Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля
Национальной академии наук Украины

ПОРОДОРАЗРУШАЮЩИЙ И МЕТАЛООБРАБАТЫВАЮЩИЙ ИНСТРУМЕНТ – ТЕХНИКА И ТЕХНОЛОГИЯ ЕГО ИЗГОТОВЛЕНИЯ И ПРИМЕНЕНИЯ

Сборник научных трудов

Выпуск 10

Киев 2007

УДК 622.243.051.64
ББК 34.7 я43
П59

Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент — техника и технология его изготовления и применения: Сборник научных трудов. – Вып. 10 – Киев: ИСМ им. В.Н. Бакуля, НАН Украины, 2007. – 506 с.
ISBN 966-96209-4-5

В сборнике рассмотрены актуальные вопросы теории и практики получения монокристаллических, дисперсных, керамических и композиционных сверхтвердых материалов (СТМ) в широком диапазоне температур и давлений; показаны достижения и пути развития научных основ создания новейших технологий обработки металлов и неметаллов инструментом из СТМ, включая породоразрушающий инструмент, методов и технологий применения СТМ в базовых отраслях промышленности.

Приведены результаты практического применения и перспективы развития работ в области создания эффективных твердых сплавов, буровых, камнеобрабатывающих и металлообрабатывающих инструментов, оптимизации условий их применения, а также рассмотрены проблемные вопросы, возникшие в современной практике бурения, камне- и металлообработки.

Сборник предназначен для специалистов, работающих в области создания, производства и применения СТМ и твердых сплавов, а также преподавателей, аспирантов и студентов вузов.

УДК 622.243.051.64
ББК 34.7 я43

Свидетельство о регистрации КВ № 8939 от 06.07.2004 г.

Рекомендовано к печати Ученым советом ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины

Ответственный редактор: академик НАН Украины Н. В. Новиков

Редакционная коллегия:

Бондаренко В. П., чл.–корр. — Бугаков В. И., д.т.н.
Шульженко А. А., чл.–корр. — Бондаренко Н. А., д.т.н.
Майстренко А. Л., чл.–корр. — Панов В. С., д.т.н.
Ножкина А. В., д.т.н. — Калиниченко О. И., д.т.н.

© Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2007

Раздел 1

ПОРОДОРАЗРУШАЮЩИЙ ИНСТРУМЕНТ ИЗ СВЕРХТВЕРДЫХ МАТЕРИАЛОВ И ТЕХНОЛОГИЯ ЕГО ПРИМЕНЕНИЯ

УДК 621.91.02:621

Н. А. Бондаренко, докт. техн. наук[1]; **А. Н. Жуковский**, канд. физ.-мат. наук[2];
В. А. Мечник, канд. техн. наук[1]; **М. В. Супрун**,
Д. Л. Коростышевский, инженеры[1]

[1]*Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев, Украина,*
[2]*Институт математики НАН Украины, г. Киев, Украина*

МОДЕЛИРОВАНИЕ ИЗНОСА АЛМАЗНОГО БУРОВОГО ДОЛОТА

The approach for studying the kinetics of diamond drill bit wear in hole drilling conditions is developed. The model takes account of the differential equation for abrasive wear, the coefficient dependence upon temperature, radial and tangential thermoelastic stresses and sliding velocity. The final expressions are obtained in an explicit form, they enable to define the components of quasi-static thermoelastic stresses at a random point of time and to analyze the main factors influencing on kinetics of the given process.

Актуальность

Перспектива создания буровых долот из сверхтвердых композиционных алмазосодержащих материалов (СКАМ), расширения областей их использования требует глубокого исследования процессов, происходящих при изнашивании и определения превалирующих факторов, влияющих на их протекание. В связи с актуальностью данной проблемы начали проводиться систематические исследования изнашивания СКАМ и инструментов на их основе с целью установления фундаментальных закономерностей данного процесса [1, 2]. Однако полученная в них информация об износе и свойствах СКАМ даже для одинакового химического состава крайне противоречива, приводится без учета влияния физико-химических процессов, не учитывает зависимости полученных данных от способа и p – T – t условий спекания. Несмотря на имеющиеся монографии [3 – 8], посвященные данному научному направлению, они в большей части носят описательный характер и имеют чисто утилитарные цели – ознакомить со свойствами СКАМ, их технологией и показать примеры успешного использования в промышленности. Сведения информации в справочники приводят часто по принципу статистического отбора, который является не лучшим, так как не раскрывает природу происходящих процессов и не позволяет полностью объяснить причины изменения износа инструментов из сверхтвердых материалов. Поэтому необходимо разрабатывать новые подходы на основании аналитических методов, позволяющих детально исследовать кинетику изнашивания алмазных буровых инструментов и эффективность бурения. Они требуют привлечения математических моделей механики сплошных сред: теплопроводности, термоупругости и изнашивания. К особенностям такого моделирования следует отнести еще такие факторы:

1. Сложная геометрическая форма долота и условия его контакта с породой, а также то, что интенсивное тепловыделение за счет трения требует построения специальных граничных условий для взаимосвязанной задачи термоупругости при наличии износа контактирующих тел.

2. Задачу теплопроводности нельзя рассматривать изолированно от забоя, потому что тепловой поток распределяется как в породу, так и в долото.

3. Буровое долото имеет неоднородную структуру: физико-механические свойства алмазосодержащего слоя существенно отличаются от аналогичных свойств твердосплавной матрицы.

4. Буровое долото в процессе работы сильно нагревается за счет тепловыделения в зоне контакта и охлаждается мощным потоком бурового раствора.

5. Износ долота еще зависит от формы и геометрии профиля, степени оснащенности рабочей поверхности СКАМ и технологических режимов бурения.

На современном этапе конструирования буровых инструментов еще не существует решения задачи износа с полным отражением перечисленных выше особенностей. Для получения аналитического решения такой задачи следует приблизить форму долота к классическому и сделать ряд разумных упрощений.

Цель работы – решение задачи изнашивания для полусферического тела с покрытием с учетом тепловыделения от трения, которое приближенно моделирует работу алмазного долота. Здесь используется выражение для определения температурных полей и контактных напряжений в алмазном долоте, которые получены нами в работах [9, 10].

Формулировка проблемы

Для многих видов изнашивания уравнение скорости износа от давления и скорости относительного скольжения имеет вид [11, 12]:

$$\frac{dW_i}{dt} = K_i p^{m_i}(x, y, t) v^{n_i}(x, y, t) \qquad (1)$$

или

$$W_i(x, y, t) = \int_0^t K_i p^{m_i}(x, y, t) v^{n_i}(x, y, t) dt, \qquad (2)$$

где dW_i/dt – скорость изнашивания в произвольный момент времени t;

x и y – координаты точек поверхности;

K_i – коэффициент износа, характеризующий материал контактирующей пары;

m_i и n_i – параметры закона изнашивания;

$p(x, y, t)$ и $v(x, y, t)$ – контактное давление и скорость относительного скольжения в данной точке (x, y).

Вышеуказанные уравнения (1) и (2) вместе с начальными и граничными условиями, а также условиями сопряжения на границе раздела сред являются основными при решении задач изнашивания конкретной пары. Рассмотрим детально уравнения, решения которых может привести к достижению поставленной цели.

Предположим, что в упругое полупространство вдавливается с силой P долото в виде половины шара по оси симметрии, а на полусферическую поверхность долота, как и в работе [9], нанесено алмазосодержащее покрытие начальной толщины $h_a = r_2 - r_1$, которое жестко соединено с телом долота, механические и теплофизические свойства покрытия существенным образом отличаются от аналогичных свойств тела долота (стали). Долото вращается вокруг оси Oz с постоянной угловой скоростью ω, а область контакта с полупространством (горная порода) определим поверхностью (рис. 1)

$$\Omega = \left\{ (r, q, j) \middle| r \in [0; r_2]; \quad q \in \left[0; \frac{p}{2}\right]; \quad j \in [0; 2p] \right\}.$$

Условия рассматриваются симметричными относительно оси Oz, не зависящими от угла φ. В области контакта $\Gamma = \left\{ (r, j) \middle| r = r_2; q \in \left[0; \frac{p}{2}\right] \right\}$ приложены нормальные $\sigma_{rr}(r_2, \theta, t)$ и касательные $\sigma_{\varphi\varphi}(r_2, \theta, t)$ контактные напряжения, которые связаны между собой законом Кулона:

$$s_{jj}(r, q, t) = k s_{rr}(r_2, q, t), \qquad (3)$$

где k – коэффициент трения (скольжения).

Напряжениями $\sigma_{r\theta}(r_2, \theta, t)$ в области контакта пренебрегаем.

Контактное давление $\sigma_{\varphi\varphi}(r_2, \theta, t)$ совершают в еденицу времени работу

$$A = w r_2 \sin q s_{jj}(r_2, q, t) = w r_2 \sqrt{1 - m^2} s_{jj} \times (r_2, m, t) = w r_2 \sqrt{1 - m^2} k s_{rr}(r_2, m), \qquad (4)$$

подавляющая часть которой идет на теплообразование.

В результате взаимодействия рабочей поверхности алмазного долота с породой и интенсивного тепловыделения происходит ее изнашивание. Перед тем как приступить к реше-

нию задачи изнашивания алмазного бурового долота отметим некоторые существенные, по нашему мнению, аспекты.

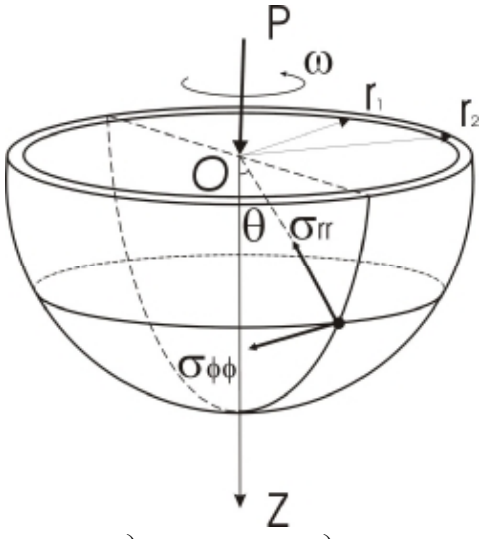


Рис. 1. Схема контакта алмазное долото – порода в процессе бурения скважины.

Известно, что ресурс работы алмазного бурового долота находится в пределах 200 – 400 час и зависит, прежде всего, от физико-механичесих свойств сверхтвердого композита, абразивных свойств горной породы, технологических режимов бурения и условий охлаждения. Поскольку контактные температуры и напряжения при бурении прочных и абразивных горных пород, как уже было нами показано в работах [9, 10], быстро выходят на квазиустановившийся режим, то это позволяет считать, что основным видом изнашивания алмазного долота является абразивный. В этом случае коэффициент износа зависит от температуры, контактные давления представляются как радиальные напряжения $\sigma_{rr}(r_2, \mu)$, а скорость скольжения зависит от угловой координаты θ.

На основании сказанного выше обобщенное дифференциальное уравнение скорости изнашивания для алмазного долота (1) в процессе бурения скважины принимает вид:

$$\frac{dW_*}{dt} = K_i s_{rr}(r_2, m) w r_2 \sqrt{1-m^2}, \tag{5}$$

где K_i – коэффициент износа рабочей поверхности алмазного бурового долота, зависящий от контактной температуры;

ω – угловая скорость вращения.

Контактные напряжения $\sigma_{rr}(r_2, \mu)$ определяются по зависимости, установленной нами в работе [10]:

$$s_{rr}(r_2, m) = \frac{6 k_1 P V_p}{100 p d^2 N}, \tag{6}$$

где P – вертикальная нагрузка на долото;

V_p – объемная доля алмазов (в %) при относительной концентрации К = 100;

$k_1 \approx 0{,}78$ – коэффициент, учитывающий долю тепла, поступающего в долото [2];

d – средний диаметр алмазного зерна;

N – количество режущих алмазов на рабочей поверхности долота.

Коэффициент износа K_i определяется в зависимости от контактной температуры соотношением:

$$K_i = K_1 + K_2 T(r_2, m, t), \tag{7}$$

где K_1 и K_2 – составляющие линейной зависимости коэффициента износа от температуры;

r_2 – внешний радиус сферического долота (с учетом толщины алмазосодержащего слоя $h_a = r_2 - r_1$);

$T(r_2, \mu, t)$ – температура на рабочей поверхности долота.

Для общего случая дифференциальное уравнение скорости износа алмазного бурового долота (5) можно проинтегрировать только численными методами потому, что имеем сложные зависимости температуры от времени в переходных условиях. Это важно для исследования работы инструмента на стадии приработки, где происходят нелинейные процессы. Ввиду того, что основной ресурс работы алмазного долота происходит на стационарном режиме, это дает возможность проинтегрировать уравнение (5).

Решение задачи

Интегрируя дифференциальное уравнение (5) с использованием линейной зависимости коэффициента износа от температуры (7), получаем следующее выражение для определения износа долота от времени бурения:

$$W_* = (K_1 + K_2 T(r_2, \mu, t))\sigma_{rr}(r_2, \mu) \times \omega r_2 \sqrt{1-\mu^2}\, t, \tag{8}$$

где $T(r_2, \mu, t)$ – температура на рабочей поверхности долота, определяемая по решению, полученному нами в работе [9].

Полученное уравнение (8) показывает, что стойкость алмазного бурового долота существенно зависит от угловой координаты θ, при этом ее влияние зависит непосредственно как от контактной температуры $T(r_2, \mu, t)$, так и от контактных напряжений $\sigma_{rr}(r_2, \mu)$, а также линейной скорости скольжения $v = wr_2\sqrt{1-m^2}$ рабочей поверхности инструмента. Уравнение (8) имеет принципиальное значение для анализа изнашивания и технологии изготовления буровых долот из СКАМ.

Для детального анализа изнашивания алмазных буровых долот мы провели исследования зависимости коэффициента износа породоразрушающих вставок алмаз – твердый сплав ВК6 от контактной температуры $T(r_2, \mu, t)$. На основании статистического анализа экспериментальных данных получена следующая зависимость коэффициента износа алмазного долота от контактной температуры:

$$K_i(T) = \begin{cases} K_0, & 0 \le T \le 350^{\circ}C; \\ K_1 + K_2 T(r_2, m, t), & T > 350^{\circ}C. \end{cases} \tag{9}$$

Коэффициенты K_0, K_1 и K_2 находим методом наименьших квадратов с условия минимума функционала:

$$J(K_1, K_2) = \sum_{i=1}^{N} (K_1 + K_2 T_i - K_i)^2, \tag{10}$$

где K_i, – $i = \overline{1, N}$ – экспериментально рассчитанные значения коэффициентов износа при температурах T_i.

Из условий

$$\frac{\partial J}{\partial K_1} = 0, \quad \frac{\partial J}{\partial K_2} = 0 \tag{11}$$

получаем следующую систему уравнений для вычисления коэффициентов K_1 и K_2:

$$\begin{cases} K_i \dfrac{(N+1)}{2} N + K_2 \sum\limits_{i=1}^{N} T_i = \sum\limits_{i=1}^{N} K_i \\ K_i \sum\limits_{i=1}^{N} T_i + K_2 \sum\limits_{i=1}^{N} T_i^2 = \sum\limits_{i=1}^{N} K_i T_i. \end{cases} \tag{12}$$

Решение системы (12) выглядит следующим образом:

$$K_1 = \frac{K_0 M_2 - K_1 M_1}{M_0 M_1 - M_1^2};$$
$$K_2 = \frac{M_0 K_1 - M_1 K_0}{M_0 M_2 - M_1^2}, \quad (13)$$

где

$$M_0 = \frac{N+1}{2} N; \quad M_1 = \sum_{i=1}^{N} T_i;$$
$$M_2 = \sum_{i=1}^{N} T_i^2; K_0 = \sum_{i=1}^{N} K_i; K_1 = \sum_{i=1}^{N} K_i T_i. \quad (14)$$

Таким образом, коэффициенты K_0, K_1 и K_2 имеют значения K_0 = 3,64741·10^{-21}м^2/Н; K_1 = 5,49318·10^{-21}м^2/Н; K_2 = 3,64847·10^{-23} м^2/(Н·градус), при этом относительная погрешность такого представления не превышает 5 %.

Связь между линейным и объемным коэффициентами износа имеет вид:

$$K_{i,лин} \approx \frac{K_{i,об}}{2pr_2 h_a}. \quad (15)$$

Окончательное уравнение изнашивания алмазного долота в процуессе бурения нефтяных или газовых скважин имеет вид:

$$W_* = \int_0^t K_1 + K_2 T(r_2, \mu, t)\sigma_{rr}(r_2, \mu)\omega r_2 \times \sqrt{1-\mu^2}\, dt =$$
$$= \sigma_{rr}(r_2, \mu)\omega r_2 \sqrt{1-\mu^2} \times \left(K_1 t + K_2 \int_0^t T(r_2, \mu, t) dt \right) \quad (16)$$

Таким образом W$_*$ меняется в зависимости от времени, нагрузки, объемной доли алмазов в композиционном материале, количества режущих алмазов на рабочей поверхности инструмента и их среднего диаметра (зернистости), контактной температуры, теплофизических характеристик композитов и долота, угловой скорости вращения, радиальной и угловой координат профиля, относительного значения коэффициента теплообмена.

Анализ результатов

Контрольные расчеты проведены при бурении песчаника алмазными долотами ИСМ-214,3 Т, оснащенными буровыми вставками одинаковых размеров (диаметром 10 мм, высотой 10 мм и начальной толщиной алмазосодержащего слоя h_a = 3 мм), двух различных составов. Буровые вставки первого типа получены на основе шихты алмаз – твердый сплав ВК6 – долото 1, второго алмаз – твердый сплав ВК6 с добавками порошков диборида хрома CrB_2 – долото 2. В обоих случаях использовались природные алмазы при следующем варьировании исходных данных: коэффициент теплопроводности материала композита λ_2 и твердого сплава λ_1 (Вт/(м·К)) 100 – 200 и 20 – 80; относительная концентрация алмазов К = 75 – 125 (что соответствует 3,3 – 5,5 карат алмазов на 1 см^3 шихты); зернистость алмаза З = 500/400 – 1250/1000; относительное значение коэффициента теплообмена α (кВт/(м^2·К)) 0,5 – 3,5; угловая координата θ (градус) 10 – 80; контактное давление p (МПа) 1,0 – 3,5; линейная скорость вращения v (м/с) 2,5 – 5,0.

На рис. 2 приведены графические зависимости износа исследуемых долот при бурении песчаника. Их анализ показывает, что износ долот *1* и *2* довольно быстро выходит на квазистационарный режим и существенным образом зависит от материала композита. Так, при одинаковых значениях концентрации и зернистости алмазов и условий бурения, скорость износа долота *2* в два раза меньше аналогичного параметра долота *1*. Из анализа полученных результатов вытекает, что введение CrB_2 в состав исходных веществ способствует повышению механических свойств СКАМ и тем самым обеспечивает существенное повышение износостойкости долота.

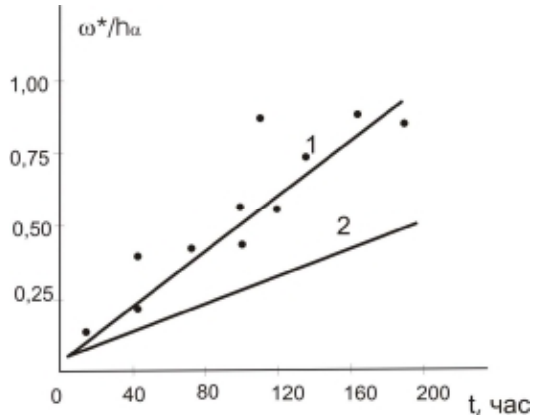
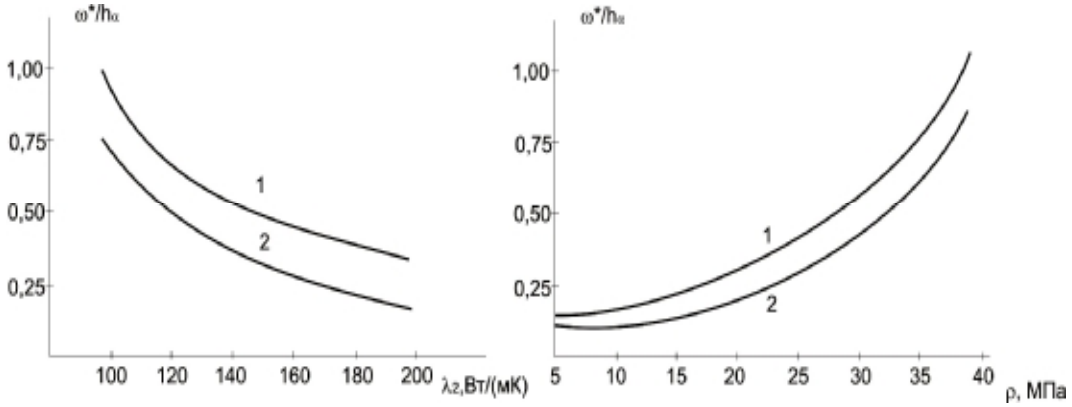


Рис. 2. Зависимости износа долот 1 и 2 от времени бурения при следующих условиях: λ_2 *= 120 Вт/(м·К);* λ_1 *= 40 Вт/(м·К); p = 30 МПа; v= 4 м/с;* θ *= 80°;* α *= 1,5 кВт/(м²·К); K = 100 и З= 800/63; ——, • расчетные и экспериментальные данные.*

Конечно же, процессы, способствующие улучшению структуры композита с одновременным повышением прочностных свойств, имеют совсем иную природу, носят более универсальный характер, не зависящий от конкретных условий, не учитываются в данной модели. Важно здесь то, что такой подход позволяет дать количественную и качественную оценку износа инструмента при бурении скважин. Высокая сходимость расчетных значений с экспериментальными данными свидетельствует о точности и адекватности предложенной модели.



