5, збільшення тривалості циклу вирощування викликає зменшення значень пересичення ростової системи вуглецем у всьому об’ємі сплаву на ≈ 2 – 7 % від початкового. Згідно даних, описаних в [16], значення насиченості вуглецю в ростовій системі Fe–Co–C за температури 1350°С та тиску 6 ГПа складає ≈12 мас. %, тому можна зробити висновок, що ступені пересичення все ще повинні задовольняти умови отримання повногранних монокристалів алмазу, що підтверджується дослідженнями, описаними в роботі [17].



а *б*

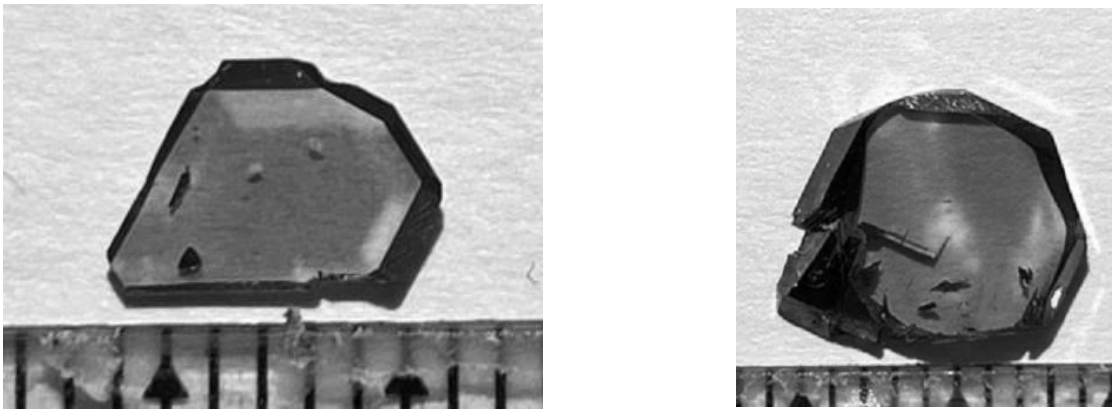
Рис. 5. Порівняльна характеристика радіального (а) та осьового (б) градієнтів концентрації вуглецю в сплаві-розчиннику після проведення циклів вирощування з тривалістю 120 год та 208 год

Таким чином, отримані нами значення концентрацій вуглецю свідчать про пересичення ростової системи і повинні задовольняти умови пошарового росту монокристалів алмазу високої структурної досконалості. Однак вони протирічать даним, отриманим нами експериментальним шляхом, які демонструють високу вірогідність розвитку процесу росту монокристалів з захватом великої кількості включень та розвитку елементів скелетного росту на периферійних частинах кристалів (рис. 3).

Згідно прийнятих моделей росту монокристалів [18], в розчин-розплавних системах лімітуючу роль в процесах переміщення сходинок росту відіграють величини пересичень вуглецю в так званому дифузійному шарі, який утворюється навколо ростучих граней, причому значення пересичень можуть значно відрізнятись від значень в матричному середовищі. Виходячи з того, що дифузійні процеси в такому шарі протікають значно повільніше та залежать від геометричних розмірів кристалів, ці значення в певний момент не встигають перелаштовуватись. По мірі росту та збільшення розмірів, до виступаючих частин кристала, вершин та ребер вуглець починає поступати в більшій кількості, ніж до центральної частини грані, і тому вздовж поверхні ростучого кристалу додатково виникають градієнти концентрацій (пересичень). В умовах вирощування достатньо невеликих за розміром кристалів, градієнт концентрації вздовж граней не відіграє лімітуючої ролі в порушенні якості огранки кристалу. Це можна пояснити тим, що шари росту мають підвищені швидкості переміщення по поверхні по відношенню до швидкості утворення нових шарів росту. Однак, зі збільшенням геометричних розмірів кристалу градієнти пересичень вздовж граней збільшуються, швидкість переміщення шарів росту вздовж поверхні граней зменшується в порівнянні з швидкістю започаткування нових шарів росту, і в результаті виникають умови, за яких нові шари росту не встигають розповсюдитись по всій грані. При цьому приреберні ділянки обганяють в своїй швидкості росту центральні ділянки, внаслідок чого на гранях утворюються впадини. На рис. 6 зображені алмазні пластини, що наглядно демонструють процес утворення сплощених включень. При рості кристалу до певних розмірів утворюється серія сплощених включень ростової системи (рис. 6, *а*), розташованих один під одним та розмежованих між собою кристалічними алмазними шарами. По мірі подальшого збільшення розміру такого кристалу градієнти пересичень вздовж грані продовжують збільшуватись до моменту, коли захоплені включення не перекриваються новими шарами росту (рис. 6, *б*). В цей

момент утворюється воронка, що перериває ріст первинної гранної форми кристала та започатковує скелетну форму росту.

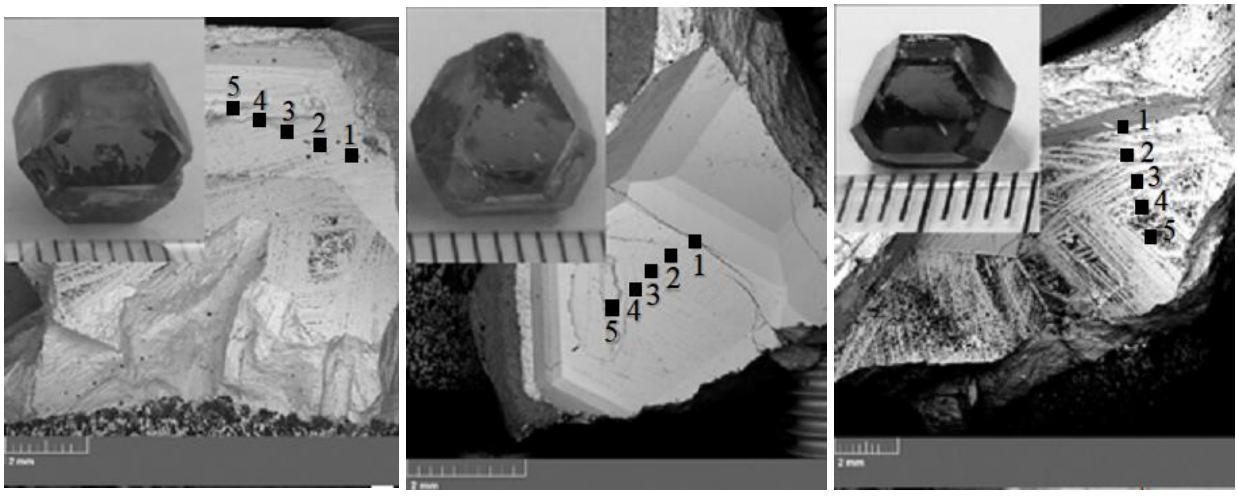
Вказані вище особливості започаткування скелетних форм росту стають очевидними для пірамід росту швидко ростучих граней [19]. Тому доцільним представляється визначення граничних концентрацій вуглецю в дифузійному шарі та їх вплив на досконалість огранки монокристалів алмазу.



а *б*

Рис. 6. Зображення пластин з монокристалів алмазу, отриманих в циклах вирощування тривалістю 145 год (а) та 192 год (б)

Згідно з [19], утворення серії сплощених включень матричного середовища, які в подальшому призводять до утворення поглиблень та започаткування скелетних форм росту, найбільш вірогідне для граней, що володіють найвищими швидкостями росту. Для монокристалів алмазу кубооктаедричного габітусу такими гранями є грані октаедра. Дослідження зміни концентрації вуглецю для таких граней проводили від середини ребра грані до її центру, як зображено на рис. 7.



а *б* *в*

Рис. 7. Зображення відбитків кристалів у сплаві-розчиннику вуглецю, отриманих в циклах вирощування: а – тривалістю 205 год без додаткового регулювання і змінення температури ростової комірки; б – тривалістю 203 год з підтриманням температури в характеристичних точках ростової комірки на заданому рівні; в – тривалістю 208 год з поступовим підвищенням температури в характеристичній точці ростової комірки з швидкістю 0,3–0,4 °С/год

Згідно отриманих результатів, монокристали алмазу, вирощені в системі Fe-Co-C з тривалістю циклу вирощування 205 год, мають достатньо велику кількість включень ростової системи з чіткими ознаками утворення скелетних форм росту на периферійних частинах (рис. 7, *а*). Видно, що при зниженні температури вирощування спостерігається збіднення ростової системи вуглецем (рис. 8): вздовж приреберних ділянок концентрація вуглецю знаходиться на рівні 15–20 мас. %, однак при наближенні до центральної частини грані значення концентрацій зменшується нижче точки насиченості до рівня 6–10 мас. %.

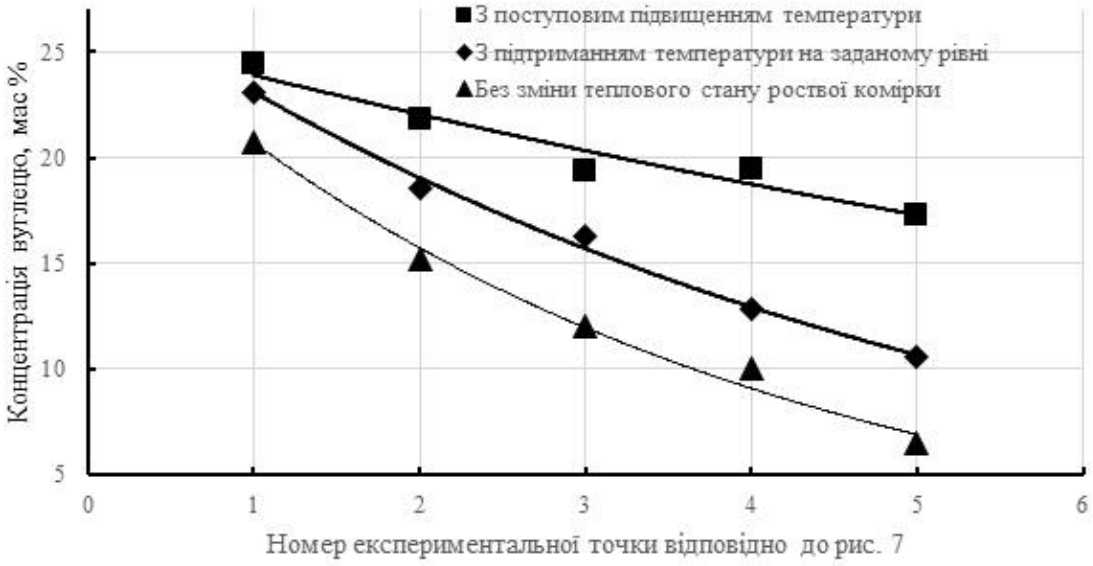
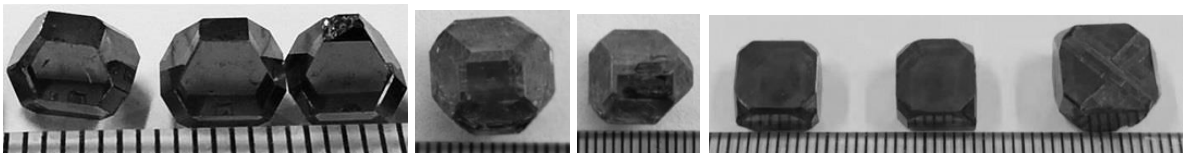


Рис. 8. Зміна концентрації вуглецю на відбитках граней (111) монокристалів алмазу в сплаві-розчиннику вуглецю

Спроби підтримки температури вирощування в характеристичних точках на заданому рівні шляхом додаткового регулювання розподілу температур та температурних градієнтів дозволяє підвищити значення концентрацій вуглецю в прикордонному шарі до рівня 11 – 23 мас. % (рис. 8). В такому випадку при однаковому часі витримки ознаки скелетних форм росту зникають, однак все ще залишається достатньо велика кількість включень ростової системи, що чергуються з ростовими шарами алмаза (рис. 7, *б*). При поступовому підвищенні температури кристалізації з швидкістю ≈0,3-0,4 °С/год спостерігається якісний скачок: одержані зразки монокристалів не мають видимих включень ростової системи в тілі кристалу та ознак неповної забудови шарів росту (рис. 7, *в*). Дослідження вмісту вуглецю в прикордонному шарі показує, що вздовж усієї грані зберігається пересичення матричного середовища вуглецем: концентрація вуглецю знаходиться на рівні 17–24 мас % (рис. 8), що, очевидно, є необхідною та достатньою умовою розвитку досконалих шарів росту алмазу.

Таким чином, керування температурою вирощування за допомогою термопарних датчиків дозволило отримати повногранні зразки монокристалів алмаза з збереженням високої структурної досконалості масою до 15 каратів (рис. 9, *а–в*). Також, використання такого підходу в поєднанні з заданням необхідних термобаричних умов для розвитку кубічних граней дає можливість отримання монокристалів алмазу кубічного габітусу з пріоритетним розвитком секторів росту (100) (рис. 9, *г*).



а *б* *в* *г*

Рис. 9. Монокристали алмаза, отримані: а – в циклі вирощування тривалістю 186 год з використанням трьох затравочних кристалів, маса кристалів 5–6 каратів, загальна маса 18,6 каратів; б – з використанням 1-го затравочного кристала і тривалістю циклу вирощування 198 год, маса кристала 9,98 каратів; в – з використанням 1-го затравочного кристала і тривалістю циклу вирощування 201 год, маса кристала 14,5 каратів; г – в циклі вирощування тривалістю 215 год з використанням трьох затравочних кристалів, маса кристалів 7 – 11 каратів, загальна маса 26,4 каратів

Висновки

1. Використання стандартних підходів до процесу отримання монокристалів алмазу при переході до циклів вирощування з часом витримки 200 год та більше з метою отримання зразків масою понад 3-4 карати призводить до переривання розвитку первинних гранних форм з утворенням «бінарних» форм росту та захватом металічних включень тілом кристалу.

2. Порушення розвитку гранних форм монокристалів алмазу, вирощених методом температурного градієнту, викликане перерозподілом температур в ростовому середовищі за рахунок збільшення об’єму алмазу та покращення тепловідведення в нижній частині ростового об’єму; зниження температури вирощування призводить до зменшення значень пересичень та, як наслідок, до порушення умов вирощування повногранних зразків монокристалів алмазу.

3. Необхідною та достатньою умовою отримання повногранних зразків монокристалів алмазу високої структурної досконалості в ростовій системі Fe-Co-C є забезпечення значень пересичень в дифузійному шарів на рівні 15-25 %; значення величин пересичень для кожної ростової системи є індивідуальним та залежить від лінійних швидкостей росту монокристалів.

4. Забезпечення необхідних рівнів пересичення досягається шляхом керування температурою вирощування за допомогою термопарних датчиків; експериментальним шляхом визначено, що оптимальним є проведення циклів вирощування з поступовим підвищенням температури зі швидкістю 0,3–0,4 °С, починаючи з часу вирощування 80-90 год, що дозволяє отримати зразки монокристалів алмаза з збереженням гранної форми та високої структурної досконалості масою до 15 каратів.

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»

A. Burchenia, T. Kovalenko, O. Suprun, S. Gordeev, V. Lysakovskyi, V. Klochok[1]; A. Nikolenko, V. Strelchuk[2]

[1]V. Bakul Institute for Superhard Materials National Academy of Science of Ukraine
[2]V. Lashkaryov Institute of Semiconductors Physics National Academy of Science of Ukraine

HPHT-DIAMOND FLAT FACE FORM PERFECTION DEPENDING ON CARBON SATURATION LEVEL IN GROWTH CELL

The peculiarities of solution-melt crystallization in metal-carbon growth systems of large diamond single crystals weighing up to 15 carats at a pressure of 5.8–6.2 GPa and a temperature of 1300-1550 °C with obtaining polyhedral growth forms during growth cycles of up to 220 hours were investigated. Carbon concentration changes in the growth value on different growth stages in metal solvents based on Fe–Co–C was been studied. Also, influence of carbon saturation changes on the habit and faces morphology of grown diamond single crystals was investigated. The main requirements for the values of the supersaturation value needed to ensure the growth conditions of faceted diamond single crystals under the condition of maintaining the development and preservation of the perfect {111} and {113} facet forms are formulated.

Key words: *single diamond crystal morphology, single diamond crystal growth, growth from melt, diamond.*

Література

1. Kawazoe T., Nishiyama N., Nishihara Y., Irifune T. Pressure generation to 25 GPa using a cubic anvil apparatus with a multi-anvil 6-6 assembly. *High Pressure Research*. 2012. Vol. 30. P. 167–174.
2. Liebermann R.C. Multi-anvil, high pressure apparatus: a half-century of development and progress. *High Pressure Research*. 2011.Vol. 31. P. 493–532.
3. Sumiya H. HPHT Synthesis of large, high-quality, single crystal diamond. *Material Science and Materials Engineering*. 2014. Vol. 3. P. 195–215.
4. Sumiya H., Satoh H., Yazu S. High-quality synthetic diamond crystal. *Review of High Pressure Science and Technology*. 1998. Vol. 7. P. 960–965.
5. Sumiya H., Toda N., Satoh S. Growth rate of high-quality large diamond crystals.*J. Cryst Growth*. 2002. Vol. 237–239. P. 1281-1285.
6. Katrusha A.V. Fabrication and properties of ultra-large type IIa colorless synthetic diamonds // 28th International Conference on Diamond and Carbon Materials. 3–7 September 2017. Sweden. 2017. – P. INV11.
7. Cubic press machine catalog. Gulin guiye machinery Co., Ltd. URL: https//glguiye.en.made-in-china.com/Product-Catalogs. (дата звернення 07.09.2023)
8. Ivakhnenko S.O. Lysakovskyi V.V., Savitskyi O.O. Burchenia A.V. Determining high quasihydrostatic pressure up to 7 GPa at a temperature to 1400 °C using resistive sensors. *Eastern-European Journal of Enterprise Technologies*. 2019. Vol. 99. P. 13–20.
9. Strong H.M., Wentorf R.H. The growth of large diamond crystals. *J. Naturwissenschften*. 1972. Vol. 59. P. 1–7.
10. Wentorf R.H. Some studies of diamond growth rates. *J. Phys. Chem*. 1971. Vol. 75. P. 1833–1837.
11. Sumiya H., Harano K., Tamasaku K. HPHT synthesis and crystalline quality of large high-quality (001) and (111) diamond crystals. *Diamond and Related Materials*. 2015. Vol. 58. P. 221–225.
12. Khokhryakov A. F., Palyanov Y.N., Kupriyanov I.N., Borzov Y.M., Sokol A.G., Hartwing J., Masiello F. Crystal growth and perfection of large octahedral synthetic diamonds. *Journal of Crystal Growt*. 2011. Vol. 317. P. 32–38.

13. Yadong Li, Yong Li, Liangchao Chen, Longsuo Guo, Zelong He, Liangping Xia, Guangzhao Wang, Peng Zhang. Studies on the mechanism of large cavity to improve the growth rate of large diamond under HPHT conditions. *Journal of Crystal Growth*. 2019. Vol. 515. P. 66–71.
14. Бурченя А.В. Спрямоване керування параметрами росту для одержання структурно досконалих монокристалів алмазу типу Ib масою від 5 до 10 каратів в шестипуансонних пресах: дис… канд. техн. наук: 05.02.01. Київ, 2019. 196 с.
15. Bundy F.P., Strong H.M., Wentorf R.H. Methods and mechanisms of synthetic diamond growth. *Chem. and Phys. Carbon*. 1973. Vol.10. P. 213–272.
16. Sunagawa I. Growth and morphology of diamond crystals under stable and metastable conditions. *J. Cryst. Growth*. 1990. Vol. 99. P. 1156–1161.
17. Sumiya H., Toda N., Sato S. Growth rate of high-quality large diamond crystals. *J. Cryst. Growth*. 2002. Vol. 237-239. P. 1281-1285.
18. Современная кристаллография / за заг. ред. Б.К. Вайнштейн. М.: «Наука», 1980. Т. 3 Современная кристаллография. 407 с.
19. Петров Т.Г., Трейвус Е.Б., Пунин Ю.О., Касаткин А.П. Выращивание кристаллов из растворов. Л.: Недра, 1983. 200 с.

Надійшла 10.09.23

References

1. Kawazoe T., Nishiyama N., Nishihara Y., Irifune T. (2012) Pressure generation to 25 GPa using a cubic anvil apparatus with a multi-anvil 6-6 assembly. *High Pressure Research, 30,* 167–174.
2. Liebermann R.C. (2011) Multi-anvil, high pressure apparatus: a half-century of development and progress. *High Pressure Research, 31,* 493–532.
3. Sumiya H. (2014) HPHT Synthesis of large, high-quality, single crystal diamond. *Material Science and Materials Engineering, 3,* 195–215.
4. Sumiya H., Satoh H., Yazu S. (1998) High-quality synthetic diamond crystal. *Review of High Pressure Science and Technology, 7,* 960–965.
5. Sumiya H., Toda N., Satoh S. (2002) Growth rate of high-quality large diamond crystals. *J. Cryst Growth, 237–239,* 1281-1285.
6. Katrusha A.V. (2017) Fabrication and properties of ultra-large type IIa colorless synthetic diamonds. 28th International Conference on Diamond and Carbon Materials (P. INV11), Sweden.
7. Cubic press machine catalog. Gulin guiye machinery Co., Ltd. URL: https//glguiye.en.made-in-china.com/Product-Catalogs.
8. Ivakhnenko S.O. Lysakovskyi V.V., Savitskyi O.O. & et al. (2019) Determining high quasihydrostatic pressure up to 7 GPa at a temperature to 1400 ℃ using resistive sensors. *Eastern-European Journal of Enterprise Technologies, 99,* 3–20.
9. Strong H.M., Wentorf R.H. The growth of large diamond crystals (1972) *J. Naturwissenschften, 59,* 1–7.
10. Wentorf R.H. (1971) Some studies of diamond growth rates. *J. Phys. Chem,* 75, 1833–1837.
11. Sumiya H., Harano K., Tamasaku K. (2015) HPHT synthesis and crystalline quality of large high-quality (001) and (111) diamond crystals. *Diamond and Related Materials, 58,* 221–225.
12. Khokhryakov A. F., Palyanov Y.N., Kupriyanov I.N. & et al. (2011) Crystal growth and perfection of large octahedral synthetic diamonds. *Journal of Crystal Growth, 317,* 32–38.
13. Yadong Li, Yong Li, Liangchao Chen & et al. (2019) Studies on the mechanism of large cavity to improve the growth rate of large diamond under HPHT conditions. *Journal of Crystal Growth, 515,* 66–71.

14. Burchenia A. V. (2019) *Spryamovane keruvannya parametrami rostu dlya odershchanya strukturno doskonalih monocristalisv almazu tipu Ib masoyu vid 5 do 10 karativ v shestipuansonnih presah [Directional control of growth parameters for the preparation of structurally perfect diamond type Ib single crystals weighing 5 to 10 carats in six-press apparatus]*. [Candidate's dissertation]. Kyiv [in Ukrainian].
15. Bundy F.P., Strong H.M., Wentorf R.H. (1973) Methods and mechanisms of synthetic diamond growth. *Chem. and Phys. Carbon*, *10*, 213–272.
16. Sunagawa I. (1990) Growth and morphology of diamond crystals under stable and metastable conditions. *J. Cryst. Growth*, *99*, 1156–1161.
17. Sumiya H., Toda N., Sato S. (2002) Growth rate of high-quality large diamond crystals. J. *Cryst. Growth*, *237-239*, 1281–1285.
18. (1980). Vaynshteyn, B. K. (Ed.), *Sovremennaya kristalografiya [Modern crystallography]*: V. 3. *Sovremennaya kristalografiya [Modern crystallography]*. Nauka [in Russian].
19. Petrov T. G., Treivus E. B., Punin Yu. O., et al. (1983) *Virashchivanie kristallov iz rastvorov [Growing crystals from melt]*. Nedra [in Russian].

УДК 548.736 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-103-110

В.В. Лисаковський, д-р. техн. наук; **С.О. Івахненко**, член-кореспондент НАН України; **А.В. Бурченя**, **Т.В. Коваленко** кандидати технічних наук[1]; **А. С. Ніколенко**, канд. фіз. мат. наук; **В. В. Стрельчук**, д-р фіз.-мат. наук[2]; **С.М. Іванченко**, **А.В. Марченко[1]**

ФОРМОУТВОРЕННЯ МОНОКРИСТАЛІВ АЛМАЗУ ПРИ ЗМІНІ КОНФІГУРАЦІЇ РЕЗИСТИВНОЇ СИСТЕМИ НАГРІВУ В АПАРАТАХ ВИСОКОГО ТИСКУ КУБІЧНОГО ТИПУ

[1]Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська, 2, 04074, м. Київ, Україна, e-mail: lysakovskyi81@gmail.com
[2]Інститут фізики напівпровідників ім. В.Є. Лошкарьова НАН України, пр. Науки, 41, 03028, м. Київ, Україна, e-mail: nikolenko.andrii@gmail.com

Розраховано та експериментально вивчено граничні величини осьових та радіальних градієнтів температури для вирощування монокристалів алмаза різних типів та габітусу. Визначені граничні значення температури, перевищення яких призводить до росту дефектних кристалів; показано, що для кожної розчин-розплавної системи такі значення відрізняються і їх необхідно підбирати окремо. Встановлені необхідні температурні умови для формування монокристалів алмазу кубічного і кубоктаедричноого габітусу, а також для запобігання утворенню кристалів бінарної форми з розвитком дефектної області кристалу, що пов'язано із зміненням характеристик переносу вуглецю від джерела до фронту кристалізації.

Ключові слова: *градієнт температури, апарат високого тиску, габітус, куб, кубоктаедр, октаедр.*

Кінетика росту і формоутворення монокристалів алмазу при вирощуванні на затравці визначається перепадом між температурами на фронті кристалізації і в зоні розчинення джерела вуглецю, який обумовлює величини градієнтів температури та їх розподілу в комірці високого тиску. Як було показано нами раніше [1, 2], найбільш ефективним є застосування диференційно-резистивного методу нагрівання комірок, що дозволяє підтримувати розподіл температури стабільно протягом тривалого періоду часу з постійними осьовими та

радіальними градієнтами температур і їх співвідношенням між собою. Використання комп'ютерного моделювання та розрахунку величини переносу вуглецю дозволяє варіювати вихідні значення градієнтів температури і умов створення необхідної конфігурації нагрівальної системи та визначення розмірів і складових деталей. Як показують розрахунки методом скінчених елементів з використанням даних експериментальних вимірювань розподілу температури у ростовому об'ємі шестипуансонних пресових установок з діаметром плунжера 750 мм (рис. 1), величини осьових градієнтів можна змінювати в межах від 1,5 до 10,0 °С/мм, змінюючи його висоту від 7 до 15 мм. Величини радіальних градієнтів температури можна досить легко задавати в межах від -5 до +5 °С/мм, використовуючи для цього зміну теплопровідних властивостей деталей ізоляції. Керуючись таким підходом, можливо направляти потік розчиненого вуглецю в центрі або на периферію площини, на якій розташовані затравочні кристали.

В роботі використано комп'ютерне моделювання розподілу температури з використанням пірофілітових контейнерів з довжиною ребра 74,5 мм для досягнення тиску 6,5 ГПа при їх стисканні за допомогою твердосплавних пуансонів для стиснення складав з розміром натискних площадок 59,5х59,5 мм.

Контейнери виготовляли шляхом пресування порошків пірофіліту $Al_2[Si_4O_{10}]OH_2$ і внутрішньою частиною з доломіту $CaMg(CO_3)_2$ з розміром частинок 50–1600 мкм; в якості зв'язки використовували рідке скло, пресування проводили при тиску 0,15 ГПа. Контейнери після пресування піддавались термічній обробці. Переріз контейнеру і його заповнення теплоізоляційними деталями та складовими елементами електрорезистивного нагрівання, що використовували для розрахунків, приведено на рис 1.

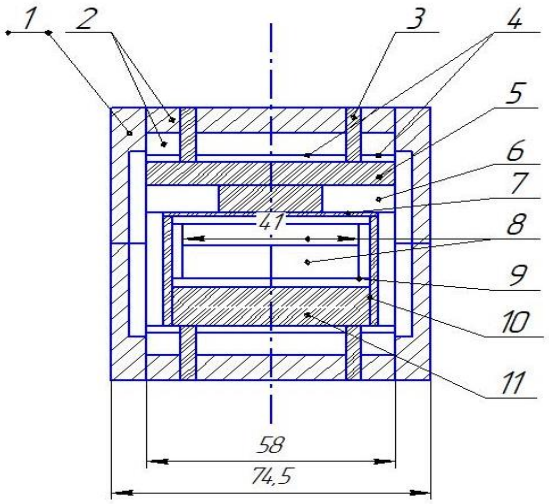


Рис. 1. Схематичне зображення кубічного контейнеру шестипуансонного АВТ з діаметром плунжера 750 мм; 1 – пірофілітовий кубічний контейнер з циліндричним отвором і доломітовою вставкою; 2 – пірофілітові і доломітові ізоляційні шайби і диски токовводу; 3 – графітовий токоввід; 4 – теплоізоляційний екран токовводу; 5 – розподільчий графітовий диск; 6 – ізоляційна шайба з циліндричним нагрівачем; 7 – графітовий нагрівач; 8 – сплав-розчинник з джерелом вуглецю; 9 – ізоляція реакційного простору; 10 – трубчастий графітовий нагрівач; 11 – підкладний графітовий диск

Наповнення внутрішнього циліндричного простору контейнера (рис. 1) представляє собою ростову комірку, яка має оригінальну конструкцію відносно використання нових матеріалів для виготовлення теплоізоляційних деталей нагрівачів та інших складових. Така конструкція забезпечує необхідний розподіл температур для реалізації методу температурного градієнту. Головною перевагою розробленої комірки є відсутність складностей при її збиранні, а також висока якість резистивної системи нагрівання, всі деталі якої (3, 5, 7, 10, 11) виготовлені з однорідного за властивостями і якістю графіту, що дозволяє досягати більш високих температур у порівнянні із відомими варіантами використання методу *Т*-градієнту [3–10]. Теплоізоляцію контейнера забезпечують деталі 4, 6 і 9, які були виготовлені

методами прямого ізостатичного пресування із матеріалів і спеціально розроблених дисперсно-композиційних сумішей на основі хлористого цезію і діоксиду цирконію.

Результати розрахунків розподілу температури перевірялись експериментально шляхом вимірювань за допомогою термопар Pt-PtRh 10%, спаї яких розміщували в контрольних точках ростових комірок; у випадках невідповідності даних порівняння у розрахунки вводились поправки на електро- та теплопровідні властивості матеріалів, що використовувались у роботі; таким чином, шляхом поступових приближень досягали різниці експериментальних та розрахункових значень температури не більш ніж ± 1 °С.

Для проведення досліджень використовували ростові системи: Fe–Ni–C, Fe–Al–C, Fe–Co–C, Fe–Co–Ti(Zr)–C та Fe–Co–Mg–C. При проведенні досліджень було встановлено, що кожний визначений склад сплаву-розчиннику для використання потребує забезпечення необхідного рівня температури та її розподілу в ростовому об'ємі, і визначених значень температурних градієнтів для отримання монокристалів алмазу високої структурної досконалості.

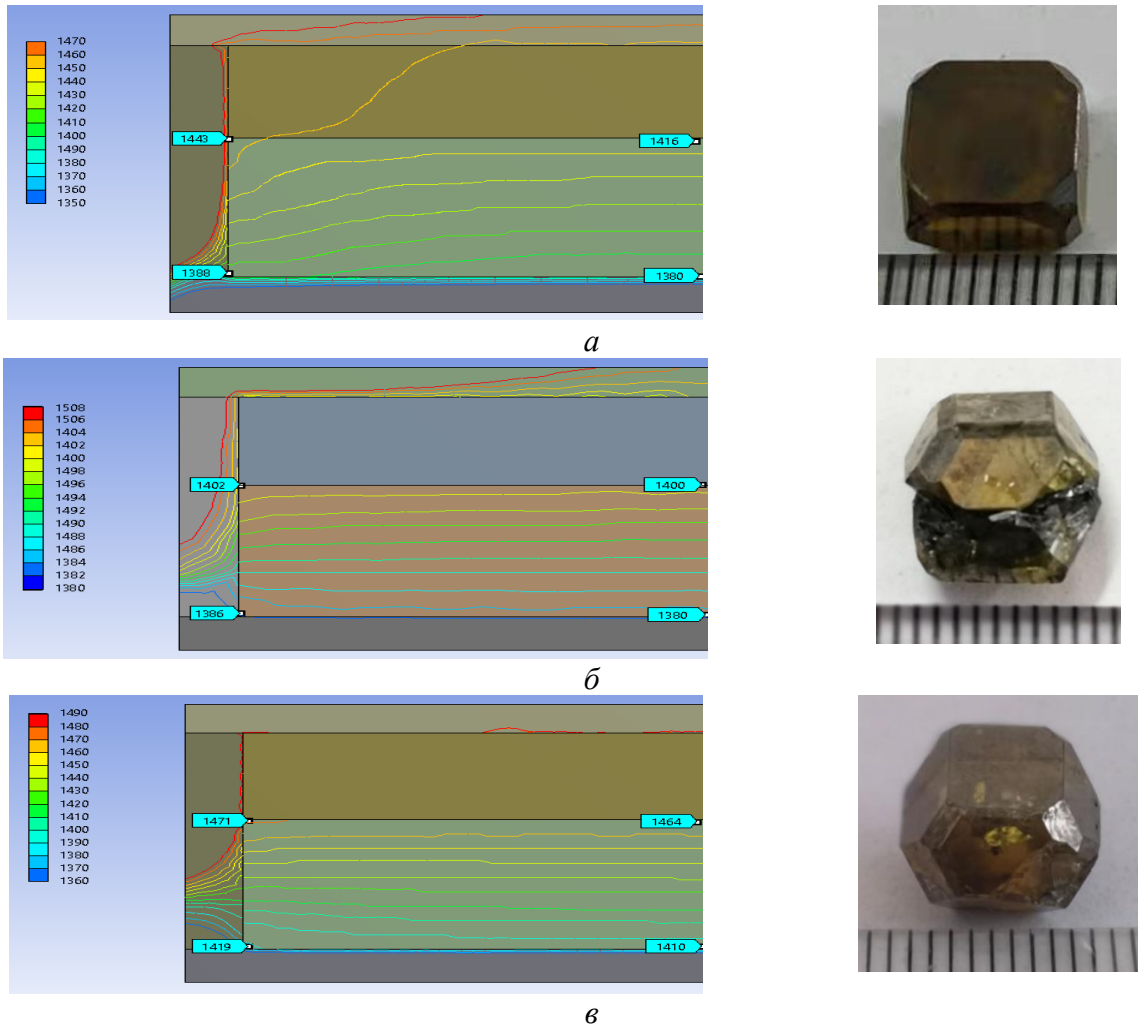


Рис. 2. Експериментальні характеристики розробленої конструкції комірки АВД при вирощуванні монокристалів алмазу в системі Fe–Ni–C з використанням кубічних пресів зусиллям 48,5 МН при зміні температурного перепаду ΔT і градієнту температури: а – T = 1308 °C, ΔT = 36 °C, $|gradT_a|$ = 4,0 °C/мм; б – T = 1410 °C, ΔT = 54 °C, $|gradT_a|$ = 6,0 °C/мм; в – T = 1380 °C, ΔT = 80 °C, $|gradT_a|$ = 2,2 °C/мм

На рис. 2 представлені картини розподілу температури в ростовому просторі комірки АВТ, які дозволяють отримувати в розчин-розплавній системі Fe–Ni–C монокристали алмазу

різної ростової форми. Мінімальні значення температури, які забезпечують формування кристалів кубічного габітусу, наведені на рис. 2, *а*. Підвищення температури вирощування на 70 – 80 °С дає можливість формуватися кристалам кубооктаедричного габітусу зі значно меншим захопленням кількості включень, однак недостатня величина осьового градієнту температури призводить до утворення зразків, які складаються з двох окремих субіндивідів, і виникнення дефектної зони між ними (бікристалів), рис. 2, *б*. Подальше підвищення температури вирощування на 30 °С і більше призводить до домінуючого розвитку граней октаедра, рис. 2, *в*.

Для випадку застосування розчинника Fe–Al–C використане комп'ютерне моделювання дозволило знайти досить чітке співпадіння експериментальних і розрахункових даних. Варіювання величинами ΔT, |gradTa| та T в межах 24–40 °С, 2,6–5,5 °С/мм та 1300÷1360 °С відповідно дозволяє оптимізувати умови вирощування для отримання повногранної форми зразка кристалу, що вирощується, і ступенем розвитку граней кубу та октаедру, рис. 3.

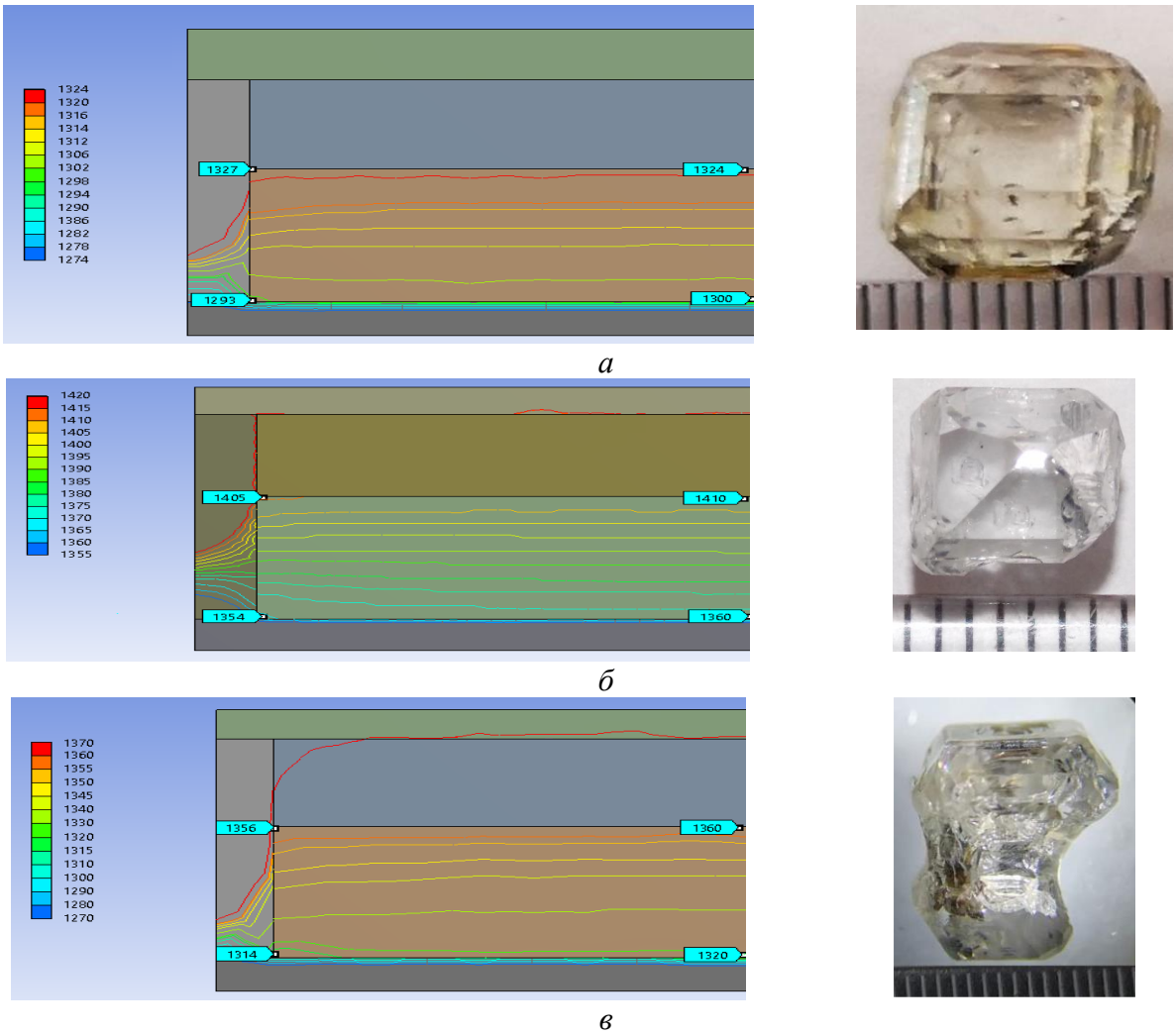


Рис. 3. Експериментальні характеристики розробленої конструкції комірки АВД при вирощуванні монокристалів алмазу в системі Fe–Al–C з використанням кубічних пресів зусиллям 48,5 МН при зміні температурного перепаду ΔT і градієнту температури: а – T = 1300 °С, ΔT = 24 °С, |gradTa| = 2,6 °С/мм; б – T = 1360 °С, ΔT = 50 °С, |gradTa| = 5,5 °С/мм; в – T = 1320 °С, ΔT = 40 °С, |gradTa| = 4,4 °С/мм – ростова форма у вигляді бікристалу

Відповідність розрахункових величин градієнтів температури умовам використання високотемпературного розчинника Fe–Co–C показана на рис. 4, для розчинника такого складу можливості варіювання рівнем температури та її розподілу у ростовому середовищі досить обмежені інтервали допустимих значень ΔT = 40–60 °C, T = 1455 – 1510 °C при достатньо високих значеннях осьового градієнта температури (4,4–6,7 °C/мм), рис. 4.

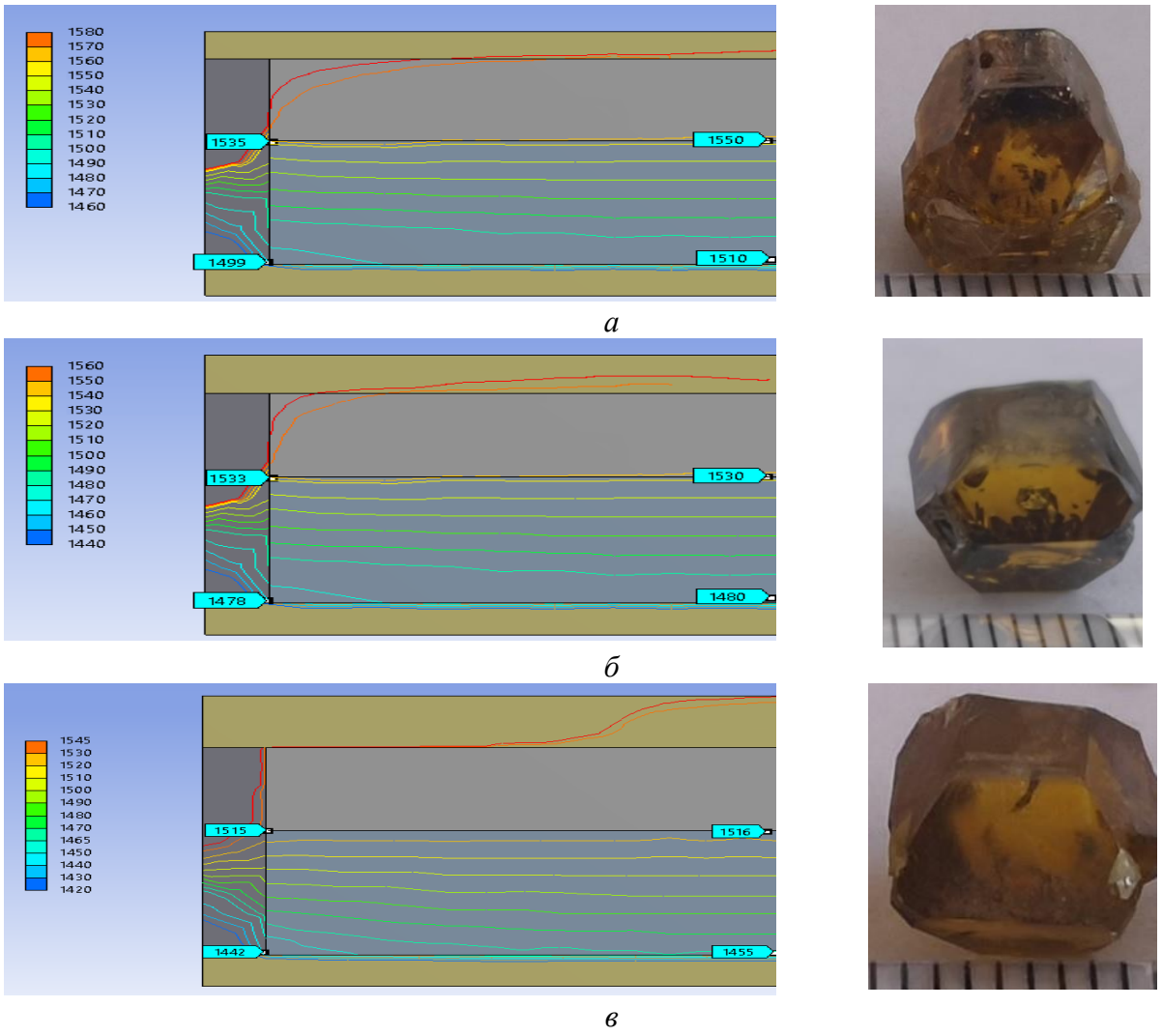


Рис. 4. Експериментальні характеристики розробленої конструкції комірки АВД при вирощуванні монокристалів алмазу в системі Fe–Co–C з використанням кубічних пресів зусиллям 48,5 МН при зміні температурного перепаду ΔT і градієнту температури: а – T = 1510 °C, ΔT = 40 °C, |gradTa| = 4,4 °C/мм; б – T = 1480 °C, ΔT = 50 °C, |gradTa| = 5,5 °C/мм; в – T = 1455 °C, ΔT = 51 °C, |gradTa| = 6,7 °C/мм

Легування ростової системи Fe–Co–C титаном призводить до кращого співпадіння результатів комп'ютерного моделювання з реальними характеристиками вирощування структурно досконалих монокристалів типу IIa (рис. 5). Отримані зразки мають ізометричну форму за рахунок достатньо рівномірного розвитку граней ромбододекаедра і тетрагонтриоктаедра. Слід відмітити, що головними вимогами для коректного проведення розрахунків є правильне визначення вихідних граничних значень та їх відповідність реальним величинам розподілу температури у ростовому об'ємі.

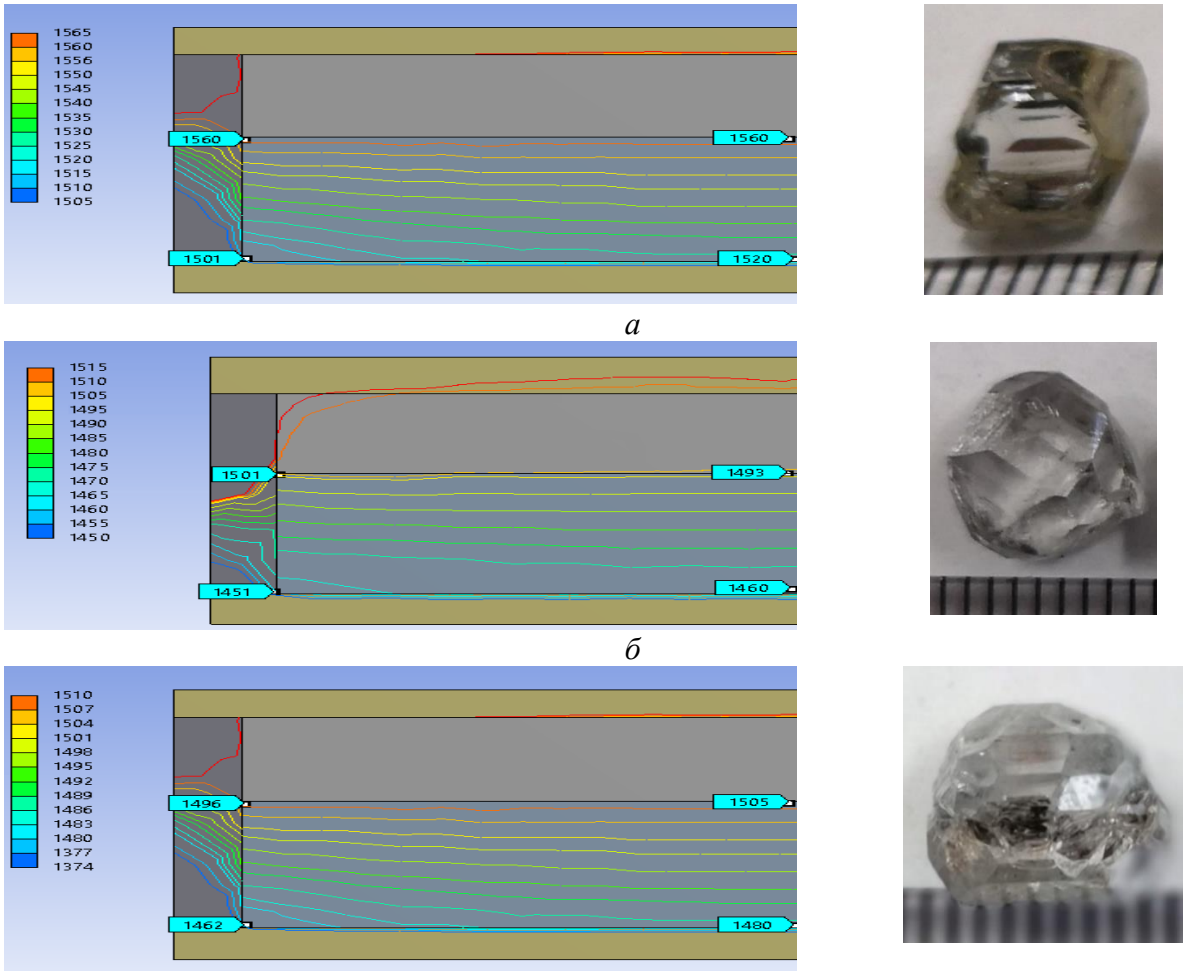


Рис. 5. Експериментальні характеристики розробленої конструкції комірки АВД при вирощуванні монокристалів алмазу в системі Fe–Co–Ti–C з використанням кубічних пресів зусиллям 48,5 МН при зміні температурного перепаду ΔT і градієнту температури: а – T = 1520 °C, ΔT = 40 °C, |gradTa| = 4,44 °C/мм; б – T = 1460 °C, ΔT = 33 оС, |gradTa| = 3,6 °C/мм; в – T = 1480 °C, ΔT=25 °C, |gradTa| = 2,7 °C/мм

Досить складним випадком проведення комп'ютерного моделювання є ростова система Fe–Co–Mg–C, в якій процес вирощування структурно досконалих монокристалів типу Ib необхідно проводити при T = 1680–1700 ºC, хоча габітусна форма досить проста і представляє собою комбінацію октаедричних і кубічних граней з різним ступенем розвитку. Крім цього, для забезпечення забудови граней при найвищих швидкостях росту необхідно забезпечення достатньої кількості переносу вуглецю від джерела до фронту кристалізації та використання значних величин перепадів та градієнтів температури – до 63 ºC та 7,1 ºC/мм відповідно, рис. 6.

Аналіз отриманих результатів дозволяє зробити висновок про те, що для вирощування монокристалів алмазу високої структурної досконалості в ростових системах на основі заліза, таких як: Fe–Ni–C, Fe–Al–C, Fe–Co–C, Fe–Co–Ti(Zr)–C та Fe–Co–Mg–C, необхідно для кожного з них окремо визначати величини осьових і радіальних градієнтів температури. При цьому, їх значення можуть відрізнятись в осьовому напрямку у 2–2,7 рази, а в радіальному не повинні перевищувати 0,4 °C/мм. Враховуючи цей факт, можна дійти до висновку, що головною вимогою до вирощування структурно досконалих монокристалів алмаза в розчин-розплавних системах є використання різних резистивних конфігурацій нагрівання комірок, кожна з яких забезпечує індивідуальний розподіл температури і її градієнтів у ростовому об'ємі.

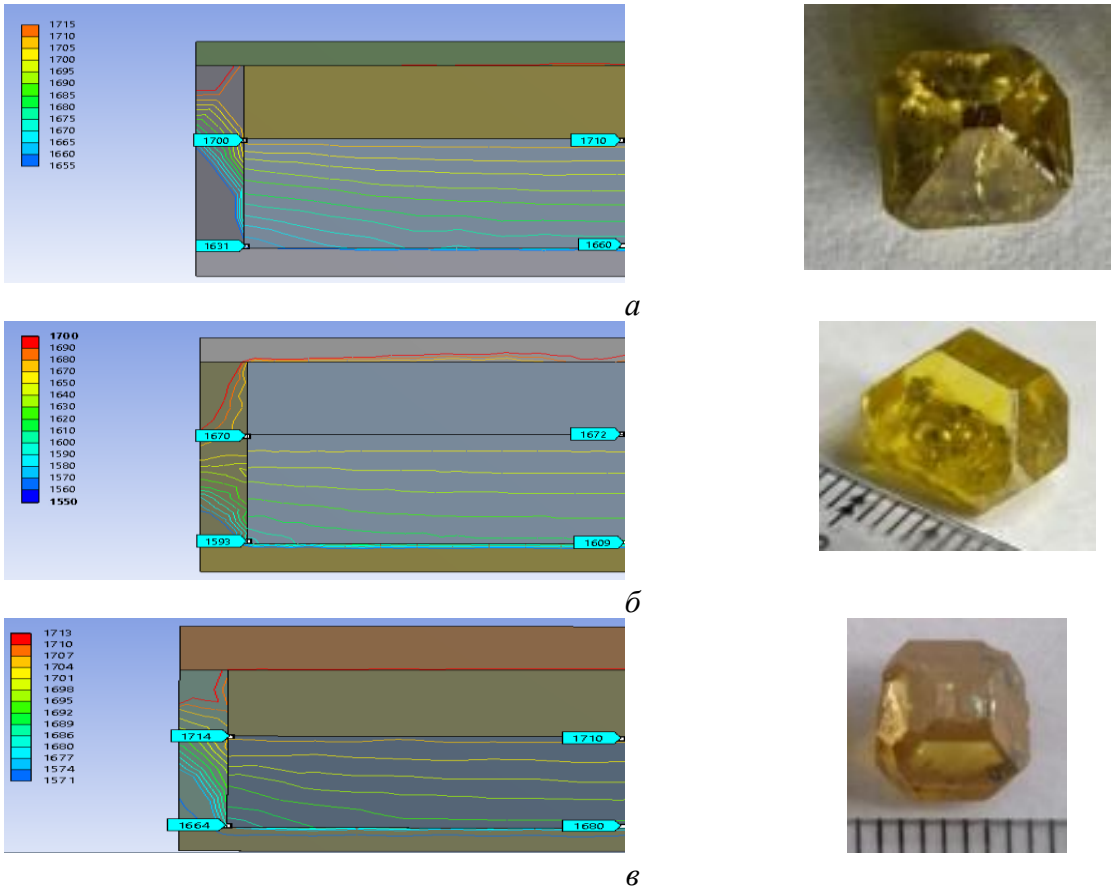


Рис. 6. Експериментальні характеристики розробленої конструкції комірки АВД при вирощуванні монокристалів алмазу в системі Fe–Co–C, легованої Mg з використанням кубічних пресів зусиллям 48,5 МН при зміні температурного перепаду ΔT і градієнту температури у: а – T = 1660 °C, ΔT = 50 °C, |gradTa| = 5,5 °C/мм; б – T = 1609 °C, ΔT = 63 °C, |gradTa| = 7,1 °C/мм; в – T = 1680 °C, ΔT = 30 °C, |gradTa| = 3,3 °C/мм

V. Lysakovskyi, S. Ivakhnenko, A. Burchenia, T. Kovalenko[1];
A. Nikolenko, V. Strelchuk[2]; S. Ivanchenko, A. Marchenko[1]

[1]V. Bakul Institute for Superhard Materials National Academy of Science of Ukraine
[2]V. Loshkaryov Institute of Semiconductors Physics National Academy of Science of Ukraine

FORMATION OF DIAMOND SINGLE CRYSTALS WHEN CHANGING THE CONFIGURATION OF THE RESISTIVE HEATING SYSTEM IN HIGH-PRESSURE CUBIC-TYPE DEVICES

The limiting values of axial and radial temperature gradients for growing diamond single crystals of different types and habit have been calculated and experimentally studied. The temperature limit values, exceeding which leads to the growth of defective crystals, have been defined; it is shown that such values differ for each solution-melt system and must be selected separately. The necessary temperature conditions for the formation of cubic and cuboctahedral diamond single crystals have been established, as well as for the prevention of the formation of binary crystals with the development of a defective region of the crystal associated with a change in the characteristics of carbon transfer from the source to the crystallization front.

Key words: *temperature gradient, high-pressure device, habitus, cube, cuboctahedron, octahedron.*

Література

1. Лысаковский В. В., Ивахненко С. А. Кинетика роста монокристаллов алмаза в растворителях Fe Co, легированных титаном и цирконием. *Сверхтвердые материалы.* 2009. № 1. С. 11–17.
2. Лысаковский В. В., Новиков Н. В., Нагорный В. В., Панасюк Т. С., Каленчук В. А., Гуцу О. С., Ван Дуфу, Ван Шенлинь. Кинетика роста монокристаллов алмаза в шестипуансонном аппарате высокого давления: *Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения.* 2014. Вып. 17. С. 209–213.
3. Strong H. M., Hanneman R. E. Crystallization of diamond and graphite. *J. Chem. Phys.* 1967. Vol. 46, No. 9. P. 3668–3676.
4. Wentorf R. H. Solutions of carbon at high pressure. *Berichte der Runsen Gesellschaft fur Physikalische Chemie.* 1966. Vol. 70. No. 9/10. P. 975–982.
5. Strong H. M. Wentorf R. H. The grow of large diamond crystals: *J. Naturwissenschaften.* 1972. № 59. P. 1–7.
6. Preparation of synthetic diamonds: Pat. 4042673, USA, MKI C 01 B 31/06; Publ. 02.11.73.
7. Preparation of synthetic diamonds: Pat. 4082185, USA, MKI C 01 B 31/06; Publ. 07.15.76.

Надійшла 11.09.23

References

1. Lysakovskyi V.V. Ivakhnenko S.A. (2009) Kinetika rosta monokristalov almaza v rastvoriteliah Fe Co, legirovanih titanom i tsirkoniem [Kinetics of growth of diamond single crystals in Fe Co solvents doped with titanium and zirconium] *Sverhtverdye materialy*, (1), 11-17 [in Ukraine]
2. Lysakovskyi V.V., Novikov N.V., Nagornyi V.V., & et al. (2014) Kinetika rosta monokristalov almaza v shestipuansonnom aparate visokogo davlenia [Kinetics of growth of diamond single crystals in a six-punch high-pressure apparatus]: *Porodorazrushaiushii i metaloobrabatyvaiushii instrument – tehnika i tehnologia ego proizvodstva i primenenia*, (17), 209–213 [in Ukraine]
3. Strong H. M. (1967) Crystallization of diamond and graphite. *J. Chem. Phys*. 46(9), 3668–3676 [in USA]
4. Wentorf R. H. (1966) Solutions of carbon at high pressure. *Berichte der Runsen Gesellschaft fur Physikalische Chemie*. *70*(9/10), 975–982 [in USA].
5. Strong H. M. Wentorf R. H. (1972) The grow of large diamond crystals. *J. Naturwissenschaften*, (59), 1–7 [in USA].
6. Strong H. M. (1973) US Patent 4042673, USA, MKI C 01 B 31/06 Preparation of synthetic diamonds (US Patent 4042673).
7. Strong H. (1976) US Patent 4082185, MKI C 01 B 31/06 Preparation of synthetic diamonds (US Patent 4082185).

УДК 548.4:539.3 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-111-116

О. М. Супрун, Т. В. Коваленко, кандидати технічних наук, **О. О. Заневський,** канд. хім. наук, **А. В. Бурченя,** канд. тех. наук, **В. Ю. Клочок,** доктор філософії, **О. Ю. Тімченко,** аспірант, **А. В. Марченко**

Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська, 2, 04074, Київ, e-mail: alona.suprun@gmail.com

ВИКОРИСТАННЯ РЕНТГЕНІВСЬКОЇ ТОПОГРАФІЇ ДЛЯ ДОСЛІДЖЕННЯ РЕАЛЬНОЇ СТРУКТУРИ НРНТ-МОНОКРИСТАЛІВ АЛМАЗУ ТИПУ IIa

Було вивчено особливості внутрішньої будови монокристалів алмазу за допомогою рентгенівської топографії та методу вибіркового травлення. Отримано секційні топограми кристала – оригінальне зображення та його вигляд у зворотньому контрасті. Отримані картини топограм демонструють фізичні грані кристалу, сектори росту та дислокації, які починаються біля затравочного кристалу та розподіляються радіально відповідно зовнішніх його граней. На основі експериментальних зображень кристала було реконструйовано об'ємний розподіл джерел дифрагованого випромінювання з урахуванням їхньої інтенсивності і, таким чином, було візуалізовано об'єм кристалу та локалізацію областей підвищеної інтенсивності. Наведені результати добре демонструють вихідні джерела дислокацій, які пучками розходяться від затравки, а також зонний характер росту кристалу.

Ключові слова: *монокристал алмазу, травлення кристалів, грань, дефекти в монокристалах алмазу, рентгенівська топографія, дислокація, дислокаційна структура.*

Вступ

Серед неруйнівних методів дослідження реальної структури кристалів особливе місце посідає рентгенівська дифракційна топографія, що має високу чутливість до недосконалостей кристалічних ґраток та дозволяє вивчати границі блоків, мікротріщини, дислокації, сегрегації домішок [1–3].

Для вирощування алмазів в області термодинамічної стабільності у лабораторних умовах цей метод цікавий як спосіб контролю якості кристалів, у першу чергу щільності дислокацій. Особливо це є актуальним для вивчення розподілу домішок, дислокацій, механічних властивостей і має велике значення при виготовленні оптичних та електронних компонентів сучасних приладів.

Вивчення дислокаційної структури монокристалів алмазу дозволяє забезпечити рівень необхідних властивостей тепловідводів, оптичних вікон, пластин для ініціації CVD-осадження, деформуючих і ріжучих елементів. Одними з найкращих способів вивчення дислокаційної структури є вибіркове травлення та рентгенівська топографія.

Метод рентгенівської топографії дозволяє, разом з методом вибіркового травлення, реєструвати структурні недосконалості та спостерігати їх просторове розташування, а також аналізувати причини їх утворення та вивчати механізми росту кристалів [4].

Зразки та методи дослідження

Досліджено монокристали алмазу типу IIa кубооктаедричного габітусу, отримані методом температурного градієнта [5] в області термодинамічної стабільності при тиску 5,7–6,1 ГПа та температурі 1420–1500 °С з використанням апарату високого тиску типу «Тороїд» [6], розміри кристалів 2–4 мм, вага – 0,1–0,16 карат. Візуально монокристали були прозорими та без видимих дефектів.

Особливості внутрішньої будови було вивчено за допомогою рентгенівської топографії з використанням ESRF станції ID-19. Використовувалося монохроматичне випромінювання з енергією 12 кЕв. Експериментально діапазон Бреггівських кутів був обмежений 15°, дослідження проводилося на рефлексі 111. Зразок був закріплений гранню (111) на гоніометричній головці, на рис. 1.

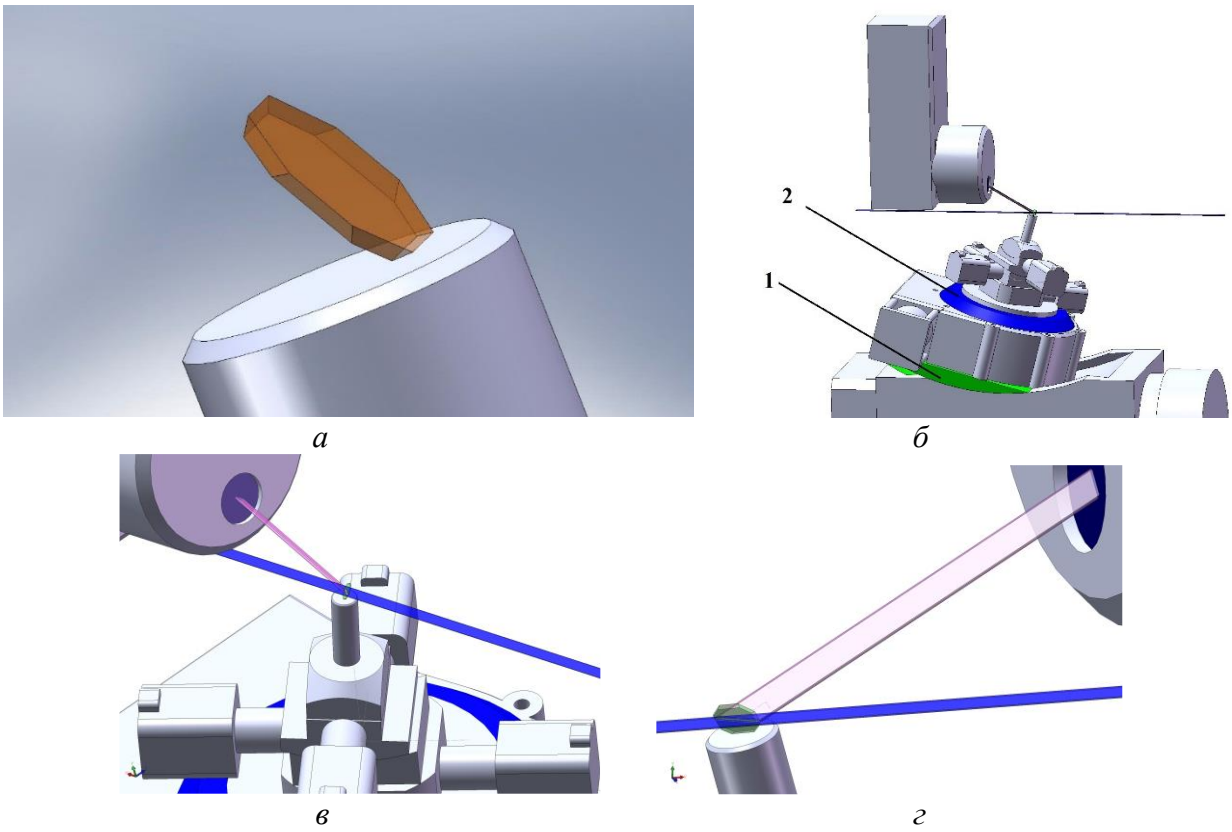


Рис. 1. Схема кріплення зразка до гоніометричної голівки (а) та орієнтування кристала по відношенню до рентгенівського пучка (б–г)

Топографічна вісь обертання проходила через центр нахиленого кристала, проекція (зображення центрального об'єму) знаходилася у центрі вікна детектора розміром 2×2 мм. За допомогою гоніометричної головки кристал і детектор позиціонувалися таким чином, щоб зображення не зміщувалося і площина (111) не виходила з положення, що відбиває його при повному обороті кристала. Проекція осі обертання кристала на піксельну матрицю детектора відповідала вертикалі матриці, що було забезпечено відповідним поворотом матриці детектора. Орієнтація зображення обумовлювалася кутовим положенням зразка та нахилом кристала по відношенню до вузького пучка (рис. 1, *б–г*).

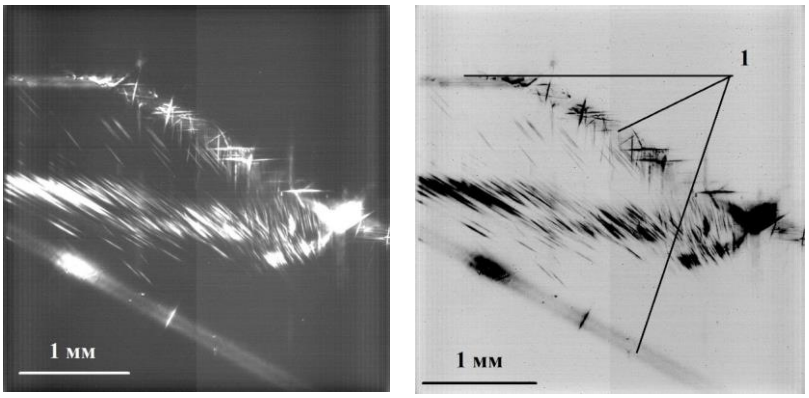
У процесі томографічного експеримента пучок покривав весь зразок, і досліджуваний об’єм обмежувався лише ефективним розміром вікна детектора при даному збільшенні. Розмір матриці становив 1024×1024 пікс., тому для рівномірного руху зразка на межі об'єму, що вивчався, крок кутового сканування дорівнював 360/1024 градуса.

Вивчення щільності дислокацій методом вибіркового травлення проводили з використанням в платиновому тиглі при температурах (550 ~ 650) ± 10 °С та застосуванням гідроксиду калію і нітрату калію; час травлення варіювався від 10 до 30 хв. Після травлення кристали оброблялися спочатку в азотній кислоті, а потім в розчині калій гідрату з додаванням

перекису водню; після цього кристали додатково очищувалися і кип’ятились в дистильованій воді для видалення неконтрольованого забруднення.

Дослідження та обговорення результатів

У процесі виконання робіт було отримано секційні топограми кристала, приведені на рис. 2 – оригінальне зображення та його вигляд у зворотньому контрасті. Отримання контрастного зображення засновано на властивості повної залежності відбиваючої здатності кристалу від ступеня структурної досконалості. Знімок отриманий в результаті хитання кристала відносного Бреггівського положення на ± 0,1° – сектор 1 по схемі експерименту, приведеній на рис. 1.б. Можна спостерігати ділянку дислокаційної стінки на межі ростових зон, рис. 2; товщина пучка становила близько 0,1 мм. Проекції вхідної, вихідної та бічної поверхонь кристала позначені 1. Поверхневий порушений шар чітко фіксується на вхідній поверхні.

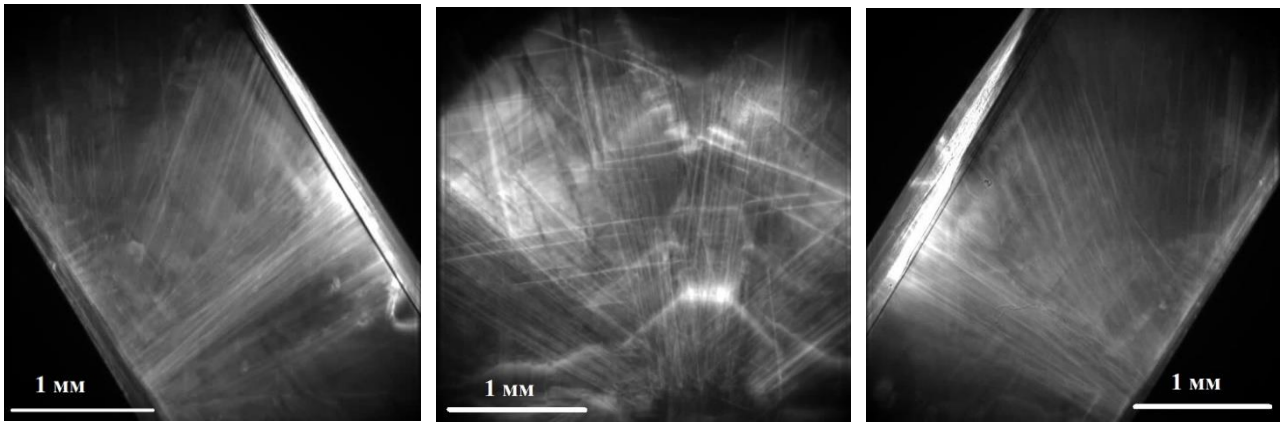


а *б*

Рис. 2. Секційні топограми кристала; а – оригінальне зображення, б – зображення у зворотному контрасті

Приведені на рис. 3 картини топограм добре демонструють фізичні грані кристалу, сектори росту та дислокації, які починаються біля затравочного кристалу та розподіляються радіально відповідно зовнішніх його граней.

На підставі експериментальних зображень кристала, отриманих методом рентгенівської дифракційної томографії, було реконструйовано об'ємний розподіл джерел дифрагованого випромінювання з урахуванням їхньої інтенсивності і, таким чином, було візуалізовано об’єм кристалу та локалізацію областей підвищеної інтенсивності – у даному випадку, структурних недосконалостей.

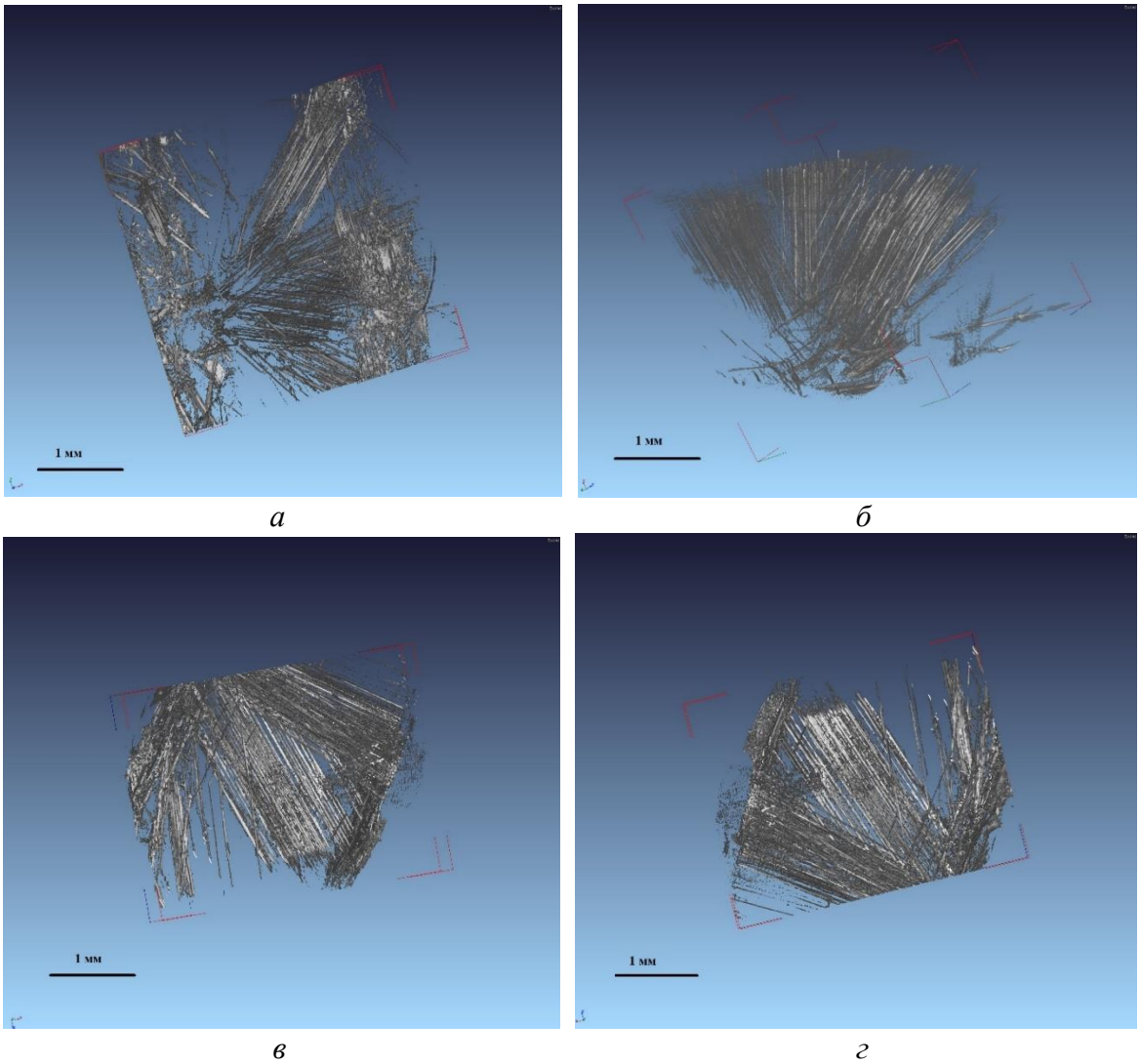


а *б* *в*

Рис. 3. Рентгенівські топограми кристала алмазу типу IIа

Після подальшої обробки тривимірної інформації шляхом фур'є-фільтрації, з метою виключення в кристалі областей, де розподіл щільності розсіяного випромінювання змінюється слабо – поза кристалом і в його структурно досконалих областях. Таким чином

було підвищено контраст зображення структурних недосконалостей кристалу. Зображення візуалізованої тривимірної інформації приведені на рис. 4.



а *б*

в *г*

Рис. 4. Дислокаційна структура монокристалів алмазу типу IIа у тривимірній візуалізації

Наведені результати добре демонструють вихідні джерела, які пучками розходяться від затравки дислокацій, а також зонний характер росту кристалу.

Аналіз літературних даних показав, що розподіл ростових дислокацій в природному алмазі також виявляється при оптикополяризаційних дослідженнях і з використанням рентгенівської топографії [7, 8]. Ростові дислокації від точок зародження розходяться тільки у напрямку зовнішніх поверхонь і ніколи не направлені в центр кристалу [9, 10]. Часто утворюються парні дислокації, які можна спостерігати по ямках травлення та рентгенівських топограмах; ростові дислокації не співпадають з площинами ковзання та являються, переважно, краєвими чи 60-ти градусними з малою кількістю гвинтових [9].

Наші експерименти по вибірковому травленню показали, що форми ямок травлення поверхні кристалів алмазу типу IIа відповідають загальним закономірностям, визначеним для монокристалів різного рівня структурної досконалості. Для структурно досконалих монокристалів типу IIа щільність дислокацій варіюється від 10^2 см$^{-2}$ до 10^4 см$^{-2}$, в залежності від швидкості росту і температури вирощування монокристалів.

Висновки

За допомогою рентгенівської топографії та використанням вибіркового травлення показано:

1. Монокристали алмазу типу IIa, вирощені за високих тисків та температур в області термодинамічної стабільності, мають дислокаційну структуру, яка залежить від умов вирощування – в першу чергу, від швидкості росту та температури.

2. Дислокаційна структура HPHT-кристалів у вигляді радіальних пучків від центру до поверхні подібна до розподілу таких дефектів у природних алмазах.

O. Suprun, T. Kovalenko, O. Zanevskyy, A. Burchenia, V. Klochok, O. Timchenko, A. Marchenko

V. Bakul Institute for Superhard Materials, 2, Avtozavodska Str., Kyiv, 04074

USE OF X-RAY TOPOGRAPHY FOR STUDYING THE REAL STRUCTURE OF NRNT-MONOCRYSTALS OF DIAMOND TYPE IIa

Features of the internal structure were studied using X-ray topography and the method of selective etching. Sectional topograms of the crystal were obtained: the original image and its appearance in reverse contrast. The obtained topogram pictures demonstrate the physical faces of the crystal, growth sectors and dislocations that start near the seed crystal and are distributed radially along its outer faces. On the basis of experimental imv reconstructed taking into account their intensity and, thus, the volume of the crystal and the localization of areas of increased intensity were visualized. The given results clearly demonstrate the initial sources of dislocations, which diverge from the seed in bundles, as well as the zonal nature of crystal growth.

Key words: *diamond single crystal, crystal etching, facet, defects in diamond single crystals, X-ray topography, dislocation, dislocation structure.*

Література

1. Tanner B., Phil. K M.A.. X-Ray Diffraction Topography. New-York: Pegramon Press, 1966. 763 p.
2. Уманский Я. С. Рентгенография металлов. М.: Металургия, 1967. 236 с.
3. Амелинкс С. Методы прямого наблюдения дислокаций. М.: Мир, 1968. 440 с.
4. K. E. Kupera, D. A. Zedgenizovb, A.L. Ragozinb, et al. Three-dimensional distribution of minerals in diamondiferous eclogites, obtained by the method of high-resolution X-ray computed tomography. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*. 2007. Vol. 575. P. 255–258.
5. Strong H.M., Wentorf R.H. The grow of large diamond crystals. *J. Naturwissenschaften*. 1972. № 59. P. 1–7.
6. Apparatus for developing high pressures and high temperatures: pat. 1360281 GB: B01J 3/00. № GB1401571A; fill. 13.05.71; publ. 17.07.74.
7. Frank F. C., Puttick K. E., Wilks E. M. Etch Pits and Trigons on Diamond: I. *Philosophical Magazine*. 1958. Vol. 3. P. 1262–1272.
8. Frank F. C., Lang A. R. Observation by X-ray diffraction of dislocations in a diamond. *Philosophical Magazine*. 1959. Vol. 4, N 39. P. 383–384.
9. Григорьев О. Н., Мильман Ю. В., Трефилов В. И. Особенности механизма пластической деформации и параметры термически активируемого движения дислокаций в алмазе и нитриде бора. *Элементарные процессы пластической деформации кристаллов*. Сб. науч. тр. Киев : Наукова думка, 1978. С. 144–159.
10. 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. Vol. 51. P. 090102.

Надійшла 11.09.23

References

1. Tanner, B.K., & Phil, M.A. (1996). *X-Ray Diffraction Topography*. Pegramon Press.
2. Umanskii, Y. S. (1967). Renthenohrafiia metallov [Radiography of metals]. Metallurgiya [in Russian].
3. Amelinks, S. (1968). *Metody pryamoho nabliudeniia dislokatsii [Methods for direct observation of dislocations]*. Mir [in Russian].
4. Kupera, K. E., Zedgenizov, D. A., Ragozin, A.L., et al. (2007). Three-dimensional distribution of minerals in diamondiferous eclogites, obtained by the method of high-resolution X-ray computed tomography. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A, 575*, 255–258.
5. Strong, H.M., & Wentorf, R.H. (1972). The grow of large diamond crystals *J. Naturwissenschaften, 59*, 1–7.
6. Vererschagin, L. F., Bakul, V. N., Semerchan, A. A., et al. (1974). *GB Patent 1360281. B01J 3/00. Apparatus for developing high pressures and high temperatures*. (GB Patent 1360281).
7. Frank, F. C., Puttick, K. E., & Wilks, E. M. (1958). Etch Pits and Trigons on Diamond: I. *Philosophical Magazine, 3*, 1262–1272.
8. Frank, F. C., & Lang, A. R. (1959). Observation by X-ray diffraction of dislocations in a diamond. *Philosophical Magazine, 4*(39), 383–384.
9. Grihoriev, O. N., Milman, Yu. V., & Trefilov, V. I. (1978). Osobennosti mekhanizma plasticheskoi deformatsii i parametry termicheski aktiviruemoho dvizheniia dislokatsii v almaze i nitride bora [Features of the mechanism of plastic deformation and parameters of thermally activated movement of dislocations in diamond and boron nitride]. *Elementarnye protsessy plasticheskoi deformatsii kristallov – Elementary processes of plastic deformation of crystals. (*p. 144–159). Naukova dumka [in Russian].
10. 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.

УДК 621.921.34:53.092 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-116-127

В.З. Туркевич, академік НАН України; **О.М. Соколов,** канд. техн. наук;
М.П. Беженар, О.О. Лєщук, доктори технічних наук

Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, м. Київ, 04074, вул. Автозаводська, 2, E-mail: ansok1953@gmail.com

КАЛІБРУВАННЯ РЕАКЦІЙНОЇ КОМІРКИ ШЕСТИПУАНСОННОГО КУБІЧНОГО ПРЕСУ ЗА ТЕМПЕРАТУРОЮ ТА ТИСКОМ

В роботі наведено результати випробування методики одночасного оцінювання температури і тиску в реакційному об'ємі при виготовленні алмазно-твердосплавних пластин з використанням шестипуансонного кубічного пресу китайського виробництва. В основі методики лежить калібрування комірки високого тиску за температурою і тиском на основі результатів, отриманих під час синтезу алмазів з використанням металів-розчинників вуглецю.

Одержані результати будуть корисні при створенні нових технологій одержання НТМ з використанням апаратів високого тиску різних типів.

***Ключові слова**: калібрування, високий тиск, апарат високого тиску, надтверді матеріали*

Вступ

Тиск і температура (*p*-*T*) є найважливішими технологічними параметрами, що визначають процес спікання при високих тиску і температурі (HPHT) алмазного полікристала і всі стадії формування його структури та властивостей. Під час промислового виробництва надтвердих матеріалів (НТМ) загалом і алмазних полікристалів зокрема з використанням апаратів високого тиску (АВТ) різних типів [1–5] необхідно точно регулювати тиск і температуру, щоб отримувати однорідну за якістю продукцію. Тому одним із головних завдань, що вирішуються як у дослідженнях із використанням високих тисків і температур, так і під час розроблення промислових технологій виробництва НТМ, є надійне та досить точне вимірювання тиску й температури.

Зазвичай, під час масового виробництва продукції відтворюваність тиску і температури підтримують за рахунок максимально повного обліку і точного контролю різних технологічних параметрів. Знання абсолютних значень тиску і температури в кожному циклі спікання не передбачається. Вважається, що при виконанні зазначених вище вимог забезпечується однаковість баротермічних умов, встановлених під час розроблення технології, в кожному циклі спікання і, відповідно, отримання однорідної за якістю продукції.

Під час фундаментальних досліджень процесів спікання в HPHT умовах, перенесення технологій одержання ВТМ з одного типу апаратів високого тиску на інший, а також під час розроблення нових технологій спікання НТМ знання значень абсолютного тиску та температури є важливими для визначення фазової рівноваги в зоні спікання, розуміння механізму формування структури НТМ та його властивостей, встановлення визначальних чинників, що регулюють ці процеси.

Тиск усередині АВТ різних типів, що застосовуються для синтезу і спікання НТМ, не можна розрахувати так, як це можливо в простих установках типу «поршень-циліндр», вимірюванням зусилля стиснення і діаметра пуансона. Відношення цих зусиль залежить від конфігурації реакційної порожнини матриць, стану робочих поверхонь, матеріалу контейнера, товщини ущільнювальних шарів тощо, і не піддається точному розрахунку.

Крім того, одночасний контроль і калібрування тиску і температури в АВТ, що застосовуються для отримання СТМ, є складним завданням. Зокрема, експериментально встановлено [6], що існує деякий приріст тиску внаслідок термічного розширення матеріалів контейнера під впливом високих температур у процесі синтезу. З іншого боку, мають місце процеси, що призводять до зменшення тиску – об'ємні зміни внаслідок фазових перетворень у матеріалі контейнера та інших матеріалах осередку високого тиску, усадка спресованих матеріалів, безперервне витікання матеріалу контейнера через ущільнення, що деформується. У зв'язку з цим визначення реального тиску в реакційному об'ємі за високих температур завдання експериментально дуже складне. Тому на практиці переважно використовують роздільне визначення тиску та температури. Спочатку виконують градуювання АВТ у «холодному» стані методами, що базуються на визначенні якого-небудь фізичного явища (різка зміна об'єму, електроопору тощо), а потім калібрують комірку високого тиску в координатах потужність–температура, як правило, за допомогою введеної в її центральну частину термопари [7].

Однак при такому підході треба мати на увазі, що тиск, який визначається при кімнатній температурі, відрізнятиметься від фактичних тисків, що реалізуються в АВТ у процесі синтезу або спікання. Так, завдяки термічному розширенню деталей конструкції АВТ матиме місце збільшення тиску; фазові та структурні зміни в матеріалах у реакційному об'ємі осередку високого тиску, що супроводжуються об'ємними ефектами, можуть призвести як до збільшення тиску, так і до його зниження; витікання матеріалу контейнера в процесі формування ущільнення, що деформується, також призводить до зниження тиску в реакційному об'ємі. Як показує аналіз великого обсягу накопичених експериментальних даних

і оціночних розрахунків, найчастіше результуюче значення тиску вище за отримане за кімнатної температури. Так, наприклад, в [1] встановлено, що в експериментах за високих тисків за умови використання як передавального середовища NaCl при високій температурі тиск підвищується приблизно на 20 %; водночас за умови використання комірок із піроФіліту тиск у них доволі швидко знижується за високих температур і, зрештою, падає нижче за тиск, відкалібрований при кімнатній температурі.

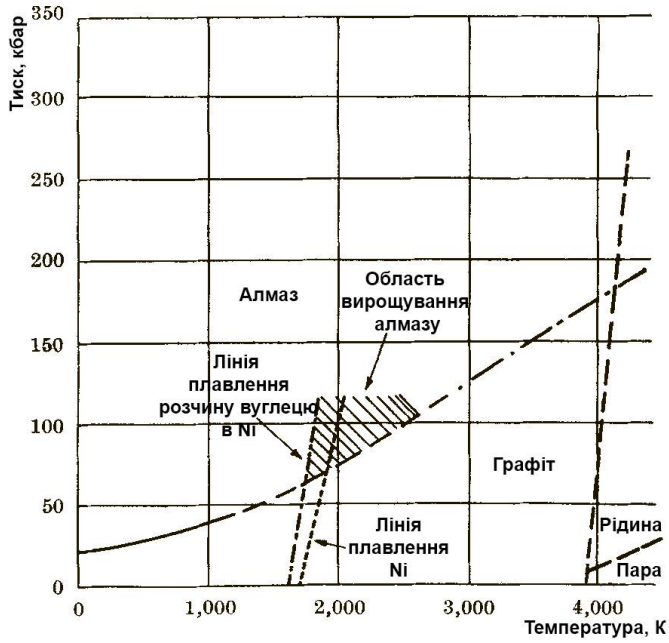


Рис. 1. Область вирощування алмазу [8]

Під час калібрування за температурою також виникають технологічні складнощі. Під час використання термопар особливу увагу приділяють захисту спаю та електродів від впливу агресивних компонентів шихти, їхній електроізоляції, зведенню до мінімуму деформуючого впливу навколишнього середовища на термопару, що призводить до виходу її з ладу. Оскільки виводи термопари проходять від зразка до зони тиску навколишнього середовища через деформуючий ущільнювач, іноді виводи перерізаються через велику напругу зсуву в ущільнювачі.

Добре відомо, що область баротермічних параметрів утворення алмазу обмежується двома виразними лініями (рис. 1), а саме лінією рівноваги графіт-алмаз і лінією евтектики вуглець-розчинник [8, 9], і, таким чином, мінімальна точка *p-T* утворення алмазу визначатиметься як перетин двох цих ліній.

Базуючись на вище згаданому факті, O. Fukunaga з колегами запропонували методику одночасного оцінювання температури та тиску під час вирощування крупних монокристалів алмазу в апараті високого тиску типу «Белт» [10, 11].

В основі методики лежить калібрування комірки високого тиску за температурою і тиском на основі результатів, отриманих під час синтезу алмазів з використанням металів-розчинників вуглецю (рис. 2). Автори пропонують використовувати баротермічні значення, що ґрунтуються на мінімальних точках *p-T*

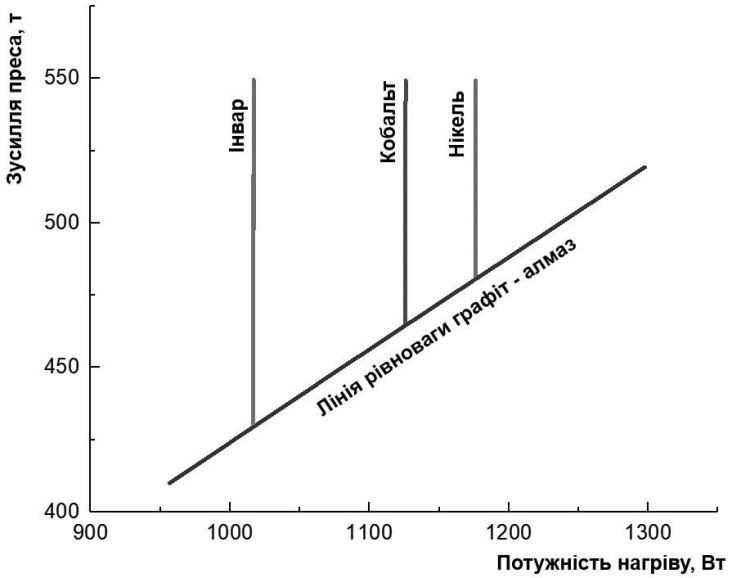


Рис. 2. Схематичне зображення перетину ліній плавлення евтектичних розчинів вуглецю в інварі, кобальті і нікелі з лінією рівноваги графіт-алмаз [11]

утворення алмазу в системах розчинників Ni, Co і invar, як еталони значень тиску і температури.

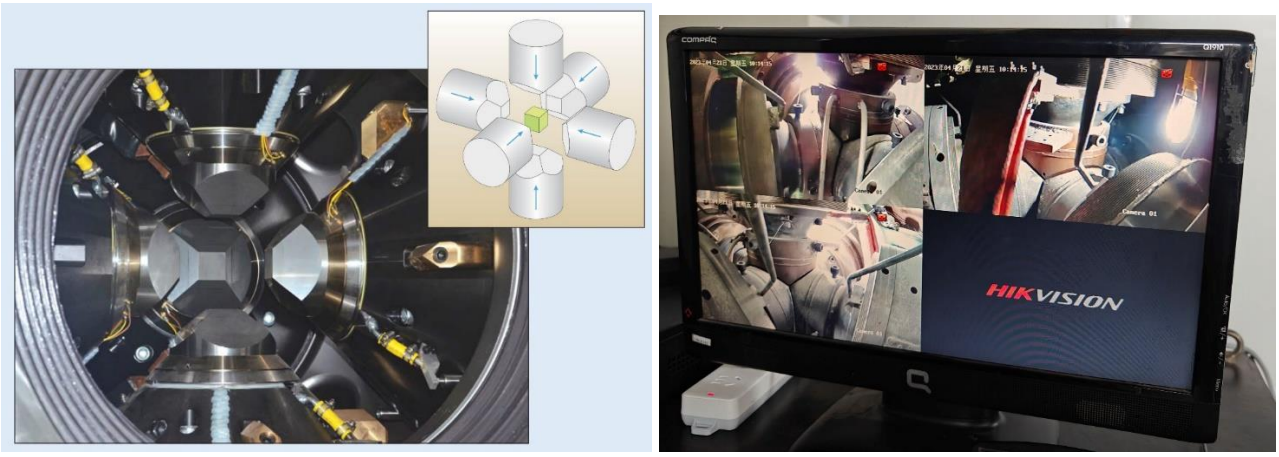
Евтектичні лінії рівноваги Co-C та інвар-C були визначені відповідно H.M. Strong, R.E. Tuft [12] та H.P. Bovenkerk [9]. Екстрапольовані евтектичні лінії перетинають лінію рівноваги графіт-алмаз за 5,23 ГПа та 1316°C для Co-C; 4,84 ГПа та 1160°C для інвар–C. Евтектична лінія рівноваги Ni-C була визначена H.M. Strong [13]. Згідно з отриманими в цій роботі даними, екстрапольована евтектична лінія перетинається за 5,42 ГПа і 1384°C з лінією рівноваги графіт-алмаз.

O. Fukunaga з колегами експериментально довели, що одержані згідно запропонованої методики тиск і температура добре узгоджуються з раніше одержаними експериментальними результатами.

Мета даної роботи – випробування згаданої методики одночасного оцінювання температури і тиску в реакційному об’ємі при виготовленні алмазно-твердосплавних пластин (АТП).

Обладнання та методика експерименту

При проведенні експериментів використовували шестипуансонний кубічний прес китайського виробництва (China cubic press – CCP), оскільки за останні роки цей тип пресів з діаметром плунжера 560–950 мм набув великої популярності як при виконанні наукових досліджень з розробки технологій синтезу порошків та вирощування монокристалів алмазу, спікання полікристалічних НТМ, так і при виробництві цих матеріалів в промислових масштабах. Схему навантаження комірки високого тиску в такому пресі наведено на рис. 3.



а *б*

Рис. 3. Схема навантаження комірки високого тиску в шестипуансонному пресі високого тиску CCP [14] (а) та комп'ютерне керування рухом пуансонів (б)

Центр преса, керованого комп'ютером, оточений шістьма ковадлами (п'ять з яких показано), кожне з яких здатне прикладати понад 55 МН. Заготовка (зелена, вставка) розміщується в центрі преса, після чого ковадла одночасно притискаються до неї. Реакційний об’єм може складати ~200 см^3. Такий великий об’єм дозволяє розміщувати в ньому до шести заготовок для спікання АТП.

Спікання АТП проводили згідно запропонованого в [15] способу. Принципову схему збирання комірки високого тиску було взято з роботи [16] (рис. 4).

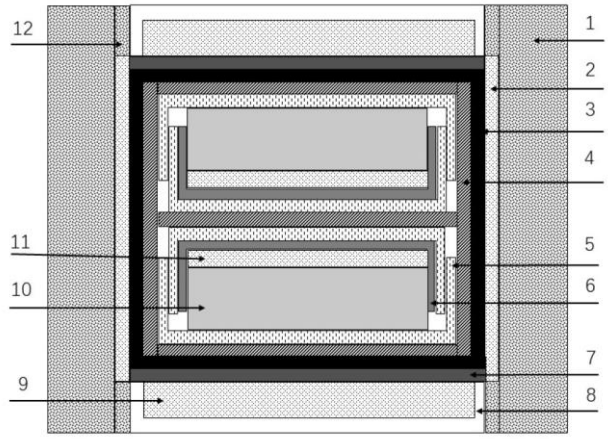


Рис. 4. Схема збірки комірки, що використовувалася в експериментах з НТНР: 1 – пірофіліт; 2 – доломітова трубка; 3 – графітовий диск; 4 – трубка з NaCl; 5 – молібденовий стаканчик; 6 – цирконієвий стаканчик; 7 – титановий диск; 8 – струмопровідне сталеве кільце; 9 – доломітовий диск; 10 – твердосплавна підкладка; 11 – алмазний порошок; 12 – пірофілітове кільце [16]

В залежності від реакційного об'єму комірки в ній можна розмістити до шести заготовок АТП.

Експерименти з оцінювання температури і тиску в реакційному об'ємі комірки високого тиску проводили наступним чином.

Були виготовлені комірки для синтезу алмазу в системі графіт – метал-розчинник вуглецю, для чого були спресовані диски із суміші порошків NaCl та 10 мас.% стабілізованого діоксиду цирконію. У диску по центру було вирізано наскрізний циліндричний отвір діаметром 15 мм. В цьому отворі розміщували диск із тієї ж суміші висотою 1 мм. Далі шарами, що чергуються, розміщували диски, спресовані з тигельного графіту і металу-розчинника вуглецю (кобальт, нікель, інвар складу Fe74-Ni36), і закривали зверху другим диском із суміші порошків NaCl плюс 10 мас.% стабілізованого діоксиду цирконію (рис. 5).

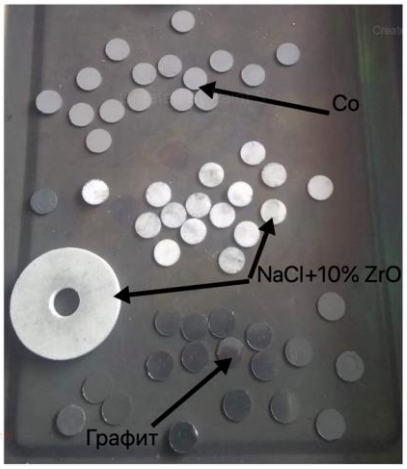


Рис. 5. Деталі спорядження комірки високого тиску для синтезу алмазу в системі графіт – метал-розчинник вуглецю

Споряджену комірку для синтезу розміщували в одному із центральних модулів (заготовки АТП) в молібденовому стаканчику замість алмазного порошку і твердосплавної пластини.

Підготовленими в такий спосіб коміркою для синтезу і заготовками АТП споряджали пірофілітовий контейнер і проводили цикл синтезу (і, відповідно, цикл спікання) за різних значень електричної потужності (*W*, кВт) і тиску в гідросистемі преса (*p*, МПа) з метою визначення мінімальних термобаричних умов утворення алмазу в системах графіт–розчинник. Час синтезу становив 15-20 хв.



Рис. 6. Зовнішній вигляд продукту синтезу

Як вже вище відзначалося, мінімальна точка *p-T* утворення алмазу визначатиметься як перетин лінії рівноваги графіт–алмаз і лінії евтектики вуглець–розчинник (рис. 2).

Після зняття температури і тиску продукт синтезу (рис. 6) аналізували за допомогою оптичної мікроскопії з метою підтвердження утворення алмазу.

Як правило, утворений алмаз можна було чітко ідентифікувати під оптичним мікроскопом. У випадку, коли синтез ішов не за оптимальних параметрів і не було впевненості в утворенні алмазу, спершу проводили експрес-аналіз на абразивну здатність продукту

синтезу методом склерометрії по склу. Як відомо [17], склерометрія – це метод, що дає змогу швидко та наочно характеризувати мікро- або нанотвердість різних структурних складових, виявляти зміцнення біля границь кристалів, вивчати анізотропію кристалів.

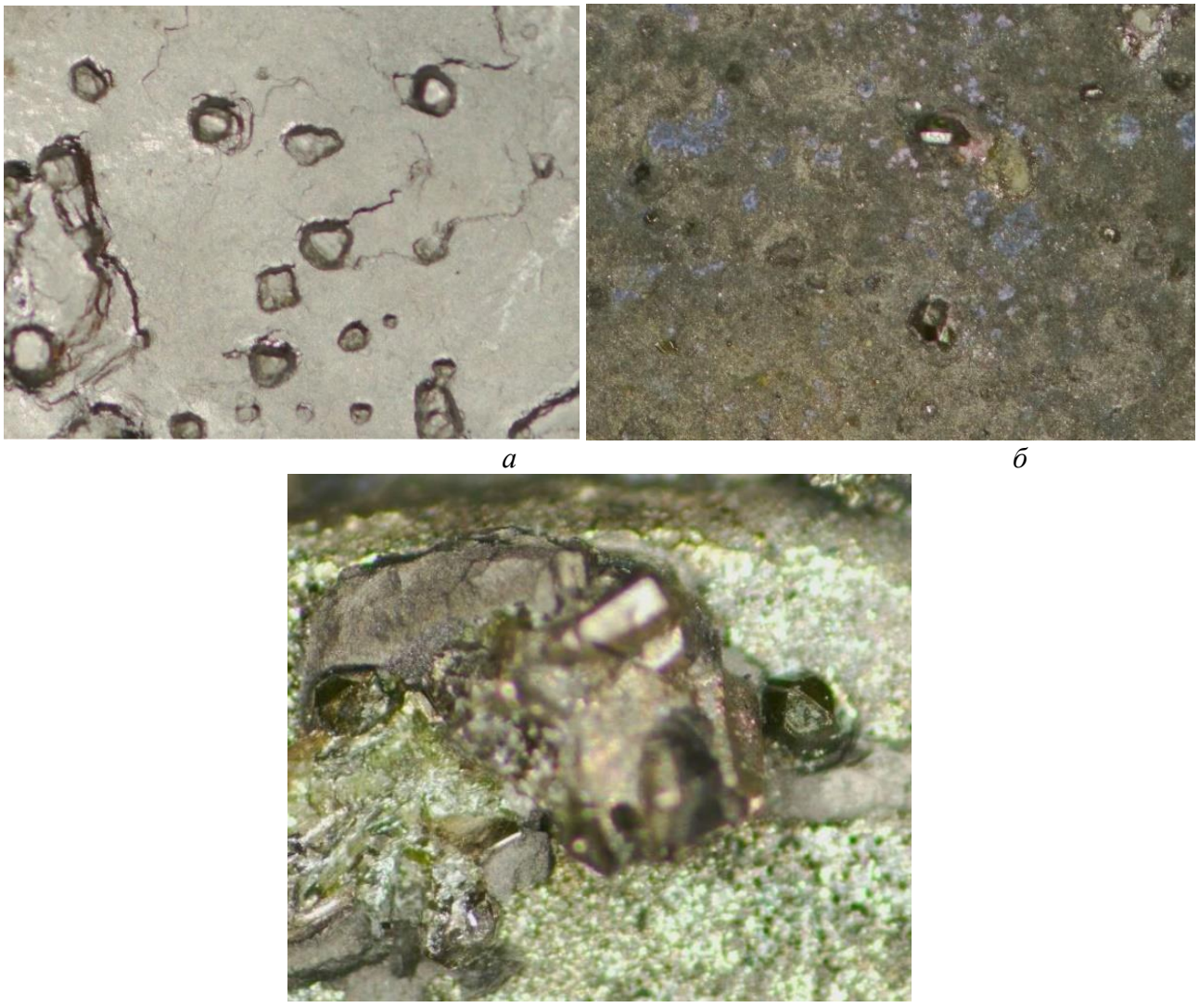
Факт успішного синтезу алмазу підтверджували також за допомогою рентгенофазового аналізу.

Таким чином, провівши експерименти з визначення мінімальних баротермічних параметрів алмазоутворення в трьох системах з використанням металів-розчинників вуглецю, можна отримати абсолютні значення тиску і температури в зоні спікання АТП.

Результати експериментів та їх обговорення

Досягнення мінімальних баротермічних параметрів синтезу визначали за кількістю і морфологією синтезованих кристалів алмазу. За мінімальних параметрів утворюються окремі, досить великі кристали кубічного або кубооктаедричного габітусу.

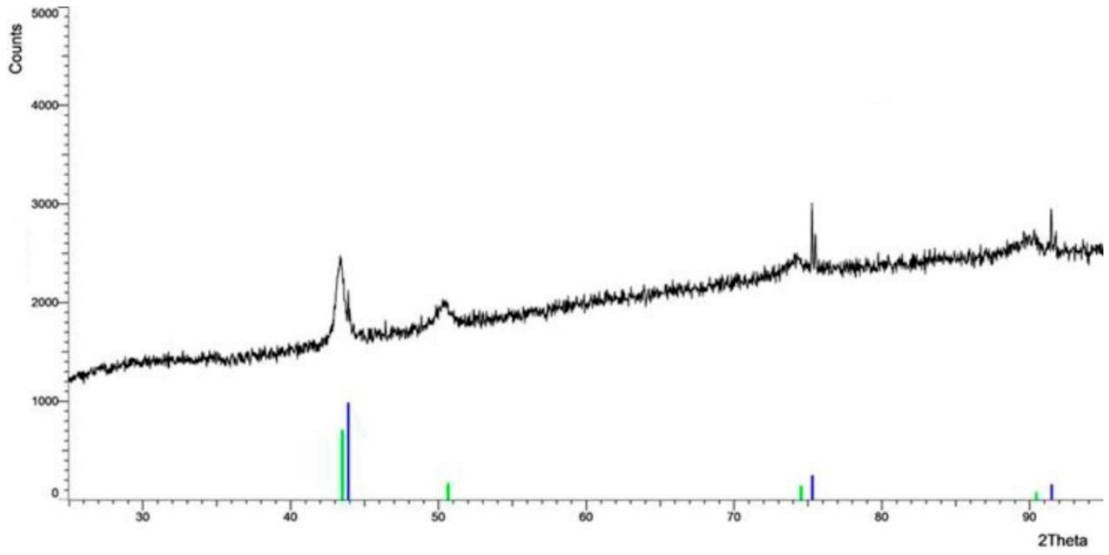
На рис. 7 показано зовнішній вигляд продукту синтезу при мінімальних баротермічних параметрів алмазоутворення в вивчених нами системах, а на рис. 8 – результати рентгенофазового аналізу.



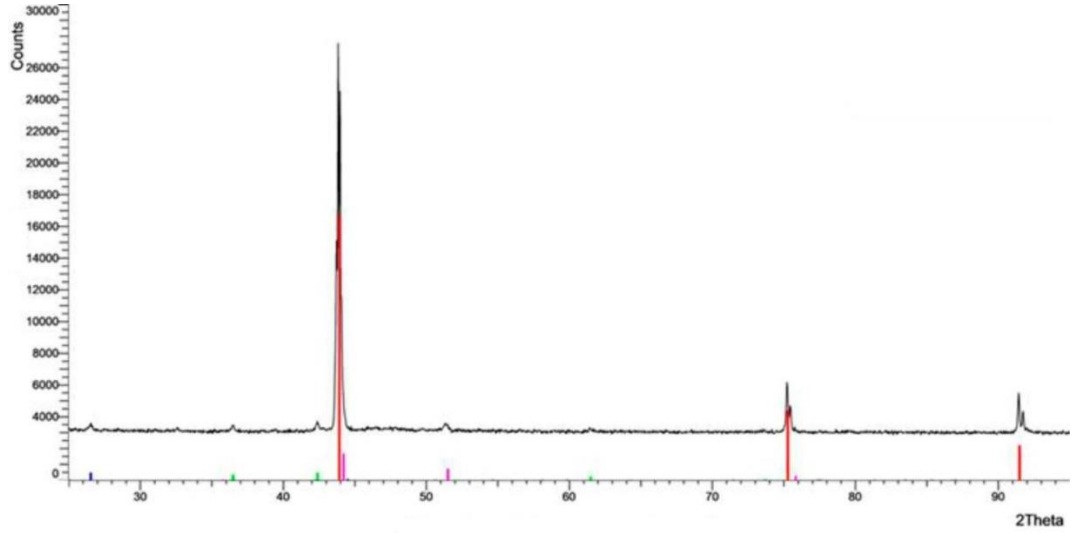
а *б*

в

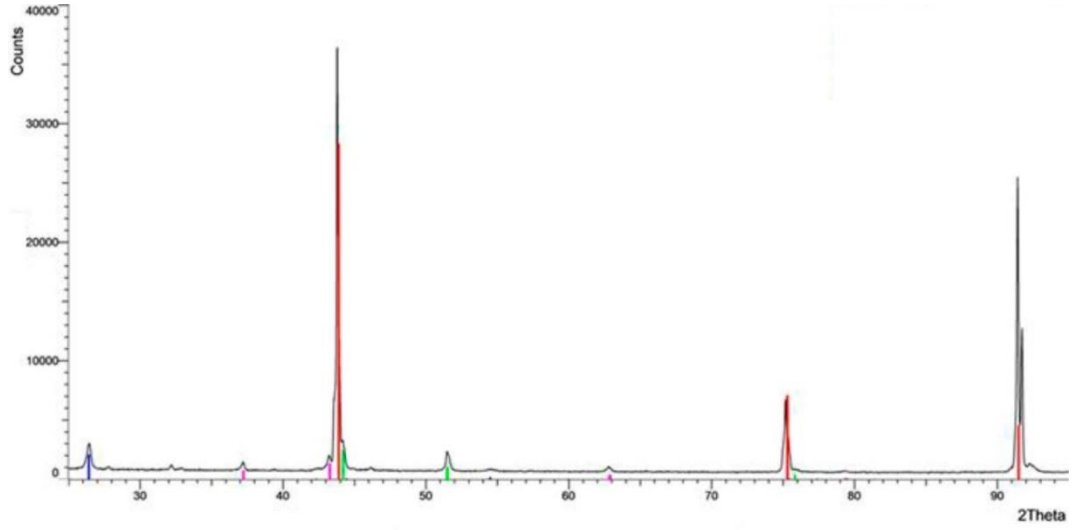
Рис. 7. Зовнішній вигляд ділянки продукту синтезу, отриманий з використанням як розчинника вуглецю інвару (а), кобальту (б), нікелю (в)



а



б



в

Рис. 8. Рентгенівські спектри продукту синтезу, отриманого з розчинниками вуглецю: а – інвару; б – кобальту; в – нікелю

В таблиці наведено технологічні параметри синтезу, які відповідають мінімальним *p-T* параметрам алмазоутворення в досліджуваних системах.

Мінімальні технологічні параметри алмазоутворення в досліджуваних системах

Розчинник вуглецю	Технологічні параметри синтезу		Мінімальні p-T параметри алмазоутворення	
	тиск у гідросистемі пресової установки, МПа	електрична потужність нагріву, кВт	*p*, ГПа	*T*, °C
Інвар	70	11	4,84 [9]	1160 [9]
Co	80	11,5	5,23 [12]	1316 [12]
Ni	85	12	5,42 [13]	1384 [13]

Проведені експерименти з визначення мінімальних умов утворення алмазів у ростових середовищах, які містять метали та сплав-розчинник вуглецю, є достатніми для побудови градуювальних графіків для одночасного визначення абсолютного (реального) тиску та температури в АВД.

На рис. 9 і 10 представлено градуювальні графіки, що дають змогу визначати абсолютні значення температури та тиску в АВТ залежно від технологічних параметрів обладнання високого тиску (тиску в гідросистемі та електричної потужності, яка підводиться) під час реалізації розглянутої вище технологічної схеми спікання АТП.

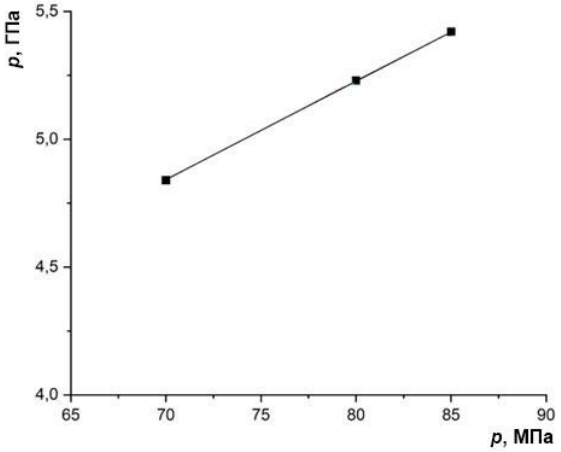


Рис. 9. Калібрувальний графік тиску в АВТ під час спікання АТП залежно від тиску в гідросистемі преса

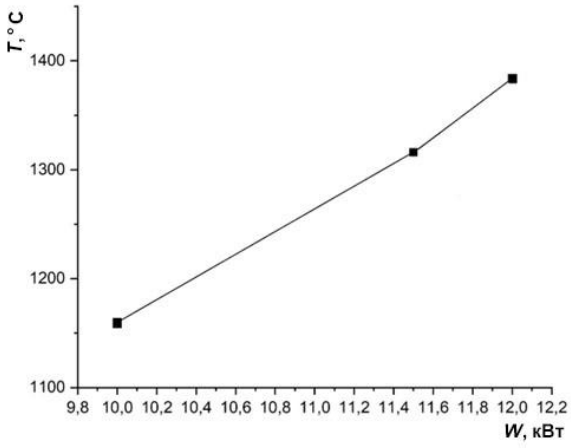


Рис. 10. Калібрувальний графік температури в АВТ під час спікання АТП залежно від електричної потужності, що підводиться

Поряд з наведеними вище дослідженнями був проведений експеримент з визначення тиску АВТ за фазовими перетвореннями вісмуту Bi_{I-II} та Bi_{II-III}. Відмінність цього експерименту від стандартної методики полягала в тому, що його не можна було проводити за кімнатної температури, оскільки технологічна температура пуансонів шестипуансонного кубічного пресу має становити 100 °C.

Відомо [18], що за температури 25 °C фазові перетворення Bi_{I-II} і Bi_{II-III} фіксуються за тиску 2,52 і 2,69 ГПа відповідно. При підвищенні температури тиски фазових перетворень зсуваються в бік зменшення і при 192 °C становлять відповідно 1,65 і 1,96 ГПа.

Враховуючи, що температура твердосплавних пуансонів підтримується на рівні 100 °C, елементи збірки комірки високого тиску перед дослідом становить 140 °C, і крім того, під час

дослідження через вісмутовий датчик проходить струм від 20 до 34 А, що призводить до додаткового виділення тепла в теплоізольованому дроті вісмуту, можна стверджувати, що в нашому експерименті температура при визначенні фазового переходу у вісмуті буде складати щонайменше 140 °С. Тоді тиск перетворення Bi_{I-II} становитиме 1,92 ГПа, а Bi_{II-III} – 2,19 ГПа.

Цю особливість враховували під час експерименту по калібруванню за вісмутом.

На рис. 11 наведено значення електроопору в системі під час зміни тиску в циліндрі преса від 10 до 60 МПа і постійної потужності струму нагрівання. На значущу зміну електроопору системи нагріву преса з датчиком вісмуту вплинула зміна питомого електроопору вісмуту під час фазових перетворень (зменшення у 2,7 рази за фазового перетворення Bi_{II-II} і його збільшення на 40 % за фазового перетворення Bi_{II-III}).

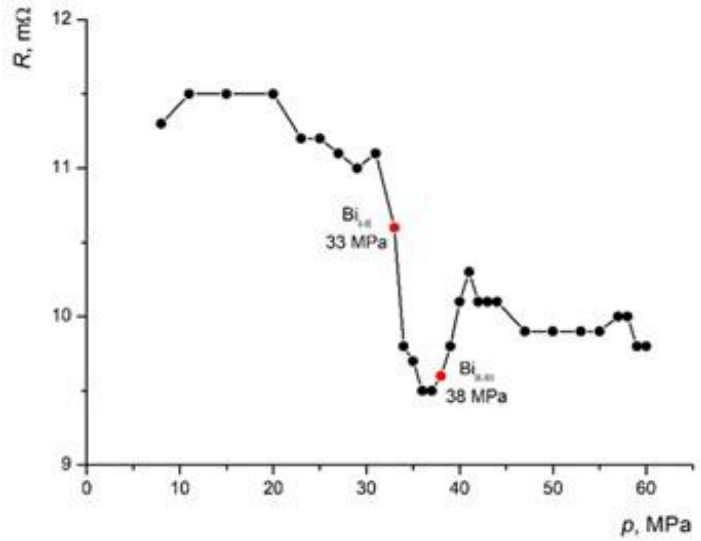


Рис. 11. Залежність електроопору системи нагріву преса з датчиком вісмуту від тиску масла в циліндрі преса

На рис. 12 наведено зведений графік калібрування за тиском, отриманий за двома методиками.

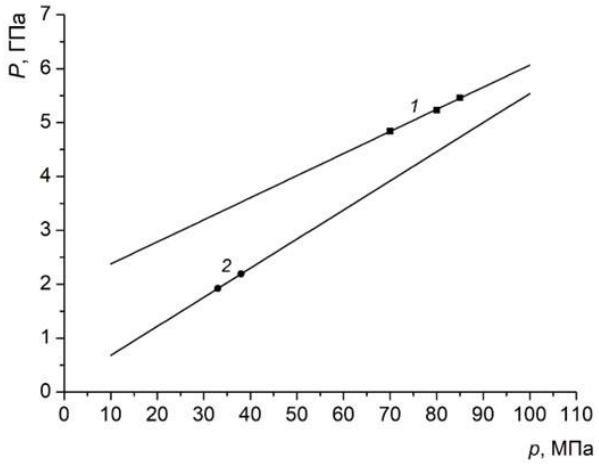


Рис. 12. Залежність тиску в робочому об'ємі апарата високого тиску від тиску оливи в циліндрі преса для схеми збирання, що застосовувана для одержання АТП: 1 – калібрування комірки високого тиску за температурою та тиском на основі результатів, отриманих під час синтезу алмазів із використанням металів-розчинників вуглецю; 2 – калібрування за тиском із використанням вісмуту як реперного металу

Як випливає з одержаних даних, значення тиску в комірці високого тиску, визначені при калібруванні за тиском з використанням вісмуту як реперного металу, нижчі, ніж у випадку калібрування за температурою та тиском на основі результатів синтезу алмазів із використанням металів-розчинників вуглецю. Такий результат відповідає багаточисельним експериментальним даним, які вказують на важливу роль передавального середовища, в якому відбувається спікання/синтез НТМ, на створення і підтримання необхідного тиску на протязі технологічного циклу. В багатьох випадках при високих температурах тиск в реакційному об'ємі вище тиску, відкаліброваного при кімнатній температурі [6]. Цей ефект, зокрема, ми спостерігаємо в наших експериментах по спіканню АТП.

Висновок

Проведені експерименти з визначення мінімальних умов утворення алмазів у ростових середовищах, які містять метали та сплав-розчинник вуглецю (Ni, Co, invar), дали змогу побудувати градуювальні графіки, що визначають абсолютні значення температури та тиску в АВТ при спіканні АТП з використанням шестипуансонного кубічного пресу китайського виробництва залежно від технологічних параметрів обладнання високого тиску.

Одержані результати будуть корисні при створенні нових технологій одержання НТМ з використанням апаратів високого тиску (АВТ) різних типів.

V. Turkevych, O. Sokolov, M. Bezhenar, O. Lyeshchuk

V.M. Bakul Institute for Superhard Materials of the National Academy of Sciences of Ukraine

CALIBRATION OF THE REACTION CELL OF THE HIGH-PRESSURE APPARATUS BY TEMPERATURE AND PRESSURE

This paper presents the results of testing a methodology for the simultaneous evaluation of temperature and pressure in the reaction volume during the manufacture of diamond carbide plates using a Chinese six-punch cubic press. The methodology is based on the calibration of a high pressure cell in terms of temperature and pressure based on the results obtained during the synthesis of diamonds using carbon solvent metals.

The results obtained will be useful in the development of new technologies for the production of SHMs using high pressure apparatus of various types.

***Key word**: calibration, high pressure, high pressure apparatus, superhard materials*

Література

1. High temperature high pressure apparatus: pat. 2941248 US: B01J 3/065. № 707432; fill. 06.01.58; publ. 21.06.60.
2. Новиков Н. В., Балабанов П. А., Лысаковский В. В., Шевчук С. Н. Применение аппарата высокого давления «Belt-40» для выращивания монокристаллов алмаза на затравках. *Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения*. Сб. науч. тр. Вып. 15. Киев: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2012. С. 227–231.
3. Прихна А.И. Аппараты высокого давления в производстве синтетических алмазов (обзор). *Синтетические алмазы*. 2008. № 1. С. 3–22.
4. High pressure press: pat. 2918699 US: B01J 3/067. № 731543; fill. 28.04.58; publ. 29.12.59.
5. Новиков Н. В., Балабанов П. А., Лысаковский В. В., Шевчук С. Н. Многопуансонные аппараты высокого давления с гидростатическим приводом. *Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения*. Сб. науч. тр. Вып. 17. Киев: ИСМ им. В.Н. Бакуля, НАН Украины, 2014. С. 191–214.

6. Bundy F.P. Temperature measurement at high pressures. *Accurate Characterization of the High- Pressure Environment* / Ed. E.L. Lloyd. NBS Special Pub. 326, 1971. P. 309–311.
7. Modern very high pressure techniques / Ed. R. H. Wentorf, Jr. London: Butterworths Inc, 1962. 233 p.
8. Bovenkerk H. P., Bundy F. P., Hall H. T., Strong H. M., Wentorf R. H., Jr. Preparation of Diamond. *Nature*. 1959. 184(4693). P. 1094–1098.
9. Bundy F. P., Bovenkerk H. P., Strong H. M., Wentorf, R H. Diamond-Graphite Equilibrium Line from Growth and Graphitization of Diamond. The Journal of Chemical Physics. 1961. Vol. 35, N 2. P. 383–391.
10. Fukunaga, O., Yamaoka, S., Endoh, T., Akaishi, M., Kanda, H. Modification of Belt-Like High-Pressure Apparatus/ *High-Pressure Science and Technology* / Eds. K.D. Timmerhaus, M.S. Barber. Springer, Boston, MA., 1979. P. 846–852. https://doi.org/10.1007/978-1-4684-7470-1_111.
11. Fukunaga O., Ko Y.S., Konoue M., Ohashi N., Tsurumi T. Pressure and temperature control in flat-belt type high pressure apparatus for reproducible diamond synthesis. *Diamond and Related Materials*. 1999. 8. P. 2036–2042.
12. Strong H.M., Tuft R.E. *Technical Rep. No. 74CRD118*, G.E. Corp. R and D, Schenectady NY, July, 1974.
13. Strong H.M. Variation with pressure of the nickel-carbon eutectic. *Acta Metallurgica*. 1964. Vol. 12, N 12. P. 1411–1419.
14. Bruton G., Crockett R., Taylor M., DenBoer D., Lund J., Fleming C., Ford R., Garcia G., White A. PDC bit technology for the 21st century. *Oilfield Review*. 2014. Vol. 26, N 2. P. 48–57.
15. Diamond tools for machining: pat. 3745623 US: B26D 1/00. № 212408; fill. 27.12.71; publ. 17.07.73.
16. Yang X., Deng, F. Synthesis and characterisation of ∅62 mm polycrystalline diamond compact. *Diamond & Related Materials.* 2019. Vol. 100. P. 107594.
17. Григорович В. К. Твердость и микротвердость металлов. М.: Наука, 1976. 230 с.
18. Тонков Е. Ю. Фазовые диаграммы элементов при высоком давлении. М.: Наука, 1979. 192 с.

Надійшла 01.09.2023

References

1. Hall H.T. (1960). *US Patent 2941248. IC B01J 3/065. High temperature high pressure apparatus* (US Patent 2941248).
2. Novikov, N.V., Balabanov, P.A., Lysakovskii, V.V., & Shevchuk, S.N. (2012). Primenenie apparata vysokoho davleniia «Belt-40» dlia vyrashchivaniia monokrystallov almaza na zatravkakh [Application of high-pressure apparatus "Belt-40" for growing single crystals of diamond on inoculums]. *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* (15nd Issue, p. 227–231). ISM im. V.N. Bakulia, NAN Ukrainy [in Russian].
3. Prikhna, A.I. (2008). Apparaty visokoho davleniia v proizvodstve sinteticheskikh almazov (obzor) [High-pressure apparatuses in synthetic diamond production (review)]. *Sinteticheskie almazy – Synthetic diamonds, 1,* 3–22 [in Russian].
4. Hall H. T. (1959). *US Patent 2918699. IC B01J 3/067. High pressure press* (US Patent 2918699).
5. Novikov, N.V., Balabanov, P.A., Lysakovskii, V.V., & Shevchuk, S.N. (2014). Mnohopuansonnye apparaty vysokoho davleniia s hidrostaticheskim privodom

[Hydrostatically driven multi-punch high-pressure apparatuses]. *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* (17nd Issue, p. 191–214). ISM im. V.N. Bakulia, NAN Ukrainy [in Russian].

6. Bundy F.P. (1971). Temperature measurement at high pressures. E.L. Lloyd (Ed.), *Accurate Characterization of the High- Pressure Environment* (309–311). NBS Special Pub. 326.
7. Wentorf, R.H., Jr. (Ed.). (1962). *Modern very high pressure techniques*. Butterworths Inc.
8. Bovenkerk, H. P., Bundy, F. P., Hall, H. T., Strong, H. M., et al. (1959). Preparation of Diamond. *Nature*, *184*(4693), 1094–1098.
9. Bundy, F. P., Bovenkerk, H. P., Strong, H. M., & Wentorf, R H. (1961). Diamond-Graphite Equilibrium Line from Growth and Graphitization of Diamond. The Journal of Chemical Physics, 35(2), 383–391.
10. Fukunaga O., Yamaoka S., Endoh T., Akaishi M., Kanda H. (1979). Modification of Belt-Like High-Pressure Apparatus. Timmerhaus, K.D., Barber, M.S. (Eds.), *High-Pressure Science and Technology* (p. 846–852). Springer.
11. Fukunaga O., Ko Y.S., Konoue M., et al. (1999). Pressure and temperature control in flat-belt type high pressure apparatus for reproducible diamond synthesis. *Diamond and Related Materials*, *8*, 2036–2042.
12. Strong, H.M., Tuft, R.E. (1974). Technical Rep. No. 74CRD118, G.E. Corp. R and D, Schenectady NY.
13. Strong, H.M. (1964). Variation with pressure of the nickel-carbon eutectic. *Acta Metallurgica*, *12*(12), 1411–1419.
14. Bruton, G., Crockett, R., Taylor, M., et al. (2014). PDC bit technology for the 21st century. *Oilfield Review, 26*(2), 48–57.
15. Wentorf R.H., Jr., Rocco W.A. (1973). *US Patent 3745623. B26D 1/00. Diamond tools for machining* (US Patent 3745623).
16. Yang, X. & Deng, F. (2019). Synthesis and characterisation of ∅62 mm polycrystalline diamond compact. *Diamond & Related Materials, 100,* 107594.
17. Hrihorovich, V. K. (1976). *Tverdost i mikrotverdost metallov [Hardness and microhardness of metals]*. Nauka [in Russian].
18. Tonkov, E.Yu. (1979). *Fazovye diahrammy elementov pri vysokom davlenii [Phase diagrams of elements at high pressure]*. Nauka [in Russian].

УДК 621.762.5, 004.94 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-127-132

М. Беженар, д-р техн. наук; **А. Пацик** аспір.;
Я. Романенко, О. Соколов, кандидати технічних наук; **О. Лєщук**, д-р техн. наук

Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська 2, 04074, м. Київ, e-mail: bezhenar@ukr.net, pacik.andr@gmail.com, jarlo1@ukr.net, kybor@ism.kiev.ua, leshchuk@ism.kiev.ua

КУБІЧНИЙ АПАРАТ ВИСОКОГО ТИСКУ І ЙОГО МОЖЛИВОСТІ ЩОДО ГЕНЕРАЦІЇ ТИСКУ

Двома способами виконано розрахунок тиску при кімнатній температурі в кубічному апараті високого тиску зі стороною квадрату робочого пуансону 71 мм при навантаженні пресу 331,8 МН. Перший спосіб – визначення тиску як відношення сили, що діє по нормалі на площу куба і

деформованого ущільнення, другий спосіб – через моделювання стиснення пірофілітового куба з врахуванням залежності коефіцієнта об'ємного стиску від тиску. Одержано близькі значення – 4,69 ГПа для першого і 4,35 ГПа для другого способу розрахунків.

Ключові слова: *тиск, моделювання, кубічний апарат високого тиску, пуансон, стиснення, коефіцієнт об'ємного стиску*

В світі щорічно випускаються десятки млрд. карат порошків надтвердих матеріалів (алмазу і кубічного нітриду бору) і похідних матеріалів з них (полікристалів, композитів), при цьому більша частина таких матеріалів випускається китайськими підприємствами (близько 20 млрд. карат в рік). Для випуску такої продукції в Китаї використовують шестипуансонні пресові установки і кубічні апарати високого тиску (АВТ). Для генерації в робочому об'ємі АВТ тисків більше 2 ГПа використовуються тверді матеріали з низьким коефіцієнтом внутрішнього тертя, найбільш поширеним серед яких є пірофіліт. В даній роботі проведено розрахунки тиску в робочому об'ємі шестипуансонного пресу китайського виробництва ZR 800.

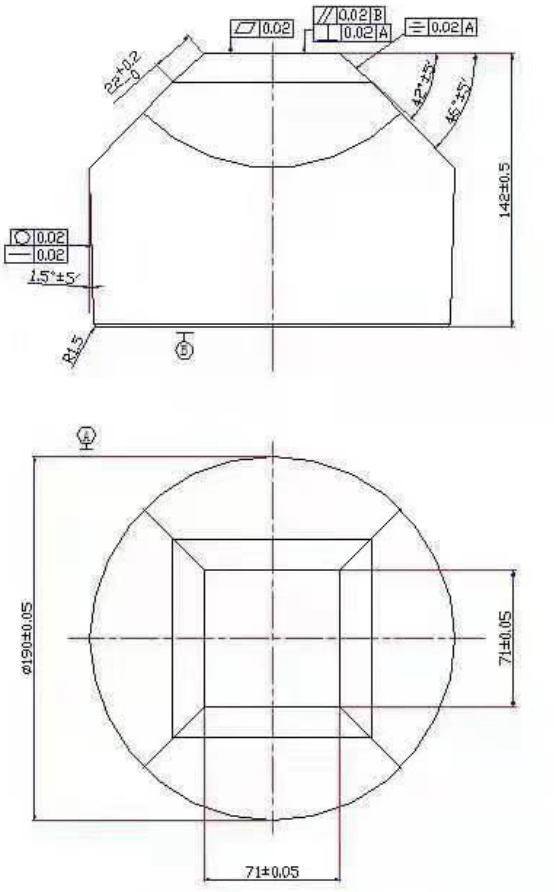


Рис. 1. Вид збоку і зверху твердосплавного пуансона шестипуансонного пресу китайського виробництва ZR 800 [1]

Основний принцип роботи АВТ з твердофазовим середовищем передачі тиску є утворення прокладки стиснення без витікання (деформованого ущільнення), яка закупорює робочий об'єм (контейнер) за рахунок сил поверхневого тертя. На рис. 1 приведене креслення твердосплавного пуансона пресу ZR 800.

Основні характеристики шестипуансонного пресу ZR 800 наступні: діаметр робочого циліндра – 800 мм; максимальний тиск масла в циліндрі – 110 МПа. Зусилля одного пуансона при тиску масла в циліндрі 110 МПа:

$F=p\cdot S=p\cdot\pi d^2/4=(110\cdot\pi\cdot 800^2/4)\cdot 10^6\cdot 10^{-6}$ Па·м^2=55300000Н=55,3 МН

Шість пуансонів кубічного пресу генерують максимальне сумарне зусилля на комірку високого тиску 55,3·6=331,8 МН.

Головні розміри, необхідні нам для подальших розрахунків, наступні: сторона квадрату площадки пуансона, через яку передається зусилля на комірку високого тиску – 71 мм, кут між площадкою і боковою поверхнею пуансона 42° (138°), висота рівнобедреної трапеції – прокладки стиснення без витікання (деформівного ущільнення ДУ) – 22 мм. **Тиск – сила, що діє по нормалі на одиницю площі.** Комірка високого тиску після спікання – куб, довжина ребра L, площа поверхні куба $S_1 = 6\cdot L^2$.

Прокладка стиснення без витікання (ДУ) – це зрізана піраміда з прямокутними основами. На рис. 2 приведено схематичне зображення фрагмента деформованого ущільнення; всього таких фрагментів 12, як і ребер куба.

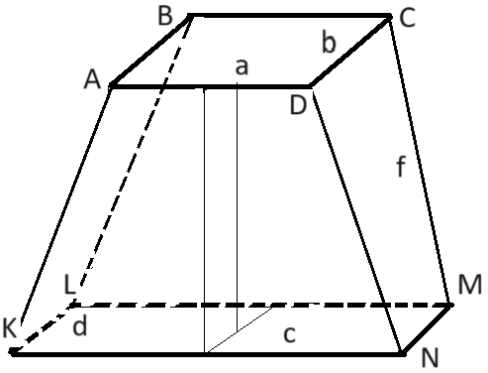


Рис. 2. Схематичне зображення фрагмента деформованого ущільнення (прокладки стиснення без витікання)

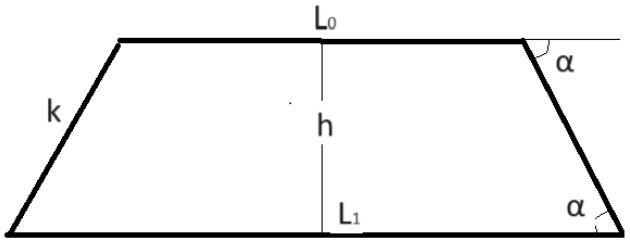


Рис. 3. Поверхня елементу деформованого ущільнення

Поверхня ДУ – 24 рівнобедрені трапеції з верхньою основою L, висотою h = 22 мкм, кутом при нижній основі α= 42º (рис. 3). Площа однієї такої трапеції $S_{ДУ} = (L + h * ctg\alpha) * h$, а вся площа $S_2 = 24\ S_{ДУ}$.

Для створення ізостатичного тиску p_1 в робочому об’ємі на поверхню куба має діяти сила $F_1 = p_1 \cdot S_1 = 6\ p_1 \cdot L_2$.

Щоб визначити силу, яка діє на деформоване ущільнення, приймемо наступні припущення тиску в ДУ: $p = p_1$ при $h = 0$ і $p = 0$ при $h = h_1$ =22 мм.