а *б*

Рис. 3. Зависимости износа алмазного долота от коэффициента теплопроводности материала композита (а) θ *= 70 (1) и 50 (2) градус, и контактного давления (б)* λ_2 *= 120 Вт/(м·К),* θ *= 66° (1) и 50° (2) в процессе бурения песчаника при: p = 30 МПа,* α *= 1,5 кВт/(м²·К), K = 100, З = 800/630; t = 200 час, v = 4 м/с,* λ_1 *= 40 Вт/(м·К).*

Износ алмазного долота существенно зависит от теплопроводности материала композита (рис. 3, *а*). Так, при увеличении коэффициента теплопроводности композита λ_2 от 100 до 200 (Вт/(м·К)) наблюдается значительное уменьшение износа инструмента. Дальнейшее его увеличение уже не оказывает такого сильного воздействия, хотя и приводит к уменьшению износа. Полученная информация свидетельствует о том, что для повышения износостойкости буровых долот следует повышать теплофизические характеристики СКАМ, которые можно достичь путем использования овализованных алмазов, исключающих в них микротрещины, и *p – T –* t условий спекания, обеспечивающих уплотнение исходных веществ в композите. Вполне закономерно и адекватно реальным процессам выглядят зависимости износа алмазных долот от контактного давления *p* (рис. 3, *б*). Анализ этого рисунка показыва-

ет, что увеличение p приводит к стремительному увеличению износа инструмента. Это обстоятельство указывает на необходимость оптимизации технологических режимов бурения.

Продолжая обсуждать причины изменения износа алмазного бурового долота, следует отметить, что износ существенно зависит от угловой координаты θ (рис. 4, *а*). Это связано, в первую очередь, с различными скоростями скольжения режущих элементов на поверхности долота, что и приводит к неравномерному изнашиванию. Для обеспечения равномерного износа инструмента требуется его периферийную рабочую поверхность (по ходу увеличения угловой координаты) оснащать большим количеством буровых вставок. На кинетику износа существенное влияние оказывает относительное значение коэффициента теплообмена α (рис. 4, *б*) и скорость вращения v (рис. 4, *в*). Увеличение коэффициента теплообмена α способствует уменьшению износа долота за счет снижения термических воздействий и обеспечения благоприятных условий для выноса разрушенной горной породы из забоя скважины. Увеличение же скорости вращения v долота приводит, наоборот, к повышению температуры на рабочей поверхности и, как следствие для данной конструкции инструмента, к увеличению износа (рис. 4, *в*).

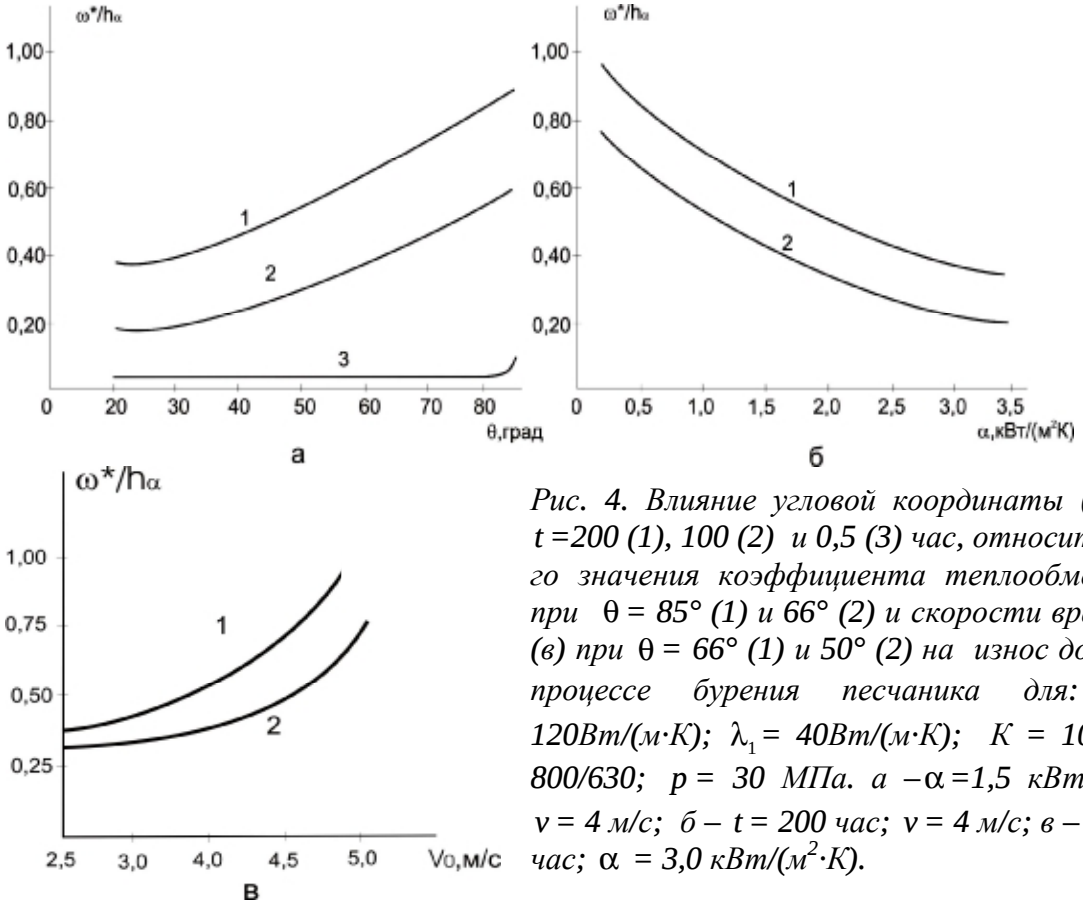


Рис. 4. Влияние угловой координаты (а) при t =200 (1), 100 (2) и 0,5 (3) час, относительного значения коэффициента теплообмена (б) при θ = 85° (1) и 66° (2) и скорости вращения (в) при θ = 66° (1) и 50° (2) на износ долота в процессе бурения песчаника для: λ_2 = 120Вт/(м·К); λ_1 = 40Вт/(м·К); К = 100; З = 800/630; р = 30 МПа. а – α =1,5 кВт/(м²·К), v = 4 м/с; б – t = 200 час; v = 4 м/с; в – t = 200 час; α = 3,0 кВт/(м²·К).

На основании проведенных исследований можно заключить, что предложенный подход и уравнения, полученные на его основе, позволяют исследовать кинетику износа алмазных долот в процессе бурения, и могут быть использованы для технологии изготовления СКАМ при определении их физико-механических свойств.

Выводы

1. Установлено, что износ алмазных буровых долот является следствием процессов, происходящих как на контакте рабочая поверхность – горная порода, так и при спекании СКАМ.

2. Выявлено, что износ алмазного долота существенно зависит от теплопроводности материалов композита, концентрации и зернистости алмазов, угловой и радиальной коорди-

нат профиля, относительного значения коэффициента теплообмена и технологических режимов бурения.

3. Причинами неравномерного износа долота является наличие различных скоростей, контактных температур и напряжений на рабочей поверхности инструмента.

4. Показано, что введение порошков CrB_2 в состав исходных веществ композита существенно уменьшает износ инструмента для всех исследуемых параметров.

5. Предложенный подход можно рассматривать как перспективную модель для исследования кинетики изнашивания алмазных буровых инструментов и технологии изготовления СКАМ с требуемыми свойствами.

Литература

1. Александров В. А., Жуковский А. Н., Мечник В. А. Температурное поле и износ неоднородного алмазного круга при конвективном теплообмене. – Ч. 1. // Трение и износ. – 1994. – Т. 15, № 1. – С. 27 – 35.
2. Александров В. А., Жуковский А. Н., Мечник В. А. Температурное поле и износ неоднородного алмазного круга при конвективном теплообмене. – Ч. 2. // Трение и износ. – 1994. – Т. 15, № 2. – С. 196 – 201.
3. Вовчановский И. Ф. Породоразрушающий инструмент на основе славутича для бурения глубоких скважин. – К.: Наук. думка. – 1979. – 210 с.
4. Цыпин Н. В. Износостойкость композиционных алмазосодержащих материалов для бурового инструмента. – К.: Наук. думка. – 1983. – 260 с.
5. Инструменты из сверхтвердых материалов / Под ред. Н. В. Новикова. – К.: ИСМ НАНУ, 2001. – 528 с.
6. Арцимович Г. В. Механические основы создания породоразрушающего бурового инструмента. – Новосибирск: Наука. – 1985. – 320 с.
7. Поверхностные свойства расплавов и твердых тел и их использование в материаловедении / Под ред. Ю. В. Найдича. – К.: Наук. думка, 1991. – 280 с.
8. Порошковая металлургия. Спеченные и композиционные материалы / Под ред. В. Шатта. – М.: Металлургия, 1983. – 520 с.
9. Бондаренко Н.А., Жуковский А.Н., Мечник В.А. Температурное состояние алмазных буровых долот // Доповіді НАН України. – 2006. – № 10. – С. 95 – 102.
10. Бондаренко М. О., Мечник В. А. Визначення теплових потоків при руйнуванні породи алмазними буровими вставками // Науковий вісник Івано-Франківського національного технічного університету нафти і газу. – 2006. – № 1. – С. 47 – 49.
11. Хрущев М. М., Бабичев М. А. Абразивное изнашивание. – М.: Наука, 1970. – 252 с.
12. Галин Л. А. Контактные задачи теории упругости и вязкоупругости. – М.: Наука, 1980. – 304 с.

Поступила 04.06.07.

УДК 621.91.02:621

Н. А. Бондаренко, докт. техн. наук[1]; **А. Н. Жуковский**, канд. физ.-мат. наук[2];
В. А. Мечник, канд. техн. наук[1]; **А. В. Панов**, **А. О. Казьмин**, инженеры[1].

[1]*Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев, Украина*
[2]*Институт математики НАН Украины, г. Киев, Украина*

ЗАДАЧА ТЕРМОУПРУГОСТИ ДЛЯ ПОЛУСФЕРИЧЕСКОГО ТЕЛА С ПОКРЫТИЕМ

The axisymmetric problem of thermoelasticity for spherical diamond bit in hole drilling conditions is solved. The peculiarity of the problem is in that stresses themselves depend on temperature nonlinearily but the equilibrium conditions include the components of volume force vector. The problem solution is represented in terms of Legendre polinomials and spherical functions which enable to define the components of quasi-static thermoelastic stresses at a random point of time and to analyze the main factors influencing on kinetics of the given process.

Актуальность

В работе [1] методами конечных интегральных преобразований, разложения по собственным функциям спектральных задач с параметром в уравнении и граничном условии решена нестационарная задача теплопроводности для полусферического тела с покрытием, из которого удален сферический сектор с центром в начале координат. При этом теплофизические свойства покрытия существенно отмечаются от аналогичных свойств тела основания. Модель учитывает интенсивное выделение тепла вследствие взаимодействия покрытия с упругим полупространством (горная порода) и охлаждение его жидкостью за счет вынужденной и естественной конвекции. Полученное решение позволяет определить температурное распределение в долоте из сверхтвердых композиционных алмазосодержащих материалов (СКАМ) в произвольный момент времени и выявить основные факторы, влияющие на кинетику данного процесса.

Не останавливаясь на роли и важности результатов работы [1], отметим, что для анализа прочности, термостойкости и правильной эксплуатации алмазных буровых долот имеет важное значение термоупругое состояние, которое существенным образом зависит как от внешних нагрузок, так и от распределения температуры в алмазосодержащем слое инструмента. Температурные напряжения способствуют образованию пластических деформаций, приводящих к потере прочностных свойств СКАМ и преждевременному изнашиванию бурового долота. В настоящее время влияние этих факторов на работу такого инструмента изучено недостаточно. Это связано главным образом со сложностью учета в исходных уравнениях и граничных условиях физико-механических свойств как СКАМ, так и горной породы, а также формы и микрогеометрии инструмента с породой. В результате необходимо решать нелинейную задачу связанной термоупругости, когда термоупругие напряжения являются источниками теплового потока.

В настоящей работе сформулирована и решена задача термоупругости для внедренного в упругое полупространство полусферического тела с покрытием, которое приближенно моделирует работу алмазного долота.

Физические предпосылки и математическая постановка задачи

Пусть в упругое полупространство (горную породу) вдавливается вращающееся вокруг оси Z с постоянной угловой скоростью ω долото в виде половины двухслойного шара с силой P, приложеной по оси симметрии.

Долото, находящееся в контакте с горной породой под нагрузкой (рис. 1)

$\Omega_1 = \left\{ (r,q,j) \mid r \in [0;r_2]; q \in \left[0;\frac{p}{2}\right]; j \in [0;2p] \right\};$, рассматриваем в сферической системе координат: $x = r \sin\theta \cdot \cos\varphi$; $y = r \sin\theta \cdot \sin\varphi$; $z = r \cos\theta$.

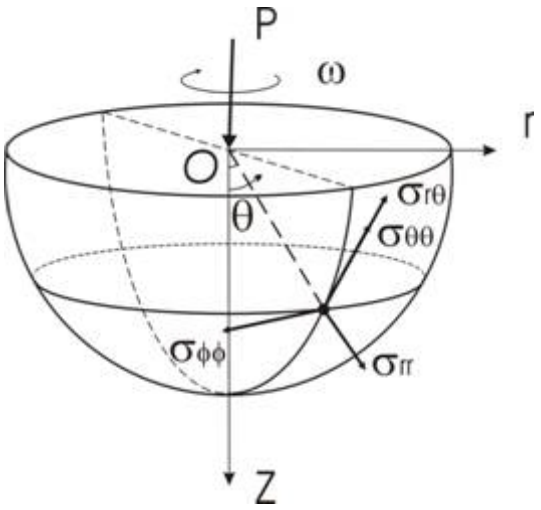


Рис. 1. Схема контакта алмазного долота с породой.

Условия рассматриваем симметричными вокруг оси Z, т.е. независящими от угла φ. В области контакта имеем радиальные $\sigma_{rr}(r_2, \theta, t)$ и касательные $\sigma_{r\theta}(r_2, \theta, t)$ составляющие общих термоупругих напряжений, которые связаны между собой законом Кулона:

$$s_{rq}(r_2,q,t) = k s_{rr}(r_2,q,t), \tag{1}$$

где k – коэффициент трения (скольжения).

Контактное давление $\sigma_{r\theta}(r_2, \theta, t)$ совершает в единицу времени работу

$$Q(q,t) = w r_2 s_{rq}(r_2,q,t) = w r_2 k s_{rr}(r_2,q,t), \tag{2}$$

подавляющая часть которой идет на теплообразование и нагревание покрытия.

Для определения температуры и термоупругих напряжений в области контакта нужно решить связанную осесимметричную задачу термоупругости для сферического долота:

$$\frac{1}{c_i}\frac{\partial T_i}{\partial t} = \Delta T_i, \; t > 0, \tag{3}$$

$$T_H(q,t) = T_1(r_2,q,t) = T_2(r_2,q,t), q \in \left[0;\frac{p}{2}\right]; \tag{4}$$

$$l_2 \frac{\partial T_2}{\partial r} - l_1 \frac{\partial T_1}{\partial r}\Big|_{r=r_2} = a\left(T_H(q,t) - T_{ж}\right) + Q(q,t), q \in \left[0;\frac{p}{2}\right]; \tag{5}$$

$$\frac{\partial T_i}{\partial q} = 0, q = \frac{p}{2}, r \in [0;+\infty]; \tag{6}$$

$$T_i(r,q,0) = T_0; \tag{7}$$

$$s_{rj} = 0; s_{qj} = 0; s_{rr} = \bar{s}_{rr} + \bar{\bar{s}}_{rr}; s_{qq} = \bar{s}_{qq} + \bar{\bar{s}}_{qq}; s_{jj} = \bar{s}_{jj} + \bar{\bar{s}}_{jj};$$

$$s_{rj} = \bar{s}_{rq} + \bar{\bar{s}}_{rq}; e_{kj} = \bar{e}_{kj} + \bar{\bar{e}}_{kj}. \tag{8}$$

Здесь $i = 1$ относится к долоту, а $i = 2$ – к горной породе в которой находится долото:

$$\Omega_2 = \left\{ (r,q) \middle| \; r \in [r_2;+\infty]; q \in \left[0;\frac{p}{2}\right] \right\};$$

$\bar{s}_{kj}, \bar{e}_{kj}$ – напряжения и деформации соответственно, связанные с изменением температуры и выражаются с помощью термоупругого потенциала Φ:

$$\Delta\Phi = \frac{1+n}{1-n} a_T (T - T_{ж}). \tag{9}$$

Уравнения равновесия для вращающегося долота имеют вид:

$$\frac{\partial \bar{\bar{s}}_{rr}}{\partial r} + \frac{1}{r}\left(\frac{\partial \bar{\bar{s}}_{rq}}{\partial q} + 2\bar{\bar{s}}_{rr} - \bar{\bar{s}}_{qq} - \bar{\bar{s}}_{jj} + \bar{\bar{s}}_{rq} ctgq + \right) + gw^2 r \sin^2 q = 0;$$

$$\frac{\partial \bar{\bar{s}}_{rq}}{\partial r} + \frac{1}{r}\left(\frac{\partial \bar{\bar{s}}_{qq}}{\partial q} + \left(\bar{\bar{s}}_{qq} - \bar{\bar{s}}_{jj}\right) ctgq + 3\bar{\bar{s}}_{rq} \right) + gw^2 r \sin q \cos q = 0. \tag{10}$$

Соотношения для деформаций:

$$\bar{\bar{e}}_{rr} = \frac{\partial u_r}{\partial r}; \bar{\bar{e}}_{qq} = \frac{1}{r}\left(\frac{\partial u_q}{\partial q} + u_r \right); \bar{\bar{e}}_{jj} = \frac{1}{r}(u_r + ctgq \cdot u_q);$$

$$\bar{\bar{e}}_{rq} = \frac{1}{2}\left(\frac{1}{r}\frac{\partial u_r}{\partial q} - \frac{u_q}{r} + \frac{\partial u_q}{\partial r} \right); \bar{\bar{e}}_{rj} = \bar{\bar{e}}_{qj} = 0, \tag{11}$$

где u_r, u_θ – компоненты вектора перемещений.

Уравнения для напряжений имеют вид:

$$\bar{\bar{s}}_{rr} = \frac{E}{1+n}\left(\bar{\bar{e}}_{rr} + \frac{n}{1-2n} e \right); \bar{\bar{s}}_{qq} = \frac{E}{1+n}\left(\bar{\bar{e}}_{qq} + \frac{n}{1-2n} e \right);$$

$$\bar{\bar{s}}_{jj} = \frac{E}{1+n}\left(\bar{\bar{e}}_{jj} + \frac{n}{1-2n} e \right); \bar{\bar{s}}_{rq} = \frac{E}{1+n}\bar{\bar{e}}_{rq}; \bar{\bar{s}}_{rj} = 0; \bar{\bar{s}}_{qj} = 0, \tag{12}$$

где E – модуль упру гости

ν – коэффициент Пуассона материала покрытия,

$$e = \frac{1}{r^2}\frac{\partial}{\partial r}\left(r^2 u_r\right) + \frac{1}{r\sin q}\frac{\partial}{\partial q}(u_q \sin q); \tag{13}$$

$$\Delta = \frac{1}{r^2}\frac{\partial}{\partial r}\left(r^2 \frac{\partial}{\partial r} \right) + \frac{1}{r^2 \sin q}\frac{\partial}{\partial q}\left(\sin q \cdot \frac{\partial}{\partial q} \right). \tag{14}$$

Решение задачи

Для решения температурного поля и термоупругого состояния алмазного долота рассматриваем установившийся режим, который более всего подходит к исследованию таких инструментов.

После замены

$$r = \frac{\mathrm{r}}{\mathrm{r}_2}; m = \cos q; \quad \mathrm{u_i}(r, m) = \frac{\mathrm{T_i}(r, m) - \mathrm{T_ж}}{\mathrm{T_k} - \mathrm{T_ж}} \tag{15}$$

для установившегося режима получим следующую задачу для определения температурных полей:

$$\frac{1}{r^2}\frac{\partial}{\partial r}\left(r^2 \frac{\partial u_i}{\partial r} \right) + \frac{1}{r^2}\frac{\partial}{\partial m}\left(\left(1 - m^2\right)\frac{\partial u_i}{\partial m} \right) = 0; i = 1,2; \tag{16}$$

$$u_1(1, m) = u_2(1, m) = u_*(m), m \in [0;1]; \tag{17}$$

$$\frac{\partial u_2}{\partial r} - \frac{l_1}{l_2}\frac{\partial u_1}{\partial r}\Big|_{r=1} = h u_*(m) + q_0 s_{rr}(1, m); \tag{18}$$

$$\frac{\partial u_i}{\partial m} = 0, m = 0, r \in [0;+\infty], \tag{19}$$

где

$$h = \frac{ar_2}{l_2};\ q_0 = \frac{wr_2^2 k}{l_2(T_k - T_{ж})}. \tag{20}$$

Применяем к этой задаче конечное четное преобразование Лежандра по переменной μ:

$$\overline{u}_{i,2n}(r) = \int_0^1 u_i(r,m)P_{2n}(m)dm \tag{21}$$

с формулой обращения

$$u_i(r,m) = \sum_{n=0}^{\infty}(4n+1)\overline{u}_{i,2n}(r)P_{2n}(m). \tag{22}$$

В результате имеем вспомогательную задачу:

$$\frac{d^2\overline{U}_{i,2n}}{dr^2} + \frac{2}{r}\frac{d\overline{U}_{i,2n}}{dr} - \frac{2n(2n+1)}{r^2}\overline{U}_{i,2n} = 0; i = 1,2; \tag{23}$$

$$\overline{U}_{1,2n}(1) = \overline{U}_{2,2n}(1) = \overline{U}_* \tag{24}$$

$$\frac{d\overline{U}_{2,2n}}{dr} - \frac{l_1}{l_2}\frac{d\overline{U}_{1,2n}}{dr} = h\overline{U}_* + q_0 b_{2n};\ r = 1, \tag{25}$$

где

$$b_{2n} = \int_0^1 s_{rr}(1,m)P_{2n}(m)dm. \tag{26}$$

Решение уравнения (23) представим в виде:

$$\overline{U}_{1,2n}(r) = A_{2n}r^{2n};\ r \in [0;1], \tag{27}$$

$$\overline{U}_{2,2n}(r) = B_{2n}r^{-(2n+1)};\ r \in [1;+\infty], \tag{28}$$

где коэффициенты A_{2n} и B_{2n} находим из условий (24) – (25):

$$\begin{cases} A_{2n} = B_{2n}; \\ -(2n+1)B_{2n} - \dfrac{l_1}{l_2}2nA_{2n} = hA_{2n} + q_0 b_{2n} \end{cases}, \tag{29}$$

откуда

$$A_{2n} = -\frac{q_0 b_{2n}}{2n+1+\dfrac{l_1}{l_2}2n+h}. \tag{30}$$

Тогда решение температурного поля в алмазном долоте имеет вид:

$$U_1(\rho,\mu) = -\sum_{n=0}^{\infty}\frac{q_0(4n+1)\cdot b_{2n}\cdot P_{2n}(\mu)\rho^{2n}}{2n\left(1+\dfrac{\lambda_1}{\lambda_2}\right)+h+1}. \tag{31}$$

Для определения термоупругого потенциала $\Phi(\rho, \mu)$ имеем уравнение [2]:

$$\frac{1}{\rho^2}\frac{\partial}{\partial\rho}\left(\rho^2\frac{\partial\Phi}{\partial\rho}\right) + \frac{1}{\rho^2}\frac{\partial}{\partial\mu}\times\left((1-\mu^2)\frac{\partial\Phi}{\partial\mu}\right) = \frac{1+\nu}{1-\nu}\alpha_T r_2^2(T_k - T_{ж})U_1(\rho,\mu), \tag{32}$$

где α_T – линейный коэффициент температурного расширения.

Частное решение уравнения (32) ищем в виде:

$$\tilde{\Phi}(r,m) = \sum_{n=0}^{\infty} f_{2n}(r)P_{2n}(m). \tag{33}$$

Подставляя (33) в (32), получим выражение для определения термоупругого потенциала:

$$\tilde{\Phi}(r,m)=\sum_{n=1}^{\infty}\frac{1+n}{1-n}a_T(T_k-T_{ж})r_2^2A_{2n}\frac{4n+1}{2(4n+3)}r^{2n+2}P_{2n}(m). \tag{34}$$

Окончательные выражения для определения температурных и упругих напряжений имеют вид:

$$\bar{s}_{rr}=\frac{E}{(1+n)r_2^2}\left(\frac{\partial^2\tilde{\Phi}}{\partial r^2}-\Delta\tilde{\Phi}\right)=\frac{E}{1-n}a_T\times$$
$$\times(T_k-T_{ж})\sum_{n=1}^{\infty}A_{2n}\frac{(4n+1)(4n^2-2n-4)}{4n+3}r^{2n}P_{2n}(m); \tag{35}$$

$$\bar{s}_{qq}=\frac{E}{(1+n)r_2^2}\times\left(\frac{1}{r}\frac{\partial\tilde{\Phi}}{\partial r}+\frac{1}{r^2}\frac{\partial^2\tilde{\Phi}}{\partial q^2}-\Delta\tilde{\Phi}\right)=$$
$$=-\frac{E}{(1-n)}a_T(T_k-T_{ж})\sum_{n=1}^{\infty}A_{2n}\frac{(4n+1)}{4n+3}r^{2n}\left((2n+2)^2P_{2n}(m)-m\frac{dP_{2n}}{dm}\right); \tag{36}$$

$$\bar{s}_{jj}=\frac{E}{(1+n)r_2^2}\left(\frac{1}{r}\frac{\partial\tilde{\Phi}}{\partial r}+\frac{1}{r^2}m\frac{\partial\tilde{\Phi}}{\partial m}-\Delta\tilde{\Phi}\right)=$$
$$=-\frac{E}{(1+n)}a_T(T_k-T_{ж})\sum_{n=1}^{\infty}A_{2n}\frac{4n+1}{4n+3}r^{2n}\left((6n+4)P_{2n}(m)+m\frac{dP_{2n}}{dm}\right); \tag{37}$$

$$\bar{s}_{rj}=\frac{E}{2(1+n)r_2^2}\left[\frac{\partial}{\partial r}\left(\frac{1}{r}\frac{\partial\tilde{\Phi}}{\partial q}\right)+\frac{1}{r}\left(\frac{\partial^2\tilde{\Phi}}{\partial r\partial q}-\frac{1}{r}\frac{\partial\tilde{\Phi}}{\partial q}\right)\right]=$$
$$=\frac{E}{2(1+n)}a_T(T_k-T_{ж})\sum_{n=1}^{\infty}A_{2n}\frac{4n+1}{4n+3}r^{2n}(2n+1)\sqrt{1-m^2}\frac{dP_{2n}}{dm}. \tag{38}$$

$$\bar{\bar{s}}_{rr}=\frac{E}{1+n}\sum_{n=0}^{\infty}\left[c_{2n}2n(2n-1)(rr_2)^{2n-2}+d_{2n}(2n+1)(4n^2-2n-2-2n)(rr_2)^{2n}\right]P_{2n}(m); \tag{39}$$

$$\bar{\bar{s}}_{qq}=-\frac{E}{1+n}\sum_{n=0}^{\infty}\{c_{2n}(4n^2P_{2n}(m)-mP'_{2n}(m))(rr_2)^{2n-2}+d_{2n}[(2n+1)\times$$
$$\times(4n^2+8n+2+2n)P_{2n}(m)-(2n+5-4n)mP_{2n}(m)](rr_2)^{2n}\}; \tag{40}$$

$$\bar{\bar{s}}_{jj}=gw^2r^2(1-m^2)+\frac{E}{1+n}\sum_{n=0}^{\infty}\{c_{2n}(2nP_{2n}(m)-mP'_{2n}(m))\times$$
$$\times(rr_2)^{2n-2}+d_{2n}[(2n+1)(2n-2-2n-8nn)P_{2n}(m)-(2n+5-4n)mP'_{2n}(m)](rr_2)^{2n}\}; \tag{41}$$

$$\bar{\bar{s}}_{rq}=-\frac{E}{1+n}\sum_{n=0}^{\infty}[c_{2n}(2n-1)(rr_2)^{2n-2}+$$
$$+d_{2n}(4n^2+4n-1+2n)(rr_2)^{2n}]\sqrt{1-m^2}P'_{2n}(m). \tag{42}$$

Проектируя внешние и внутренние упругие силы по направлению оси *Z*, получим следующие интегральные уравнения:

$$P=\int_0^{2p}dj\int_0^{p/2}(s_{rr}\cos q-s_{rq}\sin q)r_2^2\sin q\,dq=2pr_2^2\int_{-1}^{0}(ms_{rr}-\sqrt{1-m^2}s_{rq})dm, \tag{43}$$

а на поверхности долота

$$\int_{-1}^{0}\left[s_{rq}(r_2,m)-ks_{rr}(r_2,m)\right]dm=0. \qquad (44)$$

Полученные выражения (35) – (42) и (8) позволяют определить составляющие температурных и общих термоупругих напряжений в алмазном долоте при бурении нефтяной или газовой скважины. Подставляя (8) в (43) – (44) и (30), получим систему уравнений для определения неизвестных коэффициентов c_{2n}, d_{2n} и A_{2n},, где в соотношение для A_{2n} входит параметр

$$b_{2n}=\frac{1}{4n+1}\left[c_{2n}2n(2n-1)r_2^{2n-2}+d_{2n}(2n+1)\left(4n^2-2n-2-2\nu\right)r_2^{2n}\right].$$

Для решения этой системы удобно использовать итерациональный метод: найдя на *i*-м шаге $c_{2n}^{(i)}$, $d_{2n}^{(i)}$, определяем по уравнению (30) коэффициент $A_{2n}^{(i+1)}$, потом из соотношений (43) – (44) находим $c_{2n}^{(i+1)}$, $d_{2n}^{(i+1)}$. На начальном этапе принимаем $c_{2n}^{(0)}=d_{2n}^{(0)}=0$. Процесс заканчивается при условии $\left|c_{2n}^{(i+1)}-c_{2n}^{(i)}\right|\le e$; $\left|d_{2n}^{(i+1)}-d_{2n}^{(i)}\right|\le e$; $\left|A_{2n}^{(i+1)}-A_{2n}^{(i)}\right|\le e$, где $\varepsilon \sim 10^{-4}$.

Анализ результатов

Контрольные расчеты термоупругого состояния алмазного долота ИСМ-214,3 Т при бурении песчаника проведены для следующих параметров: вертикальная нагрузка на долото P = 12000 кг; внешний радиус долота r_2 = 107,15 мм; относительные значения коэффициента теплообмена α = 0,5 – 3,5 кВт/(м^2·К); время бурения t = 1000 с; угловая координата θ = 10 – 90 град.; скорость вращения ω = 4 – 6 с$^{-1}$. В качестве покрытия используется композит алмаз – твердый сплав ВК6 со следующими характеристиками: коэффициент теплопроводности λ_1 = 120 Вт/(м·К); модуль Юнга E_1 = 640 ГПа; коэффициент Пуассона ν_1 = 0,22; предел прочности при сжатии σ_1 = 5,6 МПа; коэффициент линейного расширения $\alpha_T = 7{,}6\cdot10^{-10}\,K^{-1}$ [3]; относительная концентрация алмазов в композите K = 100 (что соответствует 4,4 карат алмазов на 1 см^3 шихты); зернистость алмазов (3) 800/630 мкм. В качестве буримого материала взят кварцевый песчаник со следующими свойствами: E_2 = 0,47 МПа; σ_2 = 1,45 МПа; ν_2 = 0,25; ρ_2 = 2,543 Г/см^3; λ_2 = 2,2 Вт/(м·К) [4].

На рис. 2 построены зависимости радиальных температурных напряжений $\bar{\sigma}_{rr}$ в долоте от радиальной координаты ρ для различных значений ω и θ. Их анализ показывает, что максимальные значения $\bar{\sigma}_{rr}$ достигаются на контакте рабочая поверхность – порода, они существенно зависят от угловой скорости ω и координаты θ.

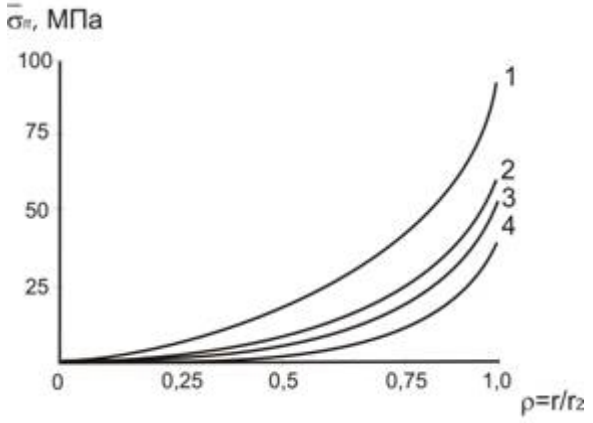


Рис. 2. Зависимости радиальных температурных напряжений $\bar{\sigma}_{rr}$ в алмазном долоте ИСМ-214,3 Т при бурении песчаника от радиальной координаты ρ для λ_1 = 120 Вт/(м·К); ρ_1 = 14,4 г/см^3; E_1 = 640 ГПа; ν_1 = 0,22; σ_1 = 5,6 МПа; α = 1,5 кВт/(м^2·К); P = 12000 кг; K = 100; З = 800/630 мкм; угловой скорости ω (с$^{-1}$): 6 (1), 4 (2), θ = 36°; 6 (3), 4 (2), θ = 0°.

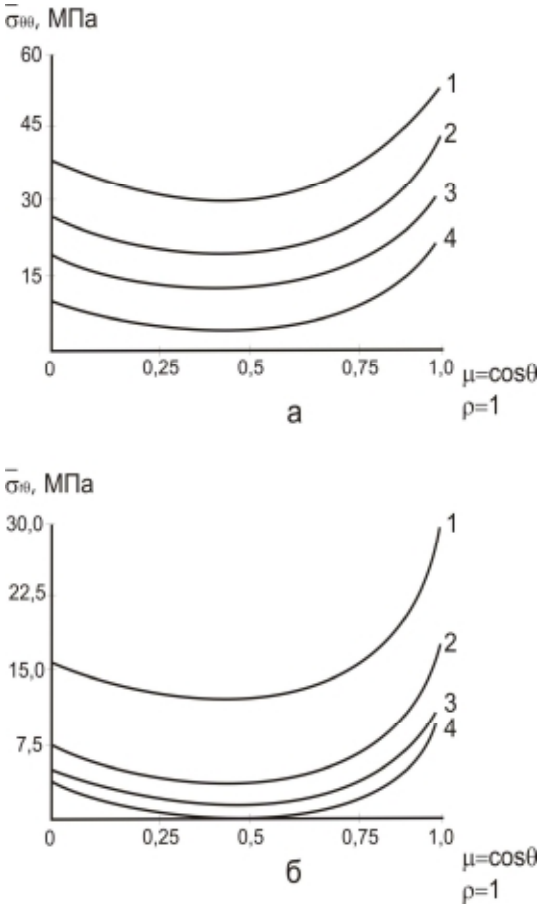


Рис. 3. Зависимости тангенциальных $\bar{s}_{qq}$ (а) и касательных $\bar{s}_{rq}$ (б) составляющих температурных напряжений в алмазном долоте ИСМ-214,3 Т от угловой координаты θ при бурении песчаника для $\rho = 1$ и тех же условий, что и на рис. 2.

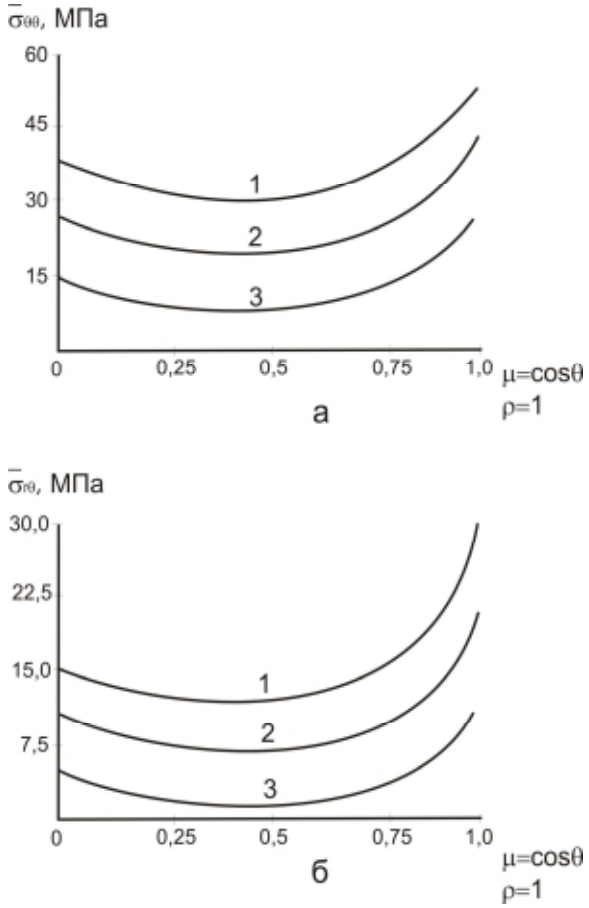


Рис. 4. Зависимости тангенциальных $\bar{s}_{qq}$ (а) и касательных $\bar{s}_{rq}$ (б) составляющих температурных напряжений в долоте при бурении песчаника от угловой координаты θ для $\omega = 6\ c^{-1}$; $\rho = 1$; α (кВт/(м^2·К)): 1,5 (1); 2,5 (2); 3,5 (3) и тех же условий, что и на рис. 3.

Тангенциальные $\bar{s}_{qq}$ и касательные $\bar{s}_{rq}$ составляющие температурных напряжений также зависят от ρ и θ (рис. 3, *а*, *б*). В отличие от $\bar{\sigma}_{rr}$ они имеют меньшие значения и отличаются характером распределения по угловой координате θ. Наименьшие значения $\bar{s}_{qq}$ и $\bar{s}_{rq}$ достигаются при $\mu = \cos\theta = 0{,}5$. Они зависят от угловой скорости ω и относительного значения коэффициента теплообмена α. Так, при увеличении α от 1,5 до 3,5 кВт/(м^2·К), $\bar{s}_{qq}$ и $\bar{s}_{rq}$ уменьшается более чем в 2 раза для всех исследуемых параметров (рис. 4, *а*, *б*).

Для общих термоупругих напряжений σ_{ij} сохраняются в принципе те же тенденции, что и для температурных $\bar{\sigma}_{ij}$, хотя и есть существенные отличия. Радиальные σ_{rr} и касательные $\sigma_{r\theta}$ составляющие термоупругих напряжений всегда являются сжимающими для всех условий бурения (рис. 5, *а*, *б*), а тангенциальные $\sigma_{\theta\theta}$ могут менять знак (рис. 5, *в*). Они, как и температурные напряжения $\bar{\sigma}_{ij}$, существенно зависят от радиальной ρ и угловой θ координат, угловой скорости ω. Максимальные значения общих радиальных σ_{rr} и касательных $\sigma_{r\theta}$ напряжений достигаются на рабочей поверхности долота при $\theta = 18^\circ$ и 90° (см. рис. 5, *а* и 5, *б* соответственно). В отличие от σ_{rr} и $\sigma_{r\theta}$ общие тангенциальные напряжения $\sigma_{\theta\theta}$ имеют наименьшие значения при $\theta = 18^\circ$, линейно возрастают при увеличении θ (см. рис. 5, *в*).

Продолжая обсуждать термоупругое состояние алмазного долота, отметим, что при бурении песчаника общие напряжения σ_{ij} имеют большие значения, чем при бурении гранита (см. рис. 5, кривые 2 и 1 соответственно). Это связано с тем, что абразивные характеристики песчаника (в данном случае) превышают аналогичные характеристики гранита.

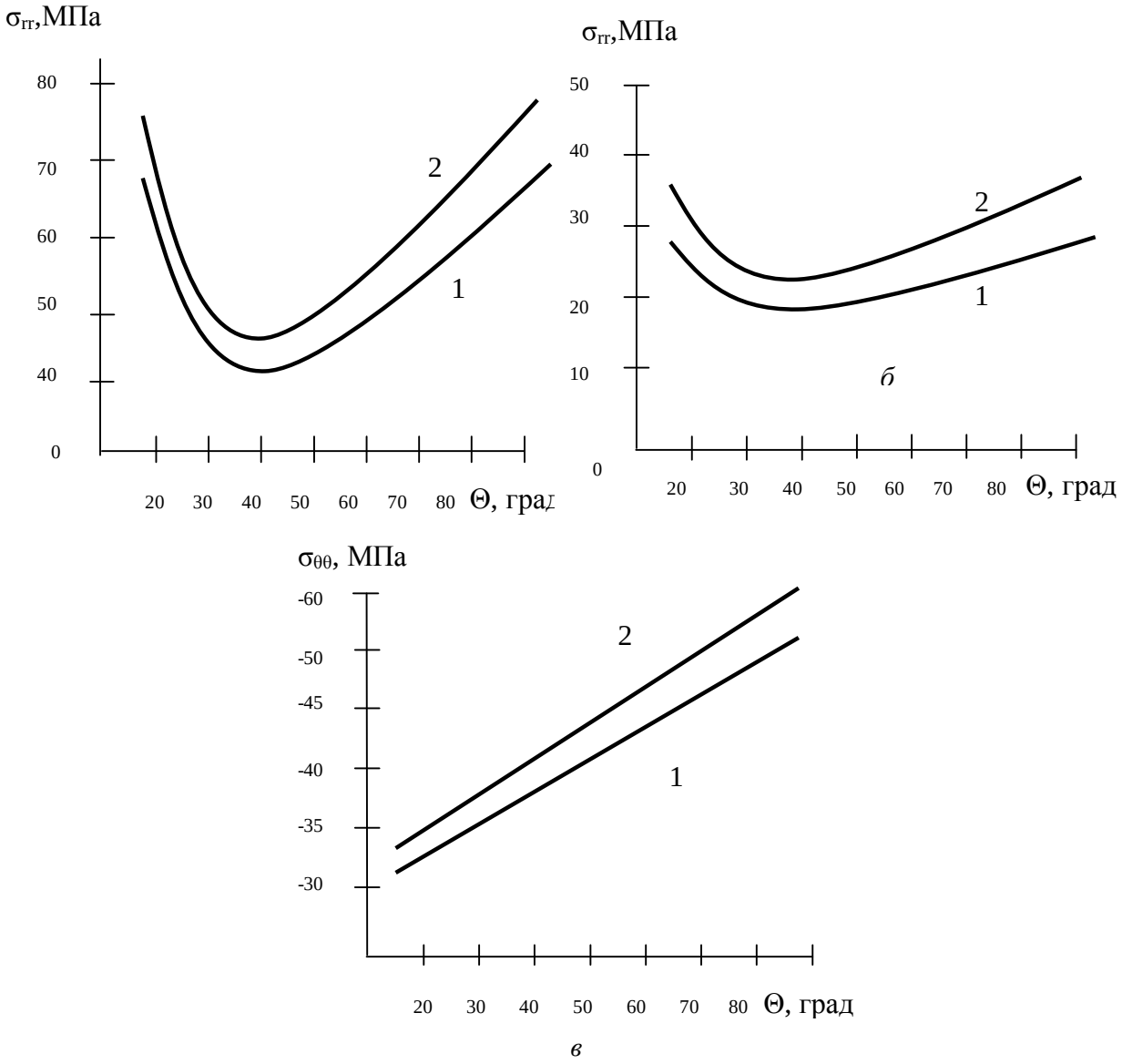


Рис. 5. Зависимости радиальных (а), касательных (б) и тангенциальных (в) составляющих общих термоупругих напряжений в долоте от угловой координаты θ при бурении гранита (1) и песчаника (2) для: α = 1,5 кВт/(м²·К); ω = 6 с⁻¹; ρ = 1 и тех же условий, что и на рис. 2.

Выводы

1. Решена осесимметричная задача термоупругости для сферического алмазного долота в процессе бурения скважины. Характерной особенностью этого решения является то, что сами напряжения зависят от температуры нелинейно, а условия равновесия включают компоненты вектора объемной силы. Полученные решения представлены в аналитическом виде, они позволяют определить компоненты термоупругих напряжений и выявить основные факторы, влияющие на их уменьшение.

2. Выявлено, что максимальные значения радиальных $\overline{\sigma}_{rr}$, тангенциальных $\overline{s}_{qq}$ и касательных $\overline{s}_{rq}$ температурных напряжений, при бурении абразивных горных пород алмазным

долотом достигаются на границе контакта инструмент – порода, они существенно зависят от радиальной и угловой координат профиля, скорости вращения и относительного значения коэффициента теплообмена.

3. Установлено, что для общих термоупругих напряжений σ_{ij} сохраняются в принципе те же тенденции, что и для температурных $\overline{\sigma}_{ij}$, хотя и есть существенные отличия. Они существенно зависят от ρ, θ и ω.

4. Полученные результаты имеют важное значение для технологии изготовления буровых долот из СКАМ и могут быть использованы для решения задач изнашивания таких инструментов.