Сила F_2 діє під кутом 90º до поверхні деформованого ущільнення і визначається наступним чином: $F_2 = p_1 \cos(90^o - \alpha) \int dS_2 = p_1 \sin\alpha \int dS_2$.

$$dS_2 = d\{24\ h\ (L + h\ ctg\alpha)\} = 24(L + 2h\ ctg\alpha)dh$$

$$F_2 = p_1 sin\alpha \int_0^{h_1} d\,S_2 == 24 p_1 sin\alpha \int_0^{h_1} (L + 2h * ctg \propto) dh = 24 p_1 sin\alpha (L h_1 + {h_1}^2 ctg\alpha)$$

Зв'язок між силою і тиском в робочому об’ємі наступний:

$$F = F_1 + F_2 = 6\ p_1 \cdot L^2 + 24\ p_1\ sin\alpha\ \cdot (L h_1 + h_1^2\ ctg\alpha) \quad (1)$$

Тиск в робочому об’ємі АВТ

$$p_1 = \frac{F}{6L^2 + 24 sin\alpha\ (L h_1 + h_1^2 ctg\alpha)} \quad (2)$$

Для визначення тиску не вистачає значення довжини ребра стисненого куба.

Деформоване ущільнення – це зрізана піраміда. На рис. 2 приведено схематичне зображення зрізаної піраміди (фрагмента деформованого ущільнення; всього таких фрагментів 12, як і ребер куба).

Ребро зрізаної піраміди DC – це товщина ДУ на виході з робочого об’єму АВТ, а ребро MN – це товщина прокладки стиснення (ДУ), де припиняється витікання матеріалу. Візьмемо MN = 1,6 мм (роботи [2–5] і наші експериментальні дані). Кут NDC приблизно рівний 87º, тоді довжина сторони трапеції DC буде рівна:

$$DC = 1{,}6 + 2 \cdot 22 \cdot tg3^o = 3{,}9 \text{ мм} \quad (3)$$

Сторона стисненого пірофілітового куба буде рівна:

$$L = 71 + 2 \cdot 3{,}9 \cdot \sin 45^{o} = 76{,}5 \text{ мм} \quad (4)$$

При підстановці в (2) значень L = 76,5 мм, h_1 = 22 мм, α = 42°, F = 331,8 МН, тиск в робочому об'ємі АВТ становить 4,69 ГПа. Зусилля пресу майже порівну розподілене між робочим об'ємом і деформованим ущільненням (49,6 % і 50,4 % відповідно).

Другий підхід для визначення тиску, який генерується в кубічному АВТ – модельний числовий експеримент по стисненню пірофілітового куба.

Для досліджень використовувався пірофілітовий контейнер (куб) з довжиною ребра 86 мм. Пірофіліт – природний мінерал, хімічна формула $Al_2Si_4O_{10}(OH)_2$, другий варіант запису $Al_2O_3 \cdot 4SiO_2 * H_2O$. Рентгенівська густина 2,81 г/см^3, модуль об'ємного стиску при кімнатній температурі K залежності від тиску K – (25 + 5p) ГПа [4], КТР лінійний – $6 \cdot 10^{-6}$ К$^{-1}$. Пірофілітовий куб з ребром 86 мм важив 1635 г (визначено експериментально), густина становила 2,57 г/см^3, враховуючи, що рентгенівська густина пірофіліту 2,81 г/см^3, пористість вихідного куба становила 8,7 %.

При навантаженні частина матеріалу куба видавлюється за межі робочого об'єму в ДУ, основна маса стискується в робочому об'ємі і ущільнюється до безпористого стану.

Після зняття навантаження (330 МН) довжина ребра L_1 спресованого пірофілітового куба становила 80 мм (дані експерименту), пористість – 0%, при густині 2,81 г/см^3 вага такого куба $m = \rho L_1^3 = 1439$ г, а маса пірофіліту за межами робочого об'єму (в ДУ і за його межами) – 196 г.

Коефіцієнт об'ємного стиску речовини виражається формулою:

$$\frac{1}{K} = -\frac{1}{V} \cdot \frac{\partial V}{\partial p} \quad (5)$$

Визначимо зміну об'єму під дією тиску:

$$\Delta V = -\frac{V_0}{K} \nabla p \quad (6)$$

В нас $K = (25 + 5p)$, запишемо рівняння в диференційному вигляді і проінтегруємо по тиску в межах від атмосферного до p_0, при цьому p_0 може набувати будь-яких значень більше атмосферного тиску.

$$dV = -\frac{V_0}{K} dp = -\frac{V_0}{25+5p} dp \quad (7)$$

$$\frac{V_1}{V_0} = -\int_0^{p_0} \frac{dp}{25+5p} = -\frac{1}{5} \ln(5+p) \Big|_0^{p_0} = -\frac{1}{5} \ln\left(1+\frac{p_0}{5}\right) \quad (8)$$

В таблиці приведені значення зміни об'єму при стисненні і величини ребра стисненого пірофілітового куба від величини p_o , тобто тиску в робочому об'ємі АВТ.

Зміна об'єму і довжини ребра пірофілітового куба при стисненні від величини тиску в робочому об'ємі АВТ

p_0, ГПа	V_0-V_1)/V_0	V_1	L_1 , мм
1	0,036	0,964	79,0
2	0,067	0,933	78,2
3	0,094	0,906	77,4
4	0,118	0,882	76,7
5	0,139	0,861	76,1
6	0,158	0,842	75,54

Порівняємо одержане вище значення довжини ребра стисненого куба (76,5 мм) з приведеними в табл. 1. При тиску 4 ГПа довжина ребра куба – 76,7 мм, а при 5 ГПа – 76,1 мм. Тиск, при якому за кімнатної температури довжина ребра пірофілітового куба в АВТ з стороною квадрата площадки пуансона 71 мм, становить 4,35 ГПа.

Визначений двома абсолютно різними способами тиск при кімнатній температурі в робочому об'ємі АВТ (4,69 ГПа і 4,35 ГПа) незначно відрізняється (на 7,8 %, що можна вважати непоганим співпаданням).

При одержанні надтвердих матеріалів температура в робочому об'ємі АВТ становить, як правило, 1500 – 1800 К. Термічне розширення деталей комірки високого тиску сприяє підвищенню тиску в робочій області АВТ. Підвищує тиск в робочому об'ємі і наявність високомодульних компонентів серед елементів зборки комірки високого тиску. Тому в окремих випадках шляхом підбору складових комірки високого тиску і при відповідних температурах можна досягти тиску в робочому об'ємі до 6 ГПа і вище.

Висновки

1. При максимальному зусиллі пресу (330 МН) при кімнатній температурі тиск в робочому об'ємі кубічного АВТ з стороною квадрата робочого пуансону 71 мм може досягати 4,69 ГПа.
2. Зусилля пресу, яке діє на робочий об'єм і на деформоване ущільнення, розподіляється майже порівну, 49,6 % і 50,4 % відповідно.
3. При стисненні пірофілітового контейнера в кубічному апараті високого тиску за кімнатної температури можна досягти тиску 4,35 ГПа.
4. Визначений двома абсолютно різними способами тиск при кімнатній температурі в робочому об'ємі АВТ (4,69 ГПа і 4,35 ГПа) незначно відрізняється (на 7,8 %, що можна вважати непоганим співпаданням).
5. Для досягнення вищих тисків в робочий об'єм АВТ необхідно вводити складові з вищими модулями пружності. Нагрів комірки високого тиску також сприятиме підвищенню тиску завдяки термічному розширенню складових робочого об'єму.

M. Bezhenar, A. Patsik, **Ya. Romanenko**, **O. Sokolov**, **O. Lyeshchuk**

V. Bakul Institute for Superhard Materials of NAS of Ukra[ne

CUBIC HIGH-PRESSURE APPARATUS AND ITS CAPABILITIES FOR PRESSURE GENERATION

Two methods were used to calculate the pressure at room temperature in a cubic high-pressure apparatus with a working punch square side of 71 mm and a press load of 331.8 MN. The first method is to determine the pressure as the ratio of the force acting normally on the area of the cube and the deformed seal, the second method is to model the compression of a pyrophyllite cube taking into account the dependence of the volume compression coefficient on pressure. Close values were obtained: 4.69 GPa for the first and 4.35 GPa for the second calculation method.

Key words: *pressure, modeling, cubic high-pressure apparatus, punch, compression, volume compression ratio*

Література

1. Liu, X., Chen, J., Tang, J., He, Q., Li, S., Peng, F., Hed D., Zhang L., Fei, Y. A large volume cubic press with a pressure-generating capability up to about 10 GPa. High Pressure Research. 2012. Vol. 32, N 2. P. 239–254.
2. Бакуль В. Н., Герасимович А. В., Ивахненко С. А. Зависимость напряжений сдвига литографского камня и пирофиллита от давления. *Синтетические алмазы*. Научно-

производственный сборник. Вып. 2. Киев: ИСМ им. В.Н.Бакуля, НАН Украины, 1976. – С. 25–30.
3. Герасимович А. В., Кулемза В. В., Крикун В. Н. Исследование материалов деформируемых уплотнений АВД. *Сверхтвердые материалы*. 1982. № 4. С. 9–11.
4. Новиков Н. В., Герасимович А. В. Исследование деформируемых уплотнений АВД типа наковальни с углублением. *Сверхтвердые материалы*. 1983. № 4. С. 3–7.
5. Синтетические сверхтвердые материалы: в 3 т. Т. 1. / уклад.: редкол. Новиков Н.В. (отв. ред.) и др. Киев: Наук. думка, 1986. Т. 1. Синтез сверхтвердых материалов. 280 с.

Надійшла 12.10.23

Reference

1. Liu, X., Chen, J., Tang, J., et al. (2012). A large volume cubic press with a pressure-generating capability up to about 10 GPa. *High Pressure Research, 32*(2), 239–254.
2. Bakul V. N., Herasymovych A. V. & Ivakhnenko S. A. (1976). Zavysymost napriazhenyi sdvyha lytohrafskoho kamnia y pyrofyllyta ot davlenyia [Pressure dependence of shear stresses of lithic stone and pyrophyllite]. *Syntetycheskye almazy – Synthetic diamonds*. Nauchno-proyzvodstvennyi sbornyk. (2nd Issue, p. 25–30). ISM im. V. N. Bakulia, NAN Ukrainy [in Russian].
3. Herasymovych, A. V., Kulemza, V. B. & Krykun, V. N. (1982). Issledovanye materyalov deformyruemykh uplotnenyi AVD [Research of materials of deformable seals of HPM]. *Sverkhtverdye materyaly – Superhard Materials*, (4), 9–11 [in Russian].
4. Novykov, N. V. & Herasymovych, A. V. (1983). Issledovanye deformyruemykh uplotnenyi AVD typa nakovalny s uhlublenyem. [Investigation of deformable seals of anvil-type HPM with a recess]. *Sverkhtverdye materyaly – Superhard Materials*, (4), 3–7 [in Russian].
5. Novykov, N.V. (Ed.). (1986). Syntetycheskye sverkhtverdye materyaly [Synthetic superhard materials]. *Syntez sverkhtverdykh materyalov [Synthesis of superhard ma*terials]. (V. 1). Nauk. dumka [in Russian].

УДК 004.94:539.893:539.4 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-132-140

С. Б. Полотняк, канд. техн. наук; **О. О. Лєщук**, **В. В. Лисаковський**, доктори технічних наук; **С. О. Івахненко**, член-кор. НАНУ

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

ЧИСЕЛЬНЕ ДОСЛІДЖЕННЯ ВПЛИВУ РОЗМІРУ СКОСУ БІЧНОЇ ПОВЕРХНІ ПУАНСОНА КУБІЧНОГО АПАРАТА ВИСОКОГО ТИСКУ НА МІЦНІСТЬ ПУАНСОНА ТА РІВЕНЬ ДОСЯЖНОГО ТИСКУ

Метою роботи є визначення впливу розміру скошеної бічної 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 різною довжиною скошеної бічної поверхні і досліджено граничний стан пуансонів. Встановлено, що розмір скошеної бічної поверхні практично не впливає на розподіл тиску, згенерованого в контейнері. Зменшення довжини скошеної бічної поверхні зумовлює зростання величини еквівалентних напружень на ребрах плоскої ділянки робочої поверхні. У випадку

малих значень довжини можливе руйнування ребер пуансона внаслідок недостатньої їх бічної підтримки.

***Ключові слова**: апарат високого тиску, комп'ютерне моделювання, тиск, напружено-деформований стан.*

Вступ. Постановка задачі

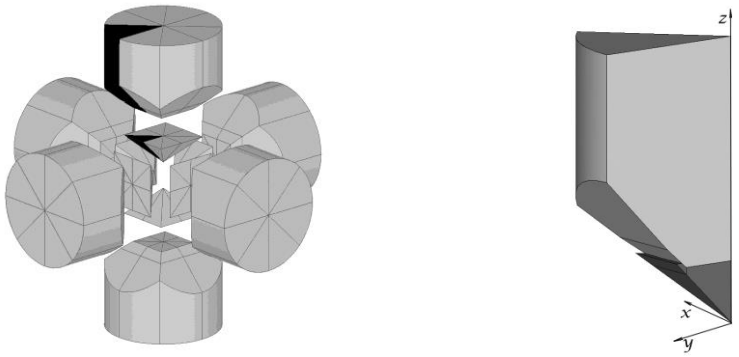
При промисловому вирощуванні структурно досконалих монокристалів алмазу методом температурного градієнта широко використовують шестипуансонні кубічні апарати високого тиску (АВТ) [1–2]. Такі апарати здатні створювати та підтримувати протягом тривалого часу в достатньо великих ростових об'ємах (понад 10 см^3) високий квазігідростатичний тиск 6–8 ГПа при температурі до 1800 °С. В якості матеріалу для виготовлення пуансонів у таких АВТ використовують найміцніші на даний час конструкційні матеріали – високоякісні вольфрам-кобальтові тверді сплави. Рівень досяжного в АВТ тиску обумовлений як фізико-механічними характеристиками матеріалу пуансонів [3], так і їх конструкційними (розмірними) параметрами. Так, в результаті дослідження напруженого стану пуансонів АВТ [4-5] розроблено конструкцію пуансонів з подвійно скошеною робочою поверхнею (double-beveled anvil) у вигляді двоступінчастих пірамідальних площадок. Така конструкція пуансона дозволила суттєво (більш ніж на 10 %) збільшити рівень досяжного в АВТ тиску.

Метою даної роботи є визначення впливу розміру скошеної бічної поверхні пуансонів на рівень згенерованого в АВТ тиску та міцність пуансонів. Для цього проведено комп'ютерне моделювання з використанням методу скінченних елементів процесів стиску в шестипуансонному АВТ пірофілітового контейнера між пуансонами із різним розміром довжини скошеної бічної 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) [6]. Пуансони мають подвійно скошену робочу поверхню у вигляді двоступінчастих пірамідальних площадок з горизонтальною площадкою розмірами 46×46 мм. Пірофілітовий 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 пірофілітового контейнера між пуансонами шестипуансонного АВТ [7].

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)

Для уникнення розбіжностей у розв'язку задачі через складний механізм пластичної течії матеріалу контейнера в кутах робочої поверхні кубічних пуансонів (що викликає високу спотвореність геометрії скінченних елементів) процес навантаження контейнера поділено на два етапи. На першому етапі матеріал контейнера витікає в зазори між пуансонами і починає утворювати 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 збільшується, ростова комірка герметизується зі створенням робочого тиску і довжина прокладок досягає кінцевих значень в 11–13 мм.

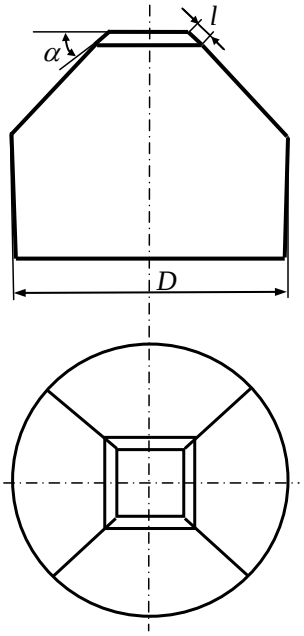


Рис. 2. Геометричні параметри пуансона

Моделювання процесу стиску контейнера починали з другого етапу, тобто кінцева стадія першого етапу була прийнята як початкова умова.

Чисельне моделювання проведено для п'яти варіантів довжини скошеної бічної поверхні l – 9 мм, 10 мм, 11 мм, 13 мм та 15 мм (кут нахилу скошеної бічної поверхні α = 40,5° (рис. 2). В якості матеріалу пуансонів прийнято вольфрам-кобальтовий твердий сплав *KF*308 (*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 [8–13].

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 σ_2 на міцність матеріалу:

- питомої потенціальної енергії формозміни

$$\sigma_e^{IV} = \sigma_i = \frac{1}{\sqrt{2}}\sqrt{(\sigma_1-\sigma_2)^2+(\sigma_2-\sigma_3)^2+(\sigma_3-\sigma_1)^2} \le R_{p0,2},$$

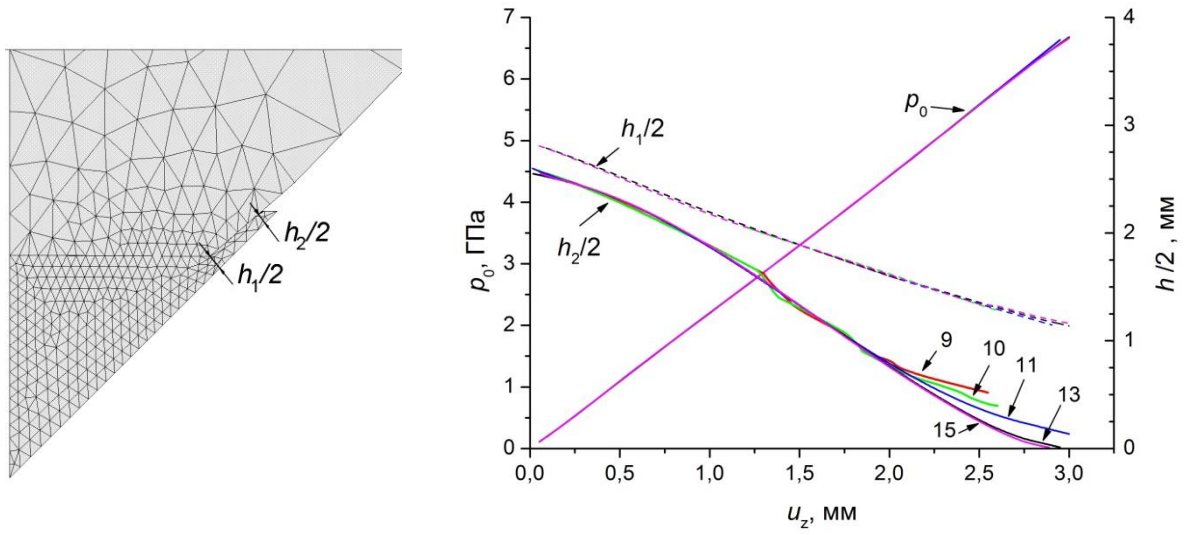
– критерій міцності Писаренка-Лебедєва $\sigma_e^{PL} = \chi\sigma_i + (1-\chi)\sigma_1 \le R_m$, $\chi = \frac{R_m}{R_{cm}}$,

де σ_e^{III}, σ_e^{IV}, σ_e^{Mor}, σ_e^{PL} – еквівалентні напруження за критеріями найбільших дотичних напружень, питомої потенціальної енергії формозміни, Мора та Писаренка-Лебедєва відповідно; σ_1, σ_2, σ_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.

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 в літературі практично відсутні дані щодо границі міцності під час розтягування, тому для оцінки величини R_m використовували результати роботи [14] 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

На рис. 3 показано одержані в результаті моделювання дані зі зміни величини тиску в центрі кубічного контейнера та товщини деформуючої прокладки на початку та в кінці зони контакту з бічною поверхнею пуансона в процесі навантаження АВТ.



а *б*

Рис. 3. Схема визначення товщини деформуючої прокладки (а), зміна тиску в центрі кубічного контейнера p_0 (б) та товщини деформуючої прокладки на початку ($h_1/2$) та в кінці ($h_2/2$) зони контакту з бічною поверхнею пуансона в процесі навантаження АВТ з пуансонами із довжиною скошеної бічної поверхні l – 9 мм, 10 мм, 11 мм, 13 мм та 15 мм

З наведених даних видно, що довжина скошеної бічної поверхні *l* пуансона практично не впливає на величини тиску в центрі контейнера і товщину деформуючої прокладки на початку ($h_1/2$) зони контакту з бічною поверхнею пуансона.

В той же час, після досягнення тиску p_0 ~ 4,8–4,9 ГПа в центрі контейнера, збільшення довжини *l* пуансона призводить до суттєвого зменшення товщини прокладки $h_2/2$ в кінці зони контакту. При цьому, для довжин *l* 13-15 мм значення товщини $h_2/2$ практично однакові.

Слід відмітити, що при досягненні значень товщини прокладки $h_2 \sim 0{,}5$ мм пуансони через дуже тонкий прошарок пірофіліту починають тиснути один на одного, що призводить до різкого збільшення напружень в цих областях. Подальший стиск контейнера може призвести до стрімкого зростання напружень в пуансоні, перевищення рівня їх допустимих значень, що в підсумку призведе до руйнування пуансона.

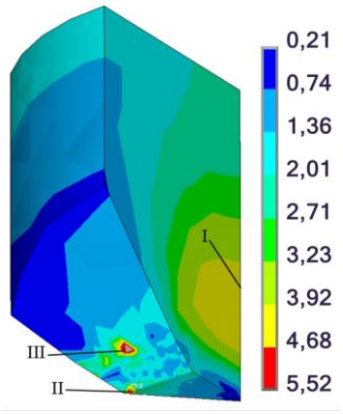
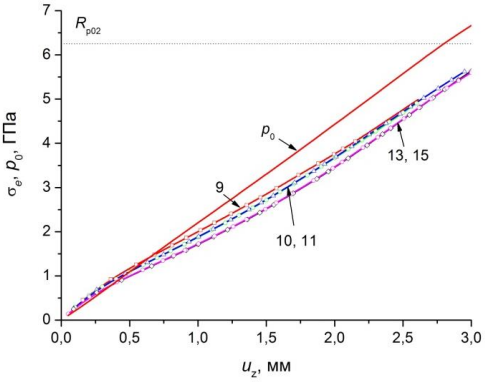


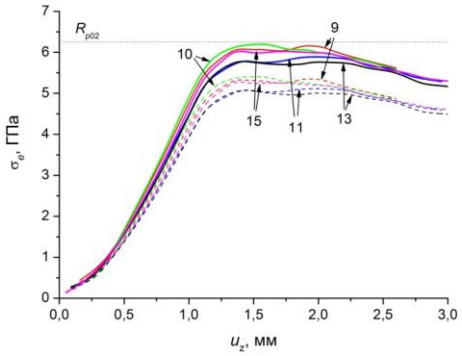
Рис. 4. Розподіл еквівалентних напружень (ГПа) в пуансоні при стиску контейнера

В результаті аналізу розподілу еквівалентних напружень в пуансоні при стиску контейнера (рис. 4) можливо виділити три області можливого руйнування пуансона: *I* – на осі симетрії над плоскою ділянкою робочої поверхні, *II* – на ребрі плоскої ділянки, *III* – на бічній поверхні поблизу лінії зміни кута її нахилу.

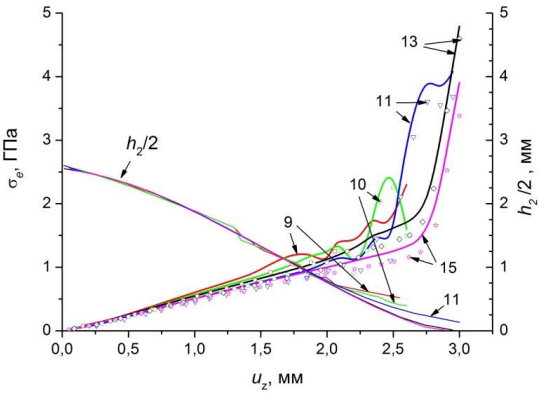
На рис. 5, 6 наведено одержані в результаті моделювання величини зміни тиску в центрі кубічного контейнера, товщини деформуючої прокладки в кінці зони контакту з бічною поверхнею пуансона та еквівалентних напружень в пуансонах із довжиною скошеної бічної поверхні *l* – 9 мм, 10 мм, 11 мм, 13 мм та 15 мм в областях можливого руйнування пуансонів в процесі навантаження.



а



б



в

Рис. 5. Зміна тиску в центрі кубічного контейнера p_0 (ГПа), товщини деформуючої прокладки в кінці зони контакту з бічною поверхнею пуансона $h_2/2$ (мм) та еквівалентних напружень σ_e^{III} (суцільна лінія), σ_e^{IV} (○, пунктирна лінія) (ГПа) в пуансоні АВТ із довжиною скошеної бічної поверхні l – 9 мм, 10 мм, 11 мм, 13 мм та 15 мм в областях його можливого руйнування I (а), II (б) та III (в) в процесі навантаження АВТ

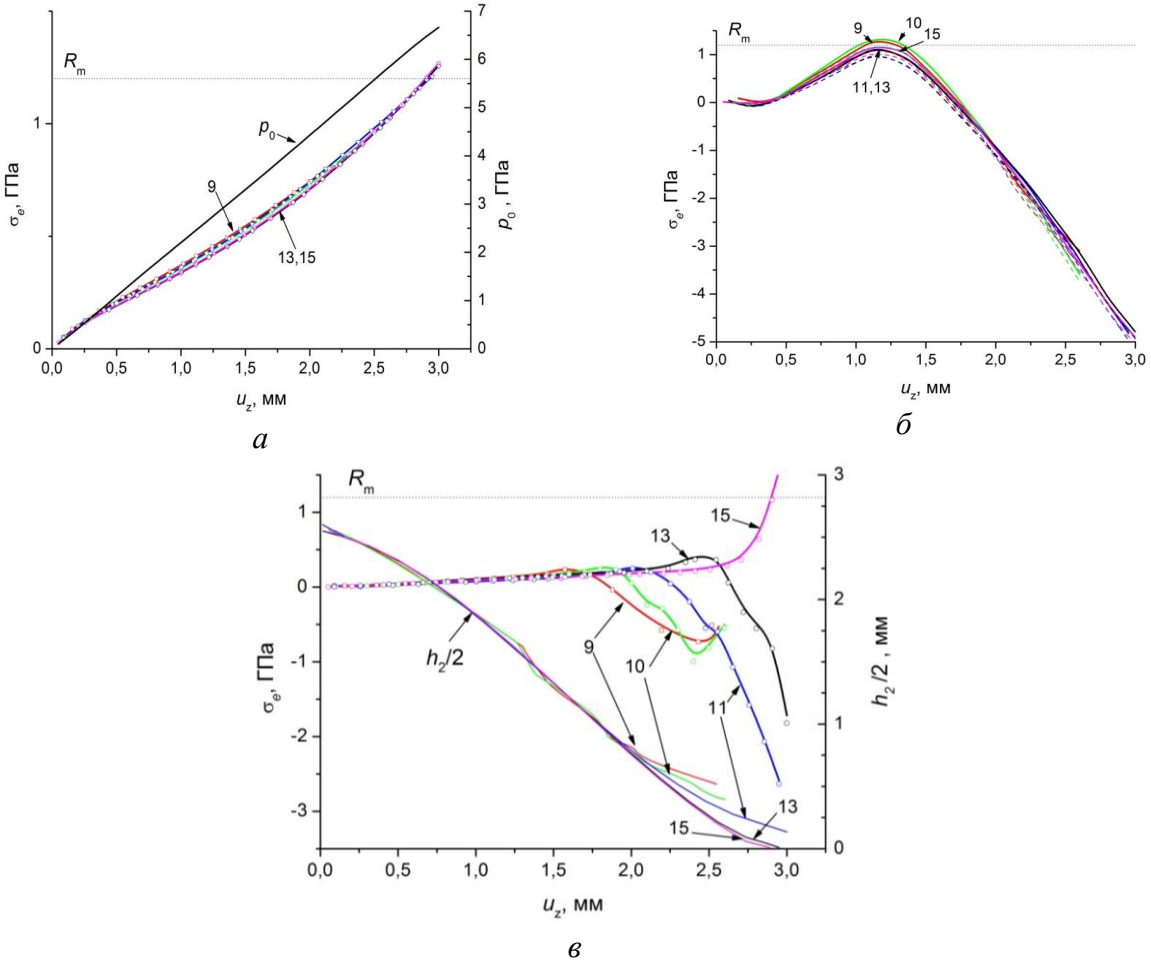


Рис. 6. Зміна тиску в центрі кубічного контейнера p_0 (ГПа), товщини деформуючої прокладки в кінці зони контакту з бічною поверхнею пуансона $h_2/2$ (мм) та еквівалентних напружень, – σ_e^{Mor} (суцільна лінія), σ_e^{PL} (О, пунктирна лінія) (ГПа) в пуансоні АВТ із довжиною скошеної бічної поверхні l – 9 мм, 10 мм, 11 мм, 13 мм та 15 мм в областях його можливого руйнування I (а), II (б) та III (в) (див. рис.6, б) в процесі навантаження АВТ

В області *I* можливого руйнування пуансона зміна довжини скошеної бічної поверхні *l* не суттєво впливає на величини еквівалентних напружень (див. рис. 5, *а* та 6, *а*). Беручи до уваги характеристики міцності твердого сплаву *KF*308, запас міцності, що мають пуансони при досягненні робочого для синтезу монокристалів алмазу тиску 5,5 ГПа в центрі кубічного контейнера, складає ~ 27 % та 22 % за напруженнями σ_e^{III}, σ_e^{IV} та σ_e^{Mor}, σ_e^{PL} відповідно.

В області *II* можливого руйнування пуансона (див. рис. 5, *б* та 6, *б*) найбільших значень еквівалентні напруження набувають на етапі 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. Зменшення довжини скошеної бічної поверхні *l* зумовлює зростання величини максимальних еквівалентних напружень. У випадку величини *l* 9 та 10 мм спостерігається перевищення (до 4 %) величини еквівалентних напружень σ_e^{Mor} границі міцності сплаву *KF*308 за умов нормального тиску. Без урахування впливу тиску на характеристики міцності твердого сплаву [12] запас міцності для довжини *l* скошеної бічної поверхні 9 мм, 10 мм, 11 мм, 13 мм та 15 мм становить відповідно 14.4, 13.6, 18.7, 19.0, 16.1 % (за напруженнями σ_e^{IV}), 1,6, 1,1, 6,1, 7,2, 4,0

% (за напруженнями σ_e^{III}), 10, 5,3, 19, 20, 15 % (за напруженнями σ_e^{PL}), 0, 0, 7.4, 9.2, 7,5 % (за напруженнями σ_e^{Mor}).

В області *III* можливого руйнування пуансона (див. рис. 5, *в*, та 6, *в*) величина максимальних еквівалентних напружень при робочому для синтезу монокристалів алмазу тиску 5,5 ГПа в центрі контейнера не перевищує ~ 2,7 ГПа (σ_e^{III} і σ_e^{IV}) та ~ 0,25 ГПа (σ_e^{Mor} і σ_e^{PL}), що суттєво нижче характеристик міцності матеріалу пуансонів. Але у випадку великої довжини *l* скошеної бічної поверхні (13 – 15 мм) подальше стиснення призводить до різкого збільшення еквівалентних напружень в цій області, що в підсумку може призвести до руйнування пуансонів.

Висновки

Результати комп'ютерного моделювання напружено-деформованого стану та оцінки міцності пуансонів шестипуансонного АВТ показали:

– розмір довжини скошеної бічної поверхні пуансона практично не впливає на величину згенерованого в пірофілітовому контейнері тиску;

– збільшення довжини скошеної бічної поверхні пуансона призводить до суттєвого зменшення товщини деформуючої прокладки $h_2/2$ в кінці зони контакту з бічною поверхнею пуансона;

– зменшення довжини скошеної бічної поверхні зумовлює зростання величини максимальних еквівалентних напружень на ребрах плоскої ділянки робочої поверхні. У випадку малих значень довжини можливе руйнування ребер пуансона внаслідок недостатньої їх бічної підтримки ;

– після досягнення в центрі контейнера тиску 5,6 ГПа збільшення довжини скошеної бічної поверхні зумовлює різке зростання еквівалентних напружень в області на бічній поверхні пуансона поблизу лінії зміни кута її нахилу.

Таким чином, для досягнення тиску в центрі контейнера 5,5÷6.0 ГПа, у випадку кута нахилу скошеної бічної поверхні пуансона 40,5°, довжина скошеної бічної поверхні повинна дорівнювати 11-12 мм.

S. Polotnyak, O. Lyeshchuk, V. Lysakovskyi, S. Ivakhnenko

Bakul Institute for Superhard Materials NAS of Ukraine

NUMERICAL STUDY OF THE INFLUENCE OF THE BEVEL SIZE OF THE ANVIL OF A HIGH-PRESSURE CUBIC APPARATUS ON THE ANVIL STRENGTH AND THE LEVEL OF PRESSURE GENERATED

The purpose of the work is to determine the influence of the bevel size of the double-beveled anvils on the level of generated pressure in the six-anvil cubic apparatus and the anvil strength. Computer modeling using the finite element method of compression of a pyrophyllite container between anvils with a different bevel size has been carried out, and the limit states of the anvils have been investigated. It is shown that the bevel size has practically no effect on the pressure distribution generated in the container. Reducing the value of the bevel size leads to an increase in the magnitude of equivalent stresses in the region on the edges of the flat section of the working surface. At small lengths, the destruction of the anvil ribs is possible due to their insufficient lateral support.

***Key words**: high pressure apparatus, computer modelling, 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. 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.
3. Полотняк С. Б., Лєщук О. О., Івахненко С. О., Заневський О. О., Савіцький О. В., Гордєєв С. О. Чисельне моделювання впливу фізико-механічних характеристик матеріалу пуансонів шестипуансонного кубічного апарата високого тиску на рівень досяжного тиску та граничний стан пуансонів. *Інструментальне матеріалознавство*. 2021. Вип. 24. С. 159–169.
4. Han Q. G., Jia X. P., Qin J. M., Li R., Zhang C., Li Z. C., Tian Y., Ma H. FEM study on a double-beveled anvil and its application to synthetic diamonds. *High Press. Res.* 2009. Vol. 29. P. 449–456.
5. Han Q. G., Yang W. K., Zhu P. W. Ban Q. C., Yan N., Zhang Q. 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.
6. Лысаковский В. В., Новиков Н. В., Ивахненко С. А., Заневский О. А., Коваленко Т. В. Выращивание структурно совершенных монокристаллов алмаза при высоких давлениях и температурах. Обзор. *Сверхтв. материалы*. 2018. № 5. С. 25–37.
7. Bovsunovskyi O. V., Polotnyak S. B., Lusakovskyi V. V., Lyeshchuk O. O., Ivakhnenko S. O. 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.* 2020. Vol. 42, no. 2. P. 58–67.
8. 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.
9. Edmont J. M., Paterson M. S. Strength of solid pressure media and implications for high pressure apparatus. *Contrib. Mineral. Petrol*. 1971. Vol. 30, no. 2. P. 141–160.
10. Sachse W., Ruoff A. L. Elastic moduli of precompressed pyrophyllite used in ultrahigh pressure research. *J. Appl. Phys*. 1975. Vol. 46, no. 9. P. 3725–3730.
11. Герасимович А. В., Григорьев Н. М. Сопротивление сдвигу материалов деформируемых уплотнений твердофазовых аппаратов высокого давления. *Сверхтв. материалы*. 1996. № 1. С. 36–43.
12. 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.
13. Лошак М. Г. Прочность и долговечность твердых сплавов. Киев: Наук. думка, 1984. 328 с.
14. Vandeput R. R., Mastrantonis N. A. Comparison of the strength of WC-Co measured by ring and transverse rupture strength specimens. *Mater. Sci. Engr. A*. 1988. Vol. 105–106, part 2. P. 423–428.

Надійшла 29.08.23

References

1. Chien-Min, J. Sung. (2001). Optimised cell design for high-pressure synthesis of diamond. *High Temp.–High Press., 33*, 489–501.
2. 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.

3. 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,* (24nd, p.159–168) [in Ukrainian].
4. Han Q. G., Jia X. P., Qin J. M. et al. (2009). FEM study on a double-beveled anvil and its application to synthetic diamonds. *High Press. Res.*, *29*, 449–456.
5. 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.
6. 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].
7. 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.
8. 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].
9. Edmont, J. M., & Paterson, M. S. (1971). Strength of solid pressure media and implications for high pressure apparatus. *Contrib. Mineral. Petrol.*, *30*(2), 141–160.
10. Sachse, W., & Ruoff, A. L. (1975). Elastic moduli of precompressed pyrophyllite used in ultrahigh pressure research. *J. Appl. Phys.*, *46*(9) 3725–3730.
11. 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].
12. 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].
13. Loshak, M. H. (1984). *Prochnost i dolgovechnost tverdykh splavov [Strength and durability of hard alloys]*. Nauk. Dumka [in Russian].
14. 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. A, 105–106*(2). 423–428.

УДК 621.921.34-492.2:539.89:621.762.5 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-141-146

О. О. Бочечка, д-р. техн. наук; **О. І. Чернієнко, Т. О. Куриляк,** кандидати техн. наук; **А. Г. Филипович; В. О. Вєніков, А. О. Лямцева,** аспіранти

Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України,вул. Автозаводська 2, 04074 м. Київ, bochechka@ism.kiev.ua, o.cherniyenko@gmail.com

УЩІЛЬНЕННЯ ЗА ВИСОКОГО ТИСКУ І ВИСОКОЇ ТЕМПЕРАТУРИ АЛМАЗНОГО ПОРОШКУ З ТИТАНОВИМ ПОКРИТТЯМ

За тиску 7,7 ГПа досліджено температурну залежність та кінетику ущільнення алмазного порошку, синтезованого в системі Mg–Zn–B–C, з титановим покриттям алмазної поверхні. Нанесення покриття на поверхню алмазних зерен було проведено методом газотранспортного переміщення металу в газовому середовищі галогенідів. Спікання здійснювали в апараті високого тиску типу «тороїд», температура спікання варіювалася від 1300 до 1850 °С. Встановлено, що титанове покриття на поверхні зерен алмазу значно впливає на процес спікання, інтенсифікуючи процес ущільнення в початковий період, а також знижує температуру спікання, за якої досягається максимальний рівень ущільнення, від 1800 до 1450 °С. Дослідження структури та елементного складу одержаних зразків алмазного композиційного матеріалу показало, що вдалось отримати рівномірний розподіл титану в об'ємі зразка. В однорідній структурі зразків наявний каркас із крупних зерен алмазу.

***Ключові слова**: алмазний порошок, титанове покриття, високий тиск, спікання, ущільнення, загальна пористість, відкрита пористість*

Вступ

Алмазні полікристалічні матеріали (АПМ) та алмазні композиційні матеріали (АКМ) отримують методом спікання за високого тиску і високої температури – *High Pressure High Temperature (HPHT)*, оскільки під час спікання без високого тиску алмаз графітизується. Проте в порах між алмазними зернами в складі повітря присутній кисень, який під час спікання за високого тиску вступає у взаємодію з алмазом і таким чином спричиняє його небажану деградацію.

Ідея даної роботи полягає в тому, щоб для створення АКМ використати алмазні порошки, поверхня яких захищена покриттям титану.

Відомо [1, 2], що титан в ряді карбідоутворюючих металів проявляє найбільшу хімічну активність. Взаємодіяти з алмазом він починає за температури 700 °С, а температура початку графітизації технічних алмазних порошків знаходиться в діапазоні 650 – 800 °С.

Чутливими характеристиками процесу ущільнення під дією високого тиску та високої температури є густина та пористість отриманих матеріалів. В даній роботі проведено дослідження густини та пористості полікристалів, спечених методом HPHT з покритих титаном алмазних порошків, синтезованих в системі Mg–Zn–B–C.

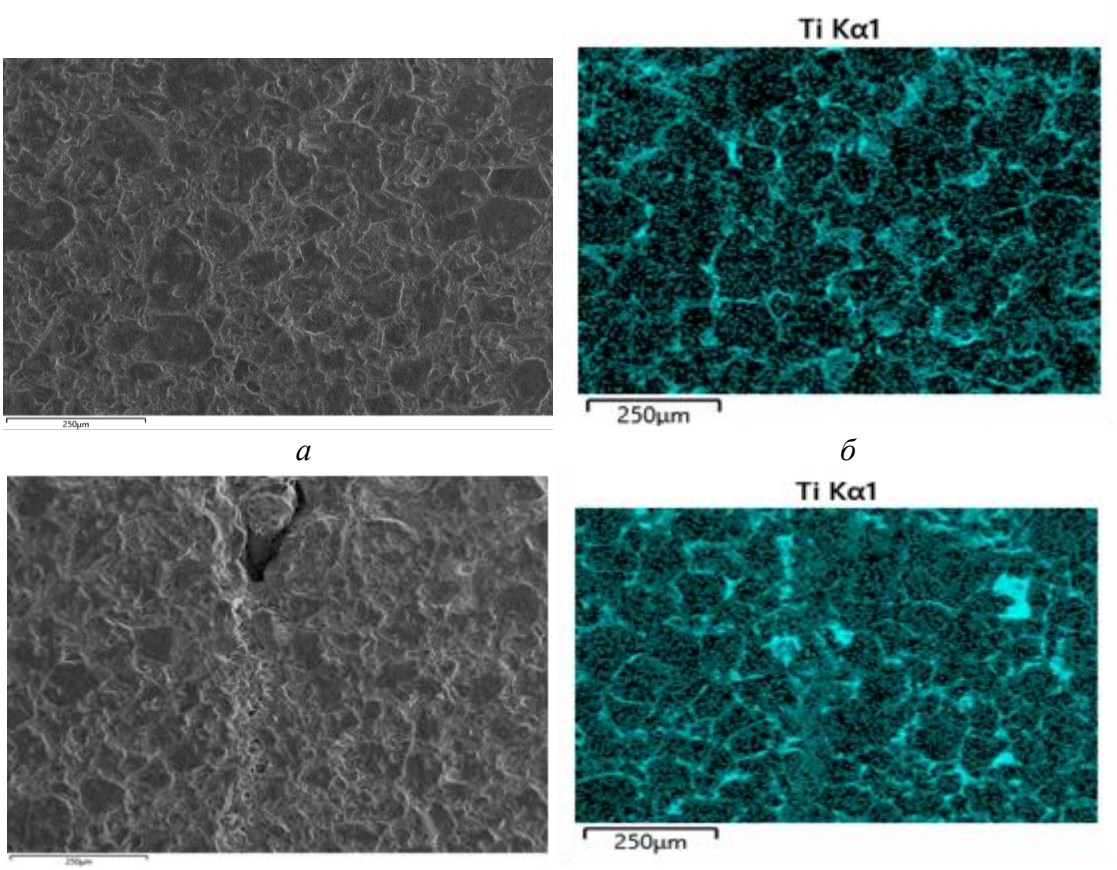
Методика експерименту

Для досліджень використали алмазний порошок, синтезований в ростовій системі Mg–Zn–B–C за тиску 8 ГПа та температури 1700 °С. Після синтезу проведено хімічне очищення продукту синтезу, класифікації за зернистістю не проводили, розмір зерен не перевищує 125 мкм. Нанесення покриття на поверхню зерен алмазного порошку було проведено методом газотранспортного переміщення металу в газовому середовищі галогенідів [3]. Масова частка титану в одержаній суміші складала 1,5%.

Спікання здійснювали в апараті високого тиску (АВТ) типу «тороїд» за тиску 7,7 ГПа, температура спікання варіювалася від 1300 до 1850 °С. Густину АКМ визначали методом гідростатичного зважування. Відкриту пористість розраховували як відношення об'єму води, що залишається в порах зразка, до об'єму зразка. Загальну пористість – одиниця мінус відношення густини зразка до значення густини монокристала алмазу (3,511 г/см^3). Під час розрахунку пористості нехтували наявністю титану, так як вплив його об'єму на відхилення від результатів розрахунків не перевищує 0,5 %. Структуру поверхні шліфів зразків композиту та їхній елементний склад досліджували на растровому електронному мікроскопі *EVO 50 XVP*.

Результати дослідження та їх обговорення

Дослідження структури та елементного складу (рисунок) одержаних зразків АКМ показало, що в результаті нанесення титану на поверхню зерен вдалось отримати рівномірний розподіл титану в об'ємі зразка. Структура таких зразків є однорідною. Крупні зерна алмазу утворюють каркас даних матеріалів.



а *б*

в *г*

Мікроструктура та розподіл титану в зразках АКМ №1 (а, б) та АКМ №3 (в, г). Зображення у відбитих електронах (а, в) та характеристичному випромінюванні Ti Kα (б, г)

Результати визначення густини АКМ наведено в табл. 1.

Зразки АКМ, отримані за температури 1500 °С з алмазного порошку ростової системи Mg–Zn–B–C з титановим покриттям, мають максимальне значення густини. Значення густини 1 і 4 зразків є більш низькими. Для порівняння, оптимальна температура спікання АПМ (з алмазних порошків, синтезованих в системі Ni–Mn–C, не покритих титаном) становить 1800 °С, а густина не перевищує значення 3,4 г/см^3 [4], що є близьким до густини першого зразка, отриманого за температури 1300 °С. Отже, покриття з титану на алмазних частинках, маса

якого незначна порівняно з масою частинок, суттєво впливає на процес їхнього ущільнення за високого тиску, знижуючи температуру, за якої досягається максимальне значення густини отриманого полікристалічного композиту.

Таблиця 1. Густина та пористість зразків АКМ, спечених за тиску 7,7 ГПа та різних температур.

№	Температура *T*, °С	Тривалість спікання *t*, с	ρ, г/см^3	Загальна пористість, %	Відкрита пористість, %	Відносна відкрита пористість, %
1	1300	20	3,36	4,92	3,17	64
2	1500	20	3,45	2,18	0,72	33
3	1650	20	3,42	3,08	0,28	9
4	1850	17	3,29	6,82	1,10	16

Якщо поряд із значенням густини врахувати загальну і відкриту пористість зразків, то це дасть певну інформацію про процеси, які супроводжують ущільнення за різних температур. Варто відмітити, що кількість титану однакова для всіх зразків і не перевищує 1,1% за об'ємом, тому вклад об'єму титану в заповнення пор є однаковим, а зміни даних характеристик у різних зразків визначаються процесами ущільнення і графітизації алмазу під час спікання. Так загальне значення густини, або оберненої характеристики – загальної пористості, є результатом ущільнення внаслідок руйнування частинок і їхнього взаємного проковзування.

Значення відкритої пористості визначається поряд із структурою пор також ступенем заповнення міжалмазних проміжків. У випадку спікання алмазних порошків за незначного вкладу пластичності в ущільнення пори можуть бути відкритими або заповненими графітом. Тому величина відкритої пористості пов'язана із ступенем графітизації. Також деякі пори можуть бути відкритими лише з однієї сторони і надто вузькими, що створює у випадку неокисненої поверхні титанового покриття, яке не змочується водою, значну капілярну протидію проникненню дистильованої води під час гідростатичного зважування, і вони будуть визначатись як закриті.

Розглянемо зразок № 4. В процесі спікання за температури 1850 °С на 17 секунді відбулась спонтанна розгерметизація комірки високого тиску. В результаті тиск різко знизився, а нагрівання продовжувалося близько 1 секунди. Значення густини даного зразка найнижче і, відповідно, значення пористості максимальне. При цьому відкрита пористість складає всього 16 % від загальної. Імовірно, це пов'язано з тим, що більшість пор заповнена графітом.

Значення густини зразка № 1 нижче, ніж у зразків № 2 і № 3, але вище, ніж у зразка № 4; при цьому значення відкритої пористості становить 64 % від загальної. Це свідчить про те, що за даної температури спікання відбулося менше ущільнення, а пори не заповнені продуктом графітизації.

Зразки № 2 і № 3 мають близькі значення густини, відповідно, і загальної пористості. Проте частка відкритої пористості в зразку № 3 (9 %) нижча ніж в зразку № 2 (33%). Імовірно, це свідчить про різну ступінь графітизації, яка вище в зразку № 3 порівняно з № 2. Таким чином, можна вважати, що для досягнення максимальної густини і мінімальної графітизації найбільш оптимальними параметрами є параметри отримання зразка № 2, а саме спікання тривалістю 20 секунд за тиску 7,7 ГПа і температури 1500 °С .

Результати досліджень кінетики процесу ущільнення наведено в табл. 2. Зразки № 5 і № 6 мають густину, суттєво меншу від максимальної. Проте у зразку № 5 відкрита пористість знаходиться на рівні 65% від загальної, тоді як в зразку № 6 вона становить лише 11%. Імовірно, в зразку № 5 не відбулося графітизації, а його густина не досягла максимуму. На даному етапі спікання густина зразків ще зростає. Значення густини зразка № 6 нижче оптимального, а відкрита пористість, як і в зразка № 4, має низьке відносне значення, що

свідчить про закритість пор та значну графітизацію, яка призвела до збільшення об'єму зразка. Подальше збільшення тривалості спікання призводить до ще більшої графітизації і деградації алмазних зерен.

Таблиця 2. Густина та пористість зразків, спечених за різної тривалості спікання та сталої температури

№	Температура *T*, °С	Тривалість спікання *t*, с	ρ, г/см^3	Загальна пористість, %	Відкрита пористість, %	Відносна відкрита пористість, %
5	1550	5	3,28	7,05	4,66	66
6	1550	30	3,37	4,51	1,52	11
7	1450	10	3,44	2,6	1,22	34
8	1450	30	3,46	2	0,72	12
9	1500	45	3,41	3,37	1,91	8

Значення густини зразків № 7 та № 8 є близькими і знаходяться на рівні максимуму, незважаючи на те, що тривалість спікання у одного становить 10 с, а в іншого 30 с; проте максимальне значення – саме у зразка з тривалістю 30 секунд спікання. Температура спікання даних зразків становить 1450 °С. В них пористість низька і знаходиться в діапазоні від 2 до 2,6 % об'єму зразка, тому вплив капілярних сил буде більшим на результати визначення відкритої пористості. Цим припущенням можна пояснити досить низьку відносну відкриту пористість зразка № 7, яка становить 34 % – тобто, можна вважати, що пори досить вузькі, відсутнє змочування, і капілярні сили протидіють проникненню води в пори. Але тенденція збільшення закритості пор із збільшенням тривалості спікання зберігається: так, у зразка № 8 відносна відкрита пористість становить лише 12 %. Отже, за температури 1450°С збільшення тривалості спікання від 10 до 30 секунд викликає незначне зростання густини та продовження процесу графітизації, проте цей процес досить повільний.

Зразок № 9 отримали за температури 1500 °С упродовж 45 секунд. Як можна бачити, густина даного зразка знизилася, імовірно, за рахунок графітизації у порівнянні зі зразком № 2, спеченим за такої ж температури упродовж меншого часу. Проте навіть за такої тривалості спікання густина даного зразка є вищою, ніж густина зразків, спечених з алмазних порошків без добавок [4].

Таким чином, 1,5 % масової частки титану, нанесеного на поверхню зерен алмазу, значно впливає на процес спікання, інтенсифікуючи процес ущільнення в початковий період, а також знижує температуру спікання, за якої досягається максимальний рівень ущільнення, від 1800 до 1450 °С. Однією з причин інтенсифікації спікання може бути зниження взаємного тертя частинок з нанесеним титановим шаром під час їхнього проковзування під дією високого тиску та високої температури. Як зазначається в роботі [5], внаслідок цього збільшується рівень ущільнення алмазного порошку під дією високого тиску за кімнатної температури.

В роботі [6], де описано напилення титану на алмазні зерна у вакуумі в інтервалі температур до 1100 °С, повідомляється, що на межі поділу алмаз-титан утворюється карбід титану. Товщина титанового шару, напиленого на алмазних зернах, виходячи із наведених зображень мікроструктури, складає кілька мікрон. В публікації [7] показано, що графітизація алмазу сильно активується у присутності металів у поєднанні із киснем. Таким чином, можна припустити, що відбуваються два процеси: графітизація алмазу через каталітичний ефект поєднання титану і кисню та процес утворення карбіду титану, який по завершенню припинить графітизацію. Оскільки максимальна густина АКМ була отримана за температури 1450 °С, імовірно, подальше підвищення температури знижує енергію графітизації більше, ніж

енергію утворення карбіду титану. Для перевірки даних припущень потрібно проводити подальші дослідження.

Висновки

Нанесення титану на поверхню зерен алмазу значно впливає на процес спікання, інтенсифікуючи процес ущільнення в початковий період, а також знижує температуру спікання, за якої досягається максимальний рівень ущільнення, від 1800 до 1450 °С.

Для досягнення максимальної густини АКМ і мінімальної графітизації зерен алмазу оптимальними параметрами спікання є тривалість 20 секунд за початкового тиску 7,7 ГПа і температури 1500 °С.

Дослідження структури та елементного складу одержаних зразків АКМ показало, що в результаті нанесення титану на поверхню зерен вдалось отримати рівномірний розподіл титану в об'ємі зразка. Структура таких зразків є однорідною. Крупні зерна алмазу утворюють каркас даних матеріалів.

O. Bochechka, O. Cherniyenko, T. Kyryliak, A. Fylypovych, V. Venikov, A. Liamtseva

V. N. Bakul Institute for Superhard Materials of National Academy of Sciences of Ukraine

HIGH PRESSURE HIGH TEMPERATURE CONSOLIDATION OF DIAMOND POWDER WITH TITANIUM COATING

At a pressure of 7.7 GPa, the temperature dependence and compaction kinetics of diamond powder synthesized in the Mg–Zn–B–C system with a titanium coating on the diamond surface were investigated. The coating on the surface of the diamond grains was carried out by the method of gas transport movement of the metal in the gaseous medium of halides. Sintering was carried out in a high-pressure apparatus of the "toroid" type, the sintering temperature varied from 1300 to 1850 °C. It was established that the titanium coating on the surface of the diamond grains significantly affects the sintering process, intensifying the densification process in the initial period, and also reduces the sintering temperature, at which the maximum level of densification is reached, from 1800 to 1450 °C. The study of the structure and elemental composition of the obtained samples of the diamond composite material showed that it was possible to obtain a uniform distribution of titanium in the volume of the sample. A framework of large diamond grains is present in the homogeneous structure of the samples.

***Key words**: diamond powder, titanium coating, high pressure, sintering, compaction, total porosity, open porosity*

Література

1. Беров Ж. З., Карамурзов Б. С., Тлибеков А. Х. и др. Выбор материала покрытия на алмазные зерна и оптимизация его толщины. *Сверхтвердые материалы*. 1998. № 5. С. 55–61.
2. Кушталова И.П., Стасюк Л.Ф. Закономерности образования граничных слоев в системе алмаз – переходной металл. *Процессы взаимодействия на границе раздела фаз*. Киев, ИСМ НАН УССР.1982. С. 13–16.
3. Шефер Г. Химические транспортные реакции. М.: Мир, 1964. 189 с.
4. 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*. 2008. № 11. С. 157–164.

5. Чернієнко О. І., Вєніков В. О., Лямцева А. О., Филипович А. Г., Бочечка О. О. Ущільнення алмазних порошків з титановим покриттям під дією високого тиску за кімнатної температури. *Інструментальне матеріалознавство*. 2022. № 25. С. 209–213.
6. Шарин П. П., Акимова М. П., Попов В. И. Структурно-фазовое состояние межфазной зоны алмаз–металл при металлизации алмаза переходными металлами. *Машиностроение, материаловедение*. 2019. Т. 21, №4. С. 5–16.
7. Ножкина А. В., Костиков В. И., Дудаков В. Б. Физико-химические процессы на межфазной поверхности алмаза с обрабатываемым материалом. *Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения*: 2012. №. 15. С. 351–358.

Надійшла 06.10.23

References

1. Berov, Zh. Z., Karamurzov, B., S., Tlibekov, A. Kh. & et al. (1998). Vybor materiala pokrytiia na almaznye zerna i optimizatsiia ego tolshchiny [Selection of coating material for diamond grains and optimization of its thickness]. *Sverkhtverdye materialy – Superhard materials*, (5), 55–61, [in Russian].
2. Kushnalova, I. P., Stasiuk, L. F. (1982). Zakonomernosti obrazovaniia granichnykh sloev v sisteme almaz – perekhodnoi metall [Formation regularities of boundary layers in the diamond – transition metal system] *Protsessy vzaimodeistviia na granitse razdela faz – Interaction processes at the interface* (p. 13–16). Kiev, ISM NAN USSR [in Russian].
3. Shefer, G. (1964). *Khimicheskie transportnye reaktsii [Chemical transport reactions]*. Moskva: Mir [in Russian].
4. 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].
5. Cherniienko, O. I., Venikov, V. O., Liamtseva, A. O. & et al. (2022). Ushchilnennia almaznykh poroshkiv z tytanovym pokryttiam pid diieiu vysokoho tysku za kimnatnoi temperatury [Compaction of titanium-coated diamond powders under high pressure at room temperature]. *Instrumentalne materialoznavstvo – Instrumental materials science,* 25, 209–213, [in Ukrainian].
6. Sharin, P. P., Akimova, M. P., Popov, V. I. (2019). Strukturno-fazovoe sostoianiie mezhfaznoi zony almaz–metal pri metallizatsii almaza perekhodnymi metallami [Structural-phase state of the diamond–metal interphase zone during metallization of diamond with transition metals]. *Mashinostroenie, materialovedenie – Mechanical engineering, materials science,* (V. 21, 4), 5–16, [in Russian].
7. Nozhkina, A. V., Kostikov, V. I., Dudakov V. B. (2012). Fiziko-khimicheskie protsessy na mezhfaznoi poverkhnosti almaza s obrabatyvaemym materialom [Physico-chemical processes on the interphase surface of diamond with the processed material]. *Porodorazrushaiushchii i metalloobrabatyvaiushchii instrument – tekhnika i tekhnologiia ego izgotovleniia i primeneniia. – Rock cutting and metalworking tools - technique and technology of its production and application, 15,* 351–358 [in Russian].

УДК 621.921.34-492.2:539.89:621.762.5 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-147-156

О. О. Бочечка, Г. А. Петасюк, доктори технічних наук; **О. І. Чернієнко, В. С. Гаврилова,** кандидати технічних наук; **В. О. Вєніков, А. О. Лямцева, О. В. Кущ,** аспіранти

Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська 2, 04074 м. Київ, e-mail: bochechka@ism.kiev.ua, o.cherniyenko@gmail.com

ЗАСТОСУВАННЯ МОРФОМЕТРИЧНИХ ХАРАКТЕРИСТИК ДЛЯ ОЦІНКИ ВПЛИВУ ВИСОКОГО ТИСКУ НА АЛМАЗНІ ПОРОШКИ РІЗНОГО ЗЕРНОВОГО СКЛАДУ НА ЕТАПІ НАВАНТАЖЕННЯ АВТ ТА ПІД ЧАС СПІКАННЯ

За тиску 8 ГПа та температури 1700 °С в системі Mg–Zn–B–C синтезовано кристали алмазу, проведено хімічне очищення продукту синтезу та здійснено класифікацію одержаного алмазного порошку за зернистістю.

Досліджено морфометричні властивості сумішей крупнодисперсного та дрібнодисперсного алмазних порошків, синтезованих в системі Mg–Zn–B–C, до та після дії високого тиску, розглянуто вплив складу вихідних сумішей на ступінь їхнього подрібнення під дією високого тиску та його кореляцію із рівнем ущільнення полікристалів, сформованих із вказаних сумішей за подальшої дії високої температури.

Показано, що збільшення середнього розміру вихідного порошку з 5 до 30 мкм викликає збільшення ступеня його подрібнення в 6 разів, що веде до ущільнення порошку на етапі високотемпературного спікання за тиску 8 ГПа та температури 1800 °С до рівня 99 %.

***Ключові слова**: алмазні порошки, морфометричні властивості, високий тиск, спікання, рівень ущільнення*

Вступ

В роботах, присвячених дослідженню процесу ущільнення алмазних порошків під дією високого тиску і високої температури, зазначено, що основою цього процесу є пластична деформація алмазних частинок [1–3]. Однак формування полікристалів із алмазних порошків в апараті високого тиску (АВТ) починається за кімнатної температури в процесі його навантаження до необхідного тиску. Як показано в [4, 5], дія високого тиску за кімнатної температури на алмазний порошок веде до його ущільнення за рахунок подрібнення алмазних частинок та їхнього взаємного пересування; із збільшенням розміру частинок збільшується вклад в ущільнення крихкого руйнування зерен, що викликає збільшення питомої поверхні порошку, зменшення розміру пор та пористості сформованих брикетів. З іншого боку, із зменшенням розміру зерен зменшується ступінь їхнього руйнування. Так, алмазні порошки зернистістю 3/2 і дрібніше практично не руйнуються за тиску 7,7 ГПа і температури 20 °С [6].

Використання для спікання за високого тиску суміші крупнодисперсного та дрібнодисперсного алмазних порошків, синтезованих в системі Mg–Zn–C, дозволяє покращити ефективність спікання – зменшити в 2,46 рази залишкову пористість в порівнянні зі спіканням за такого ж тиску алмазних порошків, синтезованих в системах на основі металів групи заліза [7]. Проте вплив складу вказаних сумішей на зміну розміру, форми алмазних зерен за дії високого тиску, зв’язок ступеня подрібнення зерен з пористістю спеченого алмазного полікристала не досліджено.

В даній роботі досліджено морфометричні властивості сумішей крупнодисперсного та дрібнодисперсного алмазних порошків, синтезованих в системі Mg–Zn–B–C, до та після дії високого тиску, і розглянуто вплив складу вихідних сумішей на ступінь їхнього подрібнення

під дією високого тиску та його кореляцію із рівнем ущільнення полікристалів, сформованих із вказаних сумішей за подальшої дії високої температури.

Методика експерименту

Алмаз в ростовій системі Mg–Zn–B–C було синтезовано в АВТ типу «Тороїд» за тиску 8 ГПа та температури 1700 ºС. Після синтезу проведено хімічне очищення продукту синтезу та здійснено класифікацію одержаного алмазного порошку за зернистістю (табл. 1).

Таблиця 1. Розподіл за зернистістю алмазного порошку, синтезованого в системі Mg–Zn–B–C

Зернистість	Маса, %
> 125 мкм	3,9
125/100	11,1
100/80	25,0
< 40 мкм	60,0
Разом	100

Для даного експерименту було відібрано чотири зразки суміші фракцій алмазного порошку. Склад суміші наведено у табл. 2.

Таблиця 2. Склад зразків сумішей алмазних порошків, синтезованих в ростовій системі Mg–Zn–B–C

№	Вміст фракцій, % (мас.)				
	< 40 мкм після ситової класифікації продукту синтезу	< 40 мкм після подрібнення порошків зернистістю 80/50 та 50/40	100/80	125/100	>125 мкм
1	100,0	–	–	–	–
2	–	100,0	–	–	–
3	60,0	–	25,0	11,1	3,9
4	–	60,0	25,0	11,1	3,9

Подрібнення алмазних порошків зернистістю 80/50 та 50/40 для одержання порошку з розміром частинок < 40 мкм здійснювали за кімнатної температури в сталевій прес-формі під дією тиску 500 МПа. Після формування зразків сумішей різного складу вони були поміщені в робочий об’єм АВТ типу «тороїд» і піддані дії тиску 8 ГПа за кімнатної температури.

Далі було визначено морфометричні характеристики зразків як вихідних, так і підданих дії високого тиску: діаметри Фере зерен максимальний F_{max} та мінімальний F_{min}; їх відношення $F_e = F_{max}/F_{min}$, що має назву Фере-видовження; середній розмір зерна d_m, еквівалентний діаметр зерна d_c ; шорсткість *Rg*, площу *At* та периметр *p* проекції зерна. Із цих характеристик *Fe* відображає ступінь округлості проекції зерна, *Rg* – стан поверхні зерна, решта пов’язані з розміром зерен.

Визначення морфометричних характеристик здійснювали, досліджуючи проекції зерен порошку на приладі DiaInspect OSM. Однорідність і стабільність значень DiaInspect-характеристик порошку оцінювали за методиками [8–10].

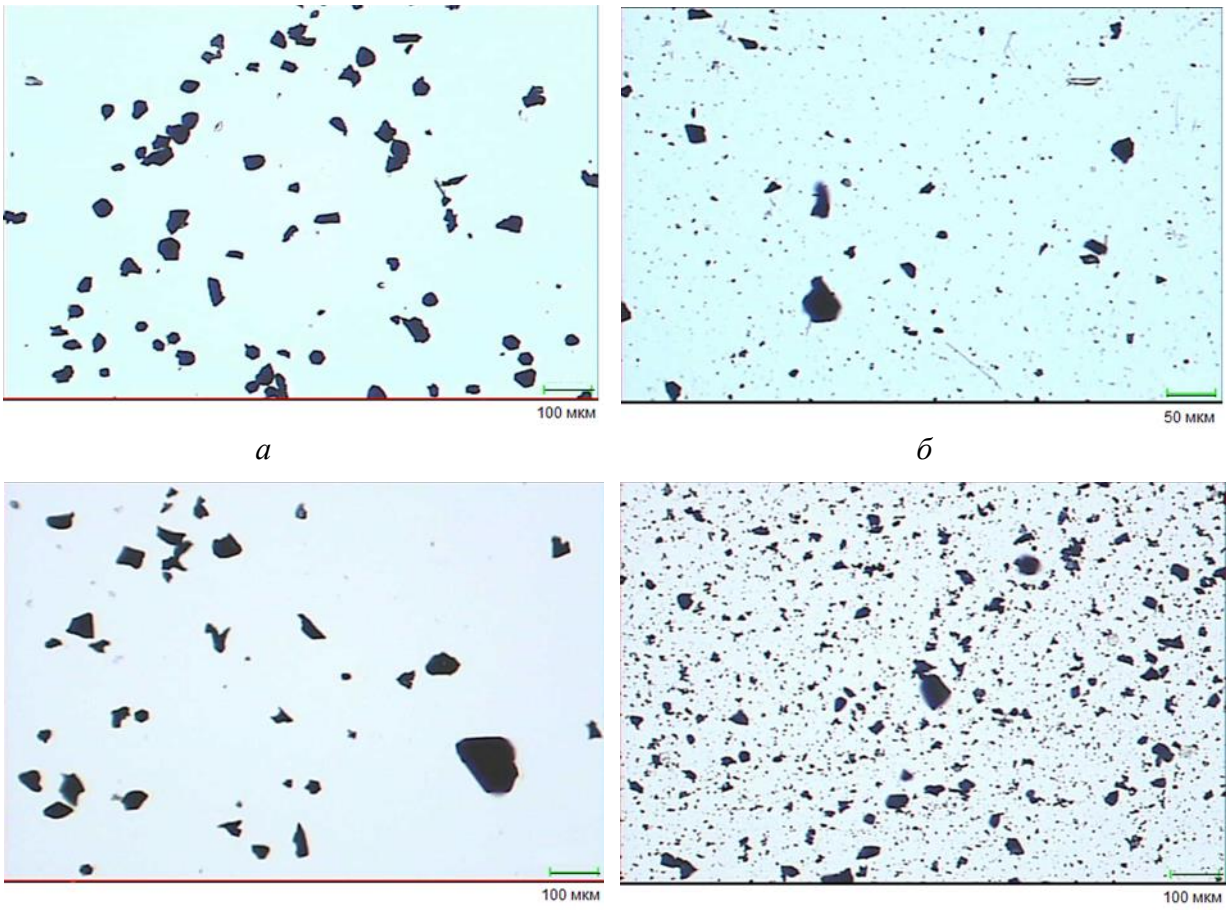
Спікання зразків 1–4 порошку було проведено в АВТ «тороїд» за початкового тиску 8 ГПа, температури 1800 ºС та тривалості спікання 20 с.

Після спікання отримані зразки було очищено від графіту і методом гідростатичного зважування у воді визначено їхню густину [11]. Довірчий інтервал визначення густини за надійності 95 % становив 0,01 г/см^3, температуру витримували з точністю ±50 °С.

Залишкову пористість θ обчислювали за формулою $\theta = 1 - (\rho/\rho_м)$, де ρ – густина зразків спечених полікристалів; $\rho_м$ – густина монокристала алмазу. Рівень ущільнення γ, за який прийнято відношення густини спеченого полікристалу до густини монокристалу, пов'язаний з пористістю залежністю $\gamma = \frac{\rho}{\rho_м} = 1 - \theta$.

Результати дослідження та їх обговорення

На рис. 1 показано вигляд алмазних частинок в зразках сумішей алмазних порошків. Перш за все звертає на себе увагу різниця між фракціями дрібнодисперсної складової суміші, частинки якої просіяні через сито з розміром комірки 40 мкм. В продукті синтезу незначна кількість частинок має розмір в кілька мікрон, тоді як у фракції, одержаній подрібненням порошків зернистістю 80/50 та 50/40, такі частинки становлять переважну більшість.



а *б* *в* *г*

Рис. 1. Загальний вигляд проекцій зерен зразків (табл. 2) сумішей алмазних порошків, синтезованих в системі Mg–Zn–B–C: 1 (а), 2 (б), 3 (в), 4 (г)

Дослідження проекцій зерен порошку на приладі DiaInspect OSM дає змогу більш детально описати зерновий склад зразків (табл. 3).

Таблиця 3. Зерновий склад зразків сумішей алмазних порошків

Номер фракції	Межі розмірного інтервалу, мкм		Середина розмірного інтервалу, мкм	Вміст фракції за кількістю частинок, %			
				Номер зразка			
	права	ліва		1	2	3	4
1	1,0	3,0	2,0	0	24,41	0	7,71
2	3,0	5,0	4,0	0	42,86	0	12,26
3	5,0	7,0	6,0	19,25	15,34	8,83	21,53
4	7,0	10,0	8,5	15,36	9,22	6,14	26,23
5	10,0	14,0	12,0	10,26	4,56	7,13	14,64
6	14,0	20,0	17,0	10,16	2,41	9,85	7,34
7	20,0	28,0	24,0	11,77	0,75	14,02	3,61
8	28,0	40,0	34,0	18,29	0,35	23,54	3,33
9	40,0	60,0	50,0	11,22	0,10	27,44	3,14
10	60,0	80,0	70,0	3,39	0	2,97	0,13
11	80,0	100,0	90,0	0,30	0	0,05	0,01
12	100,0	125,0	112,5	0	0	0,03	0,06
13	125,0	160,0	142,5	0	0	0,01	0,01

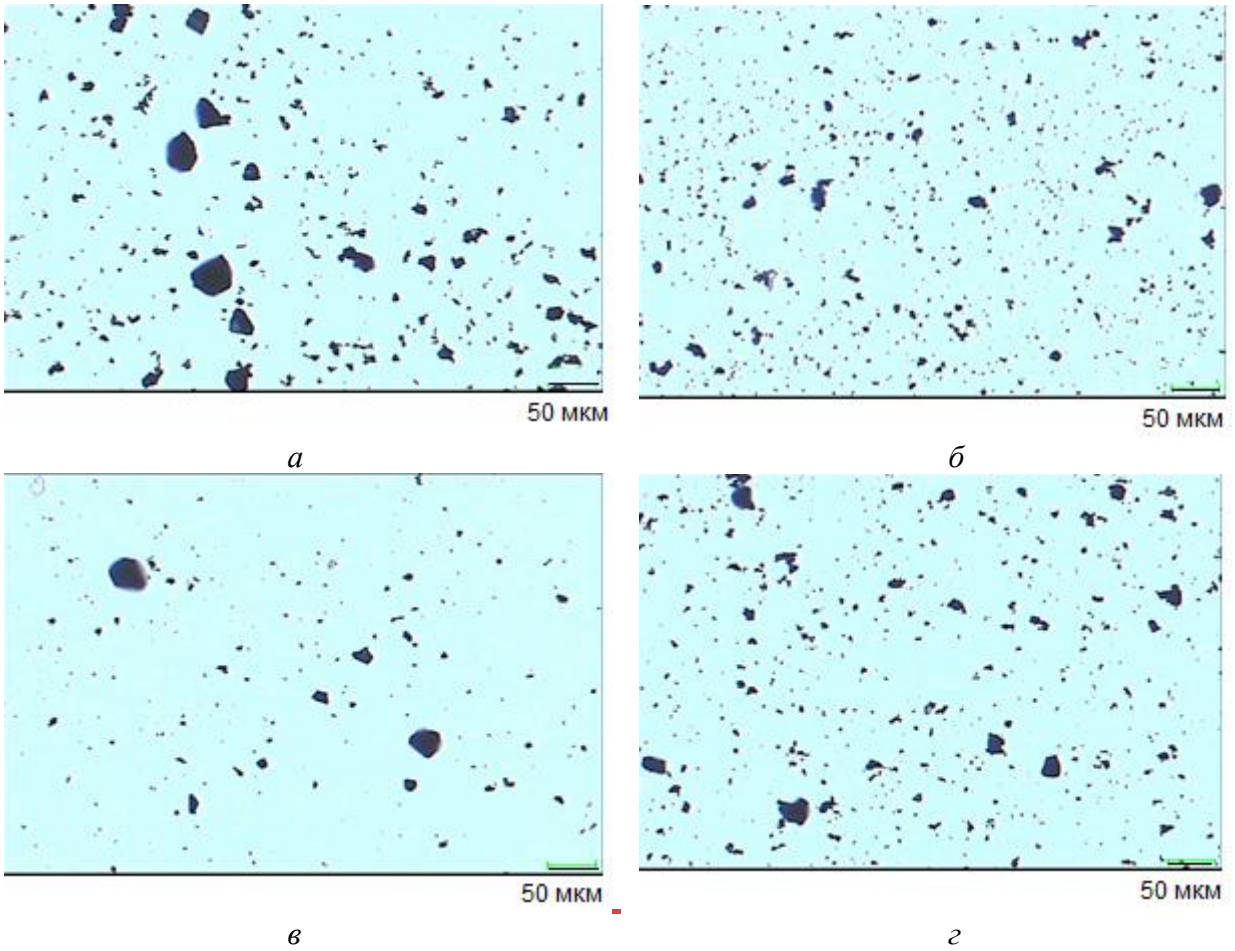
Як видно з таблиці, за кількістю частинок найбільш дрібним порошком є зразок 2, одержаний подрібненням більш крупних порошків, найбільш крупним – суміш відсіяного через сито 40 мкм продукту синтезу з порошками, розмір зерен яких перевищує 80 мкм (зразок 3). Це відображається на морфометричних характеристиках досліджених зразків (табл. 4).

Таблиця 4. Морфометричні характеристики алмазних порошків до дії високого тиску

Морфометричні характеристики	Номер зразка			
	1	2	3	4
F_{max}, мкм	25,19	6,26	35,62	13,32
F_{min}, мкм	17,71	4,21	24,88	9,04
F_e	1,4608	1,4700	1,4543	1,4725
Rg	1,0579	1,0634	1,0634	1,0658
d_m, мкм	21,45	5,24	30,25	11,18
d_e, мкм	20,11	4,96	27,93	10,55
A_t, мкм^2	465,20	27,94	790,20	147,41
p, мкм	72,96	18,15	103,51	38,81

Що стосується форми зерен досліджених порошків, то на основі значень Фере-видовження можна стверджувати, що зерна всіх зразків сумішей близькі за формою. Це підтверджують результати визначення їхньої формоподібності. В усіх зразках сумішей порошків найчастіше зустрічаються зерна в формі прямокутника (36–54 %), овалу (14–29 %), трикутника (6–12 %) та ромба (2–4 %). В сумішах порошків, які не піддавалися дробленню (зразки 1 і 3), виділяються зерна в формі трапеції (20 і 31 %, відповідно).

Дія високого тиску за кімнатної температури, перш за все, суттєво змінює розмір зерен порошків, в яких у вихідних зразках переважають крупні зерна (зразки 1, 3) внаслідок їхнього подрібнення. Про це свідчать як зображення порошків (рис. 2), так і їхній зерновий склад (табл. 5).



а *б* *в* *г*

Рис. 2. Загальний вигляд проекцій зерен зразків (табл. 2) сумішей алмазних порошків, синтезованих в системі Mg–Zn–B–C, після дії тиску 8 ГПа за кімнатної температури: 1 (а), 2 (б), 3(в), 4 (г)

Таблиця 5. Зерновий склад зразків сумішей алмазних порошків після дії тиску 8 ГПа за кімнатної температури

Номер фракції	Межі розмірного інтервалу, мкм		Середина розмірного інтервалу, мкм	Вміст фракції за кількістю частинок, %			
				Номер зразка			
	права	ліва		1	2	3	4
1	1,0	3,0	2,0	15,39	20,54	23,81	17,34
2	3,0	5,0	4,0	36,84	45,58	45,39	41,39
3	5,0	7,0	6,0	20,5	17,61	15,49	20,13
4	7,0	10,0	8,5	14,03	9,75	7,45	10,41
5	10,0	14,0	12,0	7,23	4,57	4,14	4,72
6	14,0	20,0	17,0	3,51	1,4	2,36	3,12
7	20,0	28,0	24,0	1,95	0,37	0,8	1,55
8	28,0	40,0	34,0	0,45	0,13	0,43	1,02
9	40,0	60,0	50,0	0,1	0,05	0,13	0,31
10	60,0	80,0	70,0	0	0	0	0,01
11	80,0	100,0	90,0	0	0	0	0
12	100,0	125,0	112,5	0	0	0	0
13	125,0	160,0	142,5	0	0	0	0

Кількісно ступінь подрібнення (grinding degree) d_g можна оцінювати за зміною середнього розміру зерна d_m:

$$d_g = \frac{d_m^s}{d_m^p},$$

де d_m^s – середній розмір зерна вихідної суміші, d_m^p – середній розмір зерна після дії високого тиску.

В табл. 6 наведено морфологічні характеристики алмазних порошків після дії високого тиску. До таблиці також внесено ступінь подрібнення d_g.

Таблиця 6. Морфометричні характеристики алмазних порошків після дії тиску 8 ГПа за кімнатної температури

Морфометричні характеристики	Номер зразка			
	1	2	3	4
F_{max}, мкм	7,63	6,11	6,20	7,29
F_{min}, мкм	5,00	4,09	4,17	4,87
F_e	1,5222	1,4864	1,4848	1,5005
Rg	1,0661	1,0637	1,0640	1,0645
d_m, мкм	6,32	5,10	5,19	6,08
d_e, мкм	5,84	4,81	4,91	5,67
A_t, мкм^2	39,33	24,05	29,31	42,21
p, мкм	21,98	17,71	18,03	21,13
d_g	3,39	1,03	5,83	1,84

Як видно з таблиць 4 і 6, порошок, середній розмір зерна якого складає 5,24 мкм, зазнає мінімального дроблення. Із збільшенням розміру зерна вихідного порошку зростає ступінь його подрібнення (рис. 3)

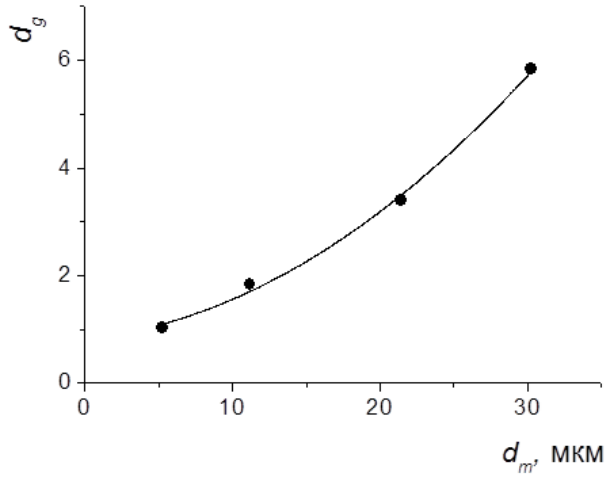


Рис. 3. Залежність ступеня подрібнення алмазного порошку внаслідок дії тиску 8 ГПа за кімнатної температури від середнього розміру зерна порошку до дії тиску

Внаслідок подрібнення під дією тиску збільшилися значення Фере-видовження в усіх досліджених зразках. Зросла кількість зерен в формі прямокутника (52–56 %), трикутника (13–16 %) і ромба (3–8 %). В зразках 1 і 3 різко зменшилася кількість зерен в формі трапеції (0,6 і 0,3 %). За виключенням зразка 3 дещо зменшилась кількість зерен овалоподібної форми (19–24 %).

Оскільки дія високого тиску на алмазні порошки викликає як крихке руйнування зерен, так і їхнє взаємне переміщення, то подрібнення порошків пов'язане з їхнім ущільненням за вказаних умов. З іншого боку, рівень пористості компактів, сформованих на етапі навантаження АВТ до робочого тиску перед включенням нагрівання, визначає початкові умови подальшого ущільнення алмазних порошків під дією високої температури. Таким чином, ступінь подрібнення алмазного

порошку під дією високого тиску за кімнатної температури впливає на результат його спікання за високого тиску та високої температури.

На рис. 4 показано залежність залишкової пористості полікристалів, спечених за високого тиску із зразків сумішей алмазних порошків, синтезованих в ростовій системі Mg–Zn–B–C (див. табл. 2), від ступеня їхнього подрібнення на етапі набору тиску за кімнатної температури. Початковий тиск, температура, тривалість спікання відповідають оптимальним параметрам одержання полікристалів спіканням сумішей алмазних порошків, синтезованих в системі Mg–Zn–C [7].

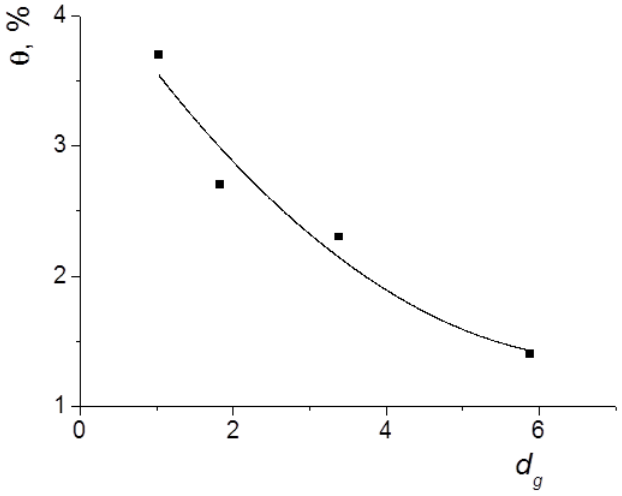


Рис. 4. Залежність залишкової пористості алмазних полікристалів, спечених за тиску 8 ГПа та температури 1800 °С, від ступеня подрібнення вихідної суміші алмазних порошків на етапі набору тиску за кімнатної температури

Як видно з рисунка, ступінь ущільнення алмазного порошку, в якому подрібнення мінімальне, не перевищує 96,5 % за тиску 8 ГПа і оптимальних температури і тривалості спікання. Збільшення середнього розміру вихідного порошку з 5 до 30 мкм викликає збільшення ступеня його подрібнення в 6 разів, що веде до ущільнення порошку на етапі високотемпературного спікання до рівня 99 %.

Слід зазначити, що вказана залежність має нелінійний характер. Тому із збільшенням ступеня подрібнення за рахунок збільшення розміру зерен порошку його вплив на ступінь ущільнення може зменшитися. Проте для перевірки цього припущення необхідні подальші дослідження.

Висновки

Проведено діагностику морфометричних характеристик сумішей крупнодисперсного та дрібнодисперсного алмазних порошків. Показано, що в дрібнодисперсній складовій суміші, частинки якої просіяні через сито з розміром комірки 40 мкм з продукту синтезу, незначна кількість частинок має розмір в кілька мікрон, тоді як у фракції, одержаній подрібненням порошків зернистістю 80/50 та 50/40 і просіяній через таке ж сито, такі частинки становлять переважну більшість.

На основі значень Фере-видовження та характеристик формоподібності показано, що зерна всіх зразків сумішей близькі за формою. Найчастіше зустрічаються зерна в формі прямокутника, овалу, трикутника та ромба. В сумішах порошків, які не піддавалися дробленню, виділяються зерна в формі трапеції.

Дія високого тиску за кімнатної температури, перш за все, суттєво змінює розмір зерен порошків, в яких у вихідних зразках переважають крупні зерна внаслідок їхнього подрібнення. Запропоновано ступінь подрібнення оцінювати за відношенням середнього розміру зерна до та після дії високого тиску.

Внаслідок подрібнення під дією тиску збільшилися значення Фере-видовження в усіх досліджених зразках, зросла кількість зерен в формі прямокутника, трикутника і ромба, різко зменшилася кількість зерен в формі трапеції.

Показано, що ступінь подрібнення алмазного порошку під дією високого тиску за кімнатної температури впливає на результат його спікання за високого тиску та високої температури. Ступінь ущільнення алмазного порошку, в якому подрібнення мінімальне, не

перевищує 96,5 % за тиску 8 ГПа і оптимальних температури і тривалості спікання. Збільшення середнього розміру вихідного порошку з 5 до 30 мкм викликає збільшення ступеня його подрібнення в 6 разів, що веде до ущільнення порошку на етапі високотемпературного спікання до рівня 99 %.

O. Bochechka, H. Petasiuk, O. Cherniienko, V. Havrylova,
V. Venikov, A. Liamtseva, O. Kushch

V. N. Bakul Institute for Superhard Materials of National Academy of Sciences of Ukraine

APPLICATION OF MORPHOMETRIC CHARACTERISTICS FOR ASSESSING THE INFLUENCE OF HIGH PRESSURE ON DIAMOND POWDER OF DIFFERENT GRAIN COMPOSITION AT THE STAGE OF HPA LOADING AND DURING SINTERING

At a pressure of 8 GPa and a temperature of 1700 °C, diamond crystals were synthesized in the Mg–Zn–B–C system, chemical purification of the synthesis product was carried out, and the resulting diamond powder was classified by grain size.

The morphometric properties of mixtures of coarse and fine diamond powders synthesized in the Mg–Zn–B–C system before and after exposure to high pressure were investigated, the influence of the composition of the initial mixtures on the degree of their grinding under the action of high pressure and its correlation with the level of compaction of the formed polycrystals from the specified mixtures under the further action of high temperature was considered.

It is shown that an increase in the average size of the initial powder from 5 to 30 μm causes an increase in the degree of its grinding by 6 times, which leads to compaction of the powder at the stage of high-temperature sintering at a pressure of 8 GPa and a temperature of 1800 °C to the level of 99%.

***Key words**: diamond powders, morphometric properties, high pressure, sintering, compaction level*

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. *Доклады АН 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. *Journal of Materials Science*. 1992. Vol. 27, N 16. P. 4472–4476.
4. Коломийцев А. И., Смирнов В. Е., Овчинников А. А. Изменение зернового состава алмазных порошков под действием высокого давления. *Алмазы и сверхтвердые материалы*. 1980. Вып. 7. С. 4–5.
5. Шульженко А. А., Гаргин В. Г., Шишкин В. А., Бочечка А. А. Поликристаллические материалы на основе алмаза. К.: Наук. думка, 1989. 192 с.
6. Бочечка А. А. Разрушение частиц алмазного порошка под воздействием высокого давления. *Сверхтвердые материалы*. 1993. № 5. С. 9–14.
7. 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*. 2021. № 24. С. 237–249.
8. Петасюк Г.А. Системно-критеріальний метод кількісної оцінки однорідності надтвердих дисперсних матеріалів. *Фізико-хімічна механіка матеріалів*. 2003. № 5. С. 101–105.

9. Петасюк Г.А. Экстраполяционно геометрический метод измерения внешней удельной поверхности порошков сверхтвердых материалов. *Измерительная техника*. 2008. № 1. С. 59–64.
10. Сафонова М.Н., Петасюк Г.А., Сыромятникова А.С. Компьютерно-аналитические методы диагностики эксплуатационных характеристик алмазных порошков и композиционных материалов на их основе. Новосибирск: Изд-во СО РАН, 2013. 222 с.
11. Кивилис С.С. Плотномеры. Москва: Энергия, 1980. 280 с.

Надійшла 15.08.23

References

1. Shulzhenko, A. A., Gargin, V. G. (1984). Svoistva i struktura almaznykh polikristallov, poluchennykh pri razlichnykh temperaturakh [Properties and structure of diamond polycrystals obtained at different sintering temperature]. *Sverkhtverdye materialy – Superhard materials*, (2), 26–30, [in Russian].
2. Fedoseev, D. V., Sokolina, G. A., Yakovlev, 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 USSR,* 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. *Journal of Materials Science,* 27, (16), 4472–4476.
4. Kolomiitsev, A. I., Smirnov, V. E., Ovchinnikov, A. A. (1980). Izmenenie zernovogo sostava almaznykh poroshkov pod deistviem vysokogo davleniia [Change in the grain composition of diamond powders under high pressure action]. *Almazy i sverkhtverdye materialy – Diamonds and Superhard Materials*, 7, 4–5, [in Russian].
5. Shulzhenko, A. A., Gargin, V. G. Shishkin, V. A., & Bochechka, A. A. (1989). *Polikristallicheskie materialy na osnove almaza [Polycrystalline materials based on diamond]*. Naukova dumka [in Russian].
6. Bochechka, A. A. (1993). Razrushenie chastits almaznogo poroshka pod vozdeistbien vysokogo davleniia [Destruction of diamond powder particles under high pressure action]. *Sverkhtverdye materialy – Superhard materials*, (5), 9–14, [in Russian].
7. Bochechka, O. O., Petasiuk, H. A., Cherniienko, O. I., & et al. (2021). Vplyv skladu ta vlastyvostei almaznykh poroshkiv, syntezovanykh v systemi Mg–Zn–C, na formuvannia z nykh poilikrysnaliv 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 – Instrumental materials science*, 24, 237–249, [in Ukrainian].
8. Petasyuk, H. A. (2003). Systemno-kryterialnyi metod kilkisnoi otsinky odnoridnosti nadtverdykh dyspersnykh materialiv [System-criterion method of quantitative assessment of homogeneity of superhard dispersed materials]. *Fizyko-khimichna mekhanika materialiv – Physico-chemical mechanics of materials*, (*5),* 101–105, [in Ukrainian].
9. Petasyuk, G. A. (2008). Ekstrapoliatsionno-geometricheskii metod izmereniia vneshnei udelnoi poverkhnosti poroshkov sverkhtverdykh materialov [Extrapolation geometric method for measuring the external specific surface of superhard materials powders]. *Izmeritelnaia tekhnika – Measuring technology, (1),* 59–64, [in Russian].
10. Safonova, M. N., Petasyuk, G. A., & Syromiatnikova, A. S. (2013). *Kompiuterno-analiticheskie metody diahnostiki ekspluatatsionnykh kharakteristik almaznykh poroshkov i kompozitsionnykh materialov na ikh osnove* [*Computer-analytical methods for diagnostics*

of operational characteristics of diamond powders and composite materials based on them]. Novosibirsk: Izdatelstvo Sibirskogo otdeleniia Rossiiskoi Akademii nauk [in Russian].
11. Kivilis, S. S. (1980). *Plotnomery [Density meters]*. Moskva: Energiia [in Russian].

УДК 549.211.002.61:546.26.162 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-156-165

Г.А. Петасюк, д-р техн. наук; **Г.Д. Ільницька**, **Н.О. Олійник**, кандидати технічних наук[1]; **О.М. Сизоненко,** д-р техн. наук[2]; **Г.А. Базалій, О.У. Петасюк[1]**

[1]Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України,
вул. Автозаводська 2, 04074, м. Київ, e-mail: petasyuk@ukr.net
[2]Інститут імпульсних процесів і технологій НАН України, проспект Богоявленський, 43 а,
Миколаїв, Україна, 54018, e-mail: sizonenko43@rambler.ru

ПОРІВНЯЛЬНЕ ДОСЛІДЖЕННЯ ТЕХНОЛОГІЧНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ ТА ОДНОРІДНОСТІ АЛМАЗНИХ ПОРОШКІВ, ОТРИМУВАНИХ ФЛОТАЦІЙНИМ РОЗДІЛЕННЯМ ПОЧАТКОВОГО ЇХ ЗРАЗКА

Проведено огляд публікацій із застосування флотаційної сепарації в сфері синтетичних алмазних порошків. Встановлено, що прикладна матеріалознавча спрямованість відомих публікацій зосереджена на збагаченні продукту синтезу алмазу та на підвищенні якості синтетичних алмазних порошків. Мета подібних досліджень полягала у виділенні із стандартних порошків синтетичного алмазу фракцій з більшою статичною міцністю зерен або абразивністю. Окрім статичної міцності та абразивності, у публікаціях також акцентувалася увага на шорсткості зерна. Саме більша статична міцність і абразивність зерен пінної фракції в порівнянні з камерною фракцією флотаційної сепарації пояснюється меншою шорсткістю зерен пінної фракції. Проте автори не дають кількісної оцінки шорсткості. У пропонованій роботі наведені результати порівняльного кількісного дослідження шорсткості проекції зерен та інших морфометричних характеристик пінного і камерного продуктів флотаційної сепарації стандартного мікропорошку АСМ 40/28. Також проаналізовано технологічні властивості цих двох фракцій, виділених флотацією, їх однорідність за морфометричними характеристиками. Вперше на кількісному рівні встановлено, що порошки пінної фракції мають менший показник питомого периметру порівняно з камерною фракцією. Саме ця морфометрична характеристика опосередковано відповідає за шорсткість поверхні зерен. Встановлено, що порошок пінної фракції більш однорідний за морфометричними характеристиками. Стверджується, що однорідність алмазних порошків може слугувати критерієм оцінювання якості флотаційного розділення порошків синтетичного алмазу. В подальшому подібні дослідження слід продовжити в напрямку створення науково-методичних основ апріорного оцінювання доцільності проведення повторного чи багатоступеневого флотаційного розділення.

***Ключові слова**: алмазні порошки, флотація, морфометричні характеристики, технологічні властивості, однорідність*

Вступ

Флотація (франц. flottation, від flotter – плавати) – спосіб розділення сумішей твердих дрібних частинок, що належать різним речовинам, а також виділення крапель дисперсної фази з емульсій, заснований на їх різній змочуваності і здатності накопичуватися на поверхні розділу фаз. Процес розділення дрібних твердих часток (головним чином мінералів) заснований на відмінності їх в змочуваності водою. Теоретичні основи флотації викладені в роботах [1–3]. При флотації бульбашки газу або краплі масла прилипають до погано

змочуваних водою часток і піднімають їх до поверхні [1]. Краще всього флотацією розділяються зерна розміром 0,1–0,04 мм [1, 3]. Дрібніші частки розділяються гірше, а частки дрібніше 5 мкм погіршують флотацію крупніших часток.

Флотація традиційно використовується у гірничорудній промисловості як засіб збагачення корисних копалин (руд кольорових металів, рідкісних і розсіяних елементів, вугілля, самородної сірки) [1–3]. До інших сфер застосування флотації відносяться розділення мінералів комплексних руд; переробка алмазоносних кімберлітів; розділення солей; очищення стічних вод, зокрема для виділення крапель масел і нафтопродуктів. Деякі застосування флотації з наведеного переліку, які одночасно становлять і предмет наукових досліджень, можна знайти, наприклад, у публікаціях [4–9].

Що стосується порошків синтетичного алмазу, то тут флотація застосовується головним чином як спосіб збагачення продукту синтезу [10–13] та покращення якості уже виготовлених кондиційних алмазних шліф- і мікропорошків за окремими їх технологічними властивостями, зокрема за статичною міцністю зерен при їх стисканні [14] та за абразивною здатністю [15]. Обґрунтування можливості і доцільності та розробка науково-методичних основ застосування флотації у сфері порошків синтетичного алмазу було покладено роботами д.т.н. Богатирьової Г.П. [10, 11, 14, 15–17].

Одним із перших (якщо взагалі не першим) науковим дослідженням, присвяченим тематиці застосування флотації до кондиційних порошків синтетичного алмазу як способу отримання більш якісних за певними характеристиками їх фракцій, була робота д.т.н. Богатирьової Г.П. [14]. В ній вивчалося застосування флотації до сортування шліфпорошків синтетичного алмазу за міцністю їх зерен. Проведеними дослідженнями встановлено, що зерна з пласкими гладкими гранями значно міцніші за зерна такої ж форми, але з шорсткими гранями. Зерна шліфпорошка синтетичного алмазу з гладкою поверхнею, покриті плівкою реагента-збирача, разом із бульбашками повітря виносилися на поверхню (пінний продукт). Зерна алмазів з шорсткою поверхнею, на яких закріпився реагент-подавлювач, добре змочувалися водою і залишалися в камері флотомашини (камерний продукт). Результати проведених досліджень показали, що міцність камерного продукту на 25–35% нижча за міцність пінного, який містить до 80% зерен з гладкою поверхнею граней. В [18] зазначається, що метод флотації забезпечує сортування алмазних порошків за рівнем шорсткості зерен. Найбільш шорсткі (найменш міцні) алмазні зерна, що характеризуються більш розвиненою поверхнею, доцільно застосовувати в інструменті на пористій зв’язці. Працездатність інструменту на такій зв’язці в 1,5 рази вища за працездатність інструменту, виготовленого з несортованих алмазів.

Значний науково-прикладний інтерес складає розширення досліджень з вивчення на кількісному рівні більш широкого кола характеристик і властивостей, які можуть коригуватись методом флотації. Так, в роботі [15] проводилось дослідження морфометричних характеристик і однорідності за ними, технологічних властивостей (зовнішня питома поверхня та абразивна здатність) кондиційного за [19] мікропорошка синтетичного алмазу АСМ 40/28 і отриманих флотацією його фракцій. Відмічається, що процес флотаційного розділення ґрунтується на відмінностях енергетичного стану поверхні частинок алмазу. При цьому частинки алмазу з більш гладкою (менш енергетичною) поверхнею адсорбують аполярні димери жирної кислоти за рахунок сил Ван-дер-Ваальса, а частинки алмазу з розвиненою дефектною поверхнею (більш енергетичною) – полярні за рахунок „водневого зв’язку”. Внаслідок цього, більш гладкі частки потрапляють у пінний продукт флотаційного розділення, а шорсткі – у камерний. Присутність солі Мора збільшує селективність дії жирної кислоти за рахунок адсорбції іонів заліза на шорсткій поверхні частинок алмазу, що сприяє адсорбції полярних димерів і іонів жирної кислоти. Наводяться результати розділення мікропорошків методом флотації, дослідження характеристик вихідного порошку та продуктів його розділення, аналізу адекватності середніх значень морфометричних характеристик, яка оцінювалась однорідністю за системно-критеріальним методом [20]. Показано, що в

результаті сортування початкового мікропорошку суттєво підвищилася однорідність за розмірними характеристиками пінної і камерної фракцій флотаційного його розділення. Проводились випробування порошків на їх абразивну здатність. Більш висока абразивна здатність камерного і пінного продуктів флотації в порівнянні із початковим мікропорошком пов'язується авторами із вищою однорідністю зазначених фракцій. Доведено доцільність використання флотаційного методу розділення як інструменту підвищення однорідності алмазних мікропорошків за морфометричними характеристиками.

Проведений огляд публікацій показав, що тематична спрямованість відомих публікацій у сфері алмазних порошків фокусується головним чином на двох зазначених вище прикладних аспектах флотації. Активний інтерес до цієї тематики досліджень проявлявся у 70–80 роках минулого століття, коли відбувалося становлення і освоєння промислового синтезу алмазу. Подібні дослідження, як уже відзначалося, мали на меті мінімізацію частки хімічної очистки в технологічному процесі видобування алмазу із продукту синтезу та виділення із кондиційних шліфпорошків синтетичного алмазу фракцій із більш високим показником статичної міцності. Крім статичної міцності, в публікаціях того часу увагу привертала і шорсткість зерен. Саме меншою шорсткістю зерен пояснюється у публікаціях того періоду феномен більшої статичної міцності зерен пінної фракції у порівнянні із камерною фракцією флотаційного розділення. Проте автори не дають кількісної оцінки шорсткості, обмежуючись, очевидно, візуальним спостереженням стану поверхні зерен.

Найбільш близьке до повного за врахованими морфометричними характеристиками та технологічними властивостями дослідження флотаційного розділення було виконано для мікропорошка АСМ 40/28 [15]. Але щодо обсягу задіяних морфометричних характеристик та технологічних властивостей із загального їх переліку це дослідження все ж таки не було повним. Тому складає великий науковий і прикладний інтерес доповнення виконаних в роботі [15] досліджень результатами і для інших, відмінних від зовнішньої питомої поверхні, технологічних властивостей (характеристик різальних кромок, числа зерен в одному караті). Саме це і є метою цієї роботи. При цьому додатково до переліку технологічних властивостей, за якими в роботі [15] проводилися дослідження на них впливу флотації, буде включено і показники зернового складу.

Матеріали, технічні та методичні засоби

Дослідження проводились на стандартному за [19] алмазному мікропорошку АСМ 40/28. Флотаційне розділення здійснювали в розчині солі Мора з використанням як збирача і піноутворювача жирної кислоти ряду C_7–C_9 [17]. Випробування на абразивну здатність (A) виконували за методикою стандарту [19] ДСТУ 3292.

Морфометричні характеристики діагностували за допомогою приладу *DiaInspect.OSM* фірми *VOLLSTADT DIMANT GmbH* [21]. Цей прилад дозволяє в автоматичному режимі встановлювати значення (діагностувати) більше 20 характеристик абразивних порошків за результатами вимірювання проби в кількості до 1999 зерен включно. При виконанні цієї роботи діагностувалися такі характеристики: площа загальна і площа світлої частини проекції зерна, периметри фактичного і опуклого його контурів, максимальний (F_{max}) і мінімальний (F_{min}), діаметри Feret, висота зерен (H), форм-фактори фактичного (C_r) та опуклого зображення проекції зерна, Feret-подовження (F_{el}, аналог коефіцієнта форми за стандартом [19]), шорсткість проекції зерен (Rg). Крім того, шляхом використання результатів DiaInspect-діагностування визначали інші морфометричні характеристики, зокрема периметр фактичної (P) та опуклої (P_c) проекції зерна, площа проекції (A_t) зерна, питомий периметр ($P_{пт}$), середній розмір (D_m) зерен та їх еквівалентний діаметр (D_e), коефіцієнт сплющеності зерен ($К_{спл}$), відносна частка світлої частини проекції зерна в загальній її площі (*relAreal*). Повний перелік і геометричне тлумачення цих характеристик, їх поняттєвий сенс подаються в описово-методичних матеріалах фірми-виробника до приладу DiaInspect.OSM, в оригінальних публікаціях його розробників [22–24] та в публікаціях авторів цієї статті, наприклад, в [15, 25].

Висота зерен визначалась за допомогою приладу DiaInspect.OSM в мультифокусному режимі його роботи. Числова інформація із зазначених вище характеристик подається у табл. 1. Перераховані вище характеристики описують величину зерен (F_{max}, F_{min}, D_m, D_e, H), їх форму (C_r, F_{el}, $К_{спл}$) та топографію поверхні ($P_{пт}$, Rg).

Коефіцієнт сплющеності зерен, як і їх висота, є безрозмірною характеристикою зерна як 3D об'єкту і визначається за введеною в [26] залежністю

$$К_{спп} = 1 - \left[H^2 / \left(F_{min}\, F_{max}\right)\right]. \quad (1)$$

Він відображає ступінь відхилення фактичної 3D форми зерна від правильної 3D форми. Ідеально правильною формою приймається така його форма, всі три розмірні параметри якої (F_{min}, F_{max}, H) рівні між собою. Такою фігурою є, наприклад, куля (F_{min}= H= F_{max}=D, де D – діаметр кулі), для якої вирахуване за формулою (1) значення $К_{спл}$. рівне нулю. Для куба з довжиною ребра, рівною a, F_{min}=H=a, $F_{max} = a\sqrt{2}$ і обчислення за формулою (1) дають такий результат: $К_{спл}$= 0,2929. Для порівняння у випадку пластиноподібного паралелепіпеда розміром a×2a×0,5a (F_{min} =a, H=0,5, $F_{max} = a\sqrt{5}$) маємо $К_{спл}$= 0,8882.

Однорідність алмазних мікропорошків за морфометричними характеристиками визначалась системно-критеріальним методом [20], результати представлені у табл. 1.

Таблиця 1. Середні значення (С. з.) морфометричних характеристик і показники однорідності (одн.) за ними, значення показників технологічних властивостей стандартного мікропорошка АСМ 40/28 та отриманих флотацією його фракцій

Морфометричні характеристики	Початковий		Пінний продукт		Камерний продукт	
	С. з.	одн.	С. з.	одн.	С. з.	одн.
F_{max}, мкм	30,07	0,4987	39,96	0,6535	39,48	0,6085
F_{min}, мкм	21,16	0,5118	28,51	0,6879	27,96	0,6665
C_r	1,3329	0,6497	1,3339	0,5875	1,3442	0,6414
H/F_{min}	15,87	0,5118	21,38	0,6879	20,97	0,6665
F_{el}	1,4426	0,4506	1,4164	0,3623	1,4322	0,5047
$К_{спл}$	0,6014	0,7601	0,5949	0,7670	0,5990	0,7579
Rg	1,0604	0,7126	1,0574	0,7610	1,0586	0,7367
D_m, *мкм*	25,62	0,5520	34,23	0,7365	33,72	0,6976
D_e, мкм	23,99	0,5537	31,96	0,7405	31,39	0,7069
A_t, мкм^2	567,29	0,3258	822,26	0,5870	815,96	0,5380
P, мкм	87,20	0,5058	115,98	0,6644	114,35	0,6515
P_c, мкм	82,29	0,5140	109,59	0,6735	107,94	0,6300
$P_{пт}$, 1/м	0,3088	0,4499	0,1510	0,4481	0,1687	0,4482
relAreal	0,4269	0,23257	0,1997	0,16381	0,2409	0,4442
N, шт.	7178300		4762500		4827500	
n, шт.	9,35		8,96		8,82	
φ, град.	102,64		101,90		100,88	

Визначення технологічних властивостей досліджуваних міропорошків (числа зерен в одному караті (N), кількості (n) різальних кромок і середнього значення кутів їх загострення (φ) та показників зернового складу) здійснювалось з використанням опосередковано-аналітичних методів [27–29].

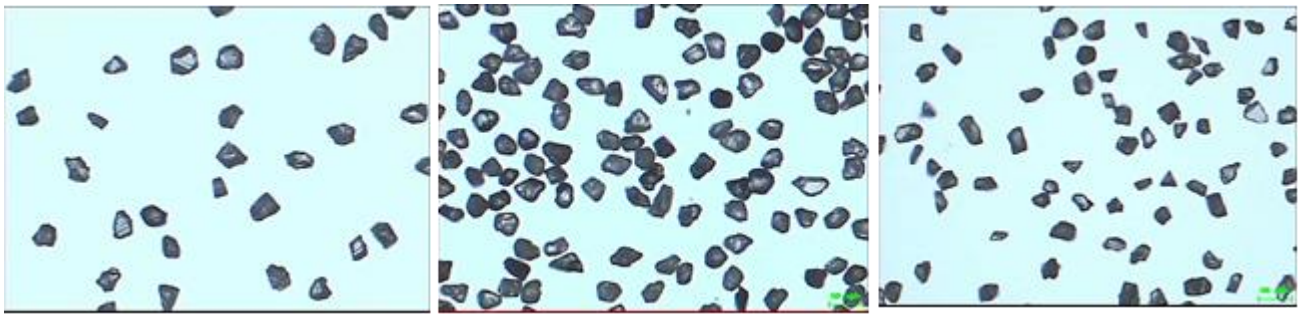
Отримані результати, їх аналіз та обговорення

Результати розрахунків подаються у таблицях 1 та 2.

Таблиця 2. Показники зернового складу мікропорошку АСМ 40/28 початкового та отриманих флотацією його фракцій

№ розмірного інтервалу	Межі розмірного інтервалу, мкм		Середина розмірного інтервалу, мкм	Зерновий склад мікропорошків початкового та продуктів його флотації, %		
	ліва	права		початковий	пінний	камерний
1	0,00	1,00	0,50	0,00	0,00	0,00
2	1,00	2,00	1,50	0,00	0,00	0,00
3	2,00	3,00	2,50	0,00	0,00	0,00
4	3,00	5,00	4,00	0,00	0,00	0,00
5	5,00	7,00	6,00	16,45	0,40	1,75
6	7,00	10,00	8,50	10,07	0,40	1,65
7	10,00	14,00	12,00	4,00	0,20	1,55
8	14,00	20,00	17,00	2,83	0,20	1,15
9	20,00	28,00	24,00	7,74	8,85	7,55
10	28,00	40,00	34,00	48,58	76,29	67,73
11	40,00	60,00	50,00	10,32	13,66	18,61
12	60,00	80,00	70,00	0,00	0,00	0,00

В результаті проведення флотаційного розділення стандартного алмазного мікропорошку АСМ 40/28 у пінний продукт виділено 72,5% початкового порошку, у камерний – 27,5%. DiaInspect-фотографії зерен досліджуваних порошків показані на рисунку.



а *б* *в*

DiaInspect-фотографії зерен досліджуваних зразків мікропорошків синтетичного алмазу АСМ 40/28 (а – початковий порошок; б – пінний продукт флотації; в – камерний продукт флотації)

Аналіз отриманих результатів дозволяє зробити наступні висновки. Розмірні характеристики (максимальний і мінімальний діаметри Фере, висота зерен, площа і периметр проекції) пінного та камерного продуктів флотації дещо більші, ніж у початкового порошку. Це очевидно можна пояснити перерозподілом зернового складу початкового мікропорошку АСМ 40/28, зумовленим флотаційним його розділенням на дві фракції. Зазначений перерозподіл характеризується наступними змінами. У початковому порошку частка зерен

основної фракції (40/28) становила 48,58% за їх кількістю (табл. 2). У пінному і камерному продуктах частка зерен цієї фракції збільшилась до 76,29% та 67,73% відповідно.

Протилежна за характером тенденція зміни частки зерен має місце у випадку додаткової до основної фракції (28/20). Показники зернового складу для цієї фракції є такими: 7,74% для початкового порошку та 8,85% і 7,55% для пінного і камерного продуктів відповідно (табл. 2). Натомість показник крупної фракції (60/40) пінного продукту виявився рівним 13,66%, камерного продукту – 18,61%. У випадку початкового порошку цей показник був рівним 10,32%. Саме таким перерозподілом можна пояснити збільшені розмірні характеристики зерен пінної та камерної фракцій.

В роботі [16] відмічалось також, що грані зерен пінного продукту флотації є більш гладкими, тобто менш шорсткими. В наших дослідженнях на підставі даних табл. 1 факт меншої шорсткості зерен пінного продукту можна підтвердити і на кількісному рівні. У сукупності новітніх морфометричних характеристик алмазних порошків відповідальними за ступінь шорсткості проекції зерен є такі характеристики як шорсткість (відношення фактичного периметру проекції зерна до периметру опуклої його проекції) та питомий периметр (відношення фактичного периметру зерна до площі його проекції). Порівняльний аналіз даних табл. 1 і візуальне порівняння (див. рисунок) показують, що показники обох цих характеристик для камерного продукту дещо більші, ніж у випадку пінного продукту (1,0586 та 0,1687 проти 1,0574 та 0,151 відповідно). Це і є доказом того, що зерна пінного продукту флотації мають більш гладку поверхню. Крім того, кращу якість пінного продукту у порівнянні із камерним засвідчують і переважно більші показники однорідності за морфометричними характеристиками.

Якщо порівняти за розглядуваними технологічними властивостями початковий порошок з кожним із продуктів його флотації, то різниця між показниками цих властивостей початкового порошку і обох його фракцій значно більша, ніж у випадку окремого порівняння пінного і камерного продуктів між собою. Виняток складає лише число кутів загострення різальних кромок, показники яких практично рівні для всіх трьох фракцій мікропорошку. Середнє значення кутів загострення різальних кромок зерен для початкового мікропорошку дещо більше, ніж для отриманих пінної і камерної фракцій. Такий же характер співвідношення, але більш виражений, зберігається і у випадку числа зерен в одному караті. Водночас за показниками всіх технологічних властивостей виділені флотацією фракції початкового порошку дуже близькі між собою з незначною перевагою пінної фракції. Ця перевага може бути сприятливою для більшої ефективності виготовленого із мікропорошків цих фракцій абразивного інструменту.

І ще однією додатковою ознакою якості флотаційного розділення може бути прийнято співвідношення між показниками однорідності за морфометричними характеристиками початкового порошку та пінної і камерної фракцій його флотаційного розділення. Аналіз даних табл. 1 показує, що за більшістю морфометричних характеристик пінна і камерна фракції більш однорідні у порівнянні із початковим порошком. Це може бути підтвердженням того, що флотаційне розділення покращує якість початкових порошків. В той же час обидва ці продукти розділення за морфометричними характеристиками в нашому випадку досить близькі між собою, в чому може бути захований резерв подальшого покращення якості отримуваних флотаційним розділенням мікропорошків (повторне та багатоступеневе флотаційне розділення).

Висновки

1. Вперше на кількісному рівні підтверджено, що флотаційне розділення є ефективним засобом покращення якості за морфометричними характеристиками і технологічними властивостями уже виготовлених кондиційних мікропорошків синтетичного алмазу.

2. Наявні і створені в Інституті надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАНУ науково-методичні засоби дозволяють отримувати достовірну інформацію для прийняття рішення щодо якості алмазних порошків, отримуваних флотаційним розділенням, за їхніми морфометричними характеристиками та технологічними їх властивостями.

3. В подальшому подібні дослідження слід продовжити в напрямку створення науково-методичних основ апріорного оцінювання доцільності проведення повторного чи багатоступеневого флотаційного розділення.

G. Petasyuk, H. Ilnytska, N. Oliinyk[1], O. Syzonenko[2], G. Bazalii, O. Petasyuk[1]

[1]V. Bakul Institute for Superhard Materials of the National Academy of Sciences of Ukraine
[2]Institute of Pulse Processes and Technologies of the National Academy of Sciences of Ukraine

COMPARATIVE STUDY OF THE TECHNOLOGICAL PROPERTIES AND UNIFORMITY OF DIAMOND POWDER OBTAINED BY FLOTATION SEPARATION OF THEIR INITIAL SAMPLE

A review of publications on the application of flotation separation in the field of synthetic diamond powders was conducted. It has been established that the applied materials science orientation of known publications is focused on the enrichment of the diamond synthesis product and on improving the quality of synthetic diamond powders. The purpose of such research was to isolate fractions with greater static grain strength or abrasiveness from standard synthetic diamond powders. In addition to static strength and abrasiveness, the publications also focused on grain roughness. The greater static strength and abrasiveness of the grains of the foam fraction in comparison with the chamber fraction of flotation separation is explained by the lower roughness of the grains of the foam fraction. However, the authors do not provide a quantitative estimate of roughness. The proposed work presents the results of a comparative quantitative study of grain projection roughness and other morphometric characteristics of foam and chamber products of flotation separation of standard micropowder ASM 40/28. The technological properties of these two fractions separated by flotation, their homogeneity according to morphometric characteristics were also analyzed. For the first time, it was established on a quantitative level that powders of the foam fraction have a lower specific perimeter compared to the chamber fraction. It is this morphometric characteristic that is indirectly responsible for the roughness of the grain surface. It was established that the powder of the foam fraction is more homogeneous in terms of morphometric characteristics. It is claimed that the homogeneity of diamond powders can serve as a criterion for evaluating the quality of flotation separation of synthetic diamond powders. In the future, similar studies should be continued in the direction of creating scientific and methodological bases for a priori assessment of the feasibility of repeated or multi-stage flotation separation.

***Key words**: diamond powders, flotation, morphometric characteristics, technological properties, uniformity*

Література

1. Глембоцкий В.А., Классен В.И. Флотационные методы обогащения. М.: Недра. 1981. 304 с.
2. Kawatra, S. K., and Eisele, T. C., Coal Desulfurization: High-Efficiency Preparation Methods. New York: Taylor and Francis, 2001. 360 p.
3. Смирнов В.О., Білецький В.С. Флотаційні методи збагачення корисних копалин. Донецьк: Східний видавничий дім, 2010. 468 с.
4. Shireesha M., Rama N., Harini P., Mounika A., Dinesh K. Recovery of Coal by Froth Flotation Equipment. *International Journal of Science, Engineering and Management (IJSEM)*. 2017. Vol 2, N 3, 75–78.
5. Das B. , Mohanty J.K.. Mineralogical Characterization and Beneficiation Studies of Pyrophyllite from Orissa. *India Journal of Minerals & Materials Characterization & Engineering*. 2009. Vol. 8, N4. P. 329–338,
6. Anashkina N.E., Bunin I.ZH., Khachatryan G.K. Influence of High-Voltage

Electromagnetic Pulses on Technological Properties of Diamond Crystals and Kimberlite Rock-Forming Minerals. *Journal of the Polish Mineral Engineering Society*. 2019. July–December. P. 133–138.

7. Сабанова М.Н., Орехова , Горлова О.Е., Глаголева И.В. Влияние реагентов на основе диалкилдитиофосфатов на флотацию меди из пиритсодержащих шлаков. *Изв. вузов. Цветная металлургия*. 2018. № 4. С. 4–14.
8. Ксенофонтов, Б. С. Использование многостадийной модели флотации и разработка флотокомбайнов типа КБС для очистки воды. М.: МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2019. 160 с.
9. Чантурия В.А., Двойченкова Г.П., Бунин И.Ж., Миненко В.Г., Коваленко Е.Г., Подкаменный Ю.А.. Комбинированные процессы извлечения алмазов из метасорматически измененных кимберлитовых пород. *Физико-технические проблемы разработки полезных ископаемых (ФТПРПИ)*. 2017. № 2. С. 1–12.
10. Карнаухов Н.М. Гатилова Е.Г., Г.П. Богатырева. Адсорбция аполярных собирателей на синтетическом алмазе и графите. *Синтетические алмазы.* 1969. Вып.5 С. 14–18
11. Богатырева Г. П. Определение режимов обратной флотации синтетических алмазов методом Бокса-Уилсона. *Сверхтвердые материалы для промышленности*. К.: ИСМ АН УССР, 1973. С. 36–38.
12. Józef Stachurski, Ewa małysa, Zofia Ociepa. Metoda grawitacyjno-flotacyjna oddzielania grafitu od diamentow syntetycznych. *Fizykochemiczne Problemy Mineralurgii*. 1992. Vol. 25. P. 47–58.
13. E. Małysa, Z. Ociepa, J. Stachurski. Studies of floatability of graphite and synthetic diamond. Gospodarka Surowcami Mineralnymi – Mineral Resources Management. 1999. Vol. 15, N1. P. 149–165.
14. Богатырева Г.П. Сортировка алмазов по прочности флотацией. *Синтетические алмазы*. 1972. Вып. 3. С. 23–25.
15. Bogatyreva G.P., Petasyuk G.A., Bazalii , Shamraeva V. S. On Morphometric Uniformity of Diamond Micron Powders. *J. Superhard Mater*. 2009. Vol. 31, N 2. P. 126–134.
16. Богатырева Г.П. Исследование флотационных свойств синтетических алмазов и разработка процесса их сортировки по прочности: автореф. дис. … канд. техн. наук. Киев, 1976. 22 с.
17. Богатырева Г.П., Гатилова Е.Г. О механизме взаимодействия жирных кислот C_7-C_9 с поверхностью синтетических алмазов. *Синтетические алмазы*. 1972. № 6. С. 39–42.
18. Прихна А. И., Богатырева Г.П., Невструев Г.Ф., Сохина Л.А. Пути совершенствования технологии изготовления алмазного инструмента на базе механизации и автоматизации производственных процессов *Республиканское научно-техническое совещание*: тезисы докладов. Киев, 1976. С. 62–63.
19. ДСТУ 3292–95. Порошки алмазні синтетичні. Загальні технічні умови. Зі змінами та поправками. Чинний від 1997-01-01. Вид. офіц. Київ: Держстандарт України, 1996.
20. H.A. Petasyuk System-criterional method for quantitative estimation of the homogeneity of superhard dispersed materials system-criterional method for quantitative estimation of the homogeneity of superhard dispersed materials *Materials Science*. 2003. Vol. 39, N 5. P. 727–732.
21. DiaInspect.OSM. Automated particle analysis for superabrasives and surface analysis 2010. Operation guide Version 1.2.8. URL: https://vdiamant.de/ languages/diainspect-osm.html.
22. Vollstaedt, H., List, E.: Controlling the Stability of Superabrasive Powders. *Proceedings of the 4th Zhengzhou International Superhard Materials and Related Products Conference (4th ZISC)*. Zhengzhou, P.R. China, 2007.
23. List, E., Frenzel, J., Vollstädt, R. Ein neues System zur Ermittlung der Einzelkornfestigkeit

von Schleifkörnungen, *Industrie Diamanten Rundschau*. 2006. Vol. 40 II. P. 6–21.
24. 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.
25. Петасюк Г. А. Діагностика морфометричних характеристик порошків надтвердих матеріалів засобами цифрової обробки зображень. *Відбір і обробка інформації*. 2009. Вип. 30 (106). С. 138–145.
26. Poltoratskiy V.G., Petasyuk G.A., Safonova M.N., Bochechka A.A., Tkach V.N., Shamraeva V.S. A novel composite abrasive material of unmarketable natural diamond powder. *Journal of Superhard Materials*. 2014. Vol. 36, N 2. P. 136–144.
27. Petasyuk G.A., Sirota Yu.V. Analytical determination of a number of particles per carat for diamond powders on the basis of an extrapolation-affine 3D grain model. *Journal of Superhard Materials*. 2012. Vol. 34, N 3. P. 200–208.
28. Petasyuk G.A. Interpretative and applied aspects of some morphological characteristics of superabrasive powders. *Journal of Superhard Materials*. 2010. N 2. P. 128–139.
29. 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.

Надійшла 09.07.23

References

1. Glembotsky, V.A., & Klassen V.I. (1981). *Flotatsionnye metody obohashcheniia [Flotation enrichment methods]*. (2th ed.). Nedra [in Russian].
2. Kawatra, S. K., & Eisele, T. C. (2001). *Coal Desulfurization: High-Efficiency Preparation Methods*. Taylor and Francis.
3. Smyrnov, V.O., & Biletskii, V.S. (2010). *Flotatsiini metody zbahachennia korysnykh kopalyn [Flotation methods of mineral enrichment]*. Skhidnyi vydavnychii dim [in Ukrainian].
4. Shireesha, M., Rama, N., Harini, P., et al. (2017). Recovery of Coal by Froth Flotation Equipment. *International Journal of Science, Engineering and Management (IJSEM). 2*(3), 75–78.
5. Das, B., & Mohanty, J.K.. (2009). Mineralogical Characterization and Beneficiation Studies of Pyrophyllite from Orissa. *India Journal of Minerals & Materials Characterization & Engineering, 8*(4), 329–338.
6. Anashkina N.E., Bunin I.ZH., & Khachatryan G.K. (2019). Influence of High-Voltage Electromagnetic Pulses on Technological Properties of Diamond Crystals and Kimberlite Rock-Forming Minerals. *Journal of the Polish Mineral Engineering Society Inżynieria Mineralna*, July–December. 133–138.
7. Sabanova M.N., Orekhova , Gorlova O.E., & Glagoleva I.V. (2018). Vliianie reahentov na osnove dialkilditiofosfatov na flotatsiiu medi iz piritsoderzhashchikh shlakov [Influence of reagents based on dialkyldithiophosphates on copper flotation from pyrite-containing slags]. *Izv. vuzov Tsvetnaya metallurgiya – Notify of universities. Non-ferrous metallurgy,* (4), 4–14 [in Russian].
8. Ksenofontov, B. S. (2019) *Ispolzovanie mnohgostadiinoi modeli flotatsii i razrabotka flotokombainov tipa KBS dlia ochistki vody [Use of a multi-stage flotation model and development of KBS-type flotation combines for water treatment]*. MGTU im. N.E. Baumana [in Russian].
9. Chanturiia, V.A., Dvoichenkova, H.P., Bunin, I. Zh., et.al. (2017). Kombinirovannye protsessy izvlecheniia almazov iz metasormaticheski izmenennykh kimberlitovykh porod [Combined processes of extraction of diamonds from metasormatically altered kimberlite

rocks]. *Fiziko-tekhnicheskiye problemy razrabotki poleznykh iskopayemykh (FTPRPI)– Physical and technical problems of mineral development (FTPRPI*), *2*, 1–12 [in Russian].
10. Karnaukhov, N.M. Gatilova, E.G., & Bogatyreva, G.P. (1969). Adsorbtsiia apoliarnykh sobiratelei na sinteticheskom almaze i grafite [Adsorption of apolar collectors on synthetic diamond and graphite]. *Sinteticheskie almazy – Synthetic diamonds, 5*, 14–18 [in Russian].
11. Bogatyreva, G.P. (1973) Opredelenie rezhimov obratnoi flotatsii sinteticheskikh almazov metodom Boksa-Uilsona [Determination of the modes of reverse flotation of synthetic diamonds by the Box-Wilson method]. *Sverkhtverdye materialy dlia promyshlennosti – Superhard materials for industry.* (p. 36–38). ISM AN USSR [in Russian].
12. Stachurski, J., Małysa, E., & Ociepa Z. (1992) Metoda grawitacyjno-flotacyjna oddzielania grafitu od diamentow syntetycznych [Gravity-flotation method of separating graphite from synthetic diamonds*]*. *Fizykochemiczne Problemy Mineralurgii – Physicochemical Problems of Mineralurgy*, *25*, 47–58 (in Polish).
13. Małysa, E., Ociepa, Z., & Stachurski, J. (1999). Badanie flotowalności grafitu i diamentu syntetycznego [Studies of floatability of graphite and synthetic diamond]. *Gospodarka Surowcami Mineralnymi – Mineral Resources Management 15*(1), 149–165 (in Polish).
14. Bogatyreva, G.P. (1972). Sortirovka almazov po prochnosti flotatsiei [Sorting of diamonds by strength by flotation]. *Sinteticheskiye almazy – Synthetic diamonds, 3*, 23–25 [in Russian].
15. Bogatyreva, G.P., Petasyuk, G.A., Bazalii, G.A., & Shamraeva, V.S. (2009). On Morphometric Uniformity of Diamond Micron Powders. *J. Superhard Mater. 31*(2). 126–134.
16. Bogatyreva, G.P. (1976). *Issledovanie flotatsionnykh svoistv sinteticheskikh almazov i razrabotka protsessa ikh sortirovki po prochnosti [Investigation of the flotation properties of synthetic diamonds and the development of the process of their sorting by strength]*. [Extended abstract of candidate's thesis]. Moskwa [in Russian].
17. Bogatyreva, G.P., & Gatilova, E.G. (1972). O mekhanizme vzaimodeystviia zhirnykh kislot C_7-C_9 s poverkhnostiu sinteticheskikh almazov [On the mechanism of interaction of C_7–C_9 fatty acids with the surface of synthetic diamonds] *Sinteticheskie almazy – Synthetic diamonds, 6*, 39–42 [in Russian].
18. Prikhna, A.I., Bogatyreva, G.P., Nevstruev, G.F., & Sokhina, L.A. (1976). Puti sovershenstvovaniia tekhnolohii izgotovleniia almaznoho instrumenta na baze mekhanizatsii i avtomatizatsii proizvodstvennykh protsessov [Ways to improve the technology of manufacturing diamond tools on the basis of mechanization and automation of production processes] *Respublikanskoe nauchno-tekhnicheskoye soveshchaniye – Republican scientific and technical meeting*. (s. 62–63). [in Russian].
19. Poroshky almazni syntetychni. Zahalni tekhnichni umovy. Zi zminamy ta popravkamy [Synthetic diamond powders. General technical conditions. With changes and amendments]. (DSTU 3292–95). (1995). Derzhstandart Ukrainy.
20. Petasyuk, H.A. (2003). System-criterional method for quantitative estimation of the homogeneity of superhard dispersed materials system-criterional method for quantitative estimation of the homogeneity of superhard dispersed materials. *Materials Science*, *39*(5), 727–732.
21. *DiaInspect.OSM. Automated particle analysis for superabrasives and surface analysis 2010. Operation guide Version 1.2.8.* (b. d.) https://vdiamant.de/ languages/diainspect-osm.html.
22. Vollstaedt, H., List, E. (2007). Controlling the Stability of Superabrasive Powders, *Proceedings of the 4th Zhengzhou International Superhard Materials and Related Products Conference (4th ZISC)*. Zhengzhou.
23. List, E., Frenzel, J., & Vollstädt, R. (2006). Ein neues System zur Ermittlung der Einzelkornfestigkeit von Schleifkörnungen. *Industrie Diamanten Rundschau*, *40 II*, 6–21 [in German].

24. List, E., Frenzel, J., & Vollstadt, H. (2006). A new system for single particle strength testing of grinding powders. *Industrial diamond review, 1,* 42–47.
25. Petasyuk, G.A. (2009). Diahnostyka morfometrychnykh kharakterystyk poroshkiv nadtverdykh materialiv zasobamy tsyfrovoi obrobky zobrazhen [Diagnostics of morphometric characteristics of powders of superhard materials by means of digital image processing]. *Vidbir i obrobka informatsiyi – Selection and processing of information, 30 (106).* 138–145.
26. Poltoratskiy V.G., Petasyuk G.A., Safonova M.N., et al. (2014). A novel composite abrasive material of unmarketable natural diamond powder. *Journal of Superhard Materials, 36*(2), 136–144.
27. Petasyuk, G.A., & Sirota, Yu.V. (20012). Analytical determination of a number of particles per carat for diamond powders on the basis of an extrapolation-affine 3D grain model. *Journal of Superhard Materials. 34*(3). 200–208.
28. Petasyuk, G.A. (2010). Interpretative and applied aspects of some morphological characteristics of superabrasive powders. *Journal of Superhard Materials, 2,* 128–139.
29. 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.

УДК 519.7 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-166-169

Т.С. Панасюк, канд. техн. наук

Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України,
вул. Автозаводська 2, 04074 м. Київ, e-mail: scripse@ukr.net

ОБЧИСЛЕННЯ ПОТУЖНОСТІ СТРУМУ НАГРІВАННЯ ШЕСТИПУАНСОННОГО АПАРАТУ ВИСОКОГО ТИСКУ З ВИКОРИСТАННЯМ ANSYS APDL

У даній роботі запропоновано метод обчислення потужності струму нагрівання шестипуансонних апаратів високого тиску при чисельному моделюванні розподілу температури при спонтанному синтезі кристалів алмазу з використанням програмного комплексу ANSYS WORKBENCH і мови програмування APDL. Запропонований метод перевіряється для задачі, яка має аналітичний розв'язок. Також показане добре співпадіння розрахункових даних з експериментальними.

Ключові слова: *комп'ютерне моделювання, потужність нагріву, APDL*

Завдяки своїм унікальним властивостям кристали алмазу широко використовуються в різних сферах промисловості. Великі і чисті кристали алмазів в природі зустрічаються в недостатній кількості, тому проблема їх штучного виробництва надзвичайно важлива. Для вирощування крупних структурно досконалих кристалів використовують шестипуансонні апарати високого тиску (АВТ) китайського виробництва та метод температурного градієнту [1, 2]. При розробці нових схем спорядження комірок високого тиску основна проблема полягає в відшуканні такої схеми резистивного нагрівання, яка б забезпечувала необхідний розподіл температури в ростовому об'ємі. Зазначений метод надзвичайно вимогливий до значень температури в ростовому об'ємі, а експериментальне визначення температури – доволі складний процес, тому для визначення розподілу температури доцільно застосовувати чисельні методи. Одна з програм, яку доцільно використовувати для таких задач – це програмний комплекс *ANSYS WORKBENCH*. Нагрів ростової комірки здійснюється змінним

струмом, який пропускається через систему резистивних елементів, під'єднаних до верхнього і нижнього пуансонів АВТ. Програмний комплекс *ANSYS WORKBENCH* не дозволяє отримати значення потужності струму в явному вигляді, але його можна обчислити, використовуючи мову програмування *APDL*.

У даній роботі за допомогою мови програмування *APDL* пропонується метод обчислення потужності нагріву шестипуансонного АВТ і виконується порівняння отриманого значення з даними експерименту.

Спочатку розглянемо випадок мідного проводу радіусом 1 мм і довжиною 100 мм.

Як відомо, потужність електричного струму обчислюється за формулою $P=U^2/R$, де U – електричне напруження, $R=\rho l/S$ – електричний опір, де $\rho=1{,}75\cdot10^{-5}$ Ом·мм – питомий опір міді, l=100 мм – довжина провідника, $S=r^2\pi$ – площа перерізу провідника, де r=1 мм – радіус провідника. Задамо на торцях проволоки електричне напруження U=5 В. Тоді потужність струму P=44879,89 Вт.

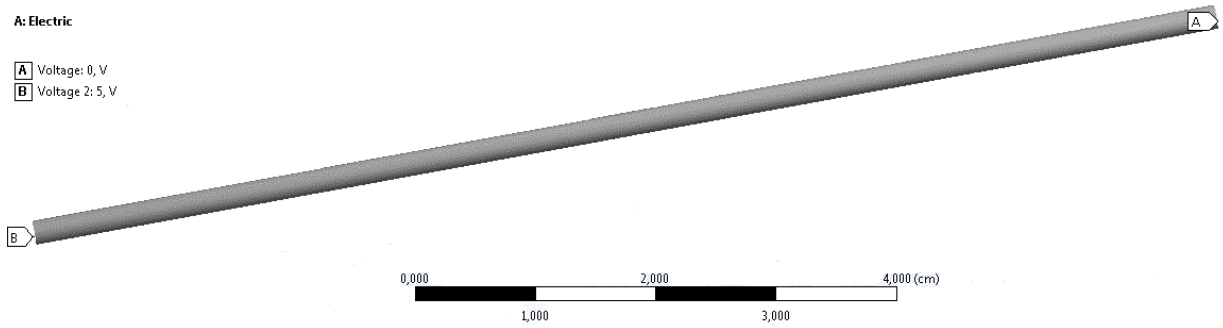


Рис. 1. Загальний вигляд розрахункової схеми дроту

Виконаємо ті самі розрахунки, використовуючи програмний комплекс *ANSYS WORKBENCH* модуль *Electric*. Схематичне зображення проволоки довжиною 100 мм наведене на рис. 1. На поверхні *A* (рис. 1) задавали нульовий потенціал. На поверхні *B* (рис. 1) граничну умову задавали, створивши в розділі *Steady-State Electric Conduction* дерева проекту об'єкт *commands* з наступним кодом:

```
nsel, all
nsel, s,loc,y,0   !вибираємо всі вузли на поверхні B (рис. 1)
cp,2,volt,all   !зв'язуємо всі вузли поверхні B (рис. 1) в один вузол n_electrode
n_electrode=ndnext(0)
d, n_electrode,volt,5   !задаємо на вузлі n_electrode потенціал 5 В
nsel,all
```

Далі в розділі Solution дерева проекту додаємо об'єкт commands з наступним кодом:

```
/post26
RFORCE,2, n_electrode,AMPS   !отримуємо значенні сили струму
*GET,size,VARI,,NSETS   !число кроків навантаження
*dim,CurrArr,array,size   !створюється масив необхідного розміру
VGET,CurrArr(1),2   !зберігаємо отримані дані в масив
I=CurrArr(1)
P=I*5 !обчислюємо потужність струму
*CFOPEN, results,txt   !створюємо файл results.txt в папці "user_files" проекта !Workbench
*VWRITE,P
Power(P) = %f
```

*CFCLOSE

В результаті отримуємо значення потужності *P*=44879 Вт, тобто розрахована величина потужності струму майже повністю співпадає з аналітичним розв'язком.