Литература

1. Бондаренко Н. А., Жуковский А. Н., Мечник В. А. Температурное состояние алмазных буровых долот // Доповіді НАН України. – 2006. – № 10. – С. 95 – 102.
2. Коваленко А. Д. Основы термоупругости. – К.: Наук. думка, 1970. – 307 с.
3. Лошак М. Г. Прочность и долговечность твердых сплавов. – К.: Наук. думка, 1984. – 328 с.
4. Справочник физических констант горных пород / Под ред. С. Кларка мл. – М.: Мир, 1969. – 543 с.

Поступила 07.06.07.

УДК 622.24.051

А. М. Бочковский, канд. техн. наук

Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, Киев, Украина

РАЗРАБОТКА И ВНЕДРЕНИЕ КАЛИБРАТОРОВ С ПРЕРЫВИСТЫМИ ЛОПАСТЯМИ

Dependence for definition of loading on inserts of the calibrator is received. Calibrators of a new design with the increased number of faltering blades and hydraulic ring apertures between them are developed. Resistance of new calibrators in 3 - 5 times exceeds resistance of the serial tool.

При бурении нефтяных и газовых скважин применяют лопастные или шарошечные калибраторы различных типоразмеров. Калибраторы расширяют (калибруют) ствол скважины до номинальных размеров, центрируют положение бурового долота в стволе скважины, улучшают работу долота, стабилизируют направление бурения. Однако применяемые конструкции калибраторов не в полной мере обеспечивают выполнение всех этих функций.

Доминирующими до последнего времени в Украине являлись калибраторы лопастные спиральные (КЛС) сварной или цельной конструкции [1], содержащие корпус и три спиральные лопасти (рис. 1).

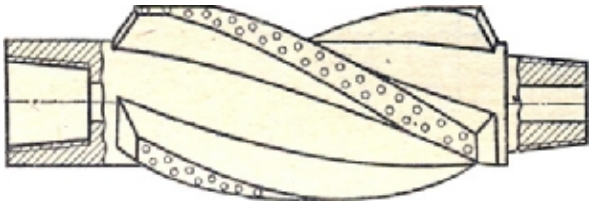


Рис. 1. Калибратор лопастной спиральный.

Ограниченное применение находили калибраторы гирляндного типа с прямыми лопастями (рис. 2).

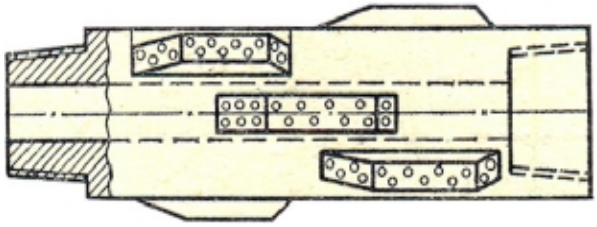


Рис. 2. Калибратор гирляндного типа.

За рубежом известно применение калибраторов с прямыми, наклонными и спиральными лопастями, как неразъемной конструкции, так и со съемными муфтами [2]. В зависимости от условий применения рабочие поверхности лопастей наплавляют релитом, стеллитом или оснащают твердосплавными и алмазно-твердосплавными вставками.

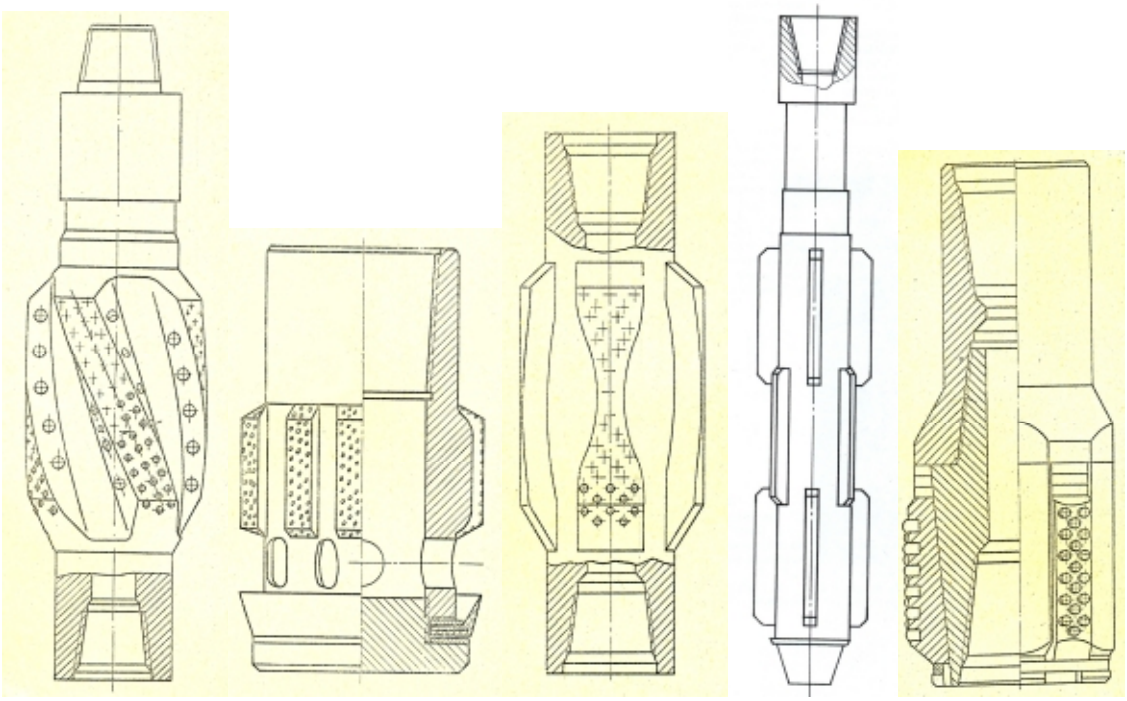
По техническим условиям [1] гарантийный срок работы таких калибраторов при износе по диаметру до 4 мм составляет 80 – 200 ч, а по данным работы [3] при износе трехлопастных спиральных калибраторов по диаметру на 3 мм средняя стойкость одного калибратора составляла всего 17 – 25 ч, что недостаточно для современных условий бурения.

Новые алмазные и шарошечные долота достигают стойкости 300 – 500 ч и требуют соответствующего ресурса работы калибраторов.

Недостатком конструкции серийных трехлопастных калибраторов являются высокие напряжения на породоразрушающих вставках, вследствие чего последние интенсивно изнашиваются и разрушаются. Слабым звеном конструкции являются также резьбовые замковые соединения, особенно муфтовые, которые подвергаются дополнительным нагрузкам при закреплении калибраторов в компоновке бурильной колонны.

Известны различные конструктивные решения (рис. 3), направленные на уменьшение износа и повышение ресурса работы лопастных калибраторов. К ним относятся: улучшение промывки лопастей за счет различных дополнительных пазов и отверстий [4, 5]; повышение износостойкости за счет переменной ширины лопастей [6]; обеспечение равномерной жесткости корпуса [7]; восстановление диаметрального размера калибратора путем применения подвижных элементов [8] и др.

Однако все эти предложения не нашли широкого применения на практике. Ресурс калибратора определяется, в основном, абразивным износом рабочей поверхности, который пропорционален нагрузке и обратно пропорционален твердости изнашиваемого материала [9]. Кроме того, на износостойкость рабочей поверхности оказывает влияние качество и скорость потока бурового раствора в зоне работы калибратора. Все эти факторы – и нагрузки на вставки, и скорость вращения, и скорость потока бурового раствора и материал вставок необходимо учитывать при совершенствовании конструкций и разработке новых износостойких калибраторов.



а *б* *в* *г* *д*

Рис. 3. Конструкции калибраторов, предложенных в работах:
а – [4], *б* – [5], *в* – [6], *г* – [7], *д* – [8].

Нагрузка (N) на одной вставке, закрепленной в лопасти калибратора, может быть определена с учетом глубины внедрения (h) в виде степенной зависимости

$$N = zh^n, \qquad (1)$$

где z и n – опытные коэффициенты.

Значение опытных коэффициентов (табл.) получено при математической обработке экспериментальных кривых, описывающих внедрение вставок в породу [10].

Значения коэффициентов z и n в формуле $N=zh^n$
(числитель – z, кГс/мм^n, знаменатель – n)

Группа пород по твердости	Мягкие	Средние	Твердые	Крепкие
Твердосплавная сферическая вставка	634 / 1,05	1687 / 1,22	2424 / 1,19	3267 / 1,12
Алмазно-твердосплавная вставка	955 / 1,63	5857 / 1,70	7174 / 1,71	6428 / 1,49

Твердосплавные и алмазно-твердосплавные вставки, которыми оснащают калибраторы, имеют близкие значения по нагрузкам, особенно для твердых и крепких пород в области малых глубин внедрения (рис. 4).

Выразим глубину внедрения вставки через параметры конструкции калибратора и режима бурения

$$h = \frac{na\cos j}{2pw} \qquad (2)$$

где n – скорость бурения;

a – радиальный угол между исследуемой вставкой и предыдущей по ходу вращения;

j – угол наклона торца вставки к оси абсцисс;

w – скорость вращения.

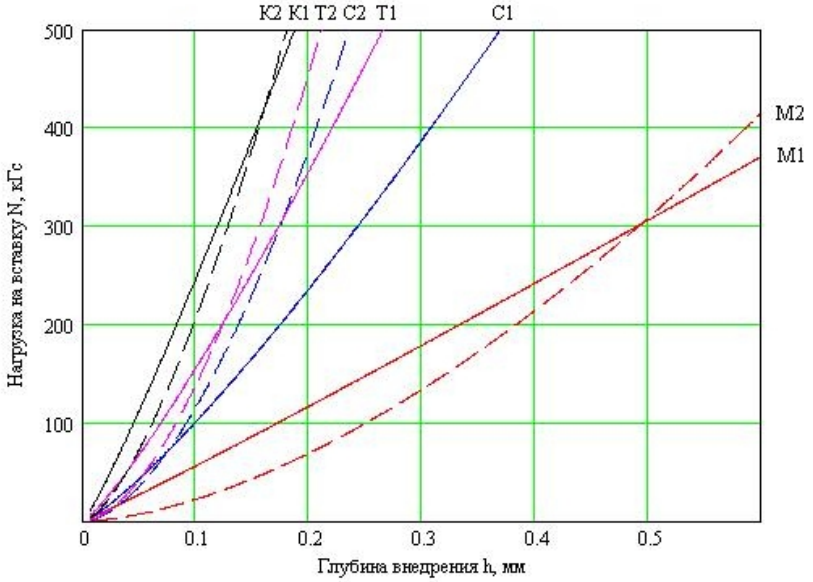


Рис. 4. Зависимость нагрузки от глубины внедрения твердосплавной сферической вставки (1) и амазно-твердосплавной вставки (2) в мягкие (М), средние (С), твердые (Т) и крепкие (К) породы.

Подставим (2) в (1) и получим значение нагрузки на вставку в буровом инструменте, зависящее от свойств горных пород, режима бурения, конструкции вставки и калибратора

$$N = z\left(\frac{na\cos j}{2pw}\right)^n . \qquad (3)$$

Из формулы (3) следует, что при прочих равных условиях и режимах бурения наиболее сильным конструктивным параметром, определяющим уровень нагрузок на вставки калибратора, остается радиальный угол a. Для снижения нагрузок на вставках путем уменьшения угла a необходимо увеличивать количество лопастей и равномерно распределять их по рабочей поверхности инструмента. Таким образом, одним из основных направлений повышения стойкости и долговечности калибраторов является разработка многолопастных конструкций.

В серийных калибраторах (рис. 1) длинные спиральные лопасти не способствуют эффективной очистке и охлаждению породоразрушающих элементов, увеличение их количества приведет к ухудшению промывки и налипанию бурового шлама в межлопастных проемах. Для улучшения очистки и охлаждения лопастей калибратора длинные спиральные лопасти разделены гидравлическими кольцевыми проемами на отдельные участки, т. е. лопасти выполнены прерывистыми. Кольцевой проем, имея базовую поверхность, используется одновременно как участок для обслуживания и ремонта калибратора.

Первые конструкции новых калибраторов диаметром 215,9 и 295,3 мм были испытаны на предприятиях НГДУ «Полтаванефтегаз» [11] и показали высокую износостойкость и надежность в работе.

При износе по диаметру на 2 – 4 мм стойкость калибратора составляла 1600 – 1722 ч. В дальнейшем совершенствовались конструкции и технология изготовления, в результате стойкость калибраторов достигла более 2000 ч, что значительно превышает стойкость алмазных или шарошечных долот.

За период внедрения разработки на буровые предприятия Украины и Белоруссии поставлено свыше 500 шт. калибраторов 4 – 6 лопастного типа диаметром от 120,6 до 393,7 мм. Конструкции основных типоразмеров калибраторов показаны на рис. 5.

а *б* *в*

Рис. 5. Общий вид калибраторов с прерывистыми лопастями: а – ИСМ К 165,1 СТ; б – ИСМ К 215,9 СТ; в – ИСМ 295,3 СТ.

Выводы

Аналитически установлена зависимость для определения нагрузки на вставках калибратора.

Основным направлением повышения стойкости и долговечности калибраторов является разработка многолопастных конструкций.

Созданы калибраторы новой конструкции с увеличенным количеством прерывистых лопастей и гидравлическими кольцевыми проемами. Стойкость новых калибраторов в 3 – 5 раз превышает стойкость серийного инструмента.

Литература

1. Иогансен К. В. Спутник буровика. Справочник. – М.: Недра, 1986, - 294 с.
2. Масленников И.К. Буровой инструмент. Справочник. – М.: Недра, 1989, – 430 с.
3. Бляхер А. В., Семенов А. И., Финкельштейн Е. М. Результаты испытаний опытных калибраторов ИСМ 215,9 СТК // Экспресс − информация « Бурение». – 1985. – № 7. – С . 4 – 7.
4. А. с. 594289 СССР, МКИ^2 Е 21 В 9/22. Лопастной калибратор/ И. И. Барабашкин, А. Г. Новиков, Сианка-Ибарра Луис. – Опубл. 02.02.78. Бюл. № 7.
5. А. с. 480823 СССР, МКИ Е 21b 9/22. Инструмент для калибрования ствола буровых скважин/ Г. С. Геворков, А. Н. Зархин. – Опубл. 15.08.75. Бюл. № 30.
6. А. с. 592957 СССР, МКИ^2 Е 21В 9/22. Лопастной калибратор/ И. И. Барабашкин, Л. П. Константинов, В. М. Беляев и др. – Опубл. 28.02.78. Бюл. № 6.
7. А. с. 899835 СССР, МКИ^3 Е 21 В 17/10. Наддолотный калибратор-стабилизатор/ Р. Н. Марченко, Л. Б. Измайлов, А. И. Булатов и др. – Опубл. 28.01.82. Бюл. № 3.

8. А. с. 836333 СССР, МКИ[3] Е 21 В 10/42. Лопастной калибратор/ В. П. Янькин, К. В. Потанин, И. И. Барабашкин и др. – Опубл. 07.06.81. Бюл. № 21.
9. Крагельский И.В. Трение и износ. – М.: ГНТИМЛ, 1962. – 384 с.
10. Бочковский А. М. Разрушение горных пород вставками бурового инструмента // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2006, – С 107 – 113.
11. Бочковский А. М., Мыслюк М. И., Петруняк Я. М., Качурин А. П. Опыт применения новых буровых инструментов ИСМ на предприятиях НГДУ «Полтаванефтегаз»//Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения/ Тезисы докладов V Международной конференции/ ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины. – К., 2002. – С. 99 – 101.

Поступила 14.06.07

УДК 622.244.

А. И. Вдовиченко, инж.

ТОВ «Корона», пгт Новая Боровая, Житомирская обл.,Украина

ЭКОЛОГИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ ПОВЫШЕНИЯ ЭФФЕКТИВНОСТИ ГЕОЛОГОРАЗВЕДОЧНОГО БУРЕНИЯ

The basic direktions of increasing the effectiveness of geologcical- ecsploration drilling are considered in aspecte solving of ecological problems.

Существенное влияние на эффективность разрушения пород алмазным и твердосплавным инструментом оказывают смазочно-охлаждающие технологические средства (СОТС).

Научно-производственный эксперимент, проведенный Житомирской ГРЭ при разведке Пержанского редкометального месторождения, показал выдающиеся (непревзойденные по настоящее время) результаты использования СОТС на основе омыленной смеси гудронов (ОСГ). Механическая скорость бурения алмазными коронками диаметром 59 мм по гранитам достигла рекордного уровня 10 м/час. Производительность буровых работ при сооружении наклонных скважин глубиной до 300 м достигла 2500 м/станко-мес. Максимальная проходка на коронку составила 40,3 м при удельном расходе алмазов 0,3 кар/м [1].

В то же время массовое использование СОТС при возрастающих объемах бурения вызвало опасение загрязнения окружающей среды химическими компонентами промывочной жидкости. Введенные экологические ограничения привели к сокращению, а в некоторых условиях к исключению использования высокоэффективных СОТС при бурении скважин, вследствие чего резко снизилась производительность буровых работ. Увеличение времени сооружения скважины, повышенный расход энергетических, материальных и трудовых ресурсов в конечном итоге привели к повышению экологической нагрузки на окружающую среду.

Настоящей работой поставлена цель показать, что некоторые экологические ограничения по использованию высокоэффективных СОТС не только ухудшают технико-экономические показатели буровых работ, но и приводят к отрицательному воздействию на окружающую среду.

Углубленный анализ показал, что с повышением технико-экономических показателей существенно ослабляется воздействие вредных факторов бурового процесса на окружающую среду. Повышение производительности позволяет сократить выбросы в атмосферу от работы стационарных и транспортных двигателей, уменьшить загрязнение водоносных горизонтов в условиях поглощения промывочной жидкости и снизить время неблагоприятного воздействия на почвенный и растительный покров. Применение СОТС повышает устойчивость ствола скважины, предотвращает чрезмерную разработку ее стенок, кавернообразование, обвалы и уменьшает утечку промывочной жидкости в водоносные горизонты. Уменьшение расхода материальных, энергетических и трудовых ресурсов, вызванных применением СОТС, решает наряду с экономической важнейшую экологическую задачу. Следует рассматривать любой ресурс как дополнительную экологическую нагрузку. Всякий ресурс требует свого создания, разработки, производства, транспортировки, хранения и условий применения. На всех этапах от создания до применения даже самого чистого продукта возникают экологические нагрузки, которые следует учитывать в комплексе исследований влияния вредных факторов на окружающую среду. При разработках экологических регламентов не в полной мере оценивается и учитывается экологическая нагрузка, которая содержится в ресурсах. Всякая ресурсосберегающая технология снижает в целом экологическую нагрузку. Поэтому применение высокоэффективных СОТС следует рассматривать в комплексе всех факторов как ресурсосберегающую технологию, существенно снижающую экологическую нагрузку.

Автором проведен анализ исследований непосредственного влияния некоторых высокоэффективных СОТС на объекты окружающей среды [2]. Результаты проведенных исследований показали, что эмульсионная промывочная жидкость (ЭПЖ) на основе смеси гудронов, омыленной гидрооксидом амония (СГ ОГА) [3], не оказывает вредного воздействия на почву и развитие растений. Отмечено положительное влияние ее на агрохимические свойства и биологическую активность почвы и в конечном итоге на ее плодородие. Урожайность ячменя, картофеля и вико-овсяной смеси возросла на 10 – 23 % при внесении ЭПЖ в дозе до 0,4 % к объему почвы. На основании этих исследований была решена проблема утилизации отходов ЭПЖ СГ ОГА. Рекомендовано использовать отходы как мелиорант для дерново-подзолистых грунтов. Исследования показали высокую степень биоразлагаемости СГ в почвах, поверхностных и подземных водах.

При разведке Буртынского графитового месторождения на небольшом участке площадью около 100 га было пробурено 172 скважины глубиной до 350 м с массовым использованием ЭПЖ ОСГ. Всего было израсходовано более 100 т гудронов. В связи с поглощением промывочной жидкости до 80 % ЭПЖ было закачано в водоносные горизонты. Остальной объем в качестве отходов был внесен в почву, нарушенную буровыми работами.

После завершения буровых работ на участке были проведены экологические исследования. Анализ проб воды при опытных откачках из ранее пробуренных скважин, где массово использовалась ЭПЖ, не показал загрязнений. Вода соответствовала санитарным нормам как питьевая. Исследованиями почвы и растений отклонений от нормы не установлено. Этим была практически подтверждена экологическая безвредность СОТС на основе ОСГ в рабочих концентрациях. В то же время использование ОСГ позволило не менее чем в 2 раза сократить сроки выполнения работ и расход ресурсов, что в целом не менее чем в 10 раз уменьшило экологическую нагрузку на окружающую среду по сравнению с бурением без использования СОТС [4].

Анализ теоретических и экспериментальных исследований, а также практических результатов использования ЭПЖ позволил автору выявить некоторые закономерности влияния смазывающих добавок (СД) на процесс алмазного бурения. Установлено, что найбольший смазывающий эффект в условиях скважины создает пленка из предельных жирных кислот с большим углеводородным радикалом [5]. В основном это пальмитиновая и стеариновая кислоты, которые образуются при расщеплении животных жиров. Именно смесь гудронов в своем составе имеет достаточное содержание таких кислот. Непредельные жирные кислоты, входящие в состав СГ, хорошо омыляются и создают относительно стойкие поверхностно-активные

вещества (ПАВ), которые эмульгируют неомыленные остатки предельных жирных кислот. В условиях скважины, когда концентрация ПАВ снижается до уровня агрегативной неустойчивости, происходит флокуляция капель неомыленных жиров и их адсорбция на поверхности бурильных труб и стенках скважины. При этом в зоне контакта трущихся поверхностей под воздействием ПАВ постоянно смывается излишний слой, а в местах углублений, в порах и трещинах смазочный слой уплотняется, образуя прочные пленки. Таким образом создаются идеальные условия для работы бурильной колонны. Этим можно объяснить получение высоких скоростей вращения бурильного вала и, соответственно, механической скорости алмазного бурения при использовании ОСГ, которые не удалось реализовать при использовании более совершенных СОТС с высокими поверхностно-активными и смазочными характеристиками.

УкрНИИНП «Масма» разработал СОТС на основе продуктов переработки рапсового масла «Бурвал-1С» (ТУ У 00149943.424–96) с повышенными триботехническими и экологическими характеристиками. Промышленные испытания показали найбольшую эффективность его применения совместно с антивибрационными смазками [6].

Важное значение в решении экологических проблем при бурении скважин имеют химические реагенты, применяемые для обработки буровых растворов. Регулирование качества растворов незначительными добавками реагентов позволяют управлять стойкостью ствола скважины, уменьшать поглощение промывочной жидкости и создавать благоприятные условия для эффективной работы породоразрушающего инструмента на забое и бурильной колонны в стволе скважины. Это, в свою очередь, приводит к повышению механической скорости бурения, снижению непроизводительных потерь, росту производительности, ресурсосбережению, уменьшению загрязнений водоносных горизонтов и в целом существенно снижает экологическую нагрузку.

Автором обобщен опыт исследований влияния ряда химических реагентов на окружающую среду [7]. Установлено, что ПАВ, полиакриламиды (ПАА), гипан, гидрофобизирующие кремнийорганические жидкости (ГКЖ-10 и ГКЖ-11), сополимеры, синтетические жирные кислоты (СЖК), мочевиноформальдегидно-аммиачные смолы (МФА), поливинилацетатные эмульсии (ПВАЭ) и акрилатные латексы при определенных концентрациях и условиях оказывают благоприятное воздействие на почву и развитие растений. Отечественный и зарубежный опыт использования сточных вод, загрязненных различными ПАВ, для орошения сельскохозяйственных угодий показал ряд положительных результатов, которые дают основания утверждать, что рабочие концентрации химических реагентов, применямых при бурении, не могут оказывать вредного воздействия на окружающую среду [8].

Институтом проблем использования природных ресурсов АН Белоруссии совместно с БелНИГРИ и БелГРЭ разработаны экологически безопасные буровые растворы на основе сапропелей и торфа для бурения скважин на воду. Основными химическими реагентами для сапропелевых растворов являются кальцинированная и каустическая соды, полиакриламид, метас и крахмал, добавляемые в небольших количествах [9].

В отдельных геологических организациях Украины вследствие неправомерных запретов хранится значительное количество соапстока, который является эффективным химическим реагентом для обработки буровых растворов и при рабочих концентрациях не может вызывать существенных загрязнений. В то же время длительное хранение и традиционная утилизация такого количества реагента исскуственно создают серьезную экологическую проблему.

Высокая экологическая и экономическая эффективность использования СОТС во многом зависит от технологии и технических средств приготовления, обработки и применения буровых растворов. Комплексная механизация и автоматизация этих процессов позволяет при минимальных затратах химических реагентов и других составляющих компонентов без потерь и загрязнения окружающей среды приготавливать высококачественные, экологически безопасные и строго регламентированные промывочные жидкости. Разработанная автором механизированная линия по приготовлению глинистого раствора позволила реализовать эти требования в условиях Житомирской ГРЭ [10]. Дальнейшее совершенствование по-

добных линий должно осуществляться в направлении автоматизации процессов дозирования составляющих компонентов и контроля качества производимой продукции.

При бурении поисково-разведочных гидрогеологических скважин высокая эффективность может достигаться при использовании комплексов с гидротранспортом керна совместно с эжекторными снарядами. В Житомирской ГРЭ испытан в производственных условиях, разработанный автором, специальный эжекторный снаряд для бурения комплексом КГК-100 в кристаллических породах штыревыми долотами диаметром 76–93 мм [11]. Применение этого снаряда позволяет исключить кольматацию и загрязнение водоносных горизонтов, предотвратить потери промывочной жидкости при поглощениях, сократить площадь нарушенных земель при устройстве циркуляционной системы. Кроме того, обеспечивается непрерывный контроль водопритока и опробования по шламу в процессе бурения. Улучшение очистки забоя от крупного шлама уменьшает интенсивность износа долот по наружному диаметру, что способствует повышению механической скорости и стойкости породоразрушающего инструмента.

Главным направлением в решении экологических проблем и повышения эффективности сооружения геологоразведочных скважин является уменьшение диаметров бурения. Анализ отечественного и зарубежного опыта использования малых диаметров показывает, что диаметр бурения по основным рудным полезным ископаемым можно уменьшить до 46–59 мм, а в некоторых случаях – до 36 мм, по угольным –до 76 мм [12]. Несмотря на это, использование малых диаметров в буровой практике Украины и стран – членов СНГ сокращается, наметилась тенденция к неоправданному увеличению диаметров бурения, что приводит к весьма ощутимому удорожанию буровых работ и в конечном итоге к экологическим последствиям. К основным причинам, сдерживающим развитие малых диаметров, следует отнести отсутствие отраслевой комплексной программы, стимулирующей решение данной проблемы, в которой должно быть предусмтрено совершенствование методик, стандартов, технических средств опробования скважинных геофизических исследований, а также расширения производства оборудования и инструмента для бурения малыми диаметрами. Для выполнения этой программы имеется достаточная база научно-экспериментальных исследований, разработок и практического опыта, особенно зарубежного, где малые диаметры являются основным диаметром бурения геологоразведочных скважин.

Развитие бурения малыми диаметрами приобретает свою актуальность в связи с необходимостью изучения глубинного строения северо-западной части Украинского щита (УЩ) с целью определения перспектив его нефтегазоносности [13, 14, 15]. Максимальная глубина скважины, пробуренная в этом регионе, достигла отметки 2005 м. Опыт сооружения этой скважины показал, что, используя легкосплавные бурильные трубы, ЭПЖ на основе ОСГ можно получить высокую эффективность алмазного бурения малыми диаметрами при глубине более 2000 м и достичь буровым станком ЗИФ-1200МР глубины до 3000 м. Это позволит существенно снизить стоимость буровых работ по сравнению с использованием нефтегазового бурового оборудования. В результате открывается большая перспектива по реализации проектов глубинных геологических и экологических исследований УЩ.

Выводы

На основании проведенных работ в современном экологическом аспекте определяются следующие высокоэффективные основные направления совершенствования техники и технологии геологоразведочного бурения:

1. Применение ресурсосберегающих технологий с использованием высокоэффективных СОТС на основе животных и растительных жиров, а также их аналогов.

2. Обработка буровых растворов экологически безопасными химическими реагентами (ПАА, гипан, ГКЖ, СЖК, сополимеры, МФАС, ПВАЭ, акрилатные латексы, метас, крахмалы, кальцинированная и каустическая сода).

3. Механизация и автоматизация процессов приготовления, обработки и применения промывочных жидкостей.

4. Использование современной технологии бурения с гидротранспортом керна совместно с эжекторными снарядами.

5.Уменьшение диаметров бурения.

6.Разработка экологических стандартов, предусматривающих использование высокоэффективных современных технологий проведения буровых работ как обязательное экологическое требование.

7. Установка строгих экологических ограничений, вплоть до полного запрещения, применения низкоэффективных устаревших ресурсорасточительных методов геологоразведочного производства.

Литература

1. Вдовиченко А. И. Новая технология приготовления эмульсионной промывочной жидкости // Разведка и охрана недр. –1991. № 4. – С. 23–25.
2. Вдовиченко А. И., Влияние эмульсионной промывочной жидкости на почву // Разведка и охрана недр. –1992–.№ 12. – С. 17–19.
3. Вдовиченко А. И., Шаповалов Ю. И. Эмульсионная промывочная жидкость на основе гудрона жирового, омыленного аммиачной водой / Пути повышения эффективности геологоразведочных работ: Тезисы докладов научн. техн. конф. ДГИ. Днепропетровск, 1990. – С. 17–19.
4. Вдовиченко А. І., Мартиненко І. І. Перспективи використання змащувальних добавок при бурінні та обробці порід алмазним інструментом / 3 Міжн. конф. Масма «Породоруйнівний та металообробний інструмент – техніка та технологія його виготовлення та використання», сел. Морське, 28 вер. –4 жовт. 2000 р. Зб. тез. –К., 2000. –С–19–21.
5. Давиденко О. М., Єрмаков М. П., Єсаулов Г. О., Лавриненко Л. М. Мастильно-холодильні технологічні системи . – Новомосковськ, 2007. –С. 141.
6. 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.
7. 7.Вдовиченко А. И. Результаты исследований почв, загрязненных промывочными жидкостями при бурении в северо-западной части Украинского щита // Геологический журнал. –1993. № 3 − С. 75–80.
8. Вдовиченко А. И. Влияние полимерных и эмульсионных промывочных жидкостей на агрохимические свойства почвы // Геоэкологические исследования и охрана недр: Научн. –техн. информ. сб. –М: АО «Геоинформмарк», 1993, Вып. 2. – С. 18–24.
9. Косаревич И. В., Карасева Э. В, Площадный В. Я. Экологичесие аспекты применения биогенных материалов в бурении // Геоэкологические исследования и охрана недр. Обзор ВИЭМС. – 1991. Вып. 3. – С. 56.
10. Вдовиченко А. И. Механизированная линия для приготовления глинистого раствора // Разведка и охрана недр. – 1991. № 10. – С. 36–37.
11. Вдовиченко А. И. Эжекторный снаряд для бурения комплексом КГК–100 // Разведка и охрана недр. –1992. № 3. – С. 21–22.
12. Вдовиченко А. І., Мартиненко І. І. До питання використання малих діаметрів буріння геологорозвідувальних свердловин / 4 Міжнародна конференція «Породоруйнівний та металообробний інструмент- техніка та технологія його виготовлення та використання», сел. Морське, 22–28 вер. 2001р. Зб. тез. – К., 2001. – С. 39–41.
13. Іпатенко С. П., Вдовиченко А. І. Перспективи буріння глибоких свердловин в нафтогазових басейнах закритого типу / 5 Міжнародна конференція «Породоруйнівний та металообробний інструмент – технологія його виготовлення та використання», сел. Морське, 21–27 вер. 2002 р. Зб. тез. –Київ, 2002.− С. 110–111.
14. Бондаренко В. П., Вдовиченко А. И., Ипатенко С. П., Трескин В. П. К вопросу бурения глубоких нефтегазовых скважин на Украинском щите // «Породоразрушающий и мета-

ллообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения»: – К.: ИСМ НАН Украины. –2003. – С. 69–75.
15. Вдовиченко А. И. Перспективы развития буровых работ на Украинском щите // «Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения» – Киев: ИСМ им. В.Н.Бакуля НАН Украины, 2006. С. 101–106.

Поступила 19.06.07

УДК 622.271+622.833

В. С. Глущенко, член-корр. Академии строительства Украины

ГП «Донецкий научно-исследовательский угольный институт»
г. Донецк, Украина

ОБ ИСПЫТАНИЯХ ОТЕЧЕСТВЕННОГО ГИДРОПЕРФОРАТОРА

The brief description is presented of the large test rig designed for study and construction parameters determination of hydraulic perforators. The first results of this testings is presented also. The basic units of the rig were developed by specialists of DONUGI then transferred to FED Enterprise Kharkov where its assembly and operation development was executed.

В нынешних условиях, когда практически перестала существовать действующая ранее в СССР добрая дюжина конструкторских бюро гидроперфораторостроения (в Украине, России, Казахстане, Киргизии), создание гидроперфораторов для горной промышленности осложнилось практическим бесправием оставшейся группы инженеров-энтузиастов, стремящихся реализовать свои наработки для совершенствования и производства этих буровых устройств [1,2]. Поэтому на последних международных выставках и симпозиумах горного оборудования в России (г. Москва, г. Ново-Кузнецк) и в Украине (г. Донецк) специалисты этих стран единодушно выражали надежду получить наконец в эксплуатацию гидроперфоратор БУР1515 [3-5] как добротное отечественное изделие.

В связи с этим следует изложить результаты испытаний этого гидроперфоратора, поскольку автор настоящей статьи является инициатором и организатором работ по созданию изделия БУР1515 и его стендовой испытательной базы [6], выполнявшихся творческим коллективом добровольно, без поддержки Кабмина, с решимостью иметь в перспективе отечественный ударно-вращательный гидробур даже на трудных, бесправных условиях, неофициально диктуемых коммерческими структурами.

По настоянию автора, руководителя разработки, комплекс заводских испытаний (приемо-сдаточных, предварительных, исследовательских, периодических) был организован не на заводе-потребителе («НГМЗ»), на заводе-изготовителе («ФЭД») данного изделия. В результате выполнения предварительных испытаний[1] установлено следующее.

ОБЪЕКТ ИСПЫТАНИЙ, МЕСТО И УСЛОВИЯ ИСПЫТАНИЙ

Предварительным испытаниям (далее – испытания) был подвергнут опытный образец гидроперфоратора или, согласно документации, гидравлической бурильной головки враща-

[1] Ответственные исполнители от завода «ФЭД»: Донченко Ф.Г. и Хилько Л.А.

тельно-ударного действия БУР1515, внешний вид которой изображен на фото (рис. 1), далее по тексту – бурголовка.

Рис. 1 Опытный образец БУР1515 на испытательном стенде.
(Бурение шпуров Ø 43 мм и скважин Æ 105 мм в гранитном монолите)

Опытная партия бурголовок состояла из четырех образцов, изготовленных Госпредприятием Харьковский машиностроительный завод «ФЭД». Все образцы согласно требованиям прошли приемо-сдаточные испытания, доводку и приняты УТК завода. Настоящий отчет отражает результаты испытаний одного из равноценных образцов. Разработчики РКД – творческий коллектив «Гидробур».

Бурголовка как рабочий орган бурового оборудования – бурильных установок и буровых станков – предназначена для высокопродуктивного бурения шпуров и скважин любой ориентации диаметром от 40 до 102 мм в горных породах крепостью от 6 до 20 ед. по Протодьяконову (80 – 240 МПа) при наземной и подземной эксплуатации, в том числе в шахтах, опасных по газу и пыли, при строительстве подземных сооружений, а также при добыче естественного камня – с целью снижения трудоемкости буровых операций на проходческих и добычных работах, устранения опасного и тяжелого ручного труда бурильщиков, обеспечения благоприятных условий труда и высокой производительности.

Основное климатическое исполнение бурголовки – У, категория размещения 5 (по ГОСТ 15150−69); группа условий эксплуатации – В5 (по ГОСТ 9.104−79).

Бурголовка состоит из двух узлов: вращателя и ударника, которые При работе на соответствующем буровом объекте обеспечиваются необходимой гидравлической энергией от местной станции гидропривода.

Управление работой бурголовки в составе бурового объекта (промышленный станок, установка, испытательный стенд) осуществляет оператор-машинист при помощи рукояток на пульте управления с рабочего места, оснащенного сидением (креслом) и при необходимости защитным козырьком. Регулятор энергии и частоты ударов имеет I, II, III позиции для частот 55, 65 и 75 Гц.

Энергосистема бурового объекта (базовой машины) должна обеспечить:

Давление на входе в ударный механизм, максимальное, МПа 24,0

Расход рабочей жидкости для ударного механизма,
максимальный, $дм^3/с$ (л/мин) 1,5 (90)

Давление на входе в гидромотор вращателя, максимальное,

МПа 17,5
Расход рабочей жидкости для вращателя, максимальный, $дм^3$/с (л/мин) 1,25 (75)
Усилие подачи на забой, максимальное, кН 19,6 (2000)
Скорость подачи на забой, максимальная, м/мин 3
Рабочая жидкость – масло МГЕ-46В (ТУ 38.001.347-87);
Тонкость фильтрации рабочей жидкости – 10мкм;
Охлаждение рабочей жидкости при работе бурголовки – до температуры не выше 55° С

Техническая характеристика бурголовки приведена в табл.1.

Таблица 1. **Основные параметры бурголовки по техническому заданию**

Наименование и размерность параметров	Величина
Ударная мощность, максимальная, кВт	15,0
Энергия удара, Дж	200 – 250
Частота ударов, 1/сек (1/мин)	75 – 55 (4500 – 3300)
Мощность вращения, максимальная, кВт	15,0
Крутящий момент, максимальный, Нм	400
Частота вращения, максимальная, об/с (об/мин)	6,0 (360)
Техническая скорость бурения в режимах по РД 24.073.18-90, м/мин, не менее: Ударно-вращательное ø42 мм (f=12-14 ед.) Вращательное ø42 мм (f=4-6 ед)	 1,9 2,4
Габариты, мм: Высота оси бурения над постелью, не более (для обеспечения взаимозаменяемости с аналогом СОР1238МЕ на УБШ) Высота верха корпуса над осью бурения, не более Ширина от оси бурения до крайней правой точки трубопроводной арматуры, не более Ширина от оси бурения до крайней левой точки корпуса, не более Общая длина (без хвостовика), не более	 147 85 180 125 1000
Масса, кг, не более	151

Шумовая характеристика бурголовки должна соответствовать приведенной в табл.2

Таблица 2. **Шумовая характеристика бурголовки**

Среднегеометрические частоты октавных полос, Гц	63	125	250	500	1000	2000	4000	8000	Уровень звука, ДБА
Уровень звуковой мощности, ДБ, не более	113	115	113	114	113	117	116	116	112

В состав бурголовки, предъявленной на испытания, вошли запасные части, инструмент и принадлежности в соответствии с ведомостью из технической документации.

Испытания проводились в сборочном цехе завода «ФЭД» на специально изготовленном стенде для испытания бурголовок СИБ (схема рис. 2), который является стационарно закрепленной на опорных швеллерах *1* серийной бурильной установкой в одноманипуляторном исполнении: платформа *2*, консоль *3*, энергоблок *4* с электродвигателем $N_{ном}$ = 55 кВт, место оператора *5*, пульт управления *6*, манипулятор *7*, бурголовка *8* на податчике *9* с буро-

вым инструментом *10*. Впереди жестко закреплен каменный монолит 11 (гранит, песчаник). Имеется система водообеспечения для охлаждения рабочей жидкости и промывки буримых шпуров в каменных монолитах. Стенд испытан с «эталонной» гидробурголовкой типа ГБГ 300−500 (с ударной мощностью 18,3 кВт), адаптирован для опытной бурголовки, имеющей более высокие параметры энергопитания, и аттестован комиссией завода для проведения предварительных испытаний с набором первоочередной измерительной аппаратуры (табл.3) преимущественно показывающего типа для измерения основных параметров (согласовано с метрологической службой завода).

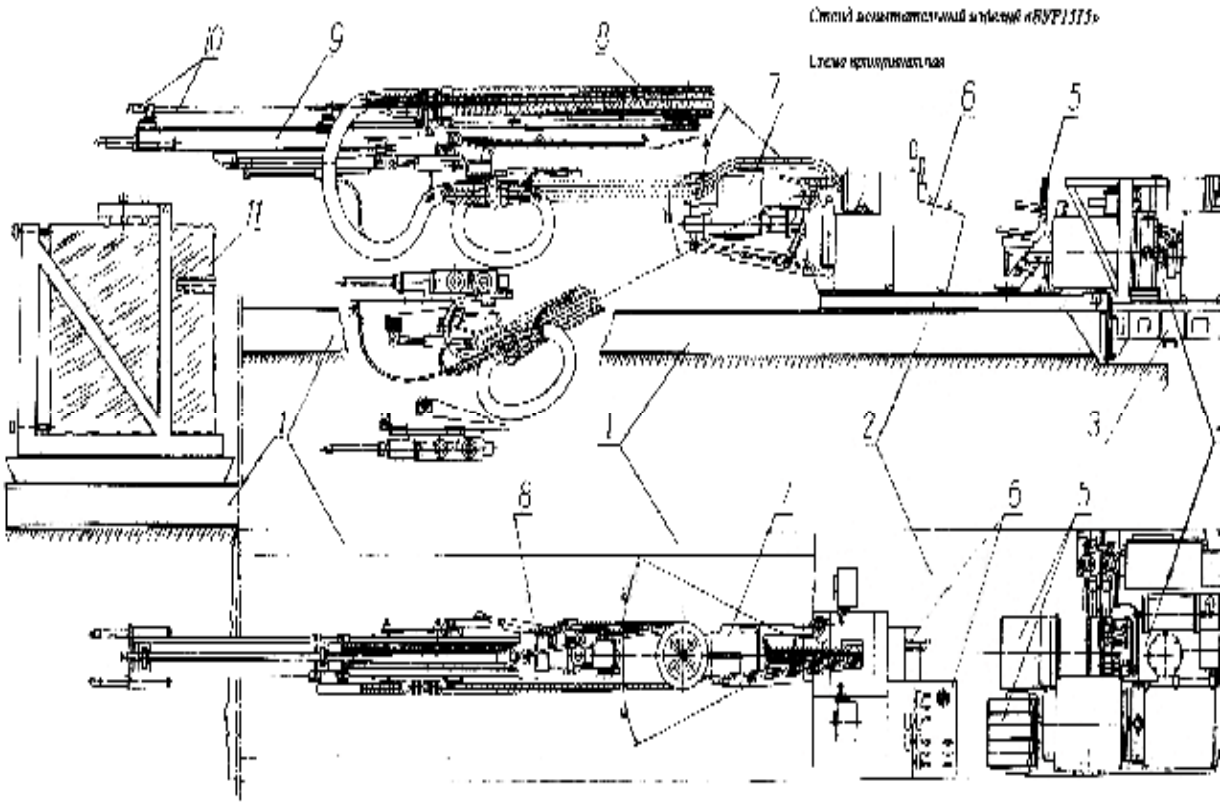


Рис. 2 Стенд испытательный изделий БУР1515 (Схема принципиальная)

Таблица 3. **Перечень измеряемых параметров в ходе испытаний бурголовки на стенде СИБ.**

Наименование параметра, диапазон измерения	Измерительный прибор
1	2
Давление в напорном канале вращателя, Рвр=0…400 кгс/см^2	Манометр, кл. 0,6
Давление в напорном канале ударника, Руд = 0…400 кгс/см^2	Манометр, кл. 0,6
Давление воды в системе орошения, Рв = 0…40 кгс/см^2	Манометр, кл. 1,5
Давление в гидроцилиндре подачи бурголовки Рп; усилие подачи Fп = Sцил Х Рп, кгс	Манометр, кл. 0,6
Частота вращения бурголовки n = 0…360 об/мин	Тахометр АТТ−6000
Частота ударов бурголовки, f = 0…75Гц	Частотометр ЭПЧ-150

Окончание табл. 3.

1	2
Скорость бурения, Vб = 0…2,5 м/мин	Электронный секундомер «Casio» Линейка измеритель-ная металлическая
Температура рабочей жидкости в маслобаке, Т = (15…60)°С	Пирометр CENTEP-350
Температура корпусов вращателя и ударника, Т = (15…60)°С	Пирометр CENTEP-350
Шумовая характеристика процесса бурения: частотные полосы (Гц), звуковая мощность (ДБ)	Спектроанализатор-шумомер фирмы «Брюль и Кьер»
Внутренние утечки гидросистемы ударника, не более 5 л/мин	Секундомер «Casio» Мерная емкость

Примечание. Измерение с регистрацией (на соответствующие носители информации) мгновенных значений динамических процессов, протекающих в бурголовке при бурении, должно осуществляться при исследовательских испытаниях по утвержденной программе с соответствующей регистрирующей аппаратурой.