Необхідно зазначити, що розрахунки проводились з припущенням, що струм постійний, тоді як на практиці нагрів здійснюється змінним струмом. При змінному струмі виникає скін-ефект і струм при протіканні по провіднику розподіляється не рівномірно, а переважно в поверхневому шарі. Тому можна припустити, що потужність змінного току буде дещо меншою, ніж обчислена тут потужність постійного струму.

Наступним кроком проведемо аналогічні обчислення потужності струму нагрівання шестипуансонного АВТ при спонтанному синтезі кристалів алмазу. Чисельна модель, граничні умови і експериментальні дані для перевірки отриманих результатів детально наведені в роботі [3].

Оскільки в шестипуансонному АВТ струм пропускається через систему резистивних елементів, які з'єднані послідовно (позначені сірим кольором на рис. 2), то сила струму на кожному з елементів однакова, і достатньо обчислити силу струму на торці пуансону *A* (рис. 2). Між торцями пуансонів *A* і *B* (рис. 2) задано різницю потенціалів 6,345 В.

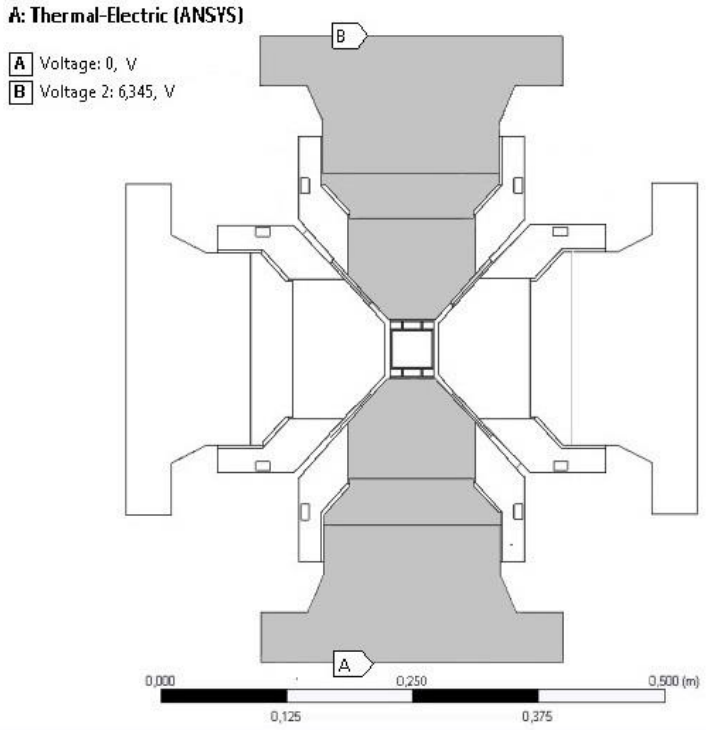


Рис. 2. Загальний вигляд розрахункової схеми шестипуансонного АВТ CS-VII в розрізі площиною вертикальної симетрії

Використавши наведені вище APDL вставки при моделюванні розподілу температури в шестипуансонному АВТ при спонтанному синтезі кристалів алмазу, отримали значення потужності струму *P*=5993,74 Вт. В роботі [3] зазначено, що потужність струму нагріву шестипуансонного АВТ під час спонтанного синтезу кристалів алмазу змінюється від 6,2 до 5,8 кВт. Отже, результати комп'ютерного моделювання потужності струму, виконані в середовищі *ANSYS WORKBENCH* з застосуванням мови програмування *APDL*, достатньо добре співпали з результатами експерименту. Тому потужність струму нагрівання може виступати ще одним параметром, який на рівні з конфігурацією і складом елементів ростової комірки дозволяє варіювати температуру в точках та градієнти температури в ростовому об'ємі при синтезі кристалів алмазу. Аналогічно можна розраховувати потужність струму при вирощуванні кристалів методом температурного градієнту. Також величина потужності струму нагрівання дозволяє оцінювати економічну складову експериментів.

T. Panasiuk

V. N. Bakul Institute for Superhard Materials of National Academy of Sciences of Ukraine

CALCULATION OF THE HEATING CURRENT POWER OF A SIX-PUNCH HIGH-PRESSURE APPARATUS USING ANSYS APDL

Due to their unique properties, diamond crystals are widely used in various fields of industry. Large and clean diamonds are found in nature in insufficient quantities, therefore the task of their artificial production is relevant today. The main method of growing artificial diamond crystals is the temperature gradient method. The specified method is extremely demanding on the temperature values in the growth volume. Experimental determination of temperature is a rather complex process, so it is advisable to use computer modeling methods, namely the ANSYS software complex. One of the parameters that allows you to change the temperature in the growth volume is the power of heating six-punch high-pressure devices with alternating current. However, the ANSYS software complex does not allow you to obtain the value of the current power in an explicit form. In this paper, a method of calculating electric current power using the APDL programming language is proposed. The proposed method is tested for a problem that has an analytical solution. A good agreement between the calculated and experimental data is also shown.

Key words: *computer simulation, heating power, APDL*

Література

1. Strong H., Wentorf R. The growth of large diamond crystals. *J. Naturwissenschften*. 1972. Vol. 59, N 1. P. 1–7.
2. Wentorf R. Some studies of diamond growth rates. J. *Phys. Chem.* 1971. V. 75, N 12. P. 1833–1837.
3. Панасюк Т. С., Лещук А. А., Лысаковский В. В. и др. Компьютерное моделирование условий кристаллизации алмаза в аппаратах высокого давления большого объема. *Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения*. Сб. науч. тр. Вып. 16. Киев: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2013. С. 251–257.

Надійшла 08.09.23

References

1. Strong, H., & Wentorf, R. (1972). The growth of large diamond crystals. *J. Naturwissenschften, 59*(1), 1–7.
2. Wentorf R. (1971). Some studies of diamond growth rates. *J. Phys. Chem. 75*(12), 1833–1837.
3. Panasiuk, T. S., Leshchuk, A. A., Lysakovskyi, V. B., et al. (2013). Kompiuternoe modelirovanie uslovii krystallizatsii almaza v apparatakh vysokoho davleniia bolshoho obema Computer modeling of diamond crystallization conditions in large volume high-pressure apparatuses]. *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* (16nd Issue, p. 251–257). ISM im. V.N. Bakulia, NAN Ukrainy [in Russian].

УДК 539.893.621.317.451 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-170-179

Н. О. Олійник, **Г. Д. Ільницька**, кандидати технічних наук[1];
Г. А. Петасюк[1], **О. М. Сизоненко**[2], доктори технічних наук;
Г. А. Базалій, С. Д. Заболотний[1]

[1]Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська 2, 04074 м. Київ, Україна, e-mail: oleynik_nonna@ukr.net
[2]Інститут імпульсних процесів і технологій НАН України, проспект Богоявленський 43а, 54018 м. Миколаїв, Україна, e-mail: sizonenko43@rambler.ru

ДОСЛІДЖЕННЯ ВПЛИВУ МЕТОДІВ ОТРИМАННЯ ПОРОШКУ АЛМАЗУ АБРАЗИВНОГО ПРИЗНАЧЕННЯ НА ПОКАЗНИКИ ЙОГО ФІЗИКО-МЕХАНІЧНИХ ХАРАКТЕРИСТИК

Робота присвячена встановленню та порівняльному аналізу фізико-механічних характеристик продуктів розділення порошку алмазу в магнітному полі та продуктів флотаційного розділення порошку. Увагу приділено порошкам марок АС15 зернистості 200/160; АС20 зернистості 160/125; АС20 зернистості 100/80. Дослідження проведено за допомогою методик розроблених в ІНМ ім. В.М. Бакуля. Встановлено, що застосування способів отримання порошку алмазу, які передбачають розділення в магнітному полі та підготовку порошку до розподілення, з попередньою обробкою порошку ультразвуковими хвилями або з попередньою термохімічною обробкою порошку, 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.

Встановлено, що застосування підготовки поверхні порошку за рахунок оброблення високовольтними електричними розрядами при виготовленні порошків та застосування флотаційного розділення порошку дозволяє отримати порошок, що характеризується підвищеним показником міцності при статичному стиску на 23,8%, збільшеною однорідністю за міцністю на 25,0%, а також суттєво зниженою кількістю включень, отримувати більш однорідні за морфометричними характеристиками порошки, які мають більшу кількість різальних кромок та більший кут їх загострення, що забезпечує більш високу абразивну здатність. Результати досліджень впливу багатоваріантних методів комплексного послідовного застосування процесів підготовки та розділення порошку алмазу на фракції свідчать, що такі дії призвели до покращення фізико-механічних характеристик порошку.

***Ключові слова**: порошок синтетичного алмазу, магнітне поле, флотація, міцність, морфометричні характеристики*

В галузі машинобудування широко застосовують інструмент, оснащений порошками абразивного призначення, переважно порошками алмазу різних марок з певними характеристиками.

Порошки абразивного призначення мають різні характеристики якості. Отримання порошків синтетичного алмазу передбачає синтез та вилучення частинок алмазу, їх сортування. Як правило, сортування передбачає розподіл частинок алмазу за розмірами, формою, фізико-механічними та морфометричними характеристиками. Розподіл частинок здійснюють за допомогою процесів розділення, наприклад, розділення в магнітному або електричному полі, флотаційного розділення різних видів. Для більш ефективного проведення процесів використовують підготовку поверхні частинок алмазу.

Дослідженнями впливу методів отримання порошку алмазу на показники його фізико-механічних характеристик та розробкою методів отримання порошку алмазу в Інституті

надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України займаються з моменту створення синтетичних алмазів. Широко відомі дослідження наукової школи Богатирьової Г.П. та Нікітіна Ю.І. [1].

Відомо, що для підвищення контрастності властивостей порошку, на підставі яких проводять процеси розділення, наприклад, магнітних властивостей або властивостей поверхні, застосовують процеси підготовки поверхні порошку [2].

В сьогоденні широко застосовують результати дослідження впливу способу розподілу порошку алмазу в магнітному полі, що відображається на магнітних характеристиках та міцності продуктів розподілу.

З розвитком синтезу алмазу продовжують удосконалюватись методи вилучення та сортування алмазу, створення порошків нових марок з покращеними характеристиками якості.

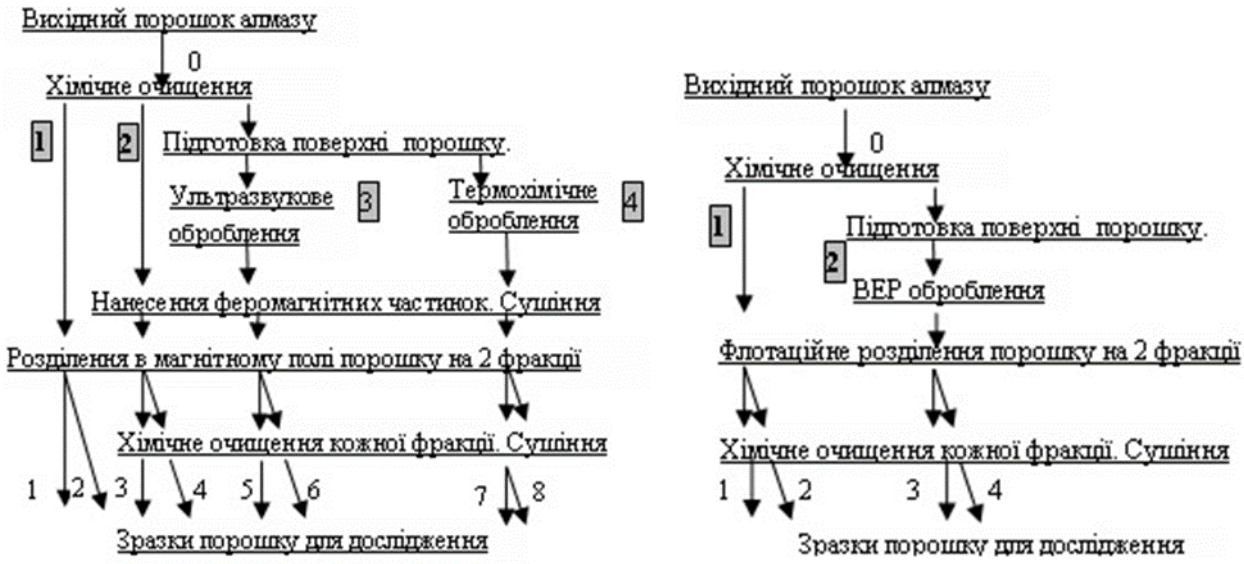
Тому розроблення методів покращення фізико-механічних характеристик порошку алмазу абразивного призначення потребує дослідження впливу методів отримання порошку на показники його фізико-механічних характеристик та є актуальним на сьогодні.

Метою дійсної роботи є порівняння та аналіз характеристик продуктів розділення в магнітному полі та продуктів розділення при флотації порошку алмазу, який призначено для використання в абразивному інструменті.

Методика дослідження

Дослідження проведено у два етапи на вихідних порошках синтетичного алмазу, які синтезовано в системі Ni-Mn-C, марок АС15 зернистості 200/160, АС20 зернистості 160/125, АС20 зернистості 100/80, які використовують в абразивному інструменті, та продуктах їх розділення в магнітному полі та в процесі флотації.

Схеми отримання зразків для встановлення їх фізико-механічних та морфометричних характеристик наведено на рис.1 *а, б*.



а *б*

Рис. 1. Схеми отримання зразків порошку алмазу для дослідження: а – перший етап процесу розділення порошку – розділення у магнітному полі; б – другий етап процесу розділення порошку – розділення в процесі флотації

Відомо, що з метою створення та підвищення набутих магнітних властивостей підвищують селективне закріплення частинок феромагнітного або електропровідного порошку на поверхні частинок алмазу. Попередньо на дефектні ділянки поверхонь наносять

феромагнітні або електропровідні частинки. Це забезпечує розподіл порошку на групи з різним рівнем дефектності поверхні і міцності. Хімічне, фізико-механічне оброблення, оброблення високовольтними електричними розрядами (ВЕР) або ультразвуковими хвилями в рідині призводить до очищення поверхні порошку алмазу та впливає на адсорбційні характеристики порошку, що сприяє збільшенню питомої площі поверхні, адсорбційній спроможності та закріпленню флотореагентів. Це сприяє створенню контрастності набутих властивостей поверхні та результатах розділення порошку при флотації [2, 3].

З урахуванням цієї інформації на першому етапі досліджували вплив розподілу вихідного порошку в магнітному полі (спосіб 1), після нанесення у водній суспензії феромагнітних частинок (розмір частинок не більше 1000 мкм, концентрація 0,5–5 мас %) на дефектні ділянки поверхонь зерен алмазу з наступним сушінням осаду (спосіб 2), після оброблення порошку у воді ультразвуковими хвилями (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), нанесення феромагнітних частинок у суспензії при температурі 30–70 °С (спосіб 3), сушіння; після спеціального термохімічного оброблення нанесення феромагнітних частинок (спосіб 4) [4]. Розділення порошку в магнітному полі проводили за допомогою електромагнітного сепаратору типа 138 Т при напруженості від 5 до 20 А/м з отриманням двох фракцій, які розрізнюються за магнітними властивостями [5, 6]. Хімічне очищення, сушіння у всіх способах проводилося в однакових умовах.

На другому етапі досліджували вихідний порошок алмазу та продукти (пінний та камерний), які отримано в результаті флотаційного розділення. Флотацію виконували за допомогою лабораторної імпеллерної флотаційної машини з використанням в якості збирача розчину солі Мора та в якості піноутворювача жирної кислоти ряду С7—С9 [3, 7]. Процес проведено в одну стадію, продукти розділення хімічно очищені від флотореагентів. Розділення порошку при флотації, хімічне очищення, сушіння у всіх способах проводили в однакових умовах [7, 8, 9].

При дослідженні вихідного порошку та продуктів розподілу застосовували методики, розроблені в ІНМ ім. В.М. Бакуля НАН України та ДСТУ 3292-95 [10]. Визначали питому магнітну сприйнятливість порошку ($\chi\cdot$,м^3/кг), магнітофракційний склад, масову частку домішок у вигляді неспалимого залишку (%, за масою), із застосуванням приладу ДА-2 встановлювали показники міцності при статичному стисканні, розподілення зерен порошків за розмірами, однорідність за міцністю (вміст зерен алмазу в пробі відповідних номінальній марці порошку, що визначається за паспортом міцності проби порошку). За допомогою приладу *DiaInspect.OSM* встановлювали морфометричні характеристики зразків: мінімальний (F_{min}, мкм) та максимальний (F_{max}, мкм) діаметри Фере, висоту зерна (H), шорсткість проекції зерна (Rg), показник зовнішньої питомої поверхні ($F_{пт.}$, м^2/ кг).

Результати та їх обговорення

Eman 1.

Фізико-механічні характеристики вихідного порошку та продуктів розподілу у магнітному полі після підготовки чотирма способами наведено у табл. 1.

Таблиця 1. Фізико-механічні характеристики вихідного порошку та продуктів його розподілу у магнітному полі після різних способів підготовки [5, 6]

Фізико-механічні характеристики порошку	Вихідний порошок	Спосіб							
		1		2		3		4	
		Продукт							
		1	2	1	2	1	2	1	2
Питома магнітна сприйнятливість частинок (середнє значення), $\chi \cdot 10^{-8}$, м^3/кг	20,9	7,71	13,36	6,00	11,14	4,00	11,43	5,00	12,60
Коефіцієнт поверхневої активності, $К_а$, %	1,17	0,40	1,12	0,57	1,24	0,68	1,34	0,60	1,0
Міцність, Р, Н	21,1	30,5	18,3	40,6	16,8	55,9	13,7	50,3	12,9
Однорідність частинок алмазів за міцністю, $К_{ОДН.\ міц,\ \%}$	45,2	50,3	42,8	51,0	46,0	75,0	45,5	70,0	44,0

Як випливає з результатів табл. 1, всі продукти, які отримано в результаті підготовки вихідного порошку та розділення в магнітному полі, відрізняються між собою за питомою магнітною сприйнятливістю, коефіцієнтом поверхневої активності, міцністю, та мають підвищений рівень однорідності за міцністю. Слід зазначити, що застосування способу 3, де проведено підготовку поверхні вихідного порошку обробленням ультразвуковими хвилями, найбільшою мірою впливає на показники продуктів розподілення.

Магнітно-фракційний склад вихідного порошку знаходиться в інтервалі значень питомої магнітної сприйнятливості (3,5–20,9)×10^{-8} м^3/кг. Порошок розділено в магнітному полі на два продукти. Перший продукт має інтервал питомої магнітної сприйнятливості (4,0–7,7) ×10^{-8} м^3/кг, другий продукт – (11,1–13,4) ×10^{-8} м^3/кг. Вихід продуктів з меншою питомою магнітною сприйнятливістю становить 5,9–44,5 мас.% від сумарної кількості порошку. Вихід продуктів з більшою питомою магнітною сприйнятливістю становить 55,5–94,1 мас.%. Спосіб 4, у якому застосовують підготовку порошку термохімічним обробленням, призводить до зниження виходу порошку з питомою магнітною сприйнятливістю в інтервалі (2,0–7,9) ×10^{-8} м^3/кг) в 6,4 рази, та збільшення виходу порошку з питомою магнітною сприйнятливістю в інтервалі (2,0–21,0) ×10^{-8} м^3/кг) в 1,7 рази. Слід зазначити, що способи, у яких застосовується селективне закріплення феромагнітних частинок на ділянках дефектної поверхні (спосіб 2) та з підготовкою (обробленням 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 рази, та збільшення виходу порошку з питомою магнітною сприйнятливістю в інтервалі (11,1–13,4)×10^{-8} м^3/кг) в 1,7 рази.

Магнітно-фракційний склад продукту (спосіб 1) знаходиться в інтервалі питомої магнітної сприйнятливості ((3,5–8,2)×10^{-8} м^3/кг), продукт (спосіб 2) – ((3,5–6,4) ×10^{-8} м^3/кг), продукт (спосіб 3) – ((3,5–4,0)×10^{-8} м^3/кг). Питома магнітна сприйнятливість продукту (спосіб 3) найменше варіюється в порівнянні з показником продуктів (спосіб 1, 2).

Застосування способів отримання порошку алмазу, які передбачають розділення в магнітному полі (спосіб 1); підготовку порошку до розподілення в магнітному полі за рахунок нанесення феромагнітних частинок на ділянки дефектної поверхні порошку (спосіб 2) та з попереднім обробленням порошку алмазу ультразвуковими хвилями і нанесенням феромагнітних частинок на ділянки дефектної поверхні порошку (спосіб 3); підготовку порошку термохімічним обробленням (спосіб 4), 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.

Слід зазначити, що спосіб підготовки порошку до розділення суттєво впливає на магнітофракційний склад продуктів. Найбільш однорідний за магнітними властивостями є продукт з найменшою магнітною сприйнятливістю, який отримано за способом 3.

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 4 → спосіб 3.

Етап 2.

Фізико-механічні характеристики порошку марки АС20 зернистістю 100/80, виготовленого за традиційною технологією та з застосуванням підготовки вихідного порошку ВЕР обробленням, наведено в табл. 2

Таблиця 2. Характеристики вихідного порошку алмазу марки АС20 зернистості 100/80 та порошку, що виготовлено з нього із застосуванням підготовки до розділення ВЕР обробленням [8]

Фізико-механічні характеристики порошку алмазу	Порошок марки АС20 зернистістю 100/80	
	Традиційна технологія	Спосіб з застосуванням ВЕР оброблення в якості підготовки порошку до процесу флотаційного розділення
Масова частка домішок, мас.%	0,98	0,80
Питома магнітна сприйнятливість, $\chi \cdot 10^{-8}$, $м^3/кг$	0,63	0,29
Питомий електроопір, Ом·м	$1{,}5 \cdot 10^{9}$	$1{,}0 \cdot 10^{10}$
Міцність при статичному стисканні, Н	17,9	13,5
Коефіцієнт форми, $К_ф$	1,18	1,09

За аналізом поданих характеристик (табл. 2) видно, що порошок, який отримано із застосуванням ВЕР оброблення, містить менше домішок, що підтверджується зниженням показника питомої магнітної сприйнятливості та підвищенням питомого електроопору. Показник міцності при статичному стисканні обробленого порошку менше, ніж у порошку, який отримано за традиційною технологією, але не виходить за інтервал міцності для порошку марки АС20 за ДСТУ 3292-95 [10].

Результати дослідження характеристик порошку алмазу, отриманого за флотаційного розділення на пінний та камерний продукти, показали, що інтервал розподілення частинок алмазу за розміром має 30–160 мкм; в інтервалі 80–125 мкм знаходиться найбільша кількість частинок (99,32%) вихідного порошку, (99,01%) пінного продукту, (98,96%) камерного продукту.

Результати діагностики морфометричних характеристик зазначених зразків порошку наведено в табл. 3.

Таблиця 3. Середні значення, стабільність і однорідність морфометричних характеристик порошку марки АС20 зернистістю 100/80, виготовленого із застосуванням підготовки порошку до розділення ВЕР обробленням та за традиційною технологією [8]

Характеристика	Спосіб виготовлення			
	Спосіб з застосуванням ВЕР оброблення в якості підготовки порошку до процесу флотаційного розділення		Традиційна технологія	
	Середнє значення	однорідність/ стабільність	Середнє значення	однорідність/ стабільність
F_{max}, мкм	131,5100	0,6064/0,2077	134,7357	0,6824/0,3416
F_{min}, мкм	102,5500	0,6177/0,2130	102,7406	0,6624/0,3340
C_r	1,2542	0,7817/0,5461	1,2923	0,7474/0,6238
F_{el}	1,2926	0,6117/0,4424	1,3185	0,5821/0,5068
d_m, мкм	117,03	0,6148/0,2257	118,7381	0,6989/0,3530
n, шт	12	—	11	—
φ, град	112,67	—	108,00	—

Як видно з результатів, застосування ВЕР оброблення при виготовленні порошків дозволяє отримувати порошки з меншим середнім розміром зерна, більш округлою та ізометричною формою зерен, стабільністю і однорідністю; більш однорідні за морфометричними характеристиками; такі, що мають більшу кількість різальних кромок та більші кути їх загострення.

Розподілення частинок вихідного порошку та продуктів флотаційного розділення за розмірами майже не розрізняється та знаходиться в інтервалі 30–160 мкм. Фізико-механічні та морфометричні характеристики вихідного порошку після підготовки та продуктів його флотаційного розділення наведено в табл. 4.

Таблиця 4. Характеристики вихідного порошку марки АС20 зернистості 100/80 та продуктів його флотаційного розділення [7, 8]

Характеристики порошку алмазу	Порошок алмазу марки АС20, зернистість 100/80	Продукти розділення порошку	
		Пінний	Камерний
1	2	3	4
Масова частка зразка порошку, %	100	13,41	86,55
Питома магнітна сприйнятливість, (середнє значення), $\chi \cdot 10^{-8}$ м^3/кг	0,810	0,002	0, 780
Масова частка домішок – неспалимий залишок, % за масою	1,48	0,20	0,99
Показник міцності при статичному стисканні, Н	13,0 [10]	16,5	12,5
Однорідність за міцністю, %	16,0	20,0	14,0

Закінчення таблиці 4

1	2	3	4
F_{max}, мкм (середнє значення / однорідність показника)	133,71 / 0,692	137,74 / 0,7197	138,59 / 0,7211
F_{min}, мкм (середнє значення / однорідність показника)	102,83/0,7017	104,63 / 0,7258	105,09 / 0,7154
Rg, (середнє значення / однорідність показника)	1,0569 / 0,7588	1,0615 / 0,7450	1,0609 / 0,7317
$F_{пт.}$, $м^2$/ кг (середнє значення)	20,70	21,23	21,90

З отриманих результатів випливає, що кількість частинок, які знаходяться у пінному продукті, значно менша, ніж у камерному, тобто маса відрізняється у 6,5 разів. Пінний продукт у порівнянні з камерним продуктом характеризується зниженою питомою поверхнею, низьким вмістом домішок та включень, підвищеною міцністю при статичному стиску та однорідністю за міцністю. Морфометричні характеристики продуктів флотаційного розділення близькі за значеннями до характеристик вихідного порошку. Розподілення за міцністю зерен порошку пінного продукту при статичному стисканні найбільш однорідне.

Таким чином, застосування способу, що включає підготовку порошку ВЕР обробленням до розділення при флотації дозволяє отримати порошок, який характеризується збільшеним показником міцності при статичному стиску на 23,8%, збільшеною однорідністю за міцністю на 25,0%, суттєво зниженою кількістю включень.

Висновки

При дослідженні зразків порошків синтетичного алмазу марки АС15 зернистості 200/160 та марки АС20 зернистості 160/125 експериментально показано, що застосування способів отримання порошку алмазу, які передбачають розділення в магнітному полі (спосіб 1); підготовку порошку до розподілення в магнітному полі за рахунок нанесення феромагнітних частинок на ділянки дефектної поверхні порошку (спосіб 2); попередню обробку порошку ультразвуковими хвилями та нанесення феромагнітних частинок на ділянки дефектної поверхні порошку (спосіб 3); попередню термохімічну обробку порошку (спосіб 4), 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 4 → спосіб 3.

На прикладі порошку синтетичного алмазу марки АС20 зернистості 100/80 встановлено, що при застосуванні підготовки поверхні порошку за рахунок оброблення високовольтними електричними розрядами та флотаційного розділення алмазного порошку є можливість отримати порошок алмазу, що характеризується підвищеним показником міцності при статичному стиску на 23,8%, збільшеною однорідністю за міцністю на 25,0%, а також суттєво зниженою кількістю включень, отримувати більш однорідні за морфометричними характеристиками порошки, які мають більшу кількість різальних кромок та більший кут їх загострення, що забезпечує більш високу абразивну здатність.

Таким чином, на основі отриманих результатів можна стверджувати, що застосування оброблення високовольтними електричними розрядами і флотаційного розділення є дієвими технічними засобами впливу на морфометричні та фізико-механічні характеристики порошку алмазу.

Результати досліджень впливу методів отримання порошку алмазу абразивного призначення на показники фізико-механічних характеристик з застосуванням процесів підготовки порошку та його розділення на фракції у магнітному полі та при флотаційному розділенні показали, що всі розглянуті методи призвели до покращення фізико-механічних характеристик порошку. Тобто, для розробки методів підвищення якості порошків алмазу існує апробована багатоваріантність комплексного послідовного застосування процесів підготовки та розділення порошків алмазу для використання в абразивному інструменті.

N. Oliinyk, H. Ilnitska, G. Petasyuk[1]; O. Sizonenko[2]; G. Bazaliy, S. Zabolotnyi[1]

[1]V. N. Bakul Institute for Superhard Materials of the National Academy of Sciences of Ukraine
[2]Institute of Pulse Processes and Technologies of the National Academy of Sciences of Ukraine

RESEARCH ON THE INFLUENCE OF METHODS OF OBTAINING ABRASIVE DIAMOND POWDER ON ITS PHYSICAL AND MECHANICAL CHARACTERISTICS

The work focuses on the establishment and comparative analysis of the physical and mechanical characteristics of the products of the separation of diamond powder in a magnetic field and the products of the separation of GB of powder flotation. The powders of grades AS15 with grain size 200/160, AS20 with grain size 160/125, AS20 with grain size 100/80 are considered. The research was carried out using methods developed at the Institute of Informatics named after V.M. Bakul. It has been established that the use of methods for obtaining diamond powder, which involve separation in a magnetic field and preparation of the powder for distribution, with preliminary treatment of the powder with ultrasonic waves or with preliminary thermochemical treatment of the powder, creates conditions for efficient distribution of the powder into products that differ in strength, surface defects, have an increased level of uniformity in terms of strength and magnetic properties. It was established that the use of powder surface preparation due to treatment with high-voltage electric discharges during the manufacture of powders and the use of powder flotation separation allows to obtain a powder characterized by an increased strength index under static compression by 23.8%, increased homogeneity in strength by 25.0%, as well as a significantly reduced number of inclusions, to obtain powders that are more homogeneous in terms of morphometric characteristics, that have a greater number of cutting edges and a greater angle of their sharpening, which provides a higher abrasive capacity. The results of research on the influence of multivariate methods of complex sequential application of the processes of preparation and separation of the powder into fractions led to the improvement of the physical and mechanical characteristics of the powder.

Key words: *synthetic diamond grinding powder, magnetic field, flotation, strength, morphometric characteristics*

Література

1. Богатырева Г.П., Олейник Н.А., Базалий Г.А., Маринич М.А., Волошин М.Н. Извлечение алмазов из продуктов синтеза. *Сверхтвердые материалы. получение и применение:* монография в 6 т., т.1 / под общ. ред. Н.В.Новикова – К: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, ИПЦ «АЛКОН» НАН Украины, 2003. Т.1: Синтез алмаза и подобных материалов / отв. ред. А.А. Шульженко. – С. 298–309.
2. Богатырева Г.П., Невструев Г.Ф., Ильницкая Г.Д., Маринич М.А., Базалий Г.А., Гвяздовская В.Л., Ищенко Е.В.,Олейник Н.А. Взаимодействие порошков синтетического алмаза с жидкими и газовыми средами. *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. Т.2: Структура и свойства СТМ, методы исследования / отв. ред. В.М.Перевертайло . – С. 97–125.
3. Богатырева Г.П. Сортировка алмазов по прочности флотацией. *Синтетические алмазы*. 1972. № 3. С. 23–25.

4. Спосіб розподілу порошків синтетичного алмазу за дефектністю поверхні зерен: патент на корисну модель 152723 Україна: МПК (2023.01) C01B 32/00. № u202202501, заявл. 14.07.2022; опубл. 05.04.2023, Бюл. №14. 12 с.
5. Олійник Н.О., Ільницька Г.Д., Базалій Г.А., Сизоненко О.М. Вплив способу підготовки порошків синтетичного алмазу до розподілу у магнітному полі на фізико-механічні та магнітні характеристики продуктів розподілу. *Інструментальне матеріалознавство.* Зб. наук. праць. Вип. 25. Київ: ІНМ ім. В.М. Бакуля НАН України, 2022. С. 200–209.
6. Олійник Н.О., Ільницька Г.Д., Зайцева І.М., Базалій Г.А. Дослідження магнітофракційного складу продуктів розподілу в магнітному полі порошків синтетичного алмазу. *Матеріали для роботи в екстремальних умовах -12:* Зб. матеріалів Міжнародної наукової конференції, 15–16 грудня 2022 р., кафедра фізичного матеріалознавства та термічної обробки ІМЗ ім. Є.О. Патона НТУУ "КПІ ім. Ігоря Сікорського". Київ, 2022. С. 21–24.
7. Олійник Н.О., Ільницька Г.Д., Базалій Г.А. Зміна фізико-механічних характеристик шліфпорошку алмазу марки АС20 зернистості 100/80 під впливом флотаційного розділення. *Сучасні питання виробництва та ремонту в промисловості і на транспорті*: матеріали 23-го Міжнародного науково-технічного семінару, 15–16 березня 2023 р. Київ: АТМ України, 2023. С. 81–83.
8. Олійник Н.О., Ільницька Г.Д., Петасюк Г.А., Сизоненко О.М., Базалій Г.А., Заболотний С.Д. Вплив ВЕР оброблення та флотаційного розділення на фізико-механічні та морфометричні характеристики порошків синтетичного алмазу марки АС20 зернистості 100/80. *Теоретичні і експериментальні дослідження в сучасних технологіях матеріалознавства та машинобудування*: матеріали IX Міжнародної науково-практичної конференції. Луцьк: Вежа-Друк, 2023. С. 112–113.
9. Олійник Н.О., Ільницька Г.Д., Петасюк Г.А., Базалій Г.А. Особливості фізико-механічних характеристик порошку алмазу марки АС20 зернистості 100/80 та продуктів його флотаційного розділення. *Матеріали та технології в інженерії (МТІ-2023): інженерія, матеріали, технології, транспорт*: зб. наук. доповідей міжнар. конф., м. Луцьк, 16–18 травня 2023 р. Луцьк: Вежа-Друк, 2023. С. 191–194.
10. ДСТУ 3292-95. Порошки алмазні синтетичні. Загальні технічні умови. Чинний від 1997-01-01. Вид. офіц. Київ: Держстандарт України, 1996. 70 с.

Надійшла 10.08.23

References

1. Bogatyreva, G.P., Oleinik, N.A., Bazaliy, G.A., et al. (2003). Izvlechenie almazov iz produktov sinteza [Extraction of diamonds from synthesis products]. N.V. Novikov (Eds.), *Sverkhtverdyye materialy. polucheniye i primeneniye [Superhard materials. receiving and application]*: V. 1. *Sintez almaza i podobníkh materialov [Synthesis of diamond and similar materials]* A.A. Shulzhenko (Eds.) (p.298–309). ISM im.V.N. Bakulia NAN Ukrainy, IPTS “ALKON” NAN Ukrainy [in Russian].
2. Bogatyreva, G.P., Nevstruev, G.F., Ilnitskaya, G.D., et al. (2004). Vzaimodeistvie poroshkov sinteticheskoho almaza s zhidkimi i hazovymi sredami [Interaction of synthetic diamond powders with liquid and gaseous media]. N.V. Novikov (Eds.), *Sverkhtverdyye materialy. polucheniye i primeneniye [Superhard materials. receiving and application]*: V. 2. *Vzaimodeystviye poroshkov sinteticheskogo almaza s zhidkimi i gazovymi sredami [Structure and properties of STM, research methods]* V.M. Perevertaylo (Eds.) (p.97–125). ISM im.V.N. Bakulia NAN Ukrainy, IPTS “ALKON” NAN Ukrainy [in Russian].

3. Bogatyreva, G.P. (1972). Sortirovka almazov po prochnosti flotatsiyey [Sorting of diamonds by strength by flotation]. *Sinteticheskiye almazy – Synthetic diamonds*, (3), 23–25 [in Russian].
4. Ilnytska, G.D., Oliynyk, N.O., Lavrinenko, V.I., et al. (2023). *Patent of Ukraine № 152723. МПК (2023.01) C01B 32/00. Sposib rozpodilu poroshkiv syntetychnoho almazu za defektnistyu poverkhni zeren [The method of distribution of synthetic diamond powders according to grain surface defects]* (Patent Ukrainy № 152723) [in Ukrainian].
5. Oliinyk, N.O., Ilnytska, G.D., Bazaliy, G.A., & Syzonenko, O.M. (2022). Vplyv sposobu pidhotovky poroshkiv syntetychnoho almazu do rozpodilu u mahnitnomu poli na fizyko-mekhanichni ta mahnitni kharakterystyky produktiv rozpodilu [The influence of the method of preparation of synthetic diamond powders for distribution in a magnetic field on the physico-mechanical and magnetic characteristics of the distribution products]. *Instrumentalne materialoznavstvo – Instrumental materials science.* (25nd. Issue, p. 200–209) [in Ukrainian].
6. Oliynyk, N.O., Ilnytska, G.D., Zaitseva, I.M., & Bazaliy, G.A. (2022). Doslidzhennia mahnitofraktsiynoho skladu produktiv rozpodilu v mahnitnomu poli poroshkiv syntetychnoho almazu [Study of the magnetic fractional composition of products of distribution in the magnetic field of synthetic diamond powders]. *Materialy dlia roboty v ekstrymalnykh umovakh -12 – Materials for work in extreme conditions -12* (s. 21–24). Department of Physical Materials Science and Thermal Treatment of the IMZ named after E.O. Paton NTUU "KPI named after Igor Sikorskyi". Kyiv. [in Ukrainian].
7. Oliynyk, N.O., Ilnytska, G.D., & Bazaliy, G.A. (2023). Zmina fizyko-mekhanichnykh kharakterystyk shlifporoshku almazu marky AS20 zernystosti 100/80 pid vplyvom flotatsiynoho rozdilennya [Change in the physical and mechanical characteristics of diamond grinding powder of the AS20 grade of 100/80 under the influence of flotation separation]. *Suchasni pytannya vyrobnytstva ta remontu v promyslovosti i na transporti – Modern issues of production and repair in industry and transport* (s. 81–83). Kyiv, ATM of Ukraine [in Ukrainian].
8. Oliinyk, N.O., Ilnytska, G.D., Petasiuk, G.A., Syzonenko, O.M., Bazaliy, G.A., Zabolotnyi, S.D. (2022). Vplyv VER obroblennia ta flotatsiynoho rozdilennia na fizyko-mekhanichni ta morfometrychni kharakterystyky poroshkiv syntetychnoho almazu marky AS20 zernystosti 100/80 [The effect of VER treatment and flotation separation on the physical, mechanical and morphometric characteristics of AS20 synthetic diamond powders with a grain size of 100/80]. *Teoretychni i eksperymentalni doslidzhennya v suchasnykh tekhnolohiyakh materialoznavstva ta mashynobuduvannya – Theoretical and Experimental Research in Materials Science and Mechanical Engineering (s.112–113).* Lutsk, Vezha-Druk [in Ukrainian].
9. Oliinyk, N.O., Ilnytska, G.D., Petasiuk, G.A., & Bazaliy, G.A. (2023). Osoblyvosti fizyko-mekhanichnykh kharakterystyk poroshku almazu marky AS20 zernystosti 100/80 ta produktiv yoho flotatsiynoho rozdilennya [Peculiarities of physical and mechanical characteristics of AS20 grade 100/80 diamond powder and products of its flotation separation]. *Materialy ta tekhnolohiyi v inzheneriyi (MTI-2023): inzheneriya, materialy, tekhnolohiyi, transport – Materials and technologies in engineering (MTI-2023): engineering, materials, technologies, transport* (s. 191–194). Lutsk, Vezha-Druk [in Ukrainian].
10. *Poroshky almazni syntetychni. Zahalni tekhnichni umovy [Synthetic diamond powders. General technical conditions].* (DSTU 3292-95).(1997). Kyiv: Derzhstandart of Ukraine [in Ukrainian].

УДК 621.921.3, 621.921.34-492.2:621.922.02 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-180-194

В.Г. Полторацький, канд. техн. наук; **О.О. Бочечка**, **В.І. Лавріненко**, доктори технічних наук; **О.В. Лещенко**, **В.П. Білоченко**, **Я.Л. Сільченко**; **О.О. Пасічний**, канд. техн. наук; **С.О. Лисовенко**, канд. хим. наук; **С.П. Старик**, канд. техн. наук; **В.В. Білорусець**; **В.В. Скрябін**, канд. техн. наук; **В.О. Скрябін**, **О.М. Кошкін**

Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України
Україна, 04074, Київ, вул. Автозаводська, 2, e-mail: vg.poltoratsky@gmail.com; *olesh@ism.kiev.ua*

ФІЗИКО-ХІМІЧНЕ СКЛАДАННЯ КОМБІНОВАНИХ БАГАТОКОМПОНЕНТНИХ ТЕРМОСТІЙКИХ ЗНОСОСТІЙКИХ ПОКРИТТІВ НА ПОВЕРХНІ ЗЕРЕН ШЛІФПОРОШКІВ АБРАЗИВНОГО ПРИЗНАЧЕННЯ

Задача дослідження – створення багатокомпонентного комбінованого термостійкого зносостійкого покриття на зернах шліфпорошків з кисне-, силікато- та карбідовмісних речовин (розчинні оксиди та силікати, нерозчинні оксиди та карбіди) кристалізацією розчинних компонентів з розчину з метою підвищення працездатності інструменту.

Розроблено базову технологію седиментаційного нанесення (фізико-хімічного складання) комбінованих термостійких зносостійких покриттів на шліфпорошки (алмаз, cBN, композиційні порошки). До складу покриття входять кисне- (B_2O_3, Al_2O_3, SiO_2, TiO_2, 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 термостійкість та технологічні властивості досліджуваних зразків шліфпорошків – первинних та з нанесеним покриттям.

Надано результати використання абразивних порошків з такими комбінованими покриттями в шліфувальному інструменті.

***Ключові слова**: шліфпорошки, синтетичний алмаз, кубічний нітрид бору (cBN), композиційні шліфпорошки, оксиди, карбіди, силікати, багатокомпонентні комбіновані покриття, термостійкість, зносостійкість, експлуатаційні показники.*

Вступ

Покриття зерен шліфпорошків (синтетичний алмаз, кубічний нітрид бору (cBN), композиційні шліфпорошки) є одним з важливих факторів впливу на зміну властивостей абразиву (особливо на підвищення термостійкості), що також сприяє кращому утриманню зерен у зв'язуючому робочого шару шліфувального кругу за рахунок підвищення питомої поверхні зерна, зокрема покриття із вмістом бору та кисне- (B_2O_3, TiO_2, SiO_2, Al_2O_3, TiO, CaO, ZnO, CeO_2, SnO_2), силікато- ($Na_2O(SiO_2)_n$), $K_2O(SiO_2)_n$), карбідовмісних (SiC, TiC, B_4C) сполук [1, 2].

Мета роботи – розробка технології фізико-хімічного складання (формування) комбінованих багатокомпонентних термостійких зносостійких покриттів на поверхні зерен шліфпорошків абразивного призначення з сумішей розчинних та нерозчинних кисне-, силікато- та карбідовмісних активованих компонентів.

Фізико-хімічне складання твердих речовин – це конструювання, хімічне складання твердої речовини з атомів чи більш складних структурних одиниць шляхом сполучення їх в заданому порядку, в послідовному нарощуванні сукупності структурних одиниць необхідного хімічного складу на поверхні твердого тіла (основи, субстрату).

В наших дослідженнях процес фізико-хімічного складання (формування) покриття на зернах абразиву являє собою кристалізацію розчинних компонентів покриття з розчину (з водної суспензії: основа – насичений розчин оксиду бору B_2O_3, до якої додається

нерозчинний компонент – оксид та/або карбід) подібно до процесу гетероепітаксії (метод рідинно-фазного нанесення) [3–6].

Матеріали, обладнання, методи досліджень

Абразивний порошок, на який має бути нанесено покриття, – це шліфпорошок синтетичного алмазу, або шліфпорошок кубічного нітриду бору, або шліфпорошок з компактів на основі мікропорошків cBN.

Для проведення досліджень було відібрано усереднені проби первинних матеріалів:

- шліфпорошок синтетичного алмазу АС6 125/100;
- шліфпорошок синтетичного алмазу АС6 160/125;
- шліфпорошок кубічного нітриду бору КВ 125/100;
- композиційний шліфпорошок з компактів на основі мікропорошків cBN – $К_П$ зернистості: 315/250, 250/200, 200/160, 160/125, 125/100 загальною кількістю 1500 карат.

Маса зразка порошку для досліду – 25–30 карат.

Також було підготовлено розчинні та нерозчинні речовини для фізико-хімічного складання (формування) як комбінованих (суміш розчинних та нерозчинних компонентів) кисне-, силікато- та карбідовмісних покриттів, так і покриттів з окремих компонентів:

- розчинні оксиди (бориди): B_2O_3 (порошок), B_2O_3 (ниткоподібний),
- розчинний силікат: $Na_2O(SiO_2)_n$,
- нерозчинні оксиди: Al_2O_3, TiO_2, SiO_2, GeO_2, SnO_2, CeO_2, TiO, CaO, ZnO,
- та карбіди: SiC, TiC, B_4C

– вагою від 0.2 до 0.5 кг.

Попередньо нерозчинні компоненти (оксиди та карбіди) було активовано механохімічним методом на планетарному та вібраційному млинах [4].

Термостійкість досліджуваних зразків шліфпорошків – первинних та з покриттям – було визначено методом термогравіметрії на відповідній установці (в трубчатій печі), за результатами було вирахувано коефіцієнт термостійкості $К_{ТС}$ [6].

Зразки було досліджено методом сканувальної електронної мікроскопії при різному збільшенні на скануючому електронному мікроскопі *ZEISS EVO 50XVP*, укомплектованому енергодисперсійним аналізатором рентгенівських спектрів I*NCA450* з детектором *INCAPentaFETx3* та системою *HKL CHANNEL-5* для дифракції відбитих електронів виробництва фірми *OXFORD* (скануюча електронна мікроскопія і мікроаналіз (*CEMMA*)) з додатковим використанням *SE*-детектора вторинних електронів Еверхарта-Торнлі та високочутливого 4-квадрантного фазового *CZ BSD*-детектора при різному збільшенні.

Визначення елементного складу зерен порошків з нанесеним комбінованим термостійким покриттям було виконано методом рентгенографії із застосуванням комплексу рентгенівських дифрактометрів ДРОН-3М, ДРОН-4; ДРОН-2.

Для ідентифікації зв'язків в зернах абразиву та покритті використовувалася інфрачервона (ІЧ)–спектроскопія. Вимірювання ІЧ спектрів виконувалось на ІЧ-Фур'є спектрометрі *Nicolet 6700* із спряженим із ним ІЧ мікроскопом *Nicolet Continuum*. Використовувалися методи реєстрації спектрів дифузного відбиття (*DRIFT*).

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) [7, 8].

Було також визначено технологічні властивості абразивних шліфпорошків: початкових (без покриття) та з нанесеним покриттям.

Методика експерименту та результати

Розроблено технологію конструювання та фізико-хімічного складання комбінованих (суміш розчинних та нерозчинних активованих компонентів) кисне-, силікато- та карбідовмісних термостійких зносостійких покриттів на зернах шліфпорошків (алмаз, cBN, композиційні порошки).

Розроблено технологічний процес для формування покриття 2-х видів: з 2-х та з 3-х компонентів [6].

1. 2-х компонентне покриття:

- з розчинного оксиду B_2O_3 та нерозчинного оксидуAl_2O_3 (або інший нерозчинний оксид),
- з розчинного оксиду B_2O_3 та нерозчинного карбіду B_4C або SiC або TiC,
- з розчинного оксиду B_2O_3 та суміші нерозчинного оксидуAl_2O_3 (або інший нерозчинний оксид) та нерозчинного карбіду B_4C або SiC або TiC.

Спочатку було підготовлено насичений водний розчин розчинного оксиду B_2O_3. Для утворення суспензії до 10–15 мл цього розчину додавали 0,3–0,5 г нерозчинного оксиду або карбіду.

Абразивний порошок (25-30 ct), на який має бути нанесено покриття, змішували в фарфоровій чашці з 10–15 мл насиченої суспензії (борний ангідрид та нерозчинний оксид або карбід) із застосуванням магнітної мішалки протягом 10 хв при нормальних умовах. Надлишок розчину зливали, залишену суміш фільтрували. Осад на фільтрі приєднували до основної маси модифікованого порошку. Отриману вологу масу порошку висушували, розмішуючи до сухого однорідного стану, помістивши фарфорову чашку до піщаної бані з терморегулятором, при температурі 120ºС.

2. 3-х компонентне покриття:

- з розчинного оксиду B_2O_3, розчинного силікату Na_2SiO_3 або K_2SiO_3 та нерозчинного оксиду Al_2O_3 (або інший нерозчинний оксид),
- з розчинного оксиду B_2O_3, розчинного силікату Na_2SiO_3 або K_2SiO_3 та нерозчинного карбіду B_4C або SiC або TiC,
- з розчинного оксиду B_2O_3, розчинного силікату Na_2SiO_3 або K_2SiO_3 та суміші нерозчинного оксиду Al_2O_3 (або інший нерозчинний оксид) та нерозчинного карбіду B_4C або SiC або TiC

В фарфорову чашку помістили 10 г (50 каратів) шліфпорошку, 0,5 г нерозчинного оксиду або карбіду, 0,5 г силікату, 0,5 г розчинного оксиду B_2O_3, 5 мл води. Змішали всі речовини. На піщаній бані з терморегулятором, нагрітій до 95–99ºС, перемішували речовини в чашці до розчинення B_2O_3. Продовжували нагрівання, розтираючи суміш у чашці фарфоровим товкачиком, до висушування і одержання гранул.

Отриманий сухий матеріал – зразки порошку з 2-х або 3-х компонентним покриттям, утвореним процесом фізико-хімічного складання, – просіювали на віброситі, щоб відсіяти незакріплені частинки покриття.

Після нанесення покриття визначили методом гравіметрії відносну кількість речовини-покриття. Для визначення термостійкості порошку з покриттям було проведено термічну обробку як початкових, так і оброблених 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 K_{TC} (табл. 1). Так, значення K_{TC} для початкового шліфпорошку АС6 125/100 становить 0,55, а для того ж шліфпорошку з

покриттям з суміші розчинного та нерозчинного оксидів: B_2O_3+Al_2O_3 (або: SiO_2, TiO_2, SnO_2, CeO_2; CaO, ZnO) значення $К_{ТС}$ становить 0,95-0,97.

Таблиця 1. Визначення коефіцієнт термостійкості КТС

№ п/п	Абразив і покриття	$К_{ТС}$	Примітки
1	АС6 + B_2O_3+TiO_2	0,96	
2	АС6 + B_2O_3+TiC	1,1	Приріст маси
3	АС6 + B_2O_3+SiO_2	0,97	
4	АС6 + B_2O_3+CeO_2	0,94	
5	АС6 + B_2O_3+SnO_2	0,96	
6	АС6 + B_2O_3+Al_2O_3	0,96	
7	АС6 + B_2O_3+CaO	0,94	Погано покриває
8	АС6 + B_2O_3+$Na_2O(SiO_2)n$+B_4C	1,06	Сплав при нагр. Приріст маси
9	АС6 + B_2O_3+$Na_2O(SiO_2)n$	0,93	Сплав при нагр.
10	АС6 + B_2O_3+H_2SiO_3		Гігроскопічний
11	АС6 + B_2O_3+TiB_2	1,05	Приріст маси
12	$К_П$ 250/200 + B_2O_3+Al_2O_3	0,91	Композиційний
13	КВ + B_2O_3+Al_2O_3	0,97	
14	КВ + B_2O_3 +SiO_2	0,98	
15	КВ + B_2O_3+CeO_2	0,95	
16	КВ + B_2O_3+$Na_2O(SiO_2)n$+B_4C	0,94	Сплав при нагр.
17	КВ + B_2O_3+B_4C	0,95	
18	АСМ 28/20 + B_2O_3	0,81	Сплав при нагр.
19	АС6 + B_2O_3+ZnO	0,94	Сплав при нагр. Погано покр.
20	КВ + B_2O_3+SiC+ $Na_2O(SiO_2)n$	0,95	Сплав при нагр.
21	КВ + B_2O_3+TiO_2	0,92	Сплав при нагр.

З урахуванням результатів досліджень та економічно-експлуатаційних показників для подальших досліджень нерозчинні оксиди GeO_2 та TiO було замінено на також нерозчинні оксиди CeO_2 та ZnO.

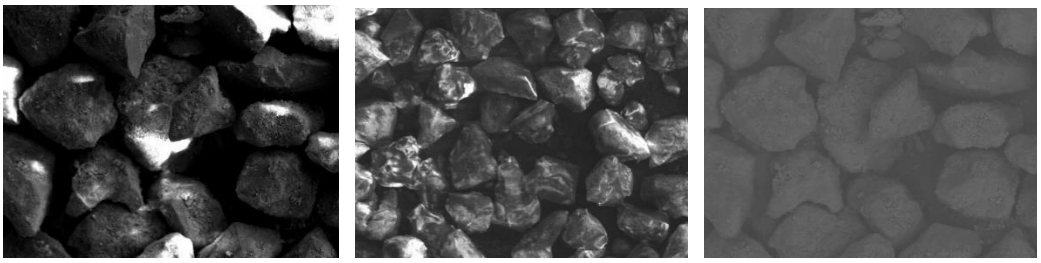
Визначено технологічні властивості початкових порошків та порошків з нанесеним покриттям:

- термостійкість (коефіцієнт термостійкості, $К_{ТС}$):
  початкові: 0.73, 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.

Результати проведених дослідів показують значне підвищення термостійкості абразивних шліфпорошків – в середньому на 40 % – після нанесення покриття з суміші розчинних та нерозчинних оксидів.

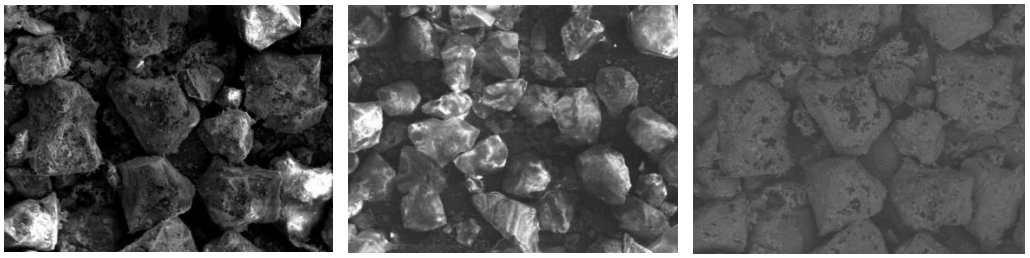
Методом сканувальної електронної мікроскопії з додатковим використанням SE-детектора вторинних електронів Еверхарта-Торнлі та високочутливого 4-квадрантного фазового *CZ BSD*-детектора досліджено при різному збільшенні шліфпорошки синтетичного алмазу АС6 125/100, шліфпорошки кубічного нітриду бору КВ 125/100, шліфпорошки з компактів (композиційні шліфпорошки) компакт 125/100 – з різними покриттями: B_2O_3+Al_2O_3,

$B_2O_3+SiO_2$, $B_2O_3+TiO_2$, B_2O_3+ZnO, $B_2O_3+TiO_2$, $B_2O_3+CeO_2$, $B_2O_3+B_4C$, B_2O_3+SiC; $B_2O_3+B_4C+CeO_2$, $B_2O_3+B_4C+Na_2O(SiO_3)$, $B_2O_3+TiC+Na_2O(SiO_3)$. Результати дослідження зразків шліфпорошків з нанесеним покриттям представлено на рис. 1–4.



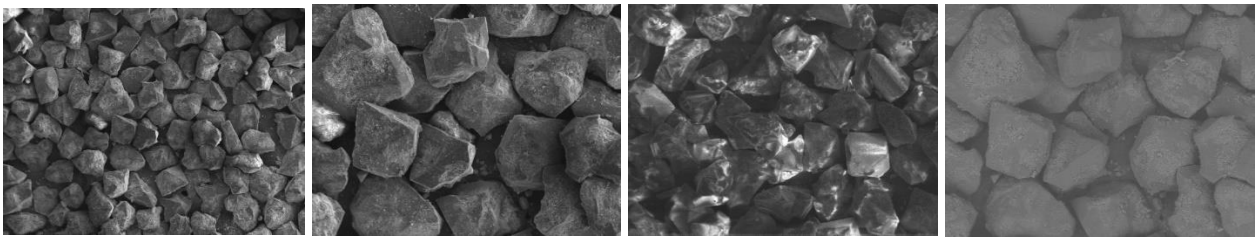
а *б* *в*

Рис. 1. Зерна шліфпорошку АС6 125/100 з покриттям $B_2O_3+Al_2O_3$: а – 500×, б – 300× (SE-детектор), в – 500× (BSD-детектор)



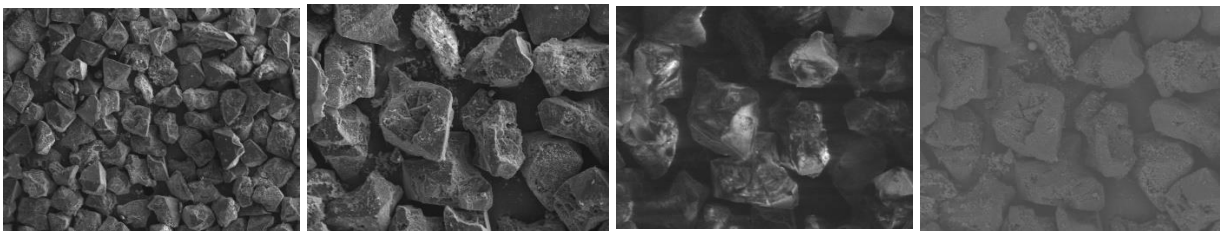
а *б* *в*

Рис. 2. Зерна шліфпорошку АС6 125/100 з покриттям $B_2O_3+SiO_2$: а – 500×, б – 300× (SE-детектор), в – 500× (BSD-детектор)



а *б* *в* *г*

Рис. 3. Зерна шліфпорошку АС6 125/100 з покриттям $B_2O_3+TiO_2$: а – 200×, б – 500×, в – 300× (SE-детектор), г – 500× (BSD-детектор)



а *б* *в* *г*

Рис. 4. Зерна шліфпорошку АС6 125/100 з покриттям B_2O_3+ZnO: а – 200×, б – 500×, в – 500× (SE-детектор), г – 500× (BSD-детектор)

Методом рентгенографії досліджено 7 зразків шліфпорошків: шліфпорошки синтетичного алмазу АС6 125/100, шліфпорошки кубічного нітриду бору КВ 125/100 – з різними покриттями:

– АС6 125/100 – покриття: B_2O_3+CeO_2, B_2O_3+B_4C, B_2O_3+B_4C+$Na_2O(SiO_3)$,
– КВ 125/100 – покриття: B_2O_3+TiO_2, B_2O_3+CeO_2, B_2O_3+B_4C, B_2O_3+SiC.

Зразки знімались в мідному випромінюванні. Кювета зі зразком накривалась алюмінієвою фольгою для запобігання висипанню зразка, тому на рентгенограмі наявні лінії Al. Суміщену рентгенограму показано на рис. 5.

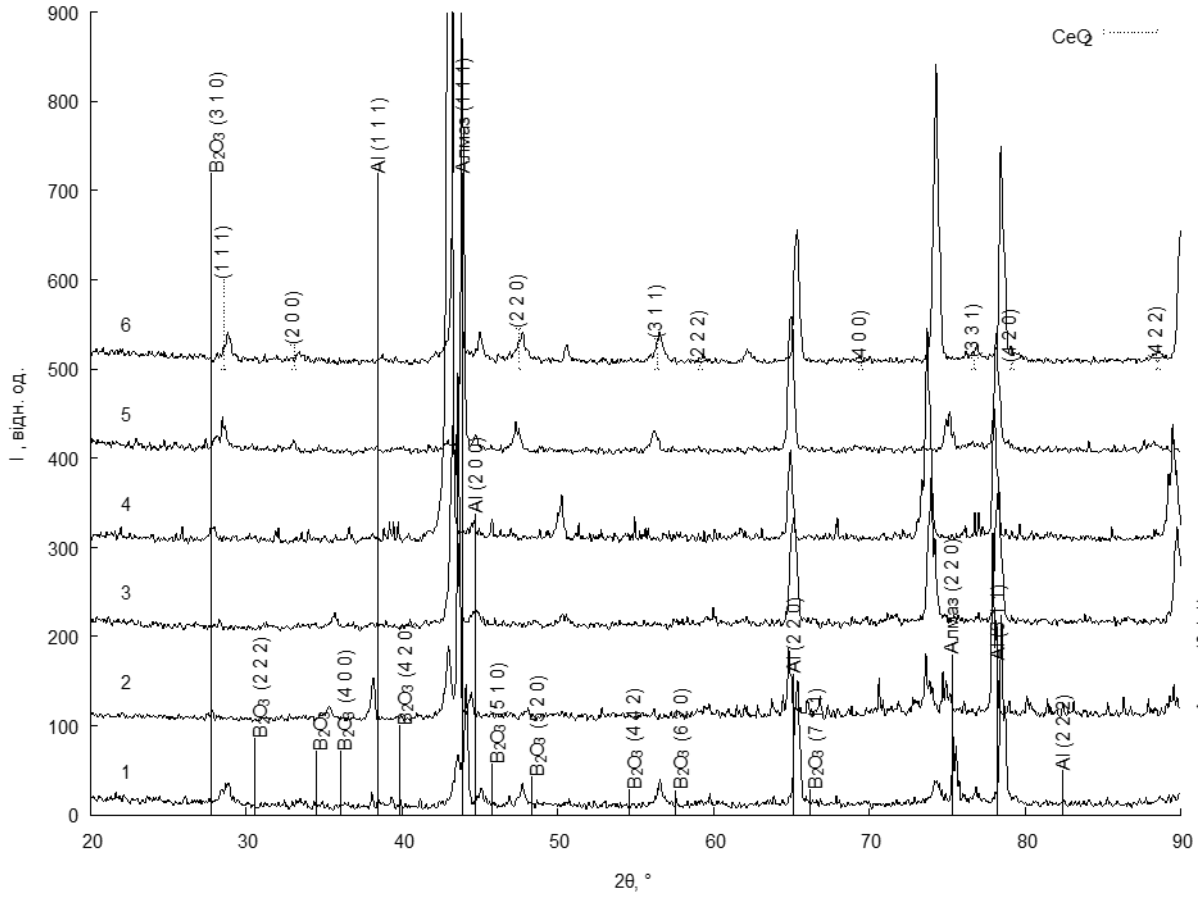


Рис. 5. Рентгенограма зразків абразивних шліфпорошків з покриттям на основі оксиду бору та з додаванням нерозчинних оксидів і карбідів

Нумерація зразків відповідно до табл. 2.

Таблиця 2. Зразки абразивних шліфпорошків з покриттям на основі оксиду бору та з додаванням нерозчинних оксидів і карбідів

№ п/п	Абразив	Покриття
1	АС6 125/100 (2,5 г) + $К_П$ 125/100 (2,5 г)	B_2O_3 (0,25 г) + B_4C (0,125 г) + CeO_2 (0,125 г)
2	АС6 125/100 (2,5 г) + $К_П$ 125/100 (2,5 г)	B_2O_3 (0,25 г) + SiC 1/0 (0,25 г)
3	КВ 125/100 (2,5 г) + $К_П$ 125/100 (2,5 г)	B_2O_3 (0,25 г) + SiC 1/0 (0,25 г)
4	КВ 125/100 (5 г)	B_2O_3 (0,25 г) + B_4C (0,125 г)
5	АС6 125/100 (5 г)	B_2O_3 (0,25 г) + CeO_2 (0,125 г)
6	КВ 125/100 (5 г)	B_2O_3 (0,25 г) + CeO_2 (0,125 г)

Проведено експериментальні спектрометричні дослідження в ІЧ діапазоні зразків шліфпорошків синтетичного алмазу АС6 125/100 та суміші шліфпорошків АС6 125/100 + КП 125/100 з покриттям на основі оксиду бору та з додаванням нерозчинних оксидів, карбідів та розчинного силікату. Результати показано на рис. 6–18.

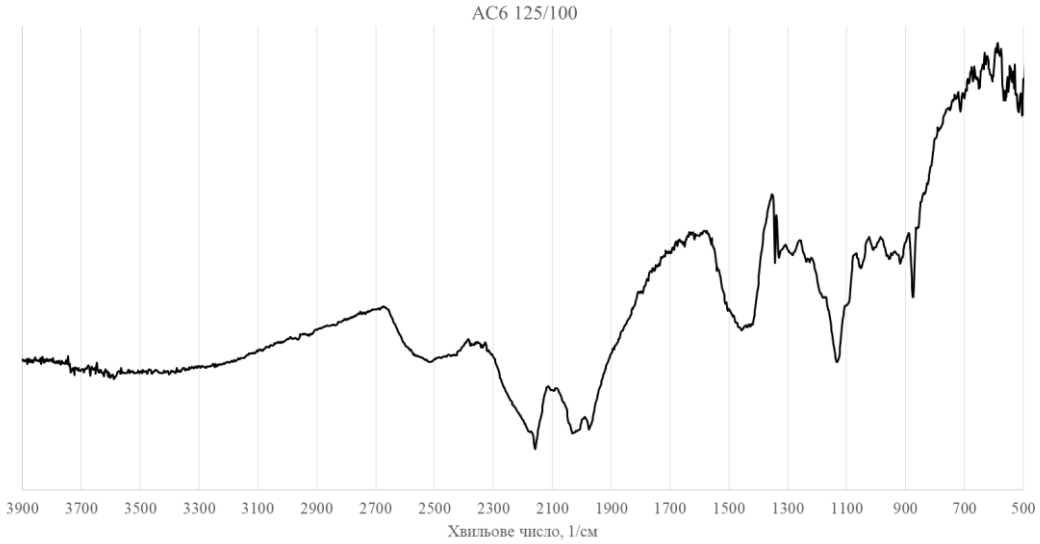


Рис. 6. ІЧ спектр дифузного відбиття від абразиву АС6 125/100

У всіх зразках спостерігається наявність на поверхні гідроксильної функціональної групи, яка має характеристичні частоти коливань, які в першому наближенні мало залежать від того, до якої молекули вона належить: спирту, кислоти чи води. Основна мода таких коливань (валентне коливання О–Н) має дуже широкий частотний діапазон 3000–3700 $см^{-1}$.

Спектри всіх зразків мають смуги поглинання, притаманні коливанням гратки алмазу та характерні зв’язкам В–О:

– Коливання згину зв’язку В–О–В реєструються на частоті ~790 $см^{-1}$.
– Пік в області ~1200 $см^{-1}$ відповідає за асиметричні валентні коливання зв'язку В–О в ортоборатній групі.
– Коливання розтягу зв’язку BO_3 в околі 1400 $см^{-1}$.

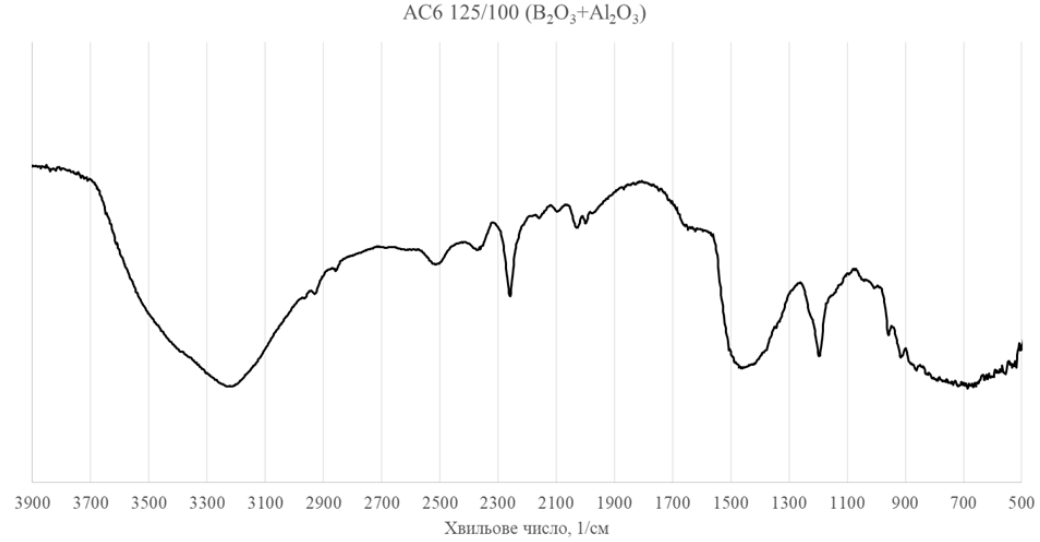


Рис. 7. ІЧ спектр дифузного відбиття від абразиву АС6 125/100 з покриттям B_2O_3+Al_2O_3

В зразках абразиву АС6 125/100 з покриттям B_2O_3+Al_2O_3 реєструється смуга поглинання 954 $см^{-1}$, яка відповідає коливанню зв'язку Al–O (рис. 7).

На рис. 8 наведено ІЧ спектр дифузного відбиття від зразку АС6 125/100 з покриттям B_2O_3+SiO_2. Оксид кремнію проявляється в асиметричних коливаннях розтягу Si–O–Si на частоті 1100 $см^{-1}$. Крім того, є смуга поглинання на 880 $см^{-1}$, притаманна для Si–O симетричного коливання розтягу. Смуга поглинання на частоті 786 $см^{-1}$ зумовлена симетричним коливанням розтягу зв’язку Si–OH.

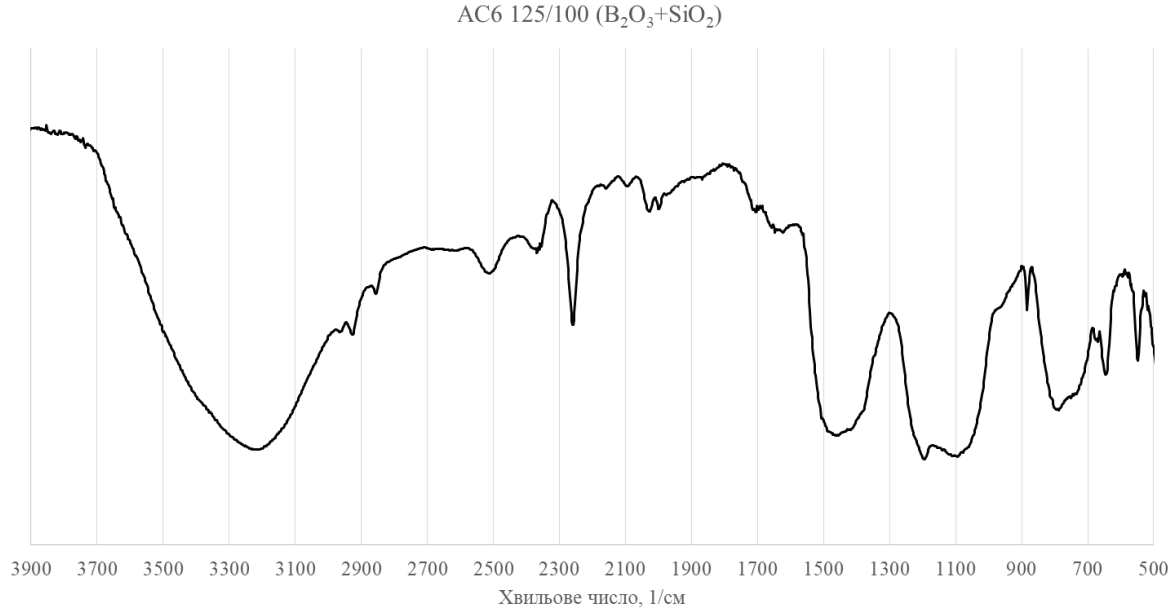


Рис. 8. ІЧ спектр дифузного відбиття від абразиву АС6 125/100 з покриттям B2O3+SiO2

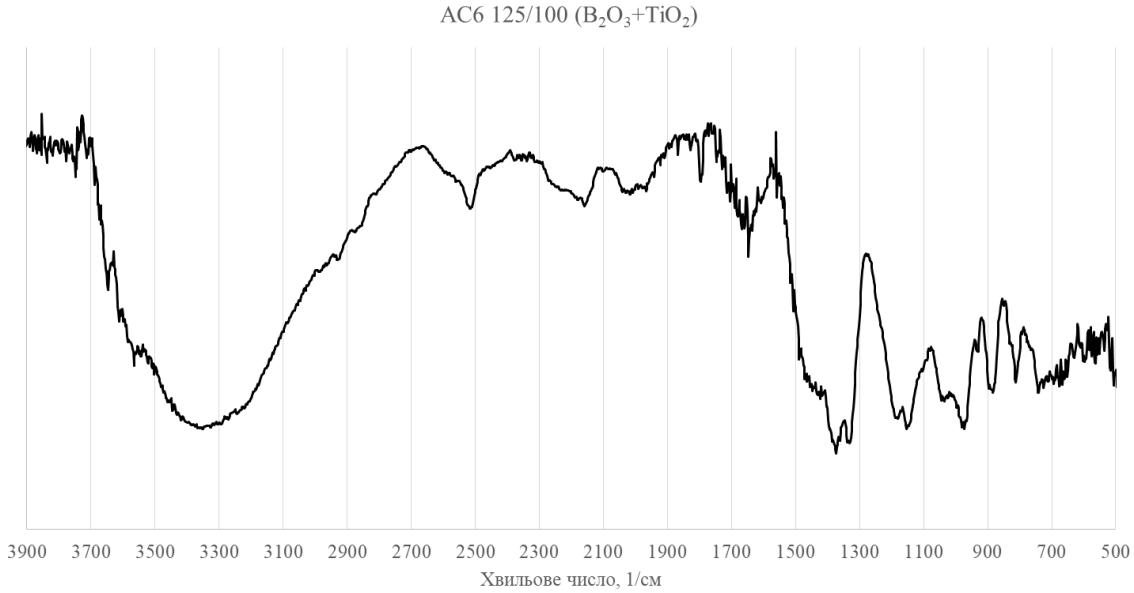


Рис. 9. ІЧ спектр дифузного відбиття від абразиву АС6 125/100 з покриттям B_2O_3+TiO_2.

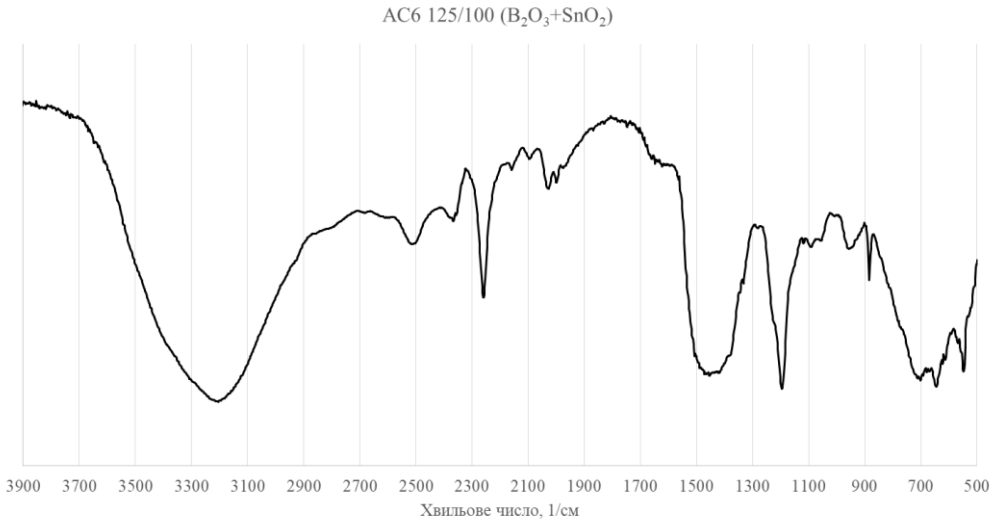


Рис. 10. ІЧ спектр дифузного відбиття від абразиву АС6 125/100 з покриттям B_2O_3+SnO_2.

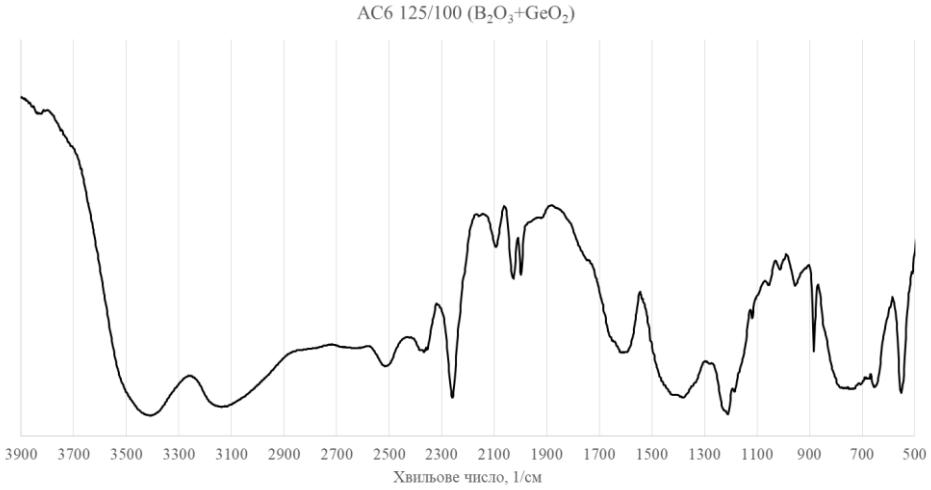


Рис. 11. ІЧ спектр дифузного відбиття від абразиву АС6 125/100 з покриттям B_2O_3+GeO_2.

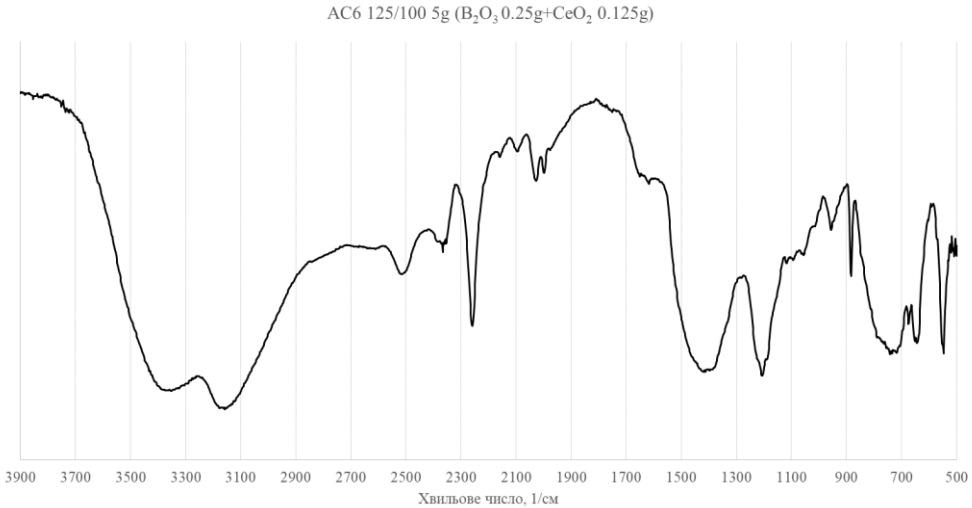


Рис. 12. ІЧ спектр дифузного відбиття від абразиву АС6 125/100 з покриттям B_2O_3+CeO_2.

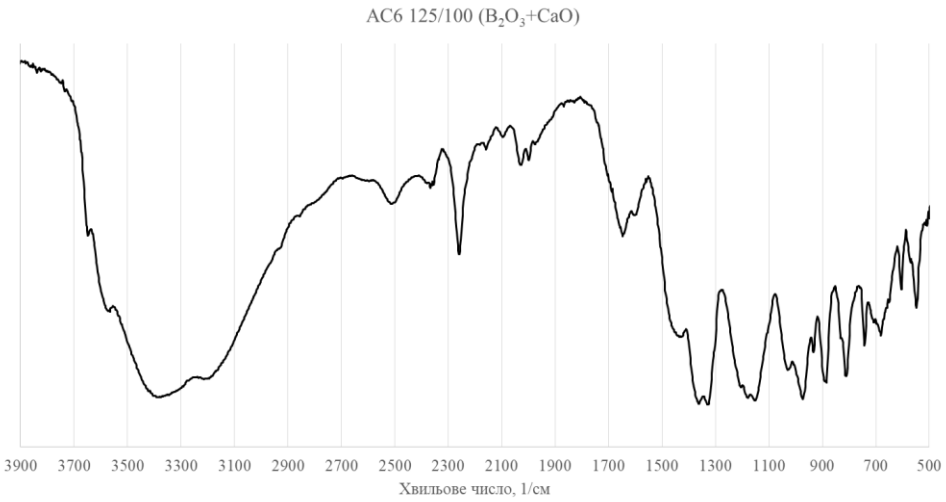


Рис. 13. ІЧ спектр дифузного відбиття від абразиву АС6 125/100 з покриттям B_2O_3+CaO.

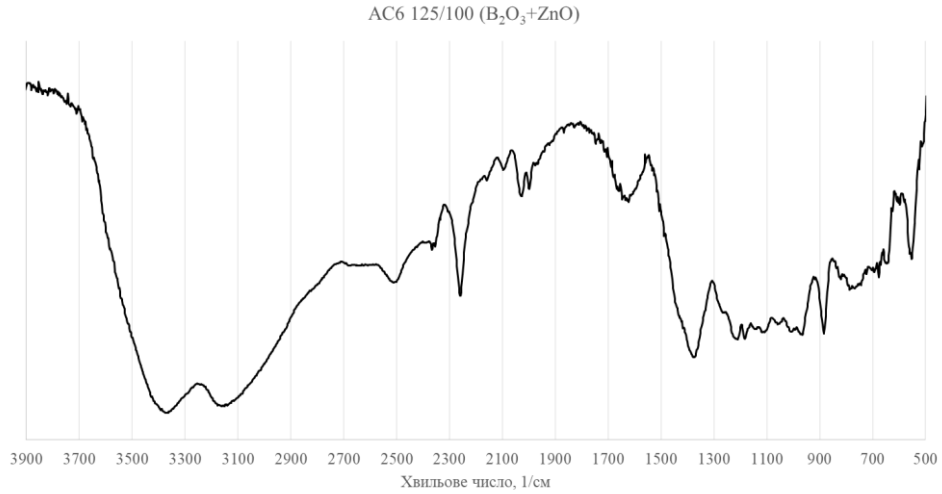


Рис. 14. ІЧ спектр дифузного відбиття від абразиву АС6 125/100 з покриттям B_2O_3+ZnO.

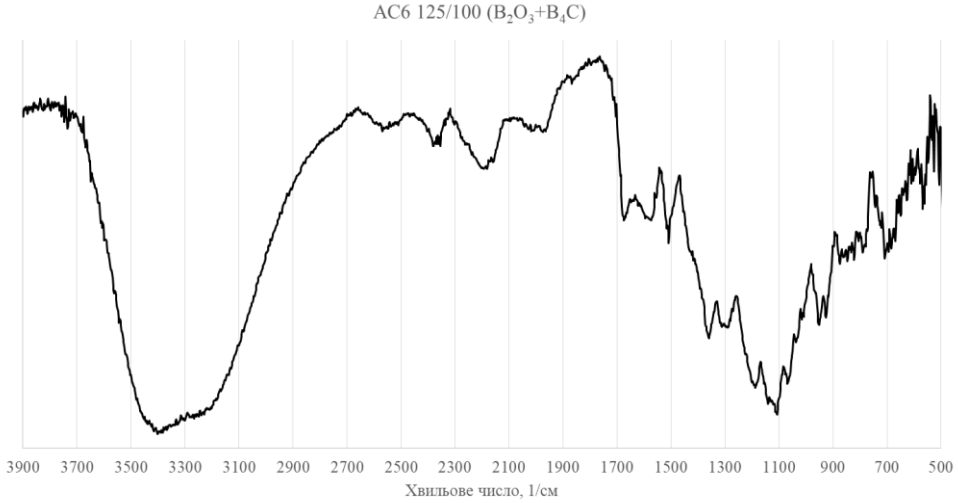


Рис. 15. ІЧ спектр дифузного відбиття від абразиву АС6 125/100 з покриттям B_2O_3+B_4C.

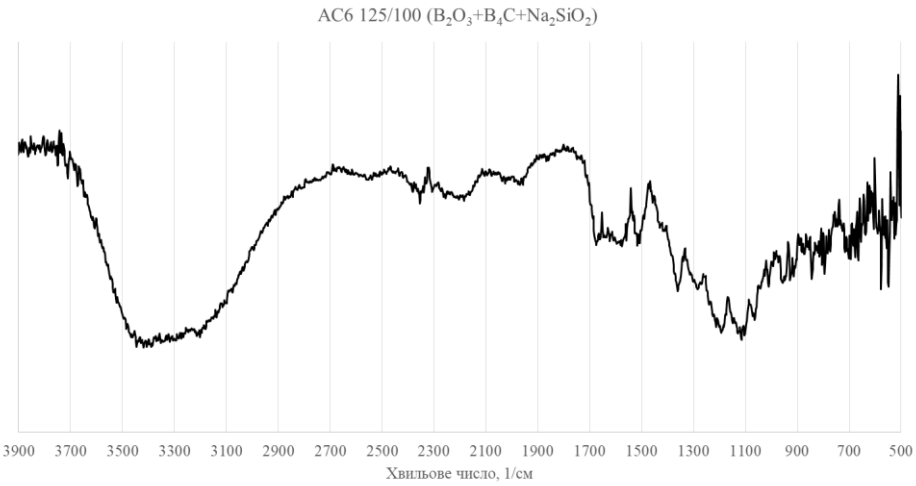


Рис. 16. ІЧ спектр дифузного відбиття від абразиву АС6 125/100 з покриттям B_2O_3+B_4C+Na_2SiO_2.

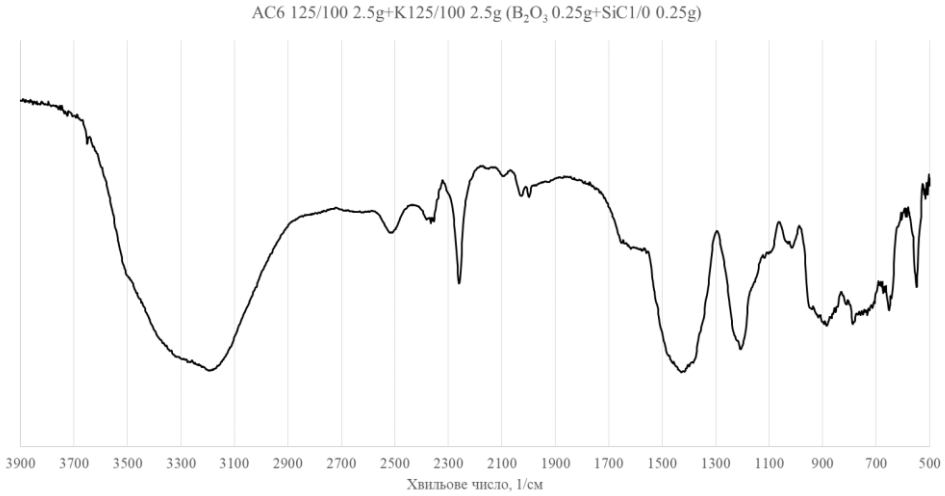


Рис. 17. ІЧ спектр дифузного відбиття від абразиву АС6 125/100 + $К_П$ 125/100 з покриттям B_2O_3+SiC 1/0.

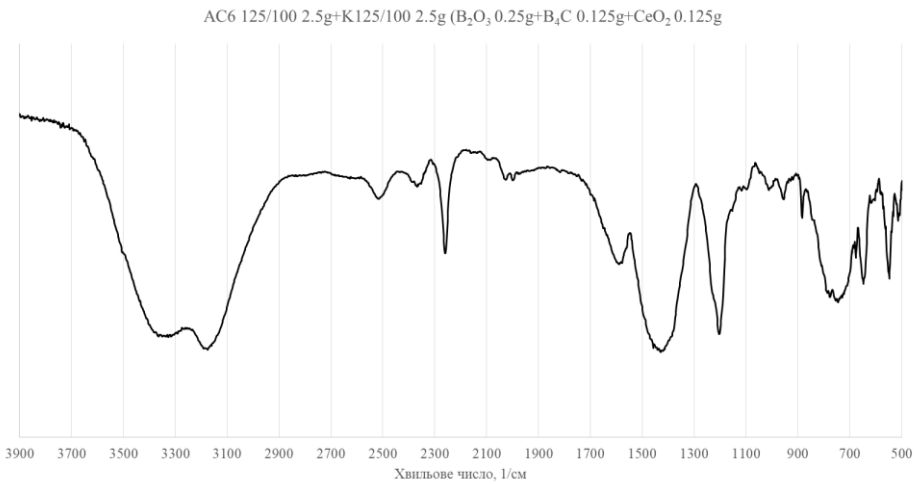


Рис. 18. ІЧ спектр дифузного відбиття від абразиву АС6 125/100 + $К_П$ 125/100 з покриттям B_2O_3+B_4C+CeO_2.

У спектрах всіх зразків спостерігаються смуги поглинання, притаманні синтетичному алмазу: коливання вуглецевої гратки 1800–2700 $см^{-1}$ та 1000–1450 $см^{-1}$ домішки азоту. У спектрі початкового порошку АС6 відсутня смуга поглинання 3107 $см^{-1}$, що вказує на відсутність водневих зв'язків (рис. 6). Наявність смуг поглинання азоту чітко відносить синтетичний алмаз до типу I. Піки при 1136 $см^{-1}$ та 1344 $см^{-1}$ є типовими для дисперсного одноатомного азоту в алмазі типу Ib. Поглинання при 1013, 1172 та 1330 $см^{-1}$ є типовими для «В-центрів» з 4 атомів азоту в алмазі типу IaB [9, 10]. Смуга поглинання при 1280 $см^{-1}$ відносить алмаз до типу IaA. Оскільки ця смуга пов'язана з А-центрованим дефектом (тобто, дефект складається з пари суміжних замінників атомів азоту в кристалічній решітці алмазу) [11].

У всіх зразках алмазного порошку після нанесення покриття на основі оксиду бору спостерігається наявність на поверхні гідроксильної функціональної групи, яка має характеристичні частоти коливань, що в першому наближенні мало залежать від того, до якої молекули вона належить: спирту, кислоти чи води. Основна мода таких коливань (валентне коливання О–Н) має дуже широкий частотний діапазон 3000–3700 $см^{-1}$ та характерні коливання зв'язкам В–О:

- Коливання згину зв'язку В–О–В реєструються на частоті ~790 $см^{-1}$.
- Пік в області ~1200 $см^{-1}$ відповідає за асиметричні валентні коливання зв'язку В–О в ортоборатній групі.
- Коливання розтягу зв'язку BO_3 в околі 1400 $см^{-1}$.

Виготовлено та проведено випробування виготовленого шліфувального інструменту на основі синтетичного алмазу з термостабільним зносостійким комбінованим оксидно-карбідним покриттям. З виготовленого інструменту було відібрано 6 шліфувальних кругів – з різальним шаром на основі сумішей шліфпорошків синтетичного алмазу та порошків з компактів та на основі мікропорошків cBN з термостабільними зносостійкими покриттями, зокрема:

- 1 круг: АС6 125/100 – покриття B_2O_3+TiO_2,
- 1 круг: АС6 125/100 – покриття B_2O_3+B_4C,
- 1 круг: АС6 125/100 – покриття B_2O_3+CeO_2;
- 1 круг: компакт 125/100 + АС6 125/100 – покриття B_2O_3+B_4C+CeO_2;
- 1 круг: АС6 125/100 + компакт 125/100 – покриття B_2O_3+SiC;
- а також вихідний круг АС6 125/100 без покриття алмазів.

Круги було випробувано при шліфуванні твердого сплаву Т15К6 з продуктивністю шліфування 200 та 400 $мм^3$/хв. Попередньо встановлено, що наявність у складі покриття двох оксидів є більш доцільною з точки зору підвищення зносостійкості кругів, причому суміш B_2O_3+TiO_2 є цікавою для зменшення шорсткості обробленої поверхні. Наявність композиційних шліфпорошків з покриттями в робочому шарі кругу є дискусійною і вимагає додаткового дослідження.

Висновки

1. Розроблено базову технологію фізико-хімічного складання комбінованих багатокомпонентних термостійких зносостійких покриттів на поверхні зерен шліфпорошків абразивного призначення.

2. Розроблено технологічний процес для формування покриття 2-х видів: з 2-х та з 3-х компонентів.

3. Виготовлено шліфпорошки (алмаз, cBN, композиційні порошки) з покриттям, до складу якого входять кисне- (B_2O_3, Al_2O_3, SiO_2, TiO_2, 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.

4. Визначено термостійкість та технологічні властивості досліджуваних зразків шліфпорошків – первинних та з нанесеним захисним покриттям.

5. Зразки шліфпорошків – первинних та з нанесеним комбінованим термостійким захисним покриттям – було досліджено методами сканувальної електронної мікроскопії, рентгенографії та ІЧ–спектроскопії.

6. Досліджено експлуатаційні характеристики інструменту – шліфувальних кругів – з різальним шаром на основі сумішей шліфпорошків синтетичного алмазу та порошків з компактів і на основі мікропорошків cBN з нанесеним термостабільним зносостійким покриттям різного складу. Встановлено, що у порівнянні із стандартним інструментом зносостійкість таких експериментальних кругів з покриттям підвищується в 1,5-2 рази, якість обробленої поверхні також підвищується.

V. Poltoratskiy, O. Bochechka, V. Lavrinenko, O. Leshchenko, V. Bilochenko, Ya. Silchenko, O. Pasichnyi, S. Lysovenko, S. Staryk, V. Bilorusets, V. Skriabin, V. Skriabin, O. Koshkin

ISM – V. Bakul Institute for Superhard Materials, National Academy of Sciences of Ukraine, 2, Avtozavodskaya Str., Kiev, 04074, Ukraine, e-mail: vg.poltoratsky@gmail.com;olesh@ism.kiev.ua

PHYSICAL AND CHEMICAL ASSEMBLY OF COMBINED MULTI-COMPONENT HEAT-RESISTANT AND WEAR-RESISTANT COATINGS ON THE SURFACE OF ABRASIVE GRINDING POWDER

The target of the study is to create a multi-component combined heat-resistant and wear-resistant coating of oxygen-, silicate- and carbide-containing substances (soluble oxides and silicates, insoluble oxides and carbides) on the grains of grinding powders by crystallization of soluble components from the solution in order to improve the performance of the tool.

The basic technology of sedimentation deposition (physical-chemical assembly) of combined heat-resistant and wear-resistant coatings on grinding powders (diamond, cBN, composite powders) has been developed. The coating consists of oxygen- (B_2O_3, Al_2O_3, SiO_2, TiO_2, 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 heat resistance and technological properties of the investigated samples of grinding powders, initial and with applied coating, were determined.

The results of using abrasive powders with such combined coatings in a grinding tool are presented.

***Key words**: grinding powders, synthetic diamond, cubic boron nitride (cBN), composite grinding powders, oxides, carbides, silicates, multi-component combined coatings, thermal stability, wear resistance, performance.*

Література

1. Лавріненко В.І., Полторацький В.Г., Скрябін В.В., Петасюк Г.А., Солод В.Ю., Кашинський І.С., Гумаров О.В. Сучасні розробки в нанесенні захисних оксидних покриттів на зерна шліфпорошків алмазів. *Інженерія поверхні та реновація виробів (М23-2)*: матеріали 23 Міжнародної науково-технічної конференції, 20–22 червня 2023 р., Київ. АТМ України, 2023. С. 43–46.
2. Лавріненко В.І., Полторацький В.Г., Скрябін В.В., Солод В.Ю., Кашинський І.С., Гумаров О.В. Сучасні розробки в нанесенні функціональних покриттів із наявністю борвмісних сполук на зерна шліфпорошків алмазів. *Комплексне забезпечення якості технологічних процесів та систем (КЗЯТПС – 2023)*: матеріали тез доповідей XIII Міжнародної науково-практичної конференції (Чернігів, 25–26 травня 2023 р.). Чернігів : НУ «Чернігівська політехніка», 2023. – С. 40–41.
3. Полторацький В.Г., Бочечка О.О., Лавріненко В.І., Лещенко О.В., Білоченко В.П., Сільченко Я.Л., Лисовенко С.О., Пасічний О.О., Ільницька Г.Д., Зайцева І.М. Формування термостабільних зносостійких покриттів на поверхні зерен

шліфпорошків з сумішей розчинних та нерозчинних кисне-, силікато- та карбідовмісних активованих компонентів. *Інструментальне матеріалознавство – Tooling Materials Science*. Зб. наук. пр. Вип. 25. Київ: ІНМ ім. В.Н. Бакуля НАН України, 2022. С. 192–199.

4. 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 – Tooling Materials Science.* Зб. наук. пр. Вип. 24. Київ: ІНМ ім. В.Н. Бакуля НАН України, 2021. С. 296–307.
5. 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. Вып. 22. Киев: ИСМ им. В.Н. Бакуля, НАН Украины, 2019. С. 317–327.
6. Технологічна інструкція ТІ 25000.00855. Формування комбінованих багатокомпонентних термостабільних зносостійких покриттів з суміші розчинних та нерозчинних речовин: оксидів, силікатів та карбідів на поверхні зерен шліфпорошків абразивного призначення. ІНМ ім. В.Н. Бакуля НАН України, 2022. 10 с.
7. 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.
8. 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.
9. Thongnopkun P., Ekgasit S. FT-IR Spectra of faceted diamonds and diamond simulants. Diamond & Related Materials. 2005. Vol.14. P. 1592–1599.
10. Iakoubovskii K., Adiaenssens G.J. Diamond & Related Materials. 2002. Vol.11. P. 125.
11. Properties of natural and synthetic diamond / J. E. Field (Ed.). London: Academic Press, 1992. XIV. 710 p.

Надійшла 03.07.23

References

1. Lavrinenko, V.I., Poltoratskiy, V.G., Skriabin V.V., et al. (2023). Suchasni rozrobky v nanesenni zahysnyh oksydnyh pokryttiv na zerna shlifporoshkiv almaziv [Modern developments in the application of protective oxide coatings of the grains of diamond grinding powders]. *Inzheneriia poverkhni ta renovatsiia vyrobiv – Surface engineering and renovation of products.* (s. 43–46). ATM Ukrainy [in Ukrainian].
2. Lavrinenko, V.I., Poltoratskiy, V.G., Skriabin V.V., et al. (2023). Suchasni rozrobky v nanesenni funktsionalnyh pokryttiv iz naiavnistiu borvmisnyh spoluk na zerna shlifporoshkiv almaziv [Modern developments in the application of functional coatings with the presence of boron-containing compounds on the grains of diamond grinding powders.]. *Kompleksne zabezpechennia yakosti tekhnolohichnykh protsesiv ta system (KZYaTPS – 2023) – Comprehensive quality assurance of technological processes and systems (KZYaTPS – 2023).* (s. 40–41) Chernihiv Polytechnic University. [in Ukrainian].

3. Poltoratskiy, V.G., Bochechka, O.O., Lavrinenko, V.I., et al. (2022). Formuvannia termostabilnykh znosostiikykh pokryttiv na poverhni zeren shlifporoshkiv z sumishei rozchynnyh ta nerozchynnykh kysne-, sylikato- ta karbidovmisnykh aktyvovanykh komponentiv [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]. *Instrumentalne materialoznavstvo – Tooling Materials Science.* (25nd Issue, p. 192–199). ISM im. V.N. Bakulia NAN Ukrainy [in Ukrainian].
4. Poltoratskiy, V.G., Bochechka, O.O., Lavrinenko, V.I., et al. (2021). Formuvannia kombinovanoho bahatokomponentnoho termostabilnoho pokryttia na poverhni 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,* (24nd Issue, p. 296–307). ISM im. V.N. Bakulia NAN Ukrainy [in Ukrainian].
5. Poltoratskiy, V.G., Bochechka, O.O., Lavrinenko, V.I., et al. (2019). Modifitsirovanie shlifporoshkov sinteticheskogo almaza i kompaktov na osnove mikroporoshkov cBN termostoikimi oksidami i hloridami metodom zhidkofaznogo 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.* (22nd Issue, p. 317–327). ISM im. V.N. Bakulia NAN Ukrainy [in Russian].
6. INM im. V.N. Bakulia NAN Ukrainy. (2022). *Formuvannia kombinovanykh bahatokomponentnykh termostabilnykh znosostiikykh pokryttiv z sumishi rozchynnykh ta nerozchynnykh rechovyn: oksydiv, sylikativ ta karbidiv na poverkhni zeren shlifporoshkiv abrazyvnoho pryznachennia [Formation of combined multicomponent thermostable wear-resistant coatings from a mixture of soluble and insoluble substances: oxides, silicates and carbides on the surface of abrasive grinding powders grains]*. (Tekhnolohichna instruktsiia TI 25000.00855). [in Ukrainian].
7. 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.
8. 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.
9. Thongnopkun, P., Ekgasit, S. (2005). FT-IR Spectra of faceted diamonds and diamond simulants. *Diamond & Related Materials*, *14*, 1592–1599.
10. Akoubovskii, K., Adiaenssens, G.J. (2002). *Diamond & Related Materials*, *11,* 125.
11. Field, J.E. (Ed.). (1992). *Properties of natural and synthetic diamond*. Academic Press,

УДК 621.921.34 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-195-203

Г. Д. Ільницька, канд. техн. наук; **В. І. Лавріненко,** д-р техн. наук;
О. Б. Логінова, д-р хім. наук**, В. В. Смоквина, О. М. Соколов, С. П. Старик, 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

ПІДВИЩЕННЯ ЕФЕКТИВНОСТІ РОЗДІЛЕННЯ ЗА ДЕФЕКТНІСТЮ ПОВЕРХНІ ШЛІФПОРОШКІВ АЛМАЗУ У ВОДНОМУ СЕРЕДОВИЩІ

Розглянуто можливості підвищення ефективності розділення за дефектністю поверхні шліфпорошків алмазу у водному середовищі. Дослідження проводили на алмазах марки АС20 зернистості 200/160. 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 слаболужному водному 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 розділяли 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.

Проведені дослідження показали, що у слаболужному розчині тверді металеві частки вступають у взаємодію з утворенням гідрату окису металів заліза, які осідають на поверхні зерен алмазу в першу чергу на активованих центрах, які на зернах алмазу з'являються на виступах, де накопичується максимум дислокацій, що сприяє селективному закріпленню металевих частинок на дефектних ділянках поверхні зерен алмазу і після сушки порошку алмаза із закріпленням на поверхні зерен твердих металевих частинок забезпечує посилення та створення набутих магнітних властивостей для наступного поділу у магнітному полі на фракції алмазів з різними магнітними властивостями, які відрізняються між собою.

Встановлено, що за результатами адгезійно-магнітного розділення вихідних алмазів марки АС20 зернистості 200/160, отриманих в системі Ni-Mn-C, було отримано порошки, які за коефіцієнтом поверхневої активності K_a, відрізняються між собою від 0,59 до 1,34 %, що забезпечує виділення із вихідних алмазів шліфпорошків 14,8 % алмазів марки АС50 з однорідністю за міцністю в 1,9 разів вище за однорідність вихідних порошків.

Ключові слова: *характеристики міцності синтетичних алмазів, однорідність шліфпорошків алмазу за міцністю, розділення за величиною дефектності поверхні.*

Вступ

Для розвитку машинобудівної галузі важливим напрямком є застосування ефективних абразивних інструментів на основі синтетичних алмазів. При алмазно-абразивній обробці поверхні деталей на ефективність роботи шліфувального інструменту впливають характеристики алмазних порошків, які формуються в процесі синтезу алмазу, сортування та класифікації. Шліфпорошки синтетичного алмазу низькоміцних марок АС6–АС20 широко застосовуються при обробці твердого сплаву, кераміки, скла та інших крихких матеріалів. Одним з найважливіших шляхів досягнення збільшення зносостійкості алмазного інструменту є підвищення однорідності за міцністю алмазних порошків, які застосовують в алмазному інструменті [1, 2].

Зростання кристалів алмазу під час синтезу супроводжується утворенням поверхні кристалів, тобто кордону твердого тіла з навколишнім середовищем. Загальною термодинамічною властивістю поверхні є надмірність поверхневої енергії по відношенню до

обсягу і наявність поверхневого натягу, що впливає на кристалізацію алмазів і реконструкцію поверхні. При цьому створюються кристали алмаза з різною поверхнею від атомногладкої до розвиненої дефектної. Дефекти поверхні кристалів алмаза мають підвищену хімічну активність і впливають на характеристики міцності кристала.

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) [3-5].

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 розділення зернистого матеріалу за дефектністю поверхні зерен у повітряному середовищі, які передбачають попередню обробку шляхом вибіркового нанесення на дефектні ділянки поверхонь тонкодисперних металевих (феромагнітних або електропровідних) частинок з розміром не більше 1000 нм, що забезпечують наступне розділення у силовому полі (відповідно магнітному або у електричному полі різної напруженості) на фракції з різним рівнем дефектності поверхні, що сприяє розділенню за міцністю [6, 7]. При цьому недостатньо висока селективність закріплення тонкодисперних металевих частинок на дефектні ділянки поверхонь зерен алмазу з розвиненою дефектною поверхнею. Це призводить до зниження ефективності розділення зерен алмазу, на яких закріплені феромагнітні або електропровідні частинки у магнітному або електричному полях, на що вказує досить низька однорідність за міцністю отриманих після розділення на фракції порошків зернистого матеріалу.

При синтезі через варіювання концентрацією розчину і його складом 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. Для досягнення високої ефективності процесу розділення порошків зерен алмазу за дефектністю поверхні, що забезпечував би розділення зернистого матеріалу за міцністю, необхідно зростання селективності закріплення металевих частинок феромагнітного або електропровідного порошку на поверхні цих порошків з метою створення набутих властивостей, які забезпечують наступне розділення у відповідних силових полях.

Для підвищення ефективності розділення зернистого матеріалу за дефектністю поверхні і міцністю зерен нанесення металевих частинок здійснювали в рідкому середовищі, що забезпечує більш високу вибірковість закріплення частинок поверхні тому, що адгезійна сила прилипання частинок у рідкому середовищі значно менша, ніж у повітряному. Такий спосіб дозволяє вибірково закріпитися і утримуватися на розвиненій дефектній поверхні зерен надтвердих матеріалів меншій кількості частинок, які створюють набуті властивості, що дозволяє проводити більш ефективне сортування зернистих порошків у відповідних полях, магнітних або електричних різної напруженості. Це відбувається тому, що на розвиненій дефектній поверхні зерен порошку надтвердих матеріалів 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 [7].

При нанесенні феромагнітного або електропровідного тонкодисперсного металевого порошку з розмірами частинок не більше 1000 нм, частинки якого в водному середовищі доволі швидко опускаються на дно ємкості, де відбувається нанесення. В даному випадку для підвищення агрегатованої стійкості дисперсної системи – суспензії твердих металевих часток у водному розчині – можна додавати речовини-стабілізатори, які сприяють зниженню міжфазного натягу між металевими частками. При цьому вільна енергія системи знижується і, відповідно, вищою стає її агрегатна стійкість, тобто металеві частинки менше злипаються,

що значно сприяє адсорбуванню окремих металевих часток на поверхні зерен алмазу. Дисперсні системи, які містять стабілізатор, можуть існувати більш тривалий час, що забезпечує більше посилення взаємодії металевих частинок з поверхнею зерен алмазу [8].

Тому метою цієї роботи було дослідження підвищення ефективності нанесення у водному середовищі металевих частинок на поверхню зерен шліфпорошків алмазу для проведення подальшого розділення цих зерен за дефектністю їх поверхні.

Вихідні матеріали та експериментальні методи

Дослідження проводили на шліфпорошках алмазу марки АС20 зернистості 200/160, синтезованих в системі Ni–Mn–C. Нанесення на дефектні ділянки поверхонь зерен тонкодисперних феромагнітних частинок з розміром часток менше 1000 нм з концентрацією цих часток 2,5 ± 0,1% проводили в водному середовищі при постійному перемішуванні протягом 25±2 хв.

Для створення сприятливих умов при нанесенні твердих металевих частинок у водному середовищі використовували стабілізатори у вигляді гідроксидів натрію або калію. Були проведені експерименти для визначення pH водних розчинів, температури водного середовища та тривалості часу нанесення тонкодисперних металевих частинок на поверхню зерен алмаза для створення повільного руху металевих частинок у ємкості для нанесення металевих частинок на поверхню зерен алмазу та збільшення тривалості часу осадження цих частинок на дно ємкості і зростання кількості контактів цих частинок з поверхнею зерен алмаза. Обґрунтування відібраних параметрів виконувалось при аналізі даних розподілу порошків алмазу марки АС20 зернистості 200/160. Вимірювання pH водного розчину проводили за допомогою пристрою *ADWA AD11*. Порівняння проводили за зміною середніх значень коефіцієнта поверхневої активності $К_а$ та коефіцієнта однорідності за міцністю $К_{одн.міц.}$.

Після проведення операції нанесення воду із частинками порошку заліза, що не закріпилися, зливали, а порошок алмазу із частками заліза, що закріпилися на поверхні зерен, висушували, а потім розділяли 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 М88 України 90.258-2004 «Методика визначення коефіцієнта поверхневої активності» [9]. Міцність – у вигляді показника міцності при статичному стисненні за методикою ДСТУ 3292 [10]. Однорідність алмазів за міцністю ($К_{одн.міц.}$) оцінювали за методикою М 28.5-271:2008. Методика аналитической оценки прочности зерен порошков сверхтвердых материалов (СТМ) [11].

Результати експериментів та їх обговорення

Для створення сприятливих умов при нанесенні твердих металевих часток у водному середовищі необхідно, щоб pH водного розчину була більше 7 (нейтральний розчин), але не більше 9, коли в лужному розчині металеві частинки дуже повільно рухаються, що сповільнює процес створення контактів цих часток з поверхнею зерен алмаза.

Результати адгезійно-магнітного сортування алмазів марки АС20 зернистості 200/160 у водному середовищі з різним pH розчину наведені у табл. 1.

Таблиця 1. Результати адгезійно-магнітного сортування алмазів марки АС20 зернистості 200/160 у водному середовищі з різним pH розчину

Значення pH розчину	Середнє значення		Характеристика водного середовища
	$К_а$, %	$К_{одн.міц.}$, %	
7,0	1,01	38,0	нейтральний розчин при pH= 7
7,5	0,97	40,5	слаболужний розчин при pH від 7,5 до 9,5
8,0	0,90	49,0	
9,0	0,95	48,1	
9,5	0,93	44,6	
10,0	0,91	35,7	лужний розчин при pH ≥ 10

Як видно з табл. 1, для створення сприятливих умов при нанесенні твердих металевих частинок у водному середовищі необхідно, щоб pH водного розчину була більше 7 (нейтральний розчин), але не більше 9,5, коли в лужному розчині металеві частинки дуже повільно рухаються, що сповільнює процес створення контактів цих частинок з поверхнею зерен алмаза.

У слаболужному розчині тверді металеві частинки вступають у взаємодію з утворенням гідрату окису металів заліза або міді, які осідають на поверхні зерен алмазу в першу чергу на активованих центрах, які на зернах алмазу з'являються на виступах, де накопичується максимум дислокацій, що сприяє селективному закріпленню металевих частинок на дефектних ділянках поверхні зерен алмазу і після сушки порошку алмаза із закріпленням на поверхні зерен твердих металевих частинок забезпечує посилення та створення набутих магнітних або електропровідних властивостей для наступного розділення у відповідних силових полях на фракції алмазів з різними магнітними або електропровідними властивостями.

Зростанню ефективності закріплення феромагнітних або електропровідних частинок сприяє постійне перемішування з використанням, наприклад, змішуючих пристроїв типу магнітних перемішувачів. При постійному перемішуванні збільшується кількість зіткнень феромагнітних або електропровідних частинок із твердою поверхнею зернового матеріалу. При цьому підвищення температури рідкого середовища, в якому відбувається нанесення частинок на поверхню твердих тіл, від 30°С але не вище 50°С, прискорює процес і сприяє підвищенню ефективності закріплення частинок (табл. 2).

Таблиця 2. Результати адгезійно-магнітного сортування алмазів марки АС20 зернистості 200/160 при різній температурі водного середовища

Температура водного середовища °С	Середні значення	
	$К_а$, %	$К_{одн.міц.}$, %
кімнатна температура	1,01	38,0
30	0,97	42,0
40	0,90	49,0
50	0,87	46,1
55	0,88	47,7
60	0,89	46,4

Дані табл. 2 свідчать, що підвищення температури водного середовища, при якій відбувається нанесення тонкодисперсних твердих металевих частинок на поверхню зерен

алмаза, від 30 до 50 °С, сприяє ефективності розділення; зростання температури вище 50°С не має сенсу тому, що це не призводить до підвищення ефективності розділення.

Таблиця 3. Результати адгезійно-магнітного сортування алмазів марки АС20 зернистості 200/160 при різній тривалості часу нанесення тонкодисперних металевих частинок на поверхню зерен алмаза

Тривалість часу нанесення металевих частинок на поверхню зерен алмаза, хв	Середнє значення	
	$К_а$, %	$К_{одн.міц.}$, %
5	0,85	42,3
15	0,87	47,3
25	0,90	49,0
30	0,89	48,1
35	0,88	49,6
40	0,89	49,7

Дані табл. 3 вказують, що підвищення тривалості нанесення тонкодисперних металевих частинок на поверхню зерен алмаза до 30 хв сприяє ефективності розділення. Зростання тривалості більше 30 хв не має сенсу тому, що не сприяє подальшому підвищенню ефективності розділення.

З використанням досліджених параметрів сприятливих умов нанесення частинок металевого порошку було проведено адгезійно-магнітне розділення шліфпорошків алмазу марки АС20 зернистості 200/160 з використанням феромагнітного тонкодисперсного порошку заліза (рис. 1). Перед проведенням розділення на алмазний порошок виконували нанесення на дефектні ділянки поверхонь зерен тонкодисперних електропровідних часток заліза з розміром частинок менше 1000 нм з концентрацією цих часток 2,5 ± 0,1% в слаболужному водному середовищі з pH=8 при постійному перемішуванні при температурі 40±3 °С протягом 25±2 хв. Після проведення операції нанесення воду із частками порошку заліза, що не закріпилися, зливали, а порошок алмазу із частками заліза, що закріпилися на поверхні зерен, висушували, а потім розділення порошку алмаза з частками заліза на його поверхні проводили в магнітному полі на електромагнітному сепараторі 138 Т при напруженості від 5 до 20 А/м з отриманням також

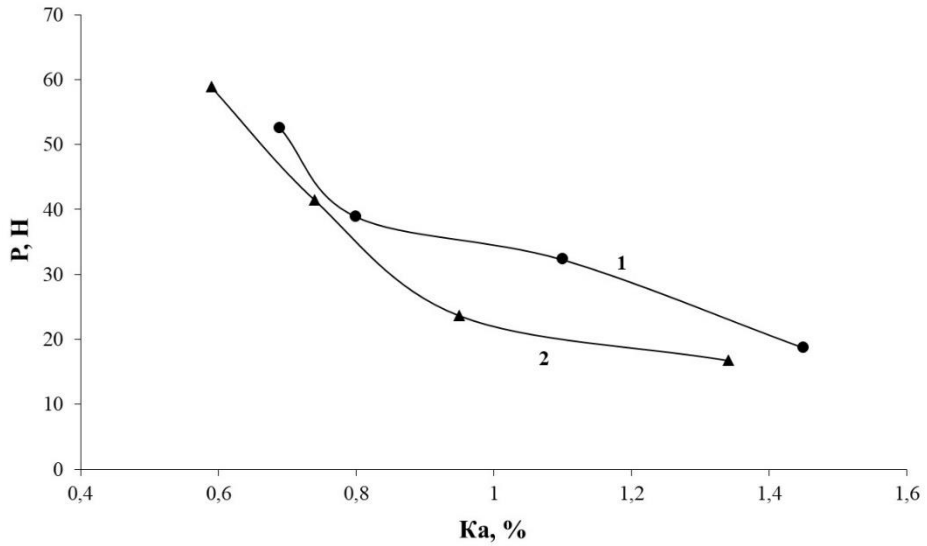


Рис. 1. Зміна міцності шліфпорошків алмазу від дефектності їх поверхні при нанесенні феромагнітних частинок заліза: 1 – у нейтральному середовищі; 2 – у слаболужному середовищі

чотирьох фракцій розділення порошків алмазу з різною дефектністю поверхні та міцністю і з високою однорідністю за міцністю.

Для кожної окремої фракції визначали вихід в %, дефектність поверхні, міцність; дефектність поверхні оцінювали у вигляді коефіцієнта поверхневої активності $К_а$, % [9], міцність у вигляді показника міцності при статичному стисненні (Р, Н) [10], однорідність алмазів за міцністю ($К_{одн.міц., \%}$) [11].

За таких же умов виконували сортування шліфпорошків алмазу марки АС20 зернистості 200/160 у нейтральному водному середовищі з pH=7.

За результатами розділення вихідних алмазів марки АС20 зернистості 200/160 після нанесення на їх поверхню феромагнітних частинок заліза у нейтральному водному середовищі отримали шліфпорошки алмазу, які за коефіцієнтом поверхневої активності $К_а$, відрізняються між собою від 0,69 до 1,45 %, при цьому середнє значення $К_а$ склало 1,01 % (рис. 1, крива 1). У слаболужному водному розчині було отримано порошки, які за коефіцієнтом поверхневої активності $К_а$, відрізняються між собою від 0,59 до 1,34 %, при цьому середнє значення $К_а$ склало 0,90 % (рис. 1, крива 2).

Оскільки нанесення металевих феромагнітних частинок здійснюється у водному середовищі з pH 8 (слаболужному розчині) з концентрацією феромагнітних або електропровідних часток від 0,5 до 5,0 %, при постійному перемішуванні при температурі від 30 до 50 °С, забезпечується більш висока вибірковість закріплення частинок на поверхні. Це дозволяє селективно закріпитися й утримуватися на розвиненій дефектній поверхні зерен алмазу меншій кількості частинок, що створює набуті властивості і дозволяє виконувати більш ефективне розділення порошків алмазу у магнітному полі різної напруженості.

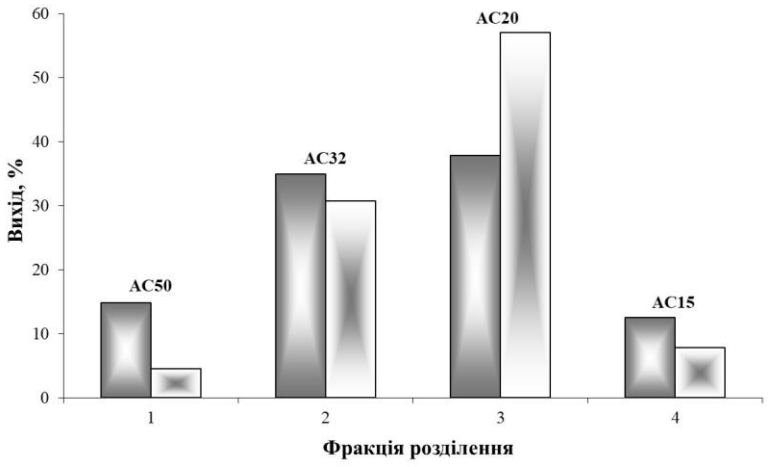
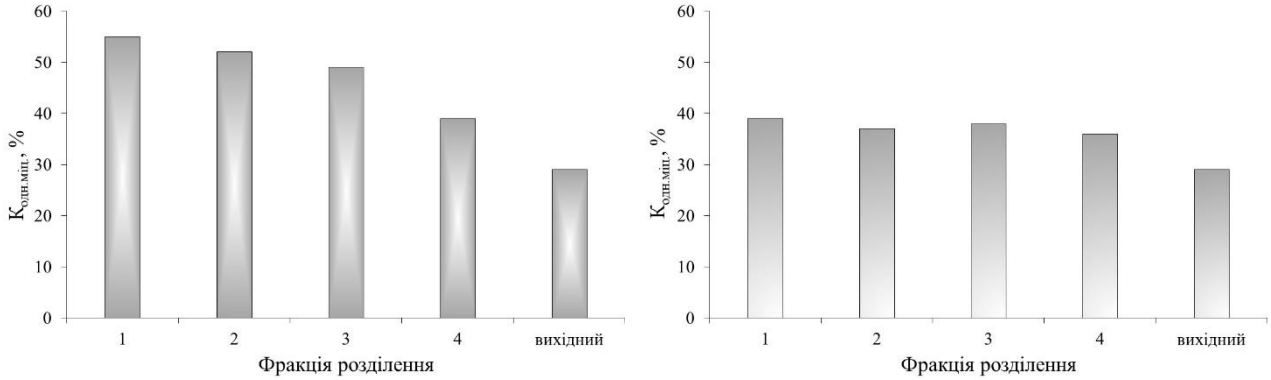


Рис. 2. Вихід шліфпорошків алмазу марок АС50, АС32, АС20 та АС15 після адгезійно-магнітного розділення при нанесенні феромагнітних частинок заліза: 1 – у нейтральному середовищі; 2 – у слаболужному середовищі.

Розділення вихідних шліфпорошків алмазу марки АС20 зернистості 200/160 у водному слаболужному розчині забезпечує виділення із вихідних алмазів шліфпорошків 14,8 % алмазів марки АС50, а в нейтральному середовищі тільки 4,5 % (рис. 2).

З рис. 2 випливає, що після адгезійно-магнітного розділення при нанесенні феромагнітних частинок заліза на поверхню зерен алмазу у слаболужному середовищі отримано шліфпорошки алмазу марки АС50 у 3,3 рази більше, ніж при нанесенні у нейтральному середовищі; при цьому вихід алмазів низькоміцної марки АС15 склав 12,5 %, що в 1,6 разів більше, ніж при нанесенні у нейтральному середовищі, що свідчить про більш високу селективність розділення зерен алмазу після нанесення на їх поверхню феромагнітних частинок заліза.

На рис. 3 наведені значення однорідності за міцністю шліфпорошків алмазу після адгезійно-магнітного розділення при нанесенні феромагнітних частинок заліза у слаболужному середовищі (3, *а*) та у нейтральному середовищі (3, *б*).



а *б*

Рис. 3. Однорідність за міцністю шліфпорошків алмазу після адгезійно-магнітного розділення при нанесенні феромагнітних частинок заліза у слаболужному середовищі (а) та у нейтральному середовищі (б)

З рис. 3 видно, що за значеннями однорідності за міцністю шліфпорошки алмазу після адгезійно-магнітного розділення при нанесенні феромагнітних частинок заліза у слаболужному середовищі відрізняються від однорідності вихідних порошків у 1,9–1,3 рази, а при нанесенні у нейтральному середовищі приблизно у 1,3 рази.

Таким чином, завдяки проведенню нанесення феромагнітних частинок тонкодисперсного металевого порошку у слаболужному розчині водного середовища досягається вибіркове закріплення таких частинок на розвиненій дефектній поверхні зерен алмазу, що сприяє підвищенню ефективності розділення порошків алмазу у магнітному полі різної напруженості, і як наслідок, підвищенню селективності розділення на фракції зернистого матеріалу, міцності отриманого зернистого матеріалу та його однорідності за міцністю, що значно розширює технологічні можливості процесу.

Висновки

Встановлено, що виготовлення шліфпорошків алмазу, який передбачає попередню обробку шляхом нанесення на дефектні ділянки поверхонь зерен феромагнітних частинок розміром менше 1000 нм у слаболужному водному середовищі з pH 7,5–9,5 з концентрацією цих частинок від 0,5 до 5,0 % при постійному перемішуванні при температурі від 30 до 50 °С протягом не більше 30 хв. за результатами адгезійно-магнітного розділення вихідних алмазів марки АС20 зернистості 200/160, отриманих в системі Ni–Mn–C, було отримано порошки, які за коефіцієнтом поверхневої активності $К_а$, відрізняються між собою від 0,59 до 1,34 %, що забезпечує виділення із вихідних алмазів шліфпорошків 14,8 % алмазів марки АС50 з однорідністю за міцністю в 1,9 разів вище за однорідність вихідних порошків.

H. Ilnytska, V. Lavrinenko, O. Loginova, V. Smokvyna,
O. Sokolov, S. Staryk, I. Zaitseva, A. Zakora, V. Tymoshenko, L. Kotynska, T. Kosenchuk

V. Bakul Institute for Superhard Materials of the National Academy of Sciences of Ukraine,
e-mail: izaitseva@ukr.net

INCREASING THE EFFICIENCY OF SEPARATION ACCORDING TO THE DEFECTIVENESS OF THE SURFACE OF DIAMOND GRINDING POWDERS IN AN AQUEOUS MEDIUM

The possibilities of increasing the efficiency of separation according to the defectiveness of the surface of diamond grinding powders in an aqueous medium are considered. The study was carried out on diamonds of grade AC20, grain size 200/160. Application of finely dispersed ferromagnetic particles with a particle size of less than 1000 nm with a concentration of these particles of 2.5 ± 0.1% to defective areas of grain surfaces

was carried out in a weakly alkaline aqueous medium with constant stirring for 25 ± 2 min. After application, the water with non-fixed iron powder particles was poured off, and the diamond powder with iron particles fixed on the surface of the grains was dried and then separated in a magnetic field on a 138 T electromagnetic separator at a strength of 5 to 20 A/m to obtain four fractions.

The studies performed have shown that in a weakly alkaline solution, solid metal particles interact with the formation of oxide hydrate of iron metals, which are deposited on the surface of diamond grains, primarily on activated centers, which appear on diamond grains protrusions where a maximum of dislocations accumulate. After drying, the diamond powder with solid metal particles fixed on the surface of the grains provides enhancement and creation of acquired magnetic properties for subsequent separation in a magnetic field into diamond fractions with different magnetic properties.

It has been established that according to the results of the adhesion-magnetic distribution of the initial diamonds of grade AC20 with a grain size of 200/160, obtained in the Ni-Mn-C system, powders were obtained, which, according to the coefficient of surface activity Ka, differ from each other from 0.59 to 1.34%, which provides the separation from the initial diamond grinding powders of 14.8% of AC50 diamonds with strength homogeneity of diamond grinders powders 1.9 times higher than the homogeneity of the initial powders.

Key words: *strength characteristics of synthetic diamonds, strength homogeneity of diamond grinding powders, distribution by surface imperfection value.*

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. Prikhna T.O., Ilnytska H.D., Lavrinenko V.I., Zaitseva I.N., Sheiko M.N., Smokvyna V.V., Tymoshenko V.V. *Improvement of Physical and Mechanical Characteristics of Synthetic Diamond Powders Synthesized from Ferroalloys for Increasing the Wear Resistance of the Diamond Dressing Tool* // Journal of Superhard Materials, 2022, Vol. 44, N 2. P. 139–150.
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. Спосіб розподілу зернистого матеріалу за дефектністю поверхні зерен: пат. 25515 Україна: B03C 7/00, B03C 1/00. № u200703803; заявл. 05.04.2007; опубл. 10.08.2007, Бюл. № 12. 4 с.
6. Спосіб розподілу зернистого матеріалу за дефектністю поверхні зерен: пат. 65128 Україна: B03C 7/00, B03C 1/00 № u200703805; Заявл. 12.01.2009; Опубл.12.01.2009, Бюл. № 1. 4 с
7. Спосіб розподілу зернистого матеріалу за дефектністю поверхні зерен: пат. 85284 Україна: B03C 7/00, B03C 1/00 № u2003065195; Заявл. 05.06.2003, Опубл.15.03.2004, Бюл. № 3.
8. Фізична та колоїдна хімія. Навч. пос. под ред. А.І. Костржицького. 2008. К.: «Центр учбової літератури»: *Поверневі явища та адсорбційні рівноваги* (с. 270-287) та *Агрегативна стійкість та коагуляція дисперсних систем* (с. 371-387).
9. М 88 Украины 90.258–2004. Методика определения коэффициента поверхностной активности порошков сверхтвердых материалов (СТМ). К.: ИСМ НАН Украины, 2004. 11 с.
10. ДСТУ 3292–95. Порошки алмазные синтетические. Общие технические условия. Введ. 01.01.96. К.: Госстандарт Украины, 1995. 71 с.

11. М 28.5–272:2008 «Методика аналитической оценки прочностных характеристик шлифпорошков сверхтвердых материалов (СТМ). К: ИСМ НАН Украины, 2008. 14 с.

Надійшла 22.07.2023

References

1. Novikov, N. V. (Ed.). (2004). *Sverkhtverdyie materialy. Polucheniie i primeneniie [Superhard materials. Obtaining and applying]. (2004). N. V. Novikova (Ed.) Vol. 2. Struktura i svoistva STM. Metody issledovaniia [Structure and properties of STM. Research methods]*. 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]*. INM im. V. M. Bakulia NAN Ukrainy [in Ukrainian].
3. Prikhna T.O., Ilnytska H.D., Lavrinenko V.I., et al. (2022). Improvement of Physical and Mechanical Characteristics of Synthetic Diamond Powders Synthesized from Ferroalloys for Increasing the Wear Resistance of the Diamond Dressing Tool. *J. Superhard Materials, 44*(2), 139–150.
4. Ilnitskaia, G. D. (2007). Vliianiie struktury kristallov almaza na fiziko-mekhanicheskiie svoistva 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*. INM NAN Ukrainy, 189–196 [in Russian].
5. Novikov, M. V., Bohatyrova, H. P., Nevstruiev, H. F., & Ilnytska, H. D. (2007). *Patent of Ukraine № 25515. МПК B03C 7/00, B03C 1/00. Sposib rozpodilu zernystoho materialu za defektnistiu poverkhni Zeren [The method of distribution of granular material according to grain surface defects]* (Patent Ukrainy № 25515).
6. Novikov, M. V., Ilnytska, H. D., Bogatyreva, G. P., & Nevstruev, G. F. (2009). *Sposib rozpodilu zernystoho materialu za defektnistiu poverkhni Zeren [The method of distribution of granular material according to grain surface defects]*. (Patent Ukrainy № 65128).
7. Novikov, M. V., Bogatyreva, G. P., Nevstruev, G. F., & Ilnytska, H. D. (2004). *Sposib rozpodilu zernystoho materialu za defektnistiu poverkhni Zeren [The method of distribution of granular material according to grain surface defects]*. (Patent of Ukraine 85284).
8. Kostrzhytskyi A. I. (Ed.) Fizicha i koloidna chimia [Physical and colloidal chemistr] (2008). Poverkhnevi yavyshcha ta adsorbtsiini rivnovahy [Surface phenomena and adsorption equilibria], 270-287; Ahrehatyvna stiikist ta koahuliatsiia dyspersnykh system [Aggregative stability and coagulation of dispersed systems], 371-387. Tsentr uchbovoi literatury [in Russian].
9. ISM im. V.N. Bakulia NAN Ukrainy. (2004). *Metodika opredeleniia koeffitsienta poverkhnostnoi aktivnosti poroshkov sverkhtverdykh materialov (STM) [Method for determining the surface activity coefficient of superhard material powders (STM)]*. (Metodika M88 Ukrainy 90.258-2004) [in Russian].
10. *Poroshki almaznye sinteticheskie. Obshchie tekhnicheskie usloviia [Synthetic diamond powders. General specifications]*. (1995). DSTU 3292-95. K.: Hosstandart Ukrainy [in Russian].
11. ISM im. V.N. Bakulia NAN Ukrainy. (2008). *Metodika analiticheskoi otsenki prochnostnykh kharakteristik shlifporoshkov sinteticheskoho almaza [Method for the analytical evaluation of the strength characteristics of synthetic diamond grinding powders]*. (Metodika M 28.5-272:2008) [in Russian].

УДК 621.9210,34:666.233.08374 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-204-225

В.Г. Полторацький, канд. техн. наук; **О.О. Бочечка**, **В.І. Лавріненко**, **Г.А. Петасюк**, доктори технічних наук; **О.О. Пасічний**, канд. техн. наук; **В.П. Білоченко**

Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України Україна, 04074, Київ, вул. Автозаводська, 2, e-mail: *vg.poltoratsky@gmail.com; petasyuyk@ukr.net*

ПОРОШКИ СИНТЕТИЧНОГО АЛМАЗУ З МОДИФІКОВАНОЮ ТЕРМОСТІЙКИМИ ОКСИДАМИ І ХЛОРИДАМИ ПОВЕРХНЕЮ ЗЕРЕН: ОТРИМАННЯ, ВЛАСТИВОСТІ, ЗАСТОСУВАННЯ

Описано технологічно удосконалений метод модифікування шліфпорошків синтетичного алмазу. Метод передбачає нанесення на поверхню зерен порошку рідинно-фазовим способом покриву з насиченого розчину термостійких сполук. Виготовлено дослідну партію модифікованих таким способом шліфпорошків АС6 125/100. В якості матеріалу покриву були використані оксиди бору і алюмінію та хлориди натрію і кальцію. Проведено дослідження морфометричних характеристик, технологічних властивостей і однорідності отриманих шліфпорошків. Подаються результати випробування експериментальних шліфувальних кругів, в різальному шарі яких було використано модифіковані за розробленою технологічною схемою дослідні шліфпорошки. Проведено кореляційний аналіз взаємозв'язку експлуатаційних характеристик експериментальних шліфувальних кругів з морфометричними характеристиками, технологічними властивостями і однорідністю за формоподібністю проекції зерен модифікованих шліфпорошків. Виконано аналітичне подання результатів дослідження зазначеного взаємозв'язку у вигляді емпіричних математичних залежностей. Подаються рекомендації щодо сфер і способів найбільш ефективного застосування випробуваних експериментальних шліфувальних кругів та напрямки можливого продовження проведених в роботі досліджень.

***Ключові слова**: шліфпорошок, модифікування, покрив, оксиди, хлориди, термостабільність, характеристики, кореляція, апроксимація.*

Вступ

Створення нових абразивних порошків надтвердих матеріалів (НТМ) з унікальними технологічними і фізичними властивостями є актуальним науково-прикладним завданням сучасного матеріалознавства дисперсних матеріалів. Практична потреба в подібних абразивних порошках зумовлена сучасним розвитком процесів алмазно-абразивної обробки, зокрема в напрямку підвищення ефективності використовуваного абразивного інструменту (шліфувальних кругів). Атрибутами зазначеної ефективності в даному випадку виступають такі експлуатаційні характеристики інструменту як питома витрата абразиву, показники якості оброблюваної поверхні, продуктивність обробки, міцність утримання зерен порошку у різальному шарі (зв'язці) абразивного інструменту. Однією із складових досягнення оптимальних показників зазначених експлуатаційних характеристик є забезпечення і поєднання унікальних технологічних і фізичних властивостей використовуваних у різальному шарі інструмента абразивних порошків. Подібна оптимізація може бути досягнута модифікуванням шліфпорошків синтетичного алмазу та інших абразивних порошків шляхом нанесення на поверхню їх зерен покриття із термостійких оксидів і хлоридів. Тому створення подібних абразивних порошків є актуальним і важливим науково-прикладним завданням сучасного матеріалознавства дисперсних матеріалів абразивного призначення [1]. Саме створення подібних порошків, вивчення їх фізичних і технологічних властивостей,

морфометричних характеристик, та дослідження ефективності використання нових порошків в інструменті і складає мету цієї роботи.