Цель и задачи испытаний

Испытания проводились с целью проверки соответствия параметров бурголовки требованиям технического задания, рабочей конструкторской документации и определения возможности предъявления опытных образцов на приемочные испытания.

В задачи предварительных испытаний входят:

проверка работоспособности отдельных узлов и бурголовки в целом;

определение фактических величин параметров бурголовки;

проверка бурголовки на соответствие требованиям техники безопасности и промышленной санитарии;

проверка удобства управления, обслуживания и ремонта;

выявление конструктивных недостатков, дефектов изготовления для устранения их при доводочных работах до отправки машины на приемочные испытания.

Для достижения поставленных целей и решения задач испытаний *решающим фактором* было создание и пуск в эксплуатацию полномасштабного испытательного стенда бурголовок, обеспечивающего натурное бурение монолитных глыб естественного камня и измерение основных параметров испытываемого изделия.

Результаты испытаний

По внешнему виду, составу и конструктивному устройству бурголовка соответствует техническому заданию.

Крепления бурголовки к салазкам и салазок к податчику соответствуют технической документации. Надежность креплений и свобода перемещений (салазок – по направляющим, бурового инструмента – в люнетах) установлена в процессе подачи, забуривания, бурения и возврата бурголовки.

Заключительная часть приемо-сдаточных, предварительных испытаний, сопровождавшаяся измерением параметров при максимально возможных режимах нагружения бурголовки, осуществлялась после проведения на стенде серии пробных форсированных опытов бурения. Это позволило в начале опытов выявить отказы бурголовки, причины их возникновения и, следовательно, конструкторско-технологические недоработки. Они устранены корректировкой конструкции и технологии изготовления ряда деталей бурголовки.

Выявлены следующие недостатки в ряде деталей опытного образца:

1. Крышка пневмогидроаккумулятора не зажимает герметично мембрану, создавая утечки. Дефект устранен.
2. Плунжеры стопорятся в гнезде золотника ударника после включения его в работу, трудно извлекаются при разборке узла. Отказы устранены уменьшением внутреннего диаметра детали, повышением класса чистоты наружной поверхности, улучшением расположения детали в гнезде, введением внутреннего зацепа для удобства разборки узла.
3. Заклинивания вращателя бурголовки, приведшие к поломке приводного гидромотора, вызваны неудачной конструкцией опор вращателя, а также избыточностью продольных размеров сопряженных деталей, наглухо зажимаемых при сборке. Дефекты устранены оптимизацией размерной цепочки сопряженных деталей вращателя, а также принципиальным изменением конструкции опорно-вращательного узла. Эта конструкция, разработанная автором, оправдала себя при последующих испытаниях бурголовки и дальнейшем ее усовершенствовании.
4. Сборка упора вращателя с сопряженной деталью затруднена вследствие значительного натяга. Технология сборки улучшена путем охлаждения этой детали жидким азотом и нагревом сопряженной детали до 220°С.
5. В условиях «слепой» сборки малой и большой гильзы ударника повреждается направляющий штифт. Недостаток устранен с помощью изготовленного приспособления, центрирующего взаимное положение этих деталей и обеспечивающего гарантированное качество сборки.
6. После доработки ряда деталей бурголовки и ее сборки (в ходе приемосдаточных испытаний, проведения обкатки в течение 1 часа по программе и выполнения объема бурения на предварительных испытаниях) была проверена величина суммарных внутренних утечек гидросистемы ударника. Она составляла 4,2 л/мин при давлении в напорном канале ударника 10 МПа, что ниже допустимых утечек 5 л/мин.

В период испытаний опытным образцом бурголовки всего пробурено 29,5 м шпуров диаметром 43 мм в гранитном монолите, крепость которого установлена лабораторией Донуги в пределах 13,5–14,5 ед. по Протодьяконову, т.е. $\sigma_{сж}$=135–146МПа. Контрольное бурение регистрировалось на максимальном режиме энергообеспечения после выполнения каждого начального забуривания глубиной 100 мм. С целью экономии естественного камня и обеспечения максимальной энергии удара на буровом инструменте (штыревые и долотчатые трехперые коронки с резьбой ∅31К) бурение осуществлялось преимущественно на первой позиции регулятора энергии и частоты ударов. В результате проведенных доработок испытательного стенда в его существующем исполнении установлено, что максимальные энергетические возможности его станции гидропривода обеспечивают 90 – 95% требуемого энергообеспечения бурголовки. Впоследствии энерговооруженность повысили.

В ходе испытаний система энергопитания (энергоблок гидробурголовки) использовала только одну марку рабочей жидкости – масло 46В ТУ38.001.347–87. В напорной и сливной магистралях энергоблока применялись фильтры, обеспечивающие тонкость фильтрации рабочей жидкости 10 мкм.

Система подачи воды для охлаждения масла и промывки буримых шпуров снабжает стенд с расходом 34 л/мин при давлении 16,5 МПа. Эти параметры оцениваются как высокоэнергетические характеристики, идентичные параметрам водоподачи на шведских установках «Boomer».

В течение испытаний выполнено 26 опытов бурения шпуров ∅43 мм по гранитному камню с измерениями. Определены средние величины основных параметров по всем опытам бурения, которые как интегральная оценка результатов испытаний сведены в табл. 4.

Таблица 4. **Величины измеренных параметров в сравнении с параметрами, установленными в документации бурголовки (ТЗ, РКД).**

Наименование параметра и размерность	Величина параметра	
	по документам	измеренная
2	3	4
Ударная мощность, максимальная, кВт	15,0	-
Энергия удара, Дж	200…250	-
Частота ударов, 1/с (1/мин)	75…50(4500…3000)	75-52 (4500-3120)
Мощность вращения, максимальная кВт	15,0	-
Крутящий момент, максимальный, Нм	400	-
Частота вращения, максимальная об/с (об/мин)	6.0 (360)	-
Техническая скорость бурения в режи-мах РД24.073.18-90, м/мин, не менее: - ударно-вращательное ∅42 (f=12…14) - вращательное ∅42 (f=4…6)	 1,9 2,4	 2,07 -
Давление на входе в ударный механизм, максимальное, МПа	24	20
Расход жидкости ударником, $Дм^3$/с (л/мин), не более	1,5 (90)	1,3 (78)
Давление на входе в гидромотор вращателя, максимальное, МПа	17,5	15
Расход жидкости вращателем, $Дм^3$/с (л/мин), не более	1,25 (75)	1,16 (70)
Усилие подачи на забой, максимальное, кН (кгс)	19,6 (2000)	16,8 (1720)
Скорость подачи на забой, максимальная, м/мин	3	2,7
Конструктивные размеры (габариты), мм: Высота оси бурения над постелью, не более (для взаимозаменяемости с аналогом СОР1238МЕ) Высота верха корпуса над осью бурения, не более Ширина от оси бурения до крайней правой точки трубопроводной арматуры, не более Ширина от оси бурения до крайней левой точки корпуса, не более Общая длина (без хвостовика), не более	 147 85 180 125 1000	 147 85 180 125 970
Масса (сухая), кг, не более	151	143

Результаты измерения шумовых характеристик бурголовки даны в табл.5.

Таблица 5. **Данные измерения шума бурголовки на испытательном стенде.**

Среднегеометрические частоты октавных полос, Гц	63	125	250	500	1000	2000	4000	8000	Уровень звука, ДБА
Уровень звуковой мощности, ДБ	108	110	108	109	108	113	112	112	107

Температурный режим бурголовки в течение продолжительного времени работы (1 час) измерялся на специально поставленном эксперименте, дополняющем методику Программы испытаний.

Осуществлялась обкатка бурголовки бурением в гранитный монолит буровой коронкой ∅105 мм при давлении на ударнике 12 МПа и усилии подачи 10 кН. При температуре окружающей среды в цеху, равной 16,5°С, температура рабочей жидкости в маслобаке в течение часа работы монотонно поднялась до 49,5°С. При этом температура корпуса ударника достиг-

ла 53°С. Таким образом, благоприятный температурный режим бурголовки обеспечен эффективной системой охлаждения посредством теплообменника и мощной системы водоподачи.

Главный параметр бурголовки – скорость бурения, определяющий ее технико-экономическую эффективность, равна 2,07 м/мин, т.е. достигает уровня лучших мировых образцов (например, COP1238ME) даже при неполном энергопитании.

Измеренная шумовая характеристика бурголовки также соответствует лучшим мировым образцам, т.к. по уровню излучаемой звуковой мощности она несколько ниже, чем COP1238ME, тем не менее, по шумовому фактору она требует применения индивидуальных средств защиты.

Таким образом, бурголовка соответствует требованиям технического задания к рабочей конструкторской документации по составу, конструкторскому устройству, а также по техническим показателям. Выявленные ее конструкторские недостатки устранены на стадии предварительных испытаний.

Выводы и предложения

1. Предварительные испытания бурголовки БУР1515 считать законченными.
2. Опытный образец БУР1515 соответствует требованиям технического задания.
3. Рекомендовать опытный образец бурголовки БУР1515 для передачи на приемочные испытания.
4. Исследовательские испытания бурголовки провести параллельно приемочным испытаниям на усовершенствованном испытательном стенде СИБ с расширенным диапазоном энергопитания и необходимым комплектом регистрирующей аппаратуры согласно Программе и методике этих испытаний.

Дальнейшие этапы разработки

Заводские полигонные испытания, а затем и приемочные испытания изделия БУР1515 ещё заранее было намечено провести на базе новых электрогидравлических бурильных установок УБШ234, УБШ1400, изготовитель которых (Новогорловскийй машзавод) сообщил об этом в своих проспектах на международных выставках Mining 2000 – Mining2004 (г. Донецк). Однако эти бурильные установки не были изготовлены.

Творческий коллектив, разыскивая выход из создавшейся ситуации, договорился с Запорожским железорудным комбинатом провести приемочные испытания БУР1515 на базе импортных УБШ. Для адаптации опытной бурголовки к иному энергообеспечению зарубежных УБШ необходимо было провести на поверхности шахты комплекс полигонных испытаний, т.е. подготовить изделие в целом, а также специалистов к работе в подземных условиях. Однако руководство НГМЗ не обеспечило выполнение этих работ в сроки, заранее намеченные комбинатом, и тем самым приемочные испытания БУР1515 в промышленных условиях оказались неудачными, т.е. были сорваны.

В это время техническое руководство шахты им. А.Ф. Засядько, наблюдавшее на стенде завода «ФЭД» эффективное бурение гранита изделием БУР1515, посоветовало своему подшефному заводу «БУРАН» (г. Донецк) провести испытания БУР1515 у себя (на заводском полигоне, а затем и в шахте) на базе серийной установки УБШ255. Завод «БУРАН» (г. Донецк) приобрел у завода «ФЭД» опытную бурголовку БУР1515 и в условиях недостаточной (для БУР1515) энерговооруженности установки УБШ255 достигло скорости бурения гранита ($f \approx 16$ ед) не более 0,7 м/мин, что не соответствовало более высоким возможностям нового изделия. Поэтому его шахтные испытания с ограниченным энергопитанием были нецелесообразны.

Тем не менее, накопленный опыт разработки, изучение работы импортных перфораторов в Украине, анализ патентной литературы лучших западных «скалобуров» (rock drills) помогли автору обоснованно выполнить очередную стадию разработки – корректировку РКД по результатам предварительных и внеплановых испытаний. Создана принципиально новая конструкция БУР1515МГ – («Гвидон») с перспективной, патентно-чистой системой динамической стабилизации работы бурголовки и бурового става. Об этом творческий коллектив своевре-

менно и с надеждой поддержки логичной модернизации сообщил руководству НГМЗ. Однако руководители этого завода, стремясь организовать производство опытного перфоратора вне завода «ФЭД», отказались поддержать ТК «Гидробур», сепаратно оформив заявочные документы на предлагаемое изобретение в виде первоначального варианта опытного БУР1515.

Поэтому судьба нашей усовершенствованной разработки зависит от возможностей и таланта будущего спонсора разработки, потенциального хозяина нового изделия БУР1515МГ.

Литература

1. Глущенко В. С. Об инновационном возрождении техники бурения крепких пород как целостной межотраслевой системы машин // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения. – Киев: ИСМ им. В.Н. Бакуля, 2006.−с. 386−391.
2. Быков А. В., Глущенко В. С. Решить стратегическую межгосударственную проблему стран СНГ: эффективное бурение крепких пород при освоении недр и подземного пространства (Доклад на научной конференции Московского горного университета 18.01.07) //Вестник трудов МГГУ. −М: МГГУ, 2007. − с. 31−45.
3. Глущенко В. С., Донченко Ф. Г. и др. Создание и организация в Украине производства гидравлических бурильных головок (гидроперфораторов)// Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения. – Киев: ИСМ им. В.Н. Бакуля, 2006.−с.303−314.
4. Линенко-Мельников Ю. П., Алексеенко В. Ф., Глущенко В. С. Создание и применение в Украине буровой техники, заменяющей импортную продукцию//Інструментальний світ.−2003-№3(19).−с.24−29.
5. Головка бурильная гидравлическая БУР1515 (Экспонат и проспект Харьковского машиностроительного завода «ФЭД»).− Международные выставки горного оборудования “Mining-2004, “Mining-2006” (г.Донецк)
6. Глущенко В. С. Стенд для испытания гидроперфораторв // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения. – Киев: ИСМ им. В.Н. Бакуля, 2006.−с.331−332.

Поступила 04.07.07

УДК 622.243

Р. А. Гасанов, докт. техн. наук[1]**; И. Я. Ширали**[2]**,**
Р. Г. Амиров, кандидаты техн. наук[1]**, А. С. Волков,** аспирант[1].

[1] *Азербайджанская государственная нефтяная академия, г. Баку, Азербайджан*
[2] *Государственная нефтяная компания Азербайджанской республики, г. Баку, Азербайджан*

МОДЕЛИРОВАНИЕ И ОЦЕНКА ЭКСПЛУАТАЦИОННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК ШАРОШЕЧНЫХ КАЛИБРАТОРОВ В СТВОЛЕ НАКЛОННОЙ СКВАЖИНЫ

Methodic for calculating to the strength main elements of calibration is elaborated. Observed that the nominal diameter of inclined wells in the given drilling column riding collection by the roller gagger ensured completely lets down casing column before project depth.

При наклонном бурении и проработке ствола наклонных скважин в компоновке низа бурильной колонны калибраторы как основной элемент устанавливаются непосредственно над долотом (для сохранения диаметра скважины, стабилизации долота и для центрирования низа колонны). Следовательно, при рассмотрении напряженного состояния основных элементов калибратора необходимо разделить условия работы их как при установке непосредственно над долотом и как центрирующий элемент в составе колонны [1, 2, 3].

Широко применяются калибраторы типа КШЗ, они предназначены для работы вместе с долотом при вращательном бурении, проработке и калибровке ствола скважины до номинального диаметра, а также для центрирования забойного двигателя и колонны бурильных труб в наклонной скважине в процессе бурения.

При рассмотрении напряженного состояния калибратора в соответствии с выбранной схемой расчета (рисунок) жесткости компоновки уравнение изогнутой колонны бурильных труб имеет вид [4]

$$EJ\frac{d^2y}{dx^2}+P_Д y+q\int_0^x[y(x)-y(x_1)]\,\mathrm{dX}_1+M_1-\frac{qw^2}{g}\int(x-x_1)y(x_1)dX_1=-FX, \qquad (1)$$

где EJ –жесткость компоновки, мН.м^2;

$P_Д$ – осевая нагрузка, мН;

F – реакция опоры, мН;

w – угловая скорость, I/с

q – вес единицы длины компоновки, мН/м.

Введем обозначения

$$m^2=\frac{P}{EJ};\quad b=\frac{qw^2}{EJg};\quad g=\frac{F}{EJ};\quad e=\frac{\mathrm{q}}{EJ} \qquad (2)$$

Принимаем, что начальная форма оси компоновки описывается следующей функцией

$$y(0)=a\,\sin\frac{p\mathrm{x}}{l} \qquad (3)$$

где a -максимальный начальная прогиб компоновки;

l - длина компоновки.

После двукратного дифференцирования уравнения (1), с учетом начального прогиба и деления обеих частей на EJ, получим следующее дифференциальное уравнение

$$\frac{d^4y}{dx^4}+\left(m^2+ex\right)\frac{d^2y}{dx^2}+e\,\frac{dy}{dx}-b\;y=\frac{d^4y_0}{dx^4},$$

где

$$\frac{d^4y_0}{dx^4}=a\left(\frac{p}{l}\right)^4\cdot\sin\frac{px}{l}$$

Общее решение неоднородного уравнения $\left[\frac{d^4y}{dx^4}+m^2\frac{d^2y}{dx^2}-b\;\mathrm{y}(0)=0\right]$

$$y(x)=A_1\sin(n_1X)+A_2\cos(n_1X)+A_3e^{-n_2X}+A_{4e}{}^{n_2X}$$

Частное решение неоднородного уравнения

$$\left[\frac{d^xy}{dx^4}+m^2\frac{d^2y}{dx^2}-b\;\mathrm{y}(0)=a\left(\frac{p}{l}\sin\frac{px}{l}\right)\right];$$

где

$$y(0) = A_5 \sin\frac{px}{l}$$

Общее решение выражения (I)

$$y(x) = A_1 \sin(n_1 x) + A_2 \cos(n_1 x) + A_3 e^{-n_2 x} + A_4 e^{n_2 x} + A_5 \sin\frac{px}{l} \qquad (4)$$

где $A_5 = \dfrac{a\left(\dfrac{p}{C}\right)^4}{\left(\dfrac{p}{l}\right)^4 - m^2\left(\dfrac{p}{l}\right)^2 - b}$;

$n_1 = \sqrt{\dfrac{m^2}{2} + \sqrt{\dfrac{m^4}{4} + b}}$;

$n_2 = \sqrt{-\dfrac{m^2}{2} + \sqrt{\dfrac{m^4}{4} + b}}$.

Для определения коэффициентов A_1, A_2, A_3, A_4 используем граничные условия:

а) при $y(0) = 0$ из уравнения (4) $A_2 + A_3 + A_4 = 0$

б) при $y(l) = 0$ из уравнения (4) $A_1 \sin(n_1 l) + A_2 \cos(n_1 l) + A_3 e^{-n_2 l} + A_4 e^{n_2 l} = 0$

в) при $\dfrac{d^2 y_0}{dx^2} = 0$ из уравнения (4) $-A_2 (n_1)^2 + A_3 (n_2)^2 + A_4 (n_2)^2 = 0$

г) при $\dfrac{d^2 y_e}{dx^2} = 0$ из уравнения (4)
$$-A_1 (n_1)^2 \sin(n_1 l) - A_2 (n_1)^2 \cos(n_1 l) + A_3 (n_l)^2 e^{-n_2 l} + A_4 (n_2)^2 e^{n_2 l} = 0$$

Из условий (а) и (в) получим

$A_1 \sin(n_1)^2 - A_2 (n_2)^2 = 0$, т.е. $A_2 = 0$

Из условий (б) и (г)

$A_1 \sin(n_1 l) + A_1 (n_1)^2 \sin(n_1 l) = 0$, т.е. $A_1 = 0$

Из условий (а) и (б)

$A_3 + A_4 = 0$

Таким образом, решение уравнения (1) приобретет вид:

$$Y(x) = \frac{a\left(\dfrac{p}{l}\right)^4}{\left(\dfrac{p}{l}\right)^2 - m^2\left(\dfrac{p}{l}\right)^2 - b} \cdot \sin\frac{px}{l} \qquad (5)$$

Если учесть еще диаметральный зазор между калибратором и стенкой скважины, максимальный прогиб будет

$$Y_{общ} = \frac{a\left(\dfrac{p}{l}\right)^4}{\left(\dfrac{p}{l}\right)^4 - m^2\left(\dfrac{p}{l}\right)^2 - b} \cdot \sin\frac{px}{l} + d \qquad (6)$$

Диаметральный зазор определим по формуле

$$d = d_1 + \Delta + \frac{d_2 - \Delta_1}{2},$$

где d_1 −паспортная погрешность изготовления калибратора, согласно чертежам и условиям завода-изготовителя $d_1 = 0{,}7...0{,}8$*мм*;

Δ −расширение скважины относительно диаметра долота

$$\Delta = \frac{Д_К - Д_{СКВ}}{2} = 0{,}9...1{,}5мм;$$

d_2 – допустимая сработка калибратора. Многолетний опыт показывает, что после сработки диаметра калибратора более 4 мм он теряет свою калибрующую способность;

Δ_1 – уменьшение диаметра долота за полный рейс, для лопастных долот, $\Delta_1 = 3...4мм$.

Исходя из вышеуказанных величин, диаметральный зазор d между калибратором и стенкой скважины равен 0,006 м.

Следует отметить, что при роторном бурении на бурильную колонну, кроме осевой нагрузки и крутящего момента, воздействуют также центробежные силы, которые определяются по формуле

$$dF_ц(x) = \frac{qw^2}{g} \cdot Y(X)dx \qquad (7)$$

Подставляя полученные величины общего прогиба колонны (6) и уравнение (7) и интегрируя его, получим

$$F_ц(x) = \frac{qw^2}{g}\left[d\ l + \frac{a\left(\frac{p}{l}\right)^5}{\left(\frac{p}{l}\right)^4 - m^2\left(\frac{p}{l}\right)^2 - b} \right]$$

Зная осевую нагрузку на долото $Р_Д$, крутящий момент М и центробежные силы, определяем давление на стенки ствола скважины по формуле

$$R_a' = -\frac{F_ц(x)}{2} - \frac{M_1}{l} - F \qquad (8)$$

Если учесть, что калибратор, установленный в составе бурильной колонны, кроме центрирования колонны, производит частично проработку (расширение) ствола скважины, т.е. F=(0,06…0,08)$Р_Д$, то результирующая опорная реакция будет

$$R_a = \frac{F_ц(x)}{2} + \frac{M_1}{l} + (0{,}06...0{,}08)P_Д \qquad (9)$$

Ниже рассмотрим конкретный пример расчета опорной реакции сернино-выпускаемого шарошечного калибратора типа КЦЗ.

Калибраторы устанавливаются в компоновке, состоящей из УБТ диаметром 229 мм. При этом $EJ = 3{,}86 \cdot 10^3$; $q = 3{,}40$Н/М; $M_1 = 1{,}9$ Н/М. Над компоновкой расположены УБТ диаметром 203мм $\left(EJ = 1{,}79 \cdot 10^8; q = 2{,}13\text{ Н/М}\right)$. Оптимальная длина выбранной компоновки составляет $l = 4{,}55м$.

Кроме того, выбранная расчетная схеме компоновки имеет начальный прогиб $a_1 = 0{,}002$ на единицу длины, тогда общий прогиб $a = a_1\, l = 0{,}009$ вращается с угловой скоростью $w = 50$ 1/с.

Схема расчета жесткой компоновки (Рис. 1), имеющей первоначальный прогиб, с учетом центробежных сил.

Для вышеприведенных условий рассчитываем коэффициенты

$$m^2 = \frac{P}{EJ} = 0{,}097; \qquad b = \frac{\text{q}w^2}{\text{EJg}} = 0{,}025$$

Таким образом, опорная реакция для выбранной компоновки от центробежных сил составит

$$F_ц(x) = 0{,}56 \text{ МН}$$

Если бурят долотом диаметром 269,9 мм с осевой нагрузкой 25 МН, то опорная реакция будет

$$R_a = 0{,}46 \text{ МН}$$

Приведенный расчет показывает, что контактное давление со стенкой скважины значительно (в 3 раза) выше при работе калибратора в составе колонны, чем при работе калибратора, установленного непосредственно над долотом наклонно-направленных скважин.

Вышеприведенная методика использована для расчета на прочность основных элементов калибратора (ось, опора, шарошка и др.).

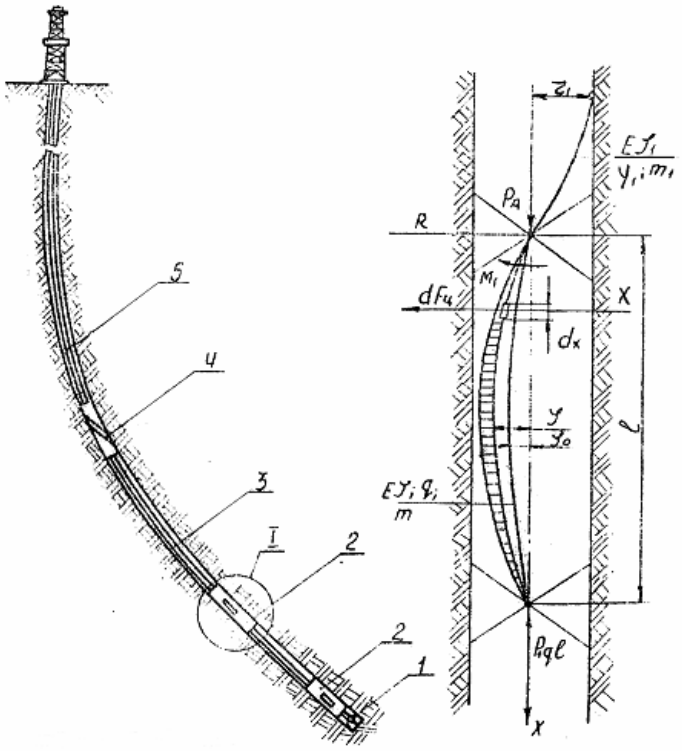


Рис. 1. Схема расчета жесткой компоновки, имеющей первоначальный прогиб с учетом центробежных сил:
1−долото; 2−шарошечный калибратор; 3−укороченные УБТ; 4−лопастной калибратор; 5-бурильные трубы.

Литература

1. Булатов А. И., Проселков Ю. М., Шаманов С. А. Техника и технология бурения нефтяных и газовых скважин. Учебник для вузов. Часть I. М.: Недра, 2003, 1006с.
2. Сеид-Рза Н. К., Фараджев Т. Г. причины сужений ствола и кавернообразований в бурящихся скважинах. Бурение, 1965, № 5, с. 9.
3. Яремийчук Р. С., Райхерт Л. А. Бурение стволов большого диаметра. М., Недра, 1977, с. 173.
4. Беляев В. М., Калинин А. Г., Солодский К. М., Федоров А. Ф. Расчет компоновок нижней части бурильной колонны. М., Недра, 1977, с.185.
5. Сеид-заде М. К., Фараджев Т. Г., Гасанов Р.А. «Предупреждение осложнений в кинетике буровых процессов». М.: Недра, 1991, 480 с.
6. Гасанов Р. А., Меджидов Г. Н., Керимов К. С., Меджидов Н. А., Амиров Р. Г Породоразрушающие инструменты на основе дисперсно-упрочненных материалов. Баку; Чашыоглы, 2000.− 308 с.
7. Бурение наклонных и горизонтальных скважин: Справочник/ А.Г. Калинин, Б.А. Никитин, К.М. Солодкий, Б.З. Султанов. М.: Недра, 2002.− 255 с.

Поступила 07.06.07.

УДК 622.24.065.23

С. В. Гошовский, докт. техн. наук[1]; **Б. Н. Васюк**, канд. техн. наук[2];
Д. А. Харитонов, инж[2].

[1]*Украинский государственный геологоразведочный институт (УкрГГРИ), г. Киев, Украина*
[2]*Днепропетровское отделение УкрГГРИ, г. Днепропетровск, Украина*

ПРОЕКТИРОВАНИЕ ПРОФИЛЯ НАПРАВЛЕННЫХ СКВАЖИН С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ КОМПЬЮТЕРНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ

There are consideration the question of the designing profile directional wells with employment of computer's technology.

При направленном бурении необходимо производить отклонение скважин от вертикали в заранее заданном направлении. Это позволяет с уменьшенными затратами времени и средств решать многие геологические задачи, в частности, обеспечивать возможность пересечения пластов горных пород и отложений полезных ископаемых в направлении, определяющем получение наиболее представительных керновых проб. При этом следует отметить, что технология направленного бурения достаточно сложна, поскольку связана с применением специальных технических средств для искусственного искривления скважин, аппаратуры для их ориентирования, шарнирных компоновок и т.д., комплексной методики проектирования профиля скважин, учитывающей целый ряд факторов. Ниже будет рассмотрен вопрос разработки индивидуального проекта профиля направленной скважины с использованием компьютерных технологий. Постановка данной задачи связана с отсутствием в производственных предприятиях Украины, выполняющих геологоразведочные работы на твердые полезные ископаемые, соответствующего программного обеспечения.

Для разработки проекта профиля направленной скважины установим ряд обозначений, определений и зависимостей. На рис.1 представлен схематический геологический разрез с крутопадающим рудным телом и профиль направленной скважины, его пересекающей. Для построения схематического геологического разреза и профиля скважины создано программное обеспечение в среде Borland Delphi. Обозначения на схеме:
m_o – мощность осадочных пород; $m_к$ – мощность коры выветривания; s – смещение забоя скважины от вертикали; l – глубина скважины; h – глубина скважины по вертикали; φ – угол падения рудного тела; q_0 – начальный зенитный угол скважины; $q_к$ – конечный зенитный угол скважины; γ – угол встречи рудного тела; H – условная глубина скважины по вертикали, соответствующая глубине скважины, зенитный угол заложения которой равен 0.

Следует отметить, что начальный зенитный угол скважины не может превышать 15°, что определяется допустимым углом поворота вращателя бурового станка. Угол встречи рудного тела буровым снарядом, обеспечивающий получение наиболее качественной керновой пробы, составляет 90°; экспериментально установлены допустимые пределы изменения указанного угла: γ = 60–90°.

Конечный зенитный угол направленной скважины рассчитывается по формуле:

$$q_к = j + g - 90^{\mathbf{0}}. \quad (1)$$

Суммарный угол искривления скважины:

$$\Delta q = q_к - q_0. \quad (2)$$

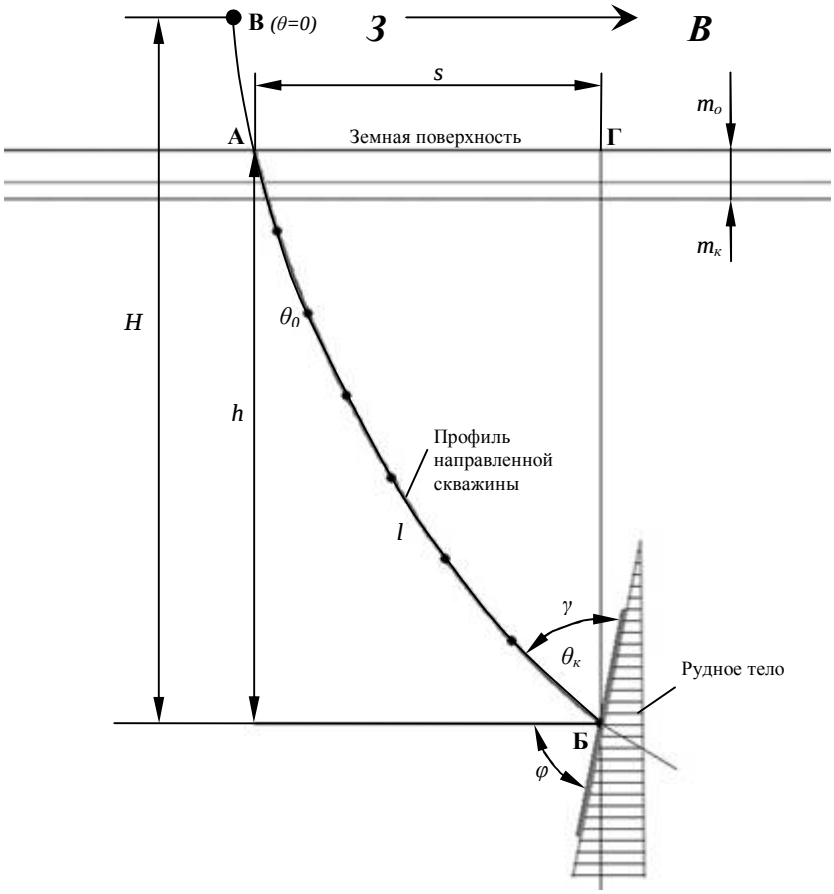


Рис. 1. Схема скважины, пересекающей крутопадающее рудное тело.

Интенсивность искривления скважины:

$$I = \frac{\Delta q}{h}, \text{ град/м.} \tag{3}$$

Интенсивность искривления скважины определяется как сумма интенсивности естественного (I_e) и искусственного (I_u) искривления:

$$I = I_e + I_u \tag{4}$$

I_e имеет знак плюс при увеличении зенитного угла скважины, знак минус – при его уменьшении.

Рассмотрим схему профиля скважины (рис. 2). Поскольку

$$tg\ q = s'(h), \tag{5}$$

полагая, что I является постоянной величиной по глубине скважины, после интегрирования (5) с учетом (3) получаем формулу:

$$s(h) = \frac{\ln \frac{1+tg(IH)^2}{1+tg(I(H-h))^2}}{2I}. \qquad (6)$$

Для визуализации (6) создано программное обеспечение.

После построения схемы геологического разреза и профиля направленной скважины выполняется разметка последнего с указанием проектных значений зенитного угла. При бурении направленной скважины производятся периодические измерения зенитных углов, сопоставления их значений ($q_ф$) с проектными величинами ($q_п$), выполняются определенные технологические операции, за счет чего обеспечивается проходка скважины по заданному направлению.

Равенство зенитных углов скважины проекту указывает на соответствие ее профиля запланированному.

Если проектный зенитный угол меньше фактического (рис. 3,а), применяются специальные технические средства для уменьшения зенитного угла скважины, например буровой снаряд повышенной жесткости. Если проектный зенитный угол больше фактического (рис. 3,б), применяются средства для увеличения зенитного угла скважины, например, шарнирные компоновки, обладающие пониженной жесткостью.

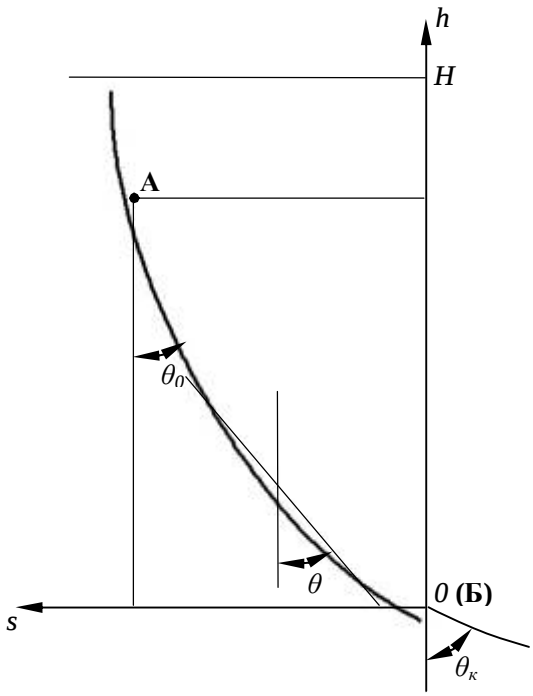


Рис. 2. Схема профиля направленной скважины.

Рассмотрим проектирование профиля направленной скважины для условий Восточно-Анновского участка Кривбасса. Мощность осадочных пород на участке 20 м, коры выветривания – 10 м, коренные породы представлены сланцами, амфиболитами, гранитами; зона минерализации имеет крутое падение.

Начальные данные:

$$j = 85°;\ g = 60°;\ q_0 = 12°;\ q_к = 55°\ (1);\ h = 350м;\ H = 448м;$$

$$I = 0{,}12\,{}^{град}\!/_{м};\ I_e = 0{,}03\,{}^{град}\!/_{м}.$$

С использованием созданного программного обеспечения выполняется построение схемы геологического разреза и профиля направленной скважины, пересекающей минерализованную зону; по профилю скважины выполняется разметка с шагом 50 м по шкале глубин, для точек разметки указываются проектные значения зенитных углов (рис. 4).

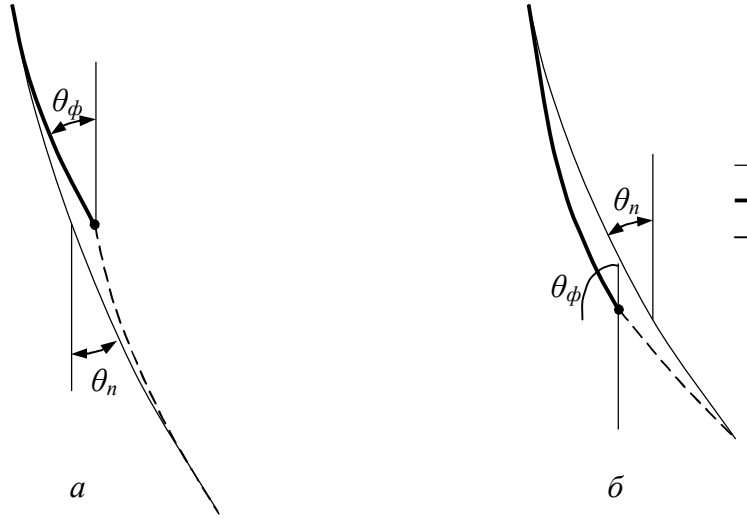


Рис. 3. Схема проектного и фактического профиля направленной скважины.

проектный профиль;
фактический профиль;
профиль после применения специальных технических средств

Представленная схема включает необходимую информацию для обеспечения проходки скважины по заданному направлению:

величину смещения забоя скважины от вертикали ($s = АГ$), которая определяет место установки бурового станка;

начальный зенитный угол скважины (q_0), который соответствует углу поворота вращателя бурового станка;

значение интенсивности искривления скважины *I*, определяющее технологию бурения направленной скважины; в рассматриваемом случае, поскольку $I_e < I$, необходимо применение технических средств для интенсификации искривления и увеличения зенитного угла скважины, например бурового инструмента пониженной жесткости;

величины зенитных углов по профилю скважины, которые позволяют в процессе бурения контролировать соответствие трассы скважины проекту, указывают на необходимость применения тех или иных технических средств для корректировки трассы скважины.

Выводы

1. Предложена зависимость: $s(h) = \dfrac{\ln \dfrac{1+tg(IH)^2}{1+tg(I(H-h))^2}}{2I}$ для проектирования профиля направленных скважин.

2. Разработано программное обеспечение в среде Borland Delphi для построения схематичного геологического разреза и профиля направленной скважины с его разметкой и указанием величин зенитных углов, что является информационным обеспечением бурения скважин в заданном направлении.

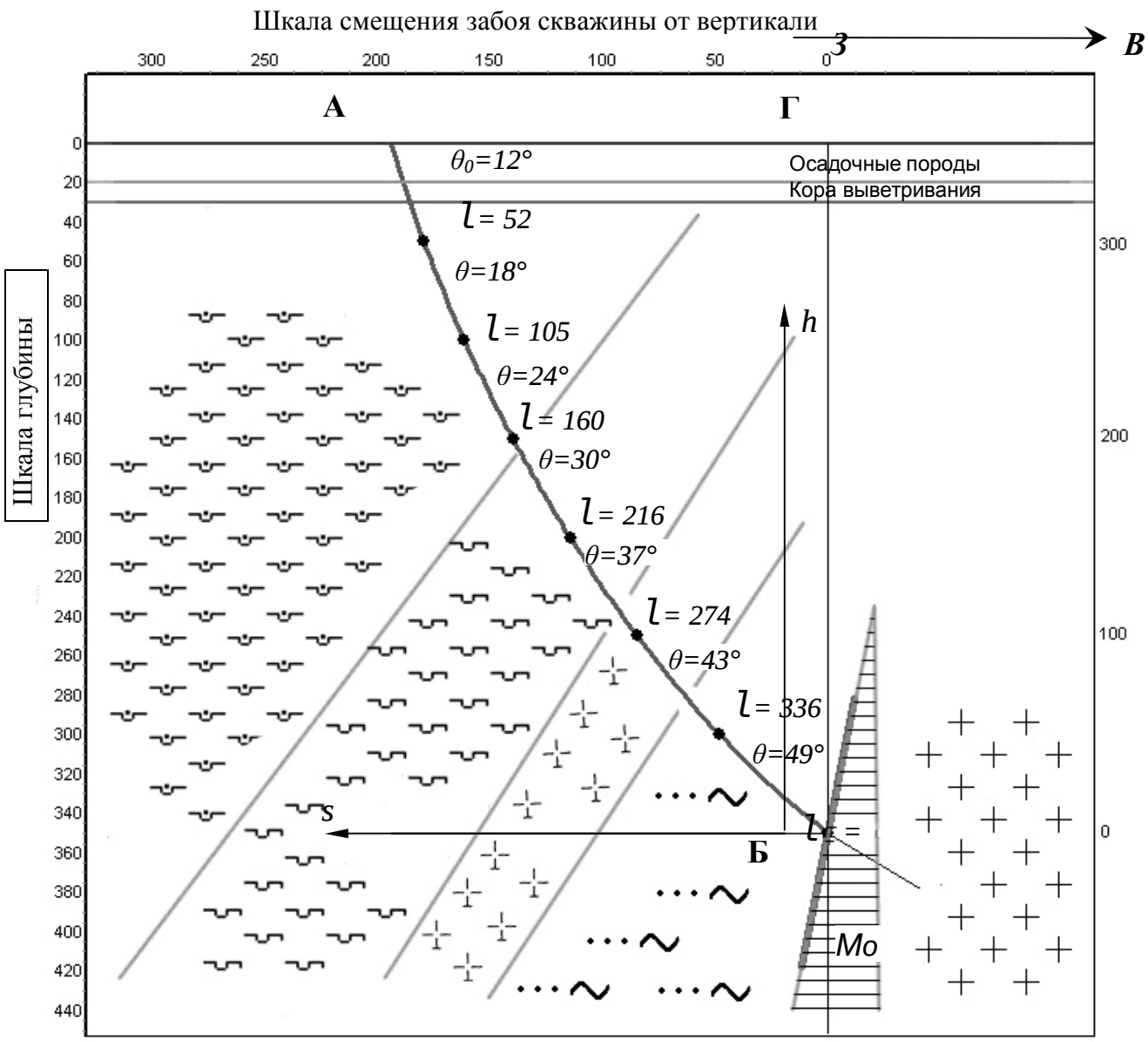


Рис. 4. Схема направленной скважины при разведочном бурении на Восточно-Анновском участке Криворожского бассейна.

сланцы кварц-серицитовые;

сланцы кварц-биотитовые;

граниты биотитовые;

амфиболиты разсланцованные;

Мо — *минерализированная зона;*

граниты плагиоклаз-микроклиновые, мелкозернистые.

$$а - q_n < q_ф;\ \ б - q_n > q_ф$$

Литература

1. Справочник инженера по бурению геологоразведочных скважин: в 2-х т. / Под общей ред. проф. Е. А. Козловского. – Т. 1. – М.:Недра, 1984. – 512 с.
2. Сулакшин С. С. Закономерности искривления и направленное бурение геологоразведочных скважин. – М.:Недра, 1964. – 294 с.

Поступила 25.06.07.

УДК 622.233 : 551.49

А.А. Кожевников, докт. техн. наук[1]; **С.В. Гошовский**, докт. техн. наук[2];
А.К. Судаков, **О.А. Пащенко**, кандидаты техн. наук[1],
А.А. Гриняк, инж. [3], **М.А. Колесников**, студ[1].

[1]Национальный горный университет, г. Днепропетровск, Украина
[2]Украинский государственный геологоразведочный институт, г. Киев, Украина
[3]Правобережная геологоразведочная экспедиция, с. Фурсы, Украина

АНАЛИЗ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ И ТЕХНИЧЕСКИХ ОСОБЕННОСТЕЙ ПРИМЕНЕНИЯ ОПУСКНЫХ ДВУХСЛОЙНЫХ ГРАВИЙНЫХ ФИЛЬТРОВ СО СЪЕМНЫМ ЗАЩИТНЫМ КОЖУХОМ

For cutting and equipment of water-supplying part of the hydrogeology's boreholes, represented heterogeneous, middle, fine-grained and dust's sands, the row of technologies and constructions of movable gravel filters is offered with the removable protective casing, analysis of which and is presented in this article.

При сооружении гидрогеологических скважин особенную сложность представляют вопросы, связанные со вскрытием водоносных горизонтов и оборудованием гравийными фильтрами водоприемной части скважин, представленных среднезернистыми, мелкозернистыми и пылеватыми песками. На сегодняшний день не существует надежной технологии создания в скважине гравийного фильтра с качественной гравийной обсыпкой.

В последнее время на кафедре техники разведки месторождений полезных ископаемых Национального горного университета ведутся работы по созданию нетрадиционных технологий оборудования водоприемной части скважины в пределах водоносных горизонтов, представленных среднезернистыми, мелкозернистыми и пылеватыми песками. Разработан ряд технологий оборудования гидрогеологических, геотехнологических скважин и конструкций гравийных фильтров.