Матеріали та технологія нанесення термостійкого покриву, визначення термостійкості модифікованих порошків

Як початковий порошок при виготовленні модифікованих порошків використовувався стандартний за [2] шліфпорошок синтетичного алмазу АС6 125/100. Для формування комбінованого термостабільного зносостійкого покриття застосовувалися такі матеріали: оксид бору (борний ангідрид, B_2O_3); оксид алюмінію (Al_2O_3); хлорид кальцію ($CaCl_2$); хлорид натрію (NaCl); суміш оксиду бору та оксиду алюмінію (B_2O_3+ Al_2O_3); суміш оксиду бору та хлориду кальцію (B_2O_3+$CaCl_2$); суміш оксиду бору та хлориду натрію (B_2O_3+NaCl).

Механохімічним методом в енергонапруженому подрібнюючому апараті (планетарний млин М-2М [3]) під впливом механохімічної активації було виготовлено нано- та субмікропорошки розчинних та нерозчинних оксидів (B_2O_3, Al_2O_3) з одночасною активацією поверхні цих порошків для утворення комбінованого кисневмісного покриву. Необхідність механохімії зумовлена тим, що використання первинних нерозчинних компонентів (зокрема Al_2O_3) у початковому стані, як показали результати наших попередніх досліджень [4], не забезпечує необхідної якості покриву. Застосування ж операції механохімічної активації, як показує теоретичний аналіз, сприяє значному покращенню якості покриву. Параметри роботи планетарного млина були такими:

– маса порошку, завантажуваного в одну ємність для розмелу, – 1000 карат;
– об’єм ємності для розмелу – $650 \cdot 10^3$ мм^3;
– кількість ємностей для розмелу – 6;
– прискорення, що діє на кулі для розмелу – 40 g;
– потужність електродвигуна – 5.5 кВт.

Покрив початкового (базового) шліфпорошку АС6 125/100) здійснювався методом рідинно-фазного нанесення [5] з водної суспензії, якою слугував насичений розчин відповідного модифікатора. Початковий алмазний порошок масою 25 ct змішували з 10–15 мл насиченого розчину модифікатора протягом 10 хв. із застосуванням магнітної мішалки. Надлишок розчину зливали, суміш фільтрували. Одержану вологу масу порошку висушували, розмішуючи, при температурі 120ºС до сухого однорідного стану. Методом гравіметрії після покриву визначено відносну кількість модифікатора (m_{mdf}). За зазначеною вище технологічною схемою було отримано 6 абразивних шліфпорошків з покриттям. Перелік цих нових шліфпорошків, включно із базовим, є таким: B_2O_3 + Al_2O_3 (m_{mdf} = 15.5, K_{TC} = 0.96); $CaCl_2$ (m_{mdf} = 8.2, K_{TC} = 0.98); NaCl (m_{mdf} = 9.7, K_{TC} = 0.98); B_2O_3 (m_{mdf} = 6.3, K_{TC} = 0.98); B_2O_3 + $CaCl_2$ (m_{mdf} = 8.7, K_{TC} = 0.98); B_2O_3 + NaCl (m_{mdf} = 9.2, K_{TC} = 0.98); початковий (базовий, K_{TC} = 0.55).

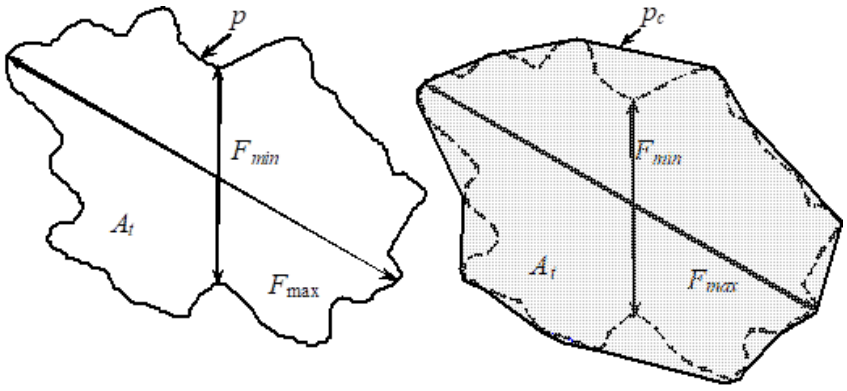
Визначення термостійкості модифікованих і початкового порошків виконувалось на сучасному аналітичному обладнанні із застосуванням класичних методів дериватографії. Методика передбачала термообробку як первинних, так і модифікованих зразків у повітряному середовищі в трубчастій печі при температурі 900ºС впродовж однієї години. Зразки було зважено до та після нагрівання. За результатами зважування було розраховано коефіцієнт термостійкості K_{TC} як відношення маси шліфпорошку після термообробки до маси початкового шліфпорошку.

Технічні та науково-методичні засоби визначення морфометричних характеристик і технологічних властивостей досліджуваних порошків

Морфометричні характеристики шліфпорошків початкових та модифікованих, включно із висотою зерна, визначались із застосуванням приладу *DiaInspect.OSM* фірми *VOLLSTADT.DIAMANT* (Німеччина) [6]. Частина цих характеристик в подальшому використовувалася в якості початкових даних для розрахунку нових оригінальних

морфометричних характеристик та технологічних властивостей досліджуваних порошків. До першої із зазначених двох груп об'єктів відносяться коефіцієнт сплющеності зерна, питомий периметр та формоподібність його проекції. Другу групу складають такі технологічні властивості як ступінь та товщина покриву, число зерен в одному караті порошку, його зовнішня питома поверхня. До цієї групи можна віднести також і характеристики різальних кромок зерен, якими є їх кількість та кути загострення. При цьому використовувалися розроблені в Інституті надтвердих матеріалів НАН України опосередковано-аналітичні методи, короткий опис суті яких подається нижче.

Приладом *DiaInspect.OSM* діагностується більше 20-ти характеристик проекції зерна абразивного порошку [6]. При виконанні цієї роботи із цього повного переліку характеристик 2D морфології зерна (тобто його проекції) як окремі ознаки якості порошку та як початкові дані для подальших розрахунків використовувалися наступні: максимальний (F_{max}, мкм) і мінімальний (F_{min}, мкм) діаметри Фере проекції, периметри фактичного (p, мкм) та опуклого (p_c, мкм) її контурів, загальна площа проекції фактичного зображення зерен (A_t), форм-фактор фактичного зображення проекції (f_r), Фере-подовження (F_e) та шорсткість проекції (Rg).



а *б*

Рис. 1. Фактична (а) і опукла (б) проекції абстрактного зерна: A_t – площа проекції зерна; p – периметр фактичної проекції зерна; p_c – периметр опуклої проекції зерна

Графічна ілюстрація основних морфометричних характеристик із зазначеної вище їх сукупності подається на рис. 1.

Більш повну інтерпретацію геометричної сутності перерахованих вище морфометричних характеристик і детальніший їхній опис можна знайти в роботі [7]. Із цієї сукупності морфометричних характеристик F_{max}, F_{min}, p, p_c, A_t є основними, решта – похідними від них. Вони пов'язані з такими основними залежностями:

$$F_e = F_{max}/F_{min}\,; \quad f_r = p^2/(4\pi A_t)\,; \quad Rg = p/p_c\,, \tag{1}$$

де π = 3,14159… – математична константа.

Додатково на підставі даних DiaInspect-діагностування проводилося обчислення питомого периметру проекції зерен (p_s) як відношення $p_s = p/A_t$. Крім того, у мультифокусному режимі роботи приладу DiaInspect.OSM проводили автономне вимірювання висоти (H) зерен. На підставі даних з висоти зерен, максимального і мінімального діаметрів Фере визначали ще одну, введену в [8], нову характеристику порошку – коефіцієнт сплющеності зерна (F_{fl}). Показник цієї характеристики визначається за формулою:

$$F_{\text{fl}} = 1 - \frac{H^2}{F_{min}F_{max}}\,. \tag{2}$$

Коефіцієнт сплющення зерен, на відміну від всіх перерахованих вище морфометричних характеристик порошку, є об'ємною (тобто 3D) характеристикою зерна. Якщо зерно має форму просторово-об'ємного тіла, всі три виміри якого рівні між собою (як це має місце,

наприклад, для зерна у формі кулі), то значення цього коефіцієнта буде рівним нулю. У всіх інших випадках він прийматиме значення між нулем, не досягаючи його, і одиницею включно.

Визначення технологічних властивостей (ступінь та товщина покриву, зовнішня питома поверхня, число зерен в одному караті порошку, кількість різальних кромок та середнє значення кутів їх загострення) проводилося на підставі даних DiaInspect-діагностування окремих морфометричних характеристик і модифікованих порошків та густини матеріалу початкових порошків і матеріалів покриву. При цьому використовувалися розроблені в ІНМ ім. В.М. Бакуля НАН України оригінальні опосередковано-аналітичні методи. Нижче подається короткий опис цих методів і алгоритмів практичної їх реалізації.

Опосередковано-аналітичне визначення ступеню покриву модифікованих порошків виконувалось методом, викладеним в [9]. Необхідність і доцільність застосування такого методу у випадку рідинно-фазового способу нанесення покриву обґрунтовувалася в цитованій вище роботі. Розрахункова залежність є такою

$$\mu = \frac{\rho_{\mathrm{c}}}{\rho_{\mathrm{d}}}\left(\frac{V_{\mathrm{cd}}}{V_{\mathrm{d}}} - 1\right), \tag{3}$$

де V_{cd}, V_d – відповідно середні значення об'ємів зерна шліфпорошку після нанесення на поверхню його зерна покриву та початкового (мкм^3), ρ_c, ρ_d – відповідно густина матеріалу покриву та матеріалу зерна абразивного порошку (г/см^3). Об'єми V_{cd} та V_d можуть бути вирахувані на підставі результатів сучасного автоматизованого діагностування (наприклад, на приладі DiaInspect.OSM) морфометричних характеристик початкового і модифікованого шліфпорошків та виходячи із прийнятої 3D моделі їхніх зерен. При цьому приймається також допущення стосовно однотипності просторово-геометричної форми зерен порошків початкового та модифікованого.

Товщина рідинно-фазового покриву термостійкими сполуками шліфпорошків надтвердих матеріалів визначалась опосередковано-аналітичним методом, заснованим на пікнометрично-адитивному підході та на 3D моделі зерна у формі еліпсоїда, за запропонованою в [10] залежністю

$$h = A\frac{S_1}{4S_2}\left\{\sqrt{1 + \frac{4S_2\mu}{S_1}\frac{\rho_d}{\rho_c}} - 1\right\}, \tag{4}$$

де A – найбільша вісь еліпсоїда (мкм); $S_1 = \tilde{B} + \tilde{C} + \tilde{B}\tilde{C}$; $S_2 = 1 + \tilde{B} + \tilde{C}$; $\tilde{B} = B/A$; $\tilde{C} = C/A$; $A \geq B \geq C$ – осі еліпсоїда (мкм), які ототожнюються з максимальним (F_{max}, вісь A), мінімальним (F_{min}, вісь B) Фере діаметрами проекції зерна та із його висотою (H, вісь C); μ – ступінь покриву.

Розрахункове визначення числа зерен в одному караті порошку здійснювалося за методом [11], заснованим на екстраполяційно-афінній 3D моделі зерна. Суть методики полягає в наступному. Виконується діагностування морфометричних характеристик проби порошку на приладі DiaInspect.OSM. На підставі цих даних і результатів виміру висоти зерен обчислюється їхній об'єм, виходячи з екстраполяційно-афінної 3D моделі зерна [12]. Алгоритм обчислення об'єму докладно викладений у роботі [12]. Потім знаходиться сумарний об'єм (V_Σ) всіх продіагностованих зерен, кількість яких позначається через N. Обчислюється середній об'єм одного зерна. З урахуванням цього, число зерен (n_z) в одному караті (200 мг) порошку визначається за формулою

$$n_z = \frac{NP}{4V_\Sigma \rho_d}, \tag{5}$$

де P = 0,2 г – маса одного карату алмазного порошку.

Зовнішню питому поверхню (F_{oss}) порошків визначали з використанням екстраполяційно-аналітичного методу [13]. Метод заснований на 3D моделюванні площі

поверхні зерен порошку і їхнього об'єму. Виходячи з екстраполяційно-афінної 3D моделі, чисельно визначають площу поверхні (s_i) і об'єм (v_i) кожного зерна досліджуваної їхньої проби. Зовнішню питому поверхню окремих зерен знаходять як частку від ділення площі поверхні на об'єм, помножений на густину матеріалу порошку

$$F_i = \frac{s_i}{v_i \rho_d}. \tag{6}$$

Осереднюючи отримані результати в межах випробуваної проби зерен в кількості N штук, одержують показник питомої поверхні порошку за наступною залежністю

$$F_{oss} = \frac{1}{N}\sum_{i=1}^{N} F_i. \tag{7}$$

Показники характеристик різальних кромок визначались опосередковано-аналітичним методом, викладеним в роботі [14]. Метод заснований на геометричному моделюванні проекції зерна і локальних геометричних елементів плоского рельєфу його контуру, зокрема виступів, як геометричних аналогів різальних кромок. Відповідно до цього методу кількість різальних кромок (n_{ce}) абразивних порошків та середнє значення кутів їх загострення (φ) знаходяться із отриманої в [14] системи рівнянь:

$$\begin{gathered} f_r - \frac{n \cdot Rg^2 \cdot tg(\pi / n)}{\pi[Rg - tg(\pi / n) \cdot \sqrt{Rg^2 - 1}]} = 0, \\ 2\pi f_r - \frac{Rg^2 \cdot n \cdot sin(\alpha_n) \cdot \{sin(\alpha_n \cdot m) - tg(\beta_n) \cdot (cos(\alpha_n - 1))\}}{sin(m \cdot \alpha_n)} = 0, \\ \varphi = 2(\delta_n - \gamma_n) = \frac{180^o \cdot (n-2)}{n} - 2\,arccos(Rg). \end{gathered} \tag{8}$$

Тут n, m – параметр формотворення зіркоподібної моделі проекції зерна, які підлягають визначенню; f_r – форм-фактор проекції зерна, який характеризує ступінь її округлості; Rg – шорсткість проекції зерна, яка відображає ступінь її розвиненості. За результатами розв'язання системи (12) приймається $n_{ce} = n$. Крім того, прийняті наступні позначення $\alpha_n = 2\pi/n$, $\beta_n = \alpha_n/2 = \pi/n$, $\gamma_n = arcos(Rg)$, $\delta_n = 90^o\ (n - 2)/n$, $\varphi_n = 2(\delta_n - \gamma_n)$. Більш детально методика визначення n_{ce} і φ з системи рівнянь (8) та процедура її отримання викладена в роботі [14].

Автоматизовану ідентифікацію та кількісне оцінювання формоподібності проекції зерен досліджуваних абразивних порошків проводили пошуково-аналоговим методом [15]. Цим методом передбачаються диференціальні і інтегральні показники формоподібності, а також відносна похибка ідентифікації. В якості можливих базових фігур-аналогів (БФА) фактичної проекції зерна приймається сукупність наступних плоских фігур: овалоподібні фігури (круг та еліпс); прямокутник; ромб; рівнобедрена трапеція (гармонічна, сплющена, видовжена); квадрат, правильні п'ятикутник, шестикутник та восьмикутник; трикутник (різносторонній, правильний, рівнобедрений сплощений та рівнобедрений видовжений); паралелограм.

Відзначимо, що в цій роботі визначався тільки показник диференціальної формоподібності. Цього показника цілком достатньо для дослідження, що тут проводиться. Вихідними даними для визначення зазначеної характеристики формоподібності слугували наступні геометричні параметри проекції зерна: максимальний і мінімальний діаметри Фере, їхнє відношення, яке іменується Фере-подовженням, площа і периметр. Всі ці морфометричні характеристики діагностували приладом *DiaInspect.OSM* [6].

Однорідність досліджуваних шліфпорошків за формоподібністю проекції зерен визначалась методом, викладеним в роботі [16]. Вихідними даними для цього служили

показники диференціальної формоподібності проекції зерен як їх морфометричної характеристики.

Експериментальні шліфувальні круги, в різальному шарі яких використано досліджувані (модифіковані) алмазні шліфпорошки, технічні і методичні засоби визначення експлуатаційних характеристик кругів

Було виготовлено 7 зразків експериментальних шліфувальних кругів форми 12А2-45° 125×5×3×32 на полімерній зв'язці В2-08 із відносною концентрацією зерен у різальному шарі, рівною 100%. Круги відрізнялись складом модифікатора зерен базового шліфпорошку, яким був шліфпорошок АС6 125/100. Перелік виготовлених експериментальних шліфувальних кругів, конструктивні їх параметри та маркування за ГОСТ 16172–90 (ISO 6168-80) подаються у табл. 1.

Таблиця 1. Перелік виготовлених експериментальних шліфувальних кругів та їх маркування за ГОСТ 16172–90 (ISO 6168-80)

Порядковий номер	Маркування згідно ГОСТ 16172–90 (ISO 6168-80)	Склад модифікатора поверхні зерен, використаних у робочому шарі алмазних кругів
1	АС6 125/100 В2-08 100 покрив B_2O_3+Al_2O_3	суміш B_2O_3 + Al_2O_3, (1 : 1)
2	АС6 125/100 В2-08 100 покрив $CaCl_2$	$CaCl_2$ (100 % зерен)
3	АС6 125/100 без покриву	без модифікування поверхні зерен
4	АС6 125/100 В2-08 100 покрив NaCl	NaCl (100 % зерен)
5	АС6 125/100 В2-08 100 покрив B_2O_3	B_2O_3 трикратне (100 % зерен)
6	АС6 125/100 В2-08 100 покрив B_2O_3+$CaCl_2$	суміш B_2O_3 + $CaCl_2$, (1 : 1)
7	АС6 125/100 В2-08 100 покрив B_2O_3+NaCl	суміш B_2O_3 + NaCl, (1 : 1)

Експлуатаційні показники шліфувальних кругів (зносостійкість та якість обробленої поверхні) було визначено на стенді, створеному на базі модернізованого універсально-заточного станка моделі ЗВ642, та із застосуванням сучасних технічних засобів профілометрії та мікроаналізу, зокрема профілографа-профілометра *SurfTest SJ-201* (фірма *Mitutoyo*, Японія). Більш повний опис зазначених технічних засобів та методики їх застосування можна знайти в [17].

Для вирішення поставлених задач використовувалися відомі та удосконалені методики досліджень. В процесі досліджень використовувалось обладнання, яке широко застосовується в інструментальній промисловості, а також модернізоване обладнання. Достовірність наукових результатів підтверджується великим обсягом проведених експериментальних

досліджень із застосуванням сучасних методик обробки експериментальних даних, стандартних та спеціальних комп'ютерних програм. У якості вихідного оброблюваного матеріалу використовували твердий сплав Т15К6.

При дослідженні експлуатаційних характеристик шліфувальних кругів визначали наступні показники: відносні витрати абразивного порошку в кругах q_p, мг/г; різальну здатність круга Q, мм^3/хв. (продуктивність шліфування); шорсткість обробленої поверхні.

Відносну витрату абразивного порошку визначали згідно з ГОСТ 16181-82 як відношення його маси до маси зішліфованого ним матеріалу:

$$q_p = 200\Delta hp / sm, \qquad (9)$$

де Δh – лінійний знос кругу, мкм; p – маса абразивного порошку у крузі в каратах; 200 – маса одного карату, мг; s – товщина робочого шару кругу у вихідному стані, мкм; m – маса абразивного матеріалу, зішліфованого під час випробування, г.

Лінійний метод передбачає визначення зміни висоти робочого шару круга за визначений період його роботи, що виконується за допомогою оптичного вертикального довжиноміра ИЗВ-2 з точністю ±0,001 мм, пристосувань із мікронними індикаторами або вимірювальних приладів на базі оптичного мікроскопу. При лінійному методі вимірювання зносу круг можливо не знімати зі шпинделя верстата, що виключає похибки базування та підвищує точність вимірів.

Якість оброблюваної поверхні інструментальних матеріалів оцінювали за показниками шорсткості оброблюваної поверхні, виходячи з наступних параметрів: середнього арифметичного відхилення профілю мікронерівностей, *Ra*, мкм; максимальної висоти мікронерівностей, *Rmax*, мкм; середнього кроку мікронерівностей по базовій лінії, *Sm*, мкм; відносній опорній довжині профілю мікронерівностей на рівні 50% *Rmax*, t_{50}, %.

Шорсткість оброблюваних поверхонь вимірювалася за допомогою профілометра-профілографа моделі SurfTest SJ-201 фірми Mitutoyo (Японія). Точність вимірювання, що забезпечується цим приладом, становить 0,01 мкм, допустима основна відносна похибка ±1 % від виміряного значення.

Визначення морфометричних характеристик і технологічних властивостей досліджуваних шліфпорошків та обговорення отриманих результатів

Ефективність алмазно-абразивного інструменту обумовлюється не тільки раціональним вибором параметрів обробки, а в значній мірі і характеристиками та властивостями абразивного порошку, використаного в його різальному шарі. Тому важливою інформаційно-забезпечувальною задачею є діагностування таких порошків на предмет їх морфометричних характеристик та технологічних властивостей. Це повною мірою стосується і новостворених абразивних порошків НТМ, з модифікованою поверхнею зерен. Наявність подібної інформації дозволяє провести порівняльний аналіз початкового і модифікованих порошків, виявити відмінності між ними за морфометричними характеристиками та технологічними властивостями, оцінити ступінь таких відмінностей, а відтак – і відмінності в якості досліджуваних порошків. Зауважимо, що інформативною ознакою якості здатні слугувати показники однорідності абразивного порошку за його морфометричними характеристиками [18] та за формоподібністю проекції зерен [16].

Проведення такого порівняльного аналізу матиме одну методичну особливість. Діагностування морфометричних характеристик та технологічних властивостей досліджуваних порошків на приладі DiaInspect.OSM виконуватиметься в звичайному режимі, тобто без обмежень на розмір зерен (в термінології інструкції з експлуатації приладу DiaInspect.OSM – без застосування фільтрів). Отримані дані дозволять визначити всі морфометричні характеристики порошків, їх однорідність за цими характеристиками та технологічні властивості всього порошку, тобто із врахуванням всіх його фракцій. Проте

нанесення покриву рідинно-фазовим методом має свої специфічні особливості [9]. Зважаючи на наведені там аргументи, поступатимемо наступним чином. Із всього порошку виділятимемо основну його фракцію. Це можна було б провести шляхом прямого ситового розділення із використанням стандартних сит. Зауважимо, що для технології виготовлення розглядуваних тут модифікованих шліфпорошків така процедура передбачається і є обов'язковою. Однак практична її реалізація потребує додаткових матеріальних і енергетичних витрат, є тривалою у часовому вимірі, призводить до зношування сит. Тому, зважаючи на дослідницьку мету нашої роботи, пряме ситове розділення замінювалось віртуальним із використанням методики комп'ютерного діагностичного сита [19]. В подальшому саме на виділений в такий спосіб основній фракції і проводитимуться зазначені дослідження та порівняльний аналіз.

Результати обчислення зазначених вище морфометричних характеристик і технологічних властивостей досліджуваних шліфпорошків подаються в табл. 2.

Таблиця 2. Середні значення (С. з) морфометричних характеристик (ММХ) і однорідність (u_g) за ними шліфпорошку та технологічні властивості досліджуваних шліфпорошків

Назва ММХ та ТВ	АС6 125/100		B_2O_3+Al_2O_3		$CaCl_2$		NaCl	
	С. з.	Одн.	С. з.	Одн.	С. з.	Одн.	С. з.	Одн.
F_{max}, мкм	185,00	0,8040	192,39	0,7686	190,76	0,7435	193,77	0,7816
F_{min}, мкм	138,08	0,9468	147,73	0,9765	141,65	0,9685	143,93	0,9682
H, мкм	115,88	0,9468	123,98	0,8392	124,71	0,9685	120,79	0,9682
f_r	1,4013	0,6698	1,3629	0,6459	1,3871	0,6252	1,4778	0,6101
F_e	1,3414	0,6061	1,3022	0,6309	1,3462	0,5590	1,3463	0,6045
$F_{спл}$	0,4691	0,7776	0,4529	0,7665	0,4145	0,6697	04782	0,7793
Rg	1,0748	0,6636	1,0719	0,7348	1,0749	0,6131	1,0916	0,6409
A_t, мкм^2	17523	0,7850	19518	0,8533	18635	0,7454	18551	0,8093
p, мкм	553,9	0,8637	576,8	0,8596	568,1	0,8055	585,2	0,8691
$p_{пт}$, 1/м	0,0319	0,7720	0,0297	0,8861	0,0308	0,8333	0,0318	0,7891
u_g	–	0,7136	–	0,7396	–	0,7345	–	0,7202
F_{oss}, м^2/кг	16,67	–	15,31	–	15,74	–	16,64	–
n_z, шт.	42103	–	35443	–	36839	–	38215	–
$n_{рк}$, шт.	9,54	–	9,9	–	9,50	–	9,00	–
φ, град.	98,21	–	101,29	–	99,08	–	92,73	–
μ, %	–	–	17,42	–	11,73	–	8,77	–
h, мкм	–	–	4,68	–	4,554	–	4,539	–

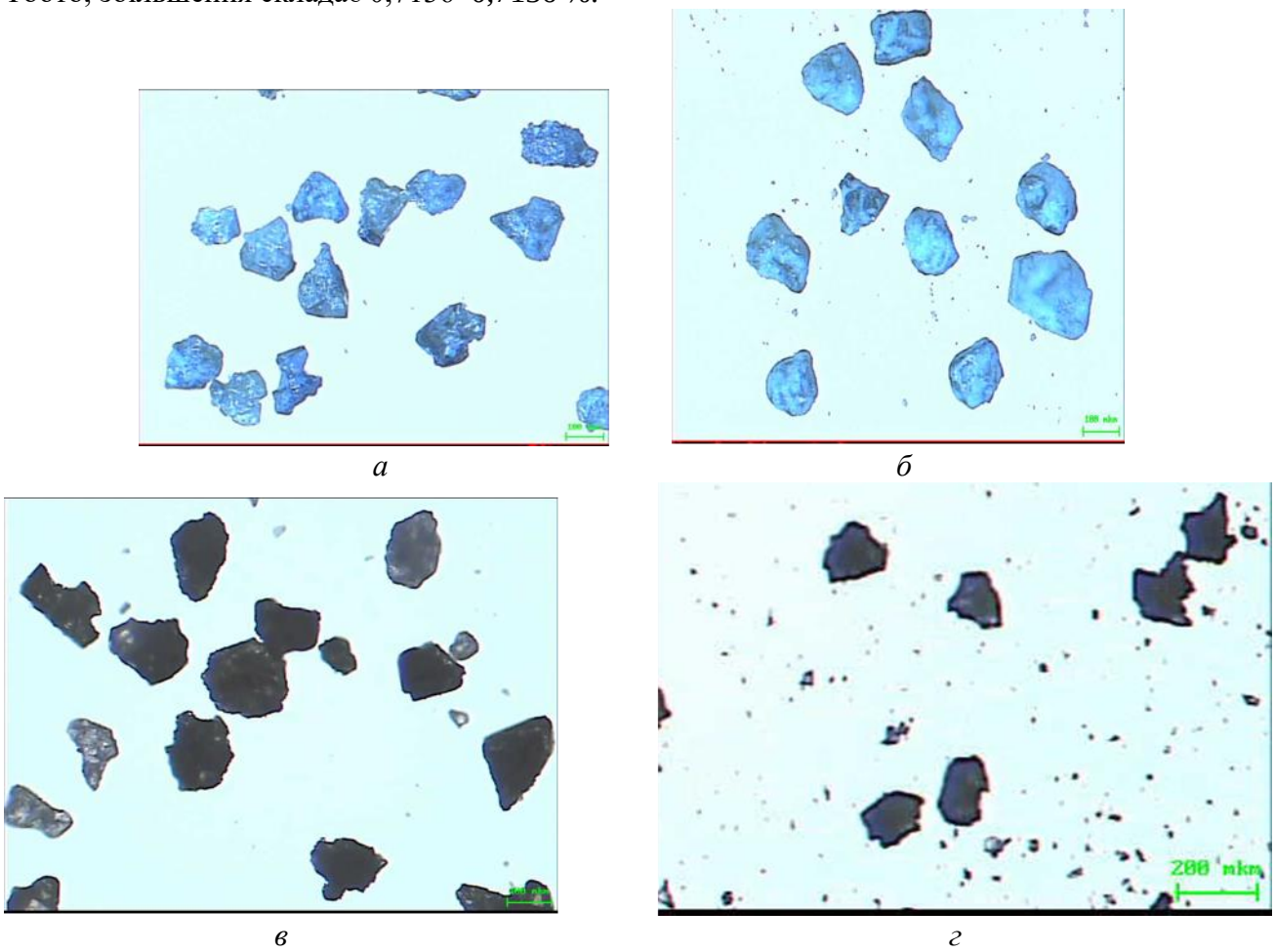
Закінчення таблиці 2

Назва ММХ та ТВ	АС6 125/100		B_2O_3		B_2O_3+$CaCl_2$		B_2O_3+NaCl	
	С. з.	Одн.	С. з.	Одн.	С. з.	Одн.	С. з.	Одн.
F_{max}, мкм	185,00	0,8040	194,12	0,7846	190,74	0,7818	189,70	0,8733
F_{min}, мкм	138,08	0,9468	147,85	0,9765	144,16	0,9687	149,14	0,9837
H, мкм	115,88	0,9468	125,32	0,9765	121,50	0,9687	132,33	0,9837
f_r	1,4013	0,6698	1,4160	0,7226	1,4134	0,6405	1,4532	0,6928
F_e	1,3414	0,6061	1,3132	0,6244	1,3238	0,6072	1,2724	0,7314
$F_{\text{спл}}$	0,4691	0,7776	0,4472	0,7694	0,4566	0,7553	0,3779	0,8236
Rg	1,0748	0,6636	1,0854	0,6635	1,0783	0,6523	1,0906	0,6608
A_t, мкм^2	17523	0,7850	19553	0,8338	18586	0,7901	18816	0,8749
p, мкм	553,9	0,8637	588,3	0,8756	572,9	0,8688	584,5	0,9123
$p_{\text{пт}}$, 1/м	0,0319	0,7720	0,0303	0,8633	0,0311	0,8142	0,0313	0,8343
u_g	–	0,7136	–	0,7599	–	0,7345	–	0,8187
F_{oss}, м^2/кг	16,67	–	15,59		16,10	–	15,50	–
n_z, шт.	42103	–	35012		37966	–	34474	–
$n_{\text{рк}}$, шт.	9,54	–	9,88		9,18	–	9,46	–
φ, град.	98,21	–	97,82		96,85	–	94,91	–
μ, %	–	–	14,6		10,06	–	14,79	–
h, мкм	–	–	5,051		3,659	–	5,118	–

DiaInspect-фотографії базового шліфпорошку та модифікованого його зразка, отриманого шляхом нанесення на зерна покриву із суміші оксидів B_2O_3+Al_2O_3, із суміші оксиду і хлориду B_2O_3+NaCl, і тільки хлориду NaCl показано на рис. 2.

Аналіз поданих у табл. 2 даних показує, що показники однорідності за окремими морфометричними характеристиками лежать в інтервалі 0,6045–0,9765. Найбільш однорідними досліджувані порошки є за такими морфометричними характеристиками, як мінімальний діаметр Фере, площа і периметр проекції зерен, максимальний діаметр Фере. Як правило, показники однорідності за зазначеними характеристиками у випадку базового шліфпорошку є меншими в порівнянні із модифікованими його зразками. Це дає підстави зробити висновок про те, що нанесення покриву сприяє покращенню якості абразивних порошків. Даний висновок підтверджується і тенденцією зміни узагальненого показника

однорідності. Для всіх модифікованих шліфпорошків цей показник змінюється в інтервалі 0,7202–0,8187 і вищий у порівнянні із базовим шліфпорошком, для якого він рівний 0,7136. Тобто, збільшення складає 0,7136–0,7136 %.



а *б* *в* *г*

Рис. 2. DiaInspect-фотографії базового шліфпорошку (а) та модифікованих сумішшю оксидів B_2O_3 і Al_2O_3 (б), сумішшю оксиду B_2O_3 і хлориду NaCl (в) та тільки хлоридом NaCl (г) його зразків

Значення зовнішньої питомої поверхні знаходиться на рівні 15,31–16,67 м^2/кг, кількість зерен в одному караті становить від 34474 до 42103 шт. Середнє значення кількості різальних кромок на одне зерно – від 9 до 10 шт., а середнє значення кутів їх загострення – від 92,73° до 101,29°.

Автоматизована ідентифікація форми проекції зерен порошків, призначених для виготовлення модифікованих шліфпорошків, та кількісного її оцінювання за диференціальною формоподібностю здійснювалася пошуково-аналоговим методом [15]. На підставі отриманих показників диференціальної формоподібності ($f_k^{(д)}$, %) визначалась однорідність досліджуваних порошків за формоподібністю проекції зерен [16]. Отримані результати подаються у табл. 3.

Порівняльний аналіз даних табл. 3 показує, що для базового шліфпорошку домінантними є проекції у формі прямокутника та трикутника з показником диференціальної формоподібності 67,55 % та 13,42 % відповідно. Такі ж форми проекції зерен домінують і у випадку модифікованих шліфпорошків. Виняток складає лише порошок, модифікований сумішшю B_2O_3+NaCl, для якого другою домінуючою формою проекції виявилась рівнобедрена трапеція з показником формоподібності 7,89. Щодо показника формоподібності

до базового аналога у формі прямокутника, то він для цього модифікованого шліфпорошку виявився рівним 78,95, і це є максимальне його значення серед всіх досліджених порошків.

Таблиця 3. Показники диференціальної ($f_k^{(д)}$, %) формоподібності проекції зерен досліджуваних порошків та однорідність (u_{fpg}, %) порошку за формоподібністю проекції зерен

Базові фігури-аналоги	Матеріал покриву						
	АС6 125/100	B_2O_3+Al_2O_3	$CaCl_2$	NaCl	B_2O_3	B_2O_3+$CaCl_2$	B_2O_3+NaCl
1	2,15	5,58	8,27	0,00	2,19	3,38	0,00
2	67,55	74,50	64,53	66,38	69,83	69,56	78,95
3	1,05	0,40	1,60	2,59	0,97	1,69	2,63
4	4,76	2,39	2,13	3,88	3,41	2,54	7,89
5	9,31	5,18	6,93	8,19	6,57	7,40	5,26
6	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
7	1,65	1,99	3,47	6,03	1,46	2,11	0,00
8	0,10	0,00	0,00	0,43	0,00	0,00	0,00
Трикутник	13,42	9,96	13,07	12,50	15,57	13,32	5,26
Паралелограм	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Однорідність	61,91	69,50	57,71	59,82	63,56	64,25	73,91

Коефіцієнт однорідності, визначений розробленим методом, змінюється в інтервалі 59,82–73,91 % і не є низьким. Найбільш однорідним з показником 73,91 % за формоподібністю проекції зерен виявився базовий шліфпорошок, модифікований сумішшю B_2O_3+NaCl. Такий збільшений в порівнянні із іншими шліфпорошками цієї сукупності показник однорідності можна пояснити досить високим показником диференціальної формоподібності до базового аналога у формі чотирикутника і порівняно невисокими показниками формоподібності для інших базових аналогів.

Результати випробування експериментальних шліфувальних кругів

Для обробки був вибраний важкооброблюваний вольфрамо-титано-кобальтовий твердий сплав марки Т15К6 з розмірами зразка 63×15×7 мм. Режими шліфування: швидкість обертання кругу – 18 м/с, поперечна подача – 0,05 мм/пдв. хід, повздовжня подача – 0,57 м/хв. (для продуктивності обробки 200 мм^3/хв.) та 1,14 м/хв. (для продуктивності обробки 400 мм^3/хв.). Шліфування проводилося без охолодження, щоб не вносити додаткових збурень в процес обробки, оскільки невідомою на даний момент є можливість ймовірної взаємодії

хлоридів із складниками технологічної рідини, що може бути предметом подальших досліджень. Оцінювалася зносостійкість шліфувального інструменту за показником відносних витрат алмазного порошку (q) та шорсткості обробленої поверхні за показником (Ra). Результати випробувань наведено в табл. 4.

Таблиця 4. Експлуатаційні показники алмазних шліфувальних кругів на полімерній зв'язці В2-08 із відносною концентрацією зерен у 100% із різними варіантами модифікації поверхні зерен алмазного шліфпорошку АС6 125/100

Модифікування поверхні зерен алмазного порошку у робочому шарі шліфувальних кругів 12А2-45° 125×5×3×32	Продуктивність обробки			
	200 мм^3/хв.		400 мм^3/хв.	
	q, мг/г	Ra, мкм	q, мг/г	Ra, мкм
B_2O_3 + Al_2O_3	7	0,37	17	0,43
$CaCl_2$ (100 %)	9	0,37	20	0,41
без модифікування (базовий зразок)	**17**	**0,31**	**37**	**0,52**
NaCl (100 %)	17	0,33	46	0,44
B_2O_3 (100 %)	25	0,45	32	0,49
B_2O_3 + $CaCl_2$	22	0,45	43	0,40
B_2O_3 + NaCl	343	0,36	–	–

Проаналізуємо результати табл. 4 спочатку з точки зору зносостійкості алмазного інструменту. Відразу звернемо увагу на те, що стовідсоткове модифікування поверхні алмазних зерен чистим оксидом B_2O_3 та його сумішшю із хлоридами $CaCl_2$ або NaCl при продуктивності обробки 200 мм^3/хв. тільки збільшує знос кругу. Звернемо увагу і на те, що модифікування поверхні зерен тільки хлоридом NaCl фактично не впливає на знос кругу. Але таке модифікування у суміші із B_2O_3 є неприпустимим, оскільки відразу ж переводить знос кругу у область катастрофічного зносу. Ця обставина не дозволяє використати такий круг для дослідження, що тут проводиться, при продуктивності 400 мм^3/хв. (див. табл. 4). Тепер звернемо увагу на варіанти модифікування, які дозволяють підвищити зносостійкість алмазного кругу. Перший із них – модифікування чистим хлоридом $CaCl_2$. Другий – комбіноване модифікування, коли зерна модифікуються сумішшю оксидів B_2O_3 та Al_2O_3.

Зазначені вище варіанти відповідають продуктивності обробки 200 мм^3/хв., а що буде при збільшенні продуктивності в 2 рази? Для більш високої продуктивності обробки, зокрема 400 мм^3/хв., ситуація з модифікуванням фактично зберігається і найкращим залишається модифікування сумішшю оксидів B_2O_3 та Al_2O_3.

Таким чином, модифікування поверхні алмазних зерен комбінацією B_2O_3+Al_2O_3 гарантовано вдвічі збільшує зносостійкість алмазних кругів, як за невеликої, так і за підвищеної продуктивності обробки.

Тепер розглянемо вплив модифікації поверхні зерен на шорсткість оброблюваної поверхні. Звернемо увагу, що тут вже значний вплив має продуктивність шліфування. Якщо при невеликій продуктивності, рівній 200 мм^3/хв., шліфувальний круг із алмазними зернами без модифікування поверхні дає найменше значення шорсткості обробленої поверхні

за параметром *Ra* (табл. 4), то при значно вищій продуктивності (400 мм^3/хв.) цей же круг дає вже найбільші значення шорсткості за параметром *Ra* (табл. 4). Таким чином, модифікування поверхні алмазних зерен сумішшю оксидів B_2O_3 та Al_2O_3 при підвищеній продуктивності шліфування не тільки гарантовано підвищує зносостійкість алмазного кругу, а і дозволяє зменшити шорсткість обробленої поверхні. Тобто, таке модифікування дає бажаний подвійний позитивний ефект.

Узагальнюючий аналіз взаємозв'язку експлуатаційних характеристик експериментальних шліфувальних кругів з морфометричними характеристиками і технологічними властивостями використаних у їх різальному шарі абразивних порошків

Узагальнюючий аналіз взаємозв'язку експлуатаційних характеристик експериментальних шліфувальних кругів з морфометричними характеристиками і технологічними властивостями використаних у їх різальному шарі абразивних порошків передбачав об'єднане математичне опрацювання отриманих аналітичних та експериментальних даних. Мета такого математичного опрацювання полягала, по-перше, в кількісній оцінці взаємозв'язку між показниками обробленої поверхні, параметрами процесу обробки, морфометричними характеристиками, технологічними властивостями та однорідністю модифікованих шліфпорошків, використаних у різальному шарі інструменту. По-друге, в аналітичному поданні цього взаємозв'язку у вигляді емпіричних математичних залежностей. Методична схема математичного опрацювання полягала у наступному. На першому етапі проводився кореляційний аналіз сукупності досліджуваних факторів, який передбачав знаходження коефіцієнтів парної та множинної кореляції. Потім із врахуванням цього на другому етапі виконувалось аналітичне подання взаємозв'язку між найбільш значимими факторами за результатами встановлених коефіцієнтів парної кореляції.

Результати випробувань експериментальних шліфувальних кругів подаються у табл. 4. Наведена в ній інформація стосується характеристик різального шару круга, параметрів процесу обробки, зокрема продуктивності обробки (Q, мм^3/хв.), а також зносостійкості за відносною витратою алмазного порошку (q, мг/г) і шорсткості обробленої поверхні (Ra, мкм) як показників процесу обробки.

Перед виготовленням кругів проводилося діагностування морфометричних характеристик шліфпорошків з нанесеним на них покривом, призначених для використання в різальному шарі інструменту. Отримані результати (табл. 2) були проаналізовані разом із даними табл. 4. На підставі такого об'єднаного попереднього аналізу із сукупності морфометричних характеристик для подальших досліджень їх взаємозв'язку з експлуатаційними характеристиками експериментальних шліфувальних кругів були відібрані наступні: шорсткість проекції зерна (Rg), питомий периметр проекції зерен (p_s), число зерен (n_z) в одному караті, зовнішня питома поверхня (F_{oss}, м^2/кг), кількість (n_{ce}) і середнє значення кутів загострення різальних кромок (φ) та однорідність шліфпорошків за формоподібністю проекції зерен (u_{fpg}). Саме від цих характеристик слід очікувати найбільшого впливу на показники процесу обробки виготовленими експериментальними кругами. Їхні значення виділено в окрему таблицю (табл. 5). Там же подаються і розрахункові значення ступеню покриву (μ) та його товщини (h).

Зауважимо, що табл. 5 є своєрідним продовженням табл. 4. Вона доповнює характеристику різального шару експериментальних кругів. Тому для проведення кореляційного аналізу доцільно об'єднати в одну сукупність параметри (фактори) процесу і відібрані морфометричні характеристики абразиву, наведені у цих двох таблицях. При цьому залежними факторами слугуватимуть q та Ra, а всі інші параметри – як незалежні фактори. Із таблиць 4 та 5 було сформовано дві матриці значень цих факторів – окремо для кожного із двох залежних факторів.

Таблиця 5. Значення відібраних для подальшого дослідження морфометричних характеристик шліфпорошків з нанесеним на їх зерна покривом на основі термостійких оксидів і хлоридів та розрахованими значеннями ступеню і товщини покриву

Матеріал та ступінь покриву (μ ,%)	Морфометричні характеристики та технологічні властивості основної фракції шліфпорошку								
	Rg	p_s, мкм$^{-1}$	F_{oss}, м^2/кг	u_{fpg}	*h*, мкм	n_z, шт.	n_{ce}, шт.	$n_z \times n_{ce}$, шт.	φ, град.
B_2O_3+Al_2O_3, (μ=17,42)	1,0719	0,0297	15,31	35,93	4,68	35443	9,90	350886	101,29
$CaCl_2$, (μ=11,73)	1,0749	0,0908	15,74	21,30	4,55	36839	9,50	349970	99,08
NaCl, (μ=8,77)	1,0916	0,0318	16,64	20,07	4,54	38215	9,00	343935	92,73
B_2O_3, (μ=14,6)	1.0854	0.0303	15,59	25,86	5,05	35012	9,88	345919	97,82
B_2O_3+$CaCl_2$, μ=10,60)	1,0783	0,0311	16,10	29,02	3,66	37966	9,18	348528	96,85
B_2O_3+NaCl, μ=14,79)	1,0906	0,0313	15,50	23,26	5,118	34474	9,46	326124	94,91

З використанням оригінальних програмних засобів та числової інформації, поданої в цих матрицях як початкових даних, був проведений кореляційний аналіз взаємозв'язку факторів кожної із виділених їх груп з кожним із залежних факторів. Вирахувані коефіцієнти кореляції подаються у табл. 6.

Таблиця 6. Коефіцієнти кореляції незалежних факторів із зносостійкістю інструменту за питомою витратою алмазу (*q*, мг/г) та шорсткістю обробленої поверхні (*Ra*, мкм) як залежними факторами

Залежний фактор	Незалежні фактори								R_{mk}
	Q, мм^3/хв.	*Rg*	p_s, мкм$^{-1}$	F_{oss}, м^2/кг	u_{fpg}	$n_z \times n_{ce}$, шт.	φ, град.	*h*, мкм	
q, мг/г	–0,2093	0,4543	–0,1864	–0,1748	0,6107	–0,9490	–0,3389	0,3473	0,95083
Ra, мкм new	0,4963	–0,0356	-0,2052	-0,1345	-0,0759	0,2676	0,1740	0,0119	0,7061

Порівняльний аналіз наведених у табл. 6 парних коефіцієнтів кореляції показує, що найбільший вплив на відносні витрати алмазного порошку виявляють добуток числа зерен в одному караті на кількість кутів загострення різальних кромок (своєрідний потенціал абразивності різального шару інструменту), показник однорідності шліфпорошку за формоподібністю проекції зерен, шорсткість проекції зерна, товщина покриву, середнє значення кутів загострення різальних кромок та продуктивність обробки. У випадку шорсткості обробленої поверхні за параметром *Ra* найбільший вплив на неї виявляють продуктивність обробки, добуток числа зерен в одному караті на кількість кутів загострення різальних кромок, питомий периметр проекції зерен, середнє значення кутів загострення різальних кромок та зовнішня питома поверхня порошку. Коефіцієнти множинної кореляції виявились такими: R_{mk} = 0,95083 у випадку питомої витрати абразиву та R_{mk} = 0,7061 у випадку шорсткості обробленої поверхні.

Такі значення цих коефіцієнтів свідчать про наявність взаємозв'язку між відібраною для аналізу сукупністю незалежних факторів з кожним із залежних факторів. Для подання цього взаємозв'язку в аналітичному вигляді була виконана апроксимація відповідних експериментальних даних, відібраних із врахуванням виконаного вище аналізу коефіцієнтів кореляції, із використанням програмного комплексу LrAprox [21]. В автоматизованому режимі було проаналізовано по 368640 варіантів апроксимівних залежностей для кожного із двох залежних факторів. Для відносної витрати абразивного шліфпорошку в автоматизованому режимі було проаналізовано 8388608 варіантів апроксимівних залежностей. Найбільш оптимальною за середнім значенням відносної похибки із них виявилася така:

$$q = a_0 + 1{,}5a_1\, lg(Q) + a_2 Rg + a_3\, lg(n^*) + a_4\varphi + \frac{a_5}{lg(u_{fpg})} + a_6 h\sqrt{h} \qquad (10)$$

де a_0 = 41371.76 мг/г; a_1 = 34.7932 (мг×хв)/(г×мм^3); a_2 = -5552.083 мг/г;a_3 = -13925.21 мг/г; a_4 = -0.6739 мг/(г×град.); a_5 = 232.0395 мг/г;a_6 = -2.7432 мг/(г×мм^{1,5}); $n^* = (n_z \times n_{ce})/1000$.

У випадку шорсткості обробленої поверхні в автоматизованому режимі було проаналізовано 2985984 варіантів апроксимівних залежностей. Найбільш оптимальною за середнім значенням відносної похибки із них виявилася така:

$$Ra = a_0 + a_1\tilde{Q}^2\sqrt{\tilde{Q}} + a_2 p_s^2\sqrt{p_s} + a_3 F_{oss}^2\sqrt{F_{oss}} + a_4\sqrt{n^*} + a_5\tilde{\varphi}^3 \qquad (11)$$

a_0 = -5.7035 мкм; a_1 = 0.0015 (мкм×хв^{2,5}/мм^{5,5}); a_2 = -6.5423 мкм$^{3.5}$; a_3 = -0.1988E-02 (мкм×кг^{2,5}/мг^{2,5})/; a_4 = 0.5392 мкм; a_5 = -0.0021 мг/град.^{3}; $\tilde{Q} = Q/100$; $\tilde{\varphi} = \varphi/10$.

Результати відтворення відповідних експериментальних даних за залежностями (10) та (11) подаються у табл. 7 та 8 відповідно. Середні значення відносної похибки склали 16,24 % у першому випадку та 4,23 % – у другому.

Таблиця 7. Результати відтворення експериментальних даних за залежністю (14) для відносної витрати алмазного порошку (q, мг/г)

№ з/п	Q, мм^3/хв	Rg	n^*, шт.	φ, град	u_{fpg}	h, мкм	Значення відносної витрати алмазного порошку		
							точне	прогноз	відносна похибка, %
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	200	1,0719	350,89	101,29	69,50	4,68	7	5,92	15,54
2	200	1,0749	349,97	99,08	57,71	4,55	9	8,38	6,86
3	200	10,0916	343,93	92,73	59,82	4,54	17	25,09	47,57
4	200	1,0854	345,92	97,82	63,56	5,05	25	16,47	34,12
5	200	1,0783	348,53	96,85	64,25	3,66	22	22,98	4,47
6	200	1,0906	326,12	94,91	73,91	5,12	343	344,79	0,52
7	400	1,0787	350,89	101,29	69,50	4,68	17	21,62	27,19

Закінчення таблиці 7

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
8	400	1,0719	349,97	99,08	57,71	4,55	20	24,09	20,47
9	400	1,0749	343,93	92,73	59,82	4,54	46	40,80	11,31
10	400	1,0854	345,92	97,82	63,56	5,05	32	32,18	0,56
11	400	1,0783	348,53	96,85	64,25	3,66	43	38,69	10,01

Таблиця 8. Результати відтворення експериментальних даних за залежністю (15) для шорсткості обробленої поверхні (*Ra*, мкм)

№ з/п	Q, мм^3/хв	p_s	F_{oss}	n^*, шт	φ, град	*Ra*		
						точне	прогноз	відносна похибка, %
1	200	1,0719	15,31	350,89	101,29	0,37	0,389	5,158
2	200	1,0749	15,74	349,97	99,08	0,37	0,37	0,074
3	200	10,0916	16,64	343,93	92,73	0,33	0,376	14,028
4	200	1,0854	15,59	345,92	97,82	0,45	0,45	0,091
5	200	1,0783	16,10	348,53	96,85	0,45	0,386	14,137
6	200	1,0906	15,50	326,12	94,91	0,36	0,358	0,678
7	400	1,0787	15,31	350,89	101,29	0,43	0,429	0,327
8	400	1,0719	15,74	349,97	99,08	0,41	0,41	0,053
9	400	1,0749	16,64	343,93	92,73	0,44	0,419	5,499
10	400	1,0854	15,59	345,92	97,82	0,49	0,49	0,017
11	400	1,0783	16,10	348,53	96,85	0,40	0,426	6,474

Порівняльний аналіз показує, що залежність (11) дає кращі результати апроксимації, ніж залежність (14). Підвищення відтворювальної здатності залежності (10) можна досягти шляхом використання більшої кількості експериментальних даних, які використовуються для її побудови. Подібні дослідження нами проводяться.

Таким чином, наявність залежностей (10), (11) дозволяє виконувати прогнозування можливих значень показників відносної витрати алмазних порошків та шорсткості обробленої поверхні за параметрами процесу обробки та за показниками визначальних морфометричних характеристик модифікованих шліфпорошків, використаних у різальному шарі абразивного інструменту.

Підсумовуючи виконаний аналіз взаємозв'язку показників обробки виготовленим інструментом з морфометричними характеристиками і технологічними властивостями та з однорідністю модифікованих шліфпорошків, використаних у різальному шарі інструменту, варто відзначити, що заслуговує на увагу і ще один прикладний його аспект щодо шліфпорошків синтетичного алмазу. Він стосується вивчення можливості розширення кола інструментів і для інших видів абразивної обробки, в різальному шарі яких доцільно використовувати модифіковані порошки, зокрема шліфпорошки синтетичного алмазу інших, відмінних від використаних при виконанні цієї теми модифікованих шліфпорошків АС6 125/100. Проведений аналіз взаємозв'язку засвідчив значний вплив на показники процесу обробки одночасно з іншими факторами і однорідності за формою проекції та кількості різальних кромок зерен таких модифікованих шліфпорошків. Додаткові наші дослідження зазначених характеристик шліфпорошків синтетичного алмазу в широкому неперервному діапазоні їх марок і зернистостей показали, що ці характеристик мають тенденцію до зростання із збільшенням індексу марки (фактично статичної міцності) та зернистості [22]. Тому є підстави очікувати подальше покращення показників процесу обробки при використанні модифікованих шліфпорошків синтетичного алмазу більш міцних марок і більших зернистостей в інструменті для інших видів абразивної обробки.

Висновки

1. Розроблено оптимальні технологічні режими модифікування термостійкими оксидами і хлоридами шліфпорошків синтетичного алмазу. Модифікування здійснювалось методом рідинно-фазного нанесення з насичених розчинів як термостійких оксидів (B_2O_3, Al_2O_3) та хлоридів ($CaCl_2$, NaCl), так і їх сумішей (B_2O_3+Al_2O_3, B_2O_3+$CaCl_2$, B_2O_3+NaCl).

2. Проведено дослідження для уточнення та оптимізації технологічних режимів модифікування термостійкими оксидами шліфпорошків синтетичного алмазу. Оптимальна схема модифікування передбачає наступні технологічні операції: змішування порошку з розчином модифікатора протягом меншого часу (5 хв замість 10 хв); фільтрування утвореної суміші; висушування осаду з одночасним його розмішуванням при температурі 120ºС до сухого однорідного стану. Так, після обробки порошку синтетичного алмазу АС6 125/100 за уточненим оптимізованим режимом з модифікатором B_2O_3 (6.3 %) втрата ваги зразка за результатами диференціального термічного аналізу стала менше в 3,51 рази в порівнянні з первинним немодифікованим зразком.

3. Встановлено, що для досягнення гарантованого збільшення зносостійкості алмазних кругів при продуктивному (продуктивність обробки 400 мм^3/хв. і більше) шліфуванні твердих сплавів мінімум у 2 рази рекомендується проводити модифікування поверхні алмазних зерен сумішшю оксидів B_2O_3 та Al_2O_3.

4. Виявлено, що для досягнення мінімальної шорсткості при доводочних операціях шліфування необхідно застосовувати алмазні зерна, модифіковані хлоридом натрію, або модифікування сумішшю B_2O_3 та NaCl. При збільшенні продуктивності шліфування такий зв'язок із морфометричними показниками зникає, і тут рекомендується застосовувати алмазні зерна, модифіковані хлоридом кальцію, або модифікування сумішшю B_2O_3 та $CaCl_2$.

5. Встановлені кореляційні зв'язки залежних і незалежних факторів можуть слугувати своєрідним орієнтиром напрямків подальшого розвитку прикладних і теоретичних досліджень за цією тематикою. Зокрема, це стосується вдосконалення технології виготовлення модифікованих абразивних шліфпорошків, спрямованого на підвищення тих їх морфометричних характеристик та технологічних властивостей, які найбільш корелюють із відносними витратами алмазного порошку та шорсткістю обробленої поверхні. Проведені дослідження показали, що до таких відносяться зовнішня питома поверхня алмазного порошку,

питомий периметр проекції зерен, товщина покриву, однорідність шліфпорошків за формоподібністю проекції зерен, величина кутів загострення різальних кромок та добуток числа зерен в одному караті шліфпорошка на кількість кутів загострення різальних кромок його зерен.

V. Poltoratskiy, O. Bochechka, V. Lavrinenko, G. Petasyuk, O. Pasichnyi, V. Bilochenko

V.Bakul Institute fpr Superhard Materials of NAS of Ukraine

SYNTHETIC DIAMOND POWDERS WITH GRAIN SURFACE MODIFIED BY HEAT-RESISTANT OXIDES AND CHLORIDES: PRODUCTION, PROPERTIES, APPLICATION

A technologically advanced method of modifying synthetic diamond grinding powders is described. The method involves applying to the surface of the grains of powder liquid-phase coating of a saturated solution of heat-resistant compounds. An experimental batch of AC6 125/100 grinding powders modified in this way was made. Boron and aluminum oxides and sodium and calcium chlorides were used as the cover material. The study of morphometric characteristics, technological properties and uniformity of the obtained grinding powders is carried out. The test results of experimental grinding wheels in the cutting layer of which the experimental grinding powders modified according to the developed technological scheme were used are presented. The correlation analysis of interrelation of operational characteristics of experimental grinding wheels and morphometric characteristics, technological properties and uniformity in the shape of the projection of the grains of modified grinding powders is carried out. An analytical presentation of the results of the study of this relationship in the form of empirical mathematical dependences is performed. Recommendations on the areas and methods of the most effective application of the tested experimental grinding wheels and directions of possible continuation of the researches carried out in the work are given.

Key words: *grinding powder, modification, coating, oxides, chlorides, thermal stability, characteristics, correlation, approximation.*

Литература

1. Лавріненко В.І., Новіков М.В. Надтверді абразивні матеріали в механообробці: енциклопедичний довідник / під заг. ред. М.В. Новікова. Київ: ІНМ НАН України, 2013. 456 с.
2. ДСТУ 3292–95. Порошки алмазні синтетичні. Загальні технічні умови. Введ. 01.01.96. – К. : Держстандарт України, 1995. – 72 с.
3. Никитин Ю.И., Уман С.Н., Коберниченко Л.В., Мартынова Л.М. Порошки и пасты из синтетических алмазов. Киев: Наук. думка, 1992. 284 с.
4. Полторацкий В.Г., Бочечка А.А., Лавриненко В.И. Ткач В.Н., Петасюк Г.А., Билоченко В.А., Лещенко О.В., Грищенко Г.С. 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. Вып. 22. Киев: ИСМ им. В.Н. Бакуля, НАН Украины, 2019. С. 317–327.
5. 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. Вип. 24. Київ: ІНМ ім. В.Н. Бакуля, НАН України, 2021. – С. 296–307.
6. DiaInspect.OSM. Automated particle analysis for superabrasives and surface analysis 2010. Operation guide Version 1.2.8. URL: https://vdiamant.de/ languages/diainspect-osm.html.

7. Богатырева Г.П., Петасюк Г.А., Базалий Г.А., Шамраева В.С. К вопросу однородности алмазных микропорошков по морфологическим характеристикам. *Сверхтвердые материалы*. 2009. № 2. С. 71–81.
8. Полторацкий В.Г., Петасюк Г.А., Сафонова М.Н. Бочечка А.А., Ткач В.Н., Шамраева В.С. Новый композиционный абразивный материал из невостребованных порошков природного алмаза. *Сверхтвердые материалы*. 2014. № 2. С. 93–104.
9. 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.
10. Спосіб визначення товщини рідинно-фазового покриву термостійкими сполуками зерен абразивних шліфпорошків надтвердих матеріалів: пат. 123373 Україна; заявл. 17.04.2019; опубл. 24.03.2021, Бюл. № 12.
11. Петасюк Г.А.**,** Сирота Ю.В. Аналитическое определение количества зерен в одном карате алмазного порошка на основе экстраполяционно-аффинной 3D модели зерна. *Сверхтвердые материалы*. 2012. № 3. С. 70–82.
12. 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.
13. Петасюк Г.А., Богатырева Г.П. Экстраполяционно-аналитический метод определения внешней удельной поверхности порошков сверхтвердых материалов. *Сверхтвердые материалы*. 2007. № 6. С. 65–76.
14. Петасюк Г.А. Інтерпретаційні і прикладні аспекти деяких морфологічних характеристик порошків надтвердих матеріалів. *Сверхтвердые материалы*. 2010. № 2. С. 79–94.
15. Petasyuk G.A. System and criterial method of the identification and quantitative estimation of the geometrical shape of the abrasive powder grains projection. *Powder Technology*. 2014. Vol. 264. P. 78–85.
16. Petasyuk G.A., Bochechka O.O. Generalized index of the shape-similarity of the diamond powders grains projection. *Powder Technology*. 2019. Vol. 353. P. 125–131.
17. Лавриненко В.И., Полторацкий В.Г., Сафонова М.Н., Петасюк Г.А., Девицкий А.А. К вопросу об использовании в шлифовальных кругах разнодисперсных порошков из компактов на основе синтетического и природного алмаза с углеродной связкой. *Сверхтвердые материалы*. 2016. № 2. С. 88–94.
18. Петасюк Г.А. Системно-критеріальний метод кількісної оцінки однорідності надтвердих дисперсних матеріалів. Фізико-хімічна механіка матеріалів. 2003. № 5. С. 101–105.
19. Новиков Н.В., Никитин Ю.И., Петасюк Г.А. Компьютерное диагностическое сито для идентификации зернистости и зернового состава микроскопических проб алмазных шлифпорошков. *Сверхтвердые материалы*. 2003. № 3. С. 71–83.
20. Петасюк Г.А. Сравнительные возможности программных средств аналитического описания экспериментальных данных в задачах диагностики свойств дисперсных материалов. *Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения*. Сб. науч. тр. Вып. 11. Киев: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2008. С. 231–237.
21. Петасюк Г.А., Петасюк О.У. Компьютерно-программная система многовариантного построения и анализа эмпирических математических моделей LrAprox для применения в научно-прикладных задачах материаловедения. *Порошковая металлургия*. Респ. межвед. сб. науч. тр. Вып. 31. Минск, 2008. С. 58–63.

22. Petasyuk G.A., Lavrinenko V.I., Sirota Yu.V., Poltoratskiy V.G. Geometric Shape of the Projection and the Characteristics of the Cutting Edges of the Grains Synthetic Diamond Grinding Powders of Continuous Series their Grades and Granularities. *Advanced Manufacturing Processes II. Lecture Notes in Mechanical Engineering* / eds. by Tonkonogyi V., Trojanowska J., Grabchenko A. et al. – Springer Nature Switzerland AG, 2021. 879 p.

Надійшла 27.06.23

Reference

1. Lavrinenko, V.I., & Novikov, M.V. (2013). *Nadtverdi abrazyvni materialy v mehanoobrobtsi [Superhard abrasive materials in machining]*. M.V. Novikov (Ed.). ISM of NAS of Ukraine [in Ukrainian].
2. Poroshky almazni syntetychni. Zagalni tehnichni umovy [Synthetic diamond powders. General technical conditions]. (DSTU 3292–95). (1995). Derzhstandart Ukrainy [in Ukrainian].
3. Nikitin Yu.I., Uman S.N., Kobernichenko L.V., Martynova L.M. (1992). *Poroshki i pasty iz sinteticheskih almazov [Synthetic diamond powders and pastes]*. Naukova dumka [in Russian].
4. Poltoratskiy, V.G., Bochechka, O.O., Lavrinenko, V.I., et al. (2019). Modifitsirovanie shlifporoshkov sinteticheskogo almaza i kompaktov na osnove mikroporoshkov cBN termostoikimi oksidami i hloridami metodom zhidkofaznogo 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.* (22nd Issue, p. 317–327). ISM im. V.N. Bakulia, NAN Ukrainy [in Russian].
5. Poltoratskiy, V.G., Bochechka, O.O., Lavrinenko, V.I., et al. (2021). Formuvannia kombinovanogo bagatokomponentnogo termostabilnogo pokryttia na poverhni zeren shlifporoshkiv abrazyvnogo pryznachennia [Formation of combined multicomponent thermostable wear-resistant coating on the surface of grains of abrasive grinding powders]. *Instrumentalne materialoznavstvo – Tooling Materials Science*, (24nd Issue, p. 296–307). ISM im. V.N. Bakulia, NAN Ukrainy [in Ukrainian].
6. DiaInspect.OSM. Automated particle analysis for superabrasives and surface analysis 2010. Operation guide Version 1.2.8. (b.d.). https://vdiamant.de/ languages/diainspect-osm.html.
7. Bogatyreva, G.P., Petasyuk, G.A., Bazaliy, G.A., & Shamraeva,V.S. (2009). K voprosu odnorodnosti almaznykh mikroporoshkov po morfolohicheskim kharakteristikam [On morphometric uniformity of diamond micron powders]. *Sverkhtverdye materialy – Journal of Superhard Materials*, 2, 126–134 [in Russian].
8. Poltoratskiy, V.G., Petasyuk, G.A., Safonova, M.N., et al. (2014). Novyi kompozitsionnyi abrazivnyi material iz nevostrebovannykh poroshkov pryrodnoho almaza [A novel composite abrasive material of unmarketable natural diamond powder]. *Sverkhtverdye materialy – Journal of Superhard Materials, 36,* 2, 136–144 [in Russian].
9. Petasyuk, G.A., Bochechka, O.O., Lavrinenko, V.I., et al. (2020). Piknometrychno-adytyvnyi metod vyznachennia stupenia pokryttia shlifporoshkiv nadtverdykh materialiv z vykorystanniam ekstrapoliatsiino-afinnoi 3D-modeli zerna [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]. *Sverkhtverdye materialy – Journal of Superhard Materials*, 3, 199–202 [in Ukrainian].

10. Petasyuk, G.A., Bochechka, O.O., Lavrinenko, V.I., et al. (2021). *Patent of Ukraine № 123373. Sposib vyznachennia tovshchyny ridynno-fazovogo pokryvu termostiikymy spolukamy zeren abrazyvnyh shlifporoshkiv nadtverdyh materialiv [The method of determining the thickness of the liquid-phase coating with heat-resistant compounds of grains of abrasive grinding powders of superhard materials]*. (Patent Ukrainy № 123373) [in Ukrainian].
11. Petasyuk G.A., & Sirota Yu.V. (2012). Analiticheskoe opredelenie kolichestva zeren v odnom karate almaznoho poroshka na osnove ekstrapoliatsionno-affinnoi 3D modeli zerna [Analytical determination of a number of particles per carat for diamond powders on the basis of an extrapolation-affine 3D grain model]. *Sverkhtverdye materialy – Journal of Superhard Materials,* 3, 200–208 [in Russian].
12. Petasyuk G.A. (2014). Ekstrapoliatsionno-affinnaia 3D model zerna poroshkov sverhtverdyh materialov i eie inzheneriia [Extrapolation affine 3D model of powder grains of superhard materials and its engineering]. *Sovremennye problemy estestvennyh nauk – Contemporary problems of natural sciences, 1*(2), 57–62 [in Russian].
13. Petasyuk, G.A., & Bogatyreva, G.P. (2007). Ekstrapoliatsionno-analiticheskii metod opredeleniia vneshnei udelnoi poverkhnosti poroshkov sverkhtverdykh materialov [Extrapolation-analytical method for determination of outer specific surface of powders of superhard materials]. *Sverkhtverdye materialy – Journal of Superhard Materials,* 6, 375–383 [in Russian].
14. Petasyuk, G.A. (2019). Interpretative and applied aspects of some morphological characteristics of superabrasive powders. *Journal of Superhard Materials, 32*(2), 128–139.
15. Petasyuk, G.A. (2014). System and criterial method of the identification and quantitative estimation of the geometrical shape of the abrasive powder grains projection. *Powder Technology, 264*, 78–85.
16. Petasyuk G.A., Bochechka O.O. (2019). Generalized index of the shape-similarity of the diamond powders grains projection. *Powder Technology, 353*, 125–131.
17. Lavrinenko, V.I., Poltoratskiy, V.G., Safonova, M.N., et al. (2016). On grinding applications of variously dispersed powders of compacts based on synthetic and natural diamond with carbon binder. *Journal of Superhard Materials, 38*(2), 140–144.
18. Petasyuk, G.A. (2003). System-criterional method for quantitative estimation of the homogeneity of superhard dispersed materials. *Materials Science, 39*(5), 727–732.
19. Novikov, N.V., Nikitin, Yu.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.
20. Petasyuk G.A. (2008). Sravnitelnye vozmozhnosti programmnyh sredstv analiticheskogo opisaniia eksperimentalnyh dannyh v zadachah diagnostiki svoistv dipersnyh marerialov [Comparative capabilities of software tools for analytical description of experimental data in problems of diagnostics of the properties of disperse materials]. *Porodorazrushaiushchii i metalloobrabatyvaiushchii instrument – tehnika i tehnologiia ego izgotovleniia i primeneniia – Rock-destroying and metal-working tools – engineering and technology of its production and application.* (11nd Issue, p. 231–237). ISM im. V.N. Bakulia, NAN Ukrainy [in Russian].
21. Petasyuk G.A., & Petasyuk O.U. (2008). Kompiuterno-programmnaia sistema mnogovariantnogo postroeniia i analiza empiricheskih matematicheskih modelei LrAprox dlia primeneniia v nauchno-prikladnyh zadachah materialovedeniia [LrAprox computer software system for multivariant construction and analysis of empirical mathematical models for the use in theoretical and applied problems of materials science]. Powder Metallurgy. Republican Interpdepartmental Book of Collected Research Papers, (issue 31, pp. 58–63). Minsk: [in Russian].

22. Petasyuk G.A., Lavrinenko V.I., Sirota Yu.V., Poltoratskiy V.G. (2021) Geometric Shape of the Projection and the Characteristics of the Cutting Edges of the Grains Synthetic Diamond Grinding Powders of Continuous Series their Grades and Granularities. Tonkonogyi, V., Ivanov, V., Trojanowska, J., et al. (Eds.). *Advanced Manufacturing Processes II. Lecture Notes in Mechanical Engineering*. (p. 422–432). Springer Nature Switzerland AG.

УДК 536.421.1:620.187:661.057.5 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-225-235

P. Klimczyk, Dr. Sci.(Engr.)[1]; **I. A. Petrusha**, Dr. Sci.(Engr.)[2]; **Yu. Yu. Rumiantseva**, PhD (Engr.)[1]; **K. Momot**, Ph.D Student[1]; **B. S. Sadovyi**, PhD (Engr.)[3,4]; **P. S. Sadovyi**, Engr.[3]; **S. Gierlotka**, PhD (Engr.)[3]

[1]Łukasiewicz Research Network, Krakow Institute of Technology, Zakopiańska 73 str., 30-418 Krakow, Poland, e-mail: piotr.klimczyk@kit.lukasiewicz.gov.pl
[2]V.M. Bakul Institute for superhard materials of the National Academy of Sciences of Ukraine, 2, Avtozavodska str., 04074 Kyiv, Ukraine, e-mail: dialab@ism.kiev.ua
[3]Institute of High Pressure Physics Polish Academy of Sciences, Sokołowska st. 29/37, 01-142 Warsaw, Poland, e-mail: bsad@unipress.waw.pl; xray@unipress.waw.pl
[4]Department of Physics, Ivan Franko National University of Lviv, Universytetska st. 1, Lviv, 79000, Ukraine, e-mail: bsad@unipress.waw.pl

CONSECUTIVE SOLID-PHASE hBN(1)→cBN→hBN(2) TRANSFORMATIONS AT 7 GPa UNDER EXTREMELY HIGH TEMPERATURE GRADIENTS

A new technical solution for the high-pressure cell (HPC) design has been developed applying to toroidal type apparatus (HPA-T30). The assembly of the cells enables to create a significant radially directed temperature gradient (∇T) of around 250 °C/mm within the reaction volume of the apparatus. The proposed procedure makes it possible to record temperature dependent structural changes and solid-state transformations of compounds within a single sample volume. The capabilities of the method was demonstrated by the example of the thermobaric behavior of graphite-like boron nitride (hBN) at a pressure of 7 GPa in a wide temperature range up to ~3000 °C. The evolution of the solid-phase transformations of primary hBN(1) followed the hBN(1)→cBN→hBN(2) sequence, i.e. included the reconversion stage of cubic cBN into secondary hBN(2) at temperatures above 2680 °C. The structural features of the final phase indicate the formation of a polycrystalline structure of hBN(2) at the stages of recrystallisation annealing (grain growth process) under high temperature thermobaric treatment.

Key words: *boron nitride, high pressure, temperature gradient, solid-phase transformations, reconversion, crystal structure*

Introduction

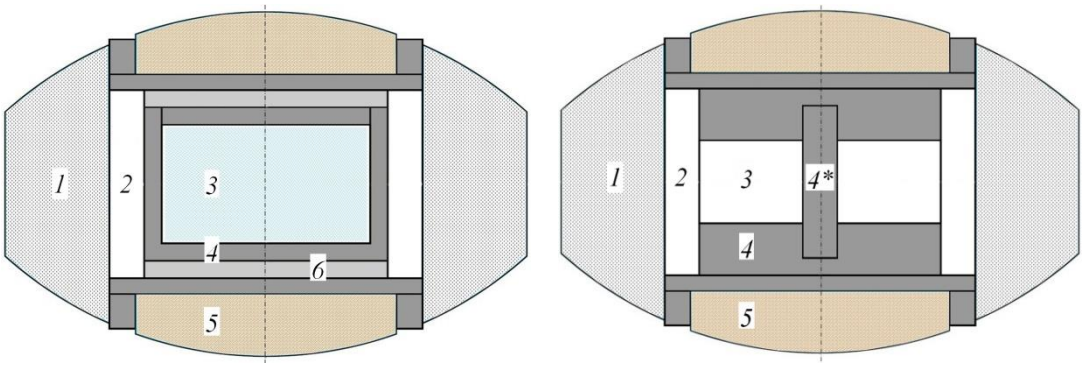
Temperature homogeneity within the reaction volumes of a high pressure cell (HPC) is usually a desirable factor in thermobaric experiments because the knowledge of thermodynamic conditions is critical to understanding the physic-chemical nature of the processes occurring under HPHT treatments. The optimized design of the HPC important both for performing fundamental physical research and for technological development [1–3]. A certain disadvantage of gradientless HPC is their restricted practical application in thermobaric experiments at extremely high temperatures above the level of 2200–2300 °C. High temperature exposure is particularly critical for the sealing gasket area as it can significantly increase the risk of depressurisation of the HPC volume [2].

Thermobaric steady-state conditions with the temperature gradient (∇T) in the reaction zone of the HPC are usually used purposefully in special cases, for example in technologies of diamond growing on the seed crystals [4]. Diffusion and convection fluxes that affect the rate of carbon transfer to the seed from the supersaturated metal melt solution are caused by the vertical ∇T in the growth volume of the cell. The seed crystals are placed in a relatively "cold" zone of the temperature field and temperature gradient is usually varied within 2–20 °C/mm.

In this work a radially directed ∇T in the reaction volume of the toroidal type apparatus (HPA-T30) was generated using not ordinary HPC assemble design. The possibility to reach much higher ∇T at least an order of magnitude was investigated. As for the new functional possibilities, the proposed method will allow to record structural changes and solid-phase transformations of compounds as a function of temperature in a volume of a single sample obtained in one experiment only.

Performing the experiment

The required thermobaric conditions were achieved in special high-pressure cells adapted to the HPA-T30 toroidal apparatus. The apparatus was used on the standard DO-044 press equipment. The experimental facilities and methods of the Łukasiewicz Research Network – Krakow Institute of Technology (Krakow, Poland) have been used. More detailed descriptions of a number of the aspects related to thermobaric experiments using HPA-T30 (and -T20) apparatus are available in our articles [2, 3]. The 7 GPa pressure in a cell with standard type of assembly is achieved at compression of the HPA-T30 by nominal force of 1750±20 ton (Fig. 1, *a*).



a *b*

Fig. 1. HPC assembly for p,T-experiments using the HPA-T30 in the standard version (a) and in the configuration with high T-gradient (b): 1 – container of cloudy marble ($CaCO_3$ mineral raw material, Turkey, Finike); 2 – sleeve made of hot-pressed hexagonal graphite-like boron nitride (hBN); 3 – sample; 4 – graphite heating system (isotropic fine-grained graphite of MG-1 grade or isostatically pressed graphite of SIGRAFINE® R8710 grade with bulk density d = 1.88 g/cm^3) ; 4 – axial rod-heater made of graphite; 5 – heat-insulating insert made of pyrophyllite (mineral rock from the deposits of the Slovechne-Ovruch ridge, Ukraine); 6 – pressed disk-heater made of low-ash natural graphite in a mixture with 40 vol. % ZrO_2*

In this work, extremely high temperatures were achieved in a relatively small volume of the sample, localized around an axial graphite rod-heater (*4**) (Fig. 1, *b)*. Previous experience on pressure calibration of the apparatus was used in the work. Above HPC assembly provides a substantially homogeneous temperature field in the sample volume. However, as already mentioned, the stability of such cell is usually limited to the temperature range of 2200–2300 °C.

The rod diameter was 2 mm with a length of 8.8 mm, which takes into account the depth of the contact zones. The outer diameter and thickness of the sample (*3)* were 14 and 4.8 mm,

respectively. A hole with a diameter of 2 mm was made along the sample axis for rod-heater (*4**) placing. The temperature field in the sample under stationary conditions of thermobaric action becomes significantly heterogeneous for such HPC assemble. In particular, in the central plane of the cell, the temperature gradient is most significant and is radially directed to its axis. It is worth noting that in this situation the critical area of sealing gasket is not exposed by high temperatures, which has a positive effect on the stability of HPA-T30 operation.

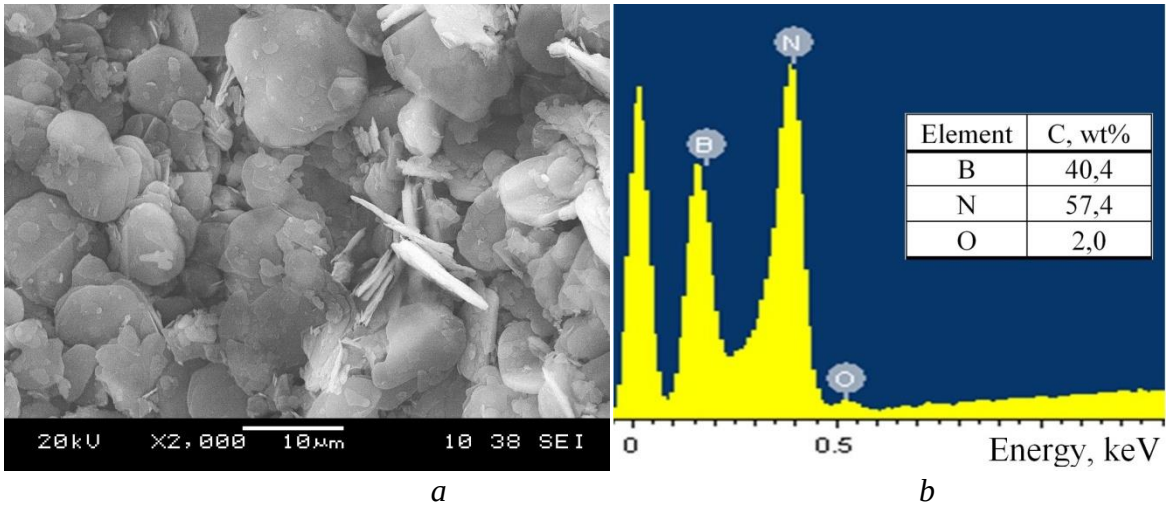
Undoubtedly, a certain evolution of the structural changes in the sample occurs already at the stage of temperature rise. Under quasi-stationary thermal conditions, with a relatively stable temperature distribution in the cell volume, structural changes and phase transformations in the sample are controlled by thermodynamic conditions and the kinetics of the corresponding processes. The space pattern of temperature-dependent evolutionary changes in any material can be recorded within a single sample after rapid quenching. In this work, to demonstrate this aspect of the proposed research method, a hexagonal modification of graphite-like boron nitride (hBN) was used as a initial material, whose behaviour under isothermal HPHT treatment (gradientless variant of the HPC) was studied in detail earlier, for example [5–9].

During the experiment, the sample was gradually heated by uniform magnification of the electric current power in the heater to 6 kW at a rate of 100 W/s. The exposure time at maximum electrical parameters was 30 s. After that, the current power was rapidly reduced to zero for 5 s (sample quenching stage).

The structural state of the obtained samples was studied by optical and electron microscopy (Zeiss Ultra Plus electron microscopy) combined with energy dispersive spectroscopy (EDS) and X-ray analysis (Panalytical diffractometer X′ PetrPRO X-ray diffraction system).

Results and discussion

Initial hBN. The external morphology of the initial (or primary hBN(1)) powder particles is characterised by a flake-round shape (thin plate habitus). Along the base plane the size of hBN(1) flakes reached 10 μm (Fig. 2, *a*).



a *b*

Fig. 2. Initial hBN(1) powder: a – external morphology and particles habit (SEM image); b - emission spectrum and chemical composition of the sample according to EDS data (inset)

According to the X-ray energy dispersive spectral analysis results, it was found that the powder contains oxygen impurities up to 2 wt % (Fig. 2*b*). The most likely explanation for the oxygen presence is the adsorbed molecular oxygen (O_2) on the powder surface. In addition, it is also possible that the initial powder contains a small amount of B_2O_3 too. The analysis of the profiles of 112 and 110 reflection lines on the X-ray diffraction pattern of hBN(1) was performed following the

approaches [9, 10]. The result obtained indicates a high level of 3D-ordering of the initial graphite-like structure with the turbostratic defects concentration in hexagons layers packing about $\gamma \approx 10$ %.

As mentioned above, the results of fundamental studies on the mechanisms of solid-phase hBN→cBN transformation have been discussed in various aspects in numerous publications, in particular [5–9]. At pressures of 7–10 GPa in the temperature region of weak diffusion, an alternative metastable behavior occurs during the phase transition. This process dominates in a 3D-ordered structure like hBN(1) one. As a result, an intermediate wurtzite boron nitride (wBN) is formed by cooperative shear deformation mechanisms. At increasing temperature, a metastable wBN progressively transforms into stable cBN due to layer-by-layer rearrangement of two-layer aa′bb′aa′bb′ wurtzite alternation into three-layer aa′bb′cc′aa′bb′cc′ sphalerite-like packing of the dense-packing hexagonal layers in boron and nitrogen sublattices.

At pressures of 7–8 GPa the rate of solid phase transformation of crystalline hBN into w-cBN becomes significant at temperatures starting from about 1500 °C. This transformation leads to the appearance of noticeable amounts of dense phases in the sample within a mere 30 to 40 seconds of thermobaric exposure [9, 11]. This temperature threshold is considered to be the low-temperature limit of the kinetic transformation region, which extends to the cBN↔hBN equilibrium temperature.

Behavior of hBN(1) in the ∇T field at a pressure of 7 GPa. Consecutive evolutionary structural changes and phase transformations in hBN(1) can be clearly seen in ∇T direction on longitudinal fracture surface of the sample (Fig. 3).

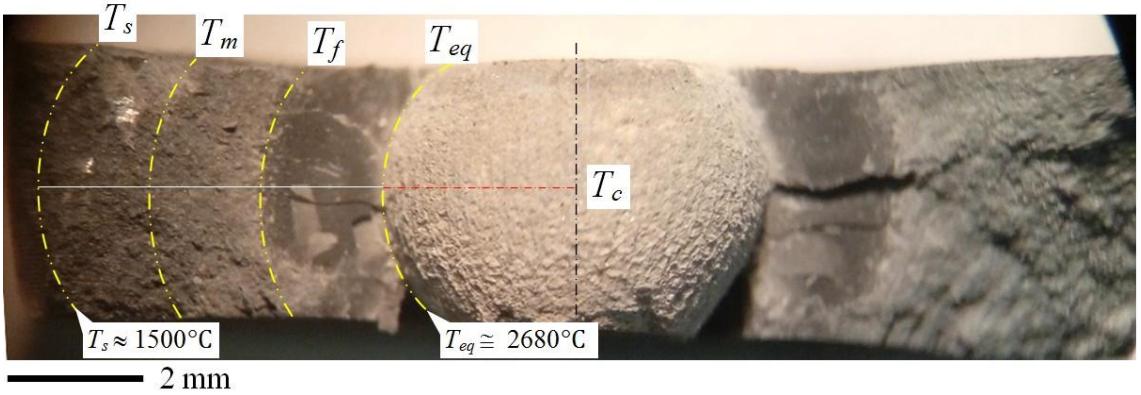


Fig. 3. The sequence of solid-phase transformations in the initial hBN(1) under high pressure ~7 GPa in the presence of a significant temperature gradient in the sample (axial longitudinal fracture of the sample): T_s – isotherm of starting conversion sintering resulting in stable cBN phase formation; T_m – the isotherm that conditionally corresponds to 50 % conversion of hBN(1)→cBN; T_f – the isotherm at which the conversion to cBN is finished; T_{eq} – the isotherm of cBN→hBN(2) reconversion which practically coincides with the temperature of cBN↔hBN equilibrium due to the impossibility of any overheating of the system at extremely high temperatures; T_c – the temperature in the center of the HPC (intersection point of the axis and radius)

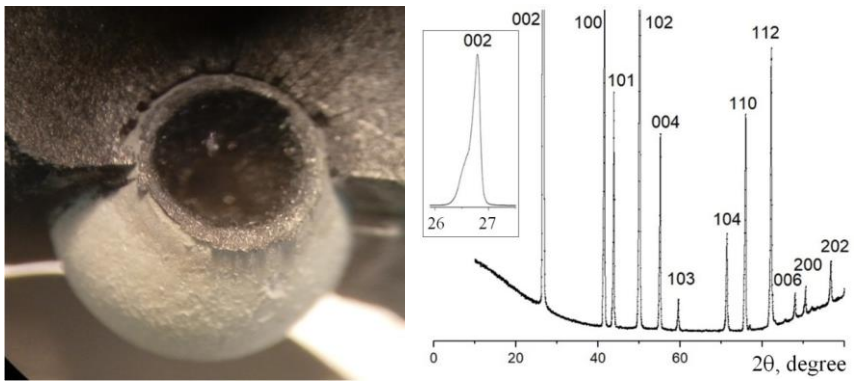
The T_s–T_f temperature interval. The evidence of the beginning of formation of dense BN phases is the presence of size effects. Their presence is associated with a significant difference in the molar volumes of the initial and final phases. The conversion from hBN to cBN results in a negative volume effect, with a relative value of 34.7%. As can be seen from Fig. 3, the T_s isotherm corresponds to the beginning of the sample profile narrowing in height. It is undoubtedly associated with volume effect of the BN(1)→w,cBN transformations. In general, this isotherm corresponds to the low-temperature kinetic limit of the conversion region at 7 GPa ($T_s \approx 1500$ °C [9, 11]). The region extends to the equilibrium temperature cBN↔hBN.

Stabilization of the profile occurs along the T_f isotherm where the conversion of the graphite-like structure BN to cubic one is fully completed. The intermediate isotherm T_m in Fig. 3 is conventionally shown as a profile with a 50 % degree of transformation. The evolutionary phase changes in the sample between the isotherms T_s and T_f can be represented by the sequence hBN(1)→h,w,cBN→cBN along the ∇T direction. The monophasic state of the polycrystalline cBN material is achieved at rather high temperatures near of 2200–2300 °C [12]. It should be noted that T_f is practically independent of pressure according to the results of *in situ* experiments performed up to 20 GPa [13].

The T_f–T_{eq} temperature interval. Unstable quasi-crystalline structure of the final phase and primary recrystallisation processes already occur at this stage of structural evolution. The formation of the quasi-crystalline structure is often thought to appear at incomplete hBN→cBN transformation [12]. The driving force of the process is determined by the joint action of external loading and phase slander. A more stable submicrocrystalline structure occurs after completion of transformation at $T \cong$ 2200–2300 °C. At increasing temperature, especially above 2400 °C, at first fine-grained and then coarse-grained cBN structures form due to normal grain growth process. The perfect boundaries of recrystallization origin and low dislocation density in the grains are a feature of substructure formed. The grain size in polycrystalline samples reaches tens of microns at finish stages of evolutionary structural changes [12].

At a pressure of 7 GPa the thermodynamic stability of cBN is bounded by a temperature of 2680 °C, which was found basing on a linear extrapolation of the known relationship p(GPa) = T(°C) / 400 + 0.3 for the cBN↔hBN equilibrium obtained by O. Fukunaga, S. Nakano, and T. Taniguchi in 2022 [14].

Taking into account the distance (ΔX) and the temperature difference between the isotherms T_s and T_{eq} , the temperature dependence along the radius towards the center of the HPC was found in the linear approximation as T(°C) = 1500 + 256.5· X(mm) (Fig. 3). Accordingly, we have ∇T ≅ 256 °C/mm and $T_f \cong$ 2270° C, the latter being consistent with [12]. Additionally, at the same approximation under quasi-stationary mode of thermobaric treatment the temperature at HPC center (the center of the heater rod) is $T_c \cong$ 3330° C.



a *b*

Fig. 4. Secondary hBN (white material) formed during the cBN→hBN(2) reconversion: a – a part of the sample separated along the T_{eq} isotherm (Fig. 3); b – the X-ray diffraction pattern of the white material corresponds to the spectrum exclusively of hBN with asymmetric 002 reflection profile (see inset)

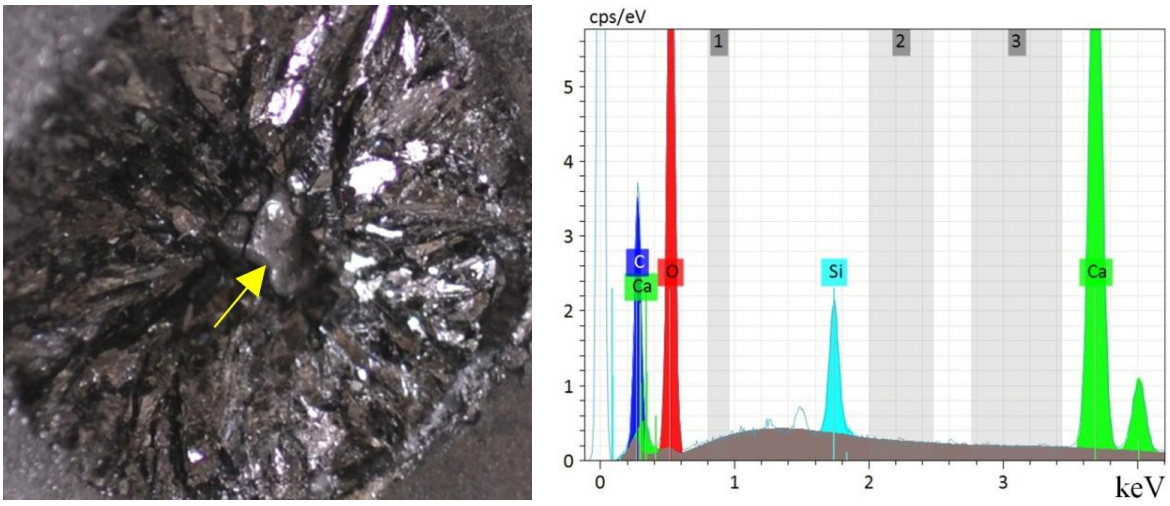
The temperature higher T_{eq}. The secondary hBN formation stage as a result of the cBN→hBN(2) reconversion begins at the moment of crossing the equilibrium temperature along the isotherm T_{eq} (Fig. 3, Fig. 4, *a)*. Overheating of any system is almost impossible due to the high diffusive mobility of atoms at extremely high temperatures ($T \geq$ 2680 °C). It is known that cBN→hBN(2) reconversion can also include an alternative metastable behavior with the rhombohedral graphite-like structure (rBN) formation (especially in the case of a perfect initial structure) [7]. However, under conditions of significant thermal activation, the system rapidly moves directly to the stable state bypassing any ways of metastable behavior. That is why the

cBN-hBN(2) interphase boundary is not spatially fuzzy and corresponds to the cBN↔hBN equilibrium temperature. The absence of metastable rBN in the obtained sample is confirmed by the results of X-ray examination (Fig. 4).

An important feature of the secondary hBN(2) obtained is the crystallinity of its structure formed under conditions of high-temperature collective recrystallization. A fracture surface of the sample looks coarse-grained with sparkling reflections from the individual grain surface. The grain size reaches 50–80 μm, according to optical microscope studies. Note that the particle size in the original hBN(1) is smaller an order of magnitude (Fig. 2, *a*).

A close examination of the X-ray diffraction pattern of hBN(2) reveals a "bump" in the reflection profile of plane 002 from the side of small 2θ angles (Fig. 4, *b*, inset). Obviously, the asymmetry arises due to the presence of areas of graphite-like structure with increased interlayer distance. Turbostratic defects are unlikely to be responsible for profile broadening since they are expected to disappear due to high-temperature annealing. The version of intercalation of impurities into the layered structure of hBN due to contamination of the HPC reaction volume seems more realistic. The ability of graphite to form intercalation compounds with increased interlayer distance is well known, for example [15]. This may indicate that graphite-like hBN has similar properties.

Further evidence that sample contamination may be real is the presence of impurities in the axial heater in the form of rounded inclusions of crystallized melt, sometimes quite large (Fig. 5, *a)*.



a *b*

Fig. 5. Internal structure and impurity composition of the axial rod-heater (4, Fig. 1, b): a – rounded re-melted inclusion in the central zone (indicated by an arrow); b - EDS emission spectrum from the material of inclusion*

Chemical composition of the inclusions in an axial graphite rod-heater according to EDS data

Element	Atomic number	Element composition, %		Definition error (1σ), %	
		Weight	Atomic	Absolute	Relative
Silicon	4	2.17	1.49	0.13	5.81
Carbon	6	13.85	22.29	2.08	15.02
Oxygen	8	52.68	63.64	6.76	12.83
Calcium	20	26.09	12.58	0.82	3.14

The mineral composition of inclusions has been not determined. According to the EDS data, they contain such elements as Si, C, O and Ca included probably with carbides, oxides, and carbooxides (Fig. 5, *b*, Table).

The graphite in the heater has a large-block radial-columnar recrystallized structure. Most likely, the inclusion is formed during the crystallization of a complex carbon-saturated melt, as evidenced by the smooth rounded surface and the absence of any signs of graphite wetting. Obviously, under the high-temperature barothermic treatment conditions the infiltration of the liquid phase (melted inclusion) into the sample structure is possible. Indeed, in the contact zone of the white hBN(2) sample with the heater a rather wide area of contaminated material was observed, which differed from the white part by its black color.

By various estimates, melting of boron nitride at high pressures (7–9 GPa) occurs at temperatures of approximately 3400 °C [16, 17]. Self-diffusion activity in deformed polycrystalline structures is most pronounced at about ~2400 °C [12]. According to our observations and evaluations at a pressure of 7 GPa, recrystallisation annealing occurs in stable phases: cBN – in the range T = 2400–2680 °C, and hBN – at T>2680 °C after cBN→hBN(2) reconversion.

Conclusions

Using of proposed HPC design to generate extremely high temperature gradients in reaction zone of HPA-T30 apparatus we can expedite the obtaining of primary data about thermobaric behaviour of various materials chemically inert to graphite. This is particularly important for high temperature compounds. Cells of this type can be used for fixing of structural changes (including solid-state transformations) up to ~3000 °C temperatures. The proposed methodology does not claim to be highly accurate in the data obtained. However, its use allows us to minimise the number of labour-intensive experiments carried out under HPHT treatments. In addition, it contributes to a more qualified strategic planning of scientific investigations concerning the study of the behavior of solid compounds under isothermal conditions at high pressures. Certain improvements in the design of the HPC are needed in the future, mainly to prevent contamination of the reaction zone under ultrahigh temperatures. The results of this work indicate the need to use special high-purity graphite materials in HPC heater structural elements.

The possibilities of the above "T-gradient method" in HPHT treatment have been demonstrated by investigation of hexagonal graphite-like BN behavior. In particular, at temperatures above ~2700 °C, even under short-term p,T-action, the structure of secondary hBN undergoes noticeable recrystallization after the stage of cBN→hBN(2) reconversion. It is assumed that accelerating hBN(2) grain growth through collective recrystallization will allow for the formation of large-sized hBN crystal aggregates. Obtaining large, defect-free crystals is essential for their application in microelectronic devices. Obviously, the main factors for further research are the optimization of the p,T-conditions and the adaptive increase in the duration of the grain growth process in polycrystalline hBN structure.

Acknowledgments

This study was partial financed from the funds of grant agreement no PAN.BFB.S.BWZ.369.022.2023 of the Long-term program National Academy of Sciences (US) and Polish Academy of Sciences which is greatly acknowledged. In addition, certain studies were carried out in accordance with the objectives of the project 11/01-2022 (SR No 0122U002232) and research work III-1-22 (0138, SR No 0122U000404) with the financial support of the National Academy of Sciences of Ukraine.

П. Клімчик[1], І. А. Петруша[2], Ю. Ю. Румянцева[1], К. Момот[1], Б. С. Садовий[3,4], П. С. Садовий[3], С. Герлотка[3]

[1]Інститут прогресивних технологій обробки, Польща
[2]Інститут надтвердих матеріалів імені В. М. Бакуля НАН України
[3]Інститут фізики високих тисків ПАН, Польща
[4]Фізичний факультет, Львівський національний університет імені Івана Франка, Україна

ПОСЛІДОВНІ ТВЕРДОФАЗНІ ПЕРЕТВОРЕННЯ hBN(1)→cBN→hBN(2) ПРИ 7 ГПа В УМОВАХ ЕКСТРЕМАЛЬНО ВИСОКИХ ТЕМПЕРАТУРНИХ ГРАДІЄНТІВ

З використанням нових дизайнерських рішень при складанні комірок високого тиску апаратів тороїдального типу (АВТТ-30) досліджена можливість створення значного радіально спрямованого градієнта ∇T до ~ 250 °С/мм в реакційному об'ємі комірки. З точки зору методології термобаричного експерименту даний підхід дозволяє фіксувати структурні зміни та твердофазні перетворення сполук в залежності від температури в межах об'єму лише одного зразка. Можливості методики продемонстровані на прикладі термобаричної поведінки графітоподібного нітриду бору при тиску 7 ГПа в широкому діапазоні температур, що сягають рівня ~3000 °С. Еволюція твердофазних перетворень первинного hBN(1) відбувалась за послідовністю hBN(1)→cBN→hBN(2), тобто включала етап реконверсії кубічного cBN у вторинний hBN(2) при температурах вище 2680 °С. Структурні особливості кінцевої фази свідчать про формування полікристалічної структурі hBN(2) на етапах рекристалізаційного відпалу в умовах високотемпературної термобаричної дії.

Ключові слова: *нітрид бору, високий тиск, градієнт температури, твердофазні перетворення, реконверсія, кристалічна структура*

Література

1. Пристрій для створення високого тиску та температури: деклараційний патент 70815 А Україна: МПК B 01 J 03/06. № 20031212960; заявл. 30.02.2003; опубл. 15.10.2004, Бюл. № 10. 6 с.
2. Petrusha I. A., Sadovyi B. S., Sadovyi P. S., Osipov A. S., Rumiantseva Yu. Yu., Balabanov P. A., Klimczyk P., Sadova Yu. I., Savitskyi O. V., Hordieiev S. O., Sakal T. O. Investigation of GaN behavior in contact with Fe, $Fe_{2-4}N$ and Co/Cr at high pressures and high temperatures. *Інструментальне матеріалознавство.* Зб. наук. пр. Вип. 24. Київ: ІНМ ім. В. М. Бакуля, НАН України, 2021. С. 312–325. DOI: 10.33839/2708-731X-24-1-312-325.
3. Petrusha I. A., Osipov A. S., Nikishina M. V., Smirnova T. I., Mel'niichuk Yu. A., Klimczyk P. Preventive Action of Silicon Nitride at HT-HP Sintering of Cubic Boron Nitride. *J. Superhard Mater*. 2015. Vol. 37, N 4. P. 222–233. DOI: 10.3103/S1063457615040024.
4. Dossa S. S., Ponomarev I., Feigelson B. N., Hainke M., Kranert C., Friedrich J., Derby H. J. Analysis of the High-Pressure High-Temperature (HPHT) growth of single crystal diamond. *J. Cryst. Growth*. 2023. Vol. 609. Article 127150. DOI: 10.1016/j.jcrysgro.2023.127150.
5. Solozhenko V. L., Petrusha I. A., Svirid, A. A. Thermal phase stability of rhombohedral boron nitride. *High Pressure Res.* 1996. Vol. 15, N 2. P. 95–103. DOI: 10.1080/08957959608240463.
6. 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. ISSN 02033119.

7. Petrusha I. A. Features of a cBN-to-graphite-like BN phase transformation under pressure. *Diamond Relat. Mater.* 2000. Vol. 9, N 8. P. 1487–1493. DOI: 10.1016/S0925-9635(00)00273-9.
8. Britun V. F., Kurdyumov A. V., Taniguchi T., Petrusha I. A., Zelyavsky V. B., Andreev A. V. 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. ISSN 02033119.
9. Никишина М. В., Иценко П. П. Устойчивость наноструктуры пиролитического BN в условиях термобарического воздействия. *Наносистеми, наноматеріали, нанотехнології*: Зб. наук. пр. Т. 7, № 2. Київ: РВВ ІМФ ім. Г.В. Курдюмова, НАН України, 2009. С. 505–516. ISSN 1816-5230.
10. Kurdyumov A. V., Solozhenko V. L., Zelyavski W. B. Lattice Parameters of Boron Nitride Modifications as a Function of Their Crystal-Structure Perfection. *J. Appl. Cryst*. 1995. Vol. 28. P. 540–545. ISSN 0021-8898.
11. Петруша И. А. Закономерности образования поликристаллических материалов с высокой теплопроводностью на основе нитрида бора: дис. ... канд. техн. наук: 05.02.01. Киев, 1985. 186 с.
12. Петруша І. А., Туркевич В. З., Осіпов О. С., Соколов О. М., Смірнова Т. І., Стратійчук Д. А., Сліпченко К. В., Ткач В. М., Бушля В. М., Білявина Н. М., Ошовська А. Ю. Особливості структури полікристалів кубічного BN, одержаних прямим конверсійним спіканням. *Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника, технология его изготовления и применения.* Сб. науч. тр..Вып. 20. Киев: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2017. С. 191–204. ISSN 2223-3938.
13. Dubrovinskaia N., Solozhenko V. L., Miyajima N., Dmitriev V., Kurakevych O. O., Dubrovinsky L. Superhard nanocomposite of dense polymorphs of boron nitride: Noncarbon material has reached diamond hardness. *Appl. Phys. Lett.* 2007. Vol. 90, N 10. P. 101912-(1–3). DOI: 10.1063/1.2711277.
14. Fukunaga O., Nakano S., Taniguchi T. Experimental results on the high-pressure phase diagram of BN. *Jpn. J. Appl. Phys.* 2022. Vol. 61, N 12. P. 125502-(1–5). DOI: 10.35848/1347-4065/ac9dd5.
15. Ishikawa H., Higuchi H., Kawaguchi M. Intercalation of Calcium into a Graphite-like Layered Material. *Chem. Lett.* 2018. Vol. 47, N 7. P. 891–893. DOI:10.1246/cl.180236.
16. Eremets M. I., Takemura K., Yusa H., Golberg D., Bando Y., Sato Y., Watanabe K., Amaya K., Stephan O., Blank V. D. Laser Heating of Boron Nitride and Graphite in a Diamond Anvil Cell. *MRS Proceedings.* 1997. N 499. P. 321–326. DOI:10.1557/proc-499-321.
17. Corrigan F. R., Bundy F. P. Direct transitions among the allotropic forms of boron nitride at high pressure and temperatures. *J. Chem. Phys.* 1975. Vol. 63, N 11. P. 3812–3820. DOI.org/10.1063/1.431874.

Received 10.10.23

References

1. Garan, A. G., Petrusha, I. A., & Osipov, O. S. (2004). Declarative patent of Ukraine № 70815. МПК B 01 J 03/06. Prystrii dlia stvorennia vysokogo tysku i temperatury [Device for creating high pressure and temperature] (Patent Ukrainy № 70815).
2. Petrusha, I. A., Sadovyi, B. S., Sadovyi, P. S., Osipov, A. S., Rumiantseva, Yu. Yu., Balabanov, P. A., Klimczyk, P., Sadova, Yu. I., Savitskyi, O. V., Hordieiev, S. O., & Sakal, T. O. (2021). Investigation of GaN behavior in contact with Fe, $Fe_{2-4}N$ and Co/Cr at high

pressures and high temperatures. *Instrumentalne materialoznavstvo – Tooling materials science*. (24th Issue, p. 312–325). DOI: 10.33839/2708-731X-24-1-312-325.

3. Petrusha, I. A., Osipov, A. S., Nikishina, M. V., Smirnova, T. I., Mel'niichuk, Yu. A., & Klimczyk, P. (2015). Preventive Action of Silicon Nitride at HT-HP Sintering of Cubic Boron Nitride. *J. Superhard Mater., 37*(4), 222–233. DOI: 10.3103/S1063457615040024.
4. Dossa, S. S., Ponomarev, I., Feigelson, B. N., Hainke, M., Kranert, C., Friedrich, J., & Derby, H. J. (2023). Analysis of the High-Pressure High-Temperature (HPHT) growth of single crystal diamond. *J. Cryst. Growth, 609*, Article 127150. DOI: 10.1016/j.jcrysgro.2023.127150.
5. Solozhenko, V. L., Petrusha, I. A., & Svirid, A. A. (1996). Thermal phase stability of rhombohedral boron nitride. *High Pressure Res., 5*(2), 95–103. DOI: 10.1080/08957959608240463.
6. 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. ISSN 02033119.
7. Petrusha, I. A. (2000). Features of a cBN-to-graphite-like BN phase transformation under pressure. *Diamond Relat. Mater., 9*(8), 1487–1493. DOI: 10.1016/S0925-9635(00)00273-9.
8. Britun, V. F., Kurdyumov, A. V., Taniguchi, T., Petrusha, I. A., Zelyavsky, V. B., & Andreev, A. V. (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. ISSN 02033119.
9. Nikishina, M. V., & Itsenko, P. P. (2009). Ustoichivost nanostruktuty piroliticheskogo BN v usloviiakh termobaricheskogo vozdeistviia [Stability of pyrolytic BN nanostructure under thermobaric action]. *Nanosistemy, nanomaterialy, nanotehnologii – Nanosystems, Nanomaterials, Nanotechnologies*. (Vol. 7, 2nd Issue, p. 505–516) [in Russian]. ISSN 1816-5230.
10. Kurdyumov, A. V., Solozhenko, V. L., & Zelyavski, W. B. (1995). Lattice Parameters of Boron Nitride Modifications as a Function of Their Crystal-Structure Perfection. *J. Appl. Cryst*. *28*, 540–545. ISSN 0021-8898.
11. Petrusha, I. A. (1985). Zakonomernocti obrazovaniia polikristallicheskih materialov s ysokoi teploprovodnostiu [Regularities of the formation of polycrystalline materials with high thermal conductivity based on boron nitride]. [Candidate's dissertation]. Kiev [in Russian].
12. Petrusha, I. A., Turkevich, V. Z., Osipov, O. 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.* (20th Issue, p. 191–204) [in Ukrainian]. ISSN 2223-3938.
13. Dubrovinskaia, N., Solozhenko, V. L., Miyajima, N., Dmitriev, V., Kurakevych, O. O., & Dubrovinsky, L. (2007). Superhard nanocomposite of dense polymorphs of boron nitride: Noncarbon material has reached diamond hardness. *Appl. Phys. Lett., 90*(10), 101912-(1–3). DOI: 10.1063/1.2711277.
14. Fukunaga, O., Nakano, S., & Taniguchi, T. (2022). Experimental results on the high-pressure phase diagram of BN. *Jpn. J. Appl. Phys., 61*(12), 125502-(1–5). DOI: 10.35848/1347-4065/ac9dd5.

15. Ishikawa, H., Higuchi, H., & Kawaguchi, M. (2018). Intercalation of Calcium into a Graphite-like Layered Material. *Chem. Lett.*, *47*(7), 891–893. DOI: 10.1246/cl.180236.
16. Eremets, M. I., Takemura, K., Yusa, H., Golberg, D., Bando, Y., Sato, Y., Watanabe, K., Amaya, K., Stephan, O., & Blank, V. D. (1997). Laser Heating of Boron Nitride and Graphite in a Diamond Anvil Cell. *MRS Proceedings, 499*, 321–326. DOI: 10.1557/proc-499-321.
17. Corrigan, F. R., & Bundy, F. P. (1975). Direct transitions among the allotropic forms of boron nitride at high pressure and temperatures. *J. Chem. Phys.*, *63*(11), 3812–3820. DOI.org/10.1063/1.431874.

УДК 621.762.5, 004.94 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-235-244

Я.М. Романенко, канд. техн. наук; **М.П. Беженар**, д-р техн. наук
Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська 2, 04074, м. Київ, e-mail: jarlo1@ukr.net

РОЗРАХУНКИ ТЕМПЕРАТУРНИХ ПОЛІВ У ОСЕРЕДКУ РОБОЧОЇ КОМІРКИ АПАРАТІВ ВИСОКОГО ТИСКУ ТИПУ «ТОРОЇД» ТА «КЗ» ПРИ ОДЕРЖАННІ ОДНОШАРОВИХ НАДТВЕРДИХ КОМПОЗИТІВ СИСТЕМИ cBN–Al–TiC (TiN)

Висвітлено результати розрахунків температурних полів в робочій комірці апарату високого тиску методом комп'ютерного моделювання. Показано, як змінюється температурне поле, потоки тепла та температурні градієнти в залежності від умов спікання та складу шихти.

Ключові слова: *апарат високого тиску, комірка високого тиску, температурне поле, температурні градієнти, кубічний нітрид бору, алюміній, нітрид титану, карбід титану.*

Вступ

Полікристалічні надтверді матеріали на основі сфалеритного нітриду бору (PCBN матеріали) широко відомі як інструментальні матеріали для обробки деталей різанням [1]. Виготовлення таких матеріалів зазвичай відбувається із залученням техніки високого тиску (АВТ – апарати високого тиску) [2].

Додавання електропровідних фаз TiC та TiN у структуру полікристалів дозволяє отримувати електропровідні різальні PCBN матеріали, які можна обробляти методом електроіскрової обробки (ЕІО). Це зменшує економічні витрати порівняно з обробкою алмазним інструментом [3].

У роботі [4] для досягнення необхідних фізико-механічних властивостей в багатофакторному експерименті було досліджено вплив складу шихти системи cBN–Al–TiC (TiN) і дисперсності компонентів шихти на твердість і електропровідність PCBN композитів, спечених за високого тиску в сталевих АВТ типу «ковадло з заглибленням». Було виявлено, що геометрія робочого об'єму АВТ та схема зборки незначно впливають на електроопір композитів. Однак якість пластин значною мірою залежить від однорідності температурних полів у робочому об'ємі комірки високого тиску (КВТ) під час спікання. Однорідність температурних полів у робочому об'ємі досягається за допомогою корегування матеріалу і геометрії деталей комірок високого тиску, параметрів нагріву, властивостей робочої шихти. Важливо забезпечити в осередку робочого простору умови низькоградієнтного теплового поля для одержання однорідності структури та властивостей PCBN композитів.

Мета роботи – розрахунок нестаціонарного теплового поля у робочому об'ємі апаратів високого тиску типу «тороїд» та «ковадло з заглибленням» при одержанні одношарових надтвердих композитів систем cBN–Al–TiC (TiN).

Матеріали та методи досліджень

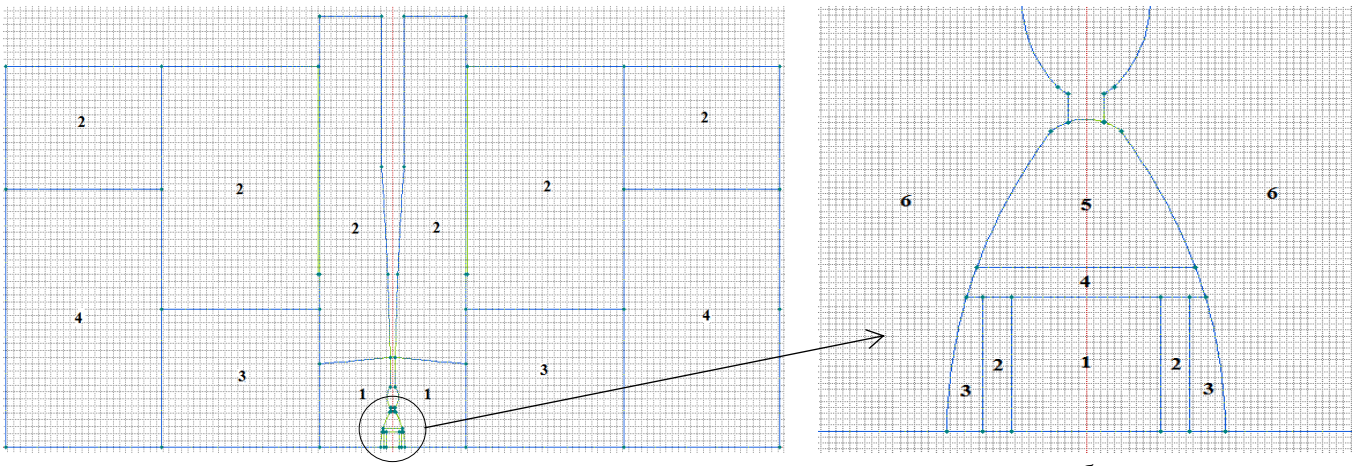
У роботі використана спрощена комп'ютерна модель розподілу температурного поля в КВТ методом скінченних елементів, з програмним забезпеченням, описаним в [5]. Програма дозволяє у графічному форматі представити: спад напруги, напруженість електричного поля, густину струму, питомий опір та тепловиділення, розподіл температур, температурний градієнт, тепловий потік, а також інтегральні та локальні значення названих параметрів в будь-який заданий момент часу.

Для отримання даних і аналізу результатів, за допомогою вбудованого графічного редактора задається схема досліджуваної моделі, а також сітка скінченних елементів. Далі вводяться характеристики елементів зборки, їх залежності від температури, та граничні умови задачі.

Аналіз температурного поля проводився для АВТ «тороїд-20» (вставка блок-матриці з твердого сплаву ВК6) та «КЗ-55» (вставка блок-матриці з сталі Р6М5). Вихідними даними служили зняті показники струму та напруги при спіканні одношарових пластин надтвердих композитів систем cBN–Al–TiC та cBN–Al–TiN. Значення температури поверхонь матриць, опорних плит та температури всередині комірки високого тиску піддавались певному коректуванню з врахуванням даних експериментів по вольт-амперним характеристикам процесу електронагріву і замірам температури в центрі КВТ та на периферії блок-матриць.

Результати досліджень

Схема АВТ «тороїд-20» і зборка КВТ представлені на рис. 1.



а *б*

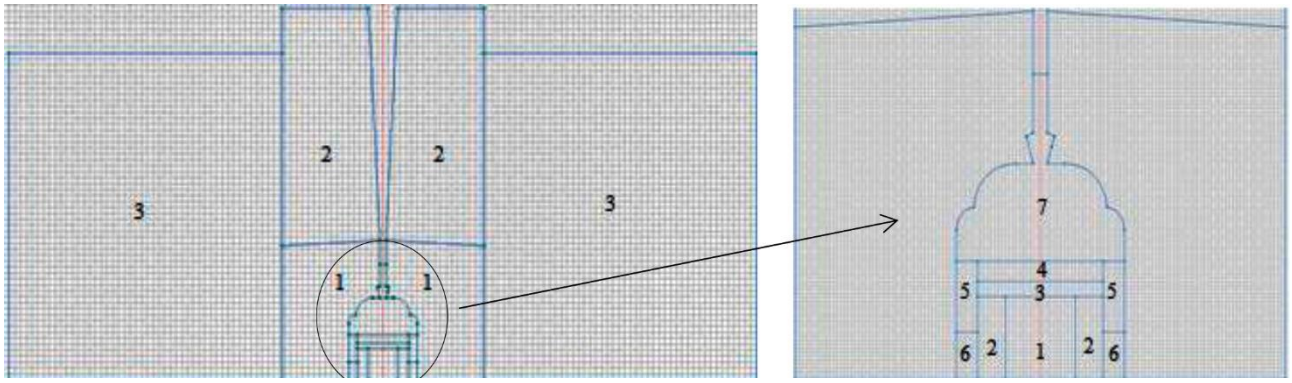
Рис. 1. Схема АВТ «тороїд-20» (а): 1 – матриця із ВК6, 2 – блоки та кільця із сталі 35ХГСА, 3 – плита опорна із ВК15, 4 – плита підкладна із сталі ШХ15; Схема зборки комірки високого тиску (б): 1 – шихта для спікання cBN–Al–TiC (TiN), 2 – диски з графіту, 3 – теплоізоляційні піpофілітові диски, 4 – графітовий нагрівник, 5 – контейнер з літографського каменю, 6 – матриця із ВК6

Геометричні розміри елементів КВТ задавались такими, якими вони є під навантаженням. Оскільки модель має симетрію щодо вертикальної осі, початок координат розташували на осі симетрії. Розрахункову область будували до другої опорної плити включно.

Після того як геометрична модель АВТ побудована, задавалися властивості матеріалів по кожному елементу з моделі, джерела поля і граничні умови.

Щоб отримати зображення електричного поля в задачі електропровідності, задали питомий опір елементів моделі, а також напругу, яка подається на блок-матриці. Електро- та теплофізичні характеристики матеріалів вводилися на основі літературних даних, а потім коригувалися з урахуванням накопиченого експериментального матеріалу так, щоб результати розрахунків відповідали експериментальним [6, 7].

Схема АВТ «КЗ-55» і зборка КВТ представлені на рис. 2.



а *б*

Рис. 2. Схема АВТ «КЗ-55» (а): 1 – матриця із Р6М5, 2,3 – блоки та кільця із сталі 35ХГСА; Схема зборки комірки високого тиску (б): 1 – шихта для спікання cBN–Al–TiC (TiN), 2 – пресовані диски з графіту, 3 – трубчатий нагрівник з графіту, 4 – теплоізоляційний диск з пірофіліту, 5 – кільце з літографського каменю, 6 – торцеве кільце із суміші графіт-літографський камінь, 7 – контейнер з літографського каменю

У даній частині програми неможливо задавати залежність питомого опору елементів від нагріву. Тому під час розв’язку задачі враховували значення електроопору при тій температурі, в якій конкретний елемент перебуває під час виходу температури на задану величину.

Композити системи cBN–Al–TiC (TiN) виготовляли з шихти, в якій вміст тугоплавкої сполуки змінювався від 8 до 40 мас. %, вміст Al складав 10 %, а решта – cBN. Питомий електричний опір карбіду титану і нітриду титану практично однаковий і становить близько 10^{-7} Ом·м. Тому в даній задачі умови спрощувалися, вважаючи, що питомий опір шихти для TiC і для TiN однаковий.

Спікання шихти проводили у два етапи. Для АВТ типу «тороїд-20» на першому етапі робочі параметри становили: тиск 2,5 ГПа, температура 1300 К, час 20 с. За таких умов алюміній рівномірно просочується в шихту, утворюючи електропровідний каркас, що зменшує загальний питомий опір шихти. На другому етапі параметри спікання змінювалися: тиск 7,7 ГПа, температура 2300 К, час 60 с. За таких умов алюміній реагує з нітридом бору, утворюючи неелектропровідний нітрид алюмінію та в невеликій кількості борид алюмінію.

Робочі параметри спікання для АВТ типу «КЗ-55» на першому етапі: тиск 2,5 ГПа, температура 1300 К, час 40 с. На другому етапі: тиск 4,2 ГПа, температура 1750 К, час 240 с.

У програмному забезпеченні відсутня можливість задавати залежність прикладеної напруги від часу. Тому задача розв’язувалася у два етапи: до просочення алюмінієм шихти (питомий опір суміші ~ 10^{6} – 10^{2} Ом·м), і після просочення (питомий опір ~ 10^{-4} Ом·м). Початок просочення, а потім і хімічної взаємодії фіксували експериментально по зміні величини струму. Напруга під час спікання корегувалася таким чином, щоб загальна електрична потужність залишалася незмінною.

Визначивши температурні градієнти в комірці високого тиску, можна судити про перерозподіл джерел тепла в робочому об'ємі КВТ.

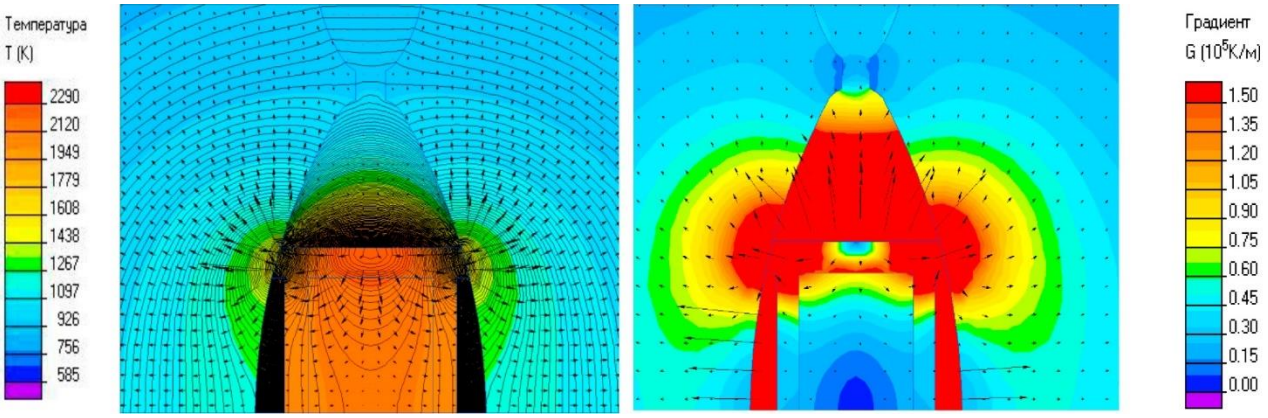
Властивості матеріалів конструкцій елементів АВТ наведені в табл. 1.

Таблиця 1. Властивості елементів конструкції АВТ

Матеріал	Теплопровідність λ, Вт/К·м	Питома теплоємність С, Дж/Кг·К	Густина ρ, кг/м^3	Питомий електроопір ρ, Ом·м
ВК15	32,9+0,017Т	147	14100	$1{,}1\cdot10^{-7}$
ВК6	35,78+0,00874Т	147	15000	$1{,}4\cdot10^{-7}$
Графіт МГ ОСЧ	$177{,}6-0{,}15Т+4\cdot10^{-5}Т^2$	720	2200	$1{,}24\cdot10^{-5}$
Літографський камінь	1,9	172	2800	1
Пірофіліт	1	172	2800	1
Сталь 35 ХГСА	$41{,}96-0{,}02Т+2{,}62\cdot10^{-6}Т^2$	500	7800	$9{,}04\cdot10^{-8}$
Сталь ШХ15	$32{,}9-0{,}04876Т+1{,}96\cdot10^{-4}Т^2$	500	7800	$9{,}04\cdot10^{-8}$
Шихта cBN–Al–TiC (TiN)	9,41+0,0353Т	50	3500-3900	10^5 - 10^{-3}

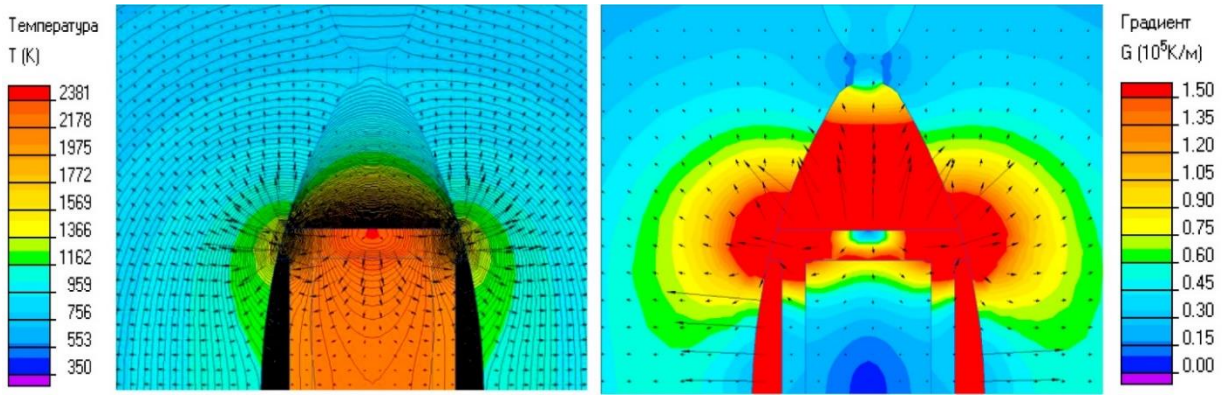
Залежності електро- та теплофізичних характеристик від температури взяті з [8-11].

Характер розподілу температурного поля та градієнти в залежності від етапів спікання для одношарових композитів системи cBN–Al–TiC (TiN) в АВТ типу «тороїд-20» і в АВТ типу «КЗ-55» представлено на рис. 3–8, в табл. 2, 3 та на рис. 9–10.



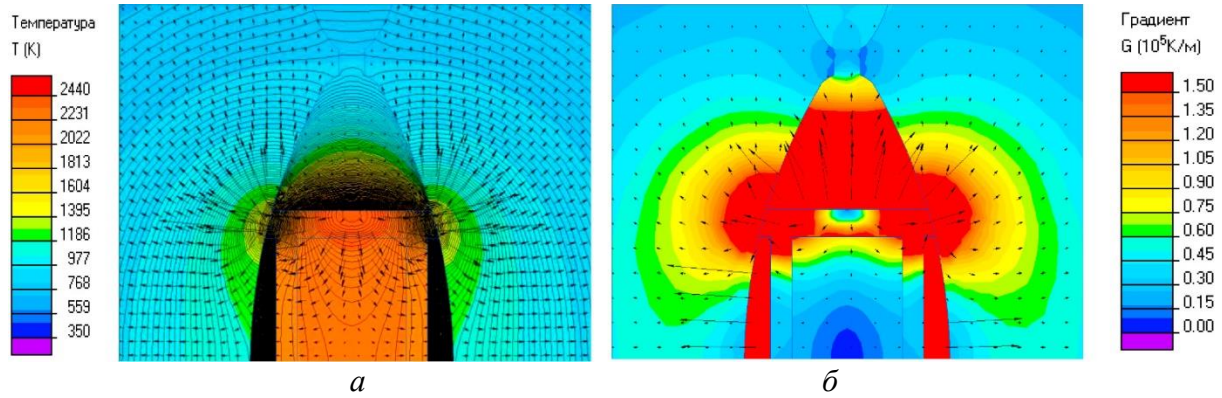
а *б*

Рис. 3. II етап спікання. Температурне поле і вектори потоків тепла (а) та температурні градієнти (б) після хімічної взаємодії в шихті на 60 секунді спікання (р = 7,7 ГПа, Т = 2100-2300 К, U = 2,5 В, I = 1319 А). Різниця між ізотермами 30 К. В центрі блоку шихти осьовий градієнт 10 К/мм, радіальний 24 К/мм, а біля бокового нагрівника осьовий – 76 К/мм, радіальний 7 К/мм (8% вмісту тугоплавкої сполуки)



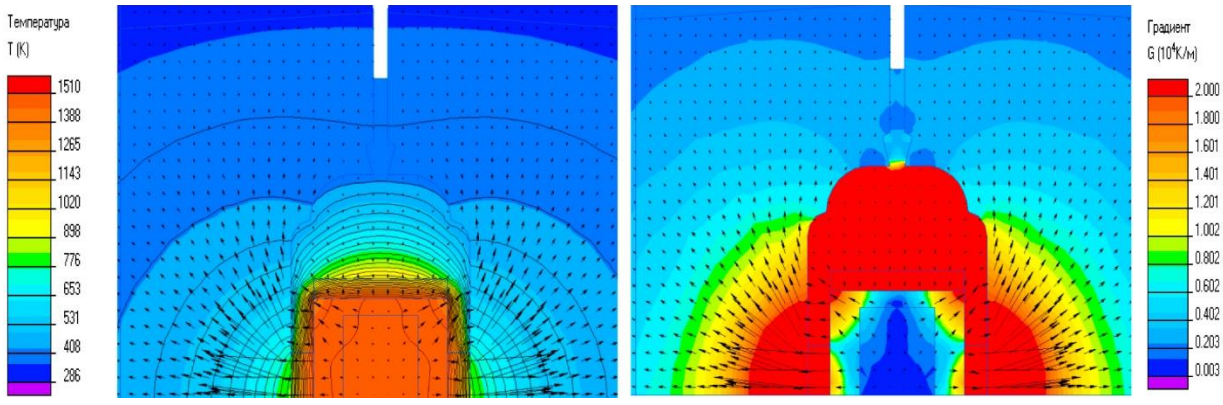
а *б*

Рис. 4. II етап спікання. Температурне поле і вектори потоків тепла (а) та температурні градієнти (б) після хімічної взаємодії (U = 2,58 В, I = 1377 А). Різниця між ізотермами 25К. В центрі блоку шихти осьовий градієнт 11 К/мм, радіальний 28 К/мм, біля бокового нагрівника осьовий – 84 К/мм, радіальний 6 К/мм (24% вмісту тугоплавкої сполуки)



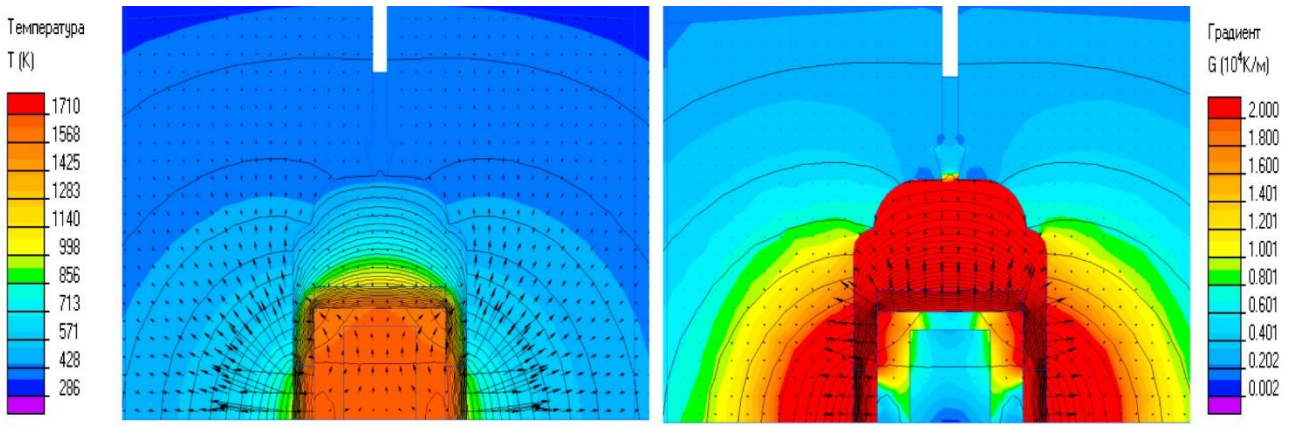
а *б*

Рис. 5. II етап спікання. Температурне поле і вектори потоків тепла (а) та температурні градієнти (б) після хімічної взаємодії (U = 2,36 В; I = 1395 А). Різниця між ізотермами 24 К. В центрі блоку шихти осьовий градієнт 16 К/мм, радіальний 34 К/мм., біля бокового нагрівника осьовий – 99 К/мм, радіальний 5 К/мм (40% вмісту тугоплавкої сполуки)



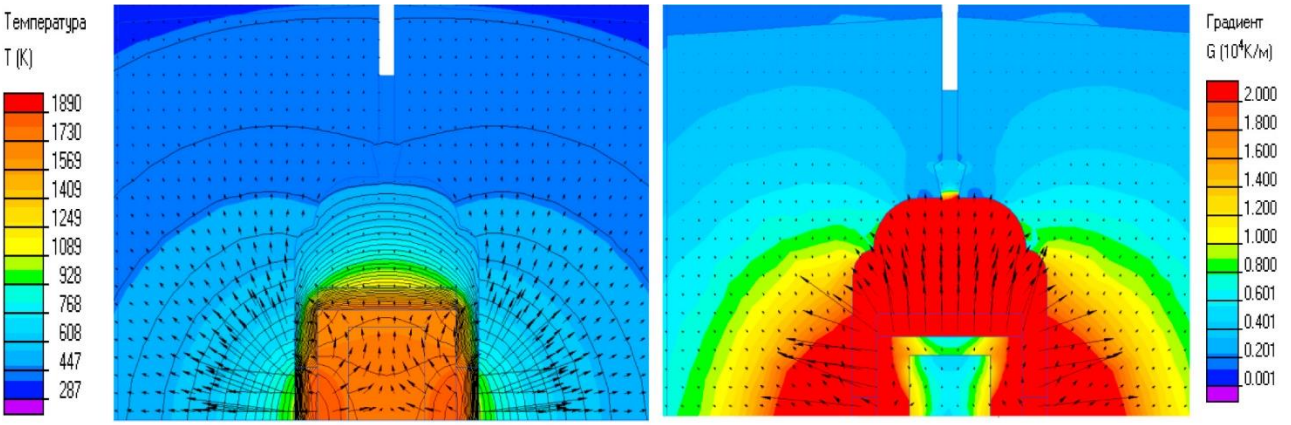
а *б*

Рис. 6. II етап спікання: температурне поле і вектори потоків тепла (а) та температурні градієнти (б) після хімічної взаємодії в шихті на 240 секунді спікання (p=4,2 ГПа, T=1750 К, U = 2,13 В; I = 1280 А). Різниця між ізотермами 40 К. В центрі блоку шихти осьовий градієнт 0,6 К/мм, радіальний -0,3 К/мм, біля бокового нагрівника осьовий 3,4 К/мм, радіальний 1,6 К/мм (8% вмісту тугоплавкої сполуки)



а *б*

Рис. 7. ІІ етап спікання: температурне поле і вектори потоків тепла (а) та температурні градієнти (б) після хімічної взаємодії в шихті на 240 секунді спікання (U = 2,13 В; I = 1351 А). Різниця між ізотермами 40 К. В центрі блоку шихти осьовий градієнт -2,2 К/мм, радіальний -3,7 К/мм, біля бокового нагрівника осьовий 3,4 К/мм, радіальний 6,4 К/мм (24% вмісту тугоплавкої сполуки)



а *б*

Рис. 8. ІІ етап спікання: температурне поле і вектори потоків тепла (а) та температурні градієнти (б) після хімічної взаємодії в шихті на 240 секунді спікання (U = 2,13 В; I = 1404 А). Різниця між ізотермами 40 К. В центрі блоку шихти осьовий градієнт -6,8 К/мм, радіальний -4,9 К/мм, біля бокового нагрівника осьовий 2,6 К/мм, радіальний 9,3 К/мм (40% вмісту тугоплавкої сполуки)

Згідно з розрахунками, температурне поле в АВТ типу «КЗ-55» є більш однорідним, ніж у АВТ типу «тороїд-20». Це пов'язано з тим, що в АВТ типу «КЗ-55» застосовується комбіноване нагрівання внаслідок використання графітових дисків та трубчастих нагрівників з графіту у комірці високого тиску. Це забезпечує більш рівномірне розподілення тепла.

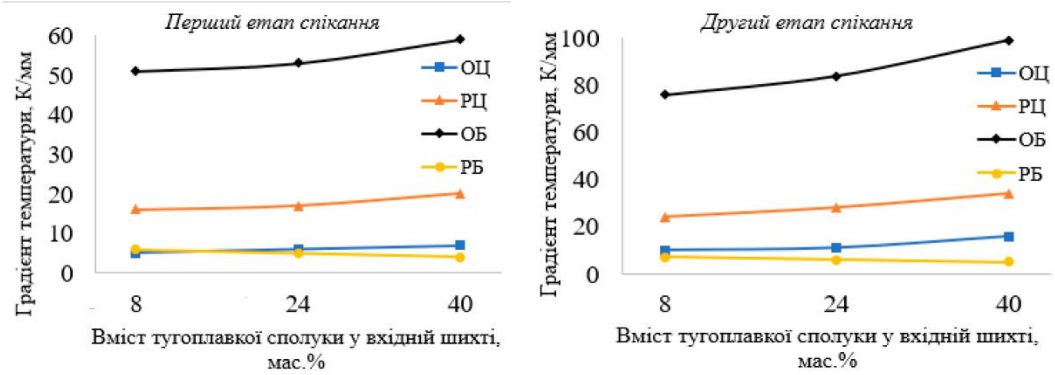
При переході від першого до другого етапу спікання в АВТ типу «тороїд-20», коли утворюється неелектропровідний каркас продуктів реакції алюмінію з нітридом бору, спостерігається різке збільшення температурних градієнтів на 50%-100%, окрім радіального з боку нагрівника, що зменшується на 5-30% (табл. 2). В АВТ типу «КЗ-55» відбуваються більш рівномірні умови спікання на першому етапі з незначним збільшенням градієнтів на другому етапі спікання, при цьому виявлено зменшення радіального градієнту (табл. 3).

Таблиця 2. Градієнти температур в осередку КВТ АВТ типу «тороїд-20»

Вміст тугоплавкої сполуки у вхідній шихті, мас.%	Градієнт температури в осередку комірки високого тиску, К/мм			
	Перший етап спікання			
	Осьовий в центрі КВТ	Радіальний в центрі КВТ	Осьовий боковий	Радіальний боковий
8	5	16	51	6
24	6	17	53	5
40	7	20	59	4
	Другий етап спікання			
	Осьовий в центрі КВТ	Радіальний в центрі КВТ	Осьовий боковий	Радіальний боковий
8	10	24	76	7
24	11	28	84	6
40	16	34	99	5

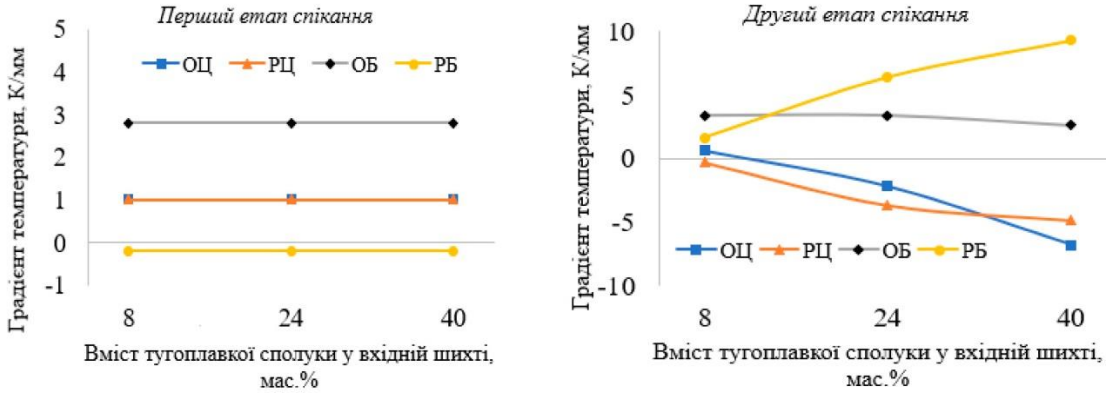
Таблиця 3. Градієнти температур в осередку КВТ АВТ типу «КЗ-55»

Вміст тугоплавкої сполуки у вхідній шихті, мас.%	Градієнт температури в осередку комірки високого тиску, К/мм			
	Перший етап спікання			
	Осьовий в центрі КВТ	Радіальний в центрі КВТ	Осьовий боковий	Радіальний боковий
8	1	1	2,8	-0,2
24	1	1	2,8	-0,2
40	1	1	2,8	-0,2
	Другий етап спікання			
	Осьовий в центрі КВТ	Радіальний в центрі КВТ	Осьовий боковий	Радіальний боковий
8	0,6	-0,3	3,4	1,6
24	-2,2	-3,7	3,4	6,4
40	-6,8	-4,9	2,6	9,3



а *б*

Рис. 9. Графічні залежності зміни градієнтів температури від різного вмісту тугоплавкої сполуки у шихті на першому (а) і на другому етапі спікання (б) в АВТ типу «тороїд-20»



а *б*

Рис. 10. Графічні залежності зміни градієнтів температури від різного вмісту тугоплавкої сполуки у шихті на першому (а) і на другому етапі спікання (б) в АВТ типу «КЗ-55»

Збільшення вмісту тугоплавкої сполуки в суміші з 8% до 40% (мас.) призводить до збільшення температурних градієнтів в комірці АВТ типу «тороїд-20» в центрі шихти: по осі від 10 до 16 К/мм, радіальний від 24 до 34 К/мм. З боку нагрівника: по осі збільшується від 76 до 99 К/мм, а радіальний зменшується від 7 до 5 К/мм.

В АВТ типу «КЗ-55» збільшення вмісту тугоплавкої сполуки в суміші з 8% до 40% (мас.) зменшує градієнти в центрі шихти: по осі від 0,6 до -6,8 К/мм, а радіальний від -0,3 до -4,9 К/мм. З боку нагрівника: по осі зменшується від 3,4 до 2,6 К/мм, а радіальний збільшується від 1,6 до 9,3 К/мм.

Висновки

Результати розрахунків температурних полів у осередку робочої комірки апаратів високого тиску типу «тороїд» та «КЗ» при одержанні одношарових надтвердих композитів системи cBN–Al–TiC (TiN) показали:

Температурне поле в АВТ типу «КЗ-55» більш однорідне, ніж у АВТ типу «тороїд-20». Це пов'язано з комбінованим нагріванням комірки високого тиску, що забезпечує більш рівномірне розподілення тепла. Щоб забезпечити однорідність спікання шихти в АВТ типу «тороїд-20», рекомендується додатково облаштувати комірку високого тиску графітовими нагрівниками з усіх боків.

Збільшення вмісту тугоплавкої сполуки в суміші з 8% до 40% (мас.) призводить до збільшення температурних градієнтів в комірці АВТ типу «тороїд-20» в центрі шихти; з боку нагрівника по осі градієнт збільшується, а радіальний зменшується.

В АВТ типу «КЗ-55» в центрі шихти по осі і з боку нагрівника температурні градієнти зменшуються незначно, окрім радіального, що збільшується від 1,6 до 9,3 К/мм.

Ya. Romanenko, **M. Bezhenar**
V. Bakul Institute for Superhard Materials of NAS of Ukraine

CALCULATIONS OF THE TEMPERATURE FIELDS IN THE CELL OF THE WORKING CELL OF THE HIGH PRESSURE APPARATUS OF THE «THOROID» AND «AR» TYPES IN THE PREPARATION OF SINGLE-LAYER SUPERHARD COMPOSITES OF THE cBN–Al–TiC (TiN) SYSTEM

The results of calculations of temperature fields in the working cell of a high-pressure apparatus by computer modelling are presented. It is shown how the temperature field, heat fluxes and temperature gradients change depending on the sintering conditions and the composition of the charge.

***Key words**: high pressure apparatus, high pressure cell, temperature field, temperature gradients, cubic boron nitride, aluminum, titanium nitride, titanium carbide.*

Література

1. Беженарь Н. П. Кубический нитрид бора, поликристаллические и композиционные материалы на его основе. *Неорганическое материаловедение. Материалы и технологии* / за ред. Г. Г. Гнесина, В. В. Скорохода. Київ, 2008. Наук. думка. К. 1., Т. 2. С. 503–511.
2. Шульженко А. А., Божко С. А., Соколов А. Н., Петруша И. А., Беженарь Н. П., Игнатуша А. И. Синтез, спекание и свойства кубического нитрида бора. Киев: Наук. думка, 1993. 256 с.
3. Шульженко А. А., Беженарь Н. П., Божко С. А., Боримский А. И., Нагорный П. А., Ващенко А. Н. Новый композит КНБ для использования в сложнопрофильном лезвийном инструменте. *Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения*. Сб. науч. тр. Вып. 7, Киев: ИСМ им. В. Н. Бакуля, НАН Украины, 2004, – С. 173–176.
4. Беженарь Н. П., Божко С. А., Романко Л. А., Белявина Н. Н. Твердость и электрическое сопротивление композитов системы cBN-Al-TiC (TiN), полученных реакционным спеканием при высоком давлении. *Сверхтвердые материалы*. 2006. № 3. С. 34–43.
5. Коновал С. М. Вивчення динаміки температурного поля в робочому об’ємі апаратів високого тиску при одержані надтвердих композитів систем cBN-Al. *Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения*. Сб. науч. тр. Вып. 17, Киев: ИСМ им. В. Н. Бакуля, НАН Украины, 2014, – С. 291-301.
6. Исследовать условия получения, физико-механические и эксплуатационные свойства композитов на основе КНБ диаметром до 25 мм. Киев: Институт сверхтвердых материалов НАН Украины, 1995. 123 с.
7. Беженарь Н. П. Об изменении давления в рабочем объеме АВД при спекании порошков кубического нитрида бора. *Синтез, спекание и свойства сверхтвердых материалов*. Сб. науч. тр. Киев: ИСМ им. В. Н. Бакуля, НАН Украины, 2000. – С. 261–266.
8. Компьютерное моделирование и сравнительный анализ эффективности слоистого и объемнораспределенного размещения фазовых составляющих в ячейках различных типов АВД при синтезе алмазов. Киев, 1996. 161 с.
9. Сорокин В. Г., Волосникова А. В., Вяткин С. А., Гервасьев М. А., Гредитор М. А., Крылова К. М., Кубачек В. В., Мирмельштейн В. А. Марочник сталей и сплавов / за ред. В. Г. Сорокина. Москва: Машиностроение, 1989, 640 с.
10. Физические свойства сталей и сплавов, применяемых в энергетике (справочник) / за ред. Б. Е. Неймарк. Москва, Ленинград: Энергия, 1967, 240 с.
11. Большакова Н. В., Борисанова К. С., Бурцев В. И., Воронкии И. В., Грязнов А. Г., Гутман М. Б., Мальтер В. Л., Орлов Б. К., Сасса В. С., Тишкина А. С., Шумков Ю. В., Шур Н. Ф. Материалы для электротермических установок (справочное пособие) / за ред. М. Б. Гутмана. Москва: Энергоатомиздат, 1987. 296 с.

Надійшла 09.10.23

References

1. Bezhenar, N. P. (2008). Kubycheskyi nytryd bora, polykrystallycheskye ta kompozytsyonnye materyaly na eho osnove [Cubic boron nitride, polycrystalline and

composite materials based on it]. G. G. Hnesyna & V. V. Skorokhoda (Ed.), *Neorhanycheskoe materyalovedenye. Materyaly ta tekhnolohyy [Inorganic materials science. Materials and technologies]* (B. 1, V. 2., p. 503–511). Naukova dumka, Kyiv [in Russian].

2. Shulzhenko, A. A., Bozhko, S. A., Sokolov, A. N., et al. (1993). *Syntez, spekanie i svoistva kubicheskoho nitrida bora [Synthesis, sintering and properties of cubic boron nitride]*. Naukova dumka [in Russian].
3. Shulzhenko, A. A., Bezhenar, M. P., Bozhko, S. O., et al. (2004). Novyi kompozit KNB dlia ispolzovaniia v slozhnoprofilnom lezviinom instrumente [New CBN composite for use in complex blade tools]. *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* (7nd Issue, p. 173–176). ISM im. V. N. Bakulia NAN Ukrainy [in Russian].
4. Bezhenar, N. P., Bozhko, S. A., Romanko, L. A. & Beliavyna, N. N. (2006). Tverdost y elektrycheskoe soprotyvlenye kompozytov systemy cBN-Al-TiC (TiN), poluchennykh reaktsyonnym spekanyem pry vysokom davlenyy [Hardness and electrical resistance of cBN-Al-TiC (TiN) system composites obtained by reaction sintering at high pressure]. *Sverkhtverdye materyaly – Superhard Materials*, (3), 34–43 [in Russian].
5. Konoval S. M. (2014). Vyvchennia dynamiky temperaturnoho polia v robochomu obiemi aparativ vysokoho tysku pry otrymanni nadtverdykh kompozytiv system cBN-Al [Study of the dynamics of the temperature field in the working volume of high-pressure devices during the production of superhard composites of cBN-Al systems]. *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* (17nd Issue, p. 291–301). ISM im. V. N. Bakulia, NAN Ukrainy [in Ukrainian].
6. *Issledovat usloviia polucheniia, fiziko-mekhanicheskie iy ekspluatatsionnye svoistva kompozitov na osnove KNB diametrom do 25 mm [To investigate conditions of production, physical, mechanical and operational properties of composites based on BHA with diameter up to 25 mm* (Отчет по теме 0192). (1995b). Institut sverkhtverdykh materialov NAN Ukrainy [in Russian].
7. Bezhenar N. P. (2000). Ob izmenenii davleniia v rabochem obeme AVD pri spekanii poroshkov kubicheskoho nitrida bora [On the change in pressure in the working volume of the high pressure apparatus during sintering of cubic boron nitride powders]. *Syntez, spekanye ta svoistva sverkhtverdykh materyalov [Synthesis, sintering and properties of superhard materials]*. (p. 261–266). ISM im. V. N. Bakulia, NAN Ukrainy [in Russian].
8. (1996). *Kompiuternoe modelirovanie i sravnitelnyi analiz effektyvnosti sloistoho i obyemnoraspredelennoho razmeshcheniia fazovykh sostavliaiushchikh v iacheikakh razlichnykh tipov AVD pri sinteze almazov [Computer modeling and comparative analysis of the efficiency of layered and volume-distributed placement of phase components in the cells of different types of ADF during diamond synthesis]* (Otchet o NIR № HR 0195U027176). Institut sverkhtverdykh materialov NAN Ukrainy [in Russian].
9. Sorokyn, V. G., Volosnykova, A. V., Viatkyn, S. A., et al. (1989). *Marochnik stalei i splavov [Brand of steels and alloys]*. Mashinostroenie [in Russian].
10. Neumark, B. E. (Ed.). (1967). *Fizicheskie svoistva stalei i splavov, primeniaemykh v enerhetike [Physical properties of steels and alloys used in energy]*. Enerhiia [in Russian].
11. Bolshakova, N. V., Borysanova,, K. S., Burtsev, V. Y., et al. (1987). *Materialy dlia elektrotermichnykh ustanovok [Materials for electrothermal installations*. Enerhoatomizdat [in Russian].

УДК 661.868.1:004.94:62-987 DOI: 10.33839/2708-731X-25-1-245-252

О.П. Людвіченко, асп.; **О.О. Лєщук,** д-р техн. наук; **С.О. Гордєєв,** канд. техн. наук; **І. А. Петруша,** д-р техн. наук

Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська 2, 04074 м. Київ, e-mail: ludvial@ukr.net

ДОСЛІДЖЕННЯ ТЕПЛОВОГО СТАНУ КОМІРКИ АПАРАТА ВИСОКОГО ТИСКУ З ВИКОРИСТАННЯМ КОМБІНОВАНИХ НАГРІВАЧІВ ПРИ ВИРОЩУВАННІ КРИСТАЛІВ НІТРИДУ ҐАЛІЮ

З використанням методу скінченних елементів отримані поля температури, градієнта температури, густини джерел джоулевого тепла в апараті високого тиску «тороїд–40». Застосування цих даних дало можливість модернізувати комірку, призначену для проведення експериментальних досліджень з вирощування кристалів нітриду ґалію. Розглянуто характер впливу на тепловий стан ростового об'єму розміру торцевих нагрівачів, що входять до складу резистивного ланцюга апарата високого тиску. В результаті визначено розміри комбінованих торцевих нагрівачів, при використанні яких максимум температури знаходиться у верхній частині ростового об'єму і градієнти температури є мінімальними. Таким умовам відповідають значення радіусів верхнього і нижнього торцевих нагрівачів у 5 мм.

Ключові слова: *нітрид ґалію, апарат високого тиску (АВТ), комірка високого тиску (КВТ), метод скінченних елементів (МСЕ).*

Вступ

У зв'язку з обмеженістю енергетичних ресурсів зростають вимоги до напівпровідникових матеріалів, що слугують сировиною для виробництва електронних компонентів. Традиційні напівпровідникові матеріали (кремній, германій, арсенід ґалію) не задовольняють зростаючим запитам щодо енергоефективності. Тому ведеться пошук напівпровідників, здатних перевершити експлуатаційні характеристики широковживаних напівпровідникових матеріалів. Зокрема, нітрид ґалію – прямозонний напівпровідник з шириною забороненої зони 3,4 еВ, завдяки своїм властивостям дозволяє створювати пристрої, що мають суттєві переваги над традиційними матеріалами. Електроніка і оптоелектроніка на основі GaN-технологій потужніша, менша за розмірами, здатна працювати за температури до 300 °С, зберігає працездатність в умовах іонізуючого опромінення. Розроблення методу отримання високоякісних кристалів нітриду ґалію в теперішній час є актуальним питанням.

Пошукові роботи, проведені в Інституті надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, засвідчили перспективність отримання кристалів GaN в умовах високих тиску і температури (НРНТ) з використанням методу температурного градієнта.

В [1] вивчено розчинність нітриду ґалію у залізі, поведінку системи Fe–GaN за тиску 6–8 ГПа і температури 1500–2000 ºС, досліджено умови кристалізації GaN. Досліди проведено з використанням АВТ «тороїд-30». В [2] побудовано діаграму плавкості потрійної системи Fe–Ga–N і доведено можливість отримання кристалів GaN в умовах НРНТ, надано рекомендації щодо використання термодинамічних і кінетичних параметрів одержання кристалів GaN методом температурного градієнта.

Досвід, набутий в ІНМ ім. В.М. Бакуля НАН України, підтверджує ефективність методу регулювання теплового стану комірки за допомогою зміни електрорезистивних властивостей струмопровідного ланцюга. [3]

Проєктування нових і модернізація існуючих комірок, що призначені для проведення дослідних робіт з використанням НРНТ методом температурного градієнта, значно полегшується за умови комп'ютерного моделювання розподілу температури і градієнтів температур. Причиною використання чисельних методів є неможливість отримання аналітичного розв'язку зв'язаної задачі електро-, теплопровідності для складної геометрії АВТ та значна вартість експериментальних досліджень. Для такої задачі раціональним є використання методу скінченних елементів (МСЕ), що дозволяє отримати дані по розподілу температури у всьому об'ємі АВТ з урахуванням складу і розмірів електрорезистивних і теплоізоляційних елементів. В роботах [4–12] наведені дані по розрахунку полів температури в різних типах АВТ з використанням МСЕ. Роботи [3, 13–14] присвячені комп'ютерному моделюванню теплового стану комірки АВТ «тороїд-30» при дослідженні розчинності джерела нітриду ґалію в залізі. Зокрема, в [3] досліджено вплив на температурне поле розмірів трубчастого нагрівача і концентрації графіту в осьових нагрівачах КВТ. В [14] розглянуто питання збіжності рішення та визначено оптимальну скінченно-елементну дискретизацію досліджуваної області. В [15] змодельовано з допомогою МСЕ тепловий стан спеціально сконструйованої для проведення дослідів по вирощуванню кристалів нітриду ґалію комірки АВТ «тороїд-40». Оцінено вплив зміни концентрації графіту у нижньому і верхньому нагрівачах та зростаючої зони кристалізації GaN.

Результати виконаних раніше досліджень з використанням розчин-розплавної системи Fe–Ga–N свідчать про певні складнощі в реалізації сталого росту монокристалічних шарів GaN, епітаксійно сполучених з поверхнею (0001) кристала затравки. Неконтрольована сокристалізація через значну швидкість гетерогенної нуклеації і росту індивідів в цій системі призводить до утворення агрегатів кристалів, груповий ріст яких контролюється мінералогічними законами геометричного відбору. Зокрема, за законом Браве грані окремих кристалів ростуть зі швидкостями, обернено пропорційними щільностям їх вузлових сіток (ретикулярна щільність). Ефекти переважних орієнтацій обумовлюють утворення в полікристалічній друзі досить великих (до 2,5 мм за розміром) монокристалів GaN (рис. 1) [15].

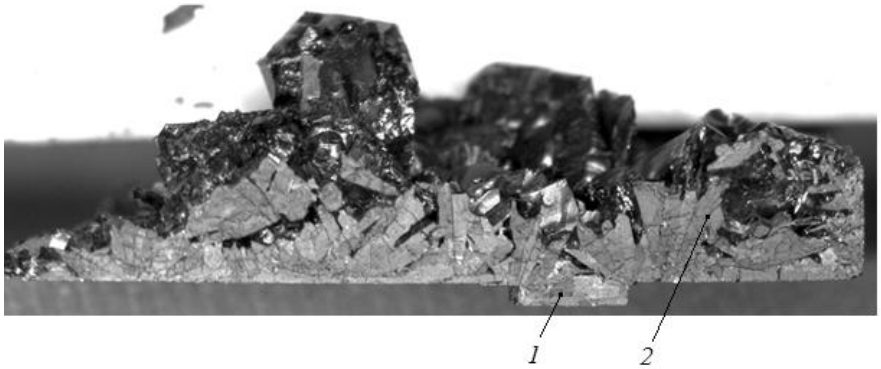


Рис. 1. Витравлений з металу-розчинника полікристалічний прошарок GaN: 1 – затравочний монокристал GaN; 2 – полікристалічний прошарок GaN

Як відомо, швидкість нуклеації при будь-якій температурі визначається як добуток термодинамічного та кінетичного факторів. При цьому як ймовірність зародження кристалів, так і швидкість їх росту безпосередньо залежать від того, наскільки система заглиблена в область пересичених розчинів. Безперечно, розчинність залежить від природи розчинника і термодинамічних умов розчинення, що в разі GaN продемонстровано, зокрема, в [1]. В умовах

нашого термобаричного експерименту з використанням температурного градієнта область пересиченого розчину, очевидно, складалася із зони метастабільного стійкого розчину зі сторони джерела (напрямок grad *T*), яка при більш низьких температурах переходить в розмиту зону нестійких лабільних розчинів. На межі метастабільної і лабільної зон пересичений розчин розпадається спонтанно з утворенням кристалів GaN. Швидкість нуклеації в лабільній області збільшується від нуля до невизначено великих значень переважно в області більш низьких температур, де знаходиться затравочний кристал GaN. При цьому має місце не тільки гомогенна нуклеація, а й найбільш ймовірне гетерогенне зародкоутворення вздовж будь яких твердих поверхонь, що в загальних термінах пояснює формування агрегатів кристалів на відносно «холодному» дні капсули (див. рис. 1).

Передбачається, що зменшення температурного градієнта дозволить повністю перевести розплав заліза з розчиненим GaN в область стійкого метастабільного розчину, в якому спонтанна нуклеація неможлива, а швидкість гетерогенної нуклеації буде суттєво зменшена, та ріст нітриду галію буде відбуватися епітаксійно переважно на вже існуючому зародку (затравці GaN). Зменшення grad *T* до певних мінімальних значень, можливо до повного його виключення, можна реалізувати зміною конструкції нагрівачів.

Метою роботи є моделювання теплового стану комірки АВТ «тороїд-40», що забезпечує мінімальні градієнти температури в області росту кристалів.

Постановка задачі

Постановка задачі аналогічна до приведеної в [15]. В [3, 13–15] наведені дані, які використовували для визначення електро- і теплофізичних властивостей матеріалів складових частин АВТ, в [16] – значення теплопровідності пірофіліта під тиском 4 ГПа. Для вирішення задачі скористались розробкою авторів [6] і пакетом ANSYS.

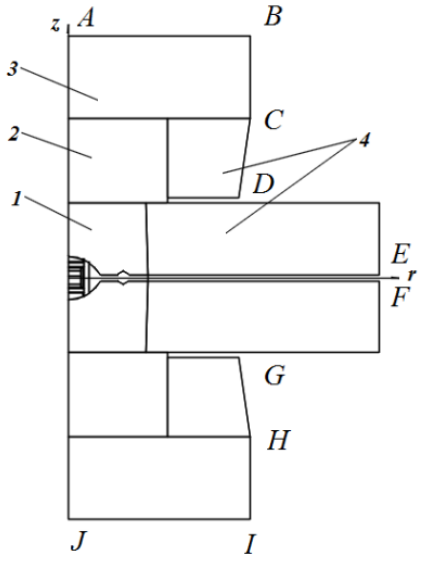


Рис. 2. Розрахункова схема АВТ «тороїд-40»: 1 – матриця (ВК6); 2 – опорна плита (ВК15); 3 – підкладна плита (35ХГСА); 4 – скріплюючі кільця (35ХГСА)

Задачу електро-, теплопровідності вирішували в стаціонарній, осесиметричній постановці. На рис. 2, 3 наведено розрахункові схеми АВТ і КВТ у вигляді 1/2 частин їх осьового перерізу.

Розрахунки проведено за таких граничних умов (рис. 2): значення потенціалу електричного поля φ_{AB} = 3,65 В, φ_{IJ} = 0 В, експериментально визначена температура T_{AB} = T_{IJ} = 40 ºС. На поверхнях *BC, DE, FG, HI* задавали умови конвективного теплообміну апарата з повітрям, на поверхнях *CD, GH* – з водою [3].

Функціонально елементи спорядження КВТ (див. рис. 3) призначені для наступного. Теплоізоляційний диск *1* – зменшення теплового навантаження на твердосплавну матрицю АВТ. Струмопровідні диски *2*, *4* – забезпечення електричного контакту між струмопровідними елементами. Торцевий нагрівач *3* – електрорезистивний елемент, що за рахунок зміни радіуса впливає на градієнт температури і топологію ізотерм у ростовому об'ємі. Ізоляційний контейнер *5*, *8* – для уникнення взаємодії між джерелом нітриду галію і хімічно активним графітом. Трубчастий нагрівач *9* – електрорезистивний елемент для досягнення робочих значень температури у ростовому об’ємі. *12* – теплоізоляційне кільце, зі змінним внутрішнім

радіусом у відповідності до зміни радіуса електрорезистивного елемента *3*. Контейнер *13* – теплоізоляція центральної зони комірки. Заусенець *14* – ущільнення зони високого тиску.

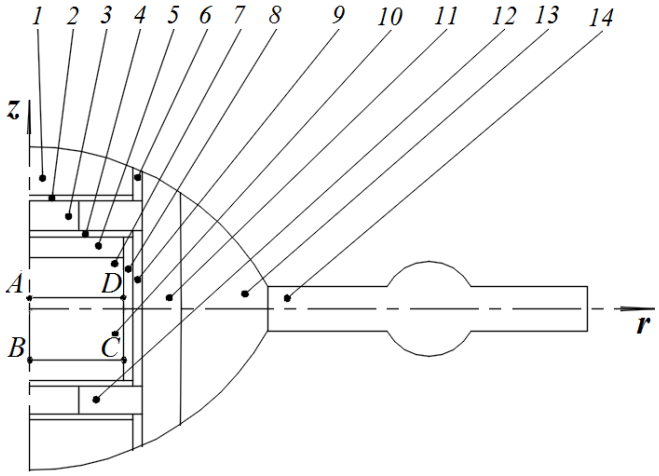


Рис. 3. КВТ для проведення експериментів з вирощування кристалів нітриду галію методом температурного градієнта: 1 – теплоізоляційний диск (хлорид цезію+графіт); 2, 4 – струмопровідні диски (терморозширений графіт); 3 – торцевий нагрівач (графіт); 5, 8 – елементи ізоляції (піропфіліт); 6 – струмопідвід (графіт); 7 – джерело нітриду галію; 9 – трубчастий нагрівач (графіт); 10 – ростовий об'єм (залізо+нітрид галію); 11 – зовнішній теплоізоляційний елемент (хлорид цезію+графіт); 12 – теплоізоляційне кільце (хлорид цезію+графіт); 13 – контейнер (літографський камінь); 14 – заусенець (пресований кальцит); A–D – характеристичні точки

Результати обчислень

При розрахунках змінювали радіус торцевого нагрівача *3* (див. рис. 3) від 4,0 до 6,0 мм. Покроковий приріст радіуса складає 0,2 мм з відповідним зменшенням внутрішнього радіуса теплоізоляційного кільця (розрахункова схема зміни розмірів елементів наведена на рис. 4).

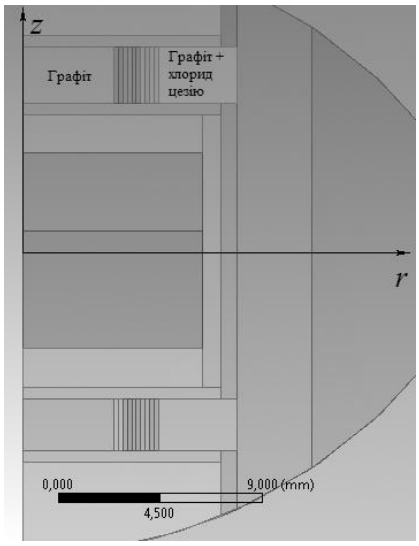
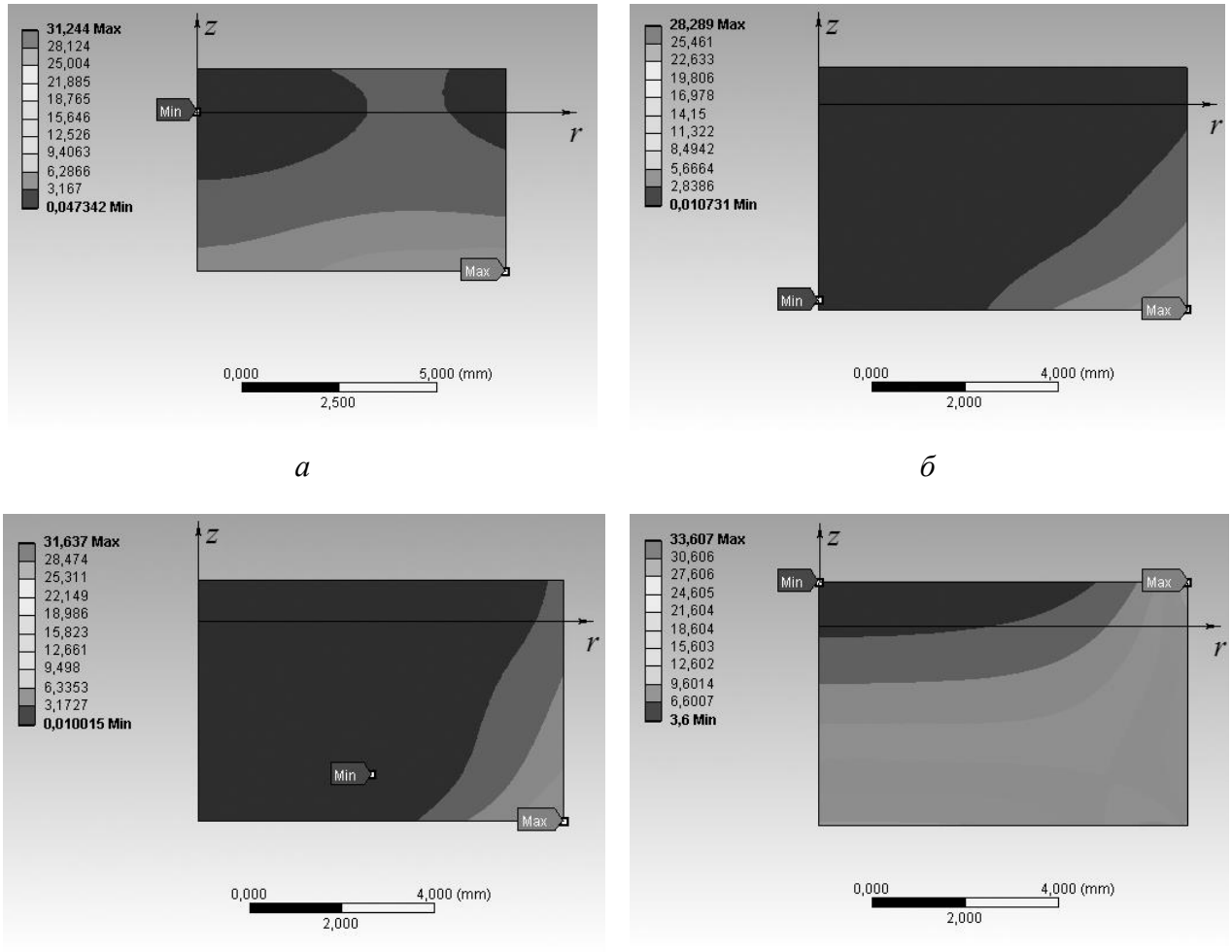


Рис. 4. Схема зміни розміру верхнього і нижнього торцевих нагрівачів і теплоізоляційних кілець

Температура 1600 ºС в контрольній точці *B* (див. рис. 3) досягається за умови, коли радіус нижнього і верхнього торцевих нагрівачів однаковий і дорівнює 5,0 мм. При незмінній напрузі φ_{AB} = 3,65 В отримано розрахункові значення температури в АВТ і ростовому об'ємі, скалярні і векторні показники градієнта температури в ростовому об'ємі, густини джерел джоулевого тепла в АВТ для одинадцяти значень радіуса торцевого нагрівача. На рис. 5–7 наведені результати для значень радіусу 4,0; 4,8; 5,0 і 6,0 мм. При значеннях радіусів нагрівачів в інтервалі 4,0–5,2 мм максимальна температура в АВТ (див. рис. 5, (*а-в*) знаходиться в струмопровідному диску *4* (див. рис. 3). При зростанні радіуса нагрівачів від 5,4 мм до 6,0 мм точка максимуму температури (див. рис. 5, *г*) зміщується до трубчастого нагрівача *9* (див. рис. 3).

В ростовому об'ємі точка максимуму температури переміщується наступним чином: при значеннях радіуса нагрівачів 4,0–4,8 мм вона знаходиться в зоні утворення нової фази (лінія *BC,* див. рис. 3), за радіусу нагрівачів від 5,0 до 6,0 мм – у верхній частині об'єму (див. рис. 6).

Мінімальне значення градієнтів температури в ростовому об'ємі досягається при радіусі нагрівачів в 5,0 мм (див. рис. 7, *в*). Оптимальними є значення радіуса нагрівачів у 5,0 мм, при яких досягаються мінімальні значення градієнтів температури в 0,01 ºС/мм для переважної частини ростового об'єму, і максимум температури знаходиться у його верхній частині.

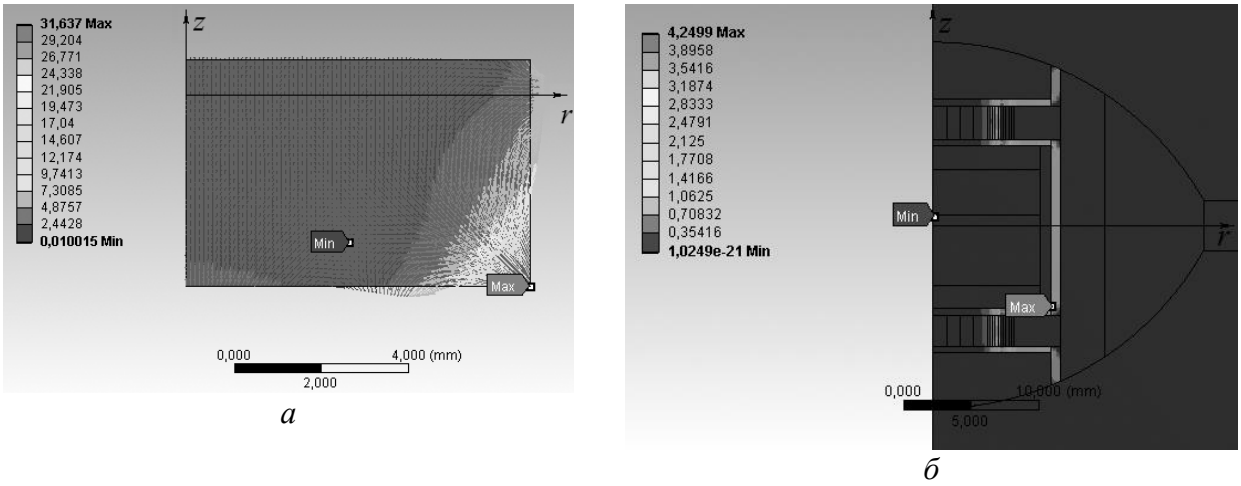


а *б*

в *г*

Рис. 7. Розрахункові значення градієнтів температури в ростовому об'ємі за значень радіуса торцевих нагрівачів в 4,0; 4,8; 5,0 і 6,0 мм (відповідно а, б, в, г)

На рис. 8 наведено векторне поле градієнта температури в ростовому об'ємі і поле густини джерел джоулевого тепла в комірці, отримані при значенні радіусів торцевих нагрівачів в 5,0 мм. Точка максимуму градієнта температури знаходиться у місці, де спостерігається мінімальне значення температури (див. рис. 8, *а*). Максимальне значення густини джерел джоулевого тепла (див. рис. 8, *б*) знаходиться в нижній частині трубчастого нагрівача (на лінії з'єднання із струмопровідним диском).



а *б*

Рис. 8. Поля вектора градієнта температури в ростовому об'ємі і густини джерел джоулевого тепла в комірці за значення радіуса торцевих нагрівачів в 5,0 мм (відповідно а, б)

Висновки

1. Змодельовані поля температури, градієнта температури (скалярне і векторне) і густини джерел джоулевого тепла для модернізованої комірки АВТ «тороїд-40». Розрахунки здійснені з використанням розробленої методики скінченно-елементного моделювання електрорезистивного нагрівання АВТ, з урахуванням залежності провідних властивостей матеріалів від температури.

2. Розрахунки показали, що за умови використання торцевих нагрівачів з радіусом 5,0 мм можливо створити необхідні теплові умови в комірці для проведення експериментів з вирощування кристалів GaN, а саме: мінімізувати градієнт температури для більшої частини ростового об'єму до значень в 0,01 ºС/мм і отримати максимум температури у верхній частині ростового об'єму.

Роботу виконано за підтримки Національного фонду досліджень України в рамках проєкту «Монокристали нітриду ґалію GaN: отримання під високим тиском, структура, властивості» (реєстраційний номер 2020.02/0078).

O. Liudvichenko, O. Lyeshchuk, S. Hordieiev, I. Petrusha

V.M. Bakul Institute for Superhard Materials of the National Academy of Sciences of Ukraine

RESEARCH OF THE THERMAL STATE OF THE HIGH-PRESSURE APPARATUS CELL WITH COMBINED HEATERS WHEN GROWING THE GALLIUM NITRIDE CRYSTALS

Using the finite element method, the fields of temperature, temperature gradient, density of Joule heat sources in the high-pressure device «Toroid-40» were obtained. The use of these data made it possible to modernize the cell intended for conducting experimental research on the growth of gallium nitride crystals. The nature of the effect on the thermal state of the growth volume of the size of the end heaters, which are part of the resistive circuit of the high-pressure apparatus, is considered. As a result, the dimensions of the combined end heaters were determined, usage of which ensures that the maximum temperature is in the upper part of the growth volume and the temperature gradients are minimal. These conditions correspond to the values of the radii of the upper and lower end heaters of 5 mm.

Key words*: gallium nitride, high-pressure apparatus (HPA), high-pressure cell (HPC), finite element method (FEM).*

Література

1. Petrusha I. A., Sadovyi B. S., Sadovyi P. S., Osipov A. S., Rumiantseva Yu. Yu., Balabanov P. A., Klimczyk P., Sadova Yu. I., Savitskyi O. V., Hordieiev S. O., Sakal T. O. Investigation of GaN behavior in contact with Fe, $Fe_{2-4}N$ and Co/Cr at high pressures and high temperatures. *Інструментальне матеріалознавство.* Зб. наук. пр. Вип. 24. Київ: ІНМ ім. В. М. Бакуля, НАН України, 2021. С. 312–325.
2. Turkevych V. Z., Rumiantseva Yu. Yu., Sadova Yu. I., Kushch O. V., Hladkyi I. O., Turkevych D. V. Thermodynamic calculations of the Fe–Ga–N melting diagram in the context of gallium nitride crystallization under high temperatures and pressures. *J. Superhard Mater.* 2022. Vol. 44, N 2. P. 73–78.
3. Liudvichenko O. P., Lyeshchuk O. O., Petrusha I. A. Effect of the concentration of components and the size of heaters on the thermal state of a high-pressure cell to study the solubility of gallium nitride in iron. *J. Superhard Mater*. 2023. Vol. 45, N 2. P. 83–92.
4. Novikov N. V., Levitas V. I., Leshchuk A. A., Idesman A. V. Mathematical modeling of diamond synthesis process. *High Press. Res.* 1991. Vol. 7. P. 195–197.
5. Leshchuk A. A., Novikov N. V., Levitas V. I. Computer simulation of physical and mechanical processes running in the reaction cells of high-pressure installations in the course of synthesis of diamonds. *Strength Mater*. 2001. Vol. 33, N 3. P. 277–292.
6. Lyeshchuk O. Computational modeling of superhard materials synthesis. *Comp. Mater. Sci.* 2010. Vol. 49, N 1S. P. S85–S94.
7. Lyeshchuk O. O., Polotniak S. B., Novikov M. V. Thermomechanical approach to the modeling of HP–HT material processing. *J. Phys. Conf. Ser.* 2012. Vol. 377, art. 012095.
8. Dutka V. A., Maystrenko A. L., Borymskyi O. I., Kulich V. G., Kosenchuk T. O. Modeling the temperature field in a high-pressure apparatus during the sintering of large-sized products based on boron carbide. *J. Superhard Mater*. 2020. Vol. 42, N. 4. P. 240–250.
9. Li R., Zheng G., Liu Y., Wang M., Chen P., Chen M., Zhang Q. Finite element design of a temperature field for high-pressure diamond synthesis. *Diamond Relat. Mater.* 2016. Vol. 69. P. 133–137.
10. Li Y., Wang C., Chen N., Chen L., Guo L., Jia X., Ma H. Significant improvement of multi-seed method of diamond synthesis by adjusting the lateral cooling water temperature. *Cryst. Eng. Comm.* 2017. Vol. 19. P. 6681–6685.
11. Li R., Ding M., Shi T. Finite element design for the HPHT synthesis of diamond. *J. Cryst. Growth*. 2018. Vol. 491. P. 111–115.
12. Панасюк Т. С., Лєщук О. О., Лисаковський В. В., Івахненко С. О., Бовсунівський О. В., Клочок В. Ю. Застосування шестипуансонного апарата високого тиску для вирощування монокристалів алмазу інструментального призначення. *Технічна інженерія*. 2019. № 2. С. 36–43.
13. Людвіченко О. П., Анісін О. М., Лєщук О. О., Петруша І. А. Моделювання теплового стану апарата високого тиску при дослідженні розчинності нітриду ґалію в залізі. *Інструментальне матеріалознавство*. Зб. наук. праць. Вип. 24. Київ: ІНМ ім. В. М. Бакуля, НАН України, 2021. С. 325–334.
14. Людвіченко О. П., Анісін О. М., Лєщук О. О., Щидловський В.І. Скінченноелементний аналіз електрорезистивного нагрівання апарата високого тиску для дослідження розчинності GaN у Fe. *Mech. Adv. Technol.* 2021. Vol. 5, N 3. P. 302–306.
15. Людвіченко О. П., Лєщук О. О., Гордєєв С. О. Моделювання теплового стану комірки апарата високого тиску при вирощуванні кристалів нітриду ґалію. *Технічна інженерія*. 2023. № 1 (91). С. 57–66.
16. Chen W., Decker D. L. Pressure dependence of the thermal conductivity of pyrophyllite to 40 kbar. *J. Appl. Phys.* 1992. Vol. 71, N. 6. P. 2624–2627.

Надійшла 12.09.23

References

1. Petrusha, I. A., Sadovyi, B. S., Sadovyi, P. S., Osipov, A. S., Rumiantseva, Yu. Yu., Balabanov, P. A., Klimczyk, P., Sadova, Yu. I., Savitskyi, O. V., Hordieiev, S. O., & Sakal,

T. O. (2021). Investigation of GaN behavior in contact with Fe, $Fe_{2-4}N$ and Co/Cr at high pressures and high temperatures. *Instrumentalne materialoznavstvo – Tooling materials science*. (24th Issue, p. 312–325).
2. Turkevych, V. Z., Rumiantseva, Yu. Yu., Sadova, Yu. I., Kushch, O. V., Hladkyi, I. O., & Turkevych, D. V. (2022). Thermodynamic calculations of the Fe–Ga–N melting diagram in the context of gallium nitride crystallization under high temperatures and pressures. *J. Superhard Mater. 44*(2), 73–78.
3. Liudvichenko, O. P., Lyeshchuk, O. O., & Petrusha, I.A. (2023). Effect of the concentration of components and the size of heaters on the thermal state of a high-pressure cell to study the solubility of gallium nitride in iron. *J. Superhard Mater. 45*(2), 83–92.
4. Novikov, N. V., Levitas, V. I., Leshchuk, A. A., & Idesman, A. V. (1991). Mathematical modelling of diamond synthesis process. *High Pres. Res. 7*, 195–197.
5. Leshchuk, A. A., Novikov, N. V., & Levitas V.I. (2001). Computer simulation of physical and mechanical processes running in the reaction cells of high-pressure installations in the course of synthesis of diamonds. *Strength Mater. 33*(3), 277–292.
6. Lyeshchuk, O. (2010). Computational modeling of superhard materials synthesis. *Comp. Mater. Sci. 49*(1S), S85–S94.
7. Lyeshchuk, O. O., Polotniak, S. B., & Novikov, M. V. (2012). Thermomechanical approach to the modeling of HP–HT material processing. *J. Phys. Conf. Ser. 377*, 012095.
8. Dutka, V. A., Maystrenko, A. L., Borymskyi, O. I., Kulich, V. G., & Kosenchuk, T. O. (2020). Modeling the temperature field in a high-pressure apparatus during the sintering of large-sized products based on boron carbide. *J. Superhard Mater. 42*(4), 240–250.
9. Li, R., Zheng, G., Liu, Y., Wang, M., Chen, P., Chen, M., & Zhang, Q. (2016). Finite element design of a temperature field for high-pressure diamond synthesis. *Diam. Relat. Mater. 69*,133–137.
10. Li, Y., Wang, C., Chen, N., Chen, L., Guo, L., Jia, X., & Ma, H. (2017). Significant improvement of multi-seed method of diamond synthesis by adjusting the lateral cooling water temperature. *Cryst. Eng. Comm. 19*, 6681–6685.
11. Li, R., Ding, M., & Shi, T. (2018). Finite element design for the HPHT synthesis of diamond. *J. Cryst. Growth. 491*, 111–115.
12. Panasiuk, T. S., Lyeshchuk, O. O., Lysakovskyi, V. V., Ivakhnenko, S. O., Bovsunivskyi, O. V., & Klochok, V. Yu. (2019). Zastosuvannia shestypuansonnoho aparata vysokoho tysku dlia vyroshchuvannia monokrystaliv almazu instrumentalnoho pryznachennia [The use of a six-punch high-pressure apparatus for growing diamond single crystals for instrumental purposes. *Tekhnichna inzheneriia – Technical engineering*, (2), 36–43 [in Ukrainian].
13. Liudvichenko, O. P., Anisin, O. M., Lyeshchuk, O. O., & Petrusha, I.A. (2021). Modeliuvannia teplovoho stanu aparata vysokoho tysku pry doslidzhenni rozchynnosti nitrydu galiiu v zalizi [Modeling of the thermal state of the high-pressure apparatus during the study of the solubility of gallium nitride in iron]. *Instrumentalne materialoznavstvo – Tooling materials science*. (24th Issue, p. 325–334) [in Ukrainian].
14. Liudvichenko, O. P., Anisin, O. M., Lyeshchuk, O. O., & Shchydlovskyi, V.I. (2021). Skinchennoelementnyi analiz elektrorezystyvnoho nahrivannia aparata vysokoho tysku dlia doslidzhennia rozchynnosti GaN u Fe. [Finite element analysis of electroresistive heating of a high-pressure apparatus for studying the solubility of GaN in Fe]. *Mech. Adv. Technol. 5*(3), 302–306 [in Ukrainian].
15. Liudvichenko, O. P., Lyeshchuk, O. O., & Hordieiev, S. O. (2023). Modeliuvannia teplovoho stanu komirky aparata vysokoho tysku pry vyroshchuvanni krystaliv nitrydu galiiu [Modeling the thermal state of the cell of the high-pressure apparatus during the growth of gallium nitride crystals]. *Tekhnichna inzheneriia – Technical engineering, 1*(91), 57–66 [in Ukrainian].
16. Chen, W., & Decker, D. L. (1992). Pressure dependence of the thermal conductivity of pyrophyllite to 40 kbar. *J. Appl. Phys. 71*(6), 2624–2627.

Розділ 3

РОЗРОБКА І ВПРОВАДЖЕННЯ ОБЛАДНАННЯ І ІНСТРУМЕНТУ, ОСНАЩЕНОГО ТВЕРДИМИ СПЛАВАМИ, В РІЗНИХ ГАЛУЗЯХ ПРОМИСЛОВОСТІ

УДК 669.018.25:621.762.5 DOI: 10.33839/2708-731X-24-1-253-260

І.О. Гнатенко, А.С. Бєляєв, І.В. Андреєв, О.С. Осіпов,
кандидати технічних наук

Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України,
вул. Автозаводська, 2, 04074 м. Київ, e-mail: gnatenko_i@ukr.net

ВИВЧЕННЯ ТЕПЛОПРОВІДНОСТІ WC–Co ТВЕРДИХ СПЛАВІВ, ОБРОБЛЕНИХ ТИСКОМ 8 ГПа ЗА ВИСОКОЇ ТЕМПЕРАТУРИ

Спечені тверді сплави є найпоширенішим типом матеріалів, що застосовуються для виготовлення ріжучих інструментів завдяки гарному поєднанню високої твердості та міцності. Високі температури, що утворюються під час обробки, можуть чинити шкідливий вплив на ріжучий інструмент. Таким чином, здатність інструментального матеріалу ефективно відводити тепло (теплопровідність) є важливою властивістю, яку необхідно зрозуміти та визначити кількісно.

Відомостей щодо впливу різних технологічних прийомів, таких як механічна, термомеханічна, термічна та баротермічна обробки, на теплопровідність твердих сплавів в літературі недостатньо. Тому в наведеній роботі було вивчено теплопровідність спечених твердих сплавів WC–6Co та WC-15Co внаслідок впливу на них високого тиску 8 ГПа та високої температури (НРНТ обробки).

Для вимірювання коефіцієнта теплопровідності використано метод еталону, який реалізували за допомогою комп'ютеризованої установки, розробленої в Інституті надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України. Дослідження проводилися на спечених та оброблених в апаратах високого тиску типу «Тороїд» зразках із твердих сплавів WC–6Co та WC-15Co.

Результати показують, що на теплопровідність значною мірою впливають вміст Co, розмір зерна WC і режим наступної НРНТ обробки. Теплопровідність спечених твердих сплавів WC-15Co становить 110 Вт/(м·К), а твердого сплаву WC–6Co – 124 Вт/(м·К). Встановлено, що застосування НРНТ обробки до спечених твердих сплавів веде до зниження їх теплопровідності.

Також в роботі показано ефективність застосування представленого методу, який дозволяє оцінити зміни теплопровідності в межах однієї марки сплаву внаслідок їх додаткової НРНТ обробки.

Ключові слова: *твердий сплав, теплопровідність, високий тиск, карбід вольфраму, розмір карбідного зерна.*

Актуальність

Вольфрамокобальтові тверді сплави є одним із найбільш широко використовуваних інструментальних матеріалів у багатьох галузях промисловості. Високі теплові властивості твердих сплавів можуть визначати максимальну робочу температуру, температурний градієнт і термічну напругу деталі. Усі ці фактори можуть сильно впливати на експлуатаційні властивості матеріалів та інструментів. Тому важливо характеризувати механічні властивості та розуміти теплові властивості таких матеріалів як тверді сплави, наприклад, WC–Co. Теплопровідність – властивість (здатність) матеріалу проводити тепло. Вона вимірюється швидкістю теплопередачі. В той же час, теплопровідність твердих сплавів відноситься до групи найменш вивчених властивостей.

В [1] зазначається, що властивості теплопередачі (теплопровідність) і коефіцієнт теплового розширення (КТР) твердосплавного інструменту можна контролювати як розміром зерна тугоплавкої складової, так і вмістом металевої зв'язувальної фази.

Дослідженню теплопровідності твердих сплавів присвячено ряд робіт [1-6]. Наприклад, в роботі [1] за допомогою регресійного аналізу робиться спроба передбачити теплопровідність різних марок твердих сплавів за хімічним складом матеріалу та значенням коерцитивної сили.

Можливість прогнозування теплопровідності на основі провідності фаз Co і WC, їх об'ємних часток і термічного опору поверхонь розділу між ними детально обговорюється Wang et al. [2], Vornberger та ін. [3] В роботі [4] досліджено теплопровідність твердих сплавів типу WC–Co–TiC в залежності від температури та вмісту карбіду титану в сплавах. Встановлено, що із збільшенням вмісту TiC теплопровідність зменшується з 83 Вт/(м·К) до 37 Вт/(м·К).

В роботі [5] було досліджено теплопровідність WC–Co твердих сплавів за кріогенних температур (близько 150 К (–123 ºС)) і встановлено, що тверді сплави з вищим вмістом Co мають нижчі значення теплопровідності. За температури 150 К теплопровідність твердих сплавів знаходиться в діапазоні від 80 до 160 Вт/(м·К).

В роботах [1, 5] зроблено висновок про те, що теплопровідність твердих сплавів збільшується із збільшенням середнього розміру карбідного зерна сплавів та зменшенням вмісту зв'язуючої фази. На відміну від [1, 5], в роботі [7] вказується, що зі зростанням вмісту кобальту теплопровідність твердих сплавів підвищується (рис. 1).

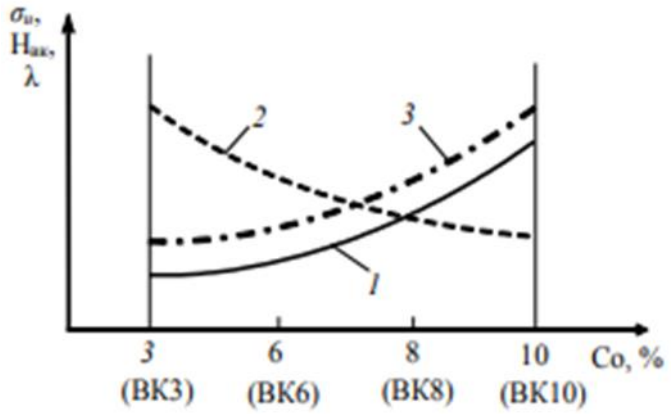


Рис. 1. Вплив вмісту кобальту на властивості твердого сплаву групи ВК [7]: 1 – міцність при вигині σ_i; 2 – твердість $H_{ВК}$; 3 – теплопровідність λ

Тобто, наведені дані про теплопровідність спечених твердих сплавів в різних джерелах суперечливі. Також на сьогодні немає єдиної думки про теплопровідність вихідних компонентів твердих сплавів [6]. Слід зазначити, що теплопровідність Co за різними даними коливається від 67 Вт/(м·К) до 96 Вт/(м·К) [8-10, 2], теплопровідність карбіду вольфраму WC знаходиться в межах 21-34 Вт/(м·К) [11, 8], а чистого карбіду – 155 Вт/(м·К) [2] або сягає 200 Вт/(м·К) [1].

Разом з цим, в технології виробництва твердих сплавів часто, окрім основних методів отримання твердих сплавів, застосовують додаткові способи обробки твердих сплавів [12–14], які можуть впливати на структурні та механічні характеристики твердих сплавів. І відомостей про вплив таких методів на теплопровідність твердих сплавів в літературі недостатньо. Тому в наведеній роботі було вивчено теплопровідність спечених твердих сплавів WC–6Co та WC–15Co внаслідок впливу на них високого тиску 8 ГПа та високої температури (HPHT обробки).

Методика експерименту

Для проведення дослідження було виготовлено зразки циліндричної форми. Компонентний склад твердосплавної суміші з вмістом Co 6 та 15 % (за масою). Температура спікання для сплаву WC–6Co була 1450 °С, а для сплаву WC–15Co становила 1370 °С, витримка – 20 хв, залишковий тиск під час спікання – 2,6 Па, розміри спечених зразків після спікання: діаметр – 8,0 мм, висота – 6,0 мм, коефіцієнт усадки становив 1,25. Густина спечених зразків для сплаву WC–6Co становила 14,85 г/см^3, а для сплаву WC–15Co – 13,90 г/см^3. Термобаричну (HPHT) обробку спечених зразків твердого сплаву здійснювали в апараті високого тиску типу

«тороїд» з розміром робочої камери 15 мм. Параметри НРНТ обробки були наступними: тиск – 8 ГПа з витримкою під тиском 2 хв; температура для сплаву WC–6Co – 1550 і 1700 ºС; для сплаву WC–15Co температура обробки була дещо нижчою і становила 1450 і 1600 °С.

Для визначення коефіцієнта теплопровідності WC-Co зразків застосовували комп'ютеризовану установку, розроблену в Інституті надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України [15]. Для вимірювань використано метод еталону, в процесі вимірювання застосовано два еталони – холодний та гарячий. В якості еталона використано ARMCO-залізо, коефіцієнт теплопровідності якого складає 60 Вт/(м·К). Холодний еталон контактує з охолоджувачем, яким є масивний мідний циліндр. Гарячий еталон знаходиться в контакті з джерелом тепла потужністю 30 Вт. Для мінімізації контактного опору на всі поверхні еталонів та зразка нанесено спеціальний термоінтерфейс (металевий сплав), який при нормальних умовах знаходиться у рідкому стані і змочує контактні поверхні. Коефіцієнт теплопровідності термоінтерфейсу складає 80 Вт/(м·К).

Системою комп'ютерного моніторингу в режимі реального часу фіксуються покази чотирьох термопар. Таким чином, для визначення коефіцієнта теплопровідності використано чотири термопари та два еталони. При визначенні теплопровідності зразків температура нагрівача не перевищувала 30 °С, різниця середніх температур на еталонах та зразку складала близько 6 °С. При тестуванні установки та методики на еталонних зразках з відомим коефіцієнтом теплопровідності відносна похибка вимірювань не перевищувала 5 %.

Результати досліджень

Результати вимірювання теплопровідності спечених твердих сплавів за кімнатної температури та наведені в літературі значення теплопровідності зразків з аналогічних марок твердих сплавів наведено в таблиці.

Отримані значення теплопровідності, виміряні за допомогою наведеної методики, знаходяться у відповідності до значень теплопровідності, отриманих в роботі [6] за наведеною методикою [16]. Теплопровідність спечених твердих сплавів WC–15Co становить 110 Вт/(м·К), а твердого сплаву WC–6Co – 124 Вт/(м·К). Отримані експериментальні дані не співпадають з закономірністю, що наведена в [7], проте добре узгоджуються із дослідженнями [1, 2, 6].

Теплопровідність сплавів WC–6Co, оброблених під тиском 8 ГПа за температури 1700 ºС (розмір зерна карбідної фази зростає на 30% від вихідних матеріалів), дещо нижча (122 Вт/(м·К)) від теплопровідності вихідних сплавів (124 Вт/(м·К)), оброблених за температури 1550 ºС (розмір зерна збільшується на 15%). Теплопровідність знижується до 116 Вт/(м·К), повторне навантаження за таких умов не впливає на значення теплопровідності і знаходиться на рівні 118 Вт/(м·К). Слід зазначити, що в межах однієї марки сплаву із ростом зерна внаслідок дії тиску та температури теплопровідність знизилася. Таке явище можна пояснити ймовірною зміною якості міжзеренних границь внаслідок збільшення дефектів на них та руйнуванням карбідного скелета, попередньо сформованого при вільному спіканні твердих сплавів.

Встановлено, що внаслідок НРНТ обробки спечених твердих сплавів WC–15Co їх теплопровідність знижується на 20 % (за температури обробки 1450 ºС) і з повторним навантаженням (2 цикл НРНТ обробки) падає до 87 Вт/(м·К). Збільшення температури НРНТ обробки до 1600 ºС веде до появи в структурі спечених твердих сплавів WC–15Co сторонніх інтерметалідних фаз, які сприяють подрібненню зерна сплавів, збільшенню міжкарбідних та міжфазних границь і деякому підвищенню (на загальному фоні зниження) теплопровідності до 102 Вт/(м·К).

Виміряні за кімнатної температури та наведені в літературі значення теплопровідності зразків з твердих сплавів

Зразок твердого сплаву	Теплопровідність, Вт/(м·К)	Літературне джерело	Середній розмір карбідного зерна сплаву, мкм
WC–6Co	34,6	[17]	
WC–6Co	62,8	[11]	
WC–6Co	80	[18]	1,0–3,0
WC–6Co	80	[18]	0,5–5,0
WC–6Co	114±6	[6]	
WC–6Co	124±2		1,8
WC–6Co після HPHT обробки (P=8 ГПа, T=1700, τ=2 хв.)	122±3		2,3
WC–6Co після HPHT обробки (P=8 ГПа, T=1550, τ=2 хв.)	117±2		2,1
WC–6Co після HPHT обробки 2 цикл (P=8 ГПа, T=1550, τ=2 хв.)	118±2		2,1
WC–15Co	34,6	[17]	
WC–15Co	67	[11]	
WC–15Co	68	[18]	1,0-5,0
WC–15Co	67	[18]	2,0-8,0
WC–15Co після HPHT обробки (P=8 ГПа, T=1500, τ=45 с)	113±6	[6]	5
WC–15Co	110±1		1,9
WC–15Co після HPHT обробки (P=8 ГПа, T=1600, τ=2 хв.)	103±2		2,2
WC–15Co після HPHT обробки (P=8 ГПа, T=1450, τ=2 хв.)	93±1		2,2
WC–15Co після HPHT обробки 2 цикл (P=8 ГПа, T=1450, τ=2 хв.)	86±2		2,5

Виміряні значення теплопровідності в межах однієї марки сплаву із збільшенням зерна зменшуються, на відміну від [2, 3]. Скоріше за все, в даному випадку за передачу тепла відповідає не тільки кількість границь, але і їх якість. В [2] стверджується, що дефекти мікроструктури, такі як пористість, вакансії, додаткові компоненти в решітці або межі зерен, діють як центри розсіювання як для електронів, так і для фононів, які проводять тепло в твердих металах. Таким чином, із збільшенням щільності дефектів теплопровідність зменшується. Тому при прикладанні високого тиску (HPHT обробка) до WC-Co твердих сплавів збільшується кількість дефектів в решітці або на границях зерен, які і перешкоджають передачі тепла.

Висновки

Результати проведеного дослідження показують, що на теплопровідність значною мірою впливають вміст Co, розмір зерна WC і режим наступної HPHT обробки.

Теплопровідність спечених твердих сплавів WC–15Co становить 110 Вт/(м·К), а твердого сплаву WC–6Co – 124 Вт/(м·К). Встановлено, що застосування HPHT обробки до спечених твердих сплавів веде до зниження їх теплопровідності.

Також в роботі показано ефективність застосування представленого методу, який дозволяє оцінити зміни теплопровідності в межах однієї марки сплаву внаслідок їх додаткової HPHT обробки.

I. Hnatenko, A. Bieliaiev, I. Andreiev, O. Osipov

V. N. Bakul Institut for Superhard Materials of National Academy of Sciences of Ukraine

STUDY OF THERMAL CONDUCTIVITY OF WC-Co SOLID ALLOYS TREATED WITH 8 GPa PRESSURE AT HIGH TEMPERATURE

Sintered cemented carbides are the most common type of material used in cutting tools due to their good combination of high hardness and strength. High temperatures generated during processing can have a harmful effect on the cutting tool. Thus, the ability of a tool material to efficiently dissipate heat (the thermal conductivity) is an important property to understand and quantify.

There is not enough information in the literature on the influence of various technological techniques, such as mechanical, thermomechanical, thermal and barothermal processing, on the thermal conductivity of cemented carbides. Therefore, the thermal conductivity of sintered cemented carbides types of WC-6Co and WC-15Co as a result of the effect of high pressure of 8 GPa and high temperature (HPHT treatment) on them was studied in this work.

To measure the coefficient of thermal conductivity, the standard method was used, which was implemented with the help of a computerized installation developed at the V. N. Bakul Institut for Superhard Materials of National Academy of Sciences of Ukraine. The research was carried out on samples made of hard alloys WC-6Co and WC-15Co sintered and processed in high-pressure apparatus of the "Toroid" type.

The results show that the thermal conductivity is significantly affected by the Co content, WC grain size, and mode of subsequent HPHT processing. The thermal conductivity of WC ‑15Co sintered hard alloys is 110 W/m·K, and WC ‑6Co hard alloy is 124 W/m·K . It was established that the application of HPHT treatment to sintered hard alloys leads to a decrease in their thermal conductivity.

The paper also shows the effectiveness of the application of the presented method, which allows evaluating changes in thermal conductivity within one brand of alloy as a result of their additional HPHT processing.

Key words: *cemented carbides, thermal conductivity, high pressure, tungsten carbide, carbide grain size.*

Література

1. Kazymyrovych V., Kryzhanivskyy V. Thermal properties of cemented carbides used for metal cutting. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials.* 2023. Vol. 111. 106097.
2. Wang H., Webb T., Bitler J. W. Study of thermal expansion and thermal conductivity of cemented WC–Co composite. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 2015. Vol. 49. P. 170–177.
3. Vornberger A., Pötschke J., Gestrich T., Herrmann M., Michaelis A. Influence of microstructure on hardness and thermal conductivity of hardmetals. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 2020. Vol. 88. 105170.
4. Tan J., Wen Sh., Liu Yu., Du Y., Kaptay G. Thermal conductivity of WC-Co-TiC cemented carbides: Measurement and modeling. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 2023. Vol. 112. 106153.

5. Marvin F. & Wendell W. Thermal Conductivity and Electrical Resistivity of Cemented Transition-Metal Carbides at Low Temperatures. *Journal of the American Ceramic Society.* 2005. Vol. 74, N 6. P. 1411–1416.
6. Изучение теплопроводности композиционных материалов на основе алмаза, кубического нитрида бора, карбида вольфрама и нитрида алюминия / Осипов А.С., Коростышевский Д.Л., Никишина М.В., Сербенюк Т.Б., Колабылина Т.В. и др. / Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент - техника и технология его изготовления и применения. Сб. науч. Тр. Вып. 13. К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украині, 2010. С. 338–342.
7. Залога В. О., Гончаров В. Д., Залога О. О. Сучасні інструментальні матеріали у машинобудуванні: навчальний посібник /за заг. ред. В. О. Залоги. – Суми : Сумський державний університет, 2013. 371 с.
8. Лошак М.Г. Прочность и долговечность твердых сплавов. – К.: Наукова думка, 1984. 326 с.
9. Свойства элементов / под ред. Г.В. Самсонова. М.: Металлургия, 1976. Ч.1: Физические свойства. 600 с.
10. Смитлз К. Дж. Металлы: Справоч. изд.: пер. с англ. М.: Металлургия, 1980. 448 с.
11. Андриевский Р.А., Спивак И.И. Прочность тугоплавких соединений и материалов на их основе: справоч. изд. Челябинск: Металлургия, 1989. 368с.
12. Xiang Z., Li Z., Chang F., Dai P. Effect of Heat Treatment on the Microstructure and Properties of Ultrafine WC–Co Cemented Carbide. *Metals.* 2019. Vol. 9, N 12 P. 1302.
13. Owais T. M. Impact of Pressure on Sintering of Cemented Carbides: Master of Science Thesis – Materials Science. Stockholm: KTH Industrial Engineering and Management, 2013.
14. Гнатенко І. О., Лисовенко С.О., Андреєв І.В., Осіпов О.С.Визначення впливу тиску (7, 5 ГПа) на кристалічну будову карбіду вольфраму, що входить до складу твердого сплаву WC–6% Co. *Інструментальне матеріалознавство*. Зб. наук. прВип. 23. Київ: ІНМ ім. В.М. Бакуля НАН України, . 2020. С. 289–295.
15. Шмегера Р. С., Подоба Я. О., Кущ В. І., Бєляєв А. С. Вплив контактної теплопровідності міжфазної границі алмаз–металічна зв'язка на теплопровідність алмазовмісних композитів. *Сверхтвердые материалы*. 2015. – № 4. С. 39–52.
16. Азима Ю.И., Беляев Ю.И., Кулаков М. В. Устройство для измерения коэффициента теплопроводности высокотеплопроводных материалов. *Приборы и техника эксперимента*. 1985. № 4. С.248–249.
17. Туманов В.И. Свойства сплавов системы карбид вольфрама-кобальт: справоч. М.: Металлургия. 1971. 96 с.
18. Grades end physical properties (typical figures). *Everloy cemented carbide tools.* URL: https://www.everloy-cemented-carbide.com/en/material/kind.html.

Надійшла 18.09.23

References

1. Kazymyrovych V. & Kryzhanivskyy V. (2023). Thermal properties of cemented carbides used for metal cutting. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 111,* 106097.
2. Wang H., Webb T. & Bitler J. W. (2015). Study of thermal expansion and thermal conductivity of cemented WC–Co composite. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 49,* 170–177.
3. Vornberger A., Pötschke J., Gestrich T., et al. (2020). Influence of microstructure on hardness and thermal conductivity of hardmetals. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 88,* 105170.

4. Tan J., Wen Sh., Liu Yu., et al. (2023). Thermal conductivity of WC-Co-TiC cemented carbides: Measurement and modeling. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 112,* 106153.
5. Frandsen, Marvin & Williams, Wendell. (2005). Thermal Conductivity and Electrical Resistivity of Cemented Transition-Metal Carbides at Low Temperatures. *Journal of the American Ceramic Society , 74(6):1411,* 1416.
6. Osypov, A.S., Korostyshevskyy, D.L., Nikyshyna, M.V., et al. (2010). Izuchenie teploprovodnosti kompozitsyonnykh materialov na osnove almaza, kubycheskoho nytrida bora, karbida volframa i nitrida aliuminiia [Study of the thermal conductivity of composite materials based on diamond, cubic boron nitride, tungsten carbide and aluminum nitride]. *Porodorazrushaiushchii i metalloobrabatyvaiushchii instrument – tekhnika i tekhnolohiia eho izhotovleniia i primeneniia – Rock Destruction and Metal-Working Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications*. (13nd Issue, p. 338–342). ISM im. V.N. Bakulia NAN Ukrainy [in Russian]
7. Zastava, V. O., Honcharov, V. D., & Zastava, O. O. (2013). *Suchasni instrumentalni materialy v mashynobuduvanni: navchalnyy posibnyk [Modern instrumental materials in mechanical engineering: a study guide]*. Sumskii derzhavnyi universytet [in Ukrainian].
8. Loshak, M.H. (1984). *Prochnost y dolhovechnost tverdykh splavov [Strength and durability of hard alloys]*. Naukova dumka [in Russian].
9. (1976). Samsonov, H.V. (Ed.), *Svoistva elementov [Element properties]. P.1. Fizicheskie svoistva [Physical properties]*. Metalurhiia [in Russian].
10. Smitlz, K.Dzh. (1980). *Metaly [Metals]*. Metalurhiia [in Russian].
11. Andriyevskii, R.A.& Spivak, I.I. (1989). *Prochnost tuhoplavkikh soedinenii i materialov na ikh osnove [Strength of refractory compounds and materials based on them]*. Metalurhiia [in Russian].
12. Xiang, Z., Li, Z., Chang, F., & Dai, P. (2019). Effect of Heat Treatment on the Microstructure and Properties of Ultrafine WC–Co Cemented Carbide. *Metals, 9*(12), 1302.
13. Owais, T. M. (2013). *Impact of Pressure on Sintering of Cemented Carbides: Master of Science Thesis – Materials Science.* KTH Industrial Engineering and Management.
14. Hnatenko, I.O., Lisovenko, S.O., Andreyev, I.V.& Osipov O.S. (2020) Vyznachennia vplyvu tysku (7, 5 HPa) na krystalichnu budovu karbidu volframu, shcho vkhodyt do skladu tverdoho splavu WC–6% Co [Determination of the effect of pressure (7.5 GPa) on the crystal structure of tungsten carbide, which is part of the hard alloy WC-6% Co]. *Instrumental'ne materialoznavstvo – Instrumental materials science*. (2nd Issue, p. 289–295). ISM im. V.N. Bakulia NAN Ukrainy [in Ukrainian].
15. Shmehera, R. S., Podoba, Ya. O., Kushch, V. I. & Byelyayev O. S. (2015). Vplyv kontaktnoi teploprovidnosti mizhfaznoi mezhi almaz–metalichna zviazka na teploprovidnist almazovmisnykh kompozytiv [The effect of the contact thermal conductivity of the diamond–metal bond interface on the thermal conductivity of diamond-containing composites]. *Nadtverdi materialy - Superhard materials,* 4, 39–52 [in Ukrainian].
16. Azima Yu.I., Bieliaiev Yu.I., Kulakov M.V. (1985) Ustroistvo dlia izmereniia koeffitsienta teploprovodnosti vysokoteploprovodnykh materialov. [Device for measuring the thermal conductivity coefficient of highly thermally conductive materials]. *Pribory i tekhnika eksperimenta – Instruments and experimental technique*, 4, 248–249 [in Russian].
17. Tumanov, V.I. (1971) Svoistva splavov systemy karbid volframa–kobalt [Properties of alloys of the tungsten carbide–cobalt system] Metalurhiia [in Russian].

18. *Grades end physical properties (typical figures).* (b.d.) Everloy cemented carbide tools. https://www.everloy-cemented-carbide.com/en/material/kind.html.

УДК 669.018.025 DOI: 10.33839/2708-731X-24-1-260-265

О. О. Матвійчук, М. О. Юрчук, Н. В. Литошенко, кандидати технічних наук

Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, м. Київ

ОСОБЛИВОСТІ ФОРМУВАННЯ СТРУКТУРИ ТА ВЛАСТИВОСТЕЙ СЕРЕДНЬОЗЕРНИСТОГО ТВЕРДОГО СПЛАВУ ВН20 (80% WC + 20% Ni), СПЕЧЕНОГО У ВАКУУМІ ЗА ТЕМПЕРАТУРИ 1350 ^{O}C ТА ПІД ДІЄЮ ЗОВНІШНЬОГО ОДНООСЬОВОГО СТИСНЕННЯ

Завданням наукового дослідження було вивчення особливостей впливу одноосьового стиску на формування структури середньозернистого сплаву WC–20%Ni.

Показано, що існує метод, який дає можливість покращити структурні параметри твердого сплаву WC–20%Ni, що забезпечує підвищення експлуатаційних показників матеріалу. Стверджується, що направлена дія одноосьового стискання дає можливість значно вдосконалювати характер взаємного розміщення карбідних зерен. Такі вдосконалення призводять до підвищення фізико-механічних характеристик твердого сплаву. В роботі наведено результати дослідження формування структури та властивостей сплаву за температури спікання 1350^{o}C під дією одноосьового стискання від нуля до 1,6 МПа.

Ключові слова: *твердий сплав WC–20%Ni, спікання під одноосьовим стисканням, карбідні зерна, фізико-механічні властивості.*

Вступ

Серед карбідовольфрамових твердих сплавів сплав з вмістом нікелевої зв’язки 20% (по масі) займає значне місце в якості матеріалу як конструкційного, так і інструментального призначення. Для подальшого підвищення його експлуатаційних характеристик використовують різні методи інтенсифікації спікання. До одного з таких методів можна віднести механічну інтенсифікацію, яка здійснюється шляхом використання зовнішніх навантажень в процесі спікання заготовки [1, 2]. На сьогодні найбільш широко використовується метод гарячого пресування зі статичним та динамічним прикладанням стиску. Основною особливістю цього методу є те, що твердосплавна заготовка спікається під стиском в графітовій прес-формі, певної форми та розміру. 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 тиск прикладається тільки до торця заготовки. При цьому заготовка не обмежується з бокових сторін і може вільно розповзатись в різні боки під дією прикладеного навантаження. В роботах [3, 4] наведено результати дослідження такого методу спікання.

В [3] відзначено, що зміна міцнісних властивостей 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 ін.), однак значного впливу на характер розміщення зерен карбіду по об'єму сплаву вони не мають.

В той же час в роботах [3, 4] 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 [3,4] не проводилось. На нашу думку, такі дослідження є доцільними для виготовлення твердосплавних виробів з підвищеними властивостями за рахунок оптимального розподілення карбідної складової по об'єму.

Отже, метою дослідження є встановлення впливу одноосьового стиску на характер розподілу зерен WC карбідовольфрамового твердого сплаву з нікелевою зв'язкою (80%WC+20% Ni) та його фізико-механічні властивості.

Методика дослідження

Коерцитивну силу $H_{см}$ (кА/м) зразків вимірювали приладом "Кобальт-1" [5], густину спечених зразків ρ (г/см^3) – гідростатичним зважуванням на лабораторних вагах ВЛР–200м [6], твердість зразків за Роквеллом (шкала А) *HRA* – вдавлюванням алмазного наконечника з внутрішнім кутом 120±0,5^o під попереднім навантаженням 98,07 Н і загальним 1471 Н твердоміром моделі ТК-2 [7].

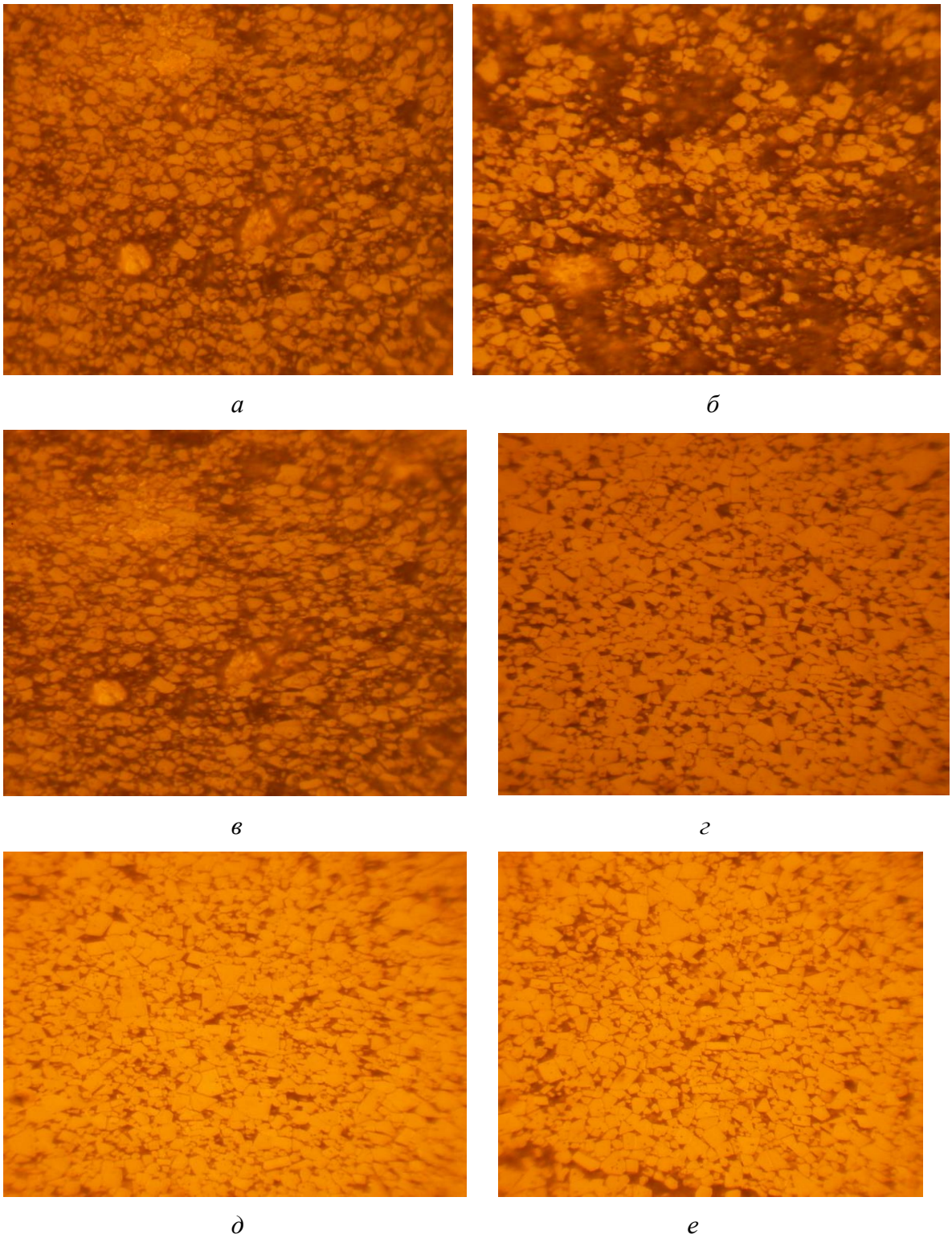
Для експериментів використовували вихідні порошки WC за ТУ 48-19-265-77 та карбонільного нікелю марки ПНУ за ДЗТС 9722-79. З метою очищення від небажаних домішок вихідні порошки просіяли крізь сито з комірками розміром 40 мкм. Середній розмір зерна карбіду вольфраму визначали методом ртутної порометрії [8]. Середній розмір зерна карбіду вольфраму $\bar{d}_{WC}$ становив 1,6±0,1мкм, вміст зерен розміром 0,6–4,0 мкм становив 82%, а питома площа поверхні – 1,9±0,1 м^2/г. Суміш до пресування готували згідно з вимогами технологічних інструкцій ІНМ НАН України [9]. 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.

Вміст загального вуглецю $C_{заг}$ у вихідній суміші та вільно спеченому сплаві визначали абсорбційно-газооб'ємним методом [8]. Для визначення вмісту загального вуглецю в зразках спеченого сплаву (шліфованих штапиках) їх подрібнювали у твердосплавній ступці. Одержану крупку просіювали крізь сито з розміром комірок 0,1 мм.

Результати дослідження та їх обговорення

Встановлено, що структурний стан твердого сплаву ВН20, спеченого у вакуумі за температури 1350 ^{o}С без прикладання одноосьового тиску та під дією зовнішнього напруження стискання до 1,6 МПа, змінюється з ростом напруження. Середній розмір зерен WC зменшується від 1,46 до 1,39 мкм. Причиною зменшення середнього розміру зерен WC від 1,46 мкм до 1,39 мкм є те, що при рідкофазному спіканні сплаву під дією напруження стиску частинки карбіду вольфраму переміщуються. Це не дає можливості на початкових стадіях спікання створюватись у сплаві конгломератам зерен WC шляхом зрощування та коалесцінції. Під впливом одноосьового тиску в процесі спікання структура сплаву дещо текстуризується. З'являються групи однаково орієнтованих зерен WC. Підвищення тиску забезпечує підвищення текстуризації мікроструктури сплаву ВН20. В зразках сплавів η_1-фази не виявлено.

На рис. 1 представлено мікроструктурні знімки середньозернистого твердого сплаву ВН20 при спіканні у вакуумі за температури 1350 ºС під дією зовнішнього одноосьового тиску від 0 МПа (вільне спікання) до 1,6 МПа.



а *б* *в* *г* *д* *е*

Рис. 1. Структура сплаву при спікання під стиском: а – Р = 0 МПа; б – Р = 0,3 МПа; в – Р = 1,0 МПа; г – Р = 1,2 МПа; д – Р = 1,4 МПа; е – Р = 1,6 МПа. Зразки травлені, збільшення ×1350

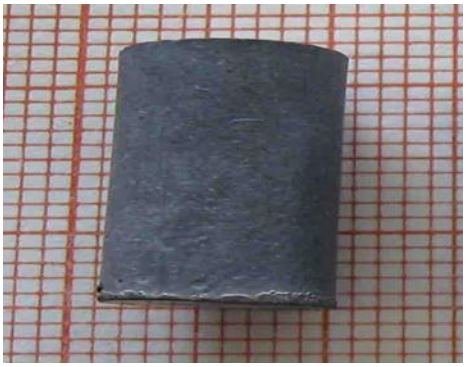


Рис. 2. Зовнішній вигляд зразка твердого сплаву ВН20, спеченого в вакуумі за температури 1300º С

Для дослідження використовували заготовки у вигляді циліндрів діаметром 10 мм і висотою 20 мм (рис. 2).

В таблиці наведено показники властивостей сплаву та його обмірювання: коефіцієнт усадки *k* (по висоті та по діаметру), *г*устина ρ, г/см^3, коерцитивна сила $H_{см}$, кА/м, твердість *HRA,* межа міцності на згин R_{bm}, МПа. А також розміщено напруження стиску під час спікання *p,* МПа (тривалість дії напруження *t* = 30 хв*).*

Висновки

Встановлено, що спікання середньозернистих твердих сплавів 80%WC+20% Ni під дією одноосьового стиску 0,3–1,6 МПа та температури 1350ºС впливає на розподіл зерен WC за розмірами. За цих умов середній розмір зерна зменшується від 1,46 до 1,39 мкм, а структура сплаву дещо текстуризується. З'являються групи однаково орієнтованих зерен WC. Підвищення тиску викликає підвищення текстуризації мікроструктури досліджуваного сплаву.

Запропонований метод не призводить до помітних змін коефіцієнтів усадки як по висоті, так і по діаметру для *p* від 1 до 1,6 МПа. Густина, твердість та межа міцності на згин зростає для *p* від 0 до 1,6 МПа приблизно на 10–40%.

Властивості твердого сплаву ВН20 після спікання під дією зовнішнього напруження стиску за температури 1350 °С

p, МПа	*k*		*ρ*, г/см^3	$H_{см}$, кА/м	*HRA*	R_{bm}, МПа	Розподілення зерен WC за розмірами (мкм) в %
	по діам.	по вис.					
1	2	3	4	5	6	7	8
0	1,15	1,13	12,6	0,3	75,7	1630	1,0–61 %, 2,0–23 %, 3,0–13 %, 4,0–5,0 – 3%
0,3	1,05	1,22	12,8	0,5	77,5	1650	1,0–58 %, 2,0–25 %, 3,0–15 %, 4,0–5,0 – 2 %
1,0	1,09	1,41	13,1	0,4	76,8	1680	1,0–54 %, 2,0–26 %, 3,0–17 %, 4,0–5,0–3 %
1,2	1,08	1,45	12,9	0,7	75,9	1680	1,0–52 %, 2,0–30 %, 3,0–10 %, 4,0–5,0 – 8 %
1,4	1,16	1,46	13,5	0,8	75,8	1690	1,0–51 %, 2,0–20 %, 3,0–19 %, 4,0–5,0 – 10%

Закінчення таблиці

1	2	3	4	5	6	7	8
1,6	1,05	1,47	13,6	0,8	79,1	1690	1,0–55 %, 2,0–31 %, 3,0–11 %, 4,0–5,0 – 3%

O. Matviychuk, M. Yurchuk, N. Lytochenko

V.N.Bakul Institut for Superhard Materials of National Akademy of Sciences of Ukraine

THE SPECIFICS OF THE FORMATION OF THE STRUCTURE AND PROPERTIES OF THE MEDIUM-GRAIN HARD ALLOY BH20 (80% WC + 20% Ni) SINTERED IN VACUUM AT A TEMPERATURE OF 1350 1350 C AND UNDER THE EFFECT OF EXTERNAL UNIAXIAL COMPRESSION

The task of the scientific research was to study the specifics of the effect of uniaxial compression on the formation of the structure of the medium-grained WC–20%Ni alloy.

It is shown that there is a method that makes it possible to improve the structural parameters of the WC–20%Ni hard alloy, which ensures an increase in the operational performance of the material. It is claimed that the directed action of uniaxial compression makes it possible to significantly improve the nature of the mutual arrangement of carbide grains. Such improvements lead to an increase in the physical and mechanical characteristics of the hard alloy. The paper presents the results of the study of the formation of the structure and properties of the alloy at a sintering temperature of 1350°C under the action of uniaxial compression from zero to 1.6 MPa.

Key words: *hard alloy WC–20%Ni, sintering under uniaxial compression, carbide grains, physical and mechanical properties.*

Література

1. Бондаренко В.П., Павлоцкая Э.Г. Спекание вольфрамовых твердых сплавов в прецизионно контролируемой газовой среде. К.: Наукова думка, 1995. 202 с
2. Бондаренко В.П. Условия обеспечения максимальной прочности и пластичности зернистых композитов. *Высоконаполненные зернистые композиты*. Сб. науч. тр. Киев, 1991. С. 4–14.
3. 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. тр. Вып. 8. Киев: ИСМ им.В.Н. Бакуля НАН Украины, 2005. С. 249–255.
4. 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. Вып. 17. Киев: ИСМ им.В.Н. Бакуля НАН Украины, 2014. С. 437–444.
5. ГОСТ 24916—81. Сплавы твердые спеченные. Метод определения коэрцитивной силы. Вступил в действие 01.01.1982. Изд офиц. Москва. Госстандарт. 1982. 8 с.
6. ГОСТ 20018—74. Сплавы твердые спеченные. Метод определения плотности. Вступил в действие 01.01.1976. Изд офиц. Москва. Госстандарт. 1976. 11 с.

7. ГОСТ 20017—74. Сплавы твердые спеченные. Метод определения твердости по Роквеллу. Вступил в действие 01.01.1976. Изд офиц. Москва. Госстандарт. 1976. 10 с.
8. Ермоленко Н.Ф., Эфрос М.Д. Регулирование пористой структуры оксидных адсорбентов и катализаторов. Минск: Навука и техника, 1971. .285 с.
9. Технологическая инструкция ТИ 25000.20072. Замешивание твердосплавных смесей. Изд. офиц. Киев, 1980. 10 с.

Надійшла 18.07.23

References

1. 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]*. Naukova dumka [in Russian].
2. Bondarenko, V.P. (1991). Usloviша obespecheniша maksimalnoш 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].
3. 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 – Techniquesand Technology of the Tool Production and Applications*. (8nd Issue, p. 249–255). ISM im. V.N. Bakulia NAN Ukrainy [in Russian].
4. 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*. (10nd Issue, p. 437–444). ISM im. V.N. Bakulia NAN Ukrainy [in Ukrainian].
5. *Splavy tverdye spechennye. Metod opredeleniia koertsitivnoi sily [Hard sintered alloys. Method for determining the coercive force]*. (HOST 24916-81). (1981). Hosstandart [in Russian].
6. *Splavy tverdye spechennye. Metod opredeleniia plotnosti [Hard sintered alloys. Densitydetermination method]*. (HOST 20018-74). (1974). Hosstandart [in Russian].
7. *Splavy tverdye spechennye. Metod opredeleniia tverdosti po Rokvellu [Hard sintered alloys. Rockwell hardness method]*. (HOST 20017-74). (1974). Hosstandart [in Russian].
8. Ermolenko, N.F., & Efros M.D. (1971). *Rehulirovanie poristoi struktury oksidnykh adsorbentov i katalizatorov [Regulation of the porous structure of oxide adsorbents and catalysts]*. Navuka i tekhnika [in Russian].
9. ISM im. V.N. Bakulia NAN Ukrainy. (1980). *Zameshivanie tverdosplavnykh smesei [Mixing of carbide mixtures]* (Tekhnolohicheskaia instruktsiia TI 25000.20072). [in Russian].

УДК 621.762 DOI: 10.33839/2708-731X-24-1-266-272

Н. В. Литошенко, кандидат техн. 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 ТВЕРДИХ СПЛАВІВ WC–Co, ВИГОТОВЛЕНИХ НА ОСНОВІ УЛЬТРАКРУПНО-ЗЕРНИСТОГО WC З КОБАЛЬТОВИМ ПОКРИТТЯМ

Завдання наукового дослідження полягає в тому, щоб оцінити рівень міцності та пластичності за умови випробування на розтяг, згин та стиск твердого сплаву WC–Co, виготовленого з ультракрупнозернистого карбіду WC з кобальтовим покриттям. А також дослідити залежність границь міцності R_m , R_{bm}, R_{cm} та граничного значення пластичної деформації ε_p від параметрів мікроструктури композитів даного класу.

Встановлено, що границі міцності R_m, R_{bm} і R_{cm} суттєво залежать від розміру зерна WC (в діапазоні від 20 до 80 мкм) і товщини кобальтового покриття δ (від 1,11 мкм до 7,6 мкм), що відповідає об'ємному вмісту Co від 0,04 до 0,16. Збільшення середнього розміру карбідних зерен та об'ємного вмісту кобальту в 4 рази призводить до зменшення R_{cm} на 43%, а R_m і R_{bm} – на 86%. Пластичність же суттєво зростає зі збільшенням d_{WC} і δ у випадку стискання і відсутня за умови розтягування ультракрупнозернистого матричного твердого сплаву WC–Co.

Ключові слова: *твердий сплав WC–Co, ультракрупнозернистий WC, кобальтове покриття, міцність, пластичність, структурні характеристики, аналітичний метод.*

Вступ

В Інституті надтвердих матеріалів імені В. Н. Бакуля НАН України проводяться дослідження, спрямовані на отримання за допомогою класичних та адитивних технологій нових металокерамічних композитів на основі ультракрупнозернистих (розміром 80/40 мкм) порошків карбіду WC [1]. Продемонстровано великий потенціал цих матеріалів для практичного використання. Встановлено, що застосування 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. 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. За допомогою математичного моделювання визначено залежність міцності на стиск від мікроструктурних параметрів розглянутих пористих скелетних структур [2]. Дослідження високомодульних скелетних композитів, отриманих методом просочування, представлено в [3]. Тверді сплави такого класу можуть використовуватись в важконавантажуваних вузлах пар тертя, гірничому та буровому інструменті, бандажах прокатних валків, висадочних матрицях [4].

Фізико-механічні властивості надкрупнозернистих твердих сплавів вивчені недостатньо. Їхнє ж застосування має забезпечити суттєве підвищення коефіцієнта інтенсивності напружень, ударної в'язкості та довговічності за умови циклічних навантажень [5].

Через нестабільність експериментальних результатів, отриманих під час випробування крупнозернистих твердих сплавів WC–Co на розтяг та згин, виникає необхідність розробки та застосування розрахункових алгоритмів [6]. Вдосконалення методів оцінювання механічних

властивостей досліджуваних високомодульних твердих сплавів є актуальним та має практичне значення.

Отже, метою роботи було за допомогою розрахункових алгоритмів оцінити рівень міцності та пластичності за умови випробування на стиск, розтяг та згин твердого сплаву WC–Co, виготовленого з надкрупнозернистого порошку WC, частинки якого вкриті шаром з Co. А також дослідити залежність границь міцності R_{cm}, R_m і R_{bm}, та граничного значення пластичної деформації під час стискання від параметрів мікроструктури композитів даного класу.

Метод досліджень

Для визначення міцності за умови стискання та розтягування ультракрупнозернистих компактних твердих сплавів, виготовлених із покритих кобальтом порошків WC, використовувалися основні теоретичні методи механіки композитних матеріалів [7]. Необхідними даними для проведення розрахунків є наступні: модуль зсуву, модуль всебічного стиску, лінійний коефіцієнт теплового розширення для кобальтової зв'язки (μ_1=81,5ГПа, K_1=187,3ГПа, α_1=13,4·10^{-6} К$^{-1}$) [8] і карбідної фази (μ_2=301ГПа, K_2=392ГПа, α_2=5,2·10^{-6} К$^{-1}$) [9]; різниця між кімнатною температурою і температурою, за якої починають виникати залишкові термічні напруження в процесі охолодження на кінцевій стадії спікання (T=-700К [10]); середній розмір частинок карбіду вольфраму (d=(20÷80)мкм); об'ємний вміст зв'язки в спеченому твердому сплаві (x=(0,04÷0,16), що визначається товщиною покриття δ карбідних зерен як $2\delta=d\cdot x/(1-x)$). В наведених нижче співвідношеннях (1–4) через y позначено січний модуль зсуву кобальтової фази, нижній індекс 1 відповідає Co, а 2 – WC.

Обчислювальний алгоритм складається з наступних етапів.

1. Визначення пружних модулів і коефіцієнту теплового розширення сплаву:

$$\mu(x,y)=x\cdot y+(1-x)m_2-\frac{x\,(1-x)\,(y-\mu_2)^2}{x\,m_2+(1-x)\,y+bmc(y)},$$

$$K(x,y)=xK_1+(1-x)K_2-\frac{x\,(1-x)\,(K_1-K_2)^2}{x\,K_2+(1-x)\,K_1+b\kappa c(y)},$$

$$bmc(y)=y\frac{9K_1+8y}{6(K_1+2y)},\qquad b\kappa c(y)=\frac{4}{3}y;$$

$$\alpha(x)=\left(1+\frac{4y}{3K(x,m_1)}\right)\left[\frac{xK_1\alpha_1}{K_1+\frac{4}{3}y}+\frac{(1-x)K_2\alpha_2}{K_2+\frac{4}{3}y}\right] \qquad (1)$$

2. Визначення залишкових термічних напружень в кобальтовій та карбідній фазах:

$$\sigma_{res.}^{(1)}(x)=\frac{4K_1\mu_1}{K_1+\frac{4}{3}\mu_1}\left[\alpha(x)-\alpha_1\right]T\ ,\qquad \sigma_{res.}^{(2)}=-\frac{x}{1-x}\sigma_{res.}^{(1)} \qquad (2)$$

3. Визначення напруженого стану кобальтової фази:

$$\sigma_{33}^{(1)}(x,y,p)=\frac{1}{3}\sigma_{\kappa\kappa}^{(1)}(x,y,p)\pm\frac{2}{3}\,p\,m_{12}(\mathrm{x,y})\ ,$$

$$\sigma_{22}^{(1)}(x,y,p)=\frac{1}{3}\sigma_{\text{кк}}^{(1)}(x,y,p)\mp\frac{1}{3}\,p\,m_{12}(x,y)\,,\quad \sigma_{11}^{(1)}(x,y,p)=\sigma_{22}^{(1)}(x,y,p)\,;$$

$$\sigma_{\text{кк}}^{(1)}(x,y,p)=\pm\,p\,k_{12}(x,y)+3\sigma_{\text{res.}}^{(1)}(x),\quad \sigma_{\text{i}}^{(1)}(x,y,p)=\left|p\right|m_{12}(x,y);$$

$$m_{12}(x,y)=\frac{y}{\mu(x,y)}\cdot\frac{\mu(x,y)+bmc(y)}{y+bmc(y)},\quad k_{12}(x,y)=\frac{K_1}{K(x,y)}\cdot\frac{K(x,y)+\frac{4}{3}y}{K_1+\frac{4}{3}y}\qquad(3)$$

де p – зовнішнє одновісне напруження, прикладене в напрямку осі x_3. Знак плюс відповідає розтягу, а знак мінус – стиску.

4. Визначення пластичної деформації кобальтової фази:

$$\varepsilon_{\text{p}}^{(1)}(x,y,p)=\varepsilon^{(1)}(x,y,p)-\varepsilon^{(1)}(x,m_1,p),$$

де $\varepsilon^{(1)}(x,y,p)=\dfrac{1}{E_1(y)}\left[\sigma_{33}^{(1)}(x,y,p)-2\nu_1(y)\sigma_{22}^{(1)}(x,y,p)\right]$ у випадку розтягу і

$\varepsilon^{(1)}(x,y,p)=\dfrac{1}{E_1(y)}\left[\sigma_{22}^{(1)}(x,y,p)-\nu_1(y)(\sigma_{33}^{(1)}(x,y,p)+\sigma_{22}^{(1)}(x,y,p))\right]$ у випадку стиску;

$$E_1(y)=\frac{9K_1\,y}{3K_1+y},\quad \nu_1(y)=\frac{3K_1-2y}{6K_1+2y}\qquad(4)$$

5. Обчислення границі міцності σ_{p} або σ_{c} та січного модуля y в результаті отримання розв'язку алгебраїчної системи рівнянь:

$$\frac{1}{y}-\frac{1}{\mu_1}-\frac{3}{\sigma_{\text{i}}^{(1)}(x,y,p)}\left[\frac{l(x)}{17{,}61}\left(\sigma_{\text{i}}^{(1)}(x,y,p)-\sigma_{\text{e}}^{(1)}(x)\right)\right]^{\frac{1}{0{,}65}},\qquad \sigma_{\text{e}}^{(1)}(x)=0{,}42+0{,}25\frac{x^{0{,}92}}{l(x)};$$

$$\varepsilon_{\text{p}}^{(1)}(x,y,z)-10^{-3}\left[0{,}168+2{,}043\sqrt{l(x)}-0{,}358\,q(x,y,p)\right]=0\,;$$

$$q(x,y,p)=\frac{\sigma_{\text{кк}}^{(1)}(x,y,p)}{\sigma_{\text{i}}^{(1)}(x,y,p)}\;;\qquad l(x)=d\,\frac{x}{1-x}\qquad(5)$$

Для границі пружності зв'язки використовується вираз із [6] за умови, що коефіцієнт суміжності карбідних зерен C=0. Друге рівняння в (5) відповідає деформаційному критерію руйнування кобальтової фази. Її гранична пластичність отримана з розв'язку задачі про розтяг твердого сплаву WC–Co з об'ємним вмістом зв'язуючої фази V_{Co}=0,4, за якого досягається максимальна міцність.

Результати досліджень

Результати чисельної реалізації обчислювального алгоритму (1–5) для твердих сплавів WC–Co в залежності від величини середнього розміру карбідних зерен d_{WC} та об'ємного вмісту кобальтової зв'язки V_{Co} наведено в табл. 1.

Таблиця 1. Значення границь міцності сплавів WC–Co на розтяг R_m (над рискою) та на стиск R_{cm} (під рискою), ГПа

d_{WC}, мкм	V_{Co}						
	0,16	0,14	0,12	0,10	0,08	0,06	0,04
20	0,454 1,201	0,508 1,241	0,575 1,288	0,662 1,348	0,835 1,430	1,108 1,559	1,518 1,816
40	0,314 1,101	0,351 1,129	0,396 1,162	0,454 1,200	0,532 1,250	0,646 1,321	0,949 1,446
60	0,254 1,062	0,283 1,085	0,319 1,114	0,366 1,147	0,428 1,186	0,518 1,240	0,671 1,330
80	0,216 1,041	0,244 1,064	0,275 1,089	0,314 1,117	0,367 1,152	0,444 1,198	0,573 1,271

Отже, як видно з табл. 1, міцність ультракрупнозернистих твердих сплавів WC–Co зростає зі зменшенням середнього розміру зерен карбіду вольфраму і об'ємного вмісту зв'язуючої фази (тобто товщини покриття кобальтом частинок WC).

Для оцінки міцності при випробуванні на стиск твердого сплаву, виготовленого з пористої високомодульної скелетної структури WC(Co), в [2] запропоновано аналітичний алгоритм, пов'язаний з розв'язанням модельної задачі термопружності. Вважалося, що зерна WC утворюють скелет з відповідним значенням коефіцієнта суміжності C. Розрахунки, проведені для твердого сплаву з середнім розміром карбідних зерен $d_{WC} = 40$ мкм та об'ємним вмістом кобальтової зв'язки V_{Co}=0,16 за умови відсутності пористості, дають результат R_{cm}=1,140 ГПа. Це добре узгоджується з наведеним в табл. 1 значенням R_{cm}=1,101 ГПа, враховуючи відсутність карбідного скелету, що послаблює твердий сплав.

Відомо, що найбільша нестабільність експериментальних результатів є характерною для механічних випробувань твердих сплавів на згин. Серед можливих причин цього відзначимо наступне. Під час випробування на поперечний згин в твердосплавному зразку виникає неоднорідний напружений стан з максимальним напруженням розтягу на його поверхні. Величину цього напруження обчислюють з урахуванням виміряного руйнуючого навантаження за формулою, використання якої доцільно лише за умови крихкого руйнування. Отже, визначена в такий спосіб границя міцності на згин крупнозернистих середньокобальтових сплавів WC–Co має неконтрольовану похибку, тому є доцільним отримання теоретичних значень цієї механічної характеристики.

Гранична пластичність твердого сплаву за умови випробовування на розтяг дорівнює нулю, тобто в цьому випадку має місце крихке руйнування. Тому значення границі міцності на поперечний згин можна отримати з табл. 1, помноживши на 2 числа над рискою [6]. Результати розрахунків представлено в табл. 2.

Таблиця 2. Значення границі міцності сплавів WC–Co на згин R_{bm}, ГПа

d_{WC}, мкм	V_{Co}						
	0,16	0,14	0,12	0,10	0,08	0,06	0,04
20	0,908	1,016	1,150	1,244	1,670	2,216	3,036
40	0,628	0,702	0,792	0,908	1,064	1,292	1,898
60	0,508	0,566	0,638	0,732	0,856	1,036	1,342
80	0,432	0,488	0,550	0,628	0,734	0,888	1,146

Величина пластичної деформації, що виникає в момент руйнування твердих сплавів WC–Co за умови випробування на стиск, наведено в табл. 3.

Таблиця 3. Значення граничної пластичної деформації ε_p сплавів WC–Co за умови стискання, %

d_{WC}, мкм	V_{Co}						
	0,16	0,14	0,12	0,10	0,08	0,06	0,04
20	0,103	0,082	0,064	0,047	0,033	0,022	0,012
40	0,149	0,119	0,092	0,068	0,047	0,029	0,016
60	0,187	0,149	0,115	0,085	0,059	0,037	0,019
80	0,220	0,175	0,135	0,1	0,069	0,043	0,022

Пластичність ультракрупнозернистого матричного твердого сплаву WC−Co при стиску знаходиться в прямій залежності від середнього розміру зерен WC і товщини прошарків кобальту, якими вони покриті. Максимальне значення граничної пластичної деформації має сплав з V_{Co}=0,16 і d_{WC} = 80 мкм, для якого границя міцності $R_{cm}>\sigma_{0,2}$. Границя міцності R_{cm} сплаву з V_{Co}=0,1 і d_{WC} = 80 мкм співпадає з умовною границею текучості $\sigma_{0,1}$. Для багатьох інших значень цих мікроструктурних параметрів $R_{cm}<\sigma_{0,05}$, тобто для таких сплавів має місце крихкий механізм руйнування.

Висновки

Встановлено, що границі міцності R_{cm}, R_m і R_{bm} суттєво залежать від розміру зерна WC (в діапазоні від 20 до 80 мкм) і товщини кобальтового покриття δ (від 1,11 мкм до 7,6 мкм), що відповідає об'ємному вмісту Co від 0,04 до 0,16.

Збільшення середнього розміру карбідних зерен та об'ємного вмісту кобальту в 4 рази призводить до зменшення R_{cm} на 43%, а R_m і R_{bm} – на 86%. Пластичність же суттєво зростає зі збільшенням d_{WC} і δ у випадку стискання і відсутня за умови розтягування ультракрупнозернистого твердого сплаву WC–Co.

N. Lytoshenko

V.M. Bakul Institute for superhard materials of NAS of Ukraine

ESTIMATION OF STRENGTH AND PLASTICITY OF WC–Co HARD METALS MADE ON THE BASE OF ULTRA-COARSE-GRAINED WC WITH A COBALT COATING

The objective of the research is to evaluate the level of strength and plasticity under the conditions of tensile, bending and compression testing of a WC–Co hard alloy made of ultra-coarse-grained cobalt-coated WC carbide. And also, to investigate the dependence of the strength limits Rm, Rbm, Rcm and the limit value of plastic deformation p on the parameters of the microstructure of composites of this class.

It was established that the strength limits Rm, Rbm and Rcm significantly 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), which corresponds to the volume content of Co from 0.04 to 0.16. An increase in the average size of carbide grains and the volume content of cobalt by 4 times leads to a decrease in Rcm by 43%, Rm and Rbm by 86%. Plasticity increases significantly with an increase in dWC and in the case of compression and is absent in the case of stretching of the ultra-coarse-grained WC–Co matrix hard alloy.

Key words: *WC–Co hardmetal, ultra-coarse-grained WC, cobalt coating, 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. Vol. 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. *Надтв. матер.* 2022. № 4. С. 49–61.
3. Литошенко Н.В., Матвійчик О. О., Андреєв І. В. Оцінка міцності та пластичності високомодульних скелетних композитів, отриманих методом просочування. *Інструментальне матеріалознавст*во. Зб. наук. пр. Вип.25. Київ: ІНМ ім. В.М. Бакуля. 2022. С. 259–264.
4. Исонкин А.М., Матвейчук А.А. Использование карбида вольфрама газофазной карбидизации для повышения износостойкости алмазосодержащих материалов породоразрушающего инструмента. *Форум гірників – 2015*: матеріали міжнародної конференції, 30 вересня – 3 жовтня 2015 р., м. Дніпропетровськ. Дніпропетровськ.: Національний гірничий університет, 2015. Т.3. С. 70–76.
5. Бондаренко В.П. Современные тенденции в развитии производства и научных исследований в области твердых сплавов в Украине. *Современные спеченные твердые сплавы* / ред. Н.В. Новиков. – Киев: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2008. С. 38–83.
6. Головчан В.Т., Литошенко Н.В. О прочности твердых сплавов системы WC–Co. *Современные спеченные твердые сплавы* / ред. Н.В. Новиков. – Киев: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2008. С. 298–312.
7. Шермергор Т. Д. Теория упругости микронеоднородных сред. М.: Наука, 1977. С. 400.
8. Литошенко Н. В. Оценка условного предела упругости твердого сплава WC–Co при растяжении. *Проблемы прочности*. 1999. № 6. С. 116–122.
9. Бондаренко В.П., Литошенко Н.В. Залишкові термічні напруження в трифазному металокерамічному композиті з шаруватою структурою тугоплавкої складової. *Надтв. матер.* 2019. № 5. С. 95–100.
10. Туманов В.И., Креймер Г.А., Сафонова О.С. и др. Прочностные и пластические свойства твердых сплавов WC–Co при сжатии. *Изв. АН СССР. Металлы*. 1969. № 4. С. 249–252.

Надійшла 22.06.23

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. Matviichuk, O.O., Lytoshenko, N.V., Hnatenko, I.O., & Ievdokymova, O.V. (2022). Mikrostruktura i vlastuvosti porustuh srtletnuh kompozutiv na osnovi ultrokrupnozernustogo karbidu volframu z metalevum pokruttam [Microstructure and properties of porous skeletal composites on based of the ultracoarsegrained tungsten carbide with metal coating]. *Nadtverdi material – Superhard materials, 4,* 1–14. [in Ukrainian].

3. Lytoshenko, N.V., Matviichuk, O.O., & Andreyev, I.V. (2019). Otsinka mitsnosti ta plastuchnosti vusokomodulnuh skeletnuh kompozutiv, otrumanuh metodom prosochubannya [Evaluation of the strength and plasticity of high-modulus skeletal composites obtained by the infiltration method]. *Instrumentalne materialoznavstvo – Tooling materials science*. (25nd Issue, p. 259–264). ISM im. V.N. Bakulia, NAN Ukrainy [in Ukrainian].
4. Isonkin, A.M., & Matviichuk, O.O. (2015) Ispolzovanie karbida volframa hasofasnoi karbidizatsii dlia pobusheniia iznosostoikosti almazosodergashchuh materialov porodorazrushayushcheho instrumenta [The use of tungsten carbide gas-phase carbidization to increase the wear resistance of diamond-containing materials of rock-crushing tools] *Forum horniakov – 2015 – Miners' Forum 2015*. (V. 3, s. 70–76) National Mining University [in Russian].
5. Bondarenko, V.P. (2008). Sovremennue tendentsii v razvitii proizvodstva i nauchnuh issledovanii v oblasti tverduh splavov v Ukraine [Modern trends in the development of production and scientific research in the field of hard alloys in Ukraine]. N.V. Novikov (Ed.). *Sovremennue spechennue tverdue splavu [Modern sintered carbide alloys]*. (p. 38–83). ISM im. V.N. Bakulia, NAN Ukrainy [in Russian].
6. Golovchan, V.T., & Lytoshenko, N.V. (2008). O prochnosti tverduh cplavov sistemu WC–Co [On the strength of hard alloys of the WC– system Co.]. N.V. Novikov (Ed.). *Sovremennue spechennue tverdue splavu [Modern sintered carbide alloys]*. (p. 298–312). ISM im. V.N. Bakulia, NAN Ukrainy [in Russian].
7. Shermergor, T.D. (1977). *Teoriia upruhosti mikroneodnorodnuh sred [Theory of elasticity of microinhomogeneous media]*. Nauka [in Russian].
8. Lytoshenko, N.V. (1999). Otsenka uslovnoho predela upruhosti tverdoho splava WC–Co pri rastiazhenii [Estimation of the conditional elastic limit of the hard alloy WC–Co during stretching]. *Problemu prochnosti – Strength problems,* 6, 116–122. [in Russian].
9. Bondarenko, V.P., & Litoshenko, N.V. (2019). Residual thermal stresses in a three-phase cermet composite with a layer-structured refractory component [Zalyshkovi termichni napruzhennia v tryfaznomu metalokeramichnomu kompozyti z sharuvatoiu strukturoiu tuhoplavkoi skladovoi]. *Nadtverdi materialy – Superhard Mater.*, 41, 364–368.
10. Tumanov, V.I., Krejmer, G.A., & Safonov, O.S. (1969) Prochnoctnue i plasticheskie cvoictva tverduh splavov WC–Co pri szhatii [Durability and plasticity properties of WC–Co hard alloys under compression.]. *Izv. AN SSSR. Metaly – Proceedings of the Academy of Sciences of the USSR. Metals, 4,* 249–252 [in Russian].

УДК 669.018.25 DOI: 10.33839/2708-731X-24-1-273-282

В.П. Ботвинко, канд. техн. наук

Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, м. Київ

ВПЛИВ ТЕХНОЛОГІЧНИХ ЧИННИКІВ НА СТРУКТУРУ ТА ВЛАСТИВОСТІ МІКРОГРАНУЛ З ТВЕРДИХ СПЛАВІВ ТИПУ ВК

Досліджено вплив технологічних факторів на структуру, мікротвердість, руйнівне навантаження при стисканні твердосплавних мікрогранул зі сплавів ВК. Визначено оптимальні технологічні режими спікання для виготовлення найміцніших та найтвердіших гранул.

***Ключові слова**: мікрогранула, міцність, мікротвердість.*

В якості вихідної сировини для виготовлення гранул використовували серійні порошкові суміші ВК3, ВК3 ОМ, ВК6, ВК6 ОМ та ВК8 (СТП 00196144-0727-2004) виробництва ВАТ «Кіровоградський завод твердих сплавів», порошки карбіду вольфраму (WC) ТУ 48 – 19 – 265 – 77 та нікелю (Ni) марки ПНЕ – 1, ГОСТ 9722 – 79.

Перед перемішуванням порошків карбіду вольфраму з нікелем для одержання вихідних сумішей твердих сплавів ВН6, ВН8 та ВК6 з мікродобавками інтерметалідів гадолінію Co_5Gd та ітрію Co_5Y, карбідів танталу ТаС та ванадію VC, вуглецевих нанотрубок з метою очищення їх від небажаних сторонніх домішок вихідні матеріали просіяли через сито з розміром отвору 0,1 мм.

Середній розмір зерен WC ($\overline{d}_{wc}$) та Ni ($\overline{d}_{Ni}$) у вихідних порошкових сумішах визначали методом ртутної порометрії [1]. Довірчу границю випадкової похибки виміру визначали за ДСТ 8.207-76 [1]. Зерновий склад мікродобавок не визначався. Результати визначення зернового складу вихідних порошків наведені в табл. 1.

Таблиця 1. Зерновий склад вихідних порошків

Марка вихідного порошку	Значення середнього розміру зерна $\overline{d}_{wc}$, мкм	Значення середнього розміру зерна $\overline{d}_{Ni}$, мкм	Інтервал розподілення зерен по розмірах, мкм	Кількість зерен в інтервалі розподілення, %	Значення питомої поверхні, $м^2/г$
WC	1,7±0,1		від 1 до 2	69	2,0±0,1
Ni		2,1±0,1	від 1 до 4	81	1,7±0,1
ВК3	1,5±0,1		від 1 до 2	71	2,2±0,1
ВК3 ОМ	0,5±0,1		від 0,5 до 2	95	3,0±0,1
ВК6	1,3±0,1		від 1 до 2	74	2,3±0,1
ВК6 ОМ	0,6±0,1		від 0,5 до 2	93	3,1±0,1
ВК8	1,2±0,1		від 1 до 2	75	2,4±0,1

Кількість загального вуглецю ($C_{заг.}$) у вихідних порошках та сумішах визначали абсорбційно – газооб'ємним методом [1], дані вимірювань наведено в табл. 2.

Таблиця 2. Кількість загального вуглецю у вихідних порошках WC та сумішах твердих сплавів ВК3, ВК3ОМ, ВК6, ВК6ОМ, ВК8, ВН6 та ВН8

Марка порошку та сплаву	Кількість загального вуглецю ($C_{заг.}$), мас. %	
	при стехіометричному складі суміші	фактично в порошковій суміші
WC	6,12	6,09–6,11
ВК3	5,94	6,0–6,07
ВК3 ОМ	5,94	6,0–6,07
ВК6	5,75	5,86–5,89
ВК6 ОМ	5,75	5,86–5,89
ВК8	5,63	5,72–5,75
ВН6	5,75	5,87–5,89
ВН8	5,63	5,73–5,75

Після дозування складових їх мокре перемішування проводилось у кілограмовому барабані, футерованому твердосплавними пластинами ВК6 в середовищі етилового спирту C_2H_5OH, протягом 24 годин [92].

Кулі в барабані займали 45 % його об'єму. Співвідношення ваги куль і суміші в барабані дорівнювало 20:1. Кількість спирту складала 300 мл на 1 кг порошку суміші. Діаметри розмельних твердосплавних куль складали 6–10 мм. В процесі розмелу проходило одночасно подальше перемішування порошків твердосплавної суміші та мікродобавок.

Відповідно до рекомендацій [70] тривалість розмелу – перемішування порошкової суміші склала 80 годин. Для забезпечення режиму перекочування куль у процесі розмелу порошкової суміші при зовнішньому діаметрі сталевого барабана, рівному 220 мм, число обертів барабана складало 56 об./хв.

Після розмелу – перемішування висушені суміші повторно просівали через сито з розміром отвору 0,1 мм.

Просіяні суміші замішували 5 % розчином синтетичного каучуку (каучук синтетичний натрійбутадієновий СКБ–50р, СКБ–60р [93]) у бензині Б–70, [94] з розрахунку 150 $см^3$ розчину на 1 кг суміші. Розчин каучуку приготовляли по технологічній інструкції [95]. Просушені суміші подрібнювали у вібромлині з порцеляновими кулями діаметром 15 мм протягом 3 год і просівали через сито з розміром отвору 0,4 мм відповідно [96].

Атестацію (визначення оптимальної температури спікання) вихідних сумішей ВК3, ВК3 ОМ, ВК6, ВК6 ОМ, ВК8, ВН3, ВН6 та ВН8 та сумішей з мікродобавками інтерметалідів гадолінію Co_5Gd та ітрію Co_5Y, карбідів танталу TaC та ванадію VC проводили шляхом спікання зразків у вакуумі в камерній вакуумній електропечі опору типу СНВЭ—1.3.1/16—И3—УХЛЧ.1 за різних температур нагріву та витримки 30 хв. Залишковий тиск у камері спікання складав 0,13 Па (10^{-3} мм. рт. ст.). На спечених зразках визначали деякі фізико-механічні властивості. Зразки мали форму пластин (штапики) розмірами 7×7×45 мм. Пресування зразків (штапиків) проводили у сталевих пресформах на гідравлічному пресі. Величина наважки на один зразок була підрахована, виходячи з об'єму спеченого зразка і густини відповідної марки сплаву. Пористість сирої пресовки складала 50 %.

Всі одержані зразки (штапики) були просушені у сушильній шафі за $T \approx 150$ ° С протягом 24 год. З метою забезпечення більшої однорідності сплаву за вмістом вуглецю зразки

були попередньо спечені у контрольованому газовому середовищі прохідних печей в засипці із графітової крупки за температури близько 1050 °С.

Відмітною рисою попереднього спікання у контрольованому газовому середовищі сплавів є те, що шляхом регулювання вуглецевого потенціалу газового середовища в процесі спікання вдавалося довести кількість загального вуглецю в сплаві до стехіометричного складу та зберегти його до закінчення спікання.

Вимірювання температури нагріву при всіх методах спікання у різних печах здійснювали за допомогою вольфрам-ренієвої термопари. Поле можливого відхилення температури спікання знаходилось в межах ±10 °С.

Усадку зразків визначали шляхом виміру лінійних розмірів по довжині та ширині зразків. Коерцитивну силу $H_{см}$ (кА/м) зразків вимірювали приладом "Кобальт-1" [1], густину спечених зразків ρ (г/см^3) – методом гідростатичного зважування лабораторними вагами ВЛР-200м [1], твердість зразків за Роквеллом (шкала А) *HRA* шляхом вдавлювання алмазного наконечника з внутрішнім кутом 120°±0,5° під попереднім навантаженням 98,07 Н і загальним 1471 Н твердоміром моделі ТК-2 [1].

Міцність при згині сплавів R_{bm} (МПа) визначали за методикою випробувань твердих сплавів [1]. Для одержання достовірних значень в одній точці використовували по п'ятнадцять зразків розміром 5×5×35 мм, попередньо відшліфованих до стандартної шорсткості поверхні [1]. Випробування здійснювали відповідно до вимог стандарту [1] на універсальній випробувальній машині *FP-10* (максимальне навантаження 9,8 кН) за трьохточкового навантаження при відстані між опорами 30±0,5 мм. Навантажуючі опори були оснащені вкладками з твердого сплаву ВК3, що виключають зминання в місцях контакту опор з випробовуваним зразком при навантаженні. Фіксували руйнівне навантаження, будували діаграму «навантаження P – переміщення по лінії дії сили F». Швидкість переміщення рухливої траверси становила 2 мм/хв. Межі міцності при згині сплавів обчислювали за формулою

$$R_{bm} = \frac{3}{2}\frac{Pl}{bh},$$

де P – навантаження руйнування зразка; l – відстань між опорами; b, h – розміри зразка в поперечному розрізі.

Вміст вільного вуглецю у структурі сплавів визначали за [74] по нетравленому шліфу зразка із збільшенням у 100 разів на мікроскопі МІМ-6 шляхом порівняння обраної ділянки зору шліфа з найбільшим вмістом включень вільного вуглецю з мікрофотографіями шкали ІІ.

Визначення пористості робили також на мікроскопі МІМ-6 із збільшенням у 100–200 разів. Оцінку ступеню пористості робили шляхом порівняння обраної ділянки нетравленого шліфа з максимальним числом пор із мікрофотографіями шкали 1 (ГОСТ 9391—80).

Характер розподілу кобальтової фази визначали шляхом перегляду нетравленого шліфа на мікроскопі МІМ-8 із збільшенням у 1350 разів з імерсійним (кедровим) маслом. Точність підрахунку розподілу – 10 %.

Наявність η_1-фази визначали на травленому шліфі зразка при перегляді під мікроскопом при збільшенні в 1350 разів.

Величину зерен WC визначали на травленому шліфі сплаву при підрахунку 100 зерен на кожному зразку по точковому методу А.А. Глаголєва з точністю до 10 % [1].

Однією із основних складових хімічного складу одержаних твердих сплавів є вміст в складі сплаву вуглецю. Надлишок його призводить до створення в структурі вуглецю, що вільно виділяється, а дефіцит – до створення крихкої складової у вигляді η_1-фази. Тому в роботі значна увага приділялась забезпеченню оптимальної кількості та рівномірності

розподілу вуглецю як в висхідних сумішах, так і в кінцево спечених твердих сплавах, зокрема шляхом введення вуглецевих нанотрубок.

Для визначення вмісту вуглецю в сплавах, спечених по стандартній методиці, залишки шліфованих штапиків, що залишилися після визначення на них необхідних властивостей, подрібнювали в твердосплавній ступці. Одержану крупку просіювали через сито з розміром отвору 0,1 мм. В просіяному порошку з крупки визначали абсорбційно-газооб'ємним методом [92] кількість загального вуглецю ($C_{заг.}$).

Обробку одержаних результатів експериментальних досліджень властивостей сплавів провели у відповідності з [100]. Довірча ймовірність в роботі прийнята 0,95.

Для одержання гранул з атестованих сумішей (порошкових сумішей з мікродобавками) деяку кількість суміші замішували у 5 % -ному розчині синтетичного каучуку у бензині, змішувану суміш сушили в противнях в сушильній шафі протягом 2–4 год за температури біля 120 °С, потім протирали через сито з розміром отвору 350 мкм та брикетували шляхом пресування у сталевих прес-формах на гідравлічному пресі. Одержані брикети розмірами біля Ø70 мм та висотою біля 40 мм протирали через сито з розміром отвору 2 мм. Одержані гранули обкатували на віброситі. Використовуючи сита з відповідним розміром отвору, було одержано експериментальні партії гранул фракцій від 50/40 до 1000/900 мкм із наведених вище марок твердих сплавів. Після цього гранули сушили в сушильній шафі протягом 24 год за температури біля 120 °С. Просушені партії фракцій гранул попередньо спікали в середовищі водню та кінцево спікали у вакуумі.

Одержані при спіканні агломерати гранул деагломерували шляхом протирання їх через сито з відповідним розміром отвору, а окремі гранули овалізували шляхом обкатки між масивними твердосплавними пластинами. Зовнішній вигляд гранул із твердого сплаву ВК6 зернистістю 63/50 мкм після обкатки наведено на рис. 1.

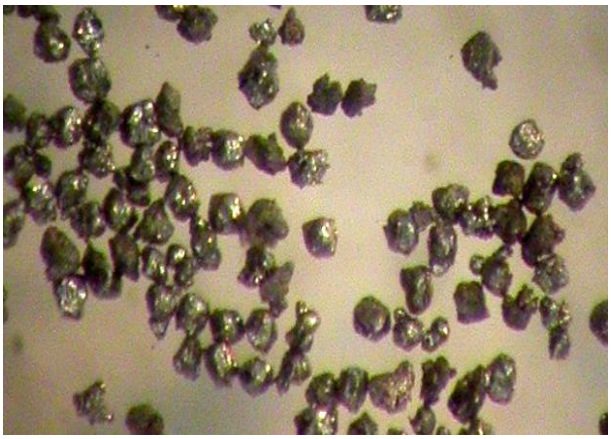


Рис. 1. Спечені гранули ВК6 зернистістю 63/50 мкм

Попередніми дослідженнями по темі було встановлено, що на даний момент найкращі властивості алмазовмісних композитів для бурових коронок забезпечують фракції гранул 250/200 та 200/160 мкм. Для отримання гранул максимальної густини з максимальним вмістом таких фракцій використовували сита з отворами 2000 мкм для диспергування пресовок на гранули та з отворами 315 мкм для сфероїдизації та просіювання потрібної розмірної фракції гранул, враховуючи коефіцієнт усадки при спіканні 1,25. Вміст каучуку в розчині бензину повинен в обох випадках складати 7 % (мас.), тривалість розмелу суміші – 100 годин, кількість пресувань брикетів – одне. За цією технологією було виготовлено дослідну партію гранул масою 1 кг і встановлено, що вміст фракції 250/200 мкм складає 11 % по масі, а фракції 200/160 мкм – 4 %, що відповідає попереднім лабораторним дослідженням. Вміст більш крупних фракцій складав 71 %, дрібної (160/40 мкм) – 9 %, пиловидної (<40 мкм) фракції – 5 %. Фракції 200/160 та 250/200 мкм передані для виготовлення композитів. Шляхом розмелу крупних фракцій отримувати потрібні кількості середніх фракцій 250/200 та 200/160 мкм не вдалося. Для їх подрібнення необхідно використовувати роздавлювання в твердосплавній пресформі.

Також досліджено можливість отримання потрібних фракцій протиранням замішаної на каучуку та висушеної твердосплавної суміші через сита 315 та 700 мкм. Найбільший вміст потрібних фракцій гранул 250/200 та 200/160 мкм – 45 % отримано на ситі з отворами 315 мкм в порівнянні з 25 % для сита з отворами 700 мкм і 15 % при використанні сита з отворами 2000 мкм. Вміст крупних фракцій складав 25 % та 50 %, а дрібних – 30 % та 25 % відповідно для сит з отворами 315 та 700 мкм.

Таким чином, перспективними для виготовлення гранул з найбільш гладкою поверхнею є диспергування пресовок через сито з отворами 200 мкм з обкатуванням сирих гранул та подрібненням спечених крупних гранул, а для виготовлення гранул з більш шорсткою поверхнею, але з найбільшим вмістом фракцій 250/200 та 200/160 мкм – протирання замішаної на каучуку суміші через сито з отворами 315 мкм.

Досліджували вплив температури спікання і захисного середовища (водень, вакуум). Попередній вибір оптимальних температур спікання сплавів, з яких в подальшому були виготовлені гранули, проводили при спіканні контрольних зразків в середовищі водню та у вакуумі.

При нижчих від оптимальних температурах спікання сплави були крихкими та мали підвищену залишкову пористість, що призводило до суттєвого зниження міцності сплавів. При завищених температурах спікання у структурах сплавів та гранул з’являлися крупні зерна карбіду вольфраму.

Сприятливий вплив вакууму при спіканні сплавів полягає в тому, що при нагріванні у вакуумі проходить відновлення окислів зв'язки сплавів тільки за рахунок наявності вільного вуглецю, що знаходиться в зразку. В результаті цього вміст вуглецю в сплавах значно зменшується, однак майже без утворення зональної неоднорідності. Ступінь зневуглецювання сплавів в процесі спікання в вакуумі вища, в порівнянні з спіканням в інертному середовищі та в середовищі водню при атмосферному тиску [19]. Тому для збереження необхідної кількості вуглецю в спечених сплавах у вихідну суміш вводиться надлишок вільного вуглецю рівний 0,2–0,3 % по масі [5]. В нашому випадку надлишок вводився через газову метано-водневу атмосферу при попередньому спіканні та у вигляді вуглецевих нанотрубок.

Виконано спікання дрібних партій гранул в лабораторній вакуумній печі при температурах 1250°С, 1300°С, 1350°С, 1400°С, 1450°С та в прохідній печі в водневому середовищі при температурі 1450°С.

Структурні характеристики гранул визначали аналогічно штапикам, тобто по шліфу. Для приготування шліфів спечені гранули на сталевій пластині заливалися суперклеєм 505, що забезпечував міцне закріплення гранул при приготуванні шліфа.

Мікротвердість $HV_{0,2}$ гранул встановлювали на приладі ПМТ3 при навантаженні 2H. Менше навантаження не дозволяло точно виміряти мікротвердість через малий розмір відбитка, а при більшому навантаженні деяка частина гранул руйнувалася при індентуванні. Руйнівне навантаження визначали з допомогою прилада DDA. Одиничні гранули поміщалися на касету з сапфіровими вкладишами, яка встановлювалася на поворотний столик приладу. Прилад DDA автоматично вимірює руйнівне навантаження для кожної окремої гранули. Густину, твердість та коерцитивну силу визначали аналогічно штапикам.

У всіх одержаних гранулах відсутні крупні пори, вільний вуглець та η_1-фаза, пористість.

Встановлено можливість використання вказаних температурних режимів та спікального обладнання для виготовлення твердосплавних гранул різної дисперсності з твердих сплавів ВК3, ВК3ОМ, ВК6, ВК6ОМ, досліджено мікроструктурні параметри отриманих гранул (табл. 3) та визначено мікротвердість (рис. 2).

Таблиця 3. Мікроструктурні параметри гранул зі сплавів ВК3, ВК3ОМ, ВК6, ВК6ОМ, спечених при різних температурах у вакуумі і у водні*

№	Марка сплаву-температура спікання, середовище	Проша–рок коба–льту, мкм	Відсотковий вміст зерен WC по класам зернистості						
			0,5 мкм	1 мкм	2 мкм	3 мкм	4-5 мкм	6-7 мкм	8-10 мкм
1	ВК3–1250ºС	0,1–0,3	20	50	21	9		-	-
2	ВК3ОМ–1250ºС	0,1–0,2	19	17	19	16	5	3	1
3	ВК3ОМ–1300ºС	0,1–0,2	40	50	8	1	1	–	
4	ВК3ОМ–1350ºС	0,1–0,2	35	56	7	2	–	–	
5	ВК3–1400ºС	0,1–0,3	34	56	10	1	–	–	
6	ВК3ОМ–1400ºС	0,1–0,3	43	15	12	–	–	–	
7	ВК3–1450ºС	0,1–0,5	32	42	17	9	–	–	
8	ВК3ОМ–1450ºС	0,1–0,5	27	68	8	2	–		
9*	ВК3*–1450ºС	0,1–0,3	10	44	20	16	9	1	–
10*	ВК3ОМ*–1450ºС	0,1–0,2	9	48	24	12	6	1	–
11	ВК6–1400ºС	0,1–0,3	38	51	10	1	–	–	
12	ВК6ОМ–1400ºС	0,3–1,0	39	49	6	6	–	–	
15	ВК6–1450ºС	0,2–0,5	8	54	25	9	4	–	
16	ВК6ОМ–1450ºС	0,1–0,3	13	60	14	10	3	2	–
17*	ВК6*–1450ºС	0,2–0,5	49	19	20	9	3	–	
18*	ВК6ОМ*–1450ºС	0,1–0,2	56	18	12	11	3	–	–
19	ВК8–1400 ºС**	0,1	39	38	17	4	1	1	–

*-спікання в прохідній печі у водні, **-додавання у суміш вуглецевих нанотрубок.

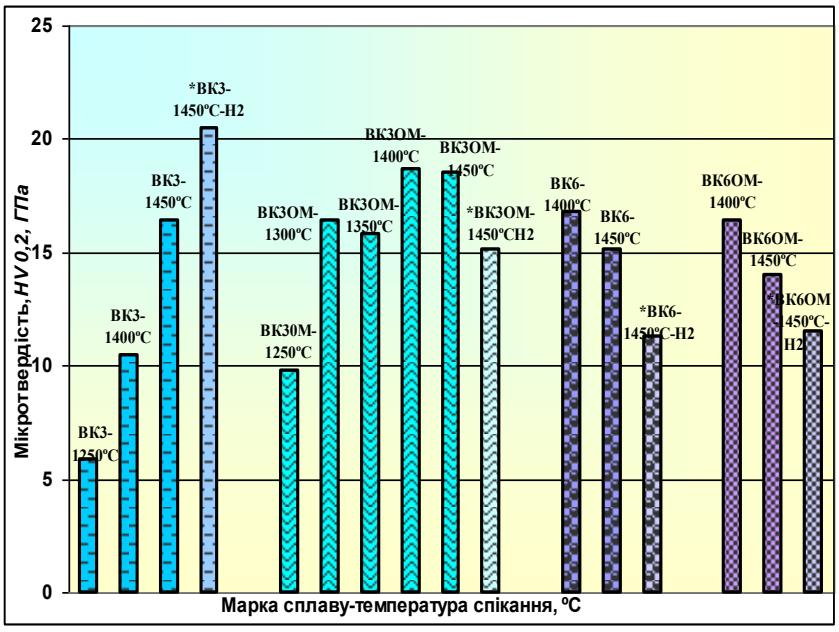


Рис. 2. Залежність мікротвердості гранул зі сплавів ВК3, ВК3ОМ, ВК6, ВК6ОМ від температури спікання та середовища спікання (вакуум,- водень – H_2).*

З рис. 2 видно, що підвищення температури спікання для сплавів ВК3, ВК3ОМ, як правило, призводить до збільшення мікротвердості за рахунок отримання більш щільної структури сплаву. При спіканні у вакуумі найбільші значення мікротвердості для сплавів ВК3 досягаються при температурі 1450 °С, а для сплавів ВК3ОМ, ВК3, ВК6ОМ – при температурі 1400 °С. Подальше підвищення температури призводить до появи в структурі цих сплавів великих зерен (5 – 8 мкм) і збільшення товщини кобальтових прошарків від 0,1–0,2 до 0,3–0,5–1,0 мкм. При спіканні у водні для сплаву ВК3 максимальне значення мікротвердості досягається також при 1450°С. З рис. 3 і 4 видно, що підвищення температури спікання для сплавів ВК3, ВК3ОМ, як правило, призводить до зростання мікротвердості за рахунок отримання більш щільної структури сплаву (табл. 3). При цьому мікротвердість гранул із сплавів ВК6, ВК6ОМ менше, ніж у гранул зі сплавів ВК3, ВК3ОМ.

Спікання гранул в прохідній печі у водні тільки в єдиному випадку для гранул із сплаву ВК3 дозволило отримати більш високу мікротвердість в порівнянні зі спіканням у вакуумі (рис. 2, 3). Для всіх сплавів, крім сплаву ВК3, після водневого спікання тривалістю 7200 с в прохідних печах мікротвердість менше в порівнянні зі сплавами після вакуумного спікання тривалістю 240–300 с внаслідок отримання в першому випадку більш грубозернистої структури з товстими кобальтовими прошарками (до 0,5–1,0 мкм) (рис. 3).

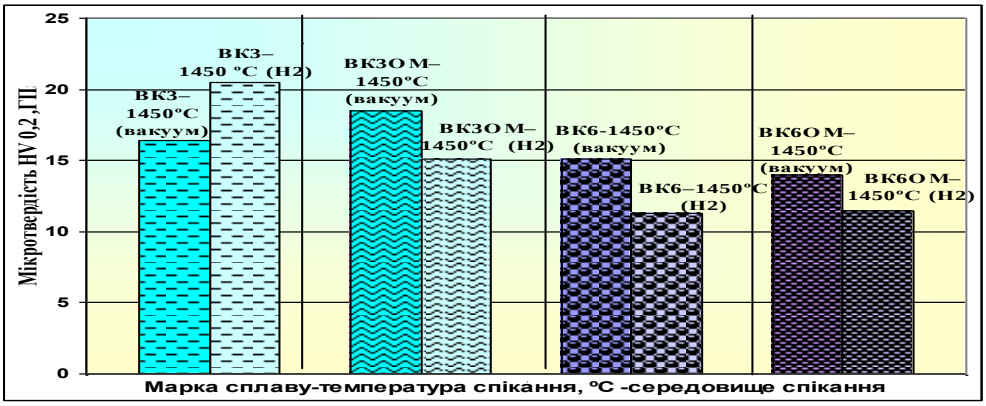


Рис. 3. Вплив середовища спікання на мікротвердість спечених гранул (250/200мкм) зі сплавів ВК3, ВК3ОМ, ВК6, ВК6ОМ

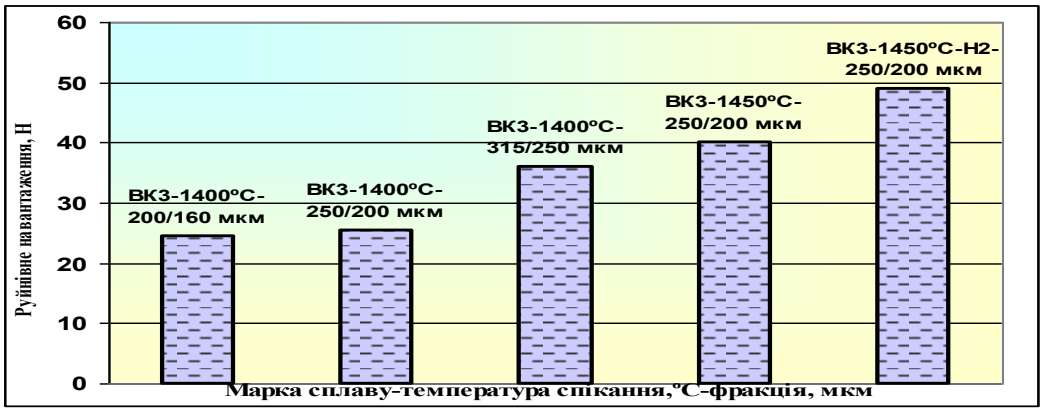


Рис. 4. Залежність руйнівного навантаження гранул зі сплавів ВК3 від розміру гранул

Досліджено структуру, мікротвердість, руйнівне навантаження при стиску гранул зі сплавів ВК6 з мікродобавками (табл. 4, табл. 5).

Таблиця 4. Мікроструктурні параметри гранул з легованого та нелегованих твердих сплавів ВК6, спечених у вакуумі при температурі 1400 °С та витримці 240–300 с

Марка сплаву	Товщина кобальтового прошарку, мкм	Вміст вуглецю, % (об.)	Процентний вміст зерен WC по класах зернистості, мкм							
			0,5	1	2	3	4-5	6-–7	8—10	11—20
ВК6–0,01 % VC*	0,2–0,5	–	22	34	23	16	5	–	–	–
ВК6–0,02 % VC*	0,2–0,5	–	16	50	24	8	2	–	–	–
ВК6–0,01 % TaC*	0,2–0,5	–	12	43	21	15	9	–	–	–
ВК6–0,02 % (TaC+VC)*	0,2–0,5	–	10	50	22	13	5	–	–	–
ВК6–0,01 % Co_5Gd*	0,2–0,5	–	11	53	18	14	4	–	–	–
ВК6–0,01 % Co_5Y*	0,2–0,5	–	–	52	21	15	10	1	1	–
ВК6 *	0,2–0,5	сліди	29	29	19	10	5	3	1	4

* – сплави з додаванням вуглецевих нанотрубок перед розмелом.

Таблиця 5. Мікроструктурні параметри контрольних зразків з легованих та висхідного сплавів ВК6, спечених у вакуумі при температурі 1400 °С та витримці 240–300 с

Марка сплаву	Вміст пор до 50 мкм у об.%	Вміст вуглецю, % (об.)	Процентний вміст зерен WC по класах зернистості, мкм						
			0,5	1	2	3	4-5	6-7	8-10
ВК6–0,01 % VC,	В-5, 04	сліди	-	45	24	16	12	2	1
ВК6–0,02 % VC,	Д-3, 04	-	21	41	15	14	9	-	-
ВК6–0,01 % TaC	Д-3, 04	сліди	-	45	22	16	14	3	-
ВК6–0,02 % (TaC+VC)	В-6 0,8	0,2	-	46	24	19	10	1	-
ВК6–0,01 % Co_5Gd	Д-4 0,8	сліди	-	36	20	20	17	7	-
ВК6–0,01 % Co_5Y	Д-3 0,4	0,1	-	34	20	20	21	4	1
ВК6	Д-3 0,4	сліди	18	41	19	17	5	-	-

Пори, вільний вуглець і η_1-фаза відсутні, лише 5 % гранул містять дрібні пори на рівні 0,02–0,2 об. %. Вміст зерен WC розміром 0,5 – 1 мкм становить 52–62 %. Сплави, леговані VC, TaC більш дрібнозернисті. Гранули із сплавів ВК6, легованих 0,02% VC, (0,01 % TaC + 0,01 % VC), мають руйнівне навантаження при стиску на рівні нелегованого сплаву ВК6. Гранули із сплавів ВК6, легованих 0,01 % VC, TaC і Co_5Gd, мають на 20–25 % більше руйнівне навантаження при стиску, ніж нелегований сплав ВК6.

Враховуючі дані табл. 4 і 5, на нашу думку, в якості наповнювача для породоруйнівного інструменту потрібно використовувати в першу чергу такі склади як ВК6-0,01% VC, ВК6-0,01% Co_5Gd, ВК6-0,01% TaC.

Використання мікродобавок (інтерметаллідів гадолінію Co_5Gd та ітрію Co_5Y, карбідів танталу Та та ванадію V) до складу сплавів у всіх випадках призводило до підвищення мікротвердості сплавів від 12 % до 90 % (табл. 6). Мікродобавки Co_5Y незначно на 10% зменшують руйнівне навантаження при стиску внаслідок більш крупнозернистої структури та появі в структурі крупних зерен (табл. 5).

Спікання гранул проводили сумісно із зразками-свідками (контрольними зразками). Результати досліджень структурних параметрів та мікротвердості гранул (після проведення ситового аналізу) та контрольних зразків, наприклад, з легованого та нелегованого твердого сплаву ВК6, спеченого у вакуумі за температурою 1400 °С та витримкою 240–300 с, наведені в табл. 4, 5.

Фізико-механічні властивості гранул та контрольних зразків із легованих та нелегованого твердого сплаву ВК6, спеченого у вакуумі при температурі 1400 °С та витримці 240–300 с, наведені в табл. 6.

Таблиця 6. Фізико-механічні властивості гранул та контрольних зразків

Марка сплаву	ВК6-0,01 % VC	ВК6-0,02 % VC	ВК6-0,01 % TaC	ВК6-0,02 % (TaC+VC)	ВК6-0,01 % Co_5Gd	ВК6-0,01 % Co_5Y	ВК6
Руйнівне навантаження гранул *P*, Н	50,9	43	50,5	44,7	57	31,7	42,6
Мікротвердість гранул $HV_{0,2}$, ГПа	28,9	19,8	22	23,1	19,1	17,1	15,2
Твердість циліндра *HRA*	89,8	92,1	89,5	90,2	88,1	89,4	91,1
Густина циліндра ρ, г/см^3	14,64	15,04	14,72	14,5	14,56	14,88	14,9
Коерцитивна сила циліндра $H_{см}$, кА/м	10,4	14,8	12,3	13,4	9,0	11,6	18,4

Встановлено, що найбільшу мікротвердість мають гранули з середнім розміром зерна WC приблизно 1,5 мкм та вмістом фракції дрібних зерен WC розміром до 0,5 – 1 мкм приблизно 50 % – 60 %, фракційним інтервалом зерен WC 0,5 – 5 мкм (табл. 3.11, 3.12).

Легування сплавів карбідами VC, TaC та інтерметалідом Co_5Gd підвищує руйнівне навантаження при стиску та мікротвердість (табл. 4, рис. 1–3).

Висновок

Визначено, що для твердосплавних гранул (зносостійких наповнювачів для бурового інструменту) зі сплавів ВК6, ВК8 найзначніші мікротвердість та руйнівне навантаження при стисканні мають гранули зі сплаву ВК6.

V. Botvinko

V.M. Bakul Institute for superhard materials of NAS of Ukraine

INFLUENCE OF TECHNOLOGICAL FACTORS ON THE STRUCTURE AND PROPERTIES OF MICROGRANULES FROM HARD ALLOYS OF VK TYPE

The effect of technological factors on structure, microhardness, bracing load in compression of microgranules of VK hard alloys was studied. Optimal technological conditions of sintering to obtain granules of the highest strength and hardness were determined.

Key words: *microgranules, strength, microhardness.*

Література

1. Третьяков В.И. Основы металловедения и технологии производства спеченых твердых сплавов. М.: Металлургиздат, 1976. 528 с.
2. Бондаренко В.П., Ботвинко В.П., Шмегера Р.С. и др. Влияние технологических факторов на структуру и свойства гранул из твердых сплавов ВК3, ВК3ОМ, ВК6, ВК6ОМ. *Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения*. Сб. науч. тр. Вып. 14. Киев: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2011. С. 476–478.

Надійшла 15.05.23

References

1. Tretiakov, V.I. (1976). Osnovy metallovedeniia i tekhnolohii proizvodstva spechenykh tverdykh splavov [Fundamentals of metallurgy and technology of sintered hard alloys production]. Metallurhizdat [in Russian].
2. Bondarenko, V.P., Botvinko, V.P., Shmehera, R.S., et al. Vliianye tekhnolohicheskikh faktorov na strukturu i svoistva hranul iz tverdykh splavov VK3, VK3OM, VK6, VK6OM [Influence of technological factors on structure and properties of pellets from hard alloys VK3, VK3OM, VK6, VK6OM]. 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 (14nd Issue, p. 476–478). ISM im. V.N. Bakulia, NAN Ukrainy [in Russian].

УДК 621.921.34–621.921.11 DOI: 10.33839/2708-731X-24-1-283-286

В.Г. Полторацький, канд. техн. наук; **О.О. Бочечка**, **В.І. Лавріненко**, доктори технічних наук; **О.В. Лещенко**, **В.П. Білоченко; Ю.В. Сирота**, канд. техн. наук

Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України
04074, Київ, вул. Автозаводська, 2, vg.poltoratsky@gmail.com; olesh@ism.kiev.ua

ТВЕРДІ ПАСТИ З МІКРОПОРОШКАМИ СИНТЕТИЧНОГО АЛМАЗУ З ТЕРМОСТІЙКИМ ПОКРИТТЯМ

Новим напрямком в розробці нових видів мікропорошків для паст є модифікування поверхні зерен мікропорошків термостійкими неорганічними неметалічними покриттями (розчинними та нерозчинними оксидами, хлоридами та карбідами, що було активовано механохімічним методом).

Розроблено технологію, підібрано необхідні компоненти та вибрано їх співвідношення для оптимального складу твердих паст з модифікованих мікропорошків синтетичного алмазу з термостійким покриттям.

Відповідно до розробленої технології виготовлено зразки твердих абразивних паст з модифікованих мікропорошків синтетичного алмазу АСМ 3/2 та АСМ 5/3.

Дослідно-промислові випробування зразків паст показали підвищення працездатності твердих паст в 1,3–1,5 рази за рахунок стійкості до нагрівання термостабільних сполук в покритті зерен абразиву.

***Ключові слова**: тверді пасти, синтетичний алмаз, мікропорошки, метод рідиннофазного нанесення, механохімічна активація, термостійкість.*

Вступ

Алмазні пасти, тобто пасти, до складу яких найчастіше входять мікро- та субмікропорошки синтетичного алмазу, класифікуються як алмазний інструмент та застосовуються для доведення, притирання та полірування поверхонь різних деталей та виробів з металів, сплавів та неметалічних матеріалів (напівпровідників, кристалів, дорогоцінних та виробних каменів тощо).

Алмазні пасти – це складні багатокомпонентні структуровані системи, що мають у своєму складі **основу** – дисперсійне середовище та **абразив** (порошок алмазу, наприклад) – дисперсійну фазу.

Основа пасти складається з органічних речовин [1]:

- різні поверхнево-активні речовини (ПАР/ПАВ): високомолекулярні, полімерні сполуки, мінеральні масла, органічні кислоти, спирти, ефіри;
- структуроутворювачі: воски, парафіни, стеарин;
- змащувальні речовини.

Абразивна складова пасти – мікропорошки синтетичного алмазу з захисним термостійким покриттям, що сформовано рідиннофазним методом з розчинних та нерозчинних оксидів, хлоридів та карбідів металів та неметалів. При цьому нерозчинні компоненти попередньо було активовано механохімічним методом на планетарному та вібраційному млинах.

Виявлено, що найбільш економічним є спосіб рідиннофазного нанесення модифікатора – з водних розчинів та суспензій розчинних та нерозчинних оксидів і хлоридів та карбідів [2, 3].

Мета дослідження – розробка технології створення твердих паст з мікропорошками синтетичного алмазу з термостійким покриттям.

Матеріали, обладнання та технологія виготовлення

Розроблено технологію, підібрано необхідні компоненти та вибрано їх співвідношення для оптимального складу твердих паст з модифікованих мікропорошків синтетичного алмазу з термостійким покриттям.

Пасти типу ВО твердої консистенції – ефективні, в своєму складі мають фосфоксит-7* та моностеарат гліцерину.

Технологічна схема виготовлення твердих паст складається з таких етапів [1]:

1) виготовлення основи паст:

моностеарат гліцерину поміщають у спеціальну ємність, нагрівають на водяній бані до 60–70ºС, після чого добавляють необхідну кількість фосфокситу-7, постійно помішуючи;

2) додавання абразиву:

мікропорошки синтетичного алмазу АСМ 3/2 та АСМ 5/3, модифіковані термостійкими розчинними та нерозчинними оксидами і хлоридами та карбідами (TiO_2, SiO_2, CeO_2, SnO_2; B_2O_3, Al_2O_3, TiO, CaO; $BaCl_2$, $CaCl_2$; SiC, TiC, B_4C)** [2, 3], додають у необхідній кількості до основи пасти, постійно помішуючи;

3) готову пасту розфасовують у відповідні ємності – спеціальні футляри (40г).

Важливо відмітити, що термостійкість модифікованих мікропорошків АСМ 3/2 та АСМ 5/3 у порівнянні з необробленими порошками підвищується в 3.7–4.1 рази.

Було виготовлено зразки твердих абразивних паст з модифікованих абразивних порошків – в кількості 1000 г. Зразки паст передано для випробовувань у виробництві до фірми «Взлёт» (м. Полтава). Випробування зразків показали підвищення працездатності твердих паст в 1,3–1,5 рази за рахунок стійкості до нагрівання термостабільних сполук в покритті зерен абразиву.

Основні результати

1. Розроблено технологію, підібрано необхідні компоненти та вибрано їх співвідношення для оптимального складу твердих паст з модифікованих мікропорошків синтетичного алмазу з термостійким покриттям.

2. Термостійкість модифікованих мікропорошків АСМ 3/2 та АСМ 5/3 у порівнянні з необробленими порошками підвищується в 3.7–4.1 рази.

3. Відповідно до розробленої технології виготовлено зразки твердих абразивних паст з модифікованих мікропорошків синтетичного алмазу АСМ 3/2 та АСМ 5/3.

4. Дослідно-промислові випробування зразків паст показали підвищення працездатності твердих паст в 1,3–1,5 рази за рахунок стійкості до нагрівання термостабільних сполук в покритті зерен абразиву.

* Фосфоксит-7 – суміш триетаноламінових солей моно- і діалкілетоксифосфорних кислот.

** нерозчинні компоненти попередньо було активовано механохімічним методом.

V. Poltoratskiy, O. Bochechka, V. Lavrinenko, O. Leshchenko, V. Bilochenko, Yu. Syrota

V. Bakul Institute of Superhard Materials, NAS of Ukraine

SOLID PASTES MADE OF SYNTHETIC DIAMOND MICROPOWDERS WITH HEAT-RESISTANT COATING

A new direction in the development of new types of micropowders for pastes is to modify the grain surface of micropowders with heat-resistant inorganic non-metallic coatings (soluble and insoluble oxides, chlorides and carbides, which were activated by mechanochemical method).

The technology has been developed, the necessary components have been selected, and their ratios have been chosen for the optimal composition of solid pastes made of modified micropowders of synthetic diamond with a heat-resistant coating.

In accordance with the developed technology, samples of hard abrasive pastes were made using modified micropowders of synthetic diamond of ASM 3/2 and ASM 5/3 grades.

Pilot tests of paste samples showed an increase in the performance of solid pastes by 1.3-1.5 times due to the heat resistance of thermostable compounds in the coating of abrasive grains.

The process of modifying the surface of grains of synthetic diamond grinding powders and compacts based on cBN micropowders with thermally stable oxides and chlorides of metals and non-metals using the method of liquid-phase deposition was studied. The structural and morphological characteristics of the external structure were studied and the quantitative elemental composition of the surface of modified powders was determined.

Key words: *solid pastes, synthetic diamond, micropowders, liquid-phase deposition method, mechanochemical activation, heat resistance.*

Литература

1. Никитин Ю.И., Уман С.Н., Коберниченко Л.В., Мартынова Л.М. Порошки и пасты из синтетических алмазов. Киев: Наук. думка, 1992. 284 с.
2. 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. Вып. 22. Киев: ИСМ им. В.Н. Бакуля, НАН Украины, 2019. С. 317–327.
3. 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. Вип. 24. – Київ: ІНМ ім. В.Н. Бакуля, НАН України, 2021. С. 296–307.

Надійшла 22.06.23

References

1. Nikitin, Yu.I., Uman, S.N., Kobernichenko, L.V., et al. (1992). *Poroshki i pasty iz sinteticheskih almazov [Synthetic diamond powders and pastes]*. Nauk. dumka. [in Russian].
2. Poltoratskiy, V.G., Bochechka, O.O., Lavrinenko, V.I., et al. (2019). Modifitsirovanie shlifporoshkov sinteyicheskogo almaza i kompaktov na osnove mikroporoshkov cBN termostoikimi oksidami i hloridami metodom zhidkofaznogo 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 – tehnika i tehnologiia ego izgotovleniia i primeneniia – Rock-destroying and metal-working tools – engineering and technology of its production and application.* (22nd Issue, p. 317–327). ISM im. V.N. Bakulia, NAN Ukrainy [in Russian].

3. Poltoratskiy, V.G., Bochechka, O.O., Lavrinenko, V.I., et al. (2021). Formuvannia kombinovanogo bagatokomponentnogo termostabilnogo pokryttia na poverhni zeren shlifporoshkiv abrazyvnogo pryznachennia [Formation of combined multicomponent thermostable wear-resistant coating on the surface of grains of abrasive grinding powders]. *Instrumentalne materialoznavstvo – Tooling Materials Science.* (24nd Issue, p. 296–307). INM im. V.N. Bakulia, NAN Ukrainy [in Ukrainian].

УДК 621.923:661.65:621.9.047 DOI: 10.33839/2708-731X-24-1-286-295

В.И. Лавріненко, д-р техн. наук[1];
В.Ю. Солод[2], **Є.В. Островерх**[3], **Л.А. Проц**[4], кандидати технічних наук

[1]Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України,
вул. Автозаводська, 2, 04074, м. Київ, e-mail: lavrinen52@gmail.com
[2]Дніпровський державний технічний університет МОН України,
вул. Дніпробудівська, 2, Дніпропетровська обл., 51918, м. Кам'янське
[3]Національний технічний університет «ХПІ» МОН України, вул. Кирпичова, 2, 61000, м. Харків
[4]Ужгородський національний університет МОН України, пл. Народна, 2, 88000, м. Ужгород

ОЦІНКА ПИТОМОЇ ЕНЕРГОЄМНОСТІ ШЛІФУВАННЯ ІНСТРУМЕНТАЛЬНИХ СТАЛЕЙ ІЗ ВВЕДЕННЯМ ДОДАТКОВОЇ ЕНЕРГІЇ В ЗОНУ ОБРОБКИ

В статті розглянутий сучасний підхід до оцінки питомої енергоємності шліфування інструментальних сталей кругами з кубічного нітриду бору. Порівнюються процеси шліфування із введенням додаткової енергії в зону обробки: електрохімічний, електроіскровий та електроерозійний. Звернено увагу на те, що методи шліфування, пов'язані з примусовим ініціюванням електроерозійних розрядів у зоні обробки (електроерозійний та електроіскровий), призводять до надмірного впливу як на оброблювану поверхню, так і на ріжучу поверхню кругу, що, як наслідок, призводить до підвищення його зносу і суттєвого зростання питомої енергоємності шліфування. Показано, що саме для досягнення меншої питомої енергоємності обробки під час шліфування сталевих ножів паперорізальних машин, які складаються із загартованої сталі 9ХФ і незагартованої сталі 10, необхідно застосовувати дозоване введення технологічного струму в зону обробки, і при цьому бажано застосовувати шліфувальні круги з кубічного нітриду бору на мідно-олов'яній металічній зв'язці.

***Ключові слова**: питома енергоємність шліфування, інструментальні сталі, круги з кубічного нітриду бору, електрохімічне шліфування, електроіскрове шліфування, електроерозійне шліфування.*

Вступ

Високотверді та високоміцні матеріали, особливо інструментальні, нині широко застосовуються у промисловості. Їх ефективна абразивна обробка є важливою для сучасного

виробництва. При цьому інструментальні сталі є найбільш вразливими до дії теплових впливів під час їх шліфування, що можуть спричинити негативні зміни у їх поверхневому шарі.

Так, дослідженнями [1] встановлено, що електрохімічне шліфування швидкорізальних сталей, які вміщують достатньо велику кількість карбіду ванадію – Р6М5Ф3, А11Р3М3Ф2 та інших, кругами з кубічного нітриду бору (КНБ) при продуктивності 1200 мм^3/хв забезпечує середню температуру на поверхні, що піддається обробці – 520 К. Для порівняння вкажемо, що алмазно-електрохімічне шліфування приводить до середньої температури – 810 К, електрохімічне шліфування кругами з гексаніту-А – 760 К. При шліфуванні кругами з КНБ із охолодженням без введення у зону обробки технологічного струму середня температура дорівнює 820 К, а при багатопрохідному, кругами з електрокорунду без охолодження – 1070 К. Таким чином, найменшу температуру поверхневого шару забезпечує процес електрохімічного шліфування кругами з КНБ. При цьому структура та поверхневий шар вказаних вище сталей до продуктивностей 1800 мм^3/хв зостаються аналогічними вихідним, без змін [1].

У сучасному виробництві нарівні із швидкорізальними також досить широко поширені сталеві різальні інструменти, що складаються з загартованого робочого леза та незагартованої державки-підкладки. Типовим їх представником є ножі поліграфічних паперорізальних машин, що поєднують загартовану сталь 9ХФ (твердістю 55–59 HRC) та незагартовану сталь 10 (твердістю 74–77 HRB) у співвідношенні 1:6. У аналогії з швидкорізальними сталями, сталь 9ХФ вміщує тверді та міцні карбіди хрому $Cr_{23}C_6$ (HV ≈15 ГПа) та ванадію VC і V_4C_3 (HV≈ 28 ГПа), що погіршує її шліфуємість кругами з електрокорунду. Крім того, зернам абразивного матеріалу необхідно здійснювати з'йом матеріалу при безперервному контакті зі сталлю на шляху різання до 35 мм. Це означає, що при таких умовах для забезпечення високопродуктивної, але якісної обробки слід використовувати круги з КНБ і процеси електрошліфування, описані вище.

Наведене вище свідчить про те, що для досягнення умов якісної обробки важливо адекватно оцінювати енергетичні витрати під час різних процесів шліфування, щоб правильно і обґрунтовано вибирати найбільш ефективний процес оброблення інструментальної сталі. Розглянемо, що нині відомо з сучасної наукової літератури про енергетичні витрати при шліфуванні.

Аналіз сучасних досліджень

Так, в роботі [2] наведено порівняння загальних енергетичних витрат і показано, що вони є приблизно співмірними для звичайного алмазного з охолодженням і алмазно-іскрового шліфування.

В статті [3] показано, що з-за стохастичного характеру топографії абразивного інструменту абразивні процеси важко моделювати і якісно оцінювати. Для вирішення цього нова об'єднувальна модель моделювання визначається через так звану теорію агресивності, що охоплює довільну геометрію і кінематику переміщення заготовки відносно абразивної поверхні. Ключовим параметром є точкова агресивність, що являє собою безрозмірну скалярну величину на основі векторного поля відносної швидкості і векторного поля нормалей до абразивної поверхні (рис. 1).

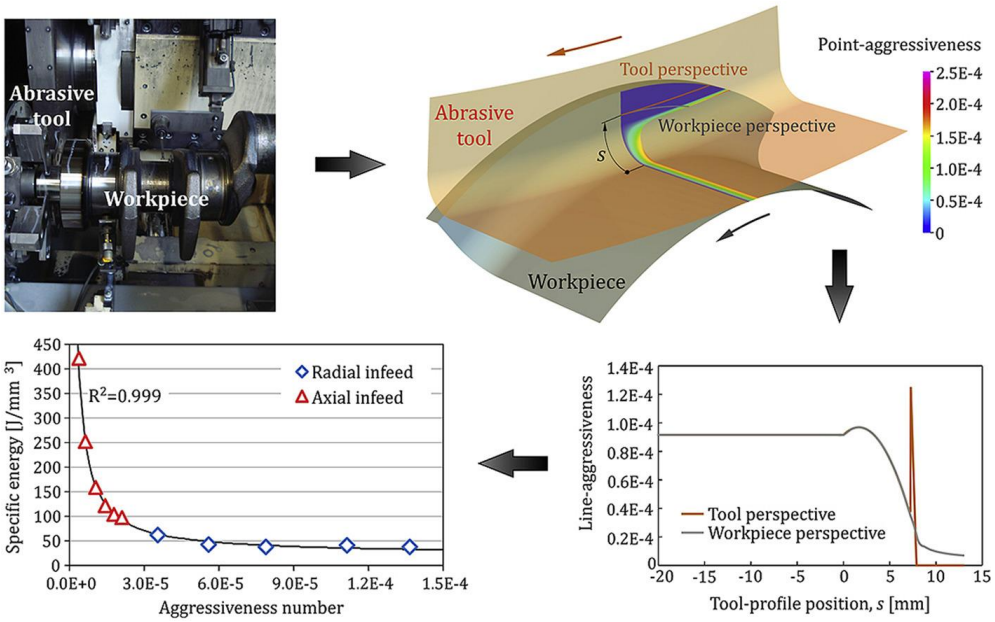


Рис. 1. Наукові принципи визначення числа агресивності [3]

Звернемо увагу на те, що у статті [3] цей фундаментальний параметр процесу напряму пов'язаний із типовими вихідними даними процесу, такими як питома енергія, знос абразивного інструменту та шорсткість поверхні. Саме на зв'язок між цими показниками абразивного процесу також зверталася увага і в статті [4]. Теорія агресивності експериментально підтверджується її застосуванням до різних абразивних процесів: шліфування та алмазної правки, де число агресивності корелює із вищезгаданими вихідними даними процесу [3].

В статті [5] розроблена методологія визначення поведінки пластичної деформації на основі високошвидкісної кінозйомки і індукційного попереднього нагріву під час різання. Пластична деформація та підвищення температури в зоні первинного зсуву визначалися технікою кореляції дрібномасштабного цифрового зображення та рівнянням теплоконвекції–провідності відповідно, таким чином перетворюючи механічну обробку на високодинамічний метод випробування матеріалів. Демонструється розм'якшення матеріалу при деформації в первинній зоні зсуву та зниження ефекту термічного розм'якшення в умовах швидкого нагрівання. Це дозволяє поглибити розуміння поведінки матеріалу під час процесу різання [5]; адже в роботі авторами [6] вказано, що зі збільшенням продуктивності обробки температура різання може досягти рівня температури плавлення оброблюваного матеріалу.

Оскільки нами вище було згадано про процеси шліфування із введенням додаткової енергії в зону обробки, то завершимо цей огляд саме на цьому [7]. Розглянемо це на реакційно-зв'язаній кераміці з карбіду кремнію (RB-SiC), яка є одним з кращих кандидатів для виготовлення великих оптичних дзеркал, важко піддається механічній обробці з-за її високої твердості и крихкості. Гібридний процес електроерозійного алмазного шліфування (EDDG) якраз демонструє потенціал для покращення оброблюваності RB-SiC шляхом поєднання електроерозійної обробки (EDM) і алмазного шліфування. Однак цей гібридний процес призводить до пошкоджень, які відрізняються від пошкоджень у звичайних процесах через одночасну дію EDM та алмазного шліфування. У дослідженні [7] було вивчено пошкодження (поверхневі та підповерхневі), спричинені взаємодією між EDM та алмазним шліфуванням під час EDDG RB-SiC. Встановлено, що зони електроерозійної обробки і шліфовки мають відмінну топографію поверхні і різні домінуючі механізми видалення матеріалу (рис. 2).

Збільшення енергії розряду сприяло пластичному видаленню матеріалу та розкладу SiC. Таким чином, було отримано більш тонкий підповерхневий шар пошкодження порівняно з таким у зоні менш термічного впливу [7].

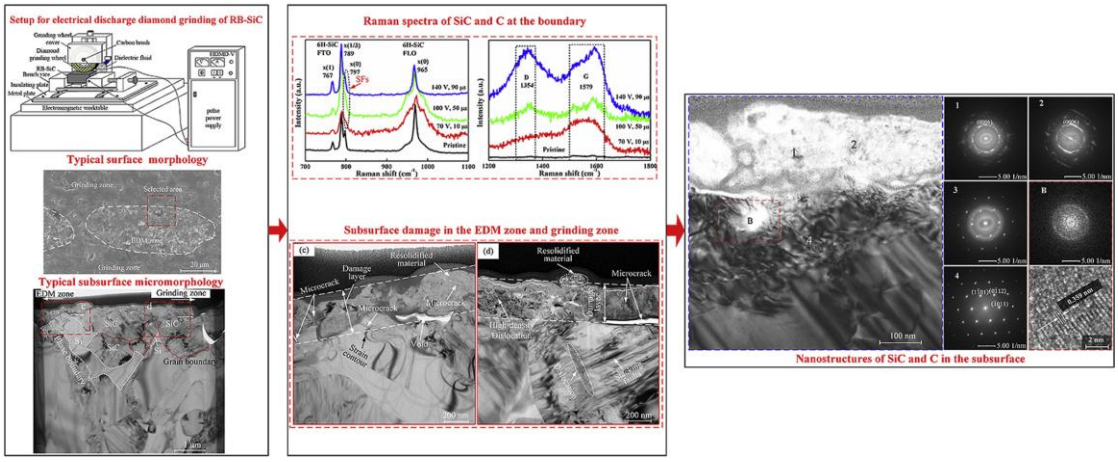


Рис. 2. Особливості впливу EDM на поверхню реакційно-зв'язаної кераміки з карбіду кремнію (RB-SiC) [7]

Таким чином, з аналізу наведеного вище виходить, що для оцінки енергоємності процесу абразивної обробки слід враховувати можливе виникнення ефекту термічного розм'якшення, особливо за умов введення додаткової енергії в зону обробки, що власне і було метою даної статті. При цьому авторами статті для оцінки питомої енергоємності був застосований новий методичний підхід, пов'язаний із врахуванням зношування абразивного кругу, що був викладений в статті [4].

Результати досліджень

З низки інструментальних матеріалів ми зупинилися на більш-менш однорідному матеріалу, а саме – сталі, для якої відоме значення питомої теплоти плавлення, що складає ~ 84 кДж/кг [4]. Цей вибір у нашому випадку визначався тим, що при електричних методах обробки виникають інтенсивні розряди в зоні шліфування, які зазвичай підвищують питому енергоємність обробки і призводять до плавлення як на оброблюваній поверхні, так і на робочій поверхні шліфувального кругу. Саме тому для притомного оцінювання питомої енергоємності нами взяті інструментальні сталі.

З урахуванням такого методичного підходу по оцінюванню питомої енергоємності нами були порівняні три найбільш поширених [1] процеси шліфування із введенням додаткової електричної енергії в зону шліфування: електрохімічне шліфування (ЕХШ), електроерозійне шліфування (ЕЕШ) та електроіскрове шліфування (ЕІШ). Обробці піддавалася швидкорізальна сталь Р6М5 з продуктивністю 1200 мм^3/хв. кругами з кубічного нітриду бору 12А2-45° 150х10х3х32 КР 100/80 М2-12Е 100. Застосовувалися при електрохімічному і електроіскровому – джерело постійного струму ВУ 300/12 відповідно при прямій і зворотній полярності, а при електроерозійному – джерело імпульсного струму низької частоти ІТТ-35 (табл. 1).

Таблиця 1. Порівняння експлуатаційних показників шліфувальних кругів при шліфуванні сталі Р6М5 різними методами

Метод шліфування	Показники процесу шліфування				
	Напруга технологічного струму, В	Технологіч-ний струм, А	Ефективна потужність шліфування, кВт	Відносні витрати КНБ, мг/г	Питома енергоємність шліфування, кДж/кг
ЕХШ	5	170	1,50	0,85	75,0
ЕЕШ	28	5	1,42	2,01	167,0
ЕІШ	– 5	100	1,65	1,75	169,8

Проведені дослідження засвідчують, що з різних методів електрошліфування найменші знос і питому енергоємність забезпечує електрохімічне шліфування (табл. 1). Методи шліфування, пов’язані з примусовим ініціюванням електроерозійних розрядів у зоні обробки (електроерозійний та електроіскровий), приводять до надмірного впливу як на оброблювану поверхню (рис. 3), так і на ріжучу поверхню кругу (рис. 4), що, як наслідок, призводить до підвищення її зносу і суттєвого зростання питомої енергоємності шліфування (табл. 1).

В роботі [4] було вказано, що питома енергоємність шліфування може дорівнювати або до 25 % перевищувати питому теплоту плавлення оброблюваного матеріалу. Для сталі це складає 105 кДж/кг. Як бачимо з табл. 1, питома енергоємність при електрохімічному шліфуванні є помірною і навіть не досягає питомої теплоти плавлення сталі. А значне перевищення питомої теплоти плавлення спостерігається саме для методів електрошліфування із наявністю інтенсивних електроерозійних розрядів в зоні шліфування, коли спостерігаються лунки плавлення (рис. 3 та 4). Саме це відбиває завищений показник питомої енергоємності шліфування для цих методів.

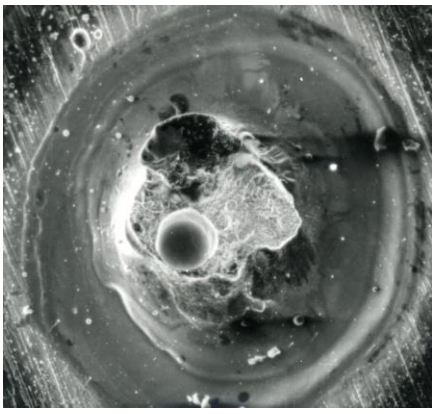


Рис. 3. Наявність лунки електроерозійного розряду на поверхні швидкорізальної сталі при електроерозійному шліфуванні



Рис. 4. Наявність лунок електроерозійних розрядів на робочій поверхні кругу при електроерозійному шліфуванні

Звернемо увагу, що наведене вище відноситься до шліфування загартованої швидкорізальної сталі (HRC 61–63), але у виробництві ми у багатьох випадках можемо стикатися із необхідністю шліфування менш твердих сталей, і навіть сполучення загартованої та незагартованої сталей. Однією з проблем при цьому є втрата ріжучої здатності робочої поверхні шліфувального кругу з кубічного нітриду бору і, як наслідок, виникнення

необхідності поновлення такої здатності. Найбільш ефективним методом поновлення є саме ті методи електрошліфування, які вказані вище.

Одним з найбільш застосовуваних є сполучення загартованої та незагартованої сталей для ножів паперорізальних машин, які складаються із загартованої сталі 9ХФ (HRC 55–59) і незагартованої сталі 10 (HRB 74–77) у співвідношенні 1:6. Звичайним варіантом є шліфування цих ножів абразивними кругами зернистості 16–25 із доведенням кромки дрібнозернистими (6–8) абразивними кругами. Для уникнення подвійного застосування абразивних кругів логічним варіантом є застосування кругів з кубічного нітриду бору із зернистістю КНБ 100/80 на полімерних зв'язках. Нами було перевірено це при шліфуванні з продуктивністю 1200 мм^3/хв. сполучення 9ХФ/ст.10 кругом 12А2-45° 150х20х3х32 КР 100/80 В1-13 100 з охолодженням мастильно-охолоджувальною рідиною (МОР): $NaNO_3$ – 5 % за масою, $NaNO_2$ – 0,2 %. Цей же склад слугував і електролітом при методах обробки із введенням технологічного струму. Випробування засвідчили, що втрати ріжучої здатності такого кругу не відбувалося при обробці, але відносні витрати зерен КНБ в крузі внаслідок активного впливу гострої металічної стружки склали 59 мг/г, що є неприпустимим для застосування такого високовартісного шліфувального інструменту.

Тому, надалі досліджувалися круги 12А2-45° 150х20х3х32 КР 100/80 100 на металічній зв'язці М2-12Е при різних методах обробки сполучення сталей 9ХФ/ст.10: з охолодженням МОР, ЕХШ, ЕЕШ та ЕІШ. Результати досліджень наведені в табл. 2.

Таблиця 2. Порівняння експлуатаційних показників шліфувальних кругів при шліфуванні сполучення сталей 9ХФ/ст.10 різними методами

Метод шліфування	Показники процесу шліфування з продуктивністю 1200 мм^3/хв				
	Напруга технологічного струму, В	Технологічний струм, А	Ефективна потужність шліфування, кВт	Відносні витрати КНБ, мг/г	Питома енергоємність шліфування, кДж/кг
з МОР	–	–	1,25	0,78	57,4
ЕХШ	5	215	1,20	1,40	98,8
ЕЕШ	38	6	0,80	6,40	328,6
ЕІШ	– 5	130	1,30	6,02	458,8

Аналіз даних табл. 2 свідчить про те, що власне шліфування з охолодженням є найбільш прийнятним для обробки сполучення сталей 9ХФ/ст.10 з точки зору питомої енергоємності шліфування. Застосування ЕХШ призводить до зростання питомої енергоємності, але це зростання залишається у пристойних (не більш як 25 % відносно питомої теплоти плавлення сталі [4]) межах і складає 17,6 %. Електроерозійне і електроіскрове шліфування мають надзвичайно високі показники питомої енергоємності обробки, що виключає можливість їх ефективного застосування при шліфуванні сполучення сталей 9ХФ/ст.10.

Разом з тим, як свідчать наші дослідження при підвищенні продуктивності шліфування з охолодженням сполучення сталей 9ХФ/ст.10 до 2300 мм^3/хв, яка є характерною для шліфування ножів паперорізальних машин, ефективна потужність зростає до 2 кВт, відносні витрати зерен КНБ зростають до 1,83 мг/г, тобто майже в 2,4 рази, а питома енергоємність зростає до 112 кДж/кг, що перевищує питому теплоту плавлення сталі на 33 %, а це перевищує оті допустимі 25 %, які ми вказували вище. Як наслідок, спостерігається засалювання робочого шару кругу з КНБ і виникає необхідність у поновленні ріжучої здатності кругу введенням в зону обробки

технологічного струму. Тому у даному випадку необхідно застосовувати захищений Патентом України [8] спосіб алмазно-абразивного шліфування, що передбачає періодичне включення джерела технологічного струму при збільшенні ефективної потужності шліфування за допустиму межу по питомій енергоємності обробки. Для перевірки цього досліджувалися круги 12А2-45° 150х20х3х32 КР 100/80 100 на 4-х металічних зв'язках, наведених в табл. 3, при шліфуванні сполучення сталей 9ХФ/ст.10 з продуктивністю в 1100 та 2300 мм^3/хв., причому у двох випадках на зв'язці М1-10 та МО20-2 при продуктивності шліфування в 2300 мм^3/хв. обробка провадилася у відповідності до Патенту [8], оскільки ефективна потужність шліфування піднімалася до межі можливостей двигуна основного приводу.

Таблиця 3. Порівняння експлуатаційних показників шліфувальних кругів з КНБ на різних зв'язках при шліфуванні сполучення сталей 9ХФ/ст.10 із періодичним включенням технологічного струму

Зв'язка робочого шару кругу	Продуктив-ність шліфування, мм^3/хв	Ефективна потужність шліфування, кВт	Відносні витрати КНБ, мг/г	Питома енергоємність шліфування, кДж/кг
М1-04	1100	0,92	1,75	103,3
М1-10	1100	1,00	1,00	64,2
	2300	> 2,0	1,70	104,4
М2-12Е	1100	0,95	0,95	57,9
МО20-2	1100	0,80	1,23	63,1
	2300	> 2,0	1,26	77,3

Аналіз табл. 3 свідчить про те, що обробка із застосуванням мідно-алюмінієвих зв'язок М1-04 та М1-10 в кубонітовому крузі характеризується підвищеною енергоємністю шліфування. Причому круг на зв'язці М1-04 навіть при продуктивності 1100 мм^3/хв дає питому енергоємність, що перевищує питому теплоємність плавлення сталі. Круг на зв'язці М1-10 навіть за виключного дозування введення технологічного струму в зону обробки при продуктивності в 2300 мм^3/хв також значно перевищує питому теплоємність плавлення сталі. Тобто мідно-алюмінієві зв'язки в кубонітових кругах для шліфування ножів паперорізальних машин є непридатними.

Тому на другому етапі нами були перевірені мідно-олов'яні зв'язки (М2-12Е та МО20-2) в кубонітових кругах. При продуктивності 1100 мм^3/хв експлуатаційні показники кругів на обох зв'язках мають майже однакові показники, але круг на зв'язці МО20-2 має меншу ефективну потужність шліфування та на 25% меншу шорсткість обробленої поверхні. Саме тому надалі при продуктивності 2300 мм^3/хв досліджувався саме круг на зв'язці МО20-2 з дозуванням введення технологічного струму в зону обробки при продуктивності.

Видно (табл. 3), що хоча ефективна потужність шліфування і піднімається до межі можливостей двигуна основного приводу, але питома енергоємність шліфування залишається такою, що не перевищує питому теплоємність плавлення сталі. А це означає, що саме для шліфування сталевих ножів паперорізальних машин за умов дозованого введення технологічного струму в зону обробки необхідно застосовувати шліфувальні круги з КНБ на мідно-олов'яній металічній зв'язці МО20-2.

Висновки

Встановлено, що найменші знос і питому енергоємність шліфування інструментальних сталей з різних методів електрошліфування забезпечує електрохімічне шліфування, тоді як методи шліфування, пов'язані з примусовим ініціюванням електроерозійних розрядів у зоні обробки (електроерозійний та електроіскровий) надмірно впливають як на оброблювану поверхню, так і на ріжучу поверхню кругу, що, як наслідок, призводить до підвищення її зносу і суттєвого зростання питомої енергоємності шліфування.

Виявлено, що шліфування з охолодженням є найбільш прийнятним для обробки сполучення сталей 9ХФ/ст.10 з точки зору питомої енергоємності шліфування. Застосування електрохімічного шліфування призводить до певного зростання питомої енергоємності, але це зростання залишається у пристойних (не більш як 25 % відносно питомої теплоти плавлення сталі) межах і складає 17,6 %. Електроерозійне і електроіскрове шліфування мають надзвичайно високі показники питомої енергоємності обробки, що виключає можливість їх ефективного застосування при шліфуванні сполучення сталей 9ХФ/ст.10.

Показано, що обробка із застосуванням мідно-алюмінієвих зв'язок М1-04 та М1-10 в кубонітовому крузі характеризується підвищеною енергоємністю шліфування. Причому круг на зв'язці М1-04 навіть при продуктивності 1100 мм^3/хв дає питому енергоємність, що перевищує питому теплоємність плавлення сталі. Круг на зв'язці М1-10 навіть за виключного дозування введення технологічного струму в зону обробки при продуктивності в 2300 мм^3/хв також значно перевищує питому теплоємність плавлення сталі. Тобто, мідно-алюмінієві зв'язки в кубонітових кругах для шліфування ножів паперорізальних машин є непридатними.

Доведено, що саме для шліфування сталевих ножів паперорізальних машин за умов дозованого введення технологічного струму в зону обробки необхідно застосовувати шліфувальні круги з КНБ на мідно-олов'яних металічних зв'язках, оскільки навіть при продуктивності 2300 мм^3/хв ефективна потужність шліфування хоча і піднімається до межі можливостей двигуна основного приводу, але питома енергоємність шліфування залишається такою, що не перевищує питому теплоємність плавлення сталі.

V. Lavrinenko[1], V. Solod[2], Ye. Ostroverkh[3]; L. Prots[4]

[1]V. N. Bakul Institute for Superhard Materials of National Academy of Sciences of Ukraine
[2]Dniprovsky State Technical University,Ukraine
[3]National Technical University "Kharkiv Polytechnic Institute", Ukraine
[4]Uzhgorod National University, Ukraine

ESTIMATION OF THE SPECIFIC ENERGY INTENSITY OF GRINDING OF TOOL STEEL WITH THE INPUT OF ADDITIONAL ENERGY INTO THE PROCESSING ZONE

The article discusses a modern approach to estimating the specific energy intensity of grinding tool steels with cubic boron nitride wheels. Grinding processes with the introduction of additional energy into the processing zone are compared: electrochemical, electrospark, and electroerosion. Attention is drawn to the fact that grinding methods associated with the forced initiation of electroerosion discharges in the processing zone (electroerosion and electrospark) lead to excessive impact on both the processed surface and the cutting surface of the wheel, which, as a result, leads to an increase in its wear and a significant increase in the specific energy intensity of grinding. It is shown that precisely in order to achieve a lower specific energy intensity of processing during grinding of steel knives of paper-cutting machines, which consist of hardened steel 9ХФ and unhardened steel 10, it is necessary to apply a dosed introduction of technological current to the processing zone, and at the same time it is desirable to use grinding wheels made of cubic boron nitride on copper-tin metal bond.

Key words: *specific energy intensity of grinding, tool steels, cubic boron nitride wheels, electrochemical grinding, electrospark grinding, electroerosion grinding.*

Література

1. Лавріненко В.І., Новіков М.В. Надтверді абразивні матеріали в механообробці: енциклопедичний довідник. Київ: ІНМ ім. В.М. Бакуля НАН України, 2013. 456 с.
2. Гуцаленко Ю.Г. Силы и эффективность алмазно-искрового шлифования: предпосылки минимальной смазки. *Новые и нетрадиционные технологии в ресурсо- и энергосбережении*: матеріали Межд. науч.-техн. конф., 22–24.09.2021 г., г. Одесса. Одеса: ОНПУ, 2021. С. 19–21.
3. DražumeričR., Badger J., Roininen R., Krajnik P. On geometry and kinematics of abrasive processes: The theory of aggressiveness. *International Journal of Machine Tools and Manufa*cture. 2020. Vol. 154. 103567.
4. Lavrinenko V.I. To the analysis of the estimate of energy expenditures in the diamond abrasive treatment by wheels from superhard materials. *Journal of Superhard Materials*. 2022. Vol. 44, N 4. P. 285–291.
5. Zhang D., Zhang X.-M., Nie G.-C., Yang Z.-Y., Ding H. Characterization of material strain and thermal softening effects in the cutting process. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*. 2021. Vol. 160. 103672.
6. Полянський В.І., Новіков Ф.В. Розроблення і впровадження у виробництво ефективних технологічних процесів механічної обробки складнопрофільної формуючої оснастки для харчової промисловості. Новые и нетрадиционные технологии в ресурсо- и энергосбережении: матеріали Межд. науч.-техн. конф., 22–24.09.2021 г., г. Одесса. Одеса: ОНПУ, 2021. С. 141–147.
7. Rao X., Zhang F., Lu Y., Luo X., Chen F. Surface and subsurface damage X. of reaction-bonded silicon carbide induced by electrical discharge diamond grinding. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*. 2020. Vol. 154. 103564.
8. Спосіб алмазно-абразивного шліфування: патент на корисну модель 150123 Україна: МПК (2022.01) B24B 1/00, B24B 7/00; опубл. 02.01.22, Бюл. № 1.

Надійшла 18.04.23

References

1. Lavrinenko, B.I. & Novikov, N.V. (2013). *Nadtverdi abrazyvni materialy v mekhanoobrobtsi* [*Superhard abrasive materials in machining*]. INM im. V.M. Bakulia NAN Ukrainy [in Ukrainian].
2. Gutsalenko, Yu.G. (2021). Sily i efektyvnost almazno-iskrovogo shlifovania: predposylki minimalnoi smazki [Forces and efficiency of diamond spark grinding: prerequisites for minimum lubrication]. *Novye i traditsionnye technologii v resurso- i energosberezenii.* (s. 19–21). ONPU [in Russian].
3. DražumeričR., Badger J., Roininen R., et al. (2020). On geometry and kinematics of abrasive processes: The theory of aggressiveness. *International Journal of Machine Tools and Manufacture, 154.* 103567.
4. Lavrinenko, V.I. (2022). To the analysis of the estimate of energy expenditures in the diamond abrasive treatment by wheels from superhard materials. *Journal of Superhard Materials, 44*(4), 285–291.

5. Zhang D., Zhang X.-M., Nie G.-C., et. al. (2021). Characterization of material strain and thermal softening effects in the cutting process. *International Journal of Machine Tools and Manufacture, 160,* 103672.
6. Poljanskyi, V.I. & Novikov, F.V. (2021). Rozroblennja i vprovadzennja u vyrobnitstvo efectyvnuh tehnologochnyh procesiv mechanichnoi obrobky skladnoprofilnoi formujuchoi osnastki dla charchovji promyslovosti [Development and introduction into production of effective technological processes of mechanical processing of complex-profile forming equipment for the food industry] *Novye i traditsionnye technologii v resurso- i energosberezenii*. (s. 141–147). ONPU [in Ukrainian].
7. Rao X., Zhang F., Lu Y., et al. (2020). Surface and subsurface damage of reaction-bonded silicon carbide induced by electrical discharge diamond grinding. *International Journal of Machine Tools and Manufacture, 154,* 103564.
8. Lavrinenko, V.I., Sytnyk, B.V., Pasichnyi, O.O., et al. (2022). *Utility model patent of Ukraine № 150123. МПК (2022.01) B24B 1/00, B24B 7/00. Sposib almazno-abrazyvnoho shlifuvannia [Diamond abrasive grinding method].* (Patent Ukrainy na korysnu model № 150123) [in Ukrainian].

УДК 621.791 DOI: 10.33839/2708-731X-24-1-295-305

В. А. Дутка, канд. техн. наук**; А. Л. Майстренко,** член-кор. НАН України;
С. Д. Заболотний; **А. М. Степанець,** канд. техн. наук

Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська, 2, 04074 м. Київ, email: vadutka@ukr.net

ПРОГНОЗУВАННЯ ТЕПЛОВОГО СТАНУ ІНСТРУМЕНТУ З НАДТВЕРДИХ МАТЕРІАЛІВ ПРИ ЗВАРЮВАННІ ТЕРТЯМ З ПЕРЕМІШУВАННЯМ ЖАРОСТІЙКИХ СПЛАВІВ

Розроблено комп'ютерну модель температурного поля при зварюванні тертям з перемішуванням (ЗТП) інструментом із надтвердих матеріалів деталей із жаростійких сплавів. Реалізацію моделі виконано на базі методу скінченних елементів. Проведено обчислення температурного поля в інструменті і зварюваних деталях. Результати обчислень добре узгоджуються з результатами експериментів при ЗТП пластин зі сталі AISI 304. Показано, що за результатами комп'ютерних експериментів можна визначати параметри процесу ЗТП, при яких забезпечується термостійкість інструменту з кіборіту при зварюванні пластин з цієї сталі.

***Ключові слова**: зварювання тертям з перемішуванням, жаростійкі сплави, кіборит, моделювання, термостійкість інструменту.*

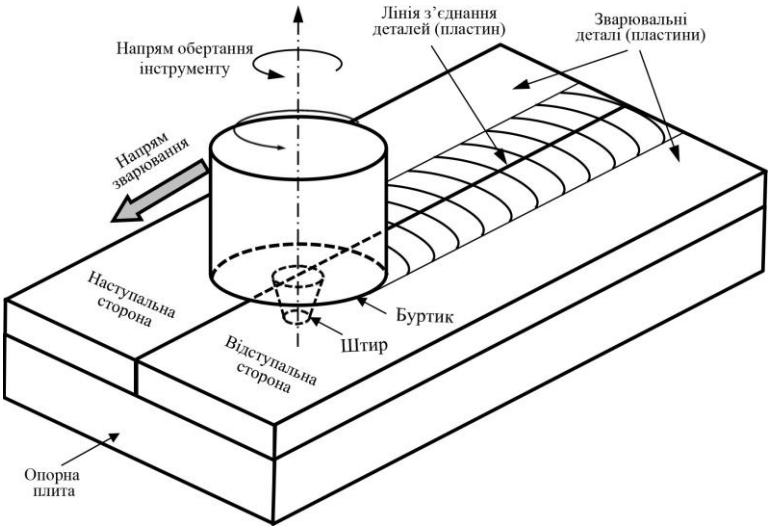
Вступ

Для якісного з'єднання листових деталей методом зварювання тертям з перемішуванням (ЗТП) [1–4] важливо забезпечити термомеханічну стійкість інструменту в процесі роботи. Матеріал інструменту для процесу ЗТП вибирають міцнішим і твердішим від матеріалу деталей на підставі його міцнісних характеристик. Так, для ЗТП м'яких і легкоплавких матеріалів використовують інструмент зі сталі [3–]; для ЗТП мідних деталей –

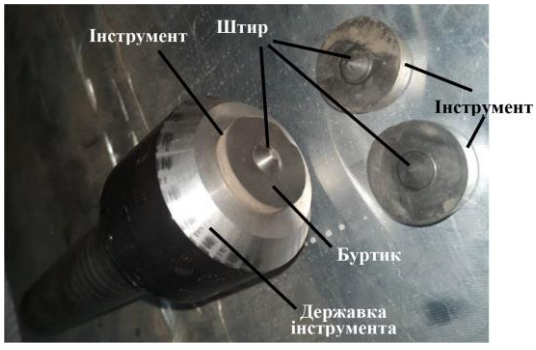
із твердих сплавів або кераміки [3, 6]; для ЗТП жаростійких сплавів – інструмент із твердих сплавів та полікристалічних надтвердих матеріалів [2, 3, 6–8].

Схема процесу ЗТП двох деталей (пластин) подана на рис. 1. ЗТП – це твердофазний процес гарячого зсувного з'єднання двох пластин [1–3], які щільно притиснуті одна до другої і жорстко закріплені на опорній плиті (рис. 1, *а*). Зварювання відбувається за допомогою обертового інструменту, котрий після повного занурення штиря в зону контакту пластин рухається вздовж поверхні їх контакту. Буртик щільно контактує з верхньою поверхнею деталей. На поверхні контакту буртика і штиря з деталями в результаті тертя відбувається розігрівання і розм'ягчення матеріалу деталей. В об'ємі пластин біля буртика та штиря відбувається пластичне деформування матеріалу пластин та течія їх пластифікованого матеріалу вздовж напрямку зварювання. Матеріал транспортується від переднього краю інструменту до його задньої кромки, де формується в з'єднання пластин. При завершенні процесу ЗТП інструмент виводиться з об'єму зварюваних пластин.

В даній роботі для ЗТП жароміцних сплавів використовується інструмент із киборіту [6] (рис. 1, *б*). Рис. 1, *в* ілюструє вигляд зварного шва після зварювання пластин зі сталі AISI 304. Метою роботи є чисельне моделювання і дослідження температурного поля в інструменті для забезпечення його термостійкості в процесі ЗТП.



а



б



в

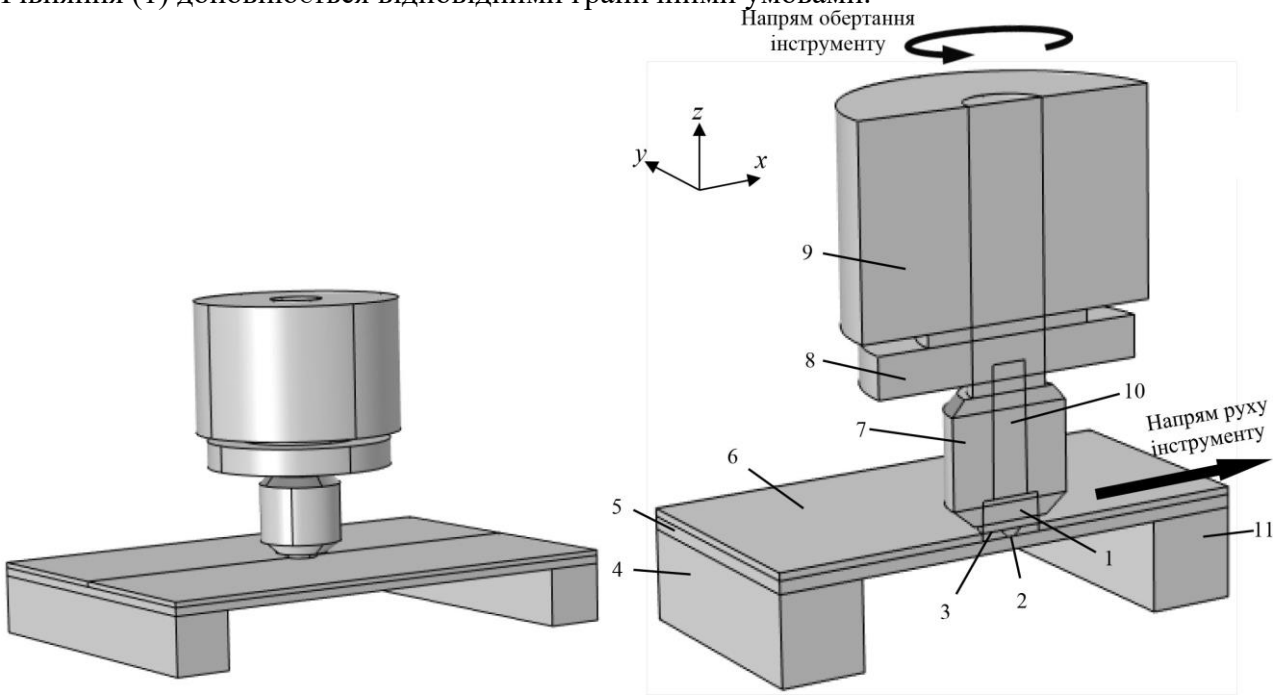
Рис. 1. Схематична ілюстрація процесу ЗТП (а); розроблений інструмент із киборіту (б) [6]; вигляд зварного шва в результаті зварювання двох пластин зі сталі AISI 304 (в)

Моделювання температурного поля

При моделюванні температурного поля вибрано область, яка містить зварювані деталі, інструмент, його кріплення, опорну плиту і опори (рис. 2). Температурне поле описується рівнянням стаціонарної теплопровідності з конвективним членом, що враховує поступальний рух зварюваних деталей відносно інструменту

$$C_p\rho(\vec{u}\cdot\operatorname{grad}T)=\operatorname{div}(\lambda\operatorname{grad}T), \qquad (1)$$

де $T = T(x, y, z)$ – температура; $C_p = C_p(\vec{r}, T)$, $\rho = \rho(\vec{r}, T)$, $\lambda = \lambda(\vec{r}, T)$ – відповідно питома теплоємність, густина і коефіцієнт теплопровідності, $\vec{u}$ - вектор швидкості поступального руху деталей відносно інструменту, $\vec{r}$ – радіус-вектор досліджуваної точки області V, $\vec{r} \in V$. Рівняння (1) доповнюється відповідними граничними умовами.



а *б*

Рис. 2. Розрахункова просторова область: а – загальний вигляд, б – половина області з площиною поздовжнього перетину, що проходить через лінію з'єднання пластин перпендикулярно до їх поверхні: 1 – основа інструмента, 2 – штир, 3 – буртик, 4 і 11 – опори, 5 – опорна плита, 6 – зварювальна пластина, 7 – державка, 8 – фланець, 9 – шпиндель верстату, 10 – повітряна порожнина (початок координат O співпадає з центром нижньої основи штиря, вісь OX спрямована в напрямі поступального руху інструменту, вісь OY перпендикулярна до площини поздовжнього перетину, а вісь OZ перпендикулярна до площини пластин)

Відомо, що основний обсяг тепла генерується на поверхнях контакту інструменту з деталями та в об'ємі деталей поблизу цих поверхонь [9, 10], причому остання величина складає ≈ 4% від загального обсягу. Аналогічно [11] вважаємо, що на поверхні контакту буртика з деталлю тепло генерується внаслідок дії сил тертя, а на поверхні контакту штиря і деталі – за рахунок пластичного деформування деталей. Тоді, згідно з [11, 12], потужності джерел тепла на цих поверхнях обчислюються відповідно за формулами

$$q_s = \gamma C_1 \begin{cases} \dfrac{\mu V F_n}{A_s}, \text{ при } T < T_{пл}, \\ 0, \text{ при } T \geq T_{пл}, \end{cases} \qquad q_p = \gamma C_2 \begin{cases} \dfrac{\mu Y(T)}{\sqrt{3(1+\mu^2)}} V, \text{ при } T < T_{пл}, \\ 0, \text{ при } T \geq T_{пл}, \end{cases} \tag{2}$$

де V – абсолютна величина вектора швидкості $\vec{V} = (V_x, V_y, 0)$ точки поверхні буртика відносно деталі, $\mu = \mu(T)$ – коефіцієнт тертя, F_n – осьове зусилля, що діє на інструмент, A_s – площа проекції поверхні контакту інструменту з деталями на площину XOY, $T_{пл}$ – температура плавлення матеріалу пластин, $Y(T)$ – межа текучості матеріалу деталі, C_1 і C_2 – коефіцієнти пропорційності. Використання коефіцієнтів C_1 і C_2 дає змогу врахувати той факт, що певна частина тепла в процесі ЗТП генерується в об'ємі деталей поблизу зони контакту інструменту з деталями. V_x, V_y та V визначаються за формулами [7, 9]

$$V_x = U - v\sin\theta, \; V_y = \pm v\cos\theta,$$

$$v = \omega r, \; \omega = 2\pi n, \; \theta = \arcsin\frac{y}{r}.$$

$$V = \sqrt{V_x^2 + V_y^2} = \sqrt{v^2 - 2Uv\sin\theta + U^2}\,.$$

де r – віддаль від точки поверхні контакту до осі обертання інструменту $r = \sqrt{x^2 + y^2}$; (x, y) – координати точки; θ – кут, який відкладається проти ходу годинникової стрілки від напряму зварювання до радіус-вектора точки, U – величина швидкості зварювання (швидкості руху інструменту вздовж поверхні з'єднання деталей), n – кількість обертів інструменту за хвилину. Для моделювання реальної асиметрії температурного поля відносно поверхні з'єднання деталей у формулу для V вводиться параметр ψ [7]

$$V = \sqrt{v^2 - 2\psi U v\sin\theta + U^2}\,.$$

В [7] $\psi \approx 20$. З метою уникнення впливу цього множника на надмірне зниження швидкості, у формули (2) введено параметр γ, який вибирається близьким до 1. На поверхнях контакту буртика з деталями і на бічній і нижній поверхнях штиря, які контактують зі зварюваними деталями, задаються відповідно граничні умови:

$$\lambda\frac{\partial T}{\partial n} = q_s, \qquad \lambda\frac{\partial T}{\partial n} = q_p. \tag{3}$$

На зовнішній поверхні, яка контактує із зовнішнім повітряним середовищем, задаються умови конвективного теплообміну

$$-\lambda\frac{\partial T}{\partial n} = h(T - T_c), \tag{4}$$

а на поверхнях із зонами передбачуваних високих температур задаються також умови теплового випромінювання

$$-\lambda\frac{\partial T}{\partial n} = \sigma\varepsilon(T^4 - T_c^4), \tag{5}$$

де T – температура в досліджуваній точці поверхні, T_c – температура зовнішнього середовища, h – коефіцієнт тепловіддачі, σ – стала Стефана-Больцмана, ε – випромінювальна здатність. На зовнішніх поверхнях розрахункової схеми, які контактують із реальними елементами устаткування, задається аналог умови конвективного теплообміну

$$-\lambda\frac{\partial T}{\partial n} = h_{еф}(T - T_c)\,, \qquad (6)$$

з відповідною величиною ефективного коефіцієнта тепловіддачі $h_{еф}$.

Результати обчислень та їх обговорення

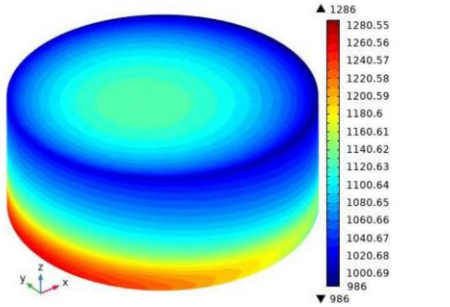
Задачу (1)–(6) розв'язували методом скінченних елементів (МСЕ). Просторова область розбивалась на тетраедральні елементи з квадратичною апроксимацією температури по об'єму елемента зі згущенням елементів у місцях прогнозованих великих градієнтів температури. Виконано моделювання температурного поля при ЗТП двох пластин зі сталі AISI 304 за допомогою інструмента з кубориту. Розміри пластини – 210×100,6×3 мм; діаметр буртика – 25 мм, штир – зрізаний конус висотою 3 мм і з діаметрами основ 9 і 3 мм; кругова швидкість інструменту – 630 об/хв., швидкість зварювання – 40 мм/хв., вертикальне зусилля на інструмент – 11992 Н. Матеріал опорної пластини, опор, державки інструменту, фланця і шпинделя верстату – сталь 35ХГСА.

Дані для теплофізичних властивостей матеріалів пластин вибрано з [13], межі текучості сталі AISI 304 – з [14], коефіцієнта тертя – з [7]; для кубориту: густина – 3365 кг/м^3, коефіцієнт теплопровідності – 70 Вт/(м·К) [6], питома теплоємність (як для BN) – із [15]. Величини коефіцієнта тепловіддачі, обчислені згідно з [16]: на верхній поверхні зварюваних пластин h = 18,5 [Вт/(м^2 ·К)]; на нижній поверхні опорної пластини h = 11,4 [Вт/(м^2 ·К)]; на бічній поверхні основи інструменту h = 48,4 [Вт/(м^2 ·К)]; на поверхні державки h = 73,4 [Вт/(м^2 ·К)]; на поверхні фланця і бічній поверхні шпинделя h = 112,3 [Вт/(м^2 ·К)], на верхній поверхні шпинделя h = 500 [Вт/(м^2 ·К)]. Значення випромінювальної здатності ε: 0,4 – на верхній поверхні зварюваних пластин і на нижній поверхні опорної плити; 0,8 – на бічній поверхні інструмента, 0,6 – на поверхні державки та на нижній і бічній поверхнях фланця.

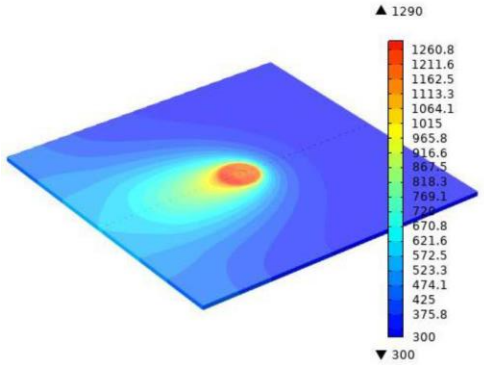
На рис. 3 наведено розподіл температури на поверхні робочого елементу інструменту, на рис. 4 – на верхній поверхні зварюваних пластин, на рис. 5 – в площині поздовжнього (y = 0) і поперечного (x = 0) перерізів. Як бачимо з рис. 3–5, зона максимальних температур знаходиться на задній поверхні контакту інструменту з деталями на наступаючій стороні. Отже, і найбільше зношування інструмента відбуватиметься також саме в цьому місці його поверхні. З цих рисунків видно, що максимальна температура при швидкості зварювання в лабораторних умовах 40 мм/хв сягає 1290 К, що є меншим від величини термостійкості кубориту 1400 К [6]. Отже, при даних параметрах процесу ЗТП забезпечується термостійкість інструменту із надтвердого матеріалу. Таким чином, за допомогою комп'ютерного експерименту можна

З рис. 3–5 видно незначну асиметрію температурного поля відносно площини y = 0 з'єднання пластин: найбільше асиметрія проявляється в зоні максимальних температур – перетини *СС* і *ВВ* (рис. 4, *б* і 4, *в*). Причому при віддаленні від цієї зони асиметрія швидко зникає (рис. 4 і 5).

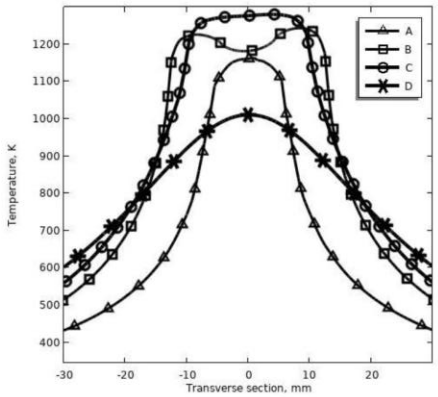
На рис. 6 подано розподіл температури вздовж лінії y = 0 на верхній поверхні зварюваних пластин (суцільна лінія) і вздовж лінії y = 0 на нижній поверхні пластин (пунктирна лінія). Видно, що під передньою стороною інструменту перепад температури дорівнює 300 градусів, а під задньою – втричі менший і складає 100 градусів. Під переднім краєм інструменту температура дорівнює близько 1100 К, що відповідає яскраво-червоному кольору розігрітого металу – саме такий колір спостерігався при ЗТП. Це свідчить про адекватність розробленої моделі.



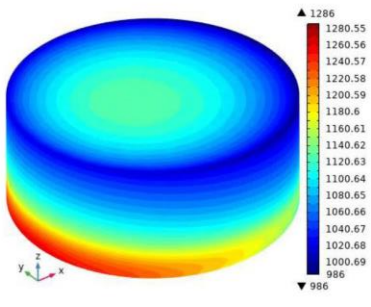
а



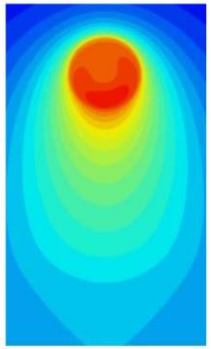
а



в



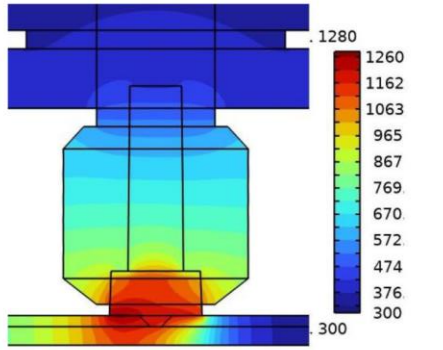
б



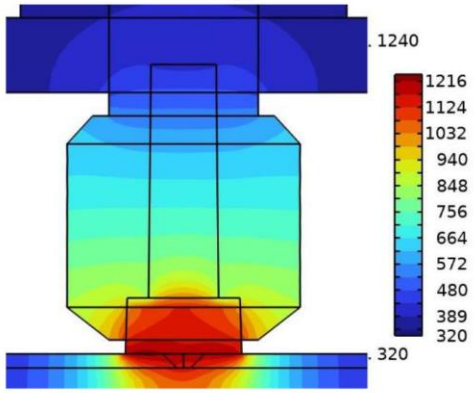
б

Рис. 4. Обчислений розподіл температури на поверхні пластин (в площині z = 3 мм): а – вигляд у просторі, б – вигляд зверху, в – вздовж ліній поперечних перерізів AA, BB, CC і DD

Рис. 3. Розрахований розподіл температури на поверхні робочого елементу інструменту при швидкості U зварювання 40 мм/хв



а



б

Рис. 5. Обчислений розподіл температури: а – в площині поздовжнього перерізу XOZ (y = 0), б – в площині поперечного перерізу YOZ (x = 0)

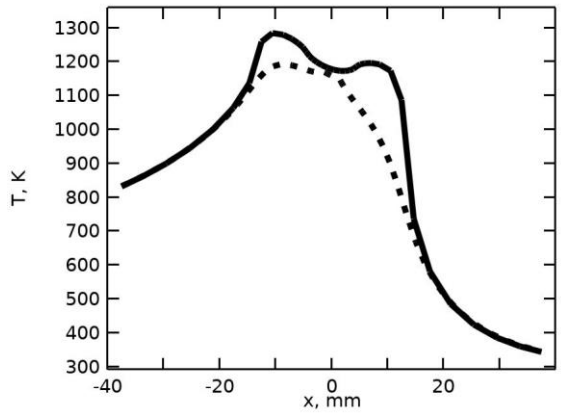


Рис. 6. Розподіл температури вздовж лінії зварювання y = 0 на верхній поверхні пластин (суцільна лінія) і вздовж лінії y = 0 на нижній поверхні пластин (пунктирна лінія): 1 – навпроти інструменту (буртика і штиря), 2 – позаду інструменту, 3 – попереду інструменту

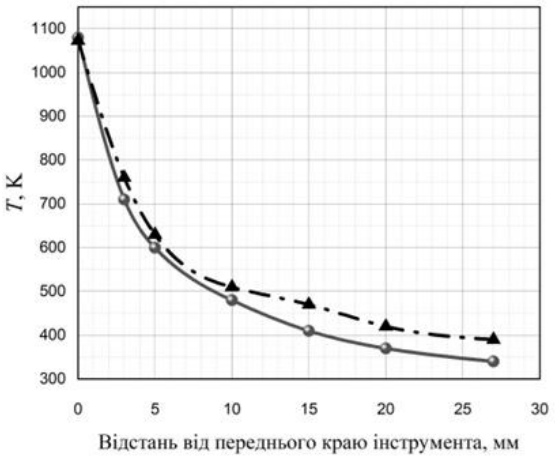
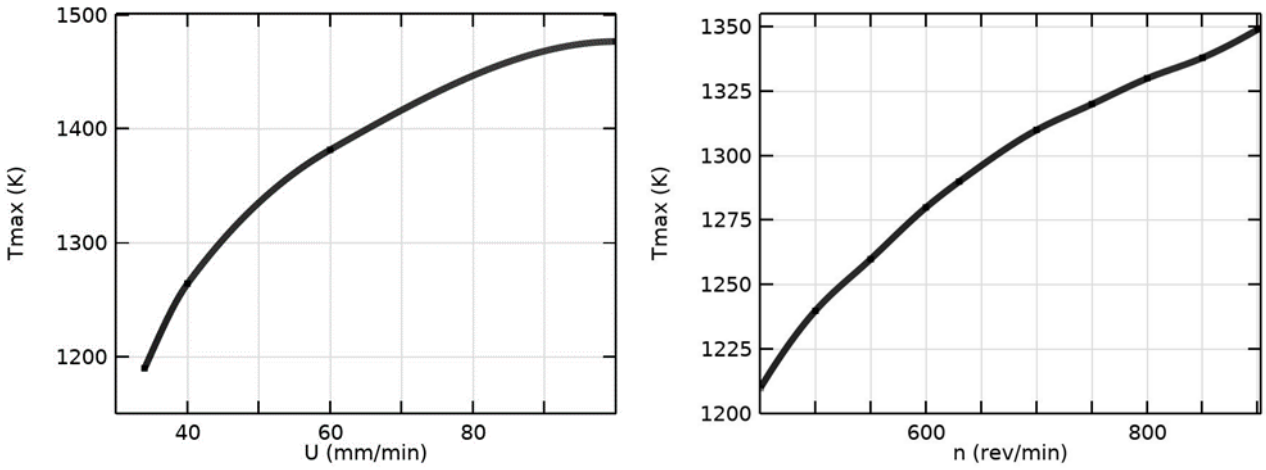


Рис. 7. Розподіл температури перед інструментом: лінія з трикутниками – результати вимірювання, лінія з кружечками – результати обчислень

На рис. 7 подано порівняння результатів обчислень і вимірювання температури на верхній стороні пластин попереду інструменту. Вимірювання проводились за допомогою тепловізора ULIRvision Ti160 з діапазоном виміру температур від 253 K до 873 K, похибка вимірів становить ±2.0%. Виміряні значення температури автоматично екстраполювалися на кінцях інтервалу вимірювання. З рис. 7 видно, що результати обчислень добре узгоджуються з результатами вимірювання. Проте, виміряні значення температури трохи більші від обчислених, причому по мірі віддалення від переднього краю інструменту різниця між виміряними і обчисленими значеннями збільшується. Це, ймовірно, пов’язано з тим, що в реальному процесі ЗТП зварювані пластини нещільно контактують з опорною плитою, тоді як в розрахунковій схемі (рис. 2) між зварюваними пластинами і опорною плитою моделюється щільний контакт, що призводить до більшої тепловіддачі з нижньої поверхні зварюваних пластин і, як наслідок, до більшого відтоку тепла із всього об’єму цих пластин.

Було виконано чисельне дослідження впливу величини швидкості зварювання U та швидкості обертання n (об/хв) на рівень максимальної температури в інструменті. В обчисленнях було враховано зміну осьового зусилля на інструмент при зміні U та n [17], а саме, що при збільшенні швидкості U (при незмінній швидкості обертання) зростає осьове зусилля на інструмент, а при збільшенні швидкості обертання (при фіксованій швидкості зварювання) осьове зусилля на інструмент зменшується. Графік залежності максимальної температури в інструменті від швидкості зварювання та швидкості обертання інструменту наведено на рис. 8.



а *б*

Рис. 8. Залежність максимальної температури в робочому елементі від швидкості зварювання U (n = 600 об/хв) (а) та від швидкості обертання інструмента (при U = 40 мм/хв) (б)

За цими графіками можна приблизно визначити параметри процесу ЗТП, при яких забезпечується термостійкість інструменту з кибориту. Так, із рис. 8, а знаходимо, що при швидкостях зварювання, менших від 63 мм/хв, та при швидкості обертання 600 об/хв. (T < 1400 K) можна забезпечити термостійкість інструменту. А з рис. 8, б випливає, що при швидкості зварювання 40 мм/хв та при швидкостях обертання, менших від 1000 об/хв, інструмент із кибориту також зберігатиме термічну стійкість. Очевидно, що такі висновки остаточно можна підтвердити лише експериментально. Проте, комп'ютерний експеримент дає можливість зменшити витрати ресурсів при виборі параметрів процесу ЗТП. Слід зазначити, що характер поведінки графіка на рис. 8, *б* добре узгоджується з таким же у [18].

Висновки

Розроблено комп'ютерну модель температурного поля при ЗТП, яка дає змогу чисельно прогнозувати та досліджувати тепловий стан інструменту.

Показано, що за результатами комп'ютерного моделювання температурного поля в інструменті з кибориту при ЗТП нержавіючої сталі AISI 304 можна визначити параметри процесу ЗТП, при яких забезпечується термостійкість інструменту, що є важливим для прогнозування надійності його роботи.

V. Dutka, A. Maystrenko, S. Zabolotnyi, A. Stepanets

[1]V. N. Bakul Institute for Superhard Materials of National Academy of Sciences of Ukraine

PROGNOSTICATION OF THE THERMAL STATE OF THE SUPERHARD MATERIALS TOOL DURING FRICTION STIR WELDING OF HEAT-RESISTANT ALLOYS

A computer model of the temperature field during friction stir welding (FSW) with a superhard materials tool made of heat-resistant alloys has been developed. The model was implemented on the basis of the finite element method. The temperature field in the tool and welded parts was calculated. The results of the calculations are in good agreement with the results of experiments during FSW of AISI 304 steel plates. It is shown that, based on the results of computer experiments, it is possible to determine the parameters of the FSW process, which ensure the heat resistance of the kyborite tool during FSW of plates made of this steel.

***Key words**: friction stir welding, heat-resistant alloys, kyborite, modeling, tool heat resistance.*

Література

1. Thomas W. M., Threadgill P. L., Nicholas E. D. Feasibility of friction stir welding steel. *Science and Technology of Welding and Joining.* 1999. Vol. 4. N 6. P. 365–372.
2. Nandan R., DebRoy T., Bhadeshia H. K. D. H. Recent advances in friction-stir welding – Process, weldment structure and properties. *Progress in Materials Science*. 2008. Vol 53. P. 980–1023.
3. Welding Technology /ed. by Davim J. P. Springer. Nature Switzerland, AG, 2021. 422 p.
4. Wang H., Colegrove P. A., Dos Santos G. F. Numerical investigation of the tool contact condition during friction stir welding of aerospace aluminium alloy. *Computational Materials Science*. 2013. Vol. 71. P. 101–108.
5. Biswas P., Mandal N. R. Effect of Tool Geometries on Thermal History of FSW of AA1100. *Welding Journal*. 2011. Vol. 90. P. 129–135.
6. Беженар Н. П., Романенко Я. М., Коновал С. М., Гарбуз Т. А., Зеленин В. И., Полещук М. А., Лукаш В. А., Зеленин Е. В., Никитюк Ю. А. Киборит: новые материалы и новые области применения. *Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения*: Сб. науч. тр. Вып. 19. Киев: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины. 2016. С. 184–193.
7. Darvazi A. R., Iranmanesh M. Thermal modeling of friction stir welding of stainless steel 304L. *Int. J. Adv. Manuf. Technol., Springer*. 2014. 9 p.
8. 8Smith A., Cater S., Faraji M., Young A. Modelling of Friction Stir Welding of 304 Stainless Steel. *European Simulation and Modelling Conference*, Univ. of Las Palmas, 26-28th October 2016. (In Press). 6 p. URL: http://shura.shu.ac.uk/13906/.
9. Nandan R., Roy G. G., Lienert T. J., Debroy T. Three-dimensional heat and material flow during friction stir welding of mild steel. *Acta Materialia*. 2007. Vol. 55. P. 883–889.
10. Bastier A., Maitournam M.H., Dang Van K., Roger F. Steady state thermomechanical modeling of friction stir welding. *Sci. and Technol. of Welding and Joining.* 2006. Vol. 11. P. 278–288.
11. Song M., Kovacevic R. Thermal modeling of friction stir welding in a moving coordinate system and its validation. *Int. J. of Machine Tools & Manuf.* 2003. Vol. 43. P. 605–615.
12. Schmidt H., Hattel J., Wert J. An analytical model for the heat generation in friction stir welding. *Modelling and Simulstion in Materials Sciense and Engineering.* 2004. No. 12. P. 143–157.
13. Bentz D. P., Prasad K. Thermal Performance of Fire Resistive Materials I. Characterization with Respect to Thermal Performance Models. *NISTIR 7401*. U.S. Department of Commerce, 2007. 21 p.
14. Nandan R., Roy G.G., Lienert T.J., DebRoy T. Numerical modelling of 3D plastic flow and heat transfer during friction stir welding of stainless steel. *Science Technology Welding Joining.* 2006. Vol. 11. N 5. P. 526–537.
15. Гурвич Л. В., Вейц И. В., Медведев В. А. Термодинамические свойства индивидуальных веществ. Спр. Изд-е. Т. 3, кн.2. М.: Наука, 1981. 400 с.
16. Тепло- и массообмен. Теплотехнический эксперимент / под ред. В. А. Григорьева и В. М. Зорина. М.: Энергоиздат, 1982. 512 с.
17. Forcellese A., Martarelli M., Simoncini M. Effect of process parameters on vertical forces and temperatures developed during friction stir welding of magnesium alloys. *Int. J. Adv. Manuf. Technol*. 2015. 10 p. DOI 10.1007/s00170-015-7957-6.

18. Sato Y. S., Urata M., Kokawa H. Parameters Controlling Microstructure and Hardness during Friction-Stir Welding of Precipitation-Hardenable Aluminum Alloy 6063. *Metallurgical and Materials Transactions A.* 2002. Vol. 33A, N 3/ P. 625–635.

Надійшла 28.08.23

References

1. Thomas, W. M., Threadgill, P. L., & Nicholas E. D. (1999). Feasibility of friction stir welding steel. *Science and Technology of Welding and Joining, 4*(6), 365–372.
2. Nandan, R., DebRoy, T., & Bhadeshia, H. K. D. H. (2008). Recent advances in friction-stir welding – Process, weldment structure and properties. *Progress in Materials Science, 53,* 980–1023.
3. Davim J. P. (Ed.), (2021). *Welding Technology.* Springer. Nature Switzerland, AG.
4. Wang, H., Colegrove, P. A., & Dos Santos G. F. (2013). Numerical investigation of the tool contact condition during friction stir welding of aerospace aluminium alloy. *Computational Materials Science, 71,* 101–108.
5. Biswas, P., & Mandal N. R. (2011). Effect of Tool Geometries on Thermal History of FSW of AA1100. *Welding Journal*, *90,* 129–135.
6. Bezhenar, N. P., Romanenko ,J. M., Konoval, S. M. et al. Kiborit: novye materialy i novye oblasti primeneniia [Kyborit: new materials and new areas of application]. *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.* (19nd Issue, p. Kyiv: 184–193). ISM V. N. Bakulia, NAS of Ukraine. [In Russian].
7. Darvazi, A. R., & Iranmanesh, M. (2014). Thermal modeling of friction stir welding of stainless steel 304L. *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* DOI 10.1007/s00170-014-6203-y.
8. Smith, A., Cater, S., Faraji, M., & Young A. (2016). Modelling of Friction Stir Welding of 304 Stainless Steel. *European Simulation and Modelling Conference*. (6 p.). Univ. of Las Palmas.
9. Nandan, R., Roy, G. G., Lienert, & T. J., Debroy, T. (2007). Three-dimensional heat and material flow during friction stir welding of mild steel. *Acta Materialia, 55,* 883–889.
10. Bastier, A., Maitournam, M.H., Dang Van, K., & Roger, F. (2006). Steady state thermomechanical modeling of friction stir welding. *Sci. and Technol. of Welding and Joining, 11*(3), 278–288.
11. Song M., Kovacevic R. (2003). Thermal modeling of friction stir welding in a moving coordinate system and its validation. *Int. J. of Machine Tools & Manuf., 43,* 605–615. doi:10.1016/S0890-6955(03)00022-1
12. Schmidt, H., Hattel, J., & Wert, J. (2004). An analytical model for the heat generation in friction stir welding. *Modelling and Simulstion in Materials Sciense and Engineering, 12,* 143–157.
13. Bentz, D. P., & Prasad, K. (2007). Thermal Performance of Fire Resistive Materials I. Characterization with Respect to Thermal Performance Models. *NISTIR 7401*. U.S. Department of Commerce.
14. Nandan, R., Roy, G.G., Lienert, T.J., & DebRoy T. (2006). Numerical modelling of 3D plastic flow and heat transfer during friction stir welding of stainless steel. *Science Technology Welding Joining, 11*(5), 526–537.

15. Gurvich L. V., Veitz L. V., Medvedev V. A. (1981). *Termodinamicheskie svoistva individualnykh veshchestv [Thermodynamic properties of individual substances]*. Nauka. [in Russian].
16. Grigoriev V. A. & Zorin V. M. (Eds.). (1982). Teplo- i massoobmen. Teplotekhnicheskii eksperiment [*Heat and mass transfer. Thermal engineering experiment]*. Energoizdat, 512 [in Russian].
17. Forcellese, A., Martarelli, M., & Simoncini M. (2015). Effect of process parameters on vertical forces and temperatures developed during friction stir welding of magnesium alloys. *Int. J. Adv. Manuf. Technol*., DOI 10.1007/s00170-015-7957-6.
18. Sato, Y. S., Urat,a M., & Kokawa, H. (2002). Parameters Controlling Microstructure and Hardness during Friction-Stir Welding of Precipitation-Hardenable Aluminum Alloy 6063. *Metallurgical and Materials Transactions A, 33A*, 625–635.

УДК 536.421.1:620.187:661.057.5 DOI: 10.33839/2708-731X-24-1-305-314

А.С. Манохін, Ю.О. Мельнійчук, кандидати технічних наук;
С.А. Клименко, член-кор. НАН України[1], **М.П. Семенько,** д-р фіз.-мат. наук[2]**,**
Г.А. Петасюк, д-р техн. наук; **А.Г. Филипович;**
С.Ан. Клименко, **Ю.Е Рижов,** кандидати технічних наук[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

ІНСТРУМЕНТ, ВИГОТОВЛЕНИЙ ІЗ ПОРОШКІВ КУБІЧНОГО НІТРИДУ БОРУ З CVD ПОКРИТТЯМ

З метою підвищення ефективності різальних інструментів з полікристалічного кубічного нітриду бора (PcBN) на вихідні мікропорошки, які використовувались при спіканні композитів, наносилось покриття на основі титану. При використанні CVD методу перенесення металу реалізовано із застосуванням йодотранспортної реакції, яка за високих температур забезпечує утворення на поверхнях зерен cBN продуктів реакції титану, що осаджується, з азотом N та бором B. Результати рентгенівського фазового аналізу вихідних порошків з добавкою алюмінію Al свідчать про те, що окрім кубічного нітриду бору (cBN), ці зразки містять продукти його реакційної взаємодії з титаном (фази TiN та TiB_2), а також інтерметалід TiAl. Композит, спечений із порошку з покриттям при тиску 7,7 ГПа і температурі 2300 °С в АВТ типу "тороїд", має практично той самий фазовий склад, але параметр кристалічної гратки нітриду TiN збільшується від 0,4244 нм до 0,4253 нм. Порівняльні дослідження ефективності інструментів, виготовлених з використанням порошку із покриттям, продемонстрували зниження інтенсивності їх зношування при високошвидкісному різанні загартованої сталі у порівнянні з інструментом, оснащеним стандартним композитом з PcBN.

***Ключові слова**: інструмент з PcBN, CVD покриття, порошки cBN, інтенсивність зношування, морфометрія.*

Вступ

Експлуатаційні властивості різальних інструментів тісно пов'язані з фізико-механічними властивостями використаних робочих композитів, що обумовлено їх хімічним складом та особливостями структури. При цьому, управління параметрами структури з метою надання композитам оптимального за даних умов навантаження комплексу властивостей є складною задачею. Наприклад, підбір прекурсорів потрібного хімічного складу та зернистості, можливості механічних методів їх змішування далеко не завжди дозволяють отримувати потрібний розподіл компонентів-наповнювачів та елементів матриці, яка виконує роль зв'язки. Іншим аспектом цієї проблеми є те, що товщина прошарків матричних складових, що утворюються при спіканні сумішей, не може бути меншою, ніж розмір зерна відповідних компонентів. Значною проблемою є агломерація дрібнозернистих порошків карбідів та нітридів тугоплавких металів, які використовуються в якості керамічної зв'язки, з формуванням утворень розміром кілька десятків мікрометрів. Такі включення в структурі композиту здатні спричинити крихке руйнування різальної кромки оснащеного ним інструменту [1] під час його термобаричного навантаження в експлуатації.

Одним з підходів, що дозволяють досягти рівномірного розподілу складових компонентів в структурі матеріалів, а також регулювати товщину прошарків зв'язки, є попереднє нанесення на порошки покриттів, величина яких може варіюватися в широкому діапазоні – від десятків нанометрів до 1–2 мікрометрів. В процесі спікання композиту покриття на зернах основної компоненти відіграє роль зв'язки, що розподілена на міжзеренних границях наповнювача.

Огляд літературних джерел

Огляд результатів досліджень за напрямком створення композитів для різальних інструментів, при виготовленні яких методом НРНТ використовувались порошки КНБ з іонно-плазмовим напиленням, показав, що такий підхід дозволяє збільшити механічні властивості отриманих матеріалів. Зокрема PcBN, виготовлені корейськими дослідниками з використанням порошків cBN зернистістю 1–2 мкм з покриттям TiN товщиною 50 нм, характеризуються твердістю та міцністю при згинанні на 15% та 30% вищими у порівнянні з композитами аналогічного складу без нітридних плівок на поверхнях вихідних порошків cBN. При порівнянні структури композитів відзначається неоднорідність розподілу порошку в результаті механічного змішування, а частинки TiN існують переважно у вигляді нерівномірно розподілених по об'єму агломератів. Мікроструктура ж композиту з порошків, на поверхнях яких є покриття, демонструє, що частинки cBN вбудовані у безперервній фазі TiN [2].

В ІНМ одержано надтвердий матеріал PcBN з однорідною структурою шляхом спікання за високого тиску порошків cBN, попередньо покритих титаном [3]. Результати рентгеноструктурного дослідження порошків з покриттям показали, що їх фазовий склад складають cBN, TiN і TiB_2. Це свідчить про те, що при осадженні відбувається хімічна взаємодія титану з нітридом бору. Згідно з даними розрахунків, товщина покриття на порошках марки КМ3/2 становила 0,2 мкм, а на порошках марки КМ7/5 – від 0,23 до 1,06 мкм. Оптимальні характеристики продемонстрували вихідні порошки КМ 3/2 з покриттям товщиною 0,20 мкм і КМ 7/5 з покриттям товщиною 0,23 мкм. У разі використання порошків з покриттями більшої товщини (0,6–1 мкм) зразки після спікання мали тріщини. Особливість структури нових композитів – це відсутність контактів безпосередньо між зернами cBN. В таких матеріалах частинки розділені шарами зв'язки зі сполук TiN і TiB_2 субмікронного розміру. Твердість отриманого композиту становить 30 ГПа. Результати випробування лезового інструменту з нового матеріалу при обробці сталі ХВГ твердістю HRC 58–60 за

режимів тонкого точіння свідчать, що його зносостійкість на 25–33 % вища, ніж зносостійкость інструменту, оснащеного PcBN марки киборит. До недоліків даної методики випробування потрібно віднести низьку швидкість обробки, яка не дозволила в повній мірі оцінити характеристики інструментів з нових матеріалів, призначених для використання в діапазоні високошвидкісного (150–200 м/хв) різання.

В проведеному авторами [4] дослідженні cBN з покриттям TiN був успішно синтезований методом рідкофазного осадження з використанням TiF_4 як джерела Ti. Кристалічна фаза шару покриття TiO_x була перетворена в Ti_4O_7 і TiN за допомогою спікання у відновлювальній атмосфері у вакуумній печі. Після цього покриття було повністю перетворено на фазу TiN при температурі спікання 1200 °C. Шари покриття мали приблизно однакову товщину 20–40 нм незалежно від температури спікання. Різальні інструменти з PcBN, виготовлені з використанням порошків cBN з покриттям з TiN, показали за даними авторів дослідження підвищену зносостійкість у важких умовах різання, забезпечуючи середній шлях різання 10766 м і ширину фаски зносу по задній поверхні 0,3 мм за 108 хв роботи. Така зносостійкість приблизно вчетверо вище, ніж у різального інструменту, оснащеного композитом, виготовленим з використанням порошку cBN без покриття.

Аналіз літературних джерел свідчить про те, що в якості покриття для порошків cBN використовуються Ti, TiN, TiB_2, CeO [5-10].

Так, з метою підвищення однорідності мікроструктури та збільшення міжфазної площі зерен в роботі [5] порошки cBN були покриті нанокристалічним TiN за допомогою золь-гель методу, який не вимагав ні необхідності коригування pH, ні використання поверхнево-активних речовин або добавок. На поверхні зерен cBN за рахунок реакцій гідролізу та конденсації ізопропоксиду титану (IV) утворювався однорідний шар аморфного оксиду титану нанометрової товщини. Аморфне покриття на порошку cBN було азотовано до отримання кристалічного покриття TiN шляхом обробки газоподібним NH_3 при 900 °C. Після азотування аморфний шар повністю перетворився на шар з нанокристалічних частинок TiN, які рівномірно покривали поверхню cBN. Даний підхід використано для створення композиту авторами [2]. В роботі [3] покриття на вихідні порошки наносили CVD методом [6] із використанням газотранспортної реакції при температурі 1200–1300 K. Транспортними агентами виступали іодиди титану. Безпосереднє покриття порошків cBN нітридом титану здійснювалось в [7] методом атомно-шарового осадження (ALD). Дослідження показали, що шар TiN реагує в аргоні Ar при $T \geq 1200\ ^{\circ}C$ з cBN і утворює пористий TiB_2 шар. Реакція в азоті не відбувається до температури 1600 ˚C. Тим не менш, тонкі покриття 20 і 50 нм зазнають рекристалізації.

В роботі [8] запропоновано використовувати металізоване покриття на керамічних частинках перед спіканням. Покриття на порошках cBN та алмазу було отримано осадженням розплавленої солі Ti. Отримані порошки піддавалися термічній обробці для перетворення шару покриття Ti в TiN на поверхні cBN і TiC на поверхні частинок алмазу, а також для видалення сполук титану нижчої валентності, які забруднюють шари покриття. Дані порошки в подальшому використовувались для спікання композитів за стандартних умов. В роботі [9] запропоновано використовувати порошки cBN з шаром покриття SiO_2 товщиною приблизно 50 нм, нанесеного методом ротаційного хімічного осадження із парової фази (RCVD). Автори [10] показали, що рівномірне та щільне покриття CeO_2 на зернах cBN сприяє змочуванню керамічними зв'язками. Крім того, отримані композити на основі cBN з склоподібним покриттям CeO_2 показали на 9,16 % вищу міцність при згинанні, що пов'язано із стабільним та надійним хімічним зв'язком, який виник через комбінацію зв'язків Ce–O–Al та N–Si у PcBN, вихідні частинки яких мають покриття CeO_2.

Методика досліджень

З метою нанесення покриття на мікропорошки cBN в даному дослідженні було використано метод CVD, який дозволяє отримати плівки з рівномірною товщиною на поверхнях складної форми. Газотранспортна реакція відбувалась при високих температурах (1200–1300 К). Перенесення металу реалізовано з використанням йодотранспортної реакції, яка за високих температур забезпечує утворення на поверхнях зерен cBN продуктів реакції титану, що осаджується, з азотом N та бором B [5]. Вміст титану на поверхнях частинок порошку з покриттям становив 5 мас.%. Покриття наносилось на суміш мікропорошків cBN марки КМ зернистістю 2/1 та 14/10 та 1,5 % алюмінію Al зернистістю 28/20.

Спікання композитів із порошків з покриттям відбувалось при тиску 7,7 ГПа і температурі 2300 °С в апараті високого тиску типу “тороїд” (ІНМ НАНУ).

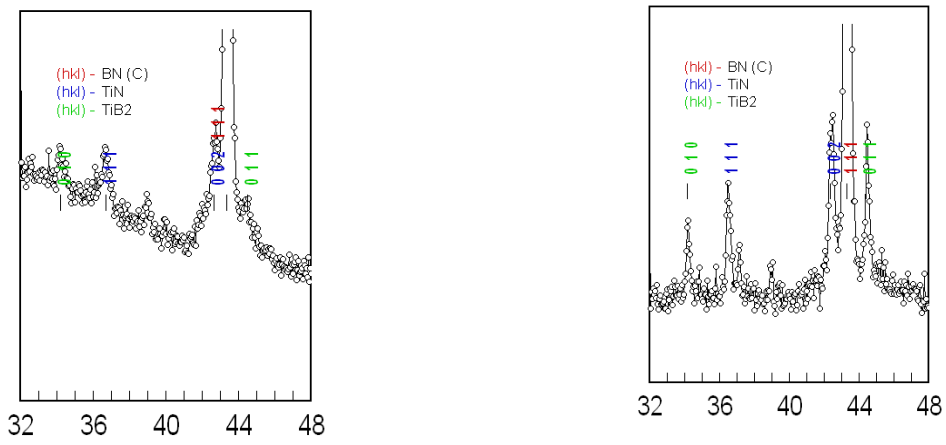
Для оцінки морфометричних параметрів зерен cBN та їх складу використано вдосконалений метод ідентифікації та кількісної оцінки геометричної форми проекції зерен абразивного порошку з викованням приладу DiaInspect.OSM фірми Vollstaedt Diamant GmnH з використанням системно-аналогового підходу [11].

Рентгенівські дослідження вихідних порошків та створених композитів PcBN проводили за дифрактограмами, отриманими в дискретному режимі на апараті ДРОН-4 (випромінювання CuKα, кутовий інтервал зйомки 20-84^0, крок сканування 0,050, експозиція в кожній точці 3 с). Первинну обробку рентгенівських даних виконували методом повнопрофільного аналізу. Для проведення якісного та кількісного фазового аналізу, уточнення параметрів кристалічних ґраток ідентифікованих фазових складових, а також для визначення параметрів реальної структури фаз (розміру блоків когерентного розсіювання, мікродеформації кристалічної гратки, напружень I роду) використовували оригінальний програмний пакет [12], який включає до себе повний комплекс процедур Рітвельда.

Експерименти з визначення зносостійкості різального інструменту виконано на токарному верстаті ФТ11. Оброблювались заготовки із загартованої сталі ХВГ твердістю 60–62 та 56–58 HRC. Обробку виконували інструментами, оснащеними PcBN торгової марки борсиніт (*НК* = 36,2 ± 2,6 GPa, K_{1C} = 11,7 ± 1,5 MPa·m$^{1/2}$) та експериментальним композитом, при виготовленні якого використано порошки з покриттям. Використано державку TRDNN 2525M07 з різальними пластинами RNMN 07T300T. Геометричні параметри інструмента: передній кут γ = -10°, задній кут α = 10°. Тип обробки – повздовжнє точіння без ударів, довжина шляху різання – 300 м. Режими різання були наступними: S = 0,12 мм/об; t = 0,2 мм; v = 140 та 220 м/хв. Стан різального інструменту оцінювали за допомогою оптичного мікроскопа зі збільшенням ×100. Зносостійкість інструменту оцінювалася за величиною швидкості зношування по задній поверхні.

Результати досліджень

Результати рентгенівського фазового аналізу дифрактограм вихідних порошків свідчать про те, що окрім кубічного нітриду бору cBN, досліджувані зразки містять продукти його хімічної взаємодії з титаном (фази TiN та TiB_2), а також інтерметалід TiAl (рис. 1).



а *б*

Рис. 1. Фрагменти дифрактограм порошку (а) та компакту (б)

Спікання цього порошку при температурі 2300 ºС та тиску 7 ГПа не призводить до суттєвих змін фазового складу (табл. 1), проте параметр кристалічної гратки нітриду TiN збільшується від 0,4244 нм до 0,4253 нм, а дифрактограма спеченого зразка окрім відбиттів, притаманних зазначеним вище фазам, містить також ще одне відбиття, належність якого до будь-якої з можливих фаз-продуктів взаємодії компонентів вихідної суміші не встановлена.

Таблиця 1. Фазовий склад (ваг.%) досліджених зразків

Зразок	Фазовий склад
Порошок	cBN (96) + TiN (2) + TiB_2 (1) + TiAl (1)
Компакт	cBN (96) + TiN (2) + TiB_2 (1) + TiAl (1)

При переході від порошку до компакту форма дифракційних піків дещо змінюється, що пов’язано із напруженнями I або/та II роду, які притаманні досліджуваним зразкам. Отримані результати визначення параметрів мікронапружень II роду (розмірів блоків когерентного розсіювання та мікродеформації гратки) та макронапружень I роду (розрахунок за формулою $\frac{E}{\mu} \cdot \frac{\Delta}{d_0}$ при E=256 ГПа, μ=20 для фази TiN) наведені в табл. 2.

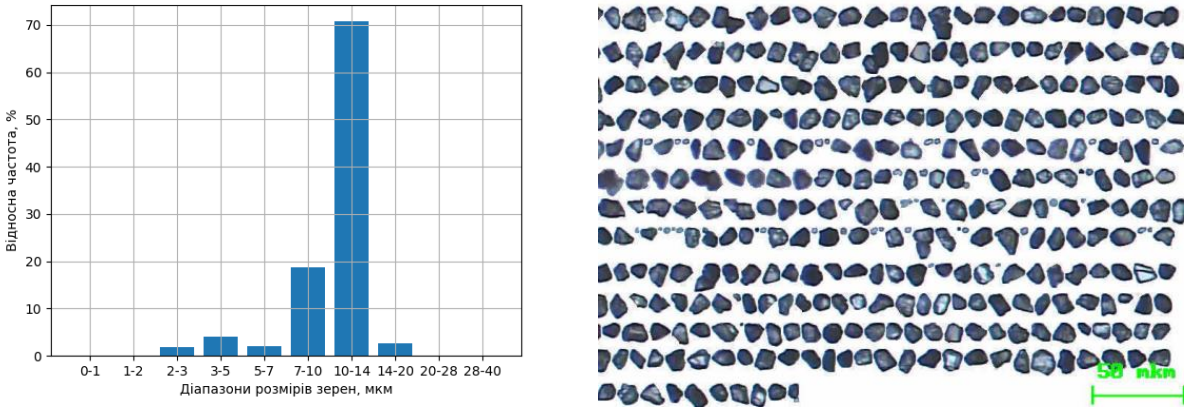
Таблиця 2. Параметри структури фаз cBN та TiN

Зразок	cBN			TiN			
	Параметр гратки, нм	Мікронапруження II роду		Параметр гратки, нм	Мікронапруження II роду		Макро-напруження I роду, ГПа
		розмір блоків, нм	Дефор-мація гратки, %		розмір блоків, нм	деформа-ція гратки, %	
Порошок	0,36161(2)	56(7)	0,11(1)	0,4244(1)	>100	-	-0,05-0,04
Компакт	0,36162(5)	27(1)	0,24(2)	0,42535(3)	20(3)	0,47(1)	- 0,02

Аналіз результатів рентгенівського структурного аналізу дає підстави припустити, що при осадженні титану на поверхню частинок порошку cBN формуються окремі конгломерати продуктів реакції з фаз TiN, TiB_2 та TiAl. Судячи з результатів, отриманих для TiN, мікронапруження в окремих зернах утворюваного нітриду титану відсутні, а поверхневий натяг сформованої при цьому плівки існує, але визначеного напрямку не має, про що свідчить велика похибка в визначенні параметрів гратки TiN та значна дисперсія значень, розрахованих за різними відбиттями значень напружень I роду (табл. 2).

При компактуванні зазначеного порошку розмір кристалітів фаз у межах окремих зерен зменшується, а деформація кристалічної гратки зростає. Вочевидь, також відбувається пересичення нітриду титану азотом (суттєве збільшення параметру його гратки), а сформована при цьому плівка суто зорієнтована в напрямку (022).

Результати морфометричної діагностики порошку КМ 14/10 виявили розподіл фракцій мікропорошків за розмірами (гістограма на рис. 2, *а*), форми їх проекцій (рис. 2, *б*) та такі параметри як середні значення площі поверхні зерен та їх об'єм (табл. 3).



а *б*

Рис. 2. Гістограма розподілу за розміром (а) та зображення проекцій зерен (б) мікропорошків 14/10

Таблиця 3. Морфометричні параметри мікропорошків

Тип мікропорошку	Середній об'єм зерен V, мкм^3	Середня площа поверхні зерен $S_{пов}$, мкм^2	Число зерен в одному караті, млн. шт.	Середня площа проекції зерна, мкм^2	Середній периметр проекції зерна, мкм
КМ 14/10	388,56	299,78	147,480	81,39	35,37

Аналіз результатів дослідження поверхні порошків cBN з покриттям, виконаного рентгенівським дифракційним методом, продемонстрував, що їх фазовий склад характеризується наявністю cBN, TiN та TiB_2. Вказане пояснюється тим, що під час нанесення покриттів спостерігається реакція нітриду бору з титаном, який характеризується великою хімічною активністю, що обумовлює протікання реакції [3]:

$$BN + 3/2\ Ti = TiN + 1/2\ TiB_2$$

Товщину шару покриття доцільно оцінити аналітичним методом, оскільки експериментальний підхід пов'язаний зі значними труднощами та вимагає використання

обладнання для іонного травлення. Було проведено відповідні розрахунки, які враховують дані щодо реальної площі поверхні частинок порошку, отримані за допомогою морфометричних вимірювань. Результати розрахунків товщини покриття Δh_c на зернах мікропорошку КМ 14/10 показали, що для вмісту титану 5% товщина покриття складає 0,32 мкм.

Експериментальні дослідження кінетики та морфології зношування інструменту, отриманого з використанням порошків з покриттям та стандартних пластин з PcBN, показали, що морфологія зношених поверхонь обох інструментів, на відміну від кількісних параметрів зносу, однотипна (рис. 3) і характеризується наявністю фасок зносу на задніх та лунок на передніх поверхнях інструментів. Кількісна характеристика кінетики їх зношування приведена на діаграмі (рис. 4), яка демонструє ефект впливу швидкості різання на інтенсивність зношування досліджуваних композитів.

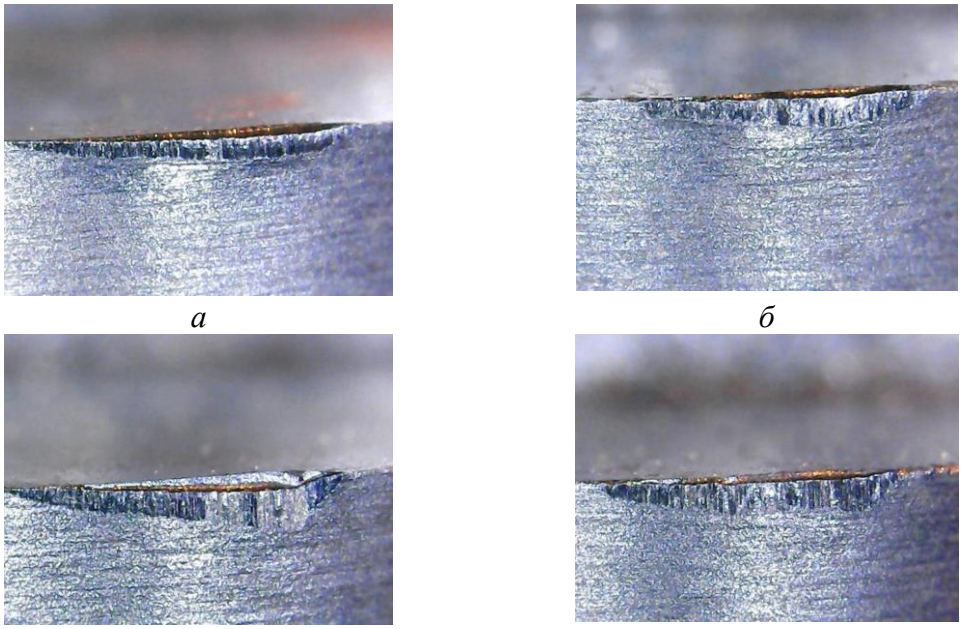


Рис. 3. Зовнішній вигляд зношених ділянок інструменту: а – борсиніт; б – PcBN(c) (v = 140 м/хв); в – борсиніт; г – PcBN(c) (v = 220 м/хв)

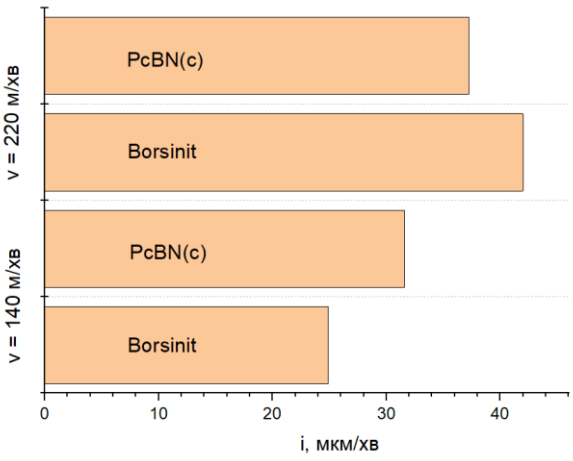


Рис. 4. Швидкість зношування інструментів при швидкостях різання v = 140 м/хв та v = 220 м/хв

В діапазоні середніх швидкостей різання (140 м/хв) інструмент з PcBN борсиніт характеризується меншою швидкістю зношування (25 мкм/хв) у порівнянні з інструментом (32 мкм/хв) із композиту, виготовленого з порошку із покриттям (PcBN(c)), що пов'язано з його більшою твердістю і, відповідно, більш високою здатністю до опору абразивно-механічному впливу при зношуванні. Зі збільшенням швидкості до 220 м/хв інтенсивність зношування інструментів з обома композитами зростає, але в даному випадку меншою величиною швидкості зношування характеризується інструмент, оснащений PcBN(c), – 42 та 37 мкм/хв відповідно. Така закономірність пов'язана зі зростанням ефективності застосування інструменту, виготовленого із використанням порошків з покриттям, при збільшенні швидкості різання, і у цілому характерна для інструментів з PcBN зі значним (30-40%) вмістом керамічних добавок типу TiN, TiC, TiCN. В даному випадку аналогічний ефект спостерігається при значно меншому вмісті складової TiN, яка утворюється при використанні Ti в кількості 5% від маси порошку cBN в процесі CVD нанесення покриття, що свідчить про збереження високих механічних властивостей надтвердих композитів, виготовлених за даним методом.

Висновки

Результати рентгенівського фазового аналізу дифрактограм вихідних порошків свідчать про те, що окрім кубічного нітриду бору cBN, ці зразки містять продукти його реакційної взаємодії з титаном (фази TiN та TiB_2), а також інтерметалід TiAl.

Результати розрахунків товщини покриття на зернах мікропорошку КМ 14/10 з урахуванням даних щодо хімічної реакції, яка відбувається при нанесенні покриття методом CVD, та результатів визначення морфометрії порошку показали, що для кількості титану 5% відносно маси порошку товщина покриття складає 0,32 мкм.

Використання у різальному інструменті композитів, отриманих з вихідних порошків з покриттям, дозволяє знизити швидкість зношування інструменту при високошвидкісному (220 м/хв) різанні загартованої сталі у порівнянні з інструментом, оснащеним стандартним композитом PcBN. В умовах переважно абразивно-механічного зношування при швидкості 140 м/хв ефективність інструменту з новим композитом низька.

A. Manohin, Yu. Melniichuk, S.A. Klymenko[1], **M. Semenko**[2], **G. Petasyuk, A. Fylypovych, S. Klymenko**, **Yu. Ryzhov**[1]

[1]*V.N. Bakul Institute for superhard materials of NAS of Ukraine, Kyiv*
[2] *Taras Shevchenko National University of Kyiv*

TOOL MADE OF CUBIC BORON NITRIDE POWDER WITH CVD COATING

In order to increase the effectiveness of PcBN cutting tools, titanium coatings were deposited to the micropowders used in composite sintering. When using the CVD method, metal transport is implemented using the iodine transport reaction, which at high temperatures ensures the formation of titanium reaction products precipitated with N and B on the surfaces of cBN grains. The results of the X-ray phase analysis of the diffractograms of the powders indicate that in addition to cubic boron nitride these samples contain the products of its reaction with titanium (TiN and TiB2 phases), as well as the intermetallic TiAl. The sintering of composites from coated powders at a pressure of 7.7 GPa and a temperature of 2300 °C in a toroid-type high-pressure apparatus does not lead to significant changes in the phase composition, but the crystal lattice parameter of TiN nitride increases from 0.4244 nm to 0.4253 nm. Comparative studies of the new composite effectiveness demonstrated a reduction in its wear intensity during high-speed cutting of hardened steel in comparison with a standard PcBN composite.

***Key words**: PcBN tool, CVD coating, cBN powders, wear intensity, morphometry.*

Література

1. Шульженко А. А., Беженар Н. П., Ткач С. В. и др. Формирование структуры и твердость композитов кубического нитрида бора при реакционном спекании на твердосплавной подложке. *Сверхтвердые матер*. 2005. № 3. С. 3–13.
2. Malik A. U., Park H. S., Lee D. J., Ryu H. J., Hong S. H. Polycrystalline cubic boron nitride sintered compacts prepared from nanocrystalline TiN coated cBN powder. *Materials Science and Engineering: A.* 2012. Vol. 552. P. 151–156.
3. Беженар М. П., Коновал С. М., Гарбуз Т. О., Весна В. Т., Ткач В. М., Романенко Я. М. Одержання надтвердих композитів з однорідною структурою при спіканні в умовах високого тиску порошків cBN, вкритих титаном. *Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения*. Сб. науч. тр. Вып. 18. Киев: ИСМ им. В.Н. Бакуля, НАН Украины, 2015. С. 360–365.
4. Lee Y.-S., Kang T.-W., Kim S.-W., Lee Y.-J., Shin D.-W., Kim J.-H., Improving wear resistance of cBN-based cutting tools using TiN coating on cBN powder surface, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. 2021. Vol. 631. P. 127758.
5. Umer, M. A., Park, H. S., Lee, D. J., Ryu, H. J., Hong, S. H. (). A sol–gel route to nanocrystalline TiN coated cubic boron nitride particles. *Journal of Alloys and Compounds.* 2011. Vol. 509, N 41. P. 9764–9769.
6. Весна В. Т., Маслов В. П. Взаимодействие кубического нитрида бора с иодидами титана. *Порошковая металлургия*. 1984. № 10. С. 57–59.
7. Hering, B.; Wolfrum, A.-K.; Gestrich, T.; Herrmann, M. Thermal Stability of TiN Coated cubic Boron Nitride Powder. *Materials*. 2021. Vol. 14, P. 1642. DOI: 10.3390/ma14071642].
8. Daoush, W. M., Park, H. S., Hong, S. H. Fabrication of TiN/cBN and TiC/diamond coated particles by titanium deposition process. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. 2014. Vol.24, N11. P. 3562–3570.
9. Kitiwan, M., Ito, A., Zhang, J., & Goto, T. Densification and mechanical properties of cBN–TiN–TiB_2 composites prepared by spark plasma sintering of SiO_2-coated cBN powder. *Journal of the European Ceramic Society*. 2014. Vol.34, N. 15. P. 3619–3626.
10. Shi, J., He, F., Xie, J., Liu, X., & Yang, H. Preparation and characterization of vitrified CeO_2 coated cBN composites. *Ceramics International*. 2019. Vol. 45. – P. 19704–19709.
11. Petasyuk G.A. A system–analogue method of identification of geometric shape of the abrasive grain projection. *J. Superhard Mater.* 2016. Vol. 38, N 4. P. 277–287. DOI: 10.3103/S1063457616040092.
12. Dashevskyi M., Boshko O., Nakonechna O., Belyavina N. Phase transformations in equiatomic Y–Cu powder mixture at mechanical milling. *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.* 2017. Vol. 39, N 4. P. 541–552.

Надійшла 12.09.23

References

1. Shulzhenko, A. A., Bezhenar, N. P., Tkach, S. V. Et al. (2005). Formirovanie struktury i tverdost kompozitov kubicheskoho nitrida bora pri reaktsionnom spekanii na tverdosplavnoi podlozhke [Structure formation and hardness of cubic boron nitride composites by reaction sintering on a carbide substrate]. *Sverkhtverdye mater*ialy . *Superhard materials*, 3, 3–13 [in Russian].

2. Malik, A. U., Park, H. S., Dong, J. L., et al. (2012). Polycrystalline cubic boron nitride sintered compacts prepared from nanocrystalline TiN coated cBN powder. *Materials Science and Engineering: A, 552*, 151–156.
3. Bezhenar, M. P., Konoval, S. M., Harbuz, T. O., et al. 2015. Oderzhannia nadtverdykh kompozytiv z odnoridnoiu strukturoiu pry spikanni v umovakh vysokoho tysku poroshkiv cBN, vkrytykh tytanom [Obtaining superhard composites with a homogeneous structure by sintering titanium-coated cBN powders under high 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.* (18nd Issue, p. 360–365). ISM im. V.N. Bakulia, NAN Ukrainy [in Ukrainian].
4. Lee, Y.-S., Kang, T.-W., Kim, S.-W., et al. (2021). Improving wear resistance of cBN-based cutting tools using TiN coating on cBN powder surface. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, *631*, 127758.
5. Umer, M. A., Park, H. S., Lee, D. J., et al. (2011). A sol–gel route to nanocrystalline TiN coated cubic boron nitride particles. *Journal of Alloys and Compounds*, *509*(41), 9764–9769.
6. Vesna, V. T., & Maslov, V. P. (1984). Vzaimodeistvie kubicheskoho nitrida bora s yodidami titana [Interaction of cubic boron nitride with titanium iodides]. *Poroshkovaia metallurhiia – Powder metallurgy*, *10*, 57–59. [in Russian].
7. Hering, B.; Wolfrum, A.-K.; Gestrich, T., & Herrmann, M. (2021). Thermal Stability of TiN Coated cubic Boron Nitride Powder. *Materials*, *14*, 1642.
8. Daoush, W. M., Park, H. S., & Hong, S. H. (2014). Fabrication of TiN/cBN and TiC/diamond coated particles by titanium deposition process. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, *24*(11), 3562–3570.
9. Kitiwan, M., Ito, A., Zhang, J., & Goto, T. (2014). Densification and mechanical properties of cBN–TiN–TiB_2 composites prepared by spark plasma sintering of SiO_2-coated cBN powder. *Journal of the European Ceramic Society, 34*(15), 3619–3626.
10. Shi, J., He, F., Xie, J., Liu, X., & Yang, H. (2019). Preparation and characterization of vitrified CeO_2 coated cBN composites. *Ceramics International, 45*, 19704–19709.
11. Petasyuk, G.A. A (2016). System–analogue method of identification of geometric shape of the abrasive grain projection. *J. Superhard Mater*, *38*(4) 277–287.
12. Dashevskyi, M., Boshko, O., Nakonechna, O., & Belyavina, N. (2017). Phase transformations in equiatomic Y-Cu powder mixture at mechanical milling. *Metallofizika Noveishie Tekhnologii – Metallophysics and advanced technologies, 39*(4), 541–552.

УДК 621.941 DOI: 10.33839/2708-731X-24-1-315-321

Л.М. Девін, д-р техн. наук; **С.В. Ричев**, **В.М. Нечипоренко**, **О. В. Грязев**[1]; **А.А. Скрипник**[2]

[1]Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська 2, 04074 м. Київ, e-mail: ldevin@ism.kiev.ua; richev.sergrey@gmail.com
[2]Національний технічний університет України "Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського", пр. Берестейський 37, 03056, м. Київ, Україна

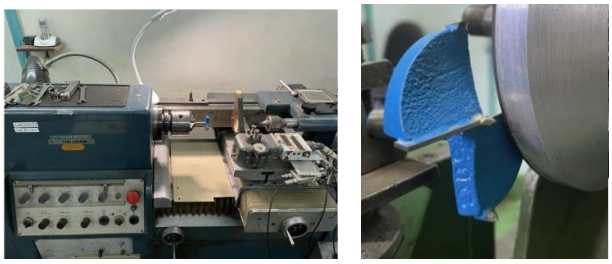
ДОСЛІДЖЕННЯ ПРОЦЕСУ ФОРМУВАННЯ ОТВОРУ СВЕРДЛАМИ ФОРСТНЕРА

В роботі проведений аналіз впливу режимів різання та зносу різця на утворення дефектів отвору ДСП при різанні свердлом Форстнера. В процесі дослідження визначали основні етапи формування отвору в ДСП, а також значення осьової сили P_0 на всіх етапах обробки. Для оцінки якості отвору визначали безрозмірний критерій розшарування F_{ed}. Встановлено, що знос пластин свердла призводить до збільшення середньої P_0 та максимальної $P_{0\,max}$ осьової сили різання.

***Ключові слова**: свердління, свердло Форстнера, осьова сила P_0, ДСП,* критерій розшарування F_{ed}

Дослідження виготовлення отворів свердлом Форстнера є досить актуальним, так як це майже незамінний різальний інструмент, який хоч і має аналоги, але залишається специфічним і популярним у меблевій індустрії та інших виробництвах, пов'язаних з обробкою деревини. Так, в роботі [1] розглянуто математичну модель для прогнозування шорсткості просвердленого отвору на прикладі матеріалу ДСП марки IS 3087. В той же час, досліджень стосовно силових закономірностей, режимів свердління та якості отворів в достатній кількості немає, особливо для конструкцій свердла з напаяними пластинами з твердих сплавів.

Тому метою даної роботи було визначення сил різання під час зносу свердла та дослідження процесу утворення дефектів на поверхні отворів з ДСП. Суть дослідження полягала у вимірюванні та подальшому аналізі осьової сили P_0, а також дефектів на поверхні ДСП.



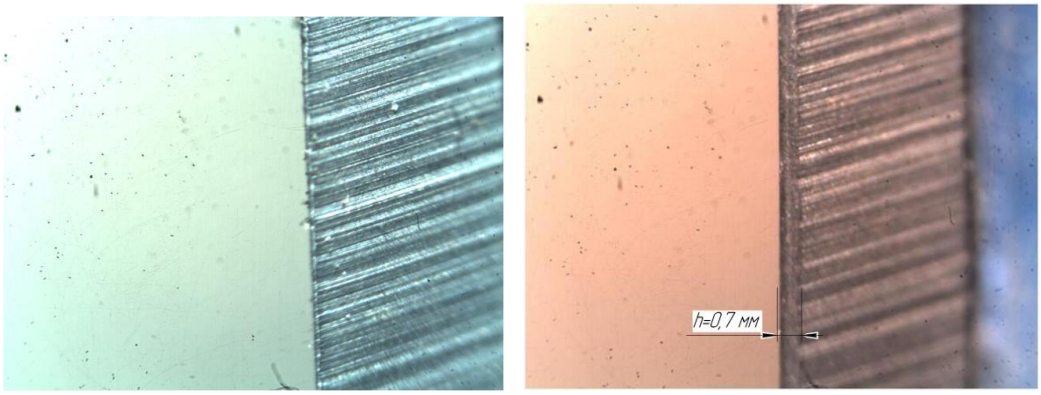
а *б*

Рис. 1. Автоматизована система для дослідження процесу свердління (а), процес заточки свердла Форстнера на верстаті Safag Spinesso 38 (б)

Осьову силу P_0 визначали на автоматизованому стенді на базі токарного верстата з ЧПУ мод. ТПК 125ВМ [2] (рис 1, *а*).

Експериментальні дослідження виконували при свердлінні ДСП свердлом Форстнера діаметром 60 мм з напаяними пластинами з твердого сплаву ВК6М. Матеріал хвостовика – Сталь 45. Експериментальна серія складалася з чотирьох дослідів для гостро заточеного свердла та свердла, що мало знос h_z=0,7 мм. Для заточування свердла був використаний верстат *Safag Spinesso 38* (Швейцарія) (рис 1б), з частотою обертання шпинделя 1850 об/хв. Для заточки застосовували алмазний круг 11А2 (125×30×10×5×32) АСМ 60/40 зі зв'язкою В1-11, а також змащувально-охолоджуючу рідину *FUCHS EcoCool 68f2* (США). Подача на оберт S була фіксована і дорівнювала S = 0,1 мм/об. Використовували дискретні значення швидкості різання в діапазоні v = 85–226 м/хв.

Осьову силу вимірювали за допомогою динамометра УДМ-100. Сигнали від динамометра по двох каналах через підсилювач надходили на АЦП ADA-1406 з частотою опитування 100 кГц. Управління АЦП ADA-1406 здійснювали програмою *PowerGraph* [3]. Для кожного досліду проводили обробку даних для визначення осьової сили P_0, а також за допомогою аналізатора спектру в програмі PowerGraph визначали максимальну амплітуду та частоту сигналу під час свердління. Обробка даних включала корекцію даних (виключення дрейфу нуля та інших похибок вимірювань). Зображення кромок свердла (рис. 2) отримували використовуючи мікроскоп із фотокамерою для передачі даних зображення на ПК через USB порт. Максимальний масштаб 40:1. Дані на ПК реєстрували в програмі *Image Analyse IA*. Якість отвору на поверхні ДСП визначали за допомогою аналізу зображень в програмах САПР, а саме – визначали площу розшарування.



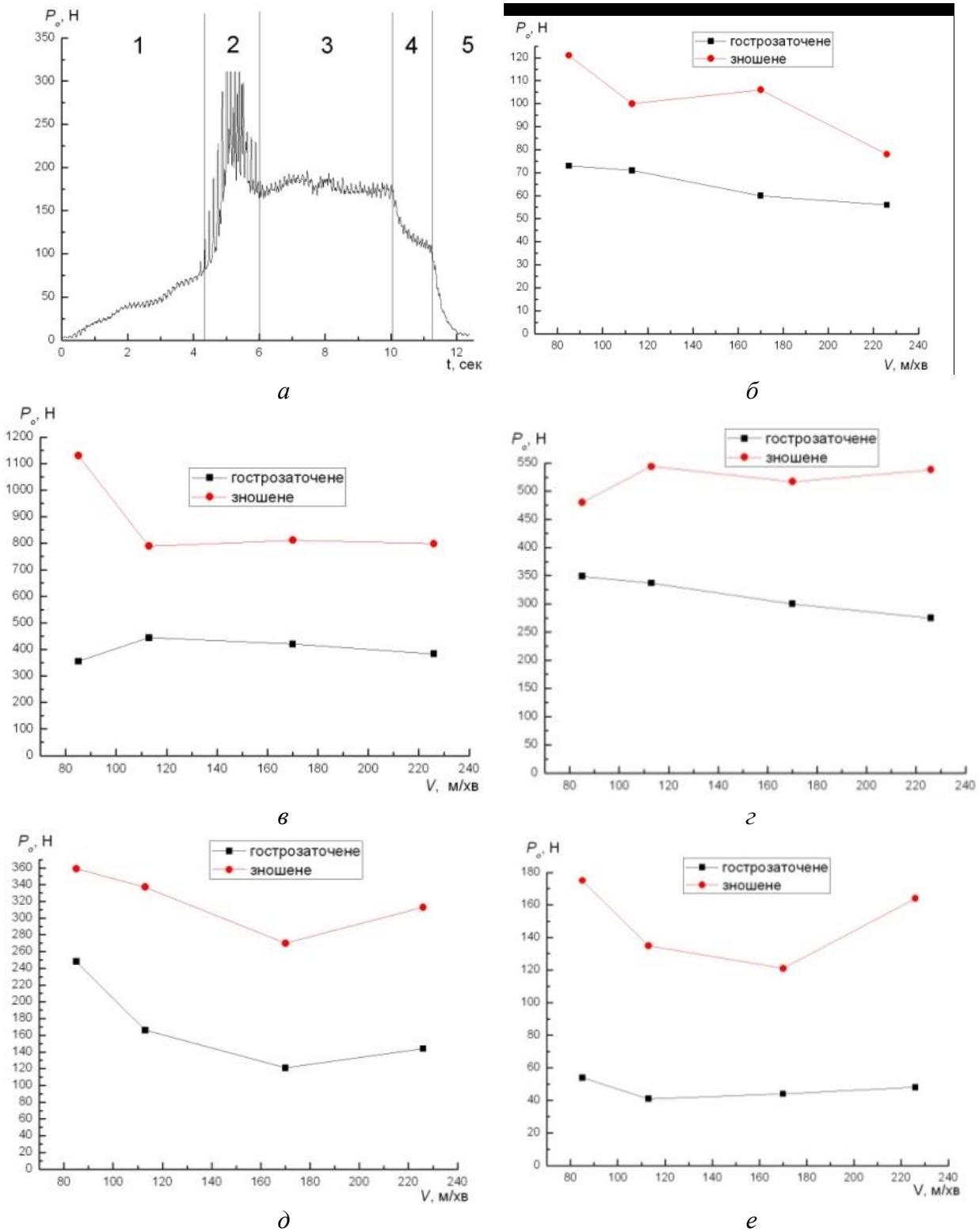
а *б*

Рис. 2. Зображення кромок свердла: а – гостро заточене, б – зношене

На етапі аналізу процесу свердління осцилограму умовно розділили на 5 основних етапів (рис. 3, *а*): 1 – центрування, 2 – ділянка врізання бокових та основних кромок свердла, 3 – ділянка стаціонарного процесу свердління, 4 – ділянка зупинки подачі при обертанні свердла, та 5 – вихід свердла. Порівняльні результати виміру середньої осьової сили для кожної ділянки при свердлінні гострим та зношеним свердлами представлені на рис. 2, *б-е*.

Як видно з результатів дослідження, найбільша осьова сила виникає при врізанні основних та бічних кромок свердла на другій ділянці. На цій же ділянці значення сили для зношеного свердла майже в два рази перевищує осьову силу для гостро заточеного різця. З цього можна зробити висновок про важливість контролювання зносу кромок свердла. Також видно, що збільшення швидкості різання призводить до зменшення осьової сили P_0 на ділянці стаціонарного процесу свердління, та майже не змінюється на етапі врізання для гостро заточеного свердла. Враховуючи, що ці дві ділянки найсуттєвіше впливають на формування отвору, рекомендовано виконувати різання з великим швидкостями.

Працездатність свердла обумовлюється також максимальною силою, яка виникає під час свердління. Максимальні скачки осьової сили можуть призвести до сколів, погіршення якості отвору (великим виривам та розшаруванню поверхні на периферії отвору) та пришвидшеного зносу свердла. На рис. 4 наведено графіки зміни $P_{0\,\max}$ від швидкості різання.



а *б*

в *г*

д *е*

Рис. 3. Осцилограми процесу свердління, схематичне зображення стадій свердління та їх відповідність ділянкам зареєстрованої осьової сили P_0 (а), а також залежності осьової сили P_0 від швидкості різання при сталій подачі для ділянок 1 (б), 2 (в), 3 (г), 4 (д) та 5 (е)

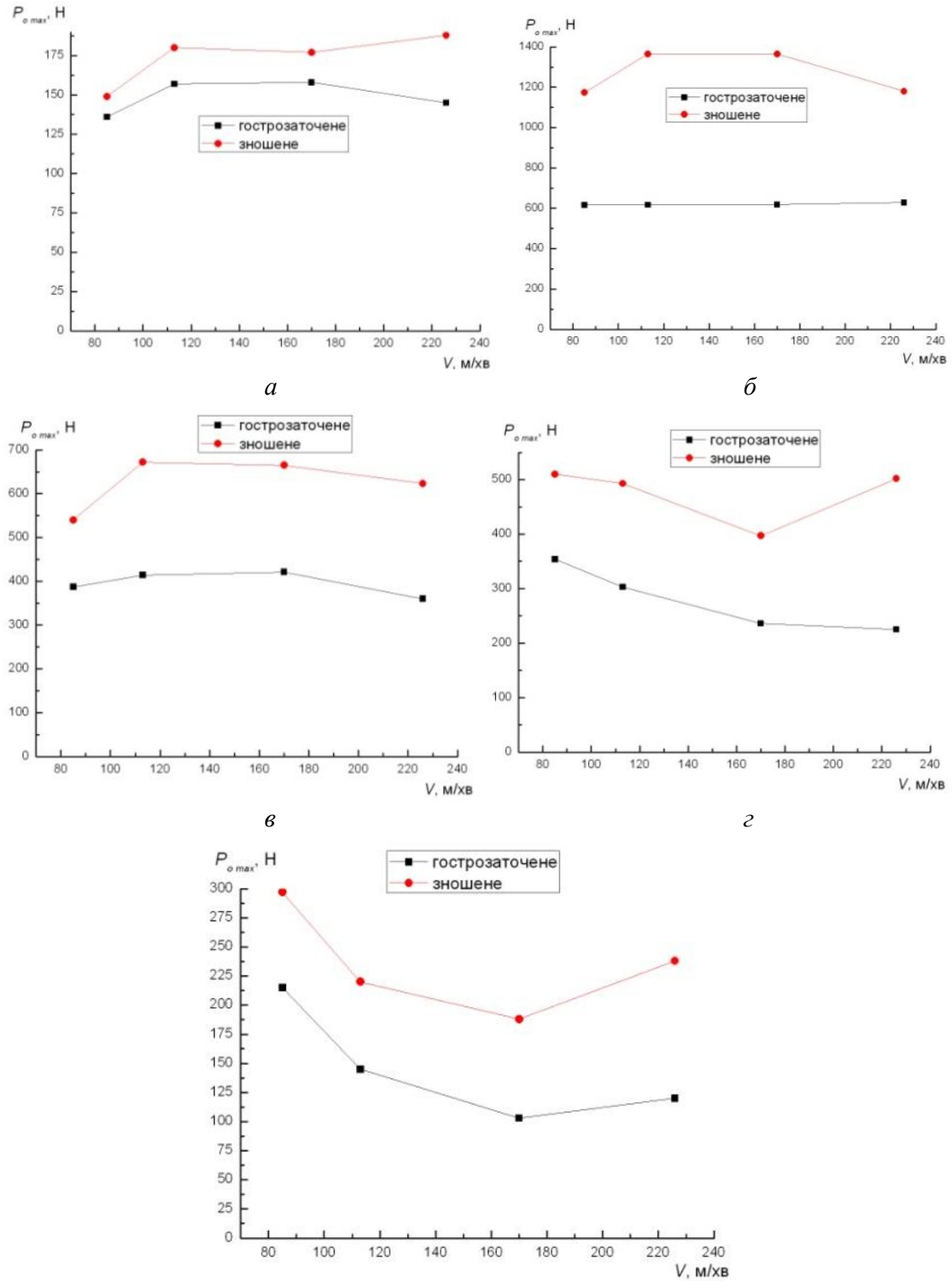


Рис. 4. Залежності максимальної осьової сили $P_{0\,max}$ від швидкості різання при сталій подачі для ділянок 1(а), 2(б), 3(в), 4(г), 5(д)

Як видно з рис. 4, характер зміни максимальної осьової сили відрізняється від середніх значень. Тому можна зробити висновок, що врахування максимальних осьових сил є важливим при формуванні отвору свердлами Форстнера. Так, майже для всіх ділянок свердління максимальна осьова сила $P_{0\max}$ зменшувалася при великих значеннях швидкості різання для гострозаточеного свердла. Тому для отримання більш якісних отворів доцільно вибирати швидкість різання v більшою за 170 м/хв.

Важливою складовою процесу свердління є визначення вібрацій, які виникають під час різання ДСП. На рис. 5 представлені графіки залежності максимальної частоти та амплітуди коливань сили, перпендикулярної осьовій, в програмі Power Graph за допомогою функції спектрального аналізу сигналу.

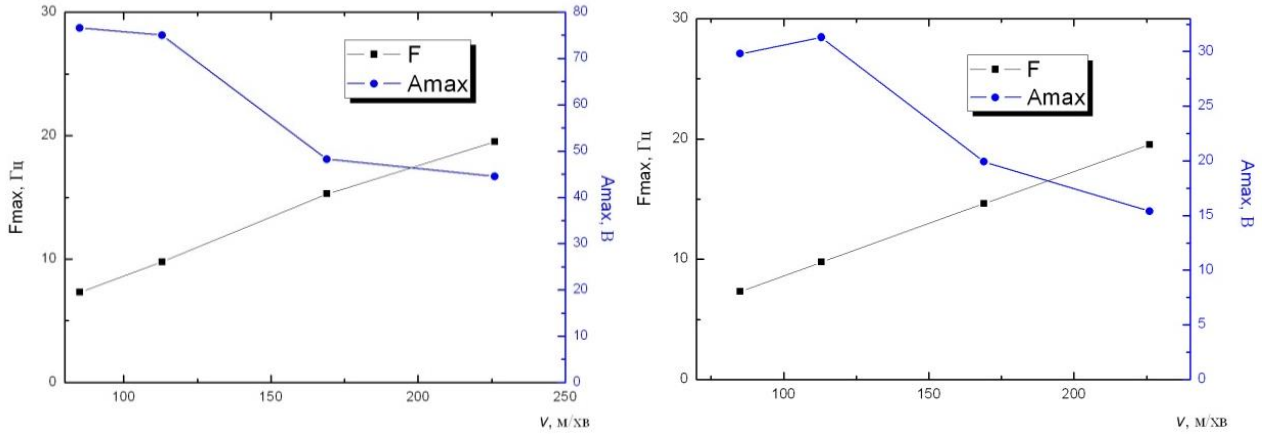


Рис. 5. Графіки залежності максимальної частоти коливань сили F_{max} та максимальної амплітуди коливань A_{max} для гостро заточеного (а) та зношеного свердла (б)

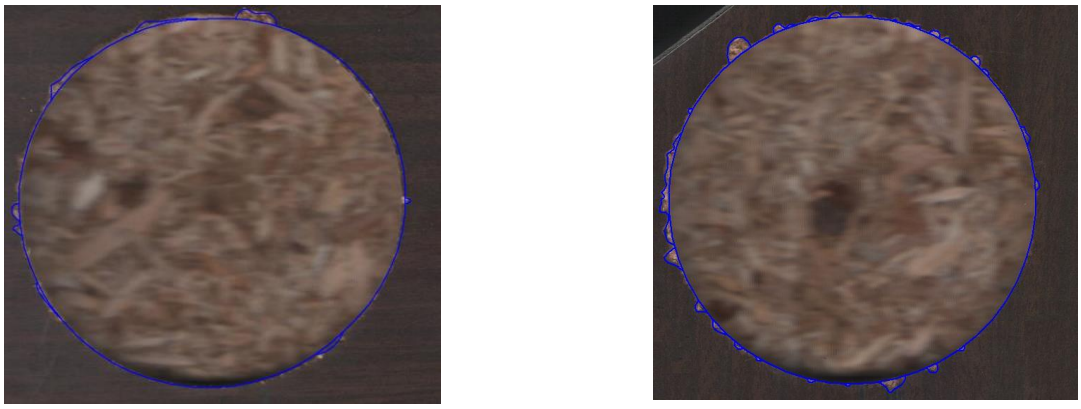
Інтенсивне зниження амплітуди максимальних коливань, починаючи зі значень швидкості v більше за 110 м/хв, також підтверджує доцільність обробки на високих швидкостях різання для отримання більш якісного отвору. Це в подальших дослідженнях показав аналіз зображень поверхонь ДСП просвердлених отворів.

На відміну від процесів точіння, де якість обробленої поверхні визначається шорсткістю, для свердління доцільно оцінювати якість обробки по розшаруванню отворів на поверхні ДСП. Форма розшарування є непередбачуваною навіть для однакових умов свердління. Існує декілька методів, які одночасно враховують і кількість і розподілення розшарування ДСП навколо отвору. Один із таких методів був запропонований C.C. Tsao [4]. Цей критерій F_{ed} (2), який визначається за формулою 2, є безрозмірним і загалом оснований на критерії F_d (1). Але він рахується як відношення не максимального діаметру розшарування (D_{max}), а середнього діаметра розшарування D_e до діаметру отвору D_{nom}. Діаметр D_e розраховується за площею розшарування S_d і S_{nom} та кола просвердленого отвору, що має діаметр D_{nom} (3).

$$F_d = \frac{D\max}{Dnom}, \tag{1}$$

$$F_{ed} = \frac{D_e}{D_{nom}}, \tag{2}$$

$$D_e = \sqrt[2]{\frac{4S_d(S_d + S_{nom})}{\pi}}, \tag{3}$$



а *б*

Рис. 6. Вимірювання величини дефектів розшарування для гостро заточеного свердла (а), зношеного (б); режими свердління – S = 60 м/хв, n = 600 об/хв, v = 113 м/хв

Згідно до запропонованого критерію отримані результати (рис. 6) при швидкості різання v = 113 м/хв для гостро заточеного свердла F_{ed} = 1,006 та для F_{ed} = 1,019. Можна побачити, що обробка гостро заточеним свердлом обумовлює більш високу якість поверхні ДСП у отворі з меншим розшаруванням, що підтверджують значення критерію F_{ed}.

Висновки

Проведено дослідження формування отворів у ДСП свердлом Форстнера з напаяними пластинами з твердого сплаву. Встановлено, що знос пластин свердла призводить до збільшення середньої P_0 та максимальної $P_{0\,\max}$ осьової сили різання. Максимальну силу фіксували на етапі врізання бокових та основних кромок свердла. Вони в 2-5 разів перевищували значення сили на інших ділянках. Тому важливо вибирати режими різання з мінімальними значеннями саме на цьому етапі свердління. Для підвищення ефективності процесу свердління ДСП і підвищення якості отворів обробку слід проводити з швидкістю різання, більшою за 170 м/хв. Обробка гостро заточеним свердлом обумовлює більш високу якість отвору з меншим розшаруванням поверхні ДСП, що підтверджують значення критерію F_{ed}.

L. Devin, S. Rychev, V. Nechyporenko, O. Hriazev, A. Skrypnyk

[1]V. Bakul Institute for superhard materials NASU Ukraine
[2]National Technical University of Ukraine «Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute»

RESEARCH OF THE PROCESS OF HOLE FORMATION WITH FORSTNER DRILLS

The paper analyzes the influence of the regimes of cutting and wear of the cutter on the formation of defects in the chipboard hole when cutting with a Forstner drill. In the course of the study, the main stages of the formation of the hole in chipboard were identified, as well as the value of the axial force P_0 at all defined stages of processing. To assess the quality of the hole, the dimensionless F_{ed} delamination criterion was determined. It was established that the wear of the drill plates leads to an increase in the average P_0 and the maximum $P_{0\,max}$ of the axial cutting force.

***Key words**: drilling, Forstner drill, axial force P_0, chipboard, F_{ed} delamination criterion*

Література

1. Prakash S., Mercy J. L., Palanikumar K., Putti Venkata Siva Teja, Mohamed Shaqir Tanvir. Empirical Modeling of Roughness Parameters in Drilling Composites – A Response Surface Approach. *Materials Today: Proceedings.* 2019. Vol. 16, N 2. P. 1117–1123.
2. Девин Л.Н. Прогнозирование работоспособности металлорежущего инструмента. К.: Наукова думка, 1992. .131с.
3. Девин Л.Н., Сулима А.Г. Применение пакета Power Graph для исследования процесса резания. *Промышленные измерения, контроль, автоматизация, диагностика (ПиКАД)*. 2008. № 3. С. 24–26.
4. Tsao C. C., Kuo K. L., Hsu I. C. Evaluation of a novel approach to a delamination factor after drilling composite laminates using a core–saw drill. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2012. Vol. 59, N 5. 617–622.

Надійшла 27.07.23

References

1. Prakash S., Mercy J. L., Palanikumar K., et al. (2019). Empirical Modeling of Roughness Parameters in Drilling Composites – A Response Surface Approach. *Materials Today: Proceedings, 16*(2), 1117–1123.
2. Devin, L.N. Prohnozirovanie rabotosposobnosti metallorezhushcheho instrumenta. Naukova dumka [in Russian].
3. Tsao, C. C., Kuo, K. L., & Hsu, I. C. (2012). Evaluation of a novel approach to a delamination factor after drilling composite laminates using a core–saw drill. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, *59*(5), 617–622.

УДК 621.791.72 DOI: 10.33839/2708-731X-24-1-321-331

М.Ю. Єфіменко, аспірант[1]; **М.О. Цисар, І.М. Клочков, С.І. Мотруніч, О.А. Каток**[2], **А.М. Бабак, Я.Б. Головенько**[1], кандидати технічних наук

[1]Національний технічний університет України «Київський політехнічний інститут ім. Ігоря Сікорського», пр. Перемоги 37, 03056 м. Київ, e-mail: maks.efimenko.9925@gmail.com
[2]Інститут електрозварювання ім. Є.О. Патона НАН України, вул. Казимира Малевича 11, 03680, М. Київ, e-mail: ts_maxim@ukr.net

ЗАЛЕЖНІСТЬ ШОРСТКОСТІ ПОВЕРХНІ SLM 3D ДРУКОВАНИХ ІМПЛАНТАТІВ НА ОСНОВІ ПОРОШКУ Ti-6Al-4V ВІД ТИПУ ОБРОБКИ

Через військові дії на території України питання металевих та керамічних імплантатів стало дуже актуальним, а вимоги до їх якості суттєво зросли. Наукові дослідження у цій сфері показали, що ефективність хірургічного втручання значною мірою залежить від біосумісності імплантату та організму людини, що в свою чергу значною мірою залежить від морфології поверхні останнього. Невідповідна підготовка поверхні імплантату може призводити до відторгнення із ймовірністю 13...15%, а пов'язано це із обмеженою кількістю методів підготовки відповідних поверхонь. Отримані результати експериментального дослідження методів обробки показали їх повну придатність згідно міжнародних стандартів, хоча деякі з них не регламентовані міжнародними фірмами-виробниками приладів для 3D друку. Експериментально підтверджено, що деякі методи підготовки, що

складаються лише з якоїсь однієї дії, можуть бути достатніми. Встановлено, що шорсткість поверхні змінюється в межах 0,5…2 мкм, а розмір гранул піску при піскоструменевій обробці суттєво не впливає на шорсткість поверхні. Показано, що є додаткові методи обробки поверхні, які можуть збільшити успіх при проведенні операцій та в процесі післяопераційної реабілітації.

Ключові слова: *3D друк, SLM, Ti-6Al-4V, морфологія поверхні, шорсткість, остеоінтегративні властивості, імплантат.*

Вступ

Хірургічні імплантати різного типу – металеві та керамічні, з різними покриттями чи без них – в широкому спектрі використовуються в стоматології. Менш розповсюдженими та більш вартісними є суглобні імплантати. Проте останнім часом у зв'язку із військовим станом в Україні виникла необхідність в черепно-лицьових імплантатах, щелепних імплантатах, спроможних замінити частину щелепи, кісткових імплантатах, спроможних замінити частини кістки, або повністю частину скелету.

Титанові сплави та виготовлені на їх основі металокерамічні композиції досі залишаються найефективнішими матеріалами для створення імплантатів та інших медичних виробів. З точки зору біосумісності для імплантатів, що тривало працюють в живому організмі, перевага за використанням чистого титану, який, на відміну від своїх сплавів, не містить шкідливих для живого організму легуючих добавок, має високу пластичність, але недостатні характеристики циклічної довговічності. Для поліпшення властивостей поверхневих шарів титану та покращення біоінертних особливостей використовуються методи формування додаткових покриттів, одним з яких є метод електрохімічного оксидування. При цьому останнім часом поряд з розробкою складу покриттів, їх мікро- та макроструктури, все більша увага приділяється морфології поверхні [1].

Імплантат є стороннім тілом, і коли він потрапляє в організм людини, організм намагається позбутись його природнім шляхом, що призводить до відповідних ускладнень. Згідно статистичних даних по цивільних операціях, що проводяться на суглобах, наприклад, шийці стегна, необхідність повторної операції сягає 39%, повторне встановлення дентального імплантату при терміні використання 4–5 років сягає 10% [1–3]. З одного боку, на такі ускладнення будуть впливати персональні властивості організму людини, що піддається операції; ці фактори можна тільки враховувати, коригувати їх чи якісно змінювати дуже важко, а іноді і неможливо. З іншого боку, позитивний результат операції залежить від біологічних та біомеханічних властивостей імплантатів. До біологічних властивостей відносять хімічний склад та якість поверхні [4], а до біомеханічних – модуль пружності та границю міцності.

Біологічні властивості будуть впливати на зону розділення кістка-імплантат; це так звані остеоінтегративні властивості, які згідно [139] залежать від виду матеріалу та якості його поверхні. Для поліпшення цих властивостей використовують додаткові покриття, які можуть значно підвищити остеоінтеграцію імплантату [5, 6]. Поверхня не повинна бути максимально гладкою, оскільки шорсткість суттєво впливає на процеси формування кісткових клітин на поверхні [7, 8]. Чим більша вільна поверхня, тим буде більша площа контакту і тим більше буде взаємопроникнення; це так званий вплив на процес остеоінтеграції протезу за рахунок покращення поверхні матеріалу, а також зміни хімічного складу імплантату [9-11]. З іншого боку, величина шорсткості обмежується забрудненням тканин металами імплантату, що може призвести до деградації кісткової тканини в цілому [9]. Наявність стороннього тіла в кістці не буде впливати локально, вона буде впливати на весь орган у цілому [12]; тому необхідно враховувати той факт, що імплантати піддаються процесам електрохімічної корозії та

механічного зносу, їх складові потрапляють в оточуючі тканини та кровотоком розносяться по всьому організму [13]. Тобто, хімічний склад та якість матеріалу імплантату підвищують шанс на стабільну роботу майже на 25%, що робить питання методів обробки поверхні досить вагомим вкладом у вирішення проблеми.

В ряді робіт автори називають причиною ускладнень біомеханічні властивості і пов'язують розвиток гіпермобільності імплантату та локальні зміни кісткової тканин з явищем стресового зміщення [14]. З точки зору механіки, стресове зміщення – це невідповідність між модулями пружності імплантату та кісткової тканини, яка його оточує. Для вирівнювання механічної відповідності при невисокому модулі пружності кістка-імплантат відбувається перерозподіл кісткової тканини та нарощування додаткової маси в процесі ремоделювання і формоутворення органу [4]. Це справедливо і навпаки: імплантат, виготовлений з матеріалу, що має високий модуль пружності, буде приймати на себе більшу частину навантаження, що призведе до втрати кісткової маси навколо нього. Є аналогічні роботи, пов'язані із значенням границі міцності на розтяг.

Окремою практично-прикладною задачею є дослідження циклічної втоми матеріалів, що використовуються для виготовлення імплантатів. Згідно досліджень, колінний суглоб виконує біля 1 млн рухів за рік; що стосується зубних протезів, це число в рази більше [1].

Незважаючи на широкий спектр задач, поставлених перед дослідниками-матеріалознавцями, в рамках даної статті ми будемо розглядати тільки шорсткість поверхні. Згідно *ISO 21534-2013*, є відповідні вимоги до якості поверхні в залежності від сфери застосування [15]. В розділах 5.2–5.6 цього стандарту зазначено вимоги до якості поверхні, що залежать від геометрії форми імплантату, а також типу матеріалу, наприклад: метал, кераміка, надмолекулярний поліетилен (НМПЕ). Так, згідно цих пунктів, значення параметру шорсткості R_a повинно бути в межах 0,05–2 мкм. Шорсткість поверхні потрібно вимірювати згідно методів, встановлених *ISO 4287-2021*. Згідно пункту 8.2 цього стандарту, ми маємо обмежену кількість засобів для отримання поверхонь такої якості. Так, наприклад, абразивні матеріали та додаткові засоби при обробці металевих та керамічних імплантатів не повинні містити залізо.

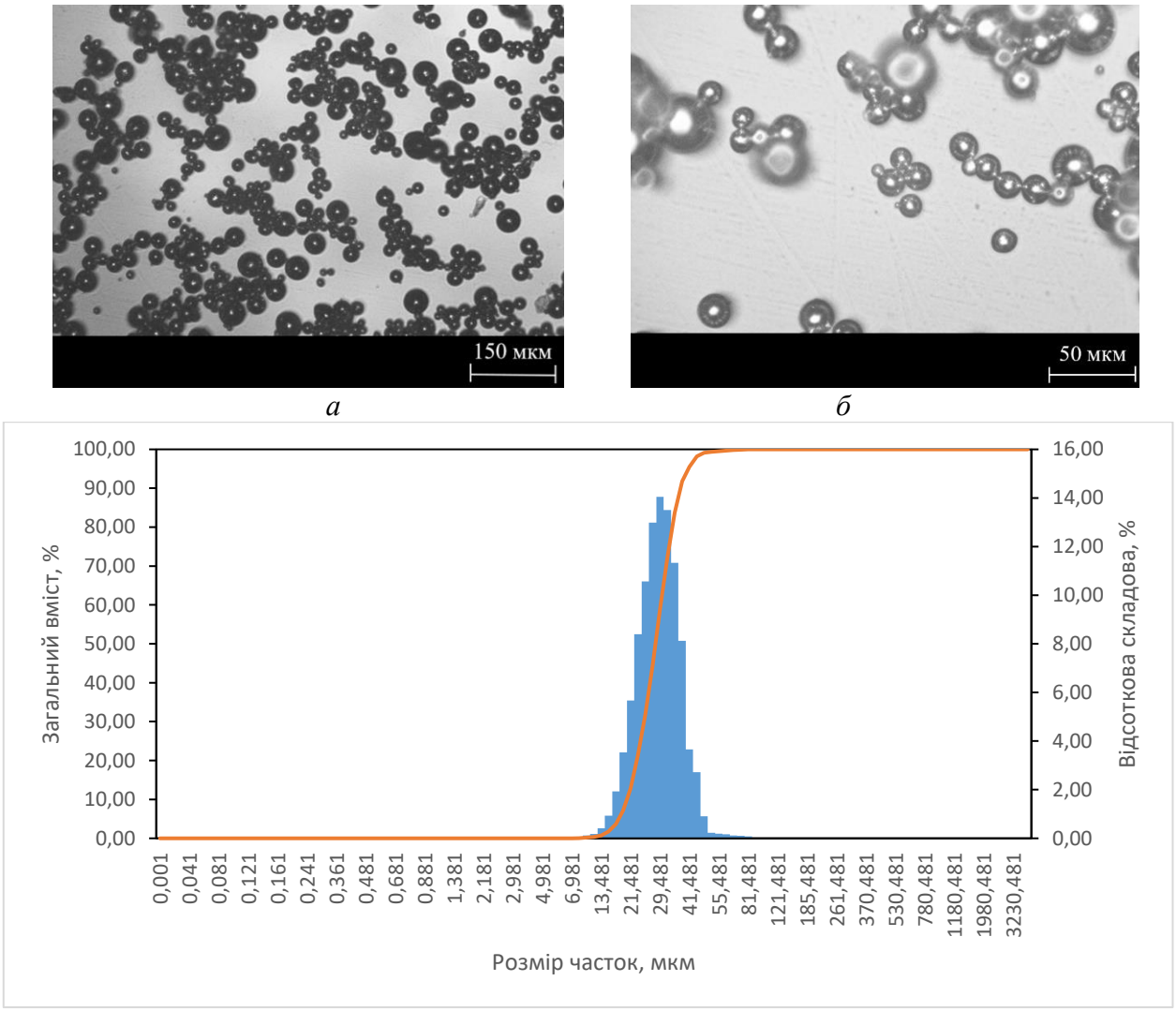
Обмежена кількість публікацій та обміну досвідом в цьому напрямку, на жаль, відіграє погану роль для подальшого розвитку цього напрямку. Однак ми сподіваємось, що ця публікація стане лише першим кроком з серії публікацій в цьому напрямку.

Дослідні зразки

Для друку використовували порошок Ti-6Al-4V. До порошків для адитивного друку, згідно *ASTM F2792* [16], висувають особливі вимоги, однією з котрих є сферична форма часток, що сприяє максимально компактному укладанню шару та полегшує процес спікання електронним чи лазерним променем. Зображення часток порошку Ti-6Al-4V наведено на рис. 1, *а, б.*

Друк здійснювався на принтері Concept Laser M2 від американської фірми General Electric Additive. Забір матеріалу з контейнеру подачі матеріалу здійснюється пошарово, товщина одного шару насипного матеріалу складає 50 мкм. Вирівнювання по висоті та видалення надлишку матеріалу здійснюється гумовим лезом. Таким чином, важливим фактором, крім форми, є розмір часток порошку. Розподіл за гранулометричним складом наведено на рис. 1, *в*. Для кращого зчеплення шарів між собою кожен наступний шар друкується у взаємно перпендикулярному напрямку до попереднього. Деякі моделі Concept laser M2 мають попередньо установлену функцію корегування друку за даними лазерного сканування попередньо сформованого шару. Таке корегування необхідне для поліпшення зв'язку між шарами та підвищення щільності друкованого матеріалу.

Традиційне лиття титану має ряд несприятливих факторів, які існують для цього металу, а саме: розплавлений титан є дуже хімічно активним і взаємодіє із газами атмосфери, матеріалами тигля та форми. В нашому випадку ці фактори не впливають на якість, оскільки 3D друк не потребує форм, а сам процес друку відбувається в середовищі інертного газу аргону.



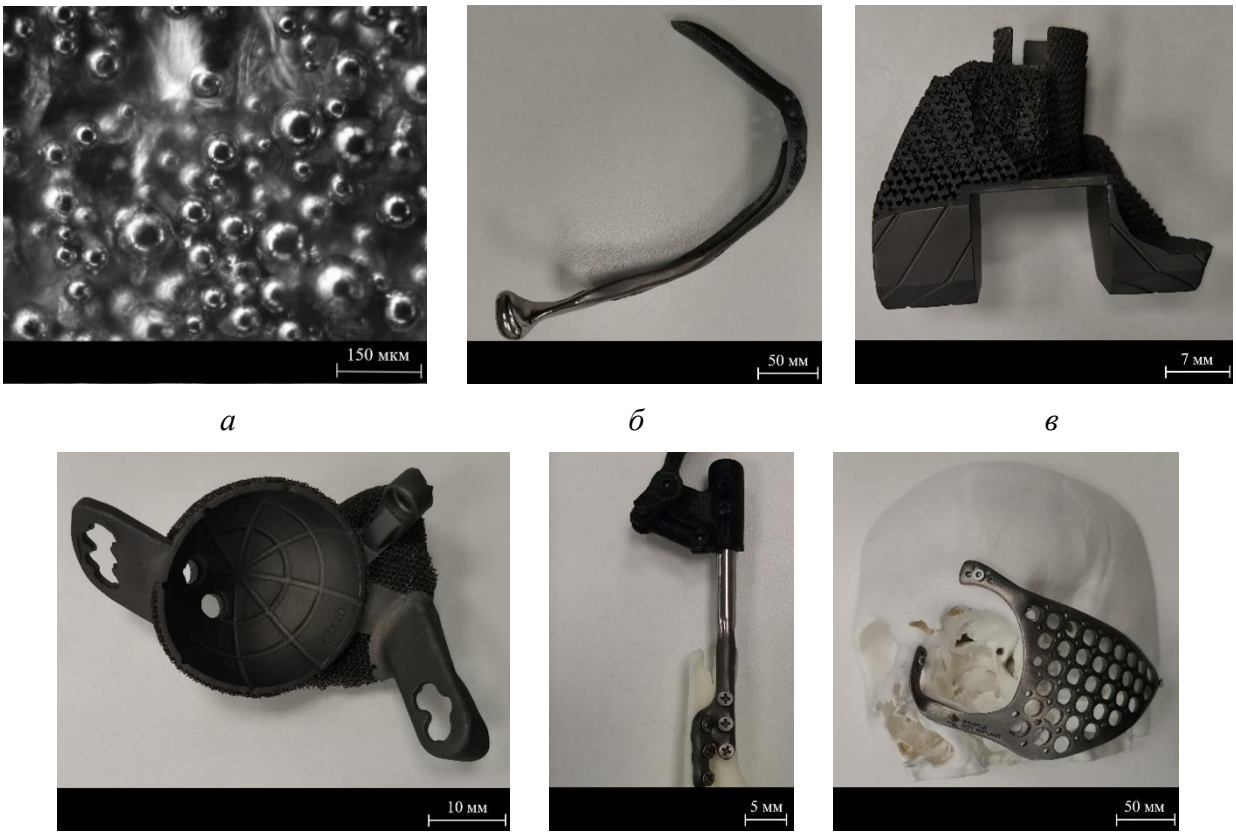
а *б* *в*

Рис. 1. Порошок Ti-6Al-4V, що використовувався для друку: а – зображення із збільшенням ×100, б – зображення із збільшенням ×200, в – гранулометричний склад

В якості дослідних зразків були використані надруковані призми до та після термічної обробки, поверхні після електроерозійної різки цих призм, а також реальні хірургічні імплантати загальною кількістю дев'ять зразків, частину яких представлено на рис. 2. Самі поверхні дослідних зразків в якості призм, що попередньо не оброблялись, візуально інтересу не представляють; однак зазначимо, що поверхня зразку, необробленого термічно, вкрита шаром вихідного порошку, тоді як на поверхні термообробленого зразку вони не спостерігаються.

Поверхня, отримана внаслідок електроерозійної різки, для вихідного та термообробленого зразків візуально фактично не відрізняється. Після різання поверхня

додатково не оброблювалась механічно та не піддавалась травленню агресивними реагентами. Профілограми для цих поверхонь будуть наведені нижче.



а *б* *в*

г *д* *е*

Рис. 2. Зображення дослідних зразків: а – поверхня призматичного зразку до термічної обробки, б – частина нижньої щелепи із суглобом, в – частина колінного суглобу, г – частина стегнового суглобу, д – ендопротез, е – частина лицевого імплантату

Дослідні зразки з першого по четвертий – це призми квадратного поперечного перетину. Зображення поверхні надрукованого дослідного зразку без додаткової обробки наведено на рис. 2, *а*. Як можна побачити, на поверхні залишаються вплавлені поокремі сферичні частини порошку.

Імплантат – частина нижньої щелепи із суглобом, представлений на рис. 2, *б*, підданий комплексній багатостадійній обробці. Даний виріб друкується з урахуванням товщини шару, що знімається механічно за допомогою абразивного каменю марка шліф зерна 25А, зернистість ДСТУ/FEPA P40/F46, при швидкості 35000 об./хв. Після цього проводиться послідовне шліфування шкурками на паперовій основі Р200–Р1000. Полірування проводиться в два етапи. На першому здійснюється полірування з використанням валику на байковій основі пастою *Volax Finis*h синього кольору гравером drimel, із кутовою швидкістю 10000 об./хв. На другому полірування виконується пастою *Pasta GOI200WHIT*E з використанням валику на фетровій основі гравером drimel, із кутовою швидкістю 15000 об./хв.

Другий імплантат представляє собою частину колінного суглобу, нижньої його частини, що представлено на рис. 2, *в*. Після друку імплантат піддається термічній обробці при 800°С. Робочі поверхні доводять до заданої геометрії за допомогою абразивного каменю марка

шліф зерна 25А, зернистість ДСТУ/FEPA P40/F46, при швидкості 35000 об./хв. Фінішною обробкою є піскоструменева з використанням гранатового піску фірми *Klebrig* розмір зерна mesh 80 при тиску 9 атмосфер на приладі ТМ «Клебріг».

Імплантат культьового суглобу стегнової кістки представлено на рис. 2, г. Даний імплантат також піддається термічній обробці при 800°С. Шорсткість визначалась в зоні гвинтового кріплення до кістки. Дана ділянка не піддається шліфуванню, поліруванню чи якимось іншим методам обробки, крім піскоструменевої на приладі ТМ «Клебріг» з використанням гранатового піску фірми *Klebrig* розмір зерна mesh 80 при тиску 9 атмосфер.

Четвертий зразок представляє собою складну конструкцію, що представлено на рис. 2, *д* – це ендопротез передньої кінцівки тварини із вставками з НМПЕ. Циліндрична форма заготовки досягається механічно за допомогою абразивного каменю марка шліф зерна 25А, зернистість ДСТУ/FEPA P40/F46, при швидкості 35000 об./хв. Після цього переходять до етапу двостадійного полірування. Спочатку здійснюється полірування з використанням валику на байковій основі пастою Volax Finish синього кольору гравером drimel, із кутовою швидкістю 10000 об./хв. Фінішна обробка виконується пастою *Pasta GOI200WH*ITE з використанням валику на фетровій основі гравером drimel, із кутовою швидкістю 15000 об./хв.

Останній зразок – це черепно-лицьовий імплантат на рис. 2, е. Поверхня повинна бути достатньо шорсткою для достатньої адгезивної взаємодії імплантат-шкіра. Обробляються такі імплантати сумішшю кварцового піску різної зернистості mesh 150…200 на приладі ТМ «Клебріг» при тиску 6 атмосфер.

Узагальнюючи інформацію по обробці кожного із зразків, наведемо короткі відомості за цими даними в табл. 1.

Таблиця 1. Загальні відомості по типах обробки для дослідних зразків

№	Назва зразку	Тип обробки	Примітка
1	Призма вихідна	Без обробки	-
2	Призма термооброблена	Термічна обробка при 800°С	Одностадійна
3	Призма вихідна	Електроерозійна різка	Одностадійна
4	Призма термооброблена	Термічна обробка, електроерозійна різка	Комплексна
5	Щелепний імплантат	Доводка, двостадійне шліфування, двостадійне полірування	Комплексна
6	Колінний імплантат	Доводка, термічна обробка, піскоструменева обробка	Комплексна
7	Стегновий імплантат	Термічна обробка, піскоструменева обробка	Комплексна
8	Ендопротез кінцівки	Доводка, двостадійне полірування	Комплексна
9	Лицевий імплантат	Піскоструменева обробка	Одностадійна

Як можна побачити з табл. 1, фактично вся фінішна обробка, що задана виробниками обладнання для 3D друку, зводиться до полірування та піскоструменевої обробки. Навіть термічна обробка, не зазначена у штатних документах по фінішній обробці, викликала конфлікт інтересів, пов’язаний із відповідальністю при передчасній відмові імплантату. Хоча

в спеціальній медичній літературі цей спектр набагато ширший, кожен наступний крок необхідно не тільки підтвердити теоретично, а й провести крізь численні клінічні випробування.

Результати вимірювань та аналіз

У вступній частині статті відмічалось, що морфологія поверхні, на думку хірургів, є одним з ключових факторів успішної операції по встановленню імплантатів. Кількісну оцінку морфології поверхні можливо здійснити лише за параметрами шорсткості поверхні. Незважаючи на те, що в міжнародному стандарті заначено лише один параметр якості оброблюваної поверхні R_a, в якості оціночних величин було обрано: R_a - , R_z - , R_t - . Отримання профілю поверхні та відповідних значень шорсткості здійснювалось на цифровому профілометрі *JD520* від фірми *JITAIKEYI*. Профілограми для вихідного зразку та зразків після різних типів оброблювання наведені на рис. 3.

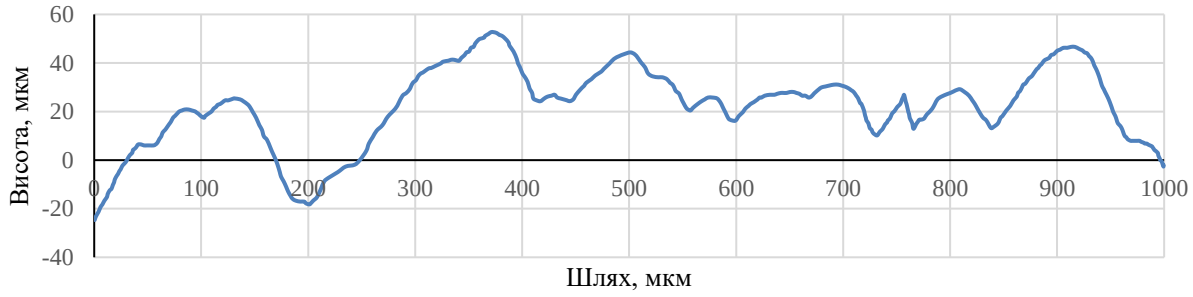
На рис. 3 наведено обмежену кількість профілів, оскільки профіль для вихідного (див. рис. 3, *а*) та термообробленого зразків фактично ідентичний. Аналогічна ситуація і із профілями, отриманими на зрізах, сформованих внаслідок електроерозійної різки, тому наведено тільки профіль для вихідного зразку (див. рис. 3, *б*). Значення відповідних параметрів шорсткості для всих випадків наведено в табл. 2.

Поверхні, сформовані на різних виробах внаслідок піскоструменевої обробки гранатовим та кварцовим піском, також мають аналогічні профілі, що мало відрізняються. Тому нами наведено лише профіль поверхні, сформованої внаслідок обробки гранатовим піском без додаткової підготовки на стегновому імплантаті (див. рис. 3, *в*). Відповідні параметри шорсткості для всіх випадків наведено в табл. 2.

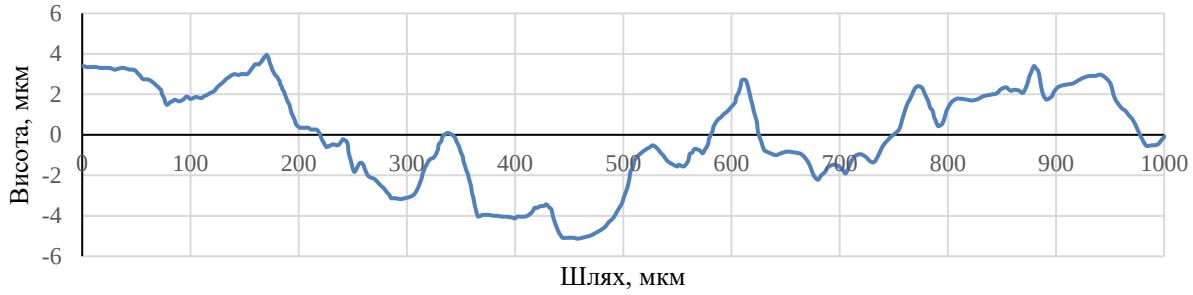
Таблиця 2. Значення параметрів шорсткості для дослідних зразків

№	Назва зразку	R_a, мкм	R_z, мкм	R_t, мкм
1	Призма вихідна	13,893	80,896	87,858
2	Призма термооброблена	13,980	82,939	89,455
3	Призма вихідна	2,398	18,420	19,898
4	Призма термооброблена	2,630	17,902	24,188
5	Щелепний імплантат	0,424	2,673	6,837
6	Колінний імплантат	1,383	8,148	10,279
7	Стегновий імплантат	0,814	5,950	12,589
8	Ендопротез кінцівки	0,544	3,371	9,902
9	Лицевий імплантат	0,940	6,073	9,430

Профілі поверхонь для щелепного імплантату та ендопротезу кінцівки фактично не відрізняються між собою. Перевагу було надано імплантату, що використовується в організмі людини (див. рис. 3, *г*). Відповідні значення шорсткості для обох випадків наведено в табл. 2. Як видно з даних таблиці 2, фактично всі методи обробки поверхні дають шорсткість в межах, зазначених в стандарті ISO 21534-2013. Величина нерівностей в результаті обробки зменшується в 6–12 разів. Слід зазначити, що тільки в окремих випадках товщина шару під механічну обробку сягає 1 мм; в більшості випадків максимальна товщина шару, який знімається – 80–100 мкм, що лише вдвічі більше за максимальний перепад висот профілю вихідного зразку.



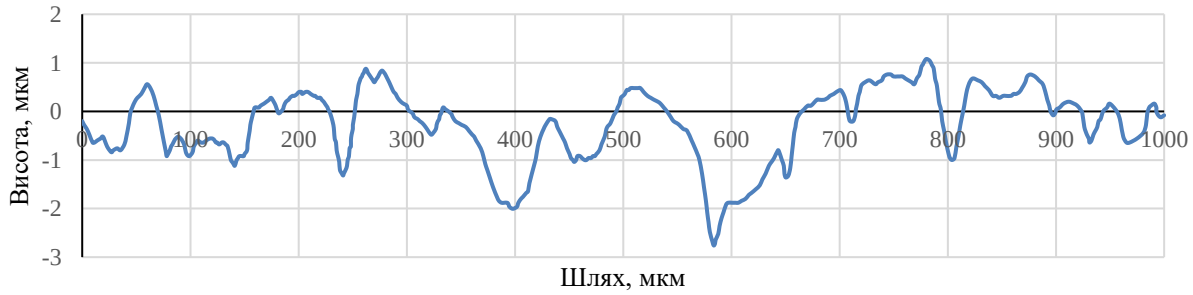
а



б



в



г

Рис. 3. Профілограми зразків, надрукованих SLM методом з нанопорошку Ti-6Al-4V: а) вихідний, б) електроерозійна різка, в) піскоструменева обробка гранатовим піском, г) полірування.

Висновки

Як можна побачити, для сплаву Ti-6Al-4V існує обмежений спектр обробок, що пов'язано із вимогами виробників пристроїв для 3D друку. Такі обмеження призводять до відторгнення імплантатів із ймовірністю 13-15%, що в порівнянні із зубними протезами 3-5% – досить високий показник. Останнім часом для підвищення біосумісності та збільшення площі контакту почали проводити обробку поверхні киснем та азотом, що разом з попередньою термічною обробкою збільшує відсоток шансів на успіх. Крім того, є ряд робіт, пов'язаних із створенням пористих поверхневих структур за рахунок впливу агресивних реагентів, які за формою поверхні нагадують кістку. Дуже цікавим є також аспект термохімічного та електрохімічного полірування титанових поверхонь, що на даний момент є малодослідженим. Активна участь медичної академії наук та військово-медичної академії наук найближчим часом дозволить скоротити час на впровадження новітніх розробок, що так потрібні українським військовим в умовах ведення військових дій.

Висловлюємо подяку фірмі 3D-metaltech та їх директору Головенько Ярославу Борисовичу за надання дослідних матеріалів та плідну співпрацю.

M.Y. Efimenko[1], M.O. Tsysar[2], I.M. Klochkov[2], S.I. Motrunich[2], O.A. Katok[2], A.M. Babak[1], Y.B. Golovenko[1]

[1]National Technical University of Ukraine «Kyiv Polytechnic Institute. Igor Sikorsky», Ukraine
[2]E.O. Paton Electric Welding Institute of the National Academy of Sciences of Ukraine

EFFECT OF THE PROCESSING TYPE ON SURFACE ROUGHNESS OF SLM 3D PRINTED IMPLANTS BASED ON Ti-6Al-4V POWDER

Due to military actions on the territory of Ukraine, the issue of metal and ceramic implants has become very urgent, and the requirements for their quality have increased significantly. Scientific studies in this area have shown that the effectiveness of surgical intervention largely depends on the biocompatibility of the implant and the human body, which in turn largely depends on the surface morphology of the latter. Improper preparation of the implant surface can lead to rejection with a probability of 13...15%, and this is due to the limited number of methods for preparing the appropriate surfaces. The obtained results of the experimental study of the processing methods showed their full suitability according to international standards, although some of them are not regulated by international companies manufacturing devices for 3D printing. It has been experimentally confirmed that some preparation methods consisting of only one action may be sufficient. It was established that the surface roughness varies within 0.5...2 microns, and the size of the sand granules during sandblasting does not significantly affect the surface roughness. It is shown that there are additional methods of surface treatment that can increase success during operations and in the process of postoperative rehabilitation.

Key words: *3D printing, SLM, Ti-6Al-4V, surface morphology, roughness, osteointegrative properties, implant.*

Література

1. Pangano M.W., McLamb L.A., Trousdale R.T. Primary and revision total hip arthroplasty for patient 90 years of age and older. *Mayo Clin. Proc.* 2003. Vol. 78. P. 285–288.
2. Tang Q., Brooks R., Rushton N. et al. Production and characterization of HA and SiHA coatings. J. *Mater. Sci. Mater. Med.* 2010. Vol. 21. P. 173–181.
3. Malchau H., Herberts P., Soderman P., Oden A. *Prognosis of total hip replacement, update and validation of results from the Swedish National hip arthroplasty registry 1979-1998.*

Proceedings of the Scientific Exhibition Presented at the 67th Annual Meetings of the American Academy of Orthopaedic Surgions. 15-19 march. 2000. Orlando, USA. 2000. P. 1–16.
4. Le Guéhennec L., Soueidan A., Layrolle P., Amouriq Y. Surface treatments of titanium dental implants for rapid osseointegration. *Dent Mater.* 2007. Vol. 23. P. 844–854.
5. Schliephake H., Scharnweber D., Dard M. et al. Functionalization of dental implant surfaces using adhesion molecules. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2005. Vol. 73. P. 88–96.
6. Yang Y., Kim K.H., Ong J.L. A review on calcium phosphate coatings produced using a sputtering process-an alternative to plasma spraying. *Biomaterials.* 2005. Vol. 26. P. 327–337.
7. Lee K.W., Wang S., Yaszemski M.J., Lu L. Physical properties and cellular responses to crosslinkable poly (propylenefumarate)/hydroxyapatite nanocomposites. *Biomaterials.* 2008. Vol. 29. P. 2839–2848.
8. Raghunath J.A., Zhang H., Edirisinghe M.J., Darbyshire A., Butler P.E., Seifalian A.M. New biodegradable nanocomposite based on polyhedral oligomeric silsesquioxane nanocages: cytocompatibility and investigation into electrohydrodynamic jet fabrication techniques for tissueengineered scaffolds. *Biotechnol Appl Biochem.* 2009. N52. P. 1–8.
9. Williams D.F., Meachim G. A combined metallurgical and histological study of tissue-prosthesis interactions in orthopedic patients. *Biomed. Mater. Res.* 1974. Vol. 8. P. 1–9.
10. Anderson J.M., Rodriguez A., Chang D.T. Foreign body reaction to biomaterials. *Semin. Immunol.* 2008. Vol. 20. P. 86–100.
11. Nijhuis A.W.G., Leeuwenburgh S.C.G., Jansen J.A. Wet-Chemical deposition of functional coatings for bone implantology. *Macromol. Biosci.* 2010. Vol. 10. P. 1316–1329.
12. Urban R.M., Jacobs J.J., Gilbert J.L. et al. Migration of corrosion products from modular hip prostheses. Particle microanalysis and histopathological findings. *Bone and Joint Surg.* 1994. Vol. 76. P. 1345–1359.
13. Bartolozzi A., Black J. Chromium concentrations in serum, blood clot and urine from patients following total hip arthroplasty. *Biomaterials.* 1985. Vol. 6. P. 2-8.
14. Paul G.P. Strength requirement for internal and external prostheses. *J. Biomechanics.* 1999. Vol. 32. P. 381–393.
15. ISO 21534-2013 Non-active surgical implants - Joint replacement implants - Particular requirements.
16. ASTM F2792 Standard Terminology for Additive Manufacturing Technologies.

Надійшла 15.09.23

References

1. Pangano, M.W., McLamb, L.A., & Trousdale, R.T. (2003). Primary and revision total hip arthroplasty for patient 90 years of age and older. *Mayo Clin. Proc*, *78*, 285–288.
2. Tang, Q., Brooks, R., Rushton, N. et al. (2010). Production and characterization of HA and SiHA coatings. J. *Mater. Sci. Mater. Med.*, *21*, 173–181.
3. Malchau, H., Herberts, P., Soderman, P., & Oden A. (2000). Prognosis of total hip replacement, update and validation of results from the Swedish National hip arthroplasty registry 1979-1998. *Proceedings of the Scientific Exhibition Presented at the 67th Annual Meetings of the American Academy of Orthopaedic Surgions*. (p.1–16). Orlando, USA.
4. Le Guéhennec, L., Soueidan, A., Layrolle, P., & Amouriq Y. (2007). Surface treatments of titanium dental implants for rapid osseointegration. *Dent Mater.*, *23*, 844–854.

5. Schliephake, H., Scharnweber, D., Dard M. et al. (2005). Functionalization of dental implant surfaces using adhesion molecules. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*., 73, 88–96.
6. Yang, Y., Kim, K.H., & Ong, J.L. (2005). A review on calcium phosphate coatings produced using a sputtering process-an alternative to plasma spraying. *Biomaterials*., 26, 327–337.
7. Lee, K.W., Wang, S., Yaszemski, M.J., Lu L. (2008). Physical properties and cellular responses to crosslinkable poly (propylenefumarate)/hydroxyapatite nanocomposites. *Biomaterials.*, 29, 2839–2848.
8. Raghunath J.A., Zhang H., Edirisinghe M.J., et al. (2009). New biodegradable nanocomposite based on polyhedral oligomeric silsesquioxane nanocages: cytocompatibility and investigation into electrohydrodynamic jet fabrication techniques for tissue engineered scaffolds. *Biotechnol Appl Biochem., 52*, 1–8.
9. Williams, D.F., & Meachim, G. (1974). A combined metallurgical and histological study of tissue-prosthesis interactions in orthopedic patients. *Biomed. Mater. Res., 8*, 1–9.
10. Anderson, J.M., Rodriguez, A., & Chang, D.T. (2008). Foreign body reaction to biomaterials. *Semin. Immunol., 20*, 86–100.
11. Nijhuis, A.W.G., Leeuwenburgh ,S.C.G., & Jansen, J.A. (2010). Wet-Chemical deposition of functional coatings for bone implantology. *Macromol. Biosci., 10,* 1316–1329.
12. Urban, R.M., Jacobs, J.J., Gilbert, J.L. et al. (1994). Migration of corrosion products from modular hip prostheses. Particle microanalysis and histopathological findings. *Bone and Joint Surg., 76,* 1345–1359.
13. Bartolozzi, A., & Black, J. (1985). Chromium concentrations in serum, blood clot and urine from patients following total hip arthroplasty. *Biomaterials., 6,* 2–8.
14. Paul, G.P. (1999). Strength requirement for internal and external prostheses. *J. Biomechanics., 32*, 381–393.
15. *Non-active surgical implants - Joint replacement implants - Particular requirements*. (ISO 21534-2013). (2013).
16. *ASTM F2792 Standard Terminology for Additive Manufacturing Technologies.*

УДК 621.791.72 DOI: 10.33839/2708-731X-24-1-331-346

М.О. Цисар, **І.М. Клочков**, **С.І. Мотруніч**, **О.А. Каток**, **В.А. Матвійчук**, кандидати технічних наук[1], **А.М. Бабак**, канд. техн. наук[2].

[1]Інститут електрозварювання ім. Є.О. Патона НАН України, вул. Казимира Малевича 11, 03680, 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

ЗАСАДИ АДИТИВНОЇ ЕЛЕКТРОННО-ПРОМЕНЕВОЇ ТЕХНОЛОГІЇ ДЛЯ ВИГОТОВЛЕННЯ ЗАПЧАСТИН З ПОРОШКІВ ТИТАНОВОГО СПЛАВУ ВТ20

На даний момент в нашій країні виникла потреба в створенні великої кількості різноманітних і з різною вантажопідйомністю безпілотних літальних апаратів, для чого широко застосовуються методи 3D друку. Зростаючі вимоги до якості елементів конструкції таких приладів, заміна пластиків на більш міцні, але не менш легкі матеріали змушують переглянути традиційні методи виробництва і розробляти нові альтернативні технології. Розглянуто деякі питання, пов'язані із

підвищенням ефективності використання титанової сировини. Наукові дослідження у цій сфері показали, що ефективність такого типу виробництва за витратами матеріалу в 6…8 разів вища від традиційних за рахунок його специфіки. Однак дана технологія занадто молода і потребує суттєвих доопрацювань. Наведені результати експериментальних досліджень свідчать про достатній технічний потенціал українського наукового суспільства для вирішення поставлених задач. Вперше отримано залежність між геометрією та параметрами формування тривимірного виробу електронним променем з порошку ВТ20. Експериментально підтверджено можливість використання даного методу для виробництва суцільних монолітних конструкцій складної форми з титану та його сплавів. Виконаний аналіз дозволив суттєво звузити діапазон параметрів друку та ввести корегування за макро- та мікро-геометричними характеристиками дослідних зразків.

Ключові слова: *адитивні технології, 3D друк, електронний промінь, порошок титану, шорсткість, геометричні розміри, усадка.*

Вступ

Обробка металів та виробництво з них прикрас, знарядь праці та зброї відомі людству тисячоліттями. Ковка та фігурне лиття використовується на всіх нам відомих континентах з 3200 року до н.е. [1, 2]. Металеві вироби після надання первинної форми доводили до необхідного вигляду механічною обробкою з використанням абразивних матеріалів. Цього було достатньо для того рівня технологічного розвитку суспільства. Механізація будь-якої сфери життя була мінімальна. З металів виготовляли лише найбільш відповідальні частини механізмів, які майже повністю виготовлялись з деревини [2].

Якісний прорив почався із появою парового двигуна та двигуна зовнішнього згоряння на початку XVII сторіччя [3], де всі елементи конструкції, внаслідок специфіки умов експлуатації, неможливо було виготовити з інших матеріалів. Саме це стало поштовхом до масового серійного виробництва металевих конструкцій. Відповідно, питання якості металів в них постало дуже гостро через те, що такого типу виробництва вже орієнтуються на мінімізацію людської праці. Недивно, що паралельно з розвитком виробництва металоконструкції розвивається наука металознавство, перші згадки про котру – це теж XVII сторіччя [2]. Металознавство дає перші якісні та кількісні критерії оцінки металевих виробів, що не залежать від експериментатора. Вводяться кореляційні залежності між параметрами технологічного процесу: температура плавлення, швидкість остигання тощо, та якістю готової продукції [2, 3]. Триста років розвитку, нові технологічні уклади невідворотно призвели до виникнення нових категорій у виробництві, а саме: «субтрактивне виробництво» та «адитивне виробництво» [4]. Відповідно, для всього нового потрібні власні критерії оцінки якості, непритаманні для класичного підходу.

Лиття, поковка, прокат з наступними операціями механічної обробки: різка, точіння, фрезерування та ін. на даний момент залишаються найрозповсюдженішими методами виробництва металевих виробів. Принцип так званого «субтрактивного виробництва» полягає в формуванні зовнішнього вигляду готового виробу за рахунок зрізання зайвого матеріалу [5]. Головними перевагами такого типу виробництва є: надійність, широка дослідна база, великий спектр оброблюваних матеріалів. Але є і ряд недоліків: коефіцієнт корисного використання металу іноді дорівнює лише 10…15% [6], потреба в кваліфікованому труді, необхідність широкого спектру інструментів та додаткового обладнання, що відповідно призводить до високої собівартості. Найбільш актуальною дана проблема є в авіації та космонавтиці. Зменшення виробничих витрат зводиться до нових методів автоматизації за рахунок використання станків з чисельно-програмним керуванням [6].

Паралельно з цим останні сто років активно розвиваються також методи порошкової металургії [1]. Виникнення цих методів пов'язано саме із зменшенням собівартості готових виробів за рахунок часткового або повного усунення етапів механічної обробки. До них можна віднести: холодне та гаряче пресування, шлікерне лиття та інжекційне формування [1]. Ці методи вже мають у власному арсеналі ряд розрахункових методик з моделювання при проектуванні виробів, достатньо широку дослідну базу, досвід при роботі з широким спектром тугоплавких матеріалів та їх сполук; фактично весь сучасний спектр виробів з так званої технічної кераміки чи керамічно-металевих композитів технічного призначення виготовляється саме цими методами [7]. Проте є і ряд недоліків, наприклад: потреба в складних дорогих формах, проблеми при виробництві з хімічно активних металів (Ti, Ni, Al, Mo). Якщо шляхи вирішення першої проблеми шукають в масовості виробництва – чим більша серія, тим менше вартість форми впливає на вартість готового виробу [7], – то вирішення останньої сховано в хімії взаємодії елементів в твердому розчині в процесі спікання [8].

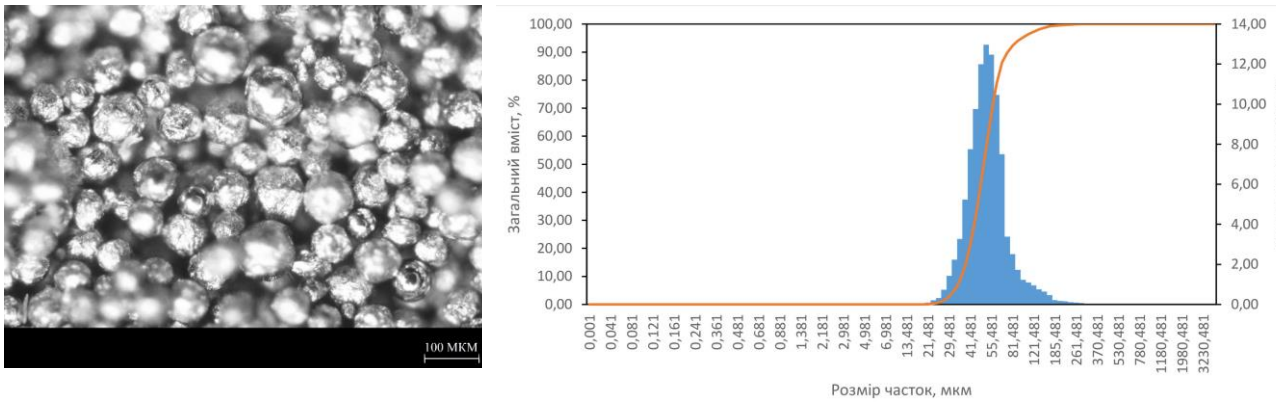
В окрему сферу порошкової металургії в останні 30 років відокремилось «адитивне виробництво» – 3D друк. Згідно стандарту *ASTM F2792-12A*, «адитивне виробництво» являє собою пошарове створення виробу згідно цифрової тривимірної моделі [9]. Ця технологія дуже молода. Цей напрямок почали впроваджувати з пластику, однак вже у 2010-х з'явились перші принтери для друку металевих виробів [10]. І тут слід зауважити, що 3D друк є двох типів: перший, що друкує заготовки, котрі потребують потім остаточного спікання [11], та другий, де порошки металів або їх твердих розчинів спікаються в інертному або вакуумному середовищі лазерним або електронним променем [12]. Перший тип має всі переваги інжекційного формування без недоліку складної ливарної форми, що з технологічної точки зору суттєво спрощує всі наступні етапи: відгонка зв'язуючого, витримка, спікання, оскільки вони вже відпрацьовані в порошковій металургії. Другий тип є принципово окремою ланкою, перевагою якої є суттєве скорочення часу виробництва. Весь виробничий цикл складається лише з декількох етапів друку, піскоструминна обробка та механічна обробка проводяться за потреби. Підготовка порошків є задачею, яку вирішують на окремому виробництві. Але він дуже молодий: офіційно перший промисловий 3D принтер на променевій основі було створено на основі розробок Чарльза Хала *3D Systems* в січні 2015 року [11], з вересня 2016 до них приєднались *General Electric* із своїм *Concept Laser M2* [10]. В базовій комплектації вони розраховані на повнофункціональний друк порошками на основі титану медичного та авіаційного призначення: ВТ6, ВТ9, ВТ20 [12-13]. Однак питання оптимізації технологічних параметрів друку ще тривалий час буде залишатись актуальним навіть для цих сплавів.

Матеріали та методи

Для здійснення 3D друку методом адитивної електронно-променевої технології необхідний відповідний матеріал – порошок. Виробництво такого порошку є багатостадійним і складається з: виготовлення вихідного сплаву, виготовлення порошку, сепарації та сертифікації [6]. До порошків для адитивного друку згідно *ASTM F2792* [9] висувають особливі вимоги, однією з котрих є сферична форма часток, що сприяє максимально компактному укладанню шару та полегшує процес спікання електронним чи лазерним променем. Крім хімічного та фракційного складу, додатково визначають густину, насипну щільність, сипучість, наявність сателітів та вільну поверхню [13].

Виготовлення металевих нанопорошків сферичної форми за допомогою диспергування розплаву називається атомізацією [14]. Цей процес здійснюється в спеціальних ректорах – атомайзерах. Порошки із групи титановмісних через високу хімічну активність титану виробляються методом вакуумної атомізації [14]. Особливість цього методу полягає в

мінімальній кількості газових включень в кінцевому продукті. Сепарація відбувається одразу в камері атомізації, що спроектована по принципу пиловловлювача циклонного типу [15]. В даній публікації ми розглядаємо друк на основі порошку ВТ20, зображення часток порошку наведено на рис. 1, *а*.



а *б*

Рис. 1. Порошок ТВ20 для адитивного електронно-променевого друку: а) зображення розсіву по поверхні, б) розподіл часток за фракціями

Як можна побачити, вони мають ідеальну сферичну форму з гладкою поверхнею. Розмір часток визначався оптичним методом за допомогою: цифрової камери *Sony E3CMOS20000KPB* 20 МР та оптичного тринокулярного металургічного мікроскопу *ME300TZB* із максимальною роздільною здатністю до 1200 крат; він варіюється від 12 до 80 мкм, розподіл часток за розміром для порошку ВТ20 наведено на рис. 1, *б*.

Хімічний склад порошку визначається одразу після процесу атомізації безпосередньо фірмою-виробником. В паспорті зазначається середній розмір гранули для відібраної проби та хімічний склад, що наведено в табл. 1.

Таблиця 1. Хімічний склад вихідного порошку ВТ20

Fe	C	Si	Mo	V	N	Ti	Al	Zr	O	H	Дом.
0,25	0,1	0,15	2	2,5	0,05	85,15	7	2,5	0,15	0,015	0,3

Проектування технологічної документації для готового виробу, що отримується методами 3D друку, має як схожі виробничі процеси, так і особливості, характерні виключно для нього. Цей спосіб відрізняється від традиційних виробничих процесів, таких як лиття під тиском та обробка з ЧПУ, оскільки в них використовують ріжучий інструмент для отримання виробів заданої форми з суцільного блоку [16]. Сам 3D друк, однак, не вимагає жодних різальних інструментів; об'єкти виготовляються безпосередньо на вбудованій в пристрій платформі. Враховуючи вже існуючий досвід, бажаним буде результат з найвищим показником ефективності друку, в якому враховуються витрати матеріалу, швидкість виробничого циклу, мінімізація додаткових виробничих витрат при відповідній максимально можливій якості готового виробу. Всі сучасні методи 3D друку є похідними від друку пластиком з усіма відповідними недоліками та перевагами [17].

Побудова робочої 3D моделі, проекту або об’єкту є першою сходинкою [16]. Такий тривимірний об’єкт можна створити в досить великій кількості програм як інженерного

призначення – це як *AutoCAD, SolidWorks* тощо, так і специфічні тривимірні редактори на зразок *Autodesk 3Ds Max*, безкоштовні програми типу *Blender*, програми тривимірної візуалізації, що йдуть в комплекті з принтерами. Головна вимога до таких об'єктів – відповідність геометрії з поправками на механічну обробку.

Одразу відправити на друк таку модель принципово неможливо. Машина не сприймає візуальні образи. Для роботи 3D-принтеру потрібен G-код, що представляє собою згенерований набір команд для керування ЧПУ [18]. Перетворення 3D моделі в G-код здійснюється за допомогою так званих програм Слайсерів. Слайсери – це програмне забезпечення, що є проміжним інструментом, який перетворює 3D модель на серію 2D шарів, адаптованих під конкретне обладнання та метод друку. Саме при роботі в цьому програмному середовищі пропонуються до використання додаткові службові елементи [], що будуть в подальшому суттєво впливати на якість друкованих виробів особливо складної форми.

Що собою представляють найрозповсюдженіші додаткові службові елементи, а саме: кайма, підтримки, кожух? Кайма – тонкий шар матеріалу, що створюється навколо виробу; призначення цього елементу в забезпеченні більш надійної фіксації на робочій платформі та зменшенні викривлення форми внаслідок усадки матеріалу. Підтримки є каркасними елементами, що будуються під нависаючими частинами виробу і слугують для їх підтримки, виготовляються з того самого матеріалу, їх відсутність може призвести не лише до зміни геометрії готового виробу, а і до часткового його руйнування. Можуть буть стовпчастими та сітчастими з різними типами комірки. Кожух – це захисний бар'єр, що використовується для запобігання різких змін температур, за рахунок чого відбувається розтріскування зовнішніх стінок. Кожен службовий елемент друкується в своєму окремому діапазоні параметрів друку, котрі можуть зовсім не співпадати із параметрами для самого готового виробу. Після закінчення такі службові елементи повинні легко видалятись механічно, що необхідно враховувати при генеруванні G-коду.

Друк здійснювали на малогабаритному пристрої для електронно-променевого зварювання типу СВ-212М з імпульсним джерелом живлення 60кВт, електронно-променевою гарматою ЕПА-60 та пакетом програмного забезпечення ЕПС. Обладнання та програмне забезпечення розроблено в Інституті електрозварювання ім. Є.О. Патона. Принципову схему для адитивного електронно-променевого друку наведено на рис. 2.

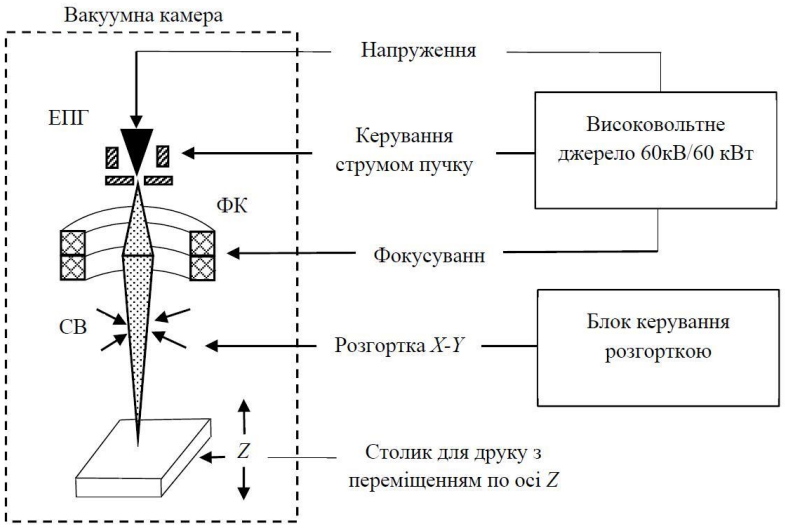
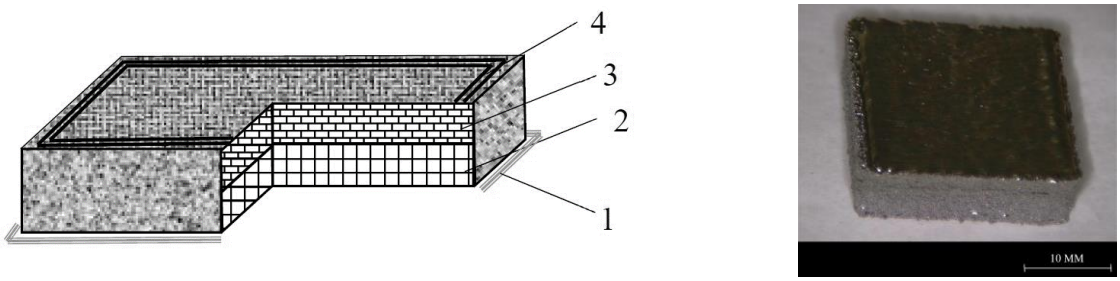


Рис. 2. Блок-схема обладнання для адитивної електронно-променевої плавки: ЕПГ – електронно-променева гармата; ФК – фокусуюча котушка, СВ – система для відхилення ЕП

Пучок електронів, необхідний для нагрівання поверхні з нанесеним металевим порошком, формується в електронно-променевій гарматі (ЕПГ), яка живиться від високовольтного джерела. Керує джерелом промисловий комп'ютер. До складу джерела входять системи керування фокусуванням та струмом пучка; для формування зони плавлення використаний генератор, що створює сигнали керування розгорткою. У блоці управління розгорткою ці сигнали посилюються і надходять на котушки ЕПГ, що відхиляють. Пучок електронів відхиляється осями *X* і *Y* і створює зону плавлення заданої форми. Процес виконується за програмою відповідно до технологічних режимів. Об'єктами управління є струм пучка, струм фокусування, відхилення пучка по осях *X* та *Y*.

Дослідні зразки представляють собою призми 25×25×8 мм і являють собою багатошарову складну конструкцію. Оскільки в подальшому дану технологію планують використовувати для друку лопаток турбін, дослідні зразки одразу друкували із службовими елементами, а саме: каймою, підтримками і кожухом. Принципіальна тривимірна модель та зображення дослідного зразку наведені на рис. 3.



а *б*

Рис. 3. Дослідний зразок, надрукований методом адитивної електронно-променевої плавки: а) тривимірна модель (1 – кайма, 2 – підтримка, 3 – основний метал, 4 – кожух); б) фото дослідного зразка

Режими друку для кожного окремого зразка наведено в табл. 2.

Таблиця 2. Режими друку дослідних зразків

№	Висота шару, мм	Зміщення, мм	Енергія, Дж/мм^3	Потужність, Вт	Швидкість, мм/с
1	2	3	4	5	6
1	0,1	0,25	40	500	500
2	0,1	0,2	60	600	500
3	0,1	0,2	20	200	500
4	0,1	0,15	60	400	500
5	0,1	0,1	40	200	500
6	0,1	0,25	30	375	500
7	0,1	0,2	70	700	500
8	0,1	0,2	30	300	500
9	0,1	0,15	50	375	500
10	0,1	0,1	50	250	500
11	0,1	0,25	20	250	500
12	0,1	0,25	70	875	500

Закінчення табл. 2

1	2	3	4	5	6
13	0,1	0,2	40	400	500
14	0,1	0,15	40	300	500
15	0,1	0,1	60	300	500
16	0,1	0,25	50	625	500
17	0,1	0,2	50	500	500
18	0,1	0,15	20	150	500
19	0,1	0,15	70	525	500
20	0,1	0,1	30	150	500
21	0,1	0,25	60	750	500
22	0,1	0,2	45	450	500
23	0,1	0,15	30	225	500
24	0,1	0,1	70	350	500
25	0,1	0,1	20	100	500

На жаль, на даний момент нормативна база для даних методів виробництва лише формується. Міжнародні стандарти, що регламентують норми роботи на приладах для 3D-друку *ISO/ASTM-52900-2015* [19], норми оцінки якості такого друку *ISO/ASTM-52587-2017* [20] з'явились лише у кінці 2017 року і носять скоріше рекомендаційний характер. Оцінка якості друкованих виробів здійснюється неруйнівними та руйнівними методами контролю [20]. До неруйнівних відносять: візуальний, вимірювання відповідності геометричній формі, ультразвуковий та інші згідно розробленої конструкторської документації. Руйнівні, відповідно – це методи визначення механічних властивостей, корозійної стійкості тощо у відповідності до умов експлуатації, зазначених у технічній документації. Особливістю механічних випробувань в цьому випадку буде необхідність дослідження анізотропії в залежності від напрямку друку. Дослідні зразки на розтяг та триточковий згин згідно *ISO/ASTM-52941-2020, ISO/ASTM-52950-2022* необхідно вирізати в напрямку друку та поперек йому [21, 22], що зазначено на схемі (рис. 4).

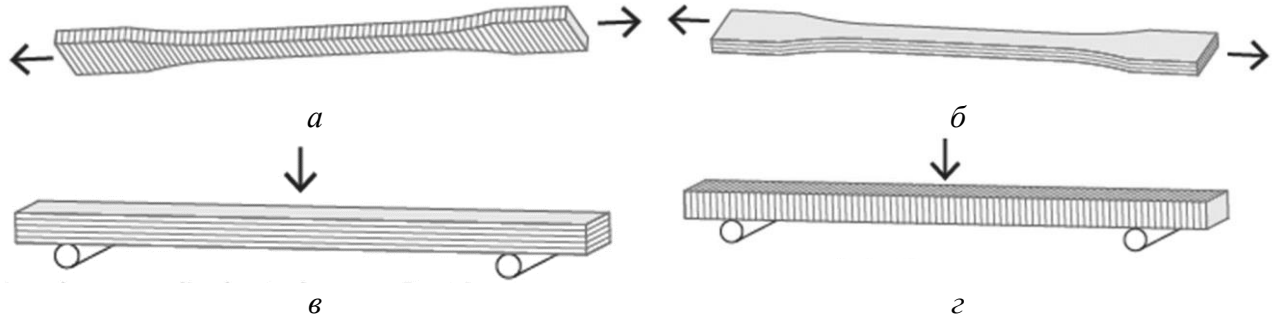


Рис. 4. Схематично зображені зразки для випробувань: а, б розтяг; в, г триточковий згин

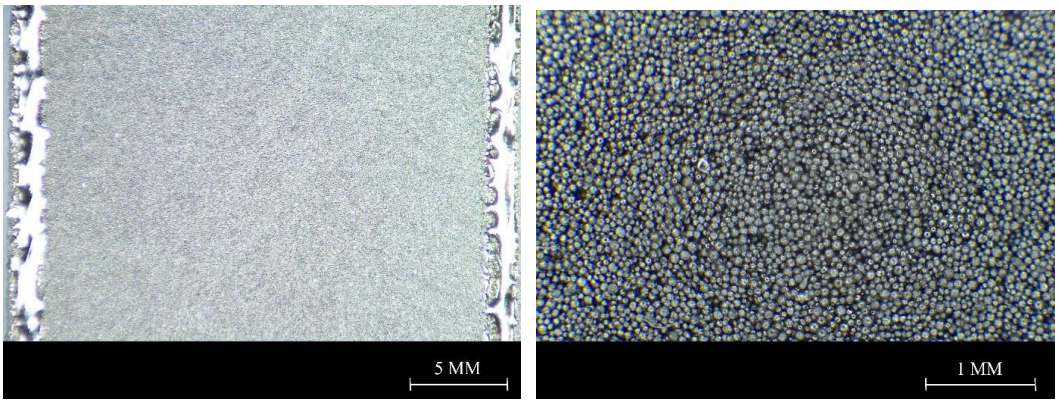
В даній статті ми обмежимось неруйнівними методами контролю з деякими уточненнями та додатковими вимірюваннями, не зазначеними в стандарті. Так, окрім аналізу візуального, додатково було використано статистичні методи обробки зображень поверхні надрукованих зразків. Зображення були отримані за допомогою оптичного мікроскопу МБС-

10, оснащеного цифровою камерою *SONY* модель *E3CMOS200000KPB* роздільною здатністю 20 Мп. Для контролю якості поверхні було використано цифровий профілометр *JD520* від фірми *JITAIKEYI*. Відповідність геометричній формі досліджувалась за допомогою цифрового індикатору годинникового типу модель *ETOPD-12* мікрометр класу *RS232* з точністю вимірювання 0,001 мм та похибкою 0,001 мм. За заданими параметрами друкованої моделі визначалась відносна усадка для надрукованих дослідних зразків.

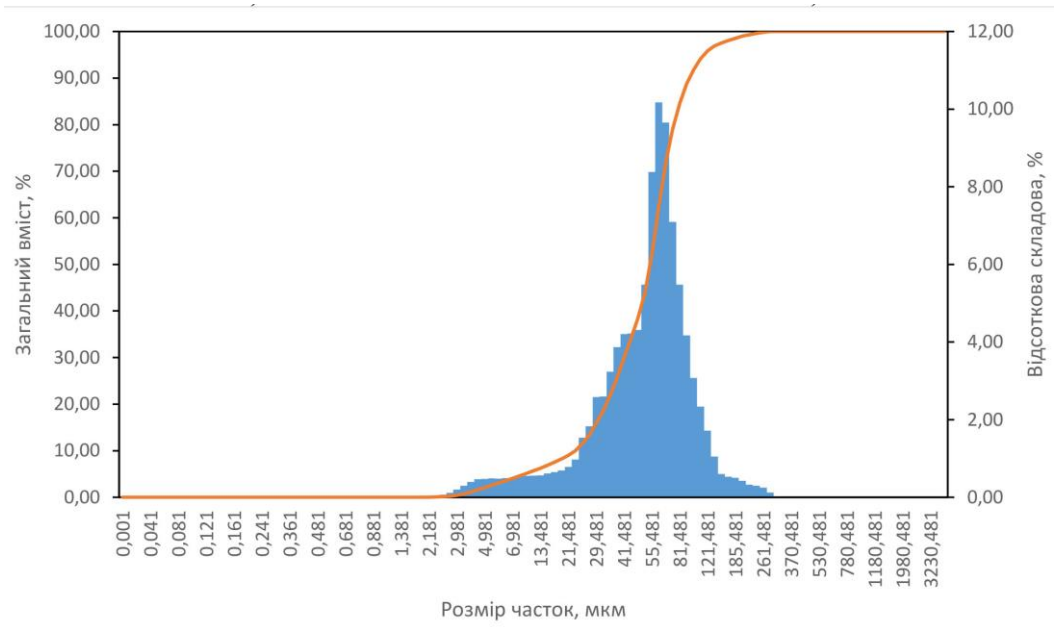
Результати досліджень

Як вже зазначалось вище, дослідження якості 3D друку за адитивною електронно-променевою технологією проводились на 25 зразках, отриманих при різних параметрах. Первинний огляд поверхонь дозволив розділити зразки на чотири групи: непроплавлені, з мозаїчною будовою, з лініями в напрямку друку та ділянками неплавленого порошку, з лініями в напрямку друку без візуально помітних дефектів.

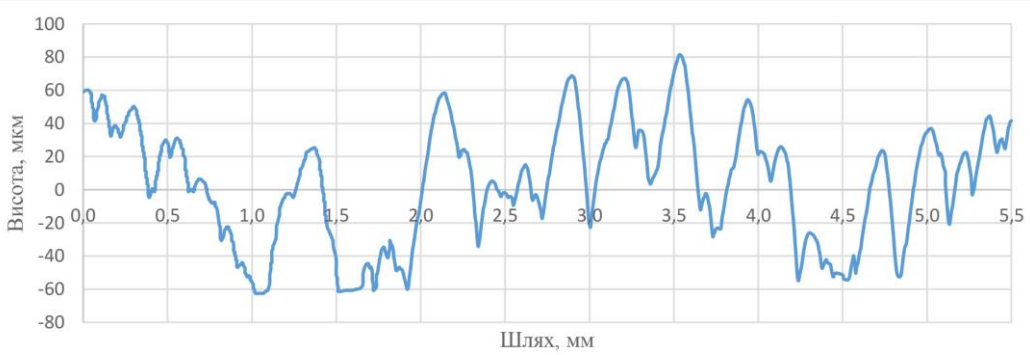
До непроплавлених віднесено зразок 25, поверхня котрого із різними збільшеннями представлена на рис. 5 *а, б*.



а *б*



в



г

Рис. 5. Зразок 25: а, б – зображення поверхні; в – гранулометричний розподіл часток на поверхні, г – профілограма поверхні

Аналіз поверхневого шару показав, що він складається лише з гранул вихідного порошку без наявних агломератів та частково сплавлених часток, розподіл за гранулометричним складом наведено на рис. 5 *в*. Також було знято профілограму (рис. 5 *г*) з поверхні та проаналізовано шорсткість; значення параметрів шорсткості наведено в табл. 3. Цей зразок може слугувати як базовий з мінімальною усадкою друкованого матеріалу.

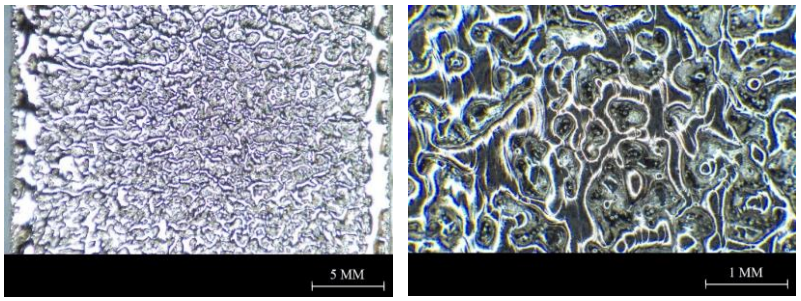
Таблиця 3. Зміна геометричних розмірів зразка на мікро- та макрорівні

№	R_a, мкм	R_z, мкм	R_t, мкм	$h_{зад}$, мм	$h_{вим}$, мм	Усадка, %
1	2	3	4	5	6	7
1	7,407	31,198	41,870	8,000	7,491	6,36
2	9,512	42,577	65,210	8,000	7,601	4,99
3	30,978	164,808	194,403	8,000	7,604	4,95
4	10,558	50,357	70,113	8,000	7,497	6,29
5	29,243	137,414	187,284	8,000	7,555	5,56
6	10,776	46,554	66,200	8,000	7,618	4,78
7	17,058	87,449	112,738	8,000	7,982	0,22
8	24,928	86,883	118,632	8,000	7,671	4,11
9	10,327	44,259	61,155	8,000	7,542	5,73
10	34,307	181,044	238,384	8,000	7,656	4,30
11	32,599	176,627	237,075	8,000	7,778	2,78
12	16,034	74,310	93,500	8,000	8,643	8,04
13	7,539	37,218	46,114	8,000	7,723	3,46
14	13,365	56,738	77,045	8,000	7,607	4,91
15	14,345	49,791	70,585	8,000	7,595	5,06
16	8,979	39,072	52,196	8,000	7,673	4,09
17	10,001	49,713	59,269	8,000	7,799	2,51

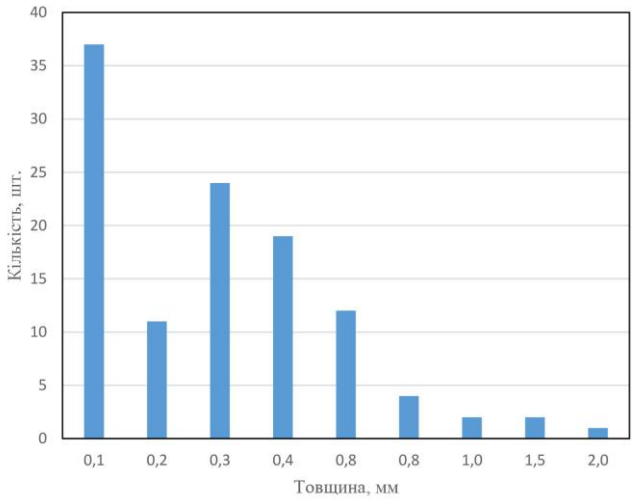
Закінчення табл. 3

1		2	3	4	5	6	7
18		22,900	131,881	163,048	8,000	7,809	2,39
19		11,414	53,978	76,715	8,000	7,701	3,74
20		30,029	139,142	172,101	8,000	7,715	3,56
21		16,531	78,978	102,648	8,000	7,728	3,40
22		15,228	59,976	95,151	8,000	7,647	4,41
23		38,313	191,511	229,154	8,000	7,678	4,03
24		12,216	53,878	65,587	8,000	7,455	6,81
25		20,337	119,496	136,361	8,000	7,599	5,01

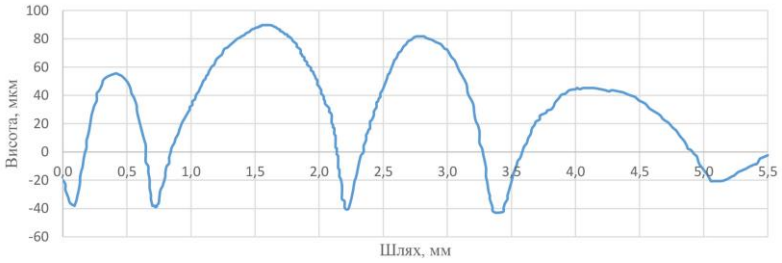
Зразки з мозаїчною будовою – це 3, 5, 11, 18, 20, 23. Поверхня зразку номер 5 із різним збільшенням представлена на рис. 6 *а, б*. Аналіз мозаїчної будови проводився за товщиною ліній сплавленого матеріалу; гістограму такого розподілу для зразка 5 наведено на рис. 6 *в*. Для кожного зразка отримано профілограми, профілограма зразка 5 наведена на рис. 6 *г*. Значення параметрів шорсткості наведено в табл. 3. З точки зору якості друку такі зразки вже можна вважати такими, що не пройшли контроль, оскільки сплавлення шарів відбувається нерівномірно; відповідно, окрім поверхневих, можуть бути внутрішні дефекти у вигляді порожнин.



а *б*



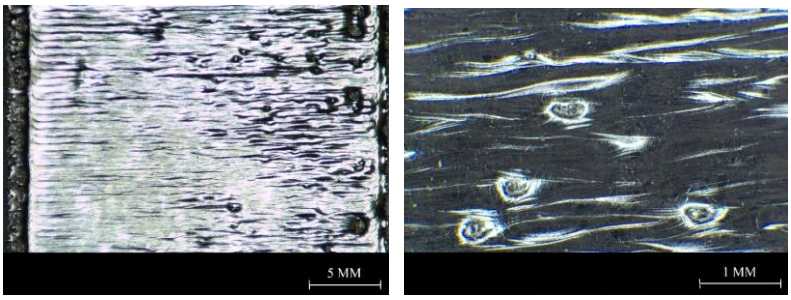
в



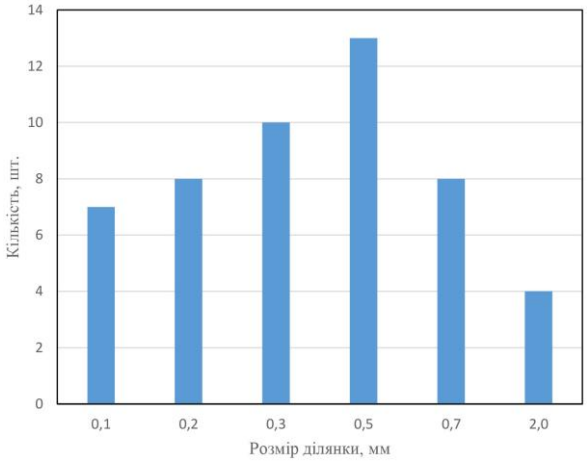
г

Рис. 6. Зразок 5: а, б – зображення поверхні, в – гістограма розподілу товщини ліній сплавленого металу, г – профілограма поверхні

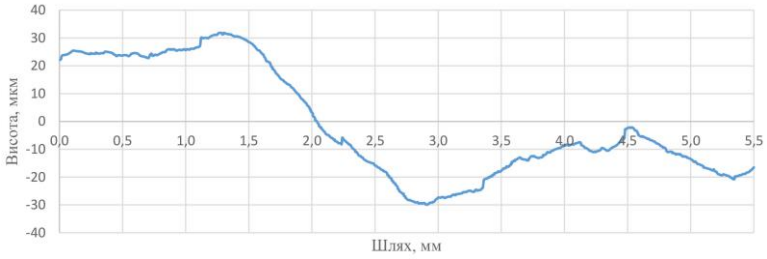
Зразки, що мають на поверхні непроплавлені ділянки – це 1, 6, 8, 10. Поверхню зразка 1, що має відповідні артефакти, представлено на рис. 7, *а*.



а



в



г

Рис. 7. Зразок 1: а, б – зображення поверхні, в – розподіл за розміром непроплавлених ділянок, г – профілограма поверхні

Слід зазначити, що в цих ділянках спостерігаються нерозплавлені частки порошку, що характерно видно на рис. 7 *б*. Розподіл за розміром непроплавлених ділянок представлено на гістограмі рис. 7 *в*. Профілограми, що отримано на поверхнях зразків, свідчать про збільшення шорсткості. Профілограма для зразку 1 наведена на рис. 7 *г*. Значення параметрів шорсткості наведені в табл. 3. Наявність таких артефактів свідчить про недостатню потужність електронного променю. Відповідний аналіз змін їх розмірів, зон розташування дозволить в подальшому скоригувати відповідні параметри для визначення пограничних значень з мінімальними витратами електроенергії і максимальною ефективністю.

Зразки, що не мають артефактів на поверхні – 2, 4, 5, 7, 9, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 19, 21, 22. В якості прикладу наведемо поверхню зразка номер 7, що із різними збільшеннями представлено на рис. 8 *а, б*. Як і у випадку зразків, що мають мозаїчну будову поверхні, проводився аналіз товщин ліній сплавлення та побудовано відповідні гістограми, гістограма для зразку 7 наведена на рис. 8 *в*. За отриманими профілограмами було визначено відповідні параметри шорсткості, вони наведені в таблиці 3. Відповідна профілограма для зразку 7 наведена на рис. 8 *г*.

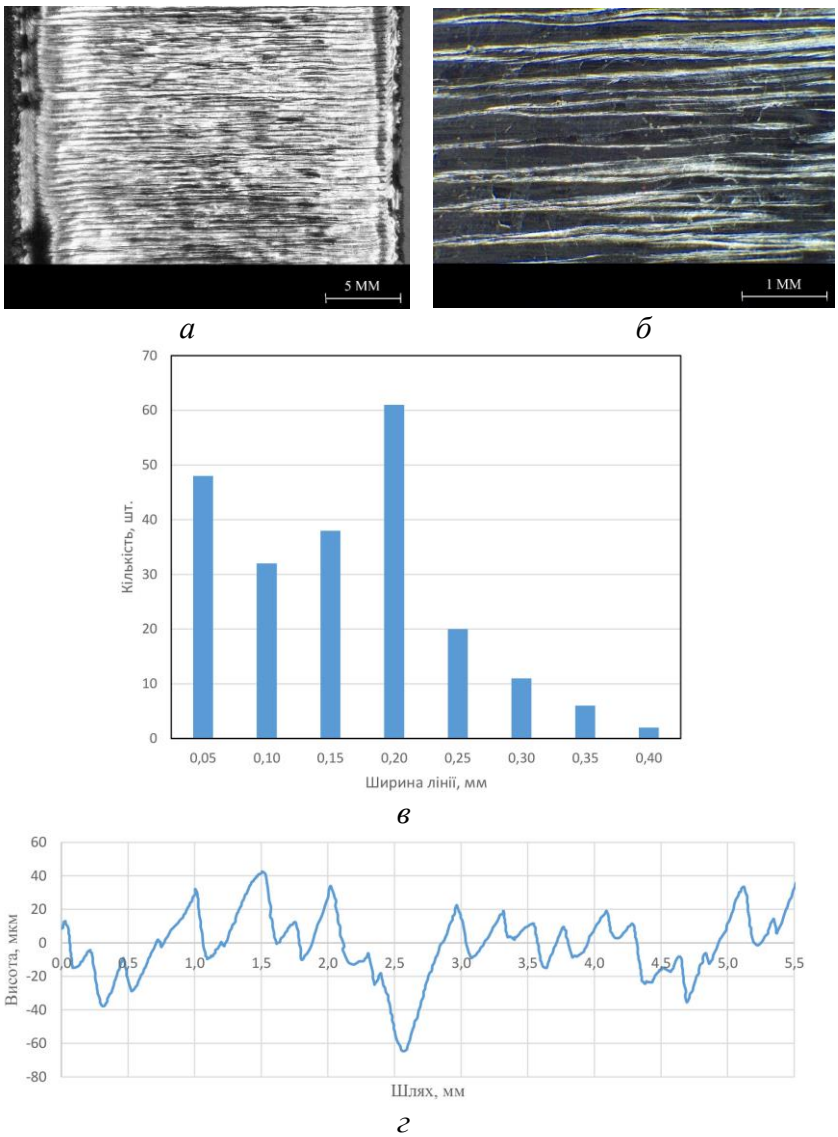
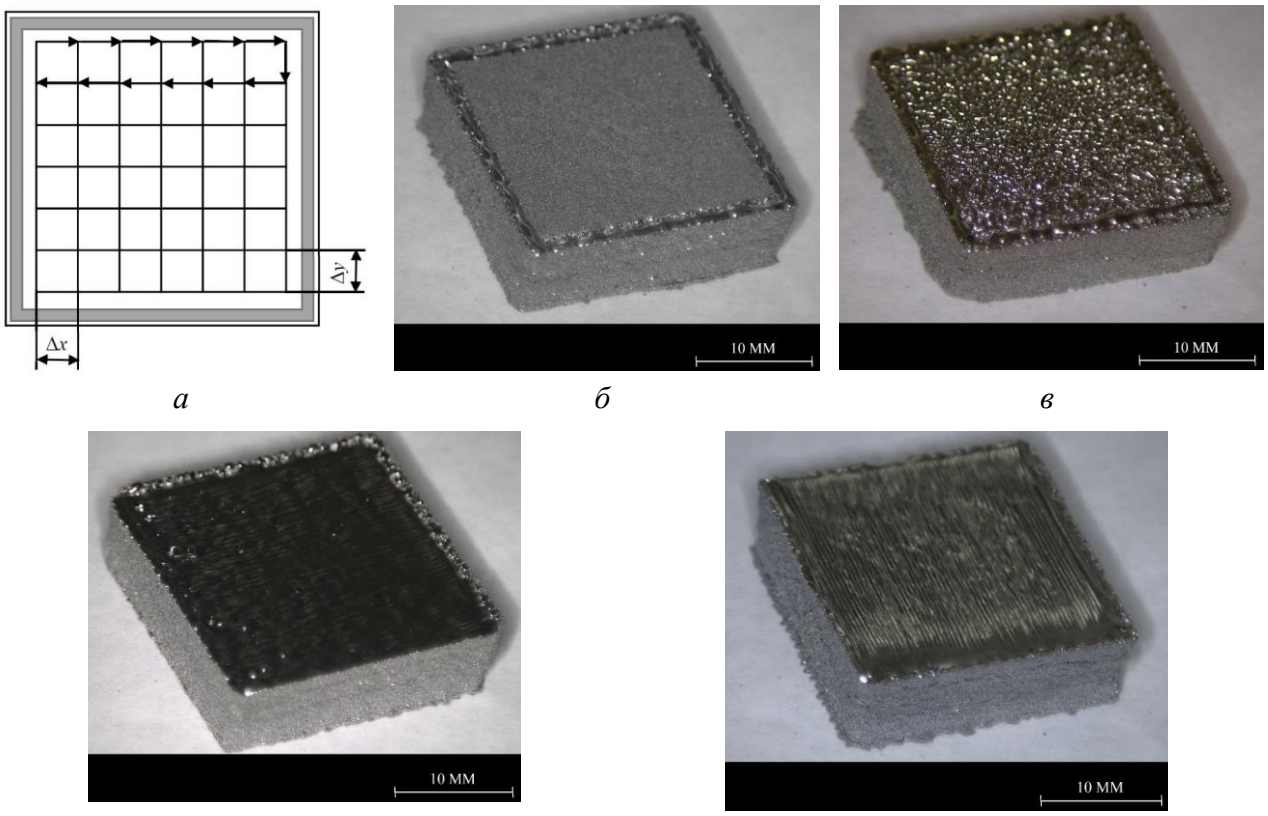


Рис. 8. Зразок 7: а, б – зображення поверхні, в – гістограма розподілу товщини ліній сплавленого металу, г – профілограма поверхні

Відповідність загальної висоти виробу визначалась згідно заданої схеми вимірювання, наведеної на рис. 9 *а*, для кожного надрукованого зразку.



а *б* *в*

в *г*

Рис. 9. Тривимірні поверхні зміни висоти профілю досліджуваних зразків: а – схема вимірювання; б – зразок 25; в – зразок 5; г – зразок 1; д – зразок 7

Для врахування складної геометрії поверхні окремих зразків в групі, а також підвищення точності обрахунків було прийнято провести вимірювання у 36 точках із кроком між точками 3 мм. Відповідні зображення зразків 25, 5, 1 та 7 наведено на рис. 9 *б–д*. Середнє значення за сукупністю всіх точок по поверхні для всіх зразків наведено в таблиці 3.

Як можна побачити з даних таблиці 3, є ряд режимів друку, проведених для різних кроків зміщення пучка в діапазоні 0,1–0,25, для котрих параметр шорсткості Ra починає змінюватись незначно. Наприклад, при кроці 0,15 зміна цього параметру для зразків 4, 9, 19 змінюється в межах 5%. Таким чином, визначення шорсткості можна використовувати в якості експрес-метода оцінки якості друку. Для того, щоб впевнитись в доцільності, необхідно додатково провести аналіз однорідності структури, а також відповідності за хімічним складом; ці дослідження заплановано в якості подальших кроків робіт в цьому напрямку.

Висновки

Наведені в статті міжнародні стандарти *ISO/ASTM-52900-2015, ISO/ASTM-52900-2017, ISO/ASTM-52941-2020, ISO/ASTM-52950-2022* регламентують ряд оціночних параметрів якості друку, вимог до обладнання та програмного забезпечення. Недоліком даних стандартів є те, що більшість з них взято для оцінки якості друку на принтерах або оцінки геометрії

тривимірних об'єктів як тиснених. Також первинним є не кількісний, а якісний аналіз, тобто такий, що базується на спостереженнях. Рекомендовано обирати зразки, спираючись на суб'єктивне поняття гарного вигляду, що достатньо для оцінки якості роботи звичайного принтеру, але не технологічного приладу для створення робочих елементів літальних апаратів. На даному етапі ще досить велика кількість невизначеного, що тільки буде враховуватись при корегуванні технологічних параметрів виробництва за допомогою адитивної електронно-променевої технології 3D друку.

Серія досліджень показала, що параметри шорсткості в подальшому можна використовувати для кількісного експрес-аналізу якості надрукованих виробів.

M. Tsysar, I. Klochkov, S. Motrunich, O. Katok, V. Matviichuk[1], **A. Babak**[2]

[1]*E.O. Paton Electric Welding Institute of the National Academy of Sciences of Ukraine*
[2]*National Technical University of Ukraine «Kyiv Polytechnic Institute. Igor Sikorsky», Ukraine*

PRINCIPLES OF ADDITIVE ELECTRON BEAM TECHNOLOGY FOR MANUFACTURING SPARE PARTS FROM VT20 TITANIUM ALLOY POWDER

Currently, there is a need in our country to create a large number of various unmanned aerial vehicles with different payloads, for which 3D printing methods are widely used. The growing requirements for the quality of the design elements of such devices, the replacement of plastics with stronger, but no less light materials force us to review traditional production methods and develop new alternative technologies. Some issues related to increasing the efficiency of the use of titanium raw materials are considered. Scientific studies in this area have shown that the efficiency of this type of production in terms of material consumption is 6...8 times higher than traditional production due to its specifics. However, this technology is too young and needs significant improvements. The given results of experimental studies testify to the sufficient technical potential of the Ukrainian scientific society to solve the set problems. For the first time, the dependence between the geometry and the parameters of the formation of a three-dimensional product by an electron beam from VT20 powder was obtained. The possibility of using this method for the production of solid monolithic structures of complex shape from titanium and its alloys has been experimentally confirmed. The performed analysis made it possible to significantly narrow the range of printing parameters and introduce corrections for the macro- and micro-geometric characteristics of the test samples.

Key words: *additive technologies, 3D printing, electron beam, titanium powder, roughness, geometric dimensions, shrinkage.*

Література

1. Dobrzański L.A., Dobrzański L.B., Dobrzańska-Danikiewicz A.D. Overview of conventional technologies using the powders of metals, their alloys and ceramics in Industry 4.0 stage. *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*. 2020. Vol. 98, N 2. P. 56–85.
2. Tylecote R.F. A History of Metallurgy. 2th ed. Maney Publishing For The Institute of Materials, 1992. 205 p.
3. Dickinson H.W. A Short History of the Steam Engine. London: Routledge, 1938, 282 p.
4. Wong K.V., Hernandez A. A review of additive manufacturing. *International Scholarly Research Network Mechanical Engineering*. 2012. Vol. 2012. ID 208760. 10 p.
5. Rizwan A.P.M., Hara T.C.R., Syed M.S.S., Yuvaraj C. Review on diverse materials applied for additive manufacturing. *International Journal for Research in Applied Science & Engineering Technology (IJRASET).* 2015. Vol. 3, N VII. P. 16–20.

6. Guessasma S., Zhang W., Zhu J., Belhabib S., Nouri H. Challenges of additive manufacturing technologies from an optimization perspective. *International Journal for Simulation and Multidisciplinary Design Optimization.* 2016. Vol. 6. ID A9.
7. Lewis G. Aspects of the Powder in Metal Additive Manufacturing: A Review. *World Journal of Engineering and Technology*. 2022. Vol. 10. P. 363–409.
8. Moustafa S., Daoush W., Ibrahim A. and Neubaur E. Hot Forging and Hot Pressing of AlSi Powder Compared to Conventional Powder Metallurgy Route. *Materials Sciences and Applications.* 2011. Vol. 2, N 8. P. 1127–1133. DOI: 10.4236/msa.2011.28152.
9. ASTM F2792-12 A standard terminology for additive manufacturing processes, with description quoted from the Wohlers Report 2014.
10. Dutta B., Froes Francis H. Additive Manufacturing of Titanium Alloys State of the Art, Challenges, and Opportunities. Elsevier, 2016. 465 p.
11. Garden L. Metal 3D printing in construction: A review of methods, research, applications, opportunities and challenges. *Engineering Structures*. 2019. Vol. 180. P. 332–348.
12. Zhang L.C., Liu Y., Li S., Hao, Y. Additive Manufacturing of Titanium Alloys by Electron Beam Melting. *A Review. Adv. Eng. Mater.* 2018. Vol. 20. P. 1–16.
13. German R.M., Dunlap J.W. Processing of iron-titanium powder mixtures by transient liquid phase sintering. *Met. Mater. Trans.* 1986. Vol. 17. P. 205–213.
14. Sun, P., Fang, Z.Z., Zhang, Y. et al. Review of the Methods for Production of Spherical Ti and Ti Alloy Powder. *JOM: the journal of the Minerals.* 2017. Vol. 69. P. 1853–1860.
15. Moll J.H. Utilization of gas-atomized titanium and titanium-aluminide powder. *JOM: the journal of the Minerals.* 2000. Vol. 52. P. 32–34.
16. Galanis, C.C., Sfantsikopoulos M.M., Koidis P.T., Kafantaris N.M., Mpikos P.G. Computer methods for automating preoperative dental implant planning: Implant positioning and size assignment. *Comput. Methods Programs Biomed*. 2007. Vol. 86. P. 30–38.
17. Malara P., Dobrzanrski L.B. Computer-aided design and manufacturing of dental surgical guides based on cone beam computed tomography. *Arch. Mater. Sci. Eng*. 2015. Vol. 76. P. 140–149.
18. Dickens P. M., Pridham M.S., Cobb R.C., Gibson I., Dixon G. Rapid prototyping using 3-D welding. *International Solid Freeform Fabrication Symposium*: Conference Proceedings and Journals. Austin, Texas, United States, 1992. P. 280–290.
19. ISO/ASTM-52900:2015. Additive manufacturing – General principles – Terminology. Effective from 2015-12-01. Official edition. 2015. 19 p.
20. ISO/ASTM-52900:2017. Additive manufacturing – General principles – Terminology. Effective from 2017-11-01. Official edition. 2017. 12 p.
21. ISO/ASTM-52941:2020. Additive manufacturing – System performance and reliability – Acceptance tests for laser metal powder-bed fusion machines for metallic materials for aerospace application. Effective from 2020-11-01. Official edition. 2020. 12 p.
22. ISO/ASTM-52950:2022 Additive manufacturing – General principles – Overview of data processing. Effective from 2020-30-09. Official edition. 2022. 10 p.

Надійшла 20.09.23

References

1. Dobrzański, L.A., Dobrzański, L.B., & Dobrzańska-Danikiewicz A.D. (2020). Overview of conventional technologies using the powders of metals, their alloys and ceramics in Industry 4.0 stage. *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, *98*(2), 56–85.

2. Tylecote, R.F. (1992). *A History of Metallurgy, Second Edition.* Maney Publishing For The Institute of Materials.
3. Dickinson, H.W. (1938). *A Short History of the Steam Engine.* Routledge.
4. Wong, K.V., & Hernandez A. (2012). A review of additive manufacturing. *International Scholarly Research Network Mechanical Engineering, 2012*, 208760.
5. Rizwan, A.P.M., Hara, T.C.R., Syed, M.S.S., & Yuvaraj, C. (2015). Review on diverse materials applied for additive manufacturing. *International Journal for Research in Applied Science & Engineering Technology (IJRASET). 3*(VII), 16–20.
6. Guessasma, S., Zhang, W., Zhu, J., et al. (2016). Challenges of additive manufacturing technologies from an optimization perspective. *International Journal for Simulation and Multidisciplinary Design Optimization. 6*, A9.
7. Lewis, G. (2022). Aspects of the Powder in Metal Additive Manufacturing: A Review. *World Journal of Engineering and Technology*, *10*, 363–409.
8. Moustafa, S., Daoush, W., Ibrahim, A., & Neubaur, E. (2011). Hot Forging and Hot Pressing of AlSi Powder Compared to Conventional Powder Metallurgy Route. *Materials Sciences and Applications*, *2*(8), 1127–1133.
9. (2014). ASTM F2792-12 A standard terminology for additive manufacturing processes, with description quoted from the Wohlers Report.
10. Dutta, B., Froes, & Francis, H. (2016). *Additive Manufacturing of Titanium Alloys State of the Art, Challenges, and Opportunities*. Elsevier.
11. Garden, L. (2019). Metal 3D printing in construction: A review of methods, research, applications, opportunities and challenges. *Engineering Structures*, *180*, 332–348.
12. Zhang, L.C., Liu, Y., Li, S., & Hao, Y. (2018). Additive Manufacturing of Titanium Alloys by Electron Beam Melting. A Review. *Adv. Eng. Mater., 20*, 1–16.
13. German, R.M., & Dunlap, J.W. (1986). Processing of iron-titanium powder mixtures by transient liquid phase sintering. *Met. Mater. Trans., 17*, 205–213.
14. Sun, P., Fang, Z.Z., Zhang, Y. et al. (2017). Review of the Methods for Production of Spherical Ti and Ti Alloy Powder. *JOM: the journal of the Minerals, 69*, 1853–1860.
15. Moll, J.H. (2000). Utilization of gas-atomized titanium and titanium-aluminide powder. *JOM: the journal of the Minerals, 52*, 32–34.
16. Galanis, C.C., Sfantsikopoulos M.M., Koidis P.T., et al. (2007). Computer methods for automating preoperative dental implant planning: Implant positioning and size assignment. *Comput. Methods Programs Biomed*., *86*, 30–38.
17. Malara, P., & Dobrzanrski, L.B. (2015). Computer-aided design and manufacturing of dental surgical guides based on cone beam computed tomography. *Arch. Mater. Sci. Eng*., *76*, 140–149.
18. Dickens P. M., Pridham M.S., Cobb R.C., et al. (1992). Rapid prototyping using 3-D welding. *International Solid Freeform Fabrication Symposium.* Austin, Texas, United States.
19. *Additive manufacturing – General principles – Terminology* (ISO/ASTM-52900:2015). (2015).
20. *Additive manufacturing – General principles – Terminology* ISO/ASTM-52900:2017. (2017).
21. *Additive manufacturing – System performance and reliability – Acceptance tests for laser metal powder-bed fusion machines for metallic materials for aerospace application* ISO/ASTM-52941:2020. (2020).
22. *Additive manufacturing – General principles – Overview of data processing* ISO/ASTM-52950:2022. (2022).

УДК 542.91:762 621.315 DOI: 10.33839/2708-731X-24-1-347-354

А. В. Довгаль[1], Д. В. Часник[2]; І. П. Фесенко[3], Ю. М. Туз[1], О. М. Кайдаш[3], доктори технічних наук; **В. Б. Свердун[3], Т. Б. Сербенюк[3], В. І. Часник[4],** кандидати технічних наук

[1] Національний технічний університет України «Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського», 37, просп. Перемоги, 03056, м. Київ, Україна
[2] Український НДІ спеціальної техніки та судових експертиз Служби безпеки України, 3, вул. Миколи Василенка, 03113, м. Київ, Україна
[3] Інститут надтвердих матеріалів імені В. Бакуля НАН України, 2, вул. Автозаводська, 04074, м. Київ, Україна, E-mail: igorfesenko@ukr.net
[4] Державне підприємство НДІ «ОРІОН», 8А, вул. Антона Цедіка, 03057, м. Київ, Україна

ОДЕРЖАННЯ ВІЛЬНИМ СПІКАННЯМ ВЕЛИКОГАБАРИТНИХ ДЕТАЛЕЙ З ФУНКЦІОНАЛЬНОГО КОМПОЗИТУ З КЕРАМІЧНОЮ МАТРИЦЕЮ НА ОСНОВІ НІТРИДУ АЛЮМІНІЮ ДЛЯ РОЗРОБКИ ШИРОКОСМУГОВОГО ВИСОКОВОЛЬТНОГО ПІДСИЛЮВАЧА

Вивчено вплив добавки оксиду ітрію на теплопровідність функціонального композиту з керамічною матрицею на основі нітриду алюмінію, одержаного вільним спіканням. Представлено результати дослідження мікроструктури, виміряні значення теплопровідності одержаних зразків, визначено оптимальну кількість оксиду ітрію у вихідній порошковій композиції для спікання великогабаритних деталей для широкосмугового високовольтного підсилювача.

Для покращення передачі інформації за рахунок збереження в процесі підсилення форми сигналу розроблено широкосмуговий високовольтний підсилювач з мінімальним викривленням фронтів імпульсів з використанням керамічного композиту на основі AlN, одержаного вільним спіканням великогабаритних деталей з теплопровідністю 160 Вт/(м·К).

Розроблений новий широкосмуговий високовольтний підсилювач з віртуальним живленням перевищує параметри використовуваного зараз в електротехніці підсилювача. За рахунок використання деталей з нітриду алюмінію великого розміру розроблений новий підсилювач має наступні характеристики: напруга до 1 кВ, частота до 100 кГц.

Новий широкосмуговий високовольтний підсилювач має мінімізовані струми витікання через паразитну ємність і характеризується мінімальним викривлення фронтів імпульсів, що дозволяє покращити передачу інформації за рахунок збереження в процесі підсилення форми сигналу.

Ключові слова: *нітрид алюмінію, оксид ітрію, мікроструктура, теплопровідність, підсилювач.*

Вступ

Кераміка на основі нітриду алюмінію (AlN) все ширше застосовується для відводу тепла у нових приладах електротехніки та електроніки [1, 2]; її отримують вільним спіканням з додаванням активаторів [3, 4]. Звичайно використовують деталі розміром до 20 мм та товщиною 1 мм [5]. Задача отримання великогабаритних деталей з керамічного матеріалу на основі AlN з високими теплопровідними та ізоляційними властивостями повстала у зв'язку з необхідністю збереження інформації при її передачі та обробці за рахунок використання широкосмугових

високовольтних підсилювачів електричного сигналу з мінімальним викривленням фронтів імпульсів сигналу в процесі підсилення; тобто, необхідно покращити передачу інформації за рахунок збереження в процесі підсилення форми електричного сигналу.

Мета роботи – одержати великогабаритні деталі (до 70 мм) з керамічного матеріалу на основі AlN з високою теплопровідністю, придатні для використання при розробці нових підсилювачів з мінімальними втратами сигналу.

Матеріали і методи дослідження

Для зменшення втрат сигналу через паразитну ємність було прийнято рішення про зменшення ємнісного зв'язку за рахунок конструктивного дистанціювання корпусу операційних підсилювачів широкосмугового високовольтного підсилювача від загальної шини шляхом розміщення додаткового проміжного шару теплопровідного ізолятора. Нами використано одержаний вільним спіканням композиційний матеріал на основі AlN з теплопровідністю 160 Вт/(м·К) і розмірами 60×70×5 мм.

Вихідні композиційні порошкові суміші готували на основі порошку AlN з додаванням від 1 до 20 % (за масою) Y_2O_3. Композиційні порошкові компакти розмірами 90×90×10 мм готували одновісним пресуванням під тиском 300 МПа. Порошкові компакти спікали в шахтній печі опору з вольфрамовими нагрівниками за температури 1700 і 1800°С, в атмосфері азоту під тиском 0,12 МПа. Час витримки на максимальній температурі підбирався для одержання густини 99 %. Для порівняння, технологія мікрохвильового спікання дає можливість одержувати деталі діаметром лише 2,74 см і товщиною 1,4 см з високою теплопровідністю 160–220 Вт/(м·К) [6].

Теплопровідність керамічних зразків у формі пластин розміром 15×20 мм і товщиною 1,0 мм визначали при кімнатній температурі нестаціонарним методом за допомогою пристрою для вимірювання коефіцієнта теплопровідності високотеплопровідних матеріалів ИТ-3 МХТИ [7].

Результати та їх обговорення

Мікроструктура одержаних зразків з вмістом 4; 8 та 20 % (за масою) Y_2O_3 представлена на рис. 1. З мікрофотографій видно, що вміст ітрійалюмінієвого гранату (світла фаза в міжзернових границях та потрійних стиках зерен), який утворився при застиганні рідкої фази, є приблизно однаковим.

Це можна пояснити сублімацією/випаровуванням частини ітрійалюмінієвого гранату в процесі спікання нітриду алюмінію [6].

Виміряна теплопровідність одержаної вільним спіканням при 1800 °С кераміки на основі AlN є найвищою для вмісту Y_2O_3 4–5 % (за масою) і становить 160 Вт/(м·К) (рис. 2). При підвищенні вмісту оксиду ітрію у вихідній шихті теплопровідність спеченої кераміки має тенденцію до незначного зменшення.

Це дозволило вибрати оптимальну кількість оксиду ітрію для рівномірного спікання по об'єму порошкових заготовок на основі AlN і одержання вільним спіканням крупних деталей розмірами 60×70×5 мм.

Використання високотеплопровідного діелектричного функціонального композиту на основі нітриду алюмінію дозволило змінити ємнісний зв'язок з шиною заземлення. Віддалення підсилювача на 5 мм від радіаторного елемента зменшило паразитну ємність до 4 пФ. Крім того, висока електроізоляційна характеристика нітриду забезпечила безпечну робочу напругу до 4000 вольт, а низька ємнісна властивість AlN забезпечує необхідний набір

характеристик для його використання в якості ізоляційних пластин для високовольтних підсилювачів (рис. 3).

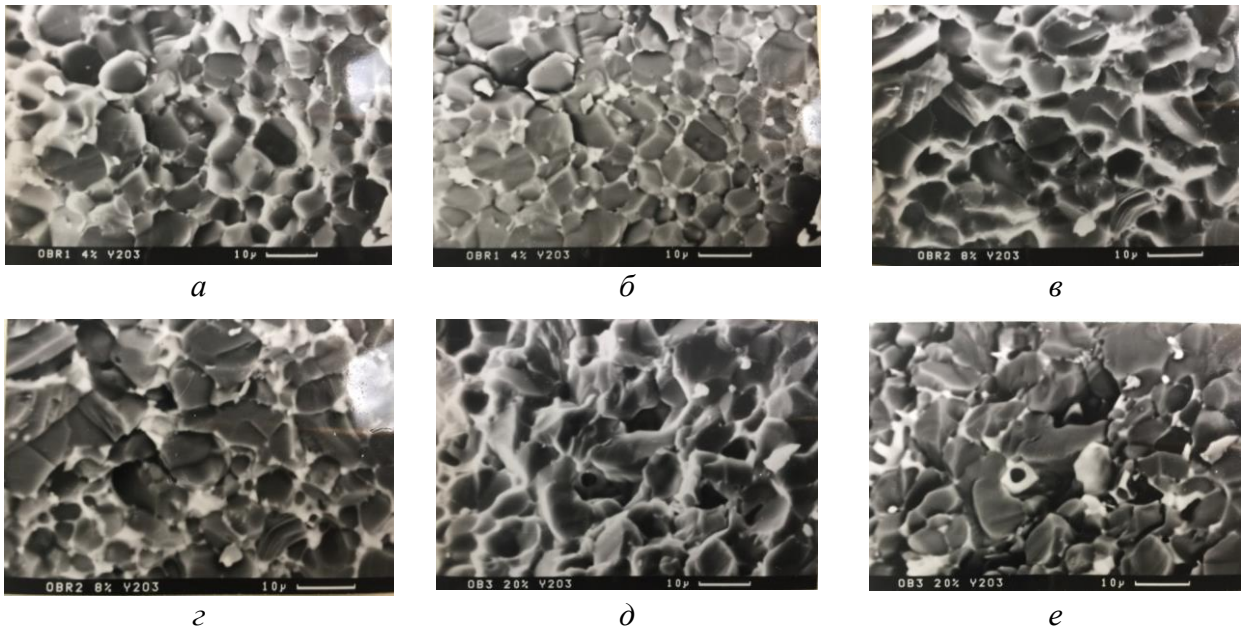


Рис. 1. Топологія поверхні зламу (a, c, e) і її зображення у режимі фазового контрасту (b, d, f) одержаних вільним спіканням при 1800 °С композитів на основі AlN з різним вмістом Y_2O_3, у % (за масою): 4 – a, b; 8 – c, d; 20 – e, f

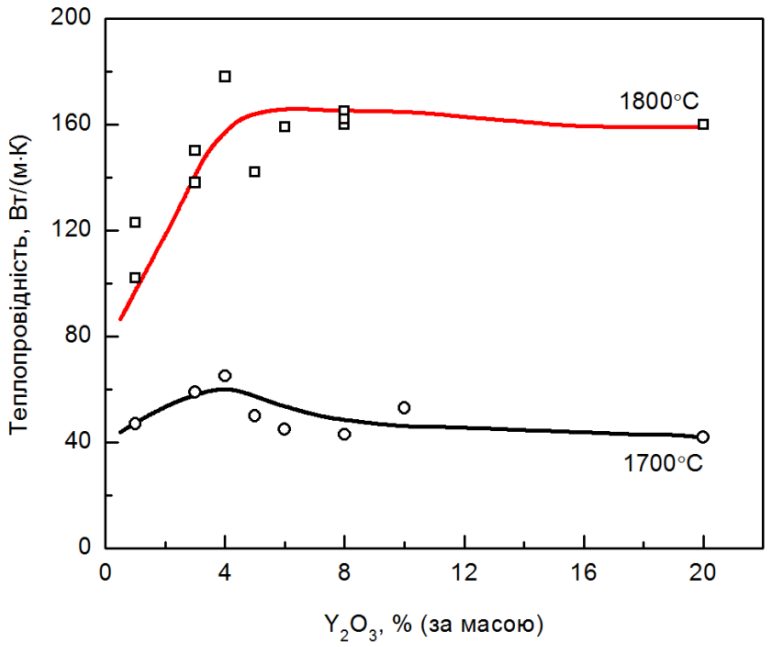


Рис. 2. Залежність від вмісту Y_2O_3 теплопровідності композитів на основі AlN, спечених за різної температури

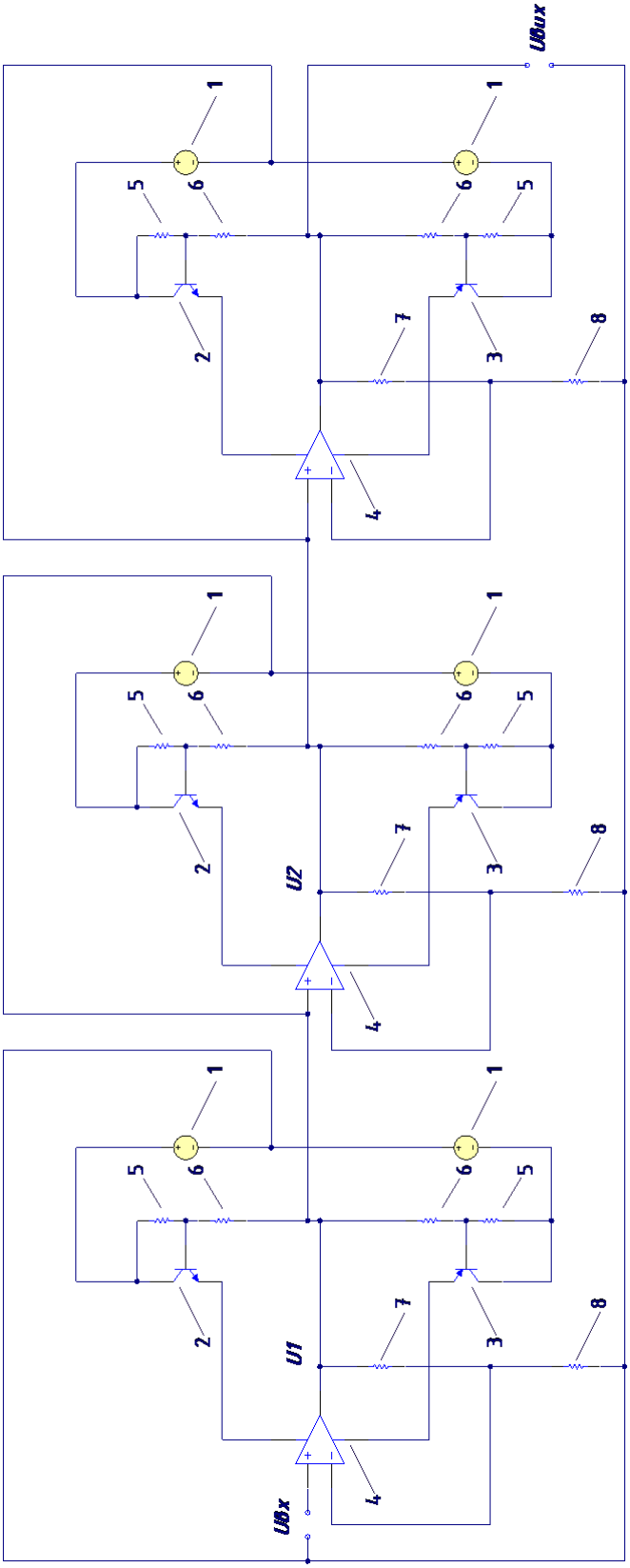


Рис. 3. Розроблений високовольтний неінвертуючий широкосмуговий каскадний підсилювач високої напруги

Рішення тепловідведення з високочастотних підсилювачів з окремим віртуальним живленням не обмежується лише процесом розміщення компонентів на радіаторах. Високочастотні високовольтні схеми дуже чутливі до будь-якого ємнісного зв'язку між сигналами та живленням. Додаткова паразитна ємність, що з'являється з-за неідеальності побудови, є негативним явищем, яке створює додаткові струми витікання. Такі струми є особливо значущими на високих частотах та можуть кардинально впливати на роботу системи в цілому.

Експериментальний підхід побудови підсилювальної схеми з віртуальним нулем та окремими незалежними джерелами напруг дає можливість об'єднувати каскади окремих операційних підсилювачів для розширення робочого діапазону напруг.

Неінвертуючий широкосмуговий каскадний підсилювач складається з трьох каскадів, кожен з яких містить два джерела напруги живлення *1*, транзисторний повторювач, який складається з біполярного NPN транзистора *2* та біполярного PNP транзистора *3*, операційний підсилювач *4*, подільник напруги робочої точки живлення, який складається з резисторів встановлення робочої напруги *5* та *6*, і подільник підсилення, який складається з резисторів встановлення коефіцієнта підсилення сигналу *7* та *8*.

Так як окремі підсилювачі потребують значних за розмірами радіаторів для розсіювання тепла, однією з критичних проблем реалізації такого підсилювача є забезпечення тепловідведення з мінімальним ємнісним зв'язком між окремими силовими та сигнальними каскадами системи. Загальна потужність, яку здатен розсіювати підсилювач, оцінюється в 120 Вт. Через таку значну кількість розсіювання енергії конструкція такого пристрою передбачає кріплення окремих підсилювачів до основи корпусу для покращення тепловідведення та активний вентиляторний обдув. Кріплення підсилювачів до корпусної пластини створює додатковий ємнісний зв'язок між корпусом операційного підсилювача та спільною шиною.

Як уже було зазначено вище, саме через паразитний ємнісний зв'язок схема стає надчутливою до високочастотних сигналів, що створює проблеми збудження системи та спотворення вихідної форми. Для прикладу, частота 100 кГц та робоча напруга 2000 В створює 2 мА струму витікання та 50 Вт втрат потужності при ємнісному зв'язку 20 пФ між останнім та першим каскадами.

$$X_c = \frac{1}{2\pi f C} = \frac{1}{2\pi * 100 * 10^3 * 20 * 10^{-12}} = 79{,}58 \text{ кОм}$$

$$I_{lk} = \frac{U}{X_c} = \frac{2000\text{В}}{79{,}58 \text{ кОм}} = 0{,}025 \text{ А}$$

$$P_{lk} = U * I = 2000 \text{ В} * 0{,}025 \text{ А} = 50\text{Вт}$$

де X_c – імпеданс конденсатора, C – ємність конденсатора, I_{lk} – струм втрат, P_{lk} – потужність втрат.

При розміщенні підсилювача на радіаторну пластину експериментально було визначено паразитний ємнісний зв'язок між корпусом підсилювача та загальною шиною заземлення, що складає 18 пФ. Розроблений нами високовольтний підсилювач з керамічними ізоляційними деталями розміром 60×70×5 мм складається з чотирьох мікросхем операційних підсилювачів *Apex PA94* в корпусі *DQ12* (рис. 4).

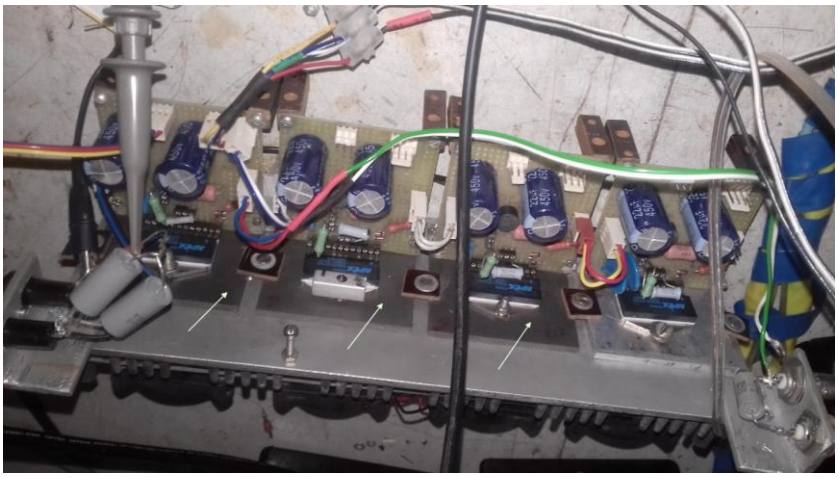
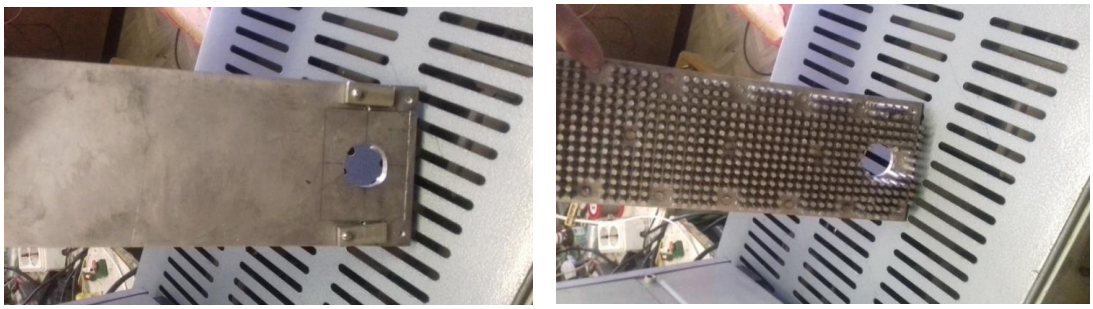


Рис. 4. Широкосмуговий високовольтний підсилювач з віртуальним живленням складається з чотирьох операційних підсилювачів, три з яких (ліворуч) розміщені на керамічних пластинах з AlN, які відмічені білими стрілками

Живлення трьох операційних підсилювачів від'єднане від загального заземлення даного широкосмугового високовольтного підсилювача, за виключенням першого операційного підсилювача (праворуч на рис. 4). У свою чергу, блоки живлення трьох операційних підсилювачів характеризуються мінімальною ємністю стосовно загального заземлення підсилювача, мають ємність на рівні одиниць пікофарад (пФ) відносно загального живлення підсилювача. Крім того, в цьому підсилювачі для зменшення ємності застосовують трансформатор з віддаленими обмотками.

Перший операційний підсилювач (праворуч на рис. 4) закріплений на радіаторі, виготовленому з алюмінію, а три наступні – на керамічних деталях великого розміру з AlN. Ці три операційні підсилювачі відірвані від загального заземлення. Конструктивно кожен з трьох корпусів мікросхем операційних підсилювачів розміщується на керамічній деталі з кераміки нітриду алюмінію розмірами 60×70×5 мм і теплопровідністю 160 Вт/(м·К).

Кожна керамічна деталь з нітриду алюмінію, яка несе на собі операційний підсилювач, закріплена на загальному радіаторі з алюмінію. Загальний радіатор має розвинену задню поверхню (рис. 5) і, крім того, відповідні отвори для примусового охолодження кожного операційного підсилювача окремим вентилятором. Отвір у загальному радіаторі і місце під деталь з нітриду алюмінію представлено на рис. 5.



а *б*

Рис. 5. Вид радіатора з місцем під операційний підсилювач (а) та вигляд з боку охолодження (б)

Висновки

Для покращення передачі інформації за рахунок збереження в процесі підсилення форми сигналу розроблено широкосмуговий високовольтний підсилювач з мінімальним викривленням фронтів імпульсів з використанням керамічного композиту на основі AlN, одержаного вільним спіканням великогабаритних деталей (60×70×5 мм) з теплопровідністю 160 Вт/(м·К).

Розроблений новий широкосмуговий високовольтний підсилювач з віртуальним живленням перевищує параметри використовуваного зараз в електротехніці підсилювача для діапазону частот від 1 до 50 МГц, який працює при напругах понад 30 В і виготовлений з використанням нітриду алюмінію у діелектричних деталях охолодження середнього розміру. За рахунок використання деталей з нітриду алюмінію великого розміру, розроблений новий підсилювач має наступні характеристики: напруга до 1 кВ, частота до 100 кГц.

Новий широкосмуговий високовольтний підсилювач має мінімізовані струми витікання через паразитну ємність і характеризується мінімальним викривленням фронтів імпульсів, що дозволяє покращити передачу інформації за рахунок збереження в процесі підсилення форми сигналу.

A. Dovhal[1], D. Chasnyk[2], I. Fesenko[3], Yu. Tuz[1], O. Kaidash[3], T. Serbeniuk[3], V. Chasnyk[4], V. Sverdun[3]

[1]National Technical University of Ukraine "Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute
[2]Ukrainian Research Institute of Special Equipment and Forensic Science of the Security Service of Ukraine (ISEE SSU)
[3]Bakul Institute for Superhard Materials of the National Academy of Sciences of Ukraine
[4]State Enterprise Research Institute ORION, Ukraine

PREPARING BY PRESSURELESS SINTERING OF LARGE-SIZE PARTS FROM FUNCTIONAL AlN CERAMIC MATRIX COMPOSITE FOR DESIGN OF WIDE-RANGE HIGH-VOLTAGE AMPLIFIER

Influence of yttria addition on thermal conductivity of functional AlN-based ceramic matrix composite prepared by pressureless sintering was studied. Microstructural characteristics and measured values of thermal conductivity are presented. An optimal content of yttria in starting powder composition was estimated to prepare large-size parts for wide-range high-voltage amplifier.

To improve the information transmission by preserving the signal shape during the amplification process, a broadband high-voltage amplifier with minimal distortion of the pulse fronts was developed using a AlN-based ceramic composite, prepared by pressureless sintering of large-sized parts with a thermal conductivity of 160 W/(m·K).

The developed new broadband high-voltage amplifier with virtual power exceeds the parameters of the amplifier currently used in electrical engineering. Due to the use of large aluminum nitride parts, the developed new amplifier has the following characteristics: voltage up to 1 kV, frequency up to 100 kHz.

The new broadband high-voltage amplifier has minimized leakage currents due to parasitic capacitance and is characterized by minimal distortion of pulse fronts, which allows for improved information transmission by preserving the signal shape during the amplification process.

Key words: *aluminum nitride, yttria, microstructure, thermal conductivity, amplifier.*

Література

1. Herrmann R. Ceramics for Hybrid Vehicles, Solar and Wind Power Systems. *Ceramic Forum International. Berichte der Deutschen Keramischen Gesellschaft (Cfi/Ber. DKG).* 2010. Vol. 87, N 11–12. P. E15–E16
2. Rauchenecker J., Konegger T. Additive manufacturing of aluminum nitride ceramics with high thermal conductivity via digital light processing. *Open Ceramics*. 2022. Vol. 9. P. 100215.
3. Wu H., Wang X., Li H. Effects of Dy_2O_3 on the Dielectric Property, Phase Composition, and Microstructure of the Low Temperature Sintered AlN Ceramics. *J. Mater. Science Research*. 2012. Vol. 1, N 4. P. 41–47.
4. Neher M., Hermann M., Fabrichnaya O., Pavlyuchkov D., Seifert H. J. Liquid phase formation in the system $AlN–Al_2O_3–Y_2O_3$. Part I. Experimental investigations. *J. Eur. Ceram. Soc*. 2013. Vol. 33, N 13–14. P. 2447–2455
5. Okada G., Fukuda K., Kasap S., Yanagida T. Aluminum Nitride Ceramic as an Optically Stimulable Luminescence Dosimeter Plate. *Photonics*. 2016. Vol. 3, N 2. P. 23.
6. Xu G., Orolunyolemi T., Wilson C.O., Lloyd I.K., Carmel Yu. Microwave sintering of high-density, high thermal conductivity AlN. *J. Mater. Res*. 2002. Vol. 17, N 11. P. 2837–2845
7. Теплопровідність надтвердих матеріалів / І.П. Фесенко, В.З. Туркевич, В.І. Часник та ін. 2-е вид. *Корсунь-Шевченківський: ФОП Майдаченко І.В*., 2018. 68 с.

Надійшла 31.07.23

References

1. Herrmann, R. (2010). Ceramics for Hybrid Vehicles, Solar and Wind Power Systems. *Cfi/Ber. DKG*. *87*(11–12), E15–E16.
2. Rauchenecker, J., & Konegger, T. (2022). Additive manufacturing of aluminum nitride ceramics with high thermal conductivity via digital light processing. *Open Ceramics*, *9*, 100215.
3. Wu, H., Wang, X., & Li, H. (2012). Effects of Dy_2O_3 on the Dielectric Property, Phase Composition, and Microstructure of the Low Temperature Sintered AlN Ceramics. *Journal of Material Science Research*, *1*(4), 41–47.
4. Neher, M., Hermann, M., Fabrichnaya, O., et al. (2013). Liquid phase formation in the system $AlN–Al_2O_3–Y_2O_3$. Part I. Experimental investigations. *J. Eur. Ceram. Soc.*, *33*(13–14), 2447–2455.
5. Okada, G., Fukuda, K., Kasap, S., & Yanagida, T. (2016). Aluminum Nitride Ceramic as an Optically Stimulable Luminescence Dosimeter Plate. *Photonics*, *3*(2), 23.
6. Xu, G., Orolunyolemi, T., Wilson, C. O., et al. (2002). Microwave sintering of high-density, high thermal conductivity AlN. *J. Mater. Res*. *17*(11), 2837–2845.
7. Fesenko, I. P., Turkevich, V. Z., Chasnyk, V. I. et al. (2018). Thermal Conductivity of Superhard Materials. *Korsun-Shevchenkivsky: FOP Maydachenko* [in Ukrainian]

УДК 621.371 DOI: 10.33839/2708-731X-24-1-355-362

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 ПОЛІСТИРОЛУ

Метою даного дослідження є вивчення закономірностей впливу фізичних властивостей оброблюваного матеріалу та дисперсної системи на показники полірування оптичних деталей з полістиролу. В результаті дослідження механізму полірування оптичних деталей з полістиролу за допомогою дисперсної системи з мікро- та наночастинок полірувального порошку встановлено, що утворення наночастинок шламу оброблюваного матеріалу і наночастинок зносу полірувального порошку є наслідком FRET між енергетичними рівнями частинок полірувального порошку і оброблюваного матеріалу в чотирьохмодовому режимі, яке відбувається у відкритому резонаторі, утвореному двома паралельними поверхнями оброблюваного матеріалу і притира. Показано, що швидкість зняття оброблюваного матеріалу та інтенсивність зношування полірувального порошку під час полірування полістиролу визначаються сумарними за всіма модами коефіцієнтами об'ємного зносу, сумарними значеннями часу життя збудженого стану кластерів оброблюваної поверхні і частинок полірувального порошку і результуючою добротністю резонатора на всіх можливих частотах дискретного спектру. Встановлено, що результати теоретичного розрахунку швидкості зняття оброблюваного матеріалу під час полірування оптичних деталей з полістиролу добре узгоджується з даними експериментального визначення продуктивності полірування за відхилення до 3 %. Показано, що шорсткість полірованої поверхні залежить від добротності резонатора на всіх дозволених частотах і характеризується параметрами Ra, Rq і Rmax, які є суперпозицією цих параметрів, характерних для кожної з можливих мод. Встановлено, що швидкість зняття оброблюваного матеріалу і шорсткість полірованих поверхонь задовольняють вимогам, що висуваються до процесу полірування оптичних поверхонь. Результати дослідження доцільно використовувати при розробці процесів полірування полімерних оптичних матеріалів.

***Ключові слова**: полірування, дисперсна система, наночастинки, швидкість зняття матеріалу, шорсткість.*

Вступ

На теперішній час полірування оптичних поверхонь деталей з полістиролу, які використовуються для виготовлення пластмасових сцинтиляторів, здійснюється за допомогою полірувальних дисперсійних систем з неабразивних мікро- та нанопорошків [1–3]. Швидкість зняття оброблюваного матеріалу, інтенсивність зносу полірувального порошку 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 полістиролу пов'язана з недосконалістю технології їх механічної

обробки та відсутністю полірувальних дисперсійних систем, які б забезпечували високі продуктивність та якість обробки полірованих поверхонь за мінімальної інтенсивності зношення полірувального порошку. Саме тому дослідження впливу фізико-хімічних властивостей оброблюваного матеріалу та дисперсної системи на швидкість зняття оброблюваного матеріалу, інтенсивність зносу полірувального порошку і шорсткість оброблених поверхонь під час полірування оптичних деталей з полістиролу є актуальним. Метою даного дослідження є вивчення закономірностей впливу фізичних властивостей оброблюваного матеріалу та дисперсної системи на показники полірування оптичних деталей з полістиролу.

Методика дослідження

Дослідження закономірностей зняття оброблюваного матеріалу, зносу полірувального порошку та формування нанопрофілю полірованої поверхні здійснювалось при поліруванні плоских поверхонь деталей з полістиролу діаметром 60 мм на верстаті мод. 2ШП-200М за допомогою притира з пінополіуретану діаметром 100 мм за тиску притискання деталі до притира 17,7 кПа, частоти обертання притира 90 об/хв., зміщення штриха 30 мм та довжини штриха 80 мм, середньої температурі в зоні контакту оброблюваної деталі та притира 298 *K*. Для полірування сцинтиляторів з полістиролу (густина 1,06 г/см^3, коефіцієнт теплопровідності 0,12 Вт/(м·*K*)) використовувалась дисперсна система з мікро- та нанопорошків, яка характеризувалась частотами власних коливань молекулярних фрагментів частинок полірувального порошку, визначеними за спектрами ІЧ-поглинання (Фур'є-спектрометр *Nicolet* 6700): 550, 597, 604, 638, 670, 733, 777, 850, 873, 943, 984, 996, 1084, 1119 (см$^{-1}$). Для полістиролу характерними є частоти: 537, 694, 753, 905, 1027 (см$^{-1}$). Розміри частинок полірувального порошку визначались за зображеннями, отриманими за допомогою растрового електронного мікроскопу *Zeiss-EVO50* з системою мікроаналізу *AZtec*, з яких видно, що їх максимальна довжина складає l_m = 5,1 мкм, товщина змінюється від 262,0 нм до 555,9 нм, маючи середній розмір частинок полірувального порошку d_2 = 409 нм, а значення еліптичності, оцінене за величиною кута кривини твірної лінії $\alpha_к = 2(\pi - 2\text{arctg}(d_2/l_m)$, знаходиться в інтервалі від 333,4^o до 341,6^o, що свідчить про їх голкоподібну форму. Зняття оброблюваного матеріалу визначалось ваговим методом за допомогою аналітичних терезів АВД-200 в мг/30 хв. Параметри шорсткості полірованих поверхонь визначали за допомогою методів комп'ютерного моделювання, рефлектометрії, інтерферометрії та профілометрії та контролювали за допомогою безконтактного інтерференційного 3D профілографа *Micron-alpha*. Довжина шляху тертя частинки полірувального порошку по оброблюваній поверхні L_t = 188 мм, а швидкість відносного переміщення деталі і притира, усереднена за кінематичними параметрами полірування u = 0,47 м/с. Час контакту частинки полірувального порошку з оброблюваною поверхнею складав $t_c = d_2/u$ = 0,88 мкс.

Механізм утворення частинок шламу і частинок зносу полірувального порошку під час полірування

У відповідності до сучасних уявлень про механізм взаємодії між складовими частинами гібридних наносистем енергія збудженого стану донора переходить до акцептора в результаті диполь-дипольної взаємодії між ними і відбувається без проміжного випромінювання фотонів (Ферстеровске резонансне перенесення енергії, *FRET*) [7–8]. Зняття оброблюваного матеріалу, зношування робочої поверхні притира та частинок полірувального порошку є наслідком *FRET* між частинками дисперсної фази полірувальної дисперсної системи, оброблюваною поверхнею та поверхнею притира, який відбувається у відкритому резонаторі, що утворюється двома паралельними поверхнями оброблюваного матеріалу і притира. Завдяки цьому стає можливим

реверсування *FRET*, коли донор і акцептор міняються місцями (ефект карнавала), або коли молекулярні фрагменти частинок дисперсної фази та оброблюваної поверхні є і донорами, і акцепторами одночасно [5–6]. В результаті *FRET* за мінімального спектрального і просторового розділення між ними на характерних частотах ν_1 і ν_2 утворюються частинки шламу оброблюваного матеріалу і частинки зносу полірувального порошку. Під час полірування в системі оброблювана поверхня – дисперсна система – поверхня притира на відміну від *FRET* лазерів, які генерують фотони, відбувається генерація наночастинок шламу, зносу полірувального порошку і зносу притира, які рухаються в резонаторі та характеризуються відповідними частотами як квантові частинки. Час життя τ_1 збудженого стану кластерів оброблюваної поверхні обернено пропорційний ймовірності дипольних переходів з рівнів енергії кластерів частинок полірувального порошку на частоті ν_2, а час життя τ_2 кластерів поверхні частинок полірувального порошку у збудженому стані обернено пропорційний ймовірності дипольних переходів з рівнів енергії кластерів оброблюваної поверхні на частоті ν_1 [5].

Потужність генерації наночастинок шламу і наночастинок зносу полірувального порошку, яка залежить від спектрального розділення $\delta\nu_{1,2} = |\nu_1 - \nu_2|$ і добротності резонатора $Q_{1,2} = \nu_{1,2}/|\nu_2 - \nu_1|$, визначає швидкість зняття оброблюваного матеріалу та інтенсивність зношування полірувального порошку, для розрахунку яких використовуються формули [5]

$$MRR = \eta_1 L_t \frac{\tau_1}{t_c} Q_1 \quad \text{і} \quad WP = \eta_2 L_t \frac{\tau_2}{t_c} Q_2 \cdot \tag{1}$$

де η_1, η_2 – коефіцієнти об'ємного зносу оброблюваної поверхні і полірувального порошку [1, 3].

В результаті дослідження закономірностей впливу фізико-хімічних властивостей оброблюваного матеріалу та дисперсної системи на показники полірування оптичних деталей з полістиролу встановлено, що наночастинки шламу утворюються в результаті FRET від частинок полірувального порошку до оброблюваної поверхні, який відбувається в чотирьохмодовому режимі під час квантових переходів між енергетичними рівнями, які характеризуються частотами: ν_{27} = 1084 см$^{-1}$ → ν_{14} = 1027 см$^{-1}$, ν_{25} = 943 см$^{-1}$ → ν_{13} = 905 см$^{-1}$, ν_{23} = 777 см$^{-1}$ → ν_{12}=753 см$^{-1}$ і ν_{22} = 733 см$^{-1}$ → ν_{11} = 694 см$^{-1}$, а наночастинки зносу полірувального порошку утворюються в результаті FRET від оброблюваної поверхні до частинок полірувального порошку під час переходів між енергетичними рівнями на частотах: ν_{14} = 1027 см$^{-1}$ → ν_{26} = 984 см$^{-1}$, ν_{13} = 905 см$^{-1}$ → ν_{24} = 873 см$^{-1}$, ν_{12} = 753 см$^{-1}$ → ν_{22}=733 см$^{-1}$ і ν_{11} = 694 см$^{-1}$ → ν_{21} = 670 см$^{-1}$ (рис. 1).

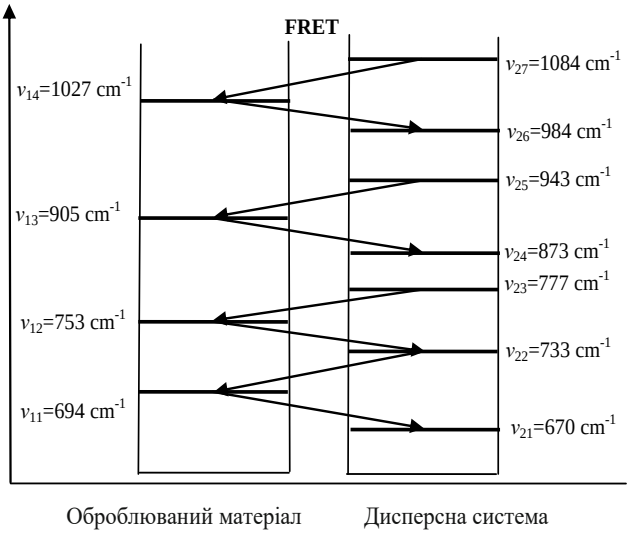


Рис. 1. Схема квантових переходів між енергетичними рівнями частинок полірувального порошку та оброблюваного матеріалу

Результати розрахунку параметрів взаємодії оброблюваної поверхні з полірувальною дисперсною системою та показники полірування оптичних поверхонь деталей з полістиролу наведено в таблицях 1, 2.

Таблиця 1. Параметри взаємодії оброблюваної поверхні з дисперсною системою при поліруванні оптичних деталей з полістиролу

Переходи FRET	$\nu_{27}\rightarrow \nu_{14}$	$\nu_{25}\rightarrow \nu_{13}$	$\nu_{23}\rightarrow \nu_{12}$	$\nu_{22}\rightarrow \nu_{11}$	Переходи FRET	$\nu_{14}\rightarrow \nu_{26}$	$\nu_{13}\rightarrow \nu_{24}$	$\nu_{12}\rightarrow \nu_{22}$	$\nu_{11}\rightarrow \nu_{21}$
Номер моди i	1	2	3	4	Номер моди j	1	2	3	4
$\delta\nu_1$, см$^{-1}$	57	38	24	39	$\delta\nu_2$, см$^{-1}$	43	32	20	24
Q_1	18,0	23,8	31,4	17,8	Q_2	22,9	27,3	36,7	27,9
a_m, нм	4,5	5,6	6,6	4,5	a_p, нм	6.3	7.2	8.7	7.2
N_1, 10^{14} м$^{-2}$с$^{-1}$	1,8	1,2	0,8	1,2	N_2, 10^{14} м$^{-2}$с$^{-1}$	1,4	1,0	0,6	0,8
η_1, 10^{-12} м^2/с	1,2	1,8	2,6	1,3	η_2, 10^{-12} м^2/с	2,6	3,4	5,1	3,6
τ_1, нс	113	141	158	112	τ_2, нс	70	102	122	103
MRR, 10^{-13} м^3/с	42,0				*PWR*, 10^{-13} м^3/с	88,0			

Таблиця 2. Показники полірування оптичних деталей з полістиролу

Швидкість зняття оброблюваного матеріалу				
Експеримент: мг/30 хв.(мкм/год.) 10^{-13} м^3/с Похибка розрахунку, %	7,8±0,3 (5,2±0,2) 40,9±1,6 3			
Параметри шорсткості полірованої поверхні, нм				
Ra_i	9,1±0,2	11,2±0,1	12,8±0,5	8,8±0,3
Rq_i	9,6±0,3	12,4±0,3	13,6±0,7	9,6±0,4
$R\max_i$	15,5±2,4	21,0±1,5	22,7±2,9	16,8±1,6
Ra = 10,1±0,2 нм; Rq = 10,9±0,4 нм; Rmax = 18,2±2,1 нм				

Швидкість зняття оброблюваного матеріалу *MRR* та інтенсивність зношування полірувального порошку *PWR* під час полірування полістиролу, що відбувається у відкритому резонаторі, для чотирьохмодової системи з дискретним спектром власних частот визначені за формулами (1), в яких сумарні коефіцієнти об'ємного зносу $\eta_1 = \sum_{i=1}^{4}\eta_{1i}$ = 7,0·10^{-12} м^2/с і $\eta_2 = \sum_{j=1}^{4}\eta_{2j}$ = 14,9·10^{-12} м^2/с, сумарний час життя збудженого стану кластерів оброблюваної поверхні $\tau_1 = \sum_{i=1}^{4}\tau_{1i}$ = 524 нс і частинок полірувального порошку $\tau_2 = \sum_{j=1}^{4}\tau_{2j}$ = 397 нс,

результуюча добротність резонатора $Q_1 = \left[\sum_{i=1}^{4} Q_{1i}^{-1}\right]^{-1}$ = 5,4 і $Q_2 = \left[\sum_{j=1}^{4} Q_{2j}^{-1}\right]^{-1}$ = 7,0, складали відповідно *MRR* = $42 \cdot 10^{-13}$ м^3/с і *PWR* = $88 \cdot 10^{-13}$ м^3/с.

Розрахована величина швидкості зняття оброблюваного матеріалу під час полірування полістиролу ($42{,}0 \cdot 10^{-13}$ м^3/с) добре узгоджується з даними експериментального визначення продуктивності полірування: (7,8±0,3) мг/30 хв, або (5,2±0,2) мкм/год, або $(40{,}9 \pm 1{,}6) \cdot 10^{-13}$ м^3/с) за відхилення до 3 %, що свідчить про правомірність розгляду процесу утворення і видалення наночастинок шламу з оброблюваної поверхні як наслідку FRET в чотирьохмодовому режимі. Слід зауважити, що розрахована величина інтенсивності зношування полірувального порошку, яка вдвічі перевищує швидкість зняття оброблюваного матеріалу (*PWR* / *MRR* ≈ 2) і не може бути кількісно порівняна з експериментальними даними з-за принципової відсутності останніх, є якісною характеристикою утворення і локалізації нальоту з наночастинок зносу полірувального порошку на поверхні притира.

Параметри шорсткості полірованої поверхні (середнє арифметичне *Ra* і середнє квадратичне *Rq* відхилення профілю, найбільша висота профілю *R*max), які визначаються за допомогою методу комп'ютерного моделювання [3] і залежать від розміру a_m і концентрації N_1 наночастинок шламу (табл. 1), а також функції їх розподілу Пуассона за площами поверхні, пропорційно збільшуються у разі підвищення спектрального розділення між оброблюваним матеріалом і частинкою полірувального порошку і добротності резонатора, що утворюється поверхнями оброблюваного матеріалу і притира [9]. У зв'язку з цим можна вважати, що в результаті FRET від частинок полірувального порошку до оброблюваної поверхні, який відбувається при переходах між енергетичними рівнями, які характерні для кожної з мод, утворюються наночастинки шламу з різними розмірами, внаслідок видалення з оброблюваної поверхні яких її шорсткість характеризується параметрами Ra_i, Rq_i і $R\max_i$. Результуюча шорсткість полірованої поверхні визначається параметрами $Ra = \frac{1}{\sum_i N_{1i}} \sum_i N_{1i} Ra_i$ = 10,1 нм, $Rq = \frac{1}{\sum_i N_{1i}} \sum_i N_{1i} Rq_i$ = 10,9 нм і $R\max = \frac{1}{\sum_i N_{1i}} \sum_i N_{1i} R\max_i$ = 18,2 нм, а похибки їх визначення $\delta R = \frac{1}{\sum_i N_{1i}} \sum_i N_{1i} \delta R_i$ складають 0,2 нм, 0,4 нм і 2,1 нм відповідно. Таким чином, поліровані поверхні оптичних деталей з полістиролу, шорсткість яких характеризується параметрами *Ra* = 10,1±0,2 нм, *Rq* = 10,9±0,4 нм і *R*max = 18,2±2,1 нм, задовольняють вимогам, що висуваються до оптичних поверхонь.

Висновки

В результаті дослідження механізму полірування оптичних деталей з полістиролу за допомогою дисперсної системи з мікро- та наночастинок полірувального порошку встановлено, що утворення наночастинок шламу оброблюваного матеріалу і наночастинок зносу полірувального порошку є наслідком *FRET* між енергетичними рівнями частинок полірувального порошку і оброблюваного матеріалу в чотирьохмодовому режимі, що відбувається у відкритому резонаторі, утвореному двома паралельними поверхнями оброблюваного матеріалу і притира. Показано, що швидкість зняття оброблюваного матеріалу та інтенсивність зношування

полірувального порошку під час полірування полістиролу визначаються сумарними за всіма модами коефіцієнтами об'ємного зносу, сумарними значеннями часу життя збудженого стану кластерів оброблюваної поверхні і частинок полірувального порошку і результуючою добротністю резонатора на всіх можливих частотах дискретного спектру. Встановлено, що результати теоретичного розрахунку швидкості зняття оброблюваного матеріалу під час полірування оптичних деталей з полістиролу добре узгоджується з даними експериментального визначення продуктивності полірування за відхилення до 3 %. Показано, що шорсткість полірованої поверхні залежить від добротності резонатора на всіх дозволених частотах і характеризується параметрами *Ra*, *Rq* і *R*max, які є суперпозицією цих параметрів, характерних для кожної з можливих мод. Встановлено, що під час полірування оптичних деталей з полістиролу за допомогою дисперсної системи з мікро- і наночастинок досягаються швидкість зняття оброблюваного матеріалу і шорсткість полірованих поверхонь, які задовольняють вимогам, що висуваються до процесу полірування оптичних поверхонь.

Y. Filatov, V. Sidorko[1], A. Boyarintsev[2], S. Kovalev, V. Kulich[1], V. Kovalev, O. Yurchyshyn[3]

[1]N.V. Bakul Institute 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 "Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute", Ukraine

POLISHING OF OPTICAL SURFACES OF DETAILS MADE OF POLYSTYRENE

The purpose of this study is to study the influence of the physical properties of the processed material and the dispersion system on the polishing performance of optical parts made of polystyrene. As a result of the study of the polishing mechanism of optical parts made of polystyrene using a dispersed system of micro- and nano-particles of polishing powder, it was established that the formation of sludge nanoparticles of the processed material and wear nanoparticles of the polishing powder is a consequence of FRET between the energy levels of the particles of the polishing powder and the processed material in the four-mode mode, which takes place in an open resonator formed by two parallel surfaces of the processed material and the lapping. It is shown that the removal speed of the processed material and the intensity of polishing powder wear during polishing of polystyrene are determined by the total volumetric wear coefficients for all modes, the total lifetime values of the excited state of clusters of the treated surface and polishing powder particles, and the resulting Q factor of the resonator at all possible frequencies of the discrete spectrum. It was established that the results of the theoretical calculation of the speed of removal of the processed material during the polishing of optical parts made of polystyrene are in good agreement with the data of the experimental determination of the polishing performance with a deviation of up to 3%. It is shown that the roughness of the polished surface depends on the Q factor of the resonator at all allowed frequencies and is characterized by the parameters Ra, Rq and Rmax, which are the superposition of these parameters characteristic of each of the possible modes. It was established that the speed of removal of the processed material and the roughness of the polished surfaces satisfy the requirements for the process of polishing optical surfaces. The research results should be used in the development of processes for polishing polymer optical 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. Vol. 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. Vol. 43, N 1. P. 65–73.
5. Filatov Y.D., Sidorko V.I., Boyarintsev A.Y. et al. Performance Efficiency of the Polishing of Polymer Optical Materials. J. Superhard Mater. 2022. Vol. 44, N 5. P. 358–367.
6. Filatov Y.D. New Patterns of Polishing Surfaces of Parts Made of Nonmetallic Materials. *J. Superhard Mater.* 2023. 4Vol. 5, N 2. P. 140–149.
7. Dovzhenko D., Lednev M., Mochalov K. et al. 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, N 012001. P. 1–7.
9. Filatov Y.D., Sidorko V.I., Sokhan' S.V. et al. Roughness of Polished Surfaces of Optoelectronic Components Made of Polymeric Optical Materials. J. *Superhard Mater.* 2023. Vol. 45, N 1. P. 54–64.

Надійшла 02.06.23

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, Yu. D., Sidorko, V. I., Filatov, O. Yu., 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]*. Naukova dumka [in Ukrainian].
3. Filatov, Yu. D. (2019). Modeling and experimental study of surfaces optoelectronic elements from crystal materials in polishing. J. Zhang et al. (Eds.). *Simulation and Experiments of Material-Oriented Ultra-Precision Machining.* Springer Tracts in Mechanical Engineering.
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. Filatov, Y. D., Sidorko, V. I., Boyarintsev, A. Y. et al. (2022). Performance Efficiency of the Polishing of Polymer Optical Materials. *J. Superhard Mater.*, *44*(5), 358–367.
6. Filatov, Y. D. (2023). New Patterns of Polishing Surfaces of Parts Made of Nonmetallic Materials. *J. Superhard Mater.*, *45*(2), 140–149.
7. Dovzhenko, D., Lednev, M., Mochalov, K. et al. (2021). Polariton-assisted manipulation of energy relaxation pathways: donor–acceptor role reversal in a tuneable microcavity. *Chem. Sci.*, *12*, 12794–12805.
8. Nabiev, I. (2021). Strong light-matter coupling for optical switching through the fluorescence and FRET control. *PhysBioSymp 2019. J. Physics: Conference Series., 2058,*

(012001), 1–7.
9. Filatov, Y. D., Sidorko, V. I., Sokhan S. V. et al. (2023). Roughness of Polished Surfaces of Optoelectronic Components Made of Polymeric Optical Materials. *J. Superhard Mater., 45*(1), 54–64.

УДК 539.216:621.762 DOI: 10.33839/2708-731X-24-1-362-369

В.В. Івженко, канд. техн. наук; **Т.О. Косенчук**; **І.П. Фесенко,** д-р техн. наук

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

ВПЛИВ ДОМІШКИ НІТРИДУ БОРУ НА ФІЗИКО-МЕХАНІЧНІ ВЛАСТИВОСТІ ТА ЗНОСОСТІЙКІСТЬ СІАЛОНУ

Досліджена кінетика спікання під тиском 10 МПа β′-сіалонів зі складом Z=2,0; 3,0 з домішкою 3% нітриду бору. Встановлено, що домішка BN зменшує швидкість ущільнення матеріалів на начальній стадії спікання (в інтервалі 0-15 хв) на 20-25%. При ізотермічній витримці 60 хв відносне ущільнення зменшується з 0,98-0,99 до 0,95-0,96. Досліджені пористість, тріщиностійкість, твердість і зносостійкість β′-сіалонів зі складом Z=2,0; 3,0 з домішкою 1, 2, 3% нітриду бору, отриманих спіканням при 1750°С під тиском 10 МПа на протязі 30-60 хв. Встановлено, що найменшу зносостійкість при закритій пористості матеріалу мають сіалони складом Z=2,0 з домішкою 1% BN, отримані спіканням під тиском на протязі 60 хв, і складом Z=3,0 з домішкою 1% BN, отримані спіканням під тиском на протязі 30 хв. Розроблено процес отримання виробів з сіалону методом гарячого пресування при тиску 10 МПа, які працюють в парі тертя з деталями з жароміцної сталі при температурах до 1200°С.

***Ключові слова**: нітрид кремнію, нітрид алюмінію, сіалон, нітрид бору, 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.

Мета роботи полягає у вивченні закономірностей формування структури та властивостей матеріалів з порошкової системи Si_3N_4–AlN–Al_2O_3–BN і у розробці процесу отримання виробів з сіалону методом гарячого пресування при тиску 10 МПа, які працюють в парі тертя з металами при температурах до 1200 ºС. Робота є продовженням раніше проведених досліджень зносостійкості матеріалів на основі нітриду кремнію і карбіду кремнію [2–4].

Для дослідження використовували порошок нітриду кремнію з вмістом α-фази 79%, середнім розміром часток 12,5 мкм; порошок AlN, середнім розміром часток 5,0 мкм, синтезований прямим азотуванням алюмінієвого порошку в атмосфері азоту; та порошок оксиду алюмінію розміром часток 0,3 мкм. В якості домішки використовували гексагональний нітрид бору. 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	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 в стальному барабані тілами з оксиду алюмінію на протязі 24 год. В табл. 2 надані літературні дані про вміст сполук у вихідній шихті β′-сіалонів для Z=1,0–2,0 [5].

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

Дослідження кінетики ущільнення матеріалів системи Si_3N_4-AlN-Al_2O_3-BN при 1750 ºС під тиском 10 МПа було проведено при гарячому пресуванні зразків ∅80 мм висотою 50 мм з порошкових систем, які мали Z=2,0; Z=3,0; Z=2,0+3% BN; Z=3,0+3%. 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.

Зразки матеріалів досліджували в ТОВ «Технології Високих Енергій». Визначення кількісного та якісного фазового складу проб проводились з використанням рентгенівського дифрактометра *Inel EQUINOX-1000*, у мідному випромінюванні ($Cu_{k\alpha}$ = 0,15418 нм) в умовах ковзаючої геометрії з кутом падіння рентгенівського випромінювання відносно поверхні зразку 5° із реєстрацією дифрагованого випромінювання на кутах 2θ від 10 до 110° радіальним позиційно-чутливим детектором. Зйомку зразків проводили при напрузі на рентгенівській трубці 30 кВ та силі струму 15 мА. Аналіз отриманих рентгенівських спектрів здійснено з використанням програмного забезпечення *Match*, шляхом порівняння порошкових дифрактограм зразків з даними бази.

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 MXT70*. 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 [6], а саме формули

$$S = H_V^{0.5} \cdot K_{1c}^{0,75}$$

де: S – зносостійкість, H_V – твердість, K_{1c} – тріщиностійкість.

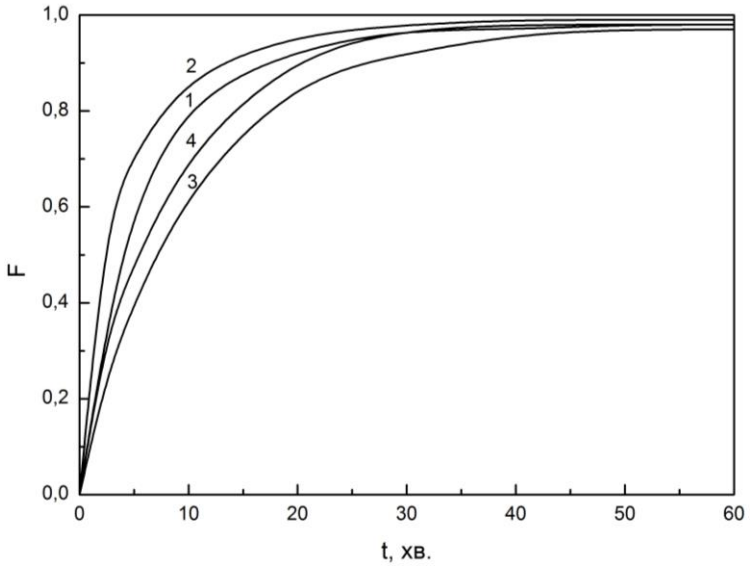
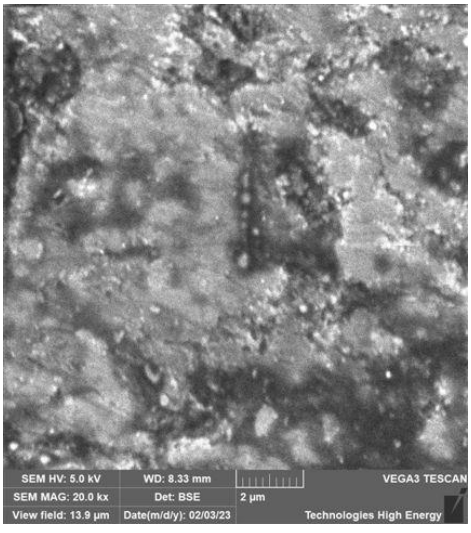


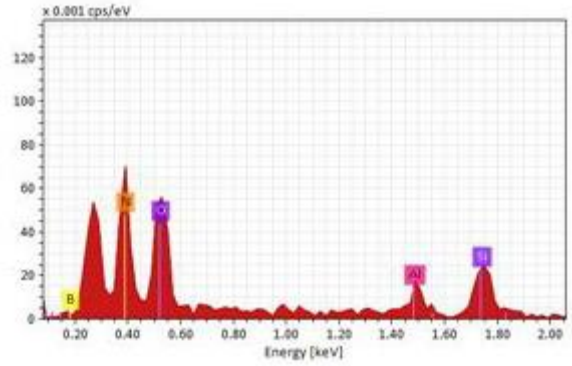
Рис. 1. Залежність параметра спікання (F) сіалонів з Z=2,0; Z=3,0; Z=2,0+3% BN; Z=3,0+3% BN від часу (t) і температури (T) спікання під тиском 10 МПа (б), отриманих з порошку нітриду кремнію з вмістом 79% α-фази, 21% β-фази: 1 – матеріали з Z=2,0 (●); 2 – матеріали з Z=3,0 (×); 3 – матеріали з Z=2,0+3% BN (о); 4 – матеріали з Z=3,0+3% BN (+)

На рис. 1 представлені залежності зміни параметра *F* для зразків сіалонів з Z=2,0; Z=3,0; Z=2,0+3% BN; Z=3,0+3% BN при спіканні під тиском 10 МПа.

Аналіз результатів досліджень показує, що найбільше ущільнення матеріалів проходить в зразках матеріалів з великим вмістом рідкої фази. Кількість рідкої фази впливає на швидкість ущільнення в інтервалі 0-20 хв ізотермічної витримки, в інтервалі 30-60 хв цей вплив несуттєвий.



а



Acquisition

Element	At. No.	Netto	Mass [%]	Mass Norm. [%]	Atom [%]	Comp.	abs. error [%] (1 sigma)	rel. error [%] (1 sigma)
B	5	33	4.35	13.96	21.26	BN	3.12	71.54
N	7	426	5.64	18.09	21.26		1.72	30.48
O	8	974	12.38	39.69	40.84		3.92	31.65
Al	13	99	0.97	3.10	1.89		0.17	17.98
Si	14	245	7.85	25.17	14.75		0.80	10.14
		Sum	31.19	100.00	100.00			

б

Рис. 2. *Мікроструктура поверхні шліфа β′-сіалону з Z=2,0+3% BN, отриманого з порошку нітриду кремнію з вмістом 79% α-фази, 21% β-фази спіканням при 1750 ºС під тиском 10 МПа на протязі 60 хв (а) та результати його мікрорентгеноспектрального аналізу (б)*

В матеріалах з Z=2,0 ущільнення проходить до відносної щільності 0,98, в матеріалах з Z=3,0 – до відносної щільності 0,99. Домішка BN зменшує швидкість ущільнення матеріалів на начальній стадії спікання (в інтервалі 0-15 хв) на 20-25%, і при ізотермічній витримці 60 хв відносне ущільнення зменшується з 0,98-0,99 до 0,95-0,96.

На рис. 2 представлені мікроструктури поверхні шліфа β′-сіалону з Z=2,0 і домішкою 3% BN, отриманого спіканням при 1750 °С під тиском 10 МПа на протязі 60 хв, та результати його мікрорентгеноспектрального аналізу.

На рис. 3–5 представлені залежності твердості, тріщиностійкості, зносостійкості β′-сіалонів від вмісту BN в β′-сіалонах з Z=2,0 і Z=3,0, отриманих з порошку нітриду кремнію з вмістом 79% α-фази, 21% β-фази при температурі спікання 1750 ºС, тиску 10 МПа, витримці 60 хв.

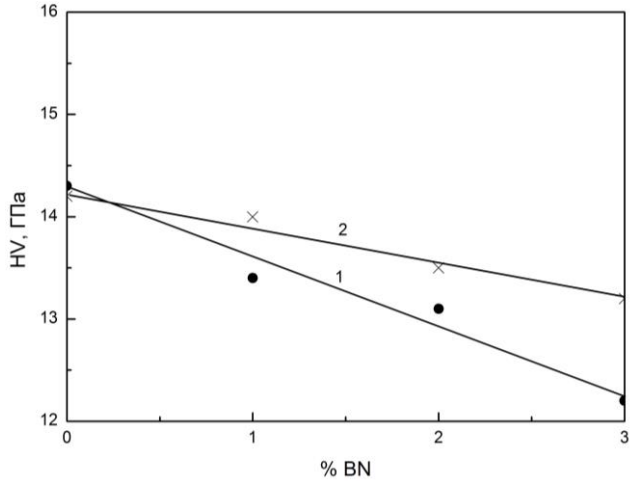


Рис. 3. *Залежності твердості (H_V) від вмісту BN в β′-сіалонах з Z=2,0 і Z=3,0, отриманих при температурі спікання 1750 ºС, тиску 10 МПа, витримці 60 хв: 1 – Z=2,0 (●); 2 – Z=3,0 (×).*

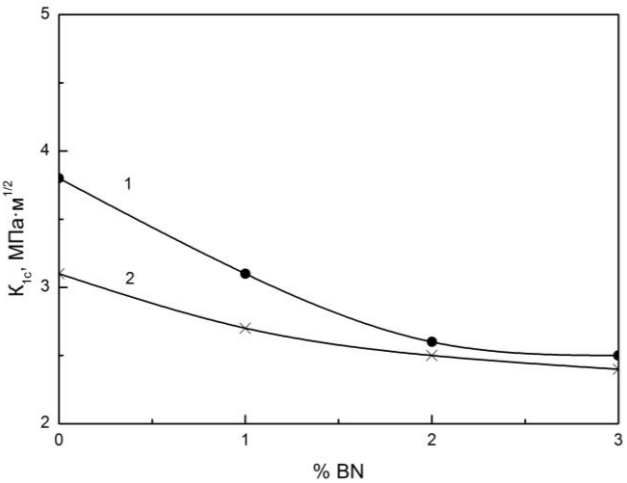


Рис. 4. *Залежності тріщиностійкості (K_{1c}) від вмісту BN в β′-сіалонах з Z=2,0 і Z=3,0, отриманих при температурі спікання 1750 ºС, тиску 10, МПа витримці 60 хв: 1 – Z=2,0 (●); 2 – Z=3,0 (×)*

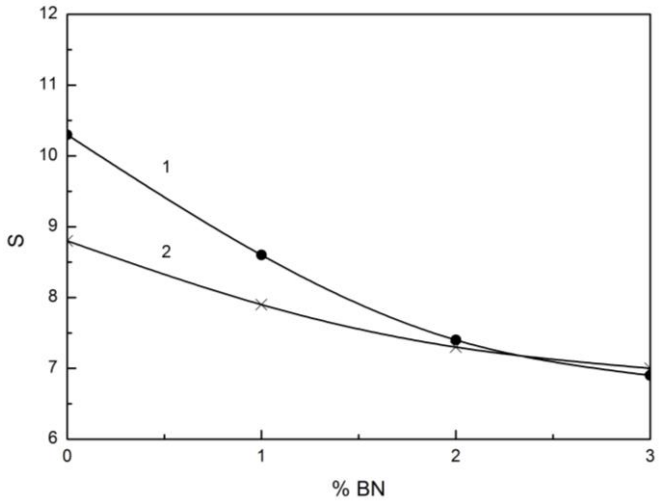


Рис. 5. *Залежності зносостійкості (S) від вмісту BN в β′-сіалонах з Z=2,0 і Z=3,0, отриманих при температурі спікання 1750 ºС, тиску 10 МПа, витримці 60 хв: 1 – Z=2,0 (●); 2 – Z=3,0 (×)*

Твердість сіалонів в досліджуваному інтервалі вмісту BN зменшується з 14,3 до 12,2 ГПа в матеріалах з Z=2,0 та з 14.2 до 13.2 ГПа в матеріалах з Z=3,0. Тріщиностійкість зменшується з 3,8 до 2,5 МПа·$М^{0,5}$ в матеріалах з Z=2,0 та з 3,1 до 2,4 МПа·$М^{0,5}$ в матеріалах з Z=3,0. Зносостійкість зменшується з 10,3 до 6,9 в матеріалах з Z=2,0 та з 8,8 до 7,0 в матеріалах з Z=3,0.

В табл. 3 надані результати досліджень пористості β′-сіалонів з Z=2,0; Z=3,0; Z=2,0+1% BN; Z=3,0+1% BN; Z=2,0+2% BN; Z=3,0+2% BN; Z=2,0+3% BN; Z=3,0+3% BN; отриманих з порошків нітриду кремнію з вмістом 79% α-фази, 21% β-фази. Спікання проводили при 1750 °С під тиском 10 МПа на протязі 30, 40, 50, 60 хв.

Таблиця 3. Пористість β′-сіалонів з Z=2,0; Z=3,0; Z=2,0+1% BN; Z=3,0+1% BN; Z=2,0+2% BN; Z=3,0+2% BN; Z=2,0+3% BN; Z=3,0+3% BN, отриманих з порошку нітриду кремнію з вмістом 79% α-фази, 21% β-фази спіканням при 1750 °С, тиску 10 МПа на протязі 30, 40, 50, 60 хв

№	% BN	Z	Пористість, %; час витримки, хв			
			30 хв	40 хв	50 хв	60 хв
1	0	2	-	-	-	2,0
2	0	3	-	-	-	1,4
3	1	2	-	5,0	3,7	3,2
4	1	3	3,1	2,8	2,7	2,6
5	2	2	-	-	-	4,2
6	2	3	4,3	3,8	3,6	3,5
7	3	2	-	-	-	5,1
8	3	3	-	-	-	4,3

Дослідження показали, що найменшу пористість матеріалу мають: сіалони складом Z=2,0+1% BN (П=3,2%), сіалони складом Z=3,0+1% BN (П=2,6%), сіалони складом Z=3,0+2% BN (П=3,5%).

На рис. 6–8 представлені залежності твердості, тріщиностійкості, зносостійкості β′-сіалонів складів Z=2,0+1% BN і Z=3,0+1% BN від часу витримки при спіканні, отриманих з порошку нітриду кремнію з вмістом 79% α-фази, 21% β-фази при температурі спікання 1750 ºС, тиску 10 МПа.

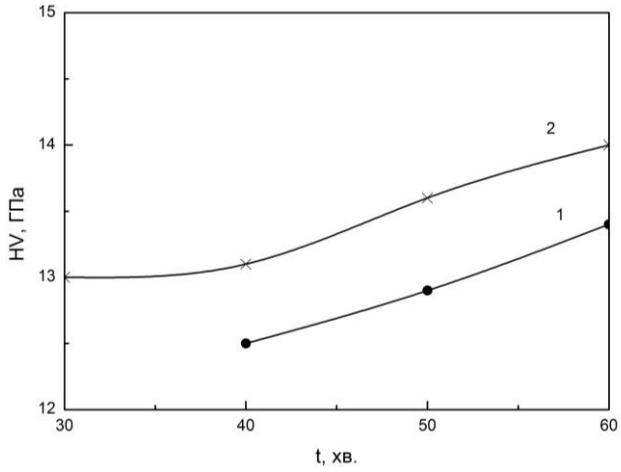


Рис. 6. *Залежності твердості (H_V) від часу витримки при спіканні (t) β′-сіалонів складів Z=2,0+1% BN і Z=3,0+1% BN, отриманих при температурі 1750 ºС, тиску 10 МПа: 1 – Z=2,0+1% BN (●); 2 – Z=3,0+1% BN (×).*

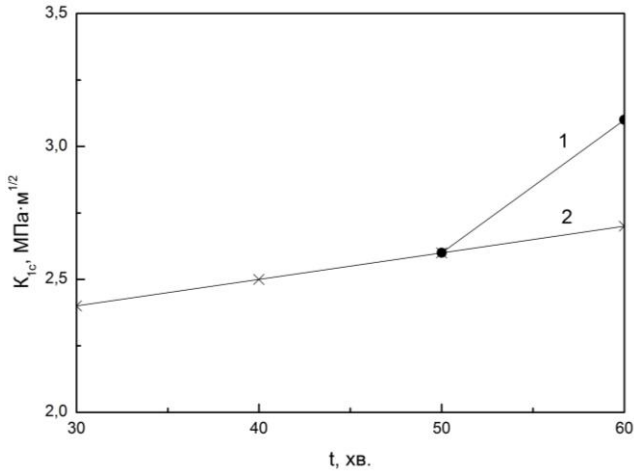


Рис. 7. *Залежності тріщиностійкості (K_{1c}) від часу витримки при спіканні (t) β′-сіалонів складів Z=2,0+1% BN і Z=3,0+1% BN, отриманих при температурі 1750 ºС, тиску 10 МПа: 1 – Z=2,0+1% BN (●); 2 – Z=3,0+1% BN (×)*

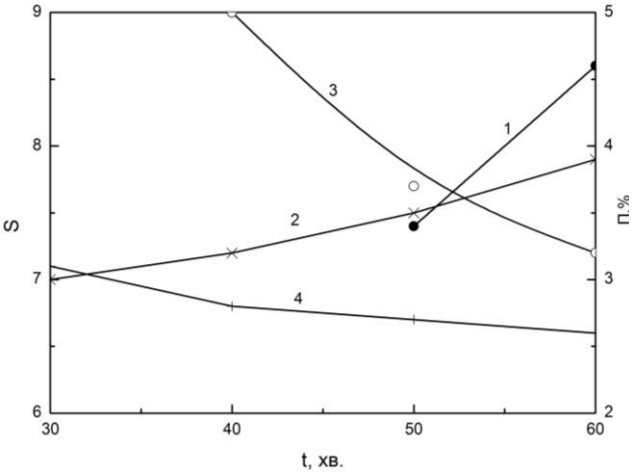


Рис. 8. *Залежності зносостійкості (S), пористості (П) від часу витримки при спіканні (t) β′-сіалонів складів Z=2,0+1% BN і Z=3,0+1% BN, отриманих при температурі 1750 ºС, тиску 10 МПа: 1 – зносостійкість, Z=2,0+1% BN (●); 2 – зносостійкість, Z=3,0+1% BN (×); 3 – пористість, Z=2,0+1% BN (о); 4 – пористість, Z=3,0+1% BN (+)*

Зменшення часу витримки при спіканні під тиском матеріалів збільшує пористість сіалонів і зменшує механічні характеристики. Твердість сіалону складу Z=2,0+1% BN зменшується з 13,4 ГПа в матеріалі, отриманому при витримці 60 хв, до 12,5 ГПа в матеріалі, отриманому при витримці 40 хв. Твердість сіалону складу Z=3,0+1% BN зменшується з 14,0 ГПа в матеріалі, отриманому при витримці 60 хв, до 13,0 ГПа в матеріалі, отриманому при витримці 30 хв. Тріщиностійкість сіалону складу Z=2,0+1% BN зменшується з 3,1 МПа·$М^{0,5}$ в матеріалі, отриманому при витримці 60 хв, до 2,6 МПа·$М^{0,5}$ в матеріалі, отриманому при витримці 50 хв. Тріщиностійкість сіалону складу Z=3,0+1% BN зменшується з 2,7 МПа·$М^{0,5}$ в матеріалі, отриманому при витримці 60 хв, до 2,4 МПа·$М^{0,5}$ в матеріалі, отриманому при витримці 30 хв. Зносостійкість сіалону складу Z=2,0+1% BN зменшується з 8,6 в матеріалі, отриманому при витримці 60 хв, до 7,4 в матеріалі, отриманому при витримці 50 хв. Зносостійкість сіалону складу Z=3,0+1% BN зменшується з 7,9 в матеріалі, отриманому при витримці 60 хв, до 7,0 в матеріалі, отриманому при витримці 30 хв.

На підставі проведених досліджень можна зробити висновок, що найменшу зносостійкість при закритій пористості матеріалу (П < 3,5%) мають: сіалони складом Z=2,0+1% BN, отримані спіканням під тиском на протязі 60 хв (П=3,2%), сіалони складом Z=3,0+1% BN, отримані спіканням під тиском на протязі 30 хв (П=3,1%), сіалони складом Z=3,0+2% BN, отримані спіканням під тиском на протязі 60 хв (П=3,5%). Вони є найбільш ефективними матеріалами триботехнічного призначення в парах тертя, елементи яких виготовлені з сіалону та жароміцної сталі.

Висновки

1. Досліджена кінетика спікання під тиском 10 МПа β′-сіалонів зі складом Z=2,0; 3,0 з домішкою 3% нітриду бору. Встановлено, що домішка BN зменшує швидкість ущільнення

матеріалів на начальній стадії спікання (в інтервалі 0-15 хв) на 20-25%. При ізотермічній витримці 60 хв відносне ущільнення зменшується з 0,98-0,99 до 0,95-0,96.

2. Досліджені пористість, тріщиностійкість, твердість і зносостійкість β′-сіалонів зі складом Z=2,0; 3,0 з домішкою 1, 2, 3% нітриду бору, отриманих спіканням при 1750 С під тиском 10 МПа на протязі 30, 40, 50, 60 хв. Встановлено, що найменшу зносостійкість при закритій пористості матеріалу мають сіалони складом Z=2,0+1% BN, отримані спіканням під тиском на протязі 60 хв (П=3,2%), і сіалони складом Z=3,0+1% BN, отримані спіканням під тиском на протязі 30 хв (П=3,1%).

V. Ivzhenko, T. Kosenchuk, I. Fesenko

V. N. Bakul Institute for Superhard Materials of National Academy of Sciences of Ukraine

INFLUENCE OF BORON NITRIDE IMPURITY ON PHYSICAL AND MECHANICAL PROPERTIES AND WEAR RESISTANCE OF SIALON

The kinetics of sintering of β′-sialons with Z = 2.0; 3.0 with an admixture of 3% boron nitride under a pressure of 10 MPa was studied. It was found that the BN admixture reduces the rate of compaction of materials at the initial stage of sintering (in the interval of 0-15 min) by 20-25%. At an isothermal holding time of 60 min, the relative compaction decreases from 0.98-0.99 to 0.95-0.96. The porosity, crack resistance, hardness, and wear resistance of β′-sialons with Z = 2.0; 3.0 with an admixture of 1, 2, 3% boron nitride, obtained by sintering at 1750 °C under a pressure of 10 MPa for 30-60 min, were investigated. It has been established that the lowest wear resistance at closed porosity of the material is provided by sialons with composition Z = 2.0 with an admixture of 1% BN, obtained by pressure sintering for 60 min, and with composition Z = 3.0 with an admixture of 1% BN, obtained by pressure sintering for 30 min. The process of producing sialon products by hot pressing at a pressure of 10 MPa, which work in a friction pair with parts made of heat-resistant steel at temperatures up to 1200 °C, has been developed.

***Key words**: silicon nitride, aluminum nitride, sialon, boron nitride, 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. 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. Вип. 24. К.: ІНМ ім. В.М. Бакуля НАН України, 2021. С. 430–440.
3. 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.
4. Івженко В. В., Ткач В. М., Косенчук Т. О. Вплив складу та тиску на механічні властивості та зносостійкість сіалону. *Інструментальне матеріалознавство*. Зб. наук. пр. Вип. 25. К.: ІНМ ім. В.М. Бакуля НАН України, 2022. С. 311–321.
5. Riley R. M. Silicon nitride and related materials. *J. Amer. Ceram. Soc*. 2000. Vol. 63. P. 245–265.
6. Майстренко А.Л., Дуб С.Н. Прогнозирование износостойкости хрупких материалов по твёрдости и трещиностойкости. Заводская лаборатория. 1993. № 1. С. 52–54.

Надійшла 24.05.23

References

1. Andrievskii, R.A., & Spivak I.I. (1984*). Nitrid kremniia i materialy na yeho osnove [Silicon nitride and materials based on it]*. Metallurgiia [in Russian].
2. Ivzhenko, V.V., Dub, S.M., Tkach, V.M., & Kosenchuk, T.O. (2021). Rozrobka termostiikoho materialu na osnovi nitrydu kremniiu z pidvyshchenoiu znosostiikistiu [Development of heat-resistant material based on silicon nitride with high wear resistance]. *Instrumentalnoe materialovedenie – Tooling materials science.* (24nd Issue, p. 430–440) [in Ukrainian].
3. Ivzhenko, V.V., Gevorkyan, E.S., & Kosenchuk, T.O. (2021). Spikannia ta vlastyvosti materialiv na osnovi karbidiv kremniiu, boru i tytana, otrymanykh metodom elektroiskrovoho spikannia [Sintering and properties of materials based on carbides of silicon, boron and titanium, obtained by the method of electrospark sintering]. *Nadtverdi materialy – Superhard materials*, 6. 35–46 [in Ukrainian].
4. Ivzhenko, V. V., Tkach, V. M., & Kosenchuk, T. O. (2022). Vplyv skladu ta tysku na mekhanichni vlastyvosti ta znosostiikist sialonu [Influence of composition and pressure on mechanical properties and wear resistance of sialon]. *Instrumentalnoe materialovedenie – Tooling materials science.* (25nd Issue, p. 311–321) [in Ukrainian].
5. Riley, R. M. (2000). Silicon nitride and related materials. *J. Amer. Ceram. Soc., 63*, 245–265.
6. 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].

УДК 621.923 DOI: 10.33839/2708-731X-24-1-369-375

С.В. Рябченко[1], **Я.Б. Аргиров**[2], **Т.М. Мечкарова**[2], кандидати технічних наук

[1]Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська 2, 04074, м. Київ, e-mail: s.riabchenko@ukr.net
[2]Технічний Університет Варни, вул. Студентска 1, 9010, м. Варна, Болгарія e-mail: t.mechkarova@tu-varna.bg; jaroslav.1955@abv.bg

ШЛІФУВАННЯ НАПЛАВЛЕНИХ МАТЕРІАЛІВ З СПЕЦІАЛЬНИХ СПЛАВІВ АЛМАЗНО-АБРАЗИВНИМИ ГОЛОВКАМИ

Шліфування наплавлених матеріалів є одним з методів обробки деталей машин, які потребують ремонту після потужної експлуатації. Розглядається питання підвищення ефективності шліфування наплавлених матеріалів алмазно-абразивним інструментом. Досліджені проблеми в обробці наплавлених матеріалів та забезпечення якості обробки поверхні і фізико–механічного стану створеного поверхневого шару. Проведено випробування шліфування наплавлених матеріалів з спеціального дуплексного сплаву різними абразивними інструментами та проведена оцінка ефективності зняття обробленого матеріалу та зносу абразивного інструменту.

Мета роботи полягає в проведенні випробування різних алмазно-абразивних інструментів для ручного шліфування наплавлених матеріалів з спеціальних сплавів.

Для обробки наплавлених матеріалів використовували алмазно-абразивні головки діаметром 10 мм з електрокорунду білого та хромистого, карбіду кремнію та синтетичного алмазу при шліфуванні ручним електроінструментом професійного класу.

Результати порівняльних випробувань різних абразивних головок при шліфуванні наплавлених матеріалів показали високу ефективність обробки абразивними головками з хромистого корунду та алмазу при мінімальному зносі інструменту.

Результати випробування алмазно-абразивних головок дозволяють оцінити ефективність використання різного інструменту при шліфуванні наплавлених матеріалів та дати рекомендації для промисловості.

Ключові слова: *шліфування, ефективність, алмазно-абразивні головки, наплавлені матеріали, якість обробки, знос інструменту*

Вступ

Забезпечення ефективності обробки наплавлених матеріалів зі спеціальних сплавів є актуальною проблемою виробництва та ремонту устаткування [1, 2].

При вирішенні задачі підвищення якості та надійності машин велике значення має широке застосування різноманітних покриттів на деталях, що дозволяє заощадити дефіцитні матеріали, продовжувати термін служби як нових, так і відновлених деталей, значно підвищити експлуатаційні показники деталей машин, скоротити витрати на виготовлення запасних частин машин. Однак широкому впровадженню в виробництво сучасних наплавлених матеріалів перешкоджає обмеженість науково обґрунтованих рекомендацій щодо призначення режимів обробки та параметрів інструменту [2–4].

Найбільшою проблемою в обробці наплавлених матеріалів є забезпечення якості обробки поверхні та фізико–механічного стану створеного поверхневого шару. Нами проведені випробування шліфування різними абразивними інструментами наплавлених матеріалів з спеціального дуплексного сплаву та проведена оцінка ефективності обробки (зняття матеріалу та знос інструменту) [5].

Мета роботи – проведення випробувань різних алмазно-абразивних інструментів для ручного шліфування наплавлених матеріалів з спеціальних сплавів. Визначено ефективність обробки наплавлених матеріалів різними алмазно-абразивними інструментами, яка оцінювалась величиною зняття обробленого матеріалу та зносом абразивного інструменту. Визначена структура нового шару обробленого наплавленого матеріалу після шліфування різними алмазно-абразивними інструментами.

Методика проведення роботи

Для обробки наплавлених матеріалів використовувались алмазно-абразивні головки діаметром 10 мм з електрокорунду білого та хромистого, карбіду кремнію та синтетичного алмазу (рис. 1).



а б в г

Рис. 1. Шліфувальні головки з абразиву хромистого корунду (а); карбіду кремнію (б), білого корунду (в); та синтетичного алмазу (г)



Рис. 2. Пластина з покриттям

Наплавлені матеріали нанесені на поверхню пластини у вигляді валиків висотою 2 мм та шириною до 5 мм. Пластина, на яку наплавлялось покриття зі спеціального дуплексного сплаву типу *UR*2507, мала розмір 100х50х12 мм (рис. 2).

Наплавка наносилась на пластину ручним методом з використанням електродів *SAAB* діаметром 2,5 мм. Робочий струм зварювання 70 *А*. Хімічний склад наплавленого матеріалу *UR*2507 (*X2CrNiMoN*) наведено в табл. 1.

Таблиця 1. Хімічний склад наплавленого матеріалу

Хімічний елемент	C	Cr	Ni	Mo	N	*PREN*
Маса %	<0,03	25	6,5	3,6	0,26	41

Випробування інструментів проводилося з використанням ручного електроінструменту професійного класу – шліфувальної машини *DREMEL* 3000. Її основні технічні характеристики: потужність 130 Вт; напруга 230 В; частота обертів 33000 об/хв.

Результати дослідження

Шліфування наплавлених валиків виконувалось наступним чином. Перший валик не шліфувався і в подальшому використовувався як первинна поверхня для досліджень фізико-механічного стану нового шару наплавленого матеріалу. Другий валик шліфувався абразивною головкою з хромистого корунду, третій валик – абразивною головкою з білого корунду, четвертий валик – абразивною головкою з карбіду кремнію, п'ятий валик – абразивною головкою з синтетичного алмазу (рис. 3).



Рис. 3. Вид дослідного зразка після оброблення різними абразивними головками

Результати порівняльних випробувань різних абразивних головок при шліфуванні наплавлених матеріалів показали високу ефективність обробки головками з хромистого корунду: зняття матеріалу складало 0,5 мм наплавленого шару за 2 хв, а знос абразивної головки був мінімальним. При обробці наплавленого покриття абразивною головкою з білого корунду зняття матеріалу було мінімальним, а абразивна головка «засалювалась». При шліфуванні наплавлених матеріалів абразивною головкою з карбіду кремнію зняття матеріалу було мінімальним, але абразивна головка швидко зношувалась. Також ефективно оброблявся наплавлений матеріал при використанні алмазної головки, знос якої був мінімальний. Показники зняття наплавленого матеріалу та знос абразивних головок наведені в табл. 2.

Таблиця 2. Показники зняття наплавленого матеріалу та знос головок

Обробка інструменту	Зняття матеріалу, мм	Час шліфування до зносу, хв	Знос абразивної головки, мм	Примітка
З хромистого корунду	0,5	3	0,1	малий нагрів зразка
З білого корунду	0,3	1	-	засалювання головки, швидкий нагрів зразка
З карбіду кремнію	0,2	1	-	швидкий знос, швидкий нагрів зразка
З алмазу	0,5	3	0,05	«холодне» шліфування

Рентгеноструктурний аналіз наплавлених зразків, оброблених різними алмазно-абразивними головками, вказав наступні показники обробки в осьовому напрямку по аустеніту і фериту (табл. 3) та справжній напрузі (табл. 4). Ці показники потребують

додаткової обробки результатів дослідження оброблених наплавлених матеріалів різними алмазно-абразивними головками.

Таблиця 3. Показники напружень у фазах аустеніту та фериту в осьовому напрямку

Осьовий напрямок	аустеніт	ферит
Наплавка базова	-32 МРа	78,6 МРа
Обробка хромистим корундом	506 МРа	428,8 МРа
Обробка білим корундом	436,8 МРа	498,1 МРа
Обробка карбідом кремнію	719,2 МРа	551 МРа
Обробка синтетичним алмазом	282,5 МРа	31,1 МРа

Таблиця 4. Показники справжніх напружень у фазах аустеніту та фериту

Справжні напруження	аустеніт	ферит
Обробка хромистим корундом	538 МРа	350,2 МРа
Обробка білим корундом	468,8 МРа	419,5 МРа
Обробка карбідом кремнію	751,2 МРа	472,4 МРа
Обробка синтетичним алмазом	314,5 МРа	47,5 МРа

За отриманими результатами розроблена методика контролю якості структури та властивостей виробів з покриттям з нержавіючої сталі. За результатами розробки встановлено, що при значному деформаційному втручанні спостерігається сильне текстурування зерен і побудова смуг деформації, які перешкоджають виникненню вогнищ корозії. У цих об'єктах корозія спостерігається лише в недеформованій зоні.

Висновки

Встановлено, що найвищу ефективність обробки наплавленого матеріалу з дуплексного сплаву типу *UR*2507 забезпечують абразивні головки з хромистого корунду та синтетичного алмазу. Вони мають високий рівень зняття наплавленого матеріалу, який складає до 0,25 мм/хв, а мінімальний знос абразивного шару головки складає від 0,1 до 0,05 мм за період шліфування. Шліфування наплавленого матеріалу виконувалось з мінімальним виділенням тепла («холодне шліфування») та мінімальним навантаженням.

Абразивні головки з білого корунду та карбіду кремнію мають дуже низький рівень зняття наплавленого матеріалу, який складає максимально 0,2 – 0,3 мм до наступу критичного зносу абразивної головки. Абразивні головки з білого корунду дуже швидко «засалюються», що призводить до неможливості подовження процесу шліфування. Абразивні головки з карбіду кремнію також дуже швидко зношуються та втрачають свою геометричну форму. Шліфування цими інструментами супроводжується дуже великим нагрівом оброблюваного

наплавленого матеріалу, що приводить до змін у його структурі та знижує якість оброблених виробів. Все це свідчить про дуже низьку ефективність використання такого типу абразивних головок.

Дослідження, проведені методом рентгеноструктурного аналізу, вказали, що після обробки наплавлених матеріалів різними алмазно-абразивними головками показники аустеніту і фериту та справжні напруження у структурі наплавленого матеріалу суттєво різняться. Це підтверджує, що шліфування абразивними головками з білого корунду та карбіду кремнію недоцільно використовувати при обробці наплавлених матеріалів зі спеціальних сплавів, як таке, що призводить до суттєвого зниження якості обробки.

S. Riabchenko[1], Y. Argirov[2], T. Mechkarova[2]

[1]V.N. Bakul Institute for Superhard Materials NAS of Ukraine, 04074, Kyiv, Avtozavodska Street, 2
[2]Technical University Varna, 9010, Varna, Studentska Street, 1, Bulgaria

GRINDING OF WELDED MATERIALS MADE FROM SPECIAL ALLOYS WITH DIAMOND ABRASIVE HEADS

Grinding of deposited materials is one of the methods of processing machine parts that require repair after heavy use. The question of increasing the efficiency of grinding of deposited materials with a diamond-abrasive tool is considered. Problems in the processing of deposited materials and ensuring the quality and physicomechanical condition of the processed surface are studied. Testing of grinding of deposited materials made from a special duplex alloy with various abrasive tools was carried out, and the efficiency of removing the treated material and the wear of the abrasive tool were evaluated.

The purpose of the work is to test various diamond-abrasive tools for manual grinding of deposited materials from special alloys.

Diamond abrasive heads with a diameter of 10 mm made of white and chromium electrocorundum, silicon carbide, and synthetic diamond were used for processing the welded materials when grinding with a professional-grade manual power tool.

The results of comparative tests of different abrasive heads for grinding of welded materials showed a high efficiency of processing with abrasive heads made of chromium corundum and diamond, while the wear of the heads was minimal.

The results of the test of diamond-abrasive heads allow us to evaluate the effectiveness of the use of various tools when grinding deposited materials and give recommendations for industry.

***Key words**: grinding, efficiency, diamond abrasive heads, deposited materials, processing quality, tool wear*

Література

1. Рыжов Э.В., Клименко С.А., Гуцаленко О.Г. Технологическое обеспечение качества деталей с покрытиями. К.: Наукова думка, 1994. 180 с.
2. Рябченко С.В., Середа Г.В., Валуйский В.Ю. Шлифование наплавленных поверхностей абразивными кругами из хромистого корунда. *Оборудование и инструмент для профессионалов:* 2018. № 2(204). С. 21.
3. Рябченко С.В., Нежебовський В.В., Середа Г.В. Применение абразивных головок при шлифовании наплавленных материалов для тяжелого машиностроения. *Multidisciplinary academic explorations. Abstracts of I International Scientific and Practical Conference.* The I International Science Conference «Multidisciplinary academic explorations», January 10–12, 2021, Amsterdam, Netherlands. P. 165–167.
4. Бандуренко М.В., Рябченко С.В. Алмазно-гальванічний інструмент для обробки наплавок. *Інженерія поверхні та реновація виробів:* матеріали 22-і Міжнарод. Наук.-техн. конф., 15 – 16 червня 2022 р. Київ: АТМ України, 2022. С. 12–13.

5. Рябченко С.В., Аргиров Я.Б., Мечкарова Т.М. Ефективність обробки наплавок абразивним інструментом. *Інженерія поверхні та реновація виробів:* матеріали 23-ї Міжнарод. наук.-технічн. конф. 20 – 22 червня 2023 р. Київ: АТМ України, 2023. С. 60–63.

Надійшла 25.08.23

References

1. Ryzhov, E.V., Klimenko, S.A., & Gutsalenko, O.G. (1994). *Tekhnolohicheskoe obespechenie kachestva detalei s pokrytiiami [Technological support of the quality of parts with coatings]*. Naukova dumka [in Russian].
2. Riabchenko, S.V , Sereda, G.V., & Valuyskiy, V.Y. (2018). Shlifovanie naplavlennykh poverkhnostei abrazivnymi kruhami iz khromistoho korunda [Grinding of clad surfaces with chrome corundum abrasive wheels]. *Oborudovanie i instrument dlia professionalov – Equipment and tools for professionals*, 2(204), 21. [in Russian].
3. Riabchenko, S.V., Nezhebovskyi, V.V., & Sereda, G.V. (2021). Primenenie abrazivnykh golovok pri shlifovanii naplavlennykh materialov dlia tiazheloho mashinostroeniia. [The use of abrasive heads in the grinding of deposited materials for heavy engineering]. *Multidisciplinary academic explorations. Abstracts of I International Scientific and Practical Conference*. *The I International Science Conference «Multidisciplinary academic exploration»* (s. 165–167). Amsterdam [in Russian].
4. Bandurenko, M.V., Riabchenko, S.V. (2022). Almazno-halvanichnyi instrument dlia obrobky naplavok. [Diamond-galvanic tool for overlay processing]. *Inzheneriia poverkhni ta renovatsiia vyrobiv – Surface Engineering and Renovation of Virob.* (s. 12–13). ATM Ukraine [in Ukrainian].
5. Riabchenko, S.V., Arhyrov, Y.B, Mechkarova, T.M. (2023). Efektyvnist obrobky naplavok abrazyvnym instrumentom. [Efficiency of surface treatment with an abrasive tool]. *Inzheneriia poverkhni ta renovatsiia vyrobiv – Surface Engineering and Renovation of Virobs*. (s. 60–63). ATM Ukraine [in Ukrainian].

УДК 666.1.03; 544.02 DOI: 10.33839/2708-731X-24-1-375-381

Є. О. Пащенко, д-р техн. наук; **Д. О. Савченко**, **С. А. Кухаренко**, кандидати технічних наук; **В. М. Бичихін**; **Р. М. Курганов,** аспірант

Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська, 2, м. Київ, Україна, 04074, E–mail: lab6_1@ukr.net

ВПЛИВ СКЛАДУ ЛУГОСТІЙКИХ НІТРИДНИХ СТЕКОЛ НА ЇХ СТРУКТУРУ ТА ВЛАСТИВОСТІ

Досліджено процес введення нітрогену в молекулярну сітку стекол за рахунок додавання Si_3N_4 та використання стадії переплаву оксинітридних стекол. Вивчено вплив складу лугостійких нітридних стекол на їх структуру та властивості. Істотне підвищення фізико-механічних властивостей (мікротвердості та тріщиностійкості) спостерігається за введення до 4 % (ат.) нітрогену. Оксинітридні стекла мають підвищену хімічну стійкість. Поєднання покращеної міцності та підвищеної хімічної стійкості відкрило значний потенціал для використання їх у інструментальних

композитах. Одержані мікропористі зв'язки з високою адгезією до поверхні синтетичного алмазу та створені високоефективні алмазовмісні композити на їх основі для виробництва елітних шліфувальних кругів для прецизійного шліфування складнопрофільних виробів.

Ключові слова: *оксинітридне скло, мікротвердість, тріщиностійкість, інструментальний композит*

Вступ

Використання стекол як зв'язуючих для виготовлення абразивних композитів є привабливим з огляду на високу здатність до самозаточування, добрі триботехнічні характеристики наповнених склозв'язок та їх зносостійкість. Проте, потенційні значні переваги такого типу інструментальних матеріалів над їх аналогами, одержаними на основі металічних та полімерних зв'язок, реалізовані в доволі обмеженому обсязі. Якщо для зв'язування звичайних абразивів використовують переважно скляні та склокерамічні зв'язки, зважаючи на дешевизну та доступність сировини, то для порошків надтвердих матеріалів їх використання є значно менш поширеним. Причина цього полягає в неможливості поєднання в конкретній композиції високої пористості та розвиненого ріжучого рельєфу (ефект самозаточування), високої зносостійкості (сильне утримання зерен абразиву) та якомога меншого перетину миттєвих осередків контакту зв'язки з матеріалом, що оброблюється (мінімізація теплової напруженості процесу шліфування). Потенційні переваги склокерамічних зв'язок можуть бути використані у склоподібних зв'язуючих, в структурі яких частина зв'язків метал-оксиген заміщена зв'язками метал-нітроген. Такі системи можуть бути отримані шляхом розчинення нітридів силіцію, титану, алюмінію, заліза, цирконію в високодисперсній формі в легкоплавких силікофосфатних стеклах в атмосфері азоту.

Відомо, що введення нітрогену в силікатне та фосфатне скло призводить до поліпшення механічних властивостей. Заміщення двовалентного оксигену атомами тривалентного нітрогену призводить до додаткової зшивки в структурі і підвищує як хімічну стійкість, так і механічні властивості. Спостерігалося зростання мікротвердості скла Y–Si–Al–O–N з підвищенням вмісту нітрогену [1, 2]. Збільшення ударної в'язкості K_{Ic} майже на 30 % було досягнуто порівняно з базовим склом Mg–Si–Al–O–N при додаванні 5 % (за масою) нітрогену [3]. Аналогічні підвищення властивостей спостерігали для стекол Na–Ca–Si–O–N, Na–Si–O–N та Y–Si–Al–O–N_2O [4, 5].

Мета роботи полягає у розробці процесу введення нітрогену в молекулярну сітку стекол для одержання мікропористих зв'язок з високою адгезією до поверхні синтетичного алмазу та вивчення фізико-механічних властивостей таких стекол для створення абразивних композитів, придатних для прецизійного шліфування складнопрофільних виробів.

Матеріали і методи дослідження

Здійснено синтез нітридних стекол ряду складів та досліджені їх фізико-хімічні властивості. Методика синтезу заснована на використанні карбонатних евтектик, здатних частково розчиняти нітриди лужноземельних елементів у вигляді колоїдних частинок або неорганічних поліядерних комплексів, в яких ультрадисперсний фрагмент нітридної ґратки координує змінну кількість карбонатних груп. Подальше використання отриманих неорганічних прекурсорів для варки стекол на основі лужних, лужноземельних оксидів та силіцієвої кислоти дозволило синтезувати склоподібні системи, подібні за температурною залежністю в'язкості до традиційних оксидних стекол, але з більш швидким падінням в'язкості вище 750 °C.

Оксинітридні стекла у системі Si–Zr–Na–Li–K–B–O–N отримали шляхом включення Si_3N_4 до структури скла. Ця система є *оксинітридним аналогом* широко відомого лугостійкого скла (ЛС, англ. *AR–alkali-resistant*). В якості основи для порівняння використовувалося лугостійке оксидне скло, яке можна співставити з наявним у продажу склом з високим вмістом цирконію. Деяку кількість SiO_2 у вихідних порошках замінили нітридом кремнію для створення оксинітридного аналога такого скла.

Важливо підтримувати постійне співвідношення атомів між іншими фракціями катіонів, щоб пов'язати будь-які зміни властивостей із заміною у структурі нітрогену на оксиген. Це досягнуто шляхом визначення співвідношення кремній/катіон між атомною часткою кремнію і часткою кожного з інших елементів, присутніх у склі.

Результати та їх обговорення

Як видно з табл. 1, атомні частки складових частин дещо різняться між лугостійким оксидним склом та аналогами оксинітриду, проте співвідношення Si/катіон еквівалентні.

Таблиця 1. Склад досліджених композицій

Сполука	Елемент	Вміст, % (ат.)				
		ЛС	НЛС-2	НЛС-3	НЛС-4	НЛС-5
SiO_2	Si	22,41	22,63	22,75	22,86	22,98
Si_3N_4	N	0,00	2,02	3,05	4,08	5,13
ZrO_2	Zr	3,50	3,53	3,55	3,57	3,59
Na_2CO_3	Na	11,65	11,77	11,80	11,89	11,95
Li_2CO_3	Li	1,48	1,49	1,49	1,51	1,52
K_2CO_3	K	0,66	0,67	0,67	0,67	0,68
HBO_2	B	0,64	0,65	0,64	0,65	0,66
	O	59,67	57,24	55,88	54,76	53,50

Виготовлено партії стекол (НЛС) з вмістом нітрогену від 1 до 5 ат. %. Через можливість незначного випаровування оксидів у процесі переплавлення, партію ЛС також переплавляли при 1650 °С в атмосфері нітрогену для більш надійного порівняння властивостей лугостійкого скла з властивостями зразків оксинітридного скла. Скло дробили для видалення закритих пор. Густину визначали пікнометричним методом. Вимірювання мікротвердості проводилися індентором Віккерса при навантаженні 10 Н. Тріщиностійкість було визначено методом вдавлювання індентора Віккерса. Оскільки відбиток був зроблений в області, яка не залежить від навантаження, одні і ті ж відбитки були використані для отримання даних як по мікротвердості, так і по тріщиностійкості.

Для отримання однорідного порошку зразки скла подрібнювали та просіювали, щоб отримати розподіл частинок за розмірами в діапазоні від 100–150 мкм. Після сушіння при 500 °С протягом 1 год для видалення хемосорбованої води 1 г подрібненого скла додавали до 100 мл 0,1 н?[1] NaOH (pH = 12) у поліетиленовій пляшці з кришкою. Потім скляний порошок

[1] Децинормальний розчин моль-екв./л

піддавали прискореному старінню при 80 °С протягом 24 год. Розчин NaOH обережно декантували та відфільтровували. Скляний порошок промивали та очищали ультразвуком у воді і сушили. Порошок зважували та розраховували втрату маси на вихідний грам матеріалу. Додатково 1 г подрібненого скла аналізували мокрим способом для кількісного визначення вмісту нітрогену. Аналіз методом дистиляції К'єльдаля був обраний, бо він має більшу точність у визначенні вмісту нітрогену. Аміак, що утворився, барботували через розведений розчин H_2SO_4, а потім титрували зворотним шляхом стандартним розчином NaOH. Стандартно проводили перегонку оксидного ЛС скла (0 % нітрогену). Результати аналізу мокрим способом представлені в табл. 2.

Таблиця 2. Вміст нітрогену в стеклах

Композиція	Вміст нітрогену, % (ат.)		Залишковий вміст, %
	у вихідній суміші	після отримання матеріалу	
НЛС-2	2,02	1,45	72
НЛС-3	3,05	2,11	69
НЛС-4	4,08	2,74	67
НЛС-5	5,13	3,41	66

Можна помітити, що має місце втрата фактичного вмісту нітрогену у порівнянні з вихідним вмістом у композиції. Випаровування нітрогену було зведено до мінімуму шляхом підтримки високого надлишкового тиску нітрогену. У кожному зі зразків скла залишилося близько 70 % атомів нітрогену. Зразки скла з аналізованим вмістом нітрогену більше 4 % (ат.) розшаровувалися на окремі області при плавленні за температури 1650 °С. Ретельне дослідження показало, що ці області є областями з високою пористістю. Це було результатом неповної реакції компонентів партії внаслідок підвищеної в'язкості скла з вищим вмістом нітрогену. Зразки з вищим вмістом нітрогену також демонстрували значну кристалізацію у формі моноклінного ZrO_2. Тому вивчалася зміна властивостей скла залежно від вмісту нітрогену, що не перевищує 4% (ат.). Щільність оксинітридного скла в залежності від вмісту нітрогену представлена на рис. 1.

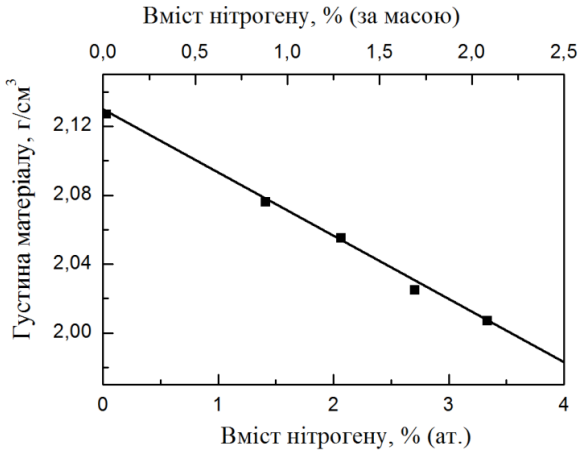


Рис. 1. Залежність густини розроблених стекол від вмісту нітрогену – розрахункового (нижня шкала) та фактичного (верхня шкала)

Було помічено, що щільність дещо знижується зі збільшенням вмісту нітрогену. Спостерігалося зниження істинної густини з 2,13 г/см^3 для переплавленого ЛС скла до 2,01 г/см^3 при додаванні 3,4 % (ат.) нітрогену.

Твердість за Віккерсом стекол Si–Zr–Na–Li–K–B–O–N представлена в залежності від вмісту нітрогену на рис. 2. Підвищення на 0,68 ГПа на 1 % (за масою) вмісту нітрогену були вищими, ніж повідомлялося в літературі для інших оксинітридних стекол (рис. 2). Твердість збільшилася з 6,3 ГПа для переплавленого ЛС скла, що не містить нітроген, до

7,9 ГПа для оксинітридного скла, що містить 3,4 % (ат.) або 2,2 % (за масою) нітрогену.

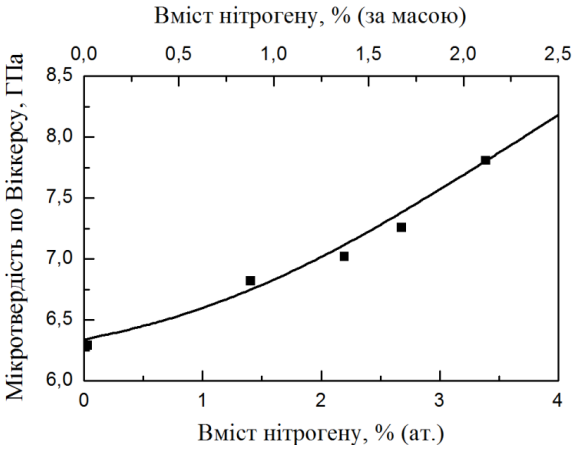


Рис. 2. Залежність мікротвердості скла від вмісту нітрогену

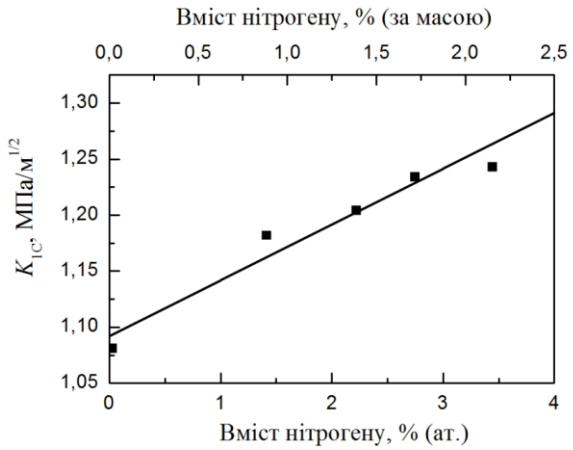


Рис. 3. Залежність тріщиностійкості скла від вмісту нітроге

На рис. 3 показано, як заміна оксигену нітрогеном покращує тріщиностійкість оксинітридного скла при вдавлюванні. Спостерігалось підвищення на 0,06 МПа/м$^{1/2}$ на 1 % (за масою) збільшення вмісту нітрогену. Цю швидкість можна порівняти з іншими даними по оксинітридним стеклам, представленими в літературі [6].

Використання співвідношення кремній/катіон у процесі дозування скла на основі оксинітриду цирконію зводить до мінімуму кількість потенційних змінних, які можуть вплинути на властивості скла. В результаті зміни властивостей скла можна пояснити заміною нітрогену на оксиген в сітчастій структурі скла. Оксинітридні аналоги скла можуть бути легко та надійно отримані з додаванням Si_3N_4 та використанням стадії переплаву. Істотне поліпшення властивостей спостерігається за введення лише кількох атомних відсотків нітрогену. Оксинітридні стекла також продемонстрували підвищену хімічну стійкість. Спираючись на проведені дослідження, розроблена технологія синтезу нітридного скла для одержання мікропористих зв'язок з високою адгезією до поверхні синтетичного алмазу та створення високоефективних алмазовмісних композитів на їх основі відкриває можливість виробництва елітних шліфувальних кругів для прецизійного шліфування складнопрофільних виробів [7].

Висновки

Розроблено процес введення нітрогену в молекулярну сітку стекол за рахунок додавання Si_3N_4 та використання стадії переплаву оксинітридних аналогів скла. Істотне підвищення їх фізико-механічних властивостей спостерігається за введення до 4 % (ат.) нітрогену. Оксинітридні стекла мають підвищену хімічну стійкість. Поєднання покращеної міцності та підвищеної хімічної стійкості відкрило значний потенціал для використання їх у інструментальних композитах.

Розроблена технологія синтезу нітридного скла для одержання мікропористих зв'язок з високою адгезією до поверхні синтетичного алмазу та створення високоефективних алмазовмісних композитів на їх основі відкриває можливість виробництва елітних шліфувальних кругів для прецизійного шліфування складнопрофільних виробів.

E. Pashchenko, D. Savchenko, C. Kukharenko, V. Bychykhin, R. Kurganov

Bakul Institute for Superhard Materials of the National Academy of Sciences of Ukraine, 2 Avtozavodska Str., Kyiv, Ukraine, 04074, E–mail: lab6_1@ukr.net

THE INFLUENCE OF THE ALKALI-RESISTANT NITRIDE GLASSES COMPOSITION ON THEIR STRUCTURE AND PROPERTIES

The process of introducing nitrogen into the molecular lattice of glasses by adding Si_3N_4 and using the remelting stage of oxynitride glasses was investigated. The influence of the composition of alkali-resistant nitride glasses on their structure and properties was studied. A significant increase in physico-mechanical properties (microhardness and crack resistance) is observed with the introduction of up to 4% (at.) nitrogen. Oxynitride glasses have increased chemical resistance. The combination of improved strength and increased chemical resistance has opened up significant potential for their use in tool composites. Microporous binders with high adhesion to the synthetic diamond surface were obtained and highly effective diamond-containing composites were created for the production of elite grinding wheels for precision grinding of complex profile products.

Key words: *oxynitride glass, microhardness, crack resistance, tool composite*

Література

1. Hampshire S., Drew R.L., Jack K.H. Viscosities, glass transition temperatures, and microhardness of Y-Si-Al-O-N Glasses. *J. Am. Ceram. Soc.* 1984. Vol. 67, N 3. P. 46–47.
2. Hampshire S. Silicon nitride ceramics – review of structure, processing and properties. *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*. 2007. Vol. 24, N 1, P. 43–50.
3. Sakka S., Kamiya K., Yoko T. Preparation and properties of Ca–Al–Si–O–N oxynitride glasses. *J. Non-Cryst. Solids*. 1983. Vol. 56, N 1–3. P. 147–152.
4. Homeny J., McGarry D. L. Preparation and Mechanical Properties of Mg-Al-Si-O-N Glasses. *J. Am. Ceram. Soc.* 1984. Vol. 67, N 11. P. 225–227.
5. Coon D. N., Doyle T. E., Weidner J. R. The refractive indexes of Y–Si–Al–O–N glasses. *J. Non-Cryst. Solids*. 1989. Vol. 108, N 2. P. 180–186.
6. Das T. Oxynitride glasses – An overview. *Bulletin of Materials Science*. 2000. Vol. 23. P. 499–507.
7. Спосіб отримання інструментального композиту з надтвердих матеріалів на основі функціоналізованих оксидних порошків: пат. 119114 Україна: МПК B24D 3/20; заявл. 14.02.2018; опубл. 25.04.2019, Бюл. № 8.

Надійшла 08.09.23

References

1. Hampshire, S., Drew, R.L., & Jack, K.H. (1984). Viscosities, glass transition temperatures, and microhardness of Y-Si-Al-O-N Glasses. *J. Am. Ceram. Soc., 67*(3), 46–47.
2. Hampshire, S. (2007). Silicon nitride ceramics – review of structure, processing and properties. *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, 24*(1), 43–50.
3. Sakka, S., Kamiya, K., & Yoko, T. (1983). Preparation and properties of Ca–Al–Si–O–N oxynitride glasses. *J. Non-Cryst. Solids, 56*(1–3), 147–152.
4. Homeny, J., & McGarry, D. L. (1984). Preparation and Mechanical Properties of Mg-Al-Si-O-N Glasses. *J. Am. Ceram. Soc., 67*(11), 225–227.
5. Coon, D. N., Doyle, T. E., & Weidner, J. R. (1989). The refractive indexes of Y–Si–Al–O–N glasses. *J. Non-Cryst. Solids, 108*(2), 180–186.
6. Das, T. Oxynitride glasses – An overview. (2000). *Bulletin of Materials Science*, 23, 499–507.

7. Pashchenko, E.O., Kukharenko, S.A., Bychikhin, V.M., et al. (2019). *Patent of Ukraine 119114, МПК B24D 3/20. Sposib otrymannia instrumentalnoho kompozytu z nadtverdykh materialiv na osnovi funktsionalizovanykh oksydnykh poroshkiv [The method of obtaining an instrumental composite from superhard materials based on functionalized oxide powders]*. (Patent Ukrainy № 119114) [in Ukrainian].

УДК 53.06.621.923.546.1 DOI: 10.33839/2708-731X-24-1-381-384

О. П. Денисенко[1], **В. І. Кисіль**[2], **В. В. Білорусець**[1], **Л. Г. Макаренко**[3], **О.М. Кошкін**[1]

[1]Інститут надтвердих матеріалів імені В. М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська 2, 04074 м. Київ, e-mail: dap48@ukr.net
[2]Компанія "Ремонт Центр", просп. Відрадний, 107, 02000 м. Київ, Україна, e-mail: kvi@qmail.com
[3]Інститут ядерних досліджень НАН України, просп. Науки, 47, 03028 м. Київ, Україна, e-mail: interder@ukr.net

МЕХАНІЗМ УТВОРЕННЯ МІКРОРЕЛЬЄФУ РОБОЧОЇ ПОВЕРХНІ ХОНІВ В ПРОЦЕСІ ХОНІНГУВАННЯ

У статті подано результати дослідження механізму взаємодії зерен хонів із зв'язаним абразивом з обробленою поверхнею циліндрів двигунів внутрішнього згоряння (ДВЗ).

Зазначено, що з метою оцінювання руйнування зерен SiC на робочій поверхні хону використовувався растровий електронний мікроскоп з енергодисперсійним аналізатором рентгенівських знімків. Визначено характерні ознаки руйнування цілого зерна до і після хонінгування.

Показано характер зламу частинок SiC із утворенням дрібних гострих різальних країв. Доведено, що такі частинки мають високу твердість і різальні властивості. Під час взаємодії зерен в процесі хонінгування циліндрів утворюється поверхня, що сприяє збільшенню маслостійкості та опорної площі при високій якості структури.

Розглянуто ефективність попереднього базового хонінгування з огляду на видалення припуску, а також оптимізацію режимів обробки з необхідним якісним складом абразивних хонів.

Проаналізовано механізм взаємодії зерен карбіду кремнію, що знаходяться в робочій поверхні хонів, із обробленою поверхнею циліндрів.

Вказано, що результати дослідження можна використовувати для аналізу ефективності хонів при створенні процесів базового та фінішного хонінгування.

***Ключові слова**: механізм руйнування зерен, інструмент із зв'язаним абразивом, структура робочої поверхні хону, базове хонінгування, двигуни внутрішнього згорання (ДВЗ)*

Вступ

Найважливішим завданням технічного прогресу в галузі машинобудування є підвищення надійності та довговічності роботи машин та механізмів. Вирішення його пов'язане із удосконаленням технологічних методів і засобів обробки деталей, тобто з технологічним забезпеченням високої точності їхньої геометричної форми, низької шорсткості поверхні, кращого фізико-механічного стану поверхневих шарів металу та скороченням у часі технологічного процесу. Саме на останніх операціях формується поверхневий шар деталей, що визначає їхні експлуатаційні властивості.

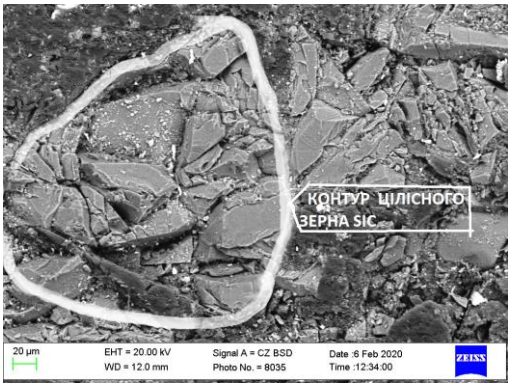
Обробка отворів методом хонінгування у вітчизняній та зарубіжній практиці в останні роки набула широкого поширення. Вона застосовується в автомобільній, авіаційній, тракторній, сільськогосподарській, нафтовій та інших галузях машинобудування при обробці деталей із чавуну, сталі, кераміки, пластмас та кольорових металів. Хонінгування підвищує точність геометричної форми та зменшує шорсткість поверхні, а також стабілізує якість оброблюваних деталей та підвищує надійність технологічних процесів [1, 2].

Проблемами хонінгування займалися як вітчизняні, так і зарубіжні вчені. Зокрема, О. П. Бабічев та М. О. Тамаркін у своїх дослідженнях пропонують використання нового матеріалу як зв'язувального інструменту в абразиві; С. А. Клімов, В. І. Зайцев, Ю. М. Полянчиков, Л. Г. Гільдебранд та ін. – використовували електрохімічне хонінгування; С. І. Куликов, Ф. Ф. Різванов розглядають вплив різних видів осцилюючих рухів на процес хонінгування; В. І. Бутенко, О. В. Чистяков досліджують вплив температури на процес обробки та пропонують застосування мастильно-охолоджуючих технологічних середовищ певної температури; В. М. Шумячер, І. М. Нікіфоров – вплив складу мастильно-охолоджуючої рідини на процес абразивної обробки; Ю. Н. Полянчиков, Ю. П. Адлер, А. А. Омеляненко – вибір оптимальних режимів різання при хонінгуванні тощо.

Основна мета хонінгування поверхні циліндрів двигунів внутрішнього згорання – формування оптимального мікропрофілю з більшою опорною поверхнею і глибоких рисок, які сприяють вивільненню графіту (складової чавуна) на робочій поверхні [3]. Залежно від вибору зернистості абразиву, задіяного у зв'язці хону, досягається потрібний результат. Дослідженню хонів зі зв'язаним абразивом передувало моделювання процесу руйнування зерен *SiC* з використанням планетарного млина М-44Л. Аналіз дисперсійного стану подрібненого карбіду кремнію, проведений на лазерному дифракційному аналізаторі MAS – MASTERSIZER, показав, що кількість дрібних зерен превалює при розподілі розміру частинок, а це значно зменшує продуктивність хонінгування [4]. Тому, для забезпечення суттєвого припуску при хонінгуванні, було вибрано SiC зернистості 160/125. В нашому випадку розглядається хонінгування інструментом зі зв'язаним абразивом, де за рахунок впливу структурних факторів на механічні властивості твердих і крихких фаз SiC відбувається їхня руйнація [4, 5]. Це сприяє отриманню оптимального мікропрофілю оброблюваної поверхні циліндрів та ефективному використанню хонів.

Результати досліджень

Дослідження та аналіз механізму руйнування зерен абразиву високої концентрації при хонінгуванні спеціальним інструментом надали можливість визначити різновид зламу шліфувальних часток SiC.



Контури цілісного зерна SiC розміром 290х240 мкм після хонінгування

Для оцінювання зламу зерен *SiC* на робочій поверхні хону використовувався растровий електронний мікроскоп *Carl Zeiss EVO 50XVO* з енергодисперсним аналізатором рентгенівських спектрів. Спостерігалося часткове дробіння зерен з утворенням менших фрагментів із гострими різальними кромками, що дає можливість уникнути засалювання робочої поверхні хону (рисунок). Ці частинки мають високу твердість, поступаючись карбіду бора та алмазу, і значні різальні властивості.

Взаємодія таких зерен із хонінгувальною поверхнею циліндрів забезпечує однорідну тонку фактуру її мікропрофілю. Окрім цього, вони впливають на стан поверхні, що гарантує збільшення маслостійкості щодо опорної площі при високій якості структури поверхневого шару циліндра.

Для утворення більш однорідної зернистості в зв'язку хонів вводили лише калібровані зерна М40 із Al_2O_3, які в процесі хонінгування подрібнювали більші за розміром зерна SiC.

Проведені випробування розроблених абразивних хонів АББХ 125х8х7 на органічній зв'язці з використанням суміші SiC (карбіду кремнію зеленого) 64С зернистості 160/125 й оксиду алюмінію (Al_2O_3) зернистості М40 при обробці чавунних циліндрів ДВЗ в умовах ремонтного центру показали, що за продуктивністю та якістю оброблених поверхонь блоків (гільз) випробувані хонінгувальні бруски дають можливість збільшити швидкість роботи на 30%. Ці хони використовувалися для попереднього базового хонінгування.

Фінішне хонінгування проводилося на органічній зв'язці з SiC зернистості М40, оскільки все навантаження щодо ефективного видалення припуску і поліпшення (виправлення) форми внутрішньої поверхні циліндра бере на себе хон, який, насамперед, містить КЗ із зерном 160/125.

Здатність крихкого руйнування і подрібнення зерен карбіду кремнію, розташованого на робочій поверхні хону, під час його дискретного контакту з оброблюваною поверхнею передбачає такі стадії, як:

1) початкова – зерна ще великі (до 600 мкм), вони знімають значну частину припуску до 0,2 мкм і виправляють порушення внутрішньої форми поверхні циліндра. Робоча поверхня хону не засалюється через постійно розкриту структуру;

2) завершальна – крихкі частки карбіду кремнію SiC і оксиду алюмінію Al_2O_3 очищають поверхню циліндра, що робить її більш змочуваною (подібно до крацевання).

Висновки

Досліджено, що в процесі хонінгування робочою поверхнею хону, яка містить абразивні зерна SiC, відбувається крихке їх подрібнення з утворенням фрагментів із гострими різальними кромками, що дає можливість ефективно знімати припуск без засалювання хону. Це дає можливість зменшити час і спрощує технологію самого процесу хонінгування.

Результати дослідження можна використати для аналізу ефективності застосування інструмента із закріпленими великими або дрібними зернами SiC при створенні базового або фінішного процесу хонінгування.

O. Denisenko[1], V. Kisel[2], V. Belorusets[1], L. Makarenko[3], O. Koshkin[1]

[1]V.N. Bakul Institute for Superhard Materials of National Academy of Ukraine
[2]Company "Repair Center", Ukraine
[3]Institute of nuclear researches of National Academy of Sciences of Ukraine

MECHANISM OF FORMATION OF THE MICRORELIEF OF HONES WORKING SURFACE IN THE PROCESS OF HONING

The article presents the results of the study of the mechanism of interaction of hone grains with a bound abrasive with the treated surface of cylinders of internal combustion engines (ICE).

It is indicated that in order to simulate the process of grinding SiC grains with a grain size of 160/125, their fine grinding was carried out on a laboratory planetary mill M-44L, which, according to domestic and foreign research, is widely used when grinding materials that are difficult to grind, for example, carbides, synthetic diamonds, etc.

It is noted that in order to evaluate the characteristics of SiC grain destruction on the working surface of the hone, a Carl Zeiss EVO50XVO scanning electron microscope with an X-ray energy dispersive analyzer was used. Characteristic signs of destruction of the whole KZ(SiC) grain before and after honing were determined.

The characteristics of the fracture of SiC particles with the formation of small sharp cutting edges are also presented. It has been proven that such particles have high hardness and cutting properties. During the interaction of the grains with the honing surface of the cylinders, a surface is formed, which contributes to the

increase of oil resistance and the bearing area with a high quality of the surface structure. The final honing is carried out on an organic bond with SiC grain size M40. Since all the load related to the effective removal of the allowance and improvement (correction) of the shape of the inner surface of the cylinder is taken by the hone, which, first of all, contains short-circuiting with a grain of 160/125. In addition, the unique composition of the bakelite bond is optimized taking into account rational honing modes.

The effectiveness of the preliminary basic honing is considered in view of the removal of the allowance, as well as the optimization of processing modes with the necessary high-quality composition of abrasive hones.

The mechanism of interaction of silicon carbide grains located in the working surface of the hones with the processed surface of the cylinders was analyzed.

It is indicated that the results of the study can be used to analyze the efficiency of hones in the creation of basic and final honing processes.

***Key words**: mechanism of grain destruction, tool with bound abrasive, structure of the working surface of the hone, basic honing, ICE – internal combustion engines.*

Література

1. Рыжов Э. В. Высокоэффективные процессы финишной обработки. Київ: Наук. думка, 1987. 256 с.
2. Киричок П. О., Роїк Т. А., Гавриш А. П., Шевчук А. В., Віцюк Ю. Ю. Фінішне оброблення зносостійких деталей друкарських машин. Навч. посіб. Київ: НТУУ «КПІ», 2014. 404 с.
3. Стрижаков В. Л., Чалый В. Т., Шило А. Е. Инструмент для платовершинного хонингования, соответствующий требованиям ведущих зарубежных моторостроительных фирм. *Інструментальний світ*. 2008. № 1(37). С. 45–48.
4. Кошкин А. М., Соколюк Д. В., Белорусец В. В., Полторацкий В.Г., Кротенко Т. Л., Кодрик А. И., Денисенко А. П.,Калина Е. В. Эффективные методы обработки деталей алмазными и абразивными хонинговальными брусками. *Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения*. Сб. науч. тр. Вып. 20. Киев: ИСМ им. В.Н. Бакуля, НАН Украины, 2017. С. 535–539.
5. Дыбань Ю. П., Миролюз В.М., Гриднева И.В., Базилевич В.Д., Чугунова С.И., Гончарук В.А. Влияние зернового состава SiC-наполнителя на структуру и прочность реакционноспеченного карбида кремния. *Порошковая металлургия*. 1989. Вып. 8. С. 73–81.

Надійшла 03.10.23

References

1. Ryzhov, E. V. (1987). *Vysokoeffektivnye protsessy finishnoi obrabotki [Highly effective finish processing*]. Nauk. dumka [in Russian].
2. Kyrychok, P. O., Royik, T. A., Havrish, A. P., et al. (2014). *Finishne obroblennia znosostiikykh detalei drukarskykh mashyn: navch. posibnyk [Finishing of wear-resistant parts of printing machines]*. NTUU «KPI» [in Ukrainian].
3. Strizhakov, V. L., Chalyiy, V. T., & Shilo, A. E. (2008). Instrument dlia platovershinnoho khoninhovaniia, sootvetstvuiuschii trebovaniiam vedushchikh zarubezhnykh motorostroitelnykh firm [Tool for plate top honing, meeting the requirements of leading foreign engine manufacturers]. *Instrumentalnyi svit – Instrumental world*, (1(37)), 45–48 [in Russian].
4. Koshkin, A. N., Sokolyuk, D. V., Belorusets, V. V., et al. (2017). Effektivnye metody obrabotki detalei almaznymi i abrazivnymi khoninhovalnymi bruskami [Effective methods for processing parts with diamond and abrasive honing stones]. *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.* (20nd Issue, p. 535–539) [in Russian].
5. Dyiban, Yu. P., Mirolyuz, V. M., Gridneva, I. V., et al. (1989). Vliianie zernovoho sostava SiC-napolnitelia na strukturu i prochnost reaktsionnospechennoho karbida kremniia [Influence of the grain composition of the SiC filler on the structure and strength of reaction-sintered silicon carbide]. *Poroshkovaia metallurgiia – Powder metallurgy,* (8), 73–81 [in Russian].

ЗМІСТ

ПАМ'ЯТНІ ДАТИ, ІСТОРІЯ, ІНФОРМАЦІЯ

А.І. Вдовиченко, О.М. Соколов
ВИРОБНИЧНИК, УПРАВЛІНЕЦЬ І НАУКОВЕЦЬ ГЕОЛОГІЧНОЇ ГАЛУЗІ
(До 80-річчя з дня народження і 65-річчя фахової діяльності
Мартиненка Івана Івановича) 3

В.М. Кулаківський, О.М. Давидов, І.В. Скворцов
АНАЛІЗ СУЧАСНИХ МЕТОДІВ РОЗБУДОВИ ІНФОРМАЦІЙНИХ
ПОРТАЛІВ НАУКОВО-АКАДЕМІЧНОЇ УСТАНОВИ 13

В.В. Цегельнюк, І.В. Скворцов, В.М. Кулаківський
АВТОМАТИЗАЦІЯ ПРОЦЕСІВ УПРАВЛІННЯ КАДРОВОЮ
ДІЯЛЬНІСТЮ ІНСТИТУТУ НАДТВЕРДИХ МАТЕРІАЛІВ (ІНМ) 19

Розділ 1

ПОРОДОРУЙНІВНИЙ ІНСТРУМЕНТ З НАДТВЕРДИХ МАТЕРІАЛІВ І ТЕХНОЛОГІЯ ЙОГО ЗАСТОСУВАННЯ

Д.Л. Коростишевський, М.О. Бондаренко , В.А. Мечнік,
І.І. Джанзаков, С.К. Буктибаєва
РОЗРОБКА І ВПРОВАДЖЕННЯ СУЦІЛЬНОФРЕЗЕРОВАНИХ ДОЛІТ PDC 27

М. Є. Чернова, Я. В. Кунцяк
КОНСТРУКТИВНІ ОСОБЛИВОСТІ РІЗЬБОВИХ З`ЄДНАНЬ ОБСАДНИХ КОЛОН 33

А.О. Ігнатов
ВИЗНАЧЕННЯ ЗМІСТУ ОКРЕМИХ СКЛАДОВИХ ТЕХНОЛОГІЧНОГО ПРОЦЕСУ
ГІДРОМЕХАНІЧНОГО БУРІННЯ СВЕРДЛОВИН 39

А. К. Судаков, Г.В. Гапіч, А. С. Шумов, Л.В. Голуб
ОГЛЯД В'ЯЖУЧИХ РЕЧОВИН ДЛЯ ВИГОТОВЛЕННЯ БЛОКОВИХ ГРАВІЙНИХ
ФІЛЬТРІВ ГІДРОГЕОЛОГІЧНИХ СВЕРДЛОВИН 49

Є.А. Коровяка, А.О. Ігнатов, О.М. Давиденко, М.Р. Мекшун
АНАЛІЗ ДЕЯКИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ ПРОМИВАЛЬНИХ РІДИН
ТА ЇХ ВПЛИВУ НА ПОКАЗНИКИ ПРОЦЕСУ БУРІННЯ СВЕРДЛОВИН 58

А.В. Павличенко, А.О. Ігнатов, Є.А. Коровяка, І.К. Аскеров
ОСНОВНІ ТЕХНІКО-ТЕХНОЛОГІЧНІ ТА ЕКОЛОГІЧНІ
АСПЕКТИ СПОРУДЖЕННЯ ЕКСПЛУАТАЦІЙНИХ СВЕРДЛОВИН 68

А.В. Павличенко, А.О. Ігнатов, Є.М. Ставичний
ОСОБЛИВОСТІ ТЕХНІКО-ТЕХНОЛОГІЧНОГО СУПРОВОДЖЕННЯ ОПЕРАЦІЙ
КРІПЛЕННЯ ТА ЦЕМЕНТУВАННЯ СВЕРДЛОВИН 80

Розділ 2

ІНСТРУМЕНТАЛЬНІ, КОНСТРУКЦІЙНІ І ФУНКЦІОНАЛЬНІ МАТЕРІАЛИ НА ОСНОВІ АЛМАЗУ І КУБІЧНОГО НІТРИДУ БОРУ

А. В. Бурченя, Т. В. Коваленко, О. М. Супрун, С.О. Гордєєв,
В. В. Лисаковський, В. Ю. Клочок, А. С. Ніколенко, В. В. Стрельчук
ДОСКОНАЛІСТЬ ГРАННИХ ФОРМ НРНТ-МОНОКРИСТАЛІВ
АЛМАЗУ В ЗАЛЕЖНОСТІ ВІД РІВНЯ ПЕРЕСИЧЕННЯ ВУГЛЕЦЕМ
РОСТОВОГО СЕРЕДОВИЩА 93

В.В. Лисаковський, С.О. Івахненко, А.В. Бурченя, Т.В. Коваленко,
А. С. Ніколенко, В. В. Стрельчук, С.М. Иванченко, А.В. Марченко
ФОРМОУТВОРЕННЯ МОНОКРИСТАЛІВ АЛМАЗУ
ПРИ ЗМІНІ КОНФІГУРАЦІЇ РЕЗИСТИВНОЇ СИСТЕМИ
НАГРІВУ В АПАРАТАХ ВИСОКОГО ТИСКУ КУБІЧНОГО ТИПУ 103

О. М. Супрун, Т. В. Коваленко, О. О. Заневський, А. В. Бурченя,
В. Ю. Клочок, О. Ю. Тімченко, А. В. Марченко
ВИКОРИСТАННЯ РЕНТГЕНІВСЬКОЇ ТОПОГРАФІЇ ДЛЯ ДОСЛІДЖЕННЯ
РЕАЛЬНОЇ СТРУКТУРИ НРНТ-МОНОКРИСТАЛІВ АЛМАЗУ ТИПУ IIa 111

В.З. Туркевич, О.М. Соколов, М.П. Беженар, О.О. Лєщук
КАЛІБРУВАННЯ РЕАКЦІЙНОЇ КОМІРКИ ШЕСТИПУАНСОННОГО
КУБІЧНОГО ПРЕСУ ЗА ТЕМПЕРАТУРОЮ ТА ТИСКОМ 116

М. Беженар, А. Пацик, Я. Романенко, О. Соколов, О. Лєщук
КУБІЧНИЙ АПАРАТ ВИСОКОГО ТИСКУ І ЙОГО МОЖЛИВОСТІ
ЩОДО ГЕНЕРАЦІЇ ТИСКУ 127

С. Б. Полотняк, А. А. Лєщук, В. В. Лисаковський, С. А. Івахненко
ЧИСЕЛЬНЕ ДОСЛІДЖЕННЯ ВПЛИВУ РОЗМІРУ СКОСУ БІЧНОЇ ПОВЕРХНІ
ПУАНСОНА КУБІЧНОГО АПАРАТА ВИСОКОГО ТИСКУ НА МІЦНІСТЬ
ПУАНСОНА ТА РІВЕНЬ ДОСЯЖНОГО ТИСКУ 132

О. О. Бочечка, О. І. Чернієнко, Т. О. Куриляк, А. Г. Филипович,
В. О. Вєніков, А. О. Лямцева
УЩІЛЬНЕННЯ ЗА ВИСОКОГО ТИСКУ І ВИСОКОЇ ТЕМПЕРАТУРИ
АЛМАЗНОГО ПОРОШКУ З ТИТАНОВИМ ПОКРИТТЯМ 140

О. О. Бочечка, Г. А. Петасюк, О. І. Чернієнко, В. С. Гаврилова,
В. О. Вєніков, А. О. Лямцева, О. В. Кущ
ЗАСТОСУВАННЯ МОРФОМЕТРИЧНИХ ХАРАКТЕРИСТИК
ДЛЯ ОЦІНКИ ВПЛИВУ ВИСОКОГО ТИСКУ НА АЛМАЗНІ
ПОРОШКИ РІЗНОГО ЗЕРНОВОГО СКЛАДУ НА ЕТАПІ
НАВАНТАЖЕННЯ АВТ ТА ПІД ЧАС СПІКАННЯ 147

Г.А. Петасюк, Г.Д. Ільницька, Н.О. Олійник,
О.М. Сизоненко, Г.А. Базалій, О.У. Петасюк
ПОРІВНЯЛЬНЕ ДОСЛІДЖЕННЯ ТЕХНОЛОГІЧНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ ТА
ОДНОРІДНОСТІ АЛМАЗНИХ ПОРОШКІВ, ОТРИМУВАНИХ ФЛОТАЦІЙНИМ
РОЗДІЛЕННЯМ ПОЧАТКОВОГО ЇХ ЗРАЗКА ФЛОТАЦІЙНИМ РОЗДІЛЕННЯМ
ПОЧАТКОВОГО ЇХ ЗРАЗКА 156

Т.С. Панасюк
ОБЧИСЛЕННЯ ПОТУЖНОСТІ СТРУМУ НАГРІВАННЯ ШЕСТИПУАНСОННОГО АПАРАТУ ВИСОКОГО ТИСКУ З ВИКОРИСТАННЯМ ANSYS APDL.....166

Н. О. Олійник, Г. Д. Ільницька, Г. А. Петасюк,
О. М. Сизоненко, Г. А. Базалій, С. Д. Заболотний
ДОСЛІДЖЕННЯ ВПЛИВУ МЕТОДІВ ОТРИМАННЯ ПОРОШКУ АЛМАЗУ АБРАЗИВНОГО ПРИЗНАЧЕННЯ НА ПОКАЗНИКИ ЙОГО ФІЗИКО-МЕХАНІЧНИХ ХАРАКТЕРИСТИК 170

В.Г. Полторацький, О.О. Бочечка, В.І. Лавріненко, О.В. Лещенко, В.П. Білоченко, Я.Л. Сільченко, О.О. Пасічний, С.О. Лисовенко, С.П. Старик, В.В. Білорусець,
В.В. Скрябін, В.О. Скрябін, О.М. Кошкін
ФІЗИКО-ХІМІЧНЕ СКЛАДАННЯ КОМБІНОВАНИХ БАГАТОКОМПОНЕНТНИХ ТЕРМОСТІЙКИХ ЗНОСОСТІЙКИХ ПОКРИТТІВ НА ПОВЕРХНІ ЗЕРЕН ШЛІФПОРОШКІВ АБРАЗИВНОГО ПРИЗНАЧЕННЯ.....180

Г. Д. Ільницька, В. І. Лавріненко, О. Б. Логінова, В. В. Смоквина,
О. М. Соколов, С. П. Старик, І. М. Зайцева, А. П. Закора,
В. В. Тимошенко, Л. Й. Котинська, Т. О. Косенчук
ПІДВИЩЕННЯ ЕФЕКТИВНОСТІ РОЗДІЛЕННЯ ЗА ДЕФЕКТНІСТЮ ПОВЕРХНІ ШЛІФПОРОШКІВ АЛМАЗУ У ВОДНОМУ СЕРЕДОВИЩІ 195

В.Г. Полторацький, О.О. Бочечка, В.І. Лавріненко, Г.А. Петасюк,
О.О. Пасічний, В.П. Білоченко
ПОРОШКИ СИНТЕТИЧНОГО АЛМАЗУ З МОДИФІКОВАНОЮ ТЕРМОСТІЙКИМИ ОКСИДАМИ І ХЛОРИДАМИ ПОВЕРХНЕЮ ЗЕРЕН: ОТРИМАННЯ, ВЛАСТИВОСТІ, ЗАСТОСУВАННЯ.....204

P. Klimczyk, I. A. Petrusha, Yu. Yu. Rumiantseva, K. Momot,
B. S. Sadovyi, P. S. Sadovyi, S. Gierlotka
CONSECUTIVE SOLID-PHASE hBN(1)→cBN→hBN(2) TRANSFORMATIONS AT 7 GPa UNDER EXTREMELY HIGH TEMPERATURE GRADIENTS.....225

Я.М. Романенко, М.П. Беженар
РОЗРАХУНКИ ТЕМПЕРАТУРНИХ ПОЛІВ У ОСЕРЕДКУ РОБОЧОЇ КОМІРКИ АПАРАТІВ ВИСОКОГО ТИСКУ ТИПУ «ТОРОЇД» ТА «КЗ» ПРИ ОДЕРЖАННІ ОДНОШАРОВИХ НАДТВЕРДИХ КОМПОЗИТІВ СИСТЕМИ cBN–Al–TiC (TiN).....235

О.П. Людвіченко, О.О. Лєщук, С.О. Гордєєв, І. А. Петруша
ДОСЛІДЖЕННЯ ТЕПЛОВОГО СТАНУ КОМІРКИ АПАРАТА ВИСОКОГО ТИСКУ З ВИКОРИСТАННЯМ КОМБІНОВАНИХ НАГРІВАЧІВ ПРИ ВИРОЩУВАННІ КРИСТАЛІВ НІТРИДУ ҐАЛІЮ.....245

Розділ 3

РОЗРОБКА І ВПРОВАДЖЕННЯ ОБЛАДНАННЯ І ІНСТРУМЕНТУ, ОСНАЩЕНОГО ТВЕРДИМИ СПЛАВАМИ, В РІЗНИХ ГАЛУЗЯХ ПРОМИСЛОВОСТІ

І.О. Гнатенко, А.С. Бєляєв, І.В. Андреєв, О.С. Осіпов
ВИВЧЕННЯ ТЕПЛОПРОВІДНОСТІ WC-CO ТВЕРДИХ СПЛАВІВ, ОБРОБЛЕНИХ ТИСКОМ 8 ГПА ЗА ВИСОКОЇ ТЕМПЕРАТУРИ.....253

О. О. Матвійчук, М. О. Юрчук, Н. В. Литошенко
ОСОБЛИВОСТІ ФОРМУВАННЯ СТРУКТУРИ ТА ВЛАСТИВОСТЕЙ СЕРЕДНЬОЗЕРНИСТОГО ТВЕРДОГО СПЛАВУ ВН20 (80% WC + 20% Ni), СПЕЧЕНОГО У ВАКУУМІ ЗА ТЕМПЕРАТУРИ 1350 ОС ТА ПІД ДІЄЮ ЗОВНІШНЬОГО ОДНООСЬОВОГО СТИСНЕННЯ 260

Н. В. Литошенко
ОЦІНКА МІЦНОСТІ ТА ПЛАСТИЧНОСТІ ТВЕРДИХ СПЛАВІВ WC–CO, ВИГОТОВЛЕНИХ НА ОСНОВІ УЛЬТРАКРУПНО-ЗЕРНИСТОГО WC З КОБАЛЬТОВИМ ПОКРИТТЯМ 266

В.П. Ботвинко
ВПЛИВ ТЕХНОЛОГІЧНИХ ЧИННИКІВ НА СТРУКТУРУ ТА ВЛАСТИВОСТІ МІКРОГРАНУЛ З ТВЕРДИХ СПЛАВІВ ТИПУ ВК 273

В.Г. Полторацький, О.О. Бочечка, В.І. Лавріненко, О.В. Лещенко, В.П. Білоченко, Ю.В. Сирота
ТВЕРДІ ПАСТИ З МІКРОПОРОШКАМИ СИНТЕТИЧНОГО АЛМАЗУ З ТЕРМОСТІЙКИМ ПОКРИТТЯМ 283

В.И. Лавріненко, В.Ю. Солод, Є.В. Островерх, Л.А. Проц
ОЦІНКА ПИТОМОЇ ЕНЕРГОЄМНОСТІ ШЛІФУВАННЯ ІНСТРУМЕНТАЛЬНИХ СТАЛЕЙ ІЗ ВВЕДЕННЯМ ДОДАТКОВОЇ ЕНЕРГІЇ В ЗОНУ ОБРОБКИ 286

В. А. Дутка, А. Л. Майстренко, С. Д. Заболотний; А. М. Степанець
ПРОГНОЗУВАННЯ ТЕПЛОВОГО СТАНУ ІНСТРУМЕНТУ З НАДТВЕРДИХ МАТЕРІАЛІВ ПРИ ЗВАРЮВАННІ ТЕРТЯМ З ПЕРЕМІШУВАННЯМ ЖАРОСТІЙКИХ СПЛАВІВ 295

А.С. Манохін, Ю.О. Мельнійчук, С.А. Клименко, М.П. Семенько, Г.А. Петасюк, А.Г. Филипович, С.Ан. Клименко, Ю.Е Рижов
ІНСТРУМЕНТ, ВИГОТОВЛЕНИЙ ІЗ ПОРОШКІВ КУБІЧНОГО НІТРИДУ БОРУ З CVD ПОКРИТТЯМ 305

Л.М. Девін, С.В. Ричев, В.М. Нечипоренко, О. В. Грязев, А.А. Скрипник
ДОСЛІДЖЕННЯ ПРОЦЕСУ ФОРМУВАННЯ ОТВОРУ СВЕРДЛАМИ ФОРСТНЕРА 315

М.Ю. Єфіменко, М.О. Цисар, І.М. Клочков, С.І. Мотруніч, О.А. Каток
ЗАЛЕЖНІСТЬ ШОРСТКОСТІ ПОВЕРХНІ SLM 3D ДРУКОВАНИХ ІМПЛАНТАТІВ НА ОСНОВІ ПОРОШКУ Ti-6Al-4V ВІД ТИПУ ОБРОБКИ 321

М.О. Цисар, І.М. Клочков, С.І. Мотруніч, О.А. Каток, В.А. Матвійчук, А.М. Бабак
ЗАСАДИ АДИТИВНОЇ ЕЛЕКТРОННО-ПРОМЕНЕВОЇ ТЕХНОЛОГІЇ ДЛЯ ВИГОТОВЛЕННЯ ЗАПЧАСТИН З ПОРОШКІВ ТИТАНОВОГО СПЛАВУ ВТ20 331

А. В. Довгаль, Д. В. Часник; І. П. Фесенко, Ю. М. Туз, О. М. Кайдаш, В. Б. Свердун, Т. Б. Сербенюк, В. І. Часник
ОДЕРЖАННЯ ВІЛЬНИМ СПІКАННЯМ ВЕЛИКОГАБАРИТНИХ ДЕТАЛЕЙ З ФУНКЦІОНАЛЬНОГО КОМПОЗИТУ З КЕРАМІЧНОЮ МАТРИЦЕЮ НА ОСНОВІ НІТРИДУ АЛЮМІНІЮ ДЛЯ РОЗРОБКИ ШИРОКОСМУГОВОГО ВИСОКОВОЛЬТНОГО ПІДСИЛЮВАЧА 347

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 ПОЛІСТИРОЛУ 355

В.В. Івженко, Т.О. Косенчук, І.П. Фесенко
ВПЛИВ ДОМІШКИ НІТРИДУ БОРУ НА ФІЗИКО-МЕХАНІЧНІ ВЛАСТИВОСТІ ТА ЗНОСОСТІЙКІСТЬ СІАЛОНУ 362

С.В. Рябченко, Я.Б. Аргиров, Т.М. Мечкарова
ШЛІФУВАННЯ НАПЛАВЛЕНИХ МАТЕРІАЛІВ З СПЕЦІАЛЬНИХ СПЛАВІВ АЛМАЗНО-АБРАЗИВНИМИ ГОЛОВКАМИ 369

Є. О. Пащенко, Д. О. Савченко, С. А. Кухаренко, В. М. Бичихін, Р. М. Курганов
ВПЛИВ СКЛАДУ ЛУГОСТІЙКИХ НІТРИДНИХ СТЕКОЛ НА ЇХ СТРУКТУРУ ТА ВЛАСТИВОСТІ 375

О. П. Денисенко, В. І. Кисіль, В. В. Білорусець, Л. Г. Макаренко, О.М. Кошкін
МЕХАНІЗМ УТВОРЕННЯ МІКРОРЕЛЬЄФУ РОБОЧОЇ ПОВЕРХНІ ХОНІВ В ПРОЦЕСІ ХОНІНГУВАННЯ 381

CONTENTS

MEMORABLE DATES, HISTORY, INFORMATION

A. Vdovychenko, O. Sokolov
MANUFACTURER, MANAGER AND SCIENTIST OF THE GEOLOGICAL SECTOR (To the 80th anniversary of the birth and 65th anniversary of professional activity of Ivan Martynenko) 3

V. Kulakivskyy, O. Davydov, I. Skvortsov
ANALYSIS OF MODERN METHODS OF BUILDING INFORMATION PORTALS OF A SCIENTIFIC AND ACADEMIC INSTITUTION 13

V. Tsehelniuk, I. Skvortsov, V. Kulakivskyy
AUTOMATION OF PERSONNEL MANAGEMENT PROCESSES OF THE INSTITUTE FOR SUPERHARD MATERIALS (ISM) 19

Section 1

ROCK-DESTRUCTION TOOL MADE FROM SUPERHARD MATERIALS AND TECHNOLOGY OF ITS APPLICATION

D. Korostyshevskii, M. Bondarenko, V. Mechnik, I. Dzhanzakov, S. Buktybaeva
DEVELOPMENT AND IMPLEMENTATION OF SOLID MILLED PDC BITS 27

M. Chernova, Ja. Kuntsiak
DESIGN FEATURES OF THREADED CONNECTIONS OF CASING COLUMNS 33

A. Ihnatov
STUDY OF TECHNOLOGICAL FEATURES OF THE IMPLEMENTATION OF THE HYDROMECHANICAL DRILLING METHOD 39

A. Sudakov, H. Hapich, A. Shumov, L. Holub
OVERVIEW OF BINDING SUBSTANCES FOR MANUFACTURING BLOCK GRAVEL FILTERS OF HYDROGEOLOGICAL WELLS 49

Ye. Koroviaka, A. Ihnatov, O. Davydenko, M. Mekshun
ANALYSIS OF SOME PROPERTIES OF DRILLING MUD AND THEIR
INFLUENCE ON WELL DRILLING PROCESS INDICATORS 58

A.V. Pavlychenko, A.O. Ihnatov, Ye.A. Koroviaka, I.K. Askerov
BASIC TECHNICAL, TECHNOLOGICAL AND ECOLOGICAL ASPECTS
OF THE CONSTRUCTION PRODUCTION WELLS 68

A.V. Pavlychenko, A.O. Ihnatov, Ye.M. Stavychnyi
FEATURES OF TECHNICAL AND TECHNOLOGICAL SUPPORT
FOR WELL CASING AND CEMENTING OPERATIONS 80

Section 2

TOOL, STRUCTURAL AND FUNCTIONAL MATERIALS BASED ON DIAMOND AND CUBIC BORON NITRIDE

A. Burchenia, T. Kovalenko, O. Suprun, S. Gordeev,
V. Lysakovskyi, V. Klochok; A. Nikolenko, V. Strelchuk
HPHT-DIAMOND FLAT FACE FORM PERFECTION DEPENDING ON CARBON
SATURATION LEVEL IN GROWTH CELL 93

V. Lysakovskyi, S. Ivakhnenko, A. Burchenia, T. Kovalenko,
A.S. Nikolenko, V. Strelchuk, S. Ivanchenko, A. Marchenko
FORMATION OF DIAMOND SINGLE CRYSTALS WHEN
CHANGING THE CONFIGURATION OF THE RESISTIVE
HEATING SYSTEM IN HIGH-PRESSURE CUBIC-TYPE DEVICES 103

O. Suprun, T. Kovalenko, O. Zanevskyy, A. Burchenia, V. Klochok,
O. Timchenko, A. Marchenko
USE OF X-RAY TOPOGRAPHY FOR STUDYING THE REAL STRUCTURE
OF NRNT-MONOCRYSTALS OF DIAMOND TYPE IIa 111

V. Turkevych, O. Sokolov, M. Bezhenar, O. Lyeshchuk
CALIBRATION OF THE REACTION CELL OF THE HIGH-PRESSURE
APPARATUS BY TEMPERATURE AND PRESSURE 116

M. Bezhenar; A. Patsik; Ya. Romanenko; O. Sokolov; O. Lyeshchuk
CUBIC HIGH-PRESSURE APPARATUS AND ITS CAPABILITIES
FOR PRESSURE GENERATION 127

S. Polotnyak, O. Lyeshchuk, V. Lysakovskyi, S. Ivakhnenko
NUMERICAL STUDY OF THE INFLUENCE OF THE BEVEL SIZE
OF THE ANVIL OF A HIGH-PRESSURE CUBIC APPARATUS ON THE ANVIL
STRENGTH AND THE LEVEL OF PRESSURE GENERATED 132

O. Bochechka, O. Cherniyenko, T. Kyryliak, A. Fylypovych,
V. Venikov, A. Liamtseva
HIGH PRESSURE HIGH TEMPERATURE CONSOLIDATION
OF DIAMOND POWDER WITH TITANIUM COATING 140

O. Bochechka, H. Petasiuk, O. Cherniienko, V. Havrylova,
V. Venikov, A. Liamtseva, O. Kushch

APPLICATION OF MORPHOMETRIC CHARACTERISTICS FOR ASSESSING THE INFLUENCE OF HIGH PRESSURE ON DIAMOND POWDER OF DIFFERENT GRAIN COMPOSITION AT THE STAGE OF HPA LOADING AND DURING SINTERING 147

G. Petasyuk, H. Ilnytska, N. Oliinyk, O. Syzonenko, G. Bazalii, O. Petasyuk
COMPARATIVE STUDY OF THE TECHNOLOGICAL PROPERTIES AND UNIFORMITY OF DIAMOND POWDER OBTAINED BY FLOTATION SEPARATION OF THEIR INITIAL SAMPLE SEPARATION OF THEIR INITIAL SAMPLE 156

T.S. Panasiuk
CALCULATION OF THE HEATING CURRENT POWER OF A SIX-PUNCH HIGH-PRESSURE APPARATUS USING ANSYS APDL 166

N. Oliinyk, H. Ilnitska, G. Petasyuk, O. Sizonenko, G. Bazaliy, S. Zabolotnyi
RESEARCH ON THE INFLUENCE OF METHODS OF OBTAINING ABRASIVE DIAMOND POWDER ON ITS PHYSICAL AND MECHANICAL CHARACTERISTICS 170

V. Poltoratskiy, O. Bochechka, V. Lavrinenko, O. Leshchenko, V. Bilochenko, Ya. Silchenko, O. Pasichnyi, S. Lysovenko, S. Staryk, V. Bilorusets, V. Skriabin, V. Skriabin, O. Koshkin
PHYSICAL AND CHEMICAL ASSEMBLY OF COMBINED MULTI-COMPONENT HEAT-RESISTANT AND WEAR-RESISTANT COATINGS ON THE SURFACE OF ABRASIVE GRINDING POWDER 180

H. Ilnytska, V. Lavrinenko, O. Loginova, V. Smokvyna, O. Sokolov, S. Staryk, I. Zaitseva, A. Zakora, V. Tymoshenko, L. Kotynska, T. Kosenchuk
INCREASING THE EFFICIENCY OF SEPARATION ACCORDING TO THE DEFECTIVENESS OF THE SURFACE OF DIAMOND GRINDING POWDERS IN AN AQUEOUS MEDIUM 195

V. Poltoratskiy, O. Bochechka, V. Lavrinenko, G. Petasyuk, O. Pasichnyi, V. Bilochenko
SYNTHETIC DIAMOND POWDERS WITH GRAIN SURFACE MODIFIED BY HEAT-RESISTANT OXIDES AND CHLORIDES: PRODUCTION, PROPERTIES, APPLICATION 204

P. Klimczyk, I. A. Petrusha, Yu. Yu. Rumiantseva, K. Momot, B. S. Sadovyi, P. S. Sadovyi, S. Gierlotka
CONSECUTIVE SOLID-PHASE hBN(1)→cBN→hBN(2) TRANSFORMATIONS AT 7 GPa UNDER EXTREMELY HIGH TEMPERATURE GRADIENTS 225

Ya. Romanenko, M. Bezhenar
CALCULATIONS OF THE TEMPERATURE FIELDS IN THE CELL OF THE WORKING CELL OF THE HIGH PRESSURE APPARATUS OF THE "THOROID" AND "AR" TYPES IN THE PREPARATION OF SINGLE-LAYER SUPERHARD COMPOSITES OF THE cBN-Al-TiC (TiN) SYSTEM 235

O. Liudvichenko, O. Lyeshchuk, S. Hordieiev, I. Petrusha
RESEARCH OF THE THERMAL STATE OF THE HIGH-PRESSURE APPARATUS CELL WITH COMBINED HEATERS WHEN GROWING THE GALLIUM NITRIDE CRYSTALS 245

Section 3

DEVELOPMENT AND APPLICATION IN DIFFERENT INDUSTRIAL BRANCHES OF MACHINERY AND TOOLS EQUIPPED WITH HARD ALLOYS

I. Hnatenko, A. Bieliaiev, I. Andreiev, O. Osipov
STUDY OF THERMAL CONDUCTIVITY OF WC-CO SOLID ALLOYS TREATED WITH 8 GPA PRESSURE AT HIGH TEMPERATURE..... 253

O. Matviychuk, M. Yurchuk, N. Lytochenko
THE SPECIFICS OF THE FORMATION OF THE STRUCTURE AND PROPERTIES OF THE MEDIUM-GRAIN HARD ALLOY BH20 (80% WC + 20% Ni) SINTERED IN VACUUM AT A TEMPERATURE OF 1350 1350°C AND UNDER THE EFFECT OF EXTERNAL UNIAXIAL COMPRESSION..... 260

N. Lytoshenko
ESTIMATION OF STRENGTH AND PLASTICITY OF WC–CO HARD METALS MADE ON THE BASE OF ULTRA-COARSE-GRAINED WC WITH A COBALT COATING 266

V. Botvinko
INFLUENCE OF TECHNOLOGICAL FACTORS ON THE STRUCTURE AND PROPERTIES OF MICROGRANULES FROM HARD ALLOYS OF VK TYPE..... 273

V. Poltoratskiy, O. Bochechka, V. Lavrinenko, O. Leshchenko, V. Bilochenko, Yu. Syrota
SOLID PASTES MADE OF SYNTHETIC DIAMOND MICROPOWDERS WITH HEAT-RESISTANT COATING..... 283

V. Lavrinenko, V. Solod, Ye. Ostroverkh; L. Prots
ESTIMATION OF THE SPECIFIC ENERGY INTENSITY OF GRINDING OF TOOL STEEL WITH THE INPUT OF ADDITIONAL ENERGY INTO THE PROCESSING ZONE 286

V. Dutka, A. Maystrenko, S. Zabolotnyi, A. Stepanets
PROGNOSTICATION OF THE THERMAL STATE OF THE SUPERHARD MATERIALS TOOL DURING FRICTION STIR WELDING OF HEAT-RESISTANT ALLOYS..... 295

A. Manohin, Yu. Melniichuk, S.A. Klymenko, M. Semenko, G. Petasyuk, A. Fylypovych, S. Klymenko, Yu. Ryzhov
TOOL MADE OF CUBIC BORON NITRIDE POWDER WITH CVD COATING 305

L. Devin, S. Rychev, V. Nechyporenko, O. Hriazev, A. Skrypnyk
RESEARCH OF THE PROCESS OF HOLE FORMATION WITH FORSTNER DRILLS..... 315

M. Efimenko, M. Tsysar, I. Klochkov, S. Motrunich, O. Katok, A. Babak, Y. Golovenko
EFFECT OF THE PROCESSING TYPE ON SURFACE ROUGHNESS OF SLM 3D PRINTED IMPLANTS BASED ON TI-6AL-4V POWDER..... 321

M. Tsysar, I. Klochkov, S. Motrunich, O. Katok, V. Matviichuk, A. Babak
PRINCIPLES OF ADDITIVE ELECTRON BEAM TECHNOLOGY FOR MANUFACTURING SPARE PARTS FROM VT20 TITANIUM ALLOY POWDER..... 331

A. Dovhal, D. Chasnyk, I. Fesenko, Yu. Tuz, O. Kaidash, T. Serbeniuk, V. Chasnyk, V. Sverdun
PREPARING BY PRESSURELESS SINTERING OF LARGE-SIZE PARTS FROM FUNCTIONAL ALN CERAMIC MATRIX COMPOSITE FOR DESIGN OF WIDE-RANGE HIGH-VOLTAGE AMPLIFIER..... 347

Y. Filatov, V. Sidorko, A. Boyarintsev, S. Kovalev, V. Kulich, V. Kovalev, O. Yurchyshyn
POLISHING OF OPTICAL SURFACES OF DETAILS MADE OF POLYSTYRENE 355

V. Ivzhenko, T. Kosenchuk, I. Fesenko
INFLUENCE OF BORON NITRIDE IMPURITY ON PHYSICAL
AND MECHANICAL PROPERTIES AND WEAR RESISTANCE OF SIALON 362

S. Riabchenko, Y. Argirov, T. Mechkarova
GRINDING OF WELDED MATERIALS MADE FROM SPECIAL
ALLOYS WITH DIAMOND ABRASIVE HEADS..... 369

E. Pashchenko, D. Savchenko, C. Kukharenko, V. Bychykhin, R. Kurganov
THE INFLUENCE OF THE ALKALI-RESISTANT NITRIDE GLASSES
COMPOSITION ON THEIR STRUCTURE AND PROPERTIES..... 375

O. Denisenko, V. Kisel, V. Belorusets, L. Makarenko, O. Koshkin
MECHANISM OF FORMATION OF THE MICRORELIEF OF HONES
WORKING SURFACE IN THE PROCESS OF HONING 381

Наукове видання

ІНСТРУМЕНТАЛЬНЕ МАТЕРІАЛОЗНАВСТВО
TOOLING MATERIALS SCIENCE

Збірник наукових праць

(укр., англ. мовами)

XXVI випуск

Наукові редактори	к.т.н. О. М. Соколов
	к.т.н. Т. І. Смірнова
Комп'ютерна верстка	к.т.н. О. М. Соколов

Віддруковано згідно з наданим оригінал-макетом
ТОВ «Про формат».
Україна, 04080, м. Київ, вул. Кирилівська, 86.
Реєстраційне свідоцтво ДК № 5942 від 11 січня 2018
Підписано до друку 21.11.2023 р.
Формат 60×84/8.
Тир. 150