Целью данной статьи является анализ технологий оборудования гравийными фильтрами со съемным защитным кожухом гидрогеологических скважин, предназначенных для питьевого и хозяйственного водоснабжения, а также для оборудования геотехнологических скважин [1–4].

Особенностью технологий применения гравийных фильтров со съемным защитным кожухом (рис. 1) является их сборка на дневной поверхности с формированием в пространстве между каркасом фильтровой колоны 9 и съемным защитным кожухом 2 при визуальном контроле гравийной обсыпки (при необходимости многослойной) с заданными физическими свойствами. После чего выполняются операции по транспортированию гравийного фильтра по стволу скважины до забоя, отсоединению съемного кожуха и последующего извлечения его из скважины на колонне бурильных труб на дневную поверхность.

Отличительной особенностью разработанных и предлагаемых к применению гравийных фильтров является то, что они содержат съемный защитный кожух 2, имеющий диаметр, максимально приближенный к диаметру водоприемной части скважины. Кожух 2 предназначен для формирования гравийной обсыпки и предотвращения нарушения ее сплошности до момента приведения фильтра в рабочее состояние, центрирования гравийного фильтра при установке в водоносном горизонте и т.д. При детальном рассмотрении конструкций гравийных фильтров только фильтр с жестким соединением съемного кожуха с башмаком шпильками (рис. 1, *а*) может иметь значительную длину фильтровой колонны. Сборка гравийного фильтра, наращивание фильтровой колонны по данной схеме производятся на устье скважины после присоединения съемного защитного кожуха 2 к башмаку 1 срезаемыми шпильками 16. Удерживание фильтра на устье от падения его в скважину осуществляется за счет хомутов закрепленных на съемном защитном кожухе 2 и опирающихся на стол ротора буровой установки. Остальные конструкции гравийных фильтров (рис.1. *б, в, г*) имеют ограничение по длине фильтровой колонны, обусловленное высотой мачты буровой установки. Кроме того, (рис. 1.*в* и 1.*г*) для предупреждения поднятия защитного кожуха 2 в процессе транспортировки гравийного фильтра к водоносному горизонту на колонне бурильных труб 11 и для обеспечения формирования качественной гравийной обсыпки в водоносном горизонте необходимо чтобы при сборке фильтра и в процессе его транспортировки выполнялось условие

$$l_н > l_в > l_з.$$

где $l_н$ – глубина посадки кожуха в штатное место в башмаке отстойника;

$l_в$ – величина свободного хода кожуха, ограниченного предохранителем;

$l_з$ – величина паза замка.

Транспортирование гравийного фильтра осуществляется на колонне бурильных труб 11, которые в зависимости от выбранной конструкции соединяются с фильтром посредством:

срезаемых шпилек 16, жестко соединяющих нижнюю часть съемного кожуха 2 с башмаком фильтра 1 и упора 13, жестко присоединенного к колонне бурильных труб 11. Колонна бурильных труб имеет возможность осевого перемещения, ограниченного упором 13 и предохранителем 15 (рис. 1, *а*);

муфты с левой резьбой 17, жестко установленной во внутренней полости отстойника 5, функционально выполненной совместно с обратным клапаном (рис 1, *б*);

Т- образного ключа 18, фиксирующего соосное положение каркаса фильтровой колонны 9 с корпусом съемного кожуха 2 (рис 1, *в*);

срезаемых шпилек 19, конструктивно расположенных в жестко закрепленном на бурильной колонне 11 упоре 13 и верхней части надфильтровой колонны 12 гравийного фильтра (рис 1, *в*).

Посадка гравийного фильтра в водоносный горизонт может осуществляться:

в раскрытый водоносный горизонт с проектным диаметром. В этом случае диаметр съемного кожуха должен быть максимально приближен к диаметру водоприемной части скважины;

в пилот-скважину малого диаметра, при этом его посадка осуществляется расширением водоприемной части гидровмывом с применением технической воды;

методом одновременного вскрытия водоносного горизонта и посадки гравийного фильтра гидровмывом. В этом случае, как и в предыдущем, устраняется явление кольматации водоносного горизонта. Для осуществления этих технологий вскрытия и посадок фильтра необходимо обеспечение площади размыва, которая бы соответствовала сечению съемного кожуха. В противном случае появится необходимость доставки по стволу скважины дополнительного гравия.

После того, как фильтр посажен на проектную глубину (рис. 1, *а*, 1, *г*), под действием осевой нагрузки, создаваемой весом бурильной колонны, происходит срезание шпилек с последующим извлечением съемного защитного кожуха 2 из скважины и оголением материала гравийной обсыпки.

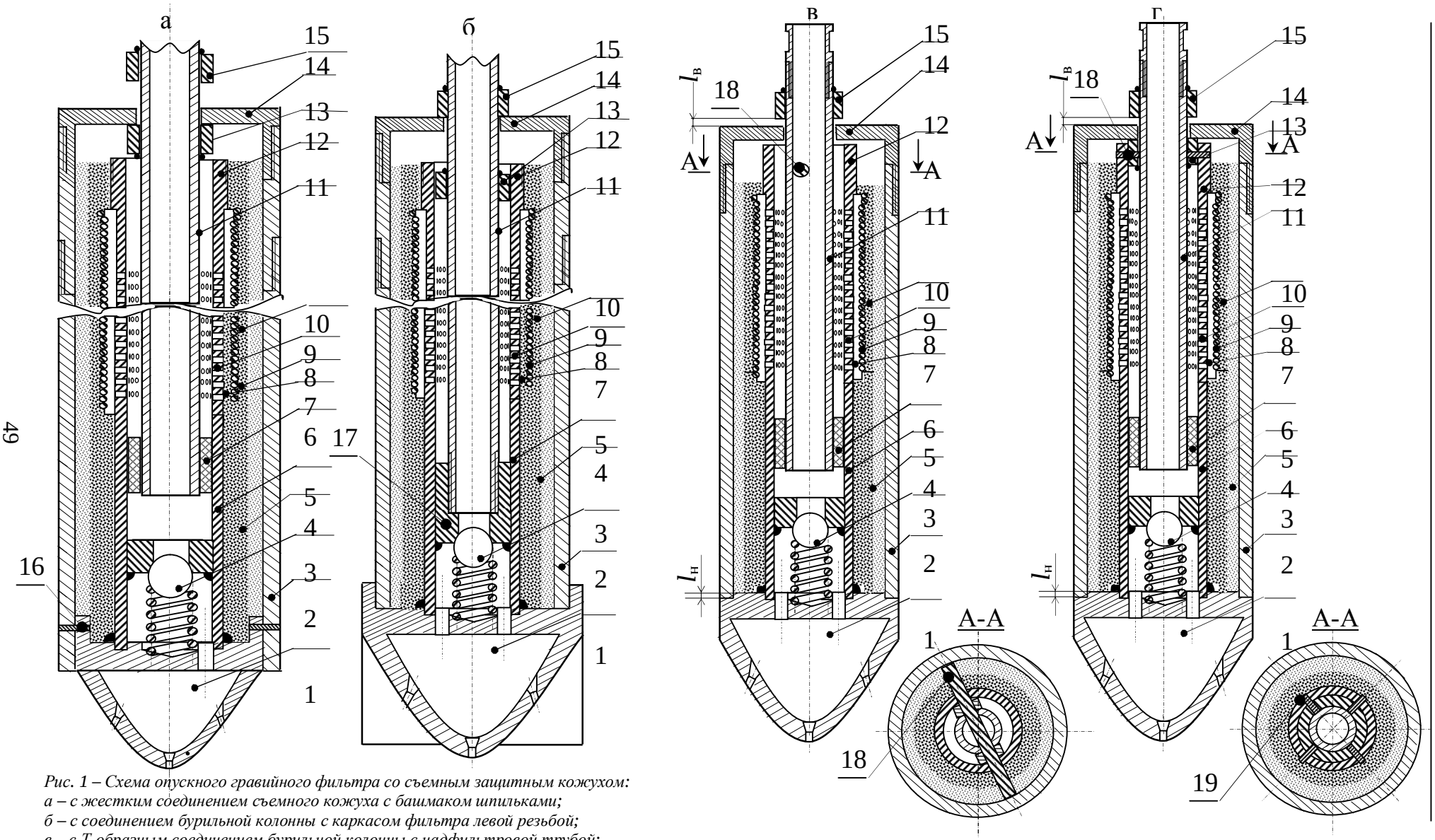


Рис. 1 – Схема опускного гравийного фильтра со съемным защитным кожухом:
а – с жестким соединением съемного кожуха с башмаком шпильками;
б – с соединением бурильной колонны с каркасом фильтра левой резьбой;
в – с Т-образным соединением бурильной колонны с надфильтровой трубой;
г – с жестким соединением бурильной колонны с надфильтровой трубой шпильками;
1–башмак; 2–съемный кожух; 3–обратный клапан; 4–материал внешнего слоя гравийной обсыпки; 5–отстойник; 6–сальник; 7–подкладные прутки; 8–проволочная обмотка; 9–трубчатый каркас фильтровой колонны; 10–внутренний слой гравийной обсыпки; 11–колонна бурильных труб; 12–надфильтровые трубы; 13—упор; 14—крышка кожуха; 15—предохранитель.

Выводы.

Технологии оборудования гидрогеологических скважин гравийными фильтрами со съемным защитным кожухом позволят:

уменьшить расход гравийного материала и времени на его транспортировку к водоносному горизонту;

избежать зависание гравийного материала при его транспортировке по стволу скважины;

улучшить качество гравийных фильтров за счет формирования при визуальном контроле на дневной поверхности гравийной обсыпки и при необходимости формирования многослойной обсыпки с заданными параметрами;

устранить вероятности образования зияющих пустот;

снизить вероятности пескования;

снизить гидравлические сопротивления при повышении эффективной пористости и др. При этом скважина будет оборудована гравийным фильтром с заданными и неизменными при транспортировке и установке в водоносный горизонт геометрическими и гидравлическими параметрами;

уменьшить количество буримых скважин, как минимум, в два раза.

Литература.

1. С. В. Гошовський, А. О. Кожевников, А. К. Судаков, О. А. Гриняк. Особливості обладнання гідрогеологічних свердловин опускними гравійними фільтрами зі знімним захисним кожухом.// Матеріали міжнародної конференції «Форум гірників – 2005», Т. 2. – Д.:НГУ. С. 263–266.
2. С. В. Гошовський, А. О. Кожевников, А. К. Судаков, О. А. Гриняк. Технологічні і технічні особливості застосування опускного двошарового гравійного фільтру зі знімним захисним кожухом.// «Породоруйнуючий та металооброблювальний інструмент – техніка та технологія його виготовлення і використання»: вип. 8. – К: ІНМ, 2005. С 49–51.
3. А. О. Кожевников, А. К. Судаков, А.А. Кононенко, С. В. Гошовський, О. А. Гриняк. Гравійний фільтр зі знімним захисним кожухом для обладнання водоприймальної частини гідрогеологічних свердловин. //Наук. пр. Донецького нац. техн. унів. Сер. «Гірничо-геологічна». Вип. 105. – Донецьк, ДонНТУ, 2006. С. 42–45.
4. А. О. Кожевников, С. В. Гошовський, А. К. Судаков, О. А. Гриняк. Технологія обладнання водоприймальної частини гідрогеологічних свердловин опускними гравійними фільтрами. //Матеріали міжнародної конференції «Форум гірників – 2006». Д.: НГУ. С. 263–266.

Поступила 26.06.07.

УДК 622.243

Д. М. Мартинюк, Я. В. Кунцяк, Я. С. Гаврилов, канд. техн. наук

ЗАТ «НДІКБ бурового інструменту», м. Київ, Україна

РЕЗУЛЬТАТИ ВИКОРИСТАННЯ НОВИХ КОНСТРУКЦІЙ ПОРОДОРУЙНІВНИХ ІНСТРУМЕНТІВ РІЗАЛЬНОЇ ДІЇ ПРИ ВІДБОРІ КЕРНА В ПОХИЛОСПРЯМОВАНИХ І ГОРИЗОНТАЛЬНИХ СВЕРДЛОВИНАХ

The article is devoted to development of PDC core bits for drilling of inclined and horizontal wells. Analytical researches and field tests indicate a necessity of new PDC bit designs for overall economics improvement of drilling inclined and horizontal wells with a downhole motor application. Development of the fixed cutter bit designs with low energy consumption is necessary. Four

PDC core bit designs with low energy consumption for drilling by downhole motors of inclined and horizontal wells were successfully tested and introduced.

Ефективне застосування породоруйнівних інструментів різальної дії, оснащених полікристалічними алмазними різцями (ПАР), при бурінні нафтогазових свердловин можливе тільки шляхом їх правильного підбору та розробки для заданих геолого-технічних умов, дотримання рекомендованих оптимальних параметрів режиму буріння і чіткої організації робіт. В останні роки підбір, розробка та параметри відпрацьовування бурових доліт з ПАР стали більш наближеними до конкретних умов застосування, що вимагає спільних зусиль дослідників, конструкторів, польових інженерів, технічних менеджерів і замовника.

Деякими зарубіжними компаніями створюються спеціальні команди, які здійснюють підбір долота або його проектування відповідно до геолого-технічних параметрів свердловини, бурового устаткування, що використовується, та рекомендованих параметрів робочого режиму [1].

Важливим завданням є розробка і впровадження породоруйнівних інструментів з ПАР для будівництва похило-спрямованих та горизонтальних свердловин (ПС і ГС), де утруднені підведення й контроль величини осьового навантаження на долото, а також існують обмеження з максимальних лінійних розмірів компоновок низу бурильної колони (КНБК). Проведені аналітичні і промислові дослідження показують, що негативний вплив на техніко-економічні показники буріння вибійними двигунами зазначених свердловин із застосуванням доліт різальної дії має їх підвищена енергоємність, зумовлена високим робочим крутним моментом [2]. Високий крутний момент призводить до перебоїв у роботі вибійного двигуна при чергуванні гірських порід за літологічним складом і твердістю або навіть незначному збільшенню осьового навантаження на інструмент.

Одним із перспективних напрямків вирішення даної проблеми вважається створення породоруйнівних інструментів різальної дії з пониженою енергоємністю роботи [3]. Зокрема нами створено ряд типорозмірів відповідних бурильних головок (бурголовок) для буріння вибійними двигунами ПС і ГС із відбіром керна.

Як відомо, при бурінні слабозцементованих (пухких), сильно тріщинуватих та піщано-глинистих гірських порід, які досить часто складають продуктивні горизонти, кут нахилу свердловини може спричинити недостатній для наступних досліджень рівень виносу керна [4]. Такі складні геолого-технічні умови вимагають застосування досконалої керновідбірної техніки та породоруйнівних інструментів із ПАР, які мають меншу динамічність роботи й вищий потенціал по стійкості в порівнянні з шарошковими бурголовками.

На відміну від суцільного буріння, ситуація ускладнюється ще й тим, що при ефективному осьовому навантаженні потужності вибійного двигуна має вистачати не тільки, щоб перебороти високий крутний момент бурильної головки різальної дії, але й на обертання керноприймального пристрою з масивним корпусом. Як відомо, в свердловинах з великими зенітними кутами КНБК лежить на нижній стінці свердловини, що значно збільшує зусилля тертя.

Слід зауважити також, під час буріння з відбором керна слід обмежувати самовільні зупинки вибійного двигуна, оскільки вони негативно впливають на збереженість стовпчика гірської породи і призводять до його втрат.

Зазначені чинники підтверджують актуальність створення для відбору керна породоруйнівних інструментів, оснащених ПАР, з пониженою енергоємністю буріння. Особливо важлива розробка нових конструкцій бурголовок різальної дії для свердловин малих діаметрів, в яких внаслідок зменшеного поперечного перерізу стовпчика гірської породи ускладнене збереження його цілісності.

В результаті проведених нами наукових досліджень було розроблено шість конструкцій породоруйнівних інструментів для відбору керна діаметром 100; 67 та 52 мм (табл. 1). Метою розробок було забезпечення ефективного відбору керна в продуктивних горизонтах ПС і ГС під час застосування вибійних двигунів.

З метою пониження енергоємності роботи профіль різальної частини бурильних голо-

вок виконано у вигляді двох форм – круглоступінчастої та обернено-конусної, які формують відповідно периферійну ділянку вибою і керноутворюючу поверхню.

Для буріння з відбором керна діаметром 100 мм в свердловинах, попередньо проведених шарошковими долотами діаметром 215,9 мм, розроблено бурголовки АП-212,7/100 МС із різною кількістю лопатей–8, 6 та 5 шт. (див. табл. 1). Вони сконструйовані для заданих умов використання в ПС і ГС з метою покращання техніко-економічних показників буріння.

Таблиця 1. **Бурильні головки, оснащені ПАР, пониженої енергоємності для буріння ПС і ГС з відбором керна**

Шифр бурильної головки		АП-212,7/100 МС-8/6/5	АП-144,4/67 МС	АП-123/52 МС	АП-118/52 МС
1		2	3	4	5
Діаметр, мм	Бурильної головки	212,7	144,4	123	118
	Керна	100	67	52	52
Кількість, шт.	Лопатей	8/6/5	6	6	6
Кількість, шт.	ПАР	28/21/18	13	11	11
	Клиновидних вставок	28/21/17	11	10	10
	Калібрувальних вставок	56/42/35	51	52	52
	Керноутворюючих вставок	16/12/10	12	12	12
Приєднувальна різьба		З-161 за ГОСТ 28487–90	МК-112х4х1:32 за ОСТ39-226–91	МК-94х4х1:32 за ОСТ39-226–91	МК-94х4х1:32 за ОСТ39-226–91

У табл. 2 наведено прогнозні енергетичні характеристики роботи серійної ИСМ АП-212,7/100 МС та нових АП-212,7/100 МС-8/6/5 конструкцій бурильних головок, визначених за допомогою розробленої нами математичної моделі [5]. Розрахунки здійснено для умов буріння однорідних м’яких і середньої твердості порід за рекомендованого допустимого максимального осьового навантаження G = 70 кН та кутової швидкості обертання w = 2 с$^{-1}$.

Таблиця 2. **Прогнозні енергетичні характеристики роботи серійної ИСМ АП-212,7/100 МС та нових АП-212,7/100 МС-8/6/5 конструкцій бурильних головок**

Шифр бурильної головки	Гірські породи	A_V, x10^7 Нм/м^3	M, кНм	v_M, x10^{-3} м/с
ИСМ АП-212,7/100 МС	Середньої твердості	23,27	5,61	17,57
	М'які	5,18	5,92	83,27
АП-212,7/100 МС-8	Середньої твердості	17,67	4,54	18,72
	М'які	3,84	5,05	95,93
АП-212,7/100 МС-6	Середньої твердості	16,18	4,58	20,62
	М'які	3,51	5,09	105,63
АП-212,7/100 МС-5	Середньої твердості	15,54	4,60	21,56
	М'які	3,37	5,10	110,49

Як випливає з розрахункових величин, наведених у табл. 2, конструкції бурголовок пониженої енергоємності роботи мають кращі показники у порівнянні з серійним інструментом під час буріння порід м'яких і середньої твердості щонайменше за величиною:

питомої об'ємної роботи руйнування A_V – в 1,32–1,35 рази;

необхідного крутного моменту M – в 1,17–1,24 рази;

механічної швидкості v_M – на 6–13 %.

Зменшення кількості лопатей від 8 до 5 дозволяє досягти при бурінні порід різної середньої твердості:

пониження величини A_V більше, ніж на 12 %;

підвищення v_M не менше, ніж на 13 %.

Породоруйнівні інструменти під шифрами АП-144,4/67 МС, АП-123/52 МС та АП-118/52 МС (див. табл. 1) призначені для буріння з відбором керна у свердловинах малих діаметрів відповідно 146; 124 і 120,6 мм.

Виготовлення всіх дослідних зразків і партій бурильних головок з пониженою енергоємністю проводилось на Експериментальному заводі Інституту надтвердих матеріалів (ІНМ) імені В. М. Бакуля НАН України. Для оснащення породоруйнівних інструментів використано алмазно-твердосплавні пластини виробництва ІНМ. Всього виготовлено п'ять конструкцій бурголовок із запропонованим найменш енергоємним профілем різальної частини для заданих умов буріння ПС і ГС: АП-212,7/100 МС-8, АП-212,7/100 МС-5, АП-144,4/67 МС, АП-123/52 МС і АП-118/52 МС.

Промислові випробування та впровадження розроблених породоруйнівних інструментів здійснювали під час буріння вибійними двигунами ПС і ГС на нафтогазових родовищах ВАТ «Укрнафта» й ВАТ «Татнефть». На даний час отримано результати відпрацювання чотирьох конструкцій бурильних головок із пониженою енергоємністю роботи: АП-212,7/100 МС-8, АП-144,4/67 МС, АП-123/52 МС і АП-118/52 МС (табл. 3).

Усього під час відбору керну в ПС і ГС було використано таку кількість породоруйнівних інструментів за типорозмірами:

АП-118/52МС – 2 шт.;

АП-123/52МС – 3 шт.;
АП-144,4/67МС – 3 шт.;
АП-212,7/100 МС-8 – 15 шт.

Сумарний економічний ефект від використання бурильних головок з пониженою енергоємністю роботи під час буріння вибійними двигунами ПС і ГС становив більше 440 тис. грн.

Найвагоміші результати відпрацювання отримано для бурильних головок з пониженою енергоємністю АП-212,7/100 МС-8, які використано при відборі керна в ПС і ГС на родовищах ВАТ «Татнефть» 15 шт. Нами здійснено порівняння техніко-економічних показників роботи – відносної вартості метра проходки і механічної швидкості буріння – для нових АП-212,7/100 МС-8 та серійних ИСМ АП-212,7/100 МС (виробництва ІНМ НАН України) 11 шт.; БИТ-212,7/100 С92 (ТОВ НВП «Буринтех», Росія) 9 шт.; У-212,7/100 ST-37C (СП ЗАТ «Удол», Росія) 7 шт. конструкцій бурголовок, оснащених ПАР, які застосовувались співробітниками ЗАТ «НДІКБ бурового інструменту» при відборі керна в зазначеному регіоні.

Зважаючи на обмеження проходки за рейс під час буріння з відбором керна, яке визначалось максимальною довжиною керноприймальника і становило не більше 7 м., та широкий часовий діапазон на допоміжні операції (видалення керна з керноприймального пристрою, промивання свердловини тощо), що не залежали від якості породоруйнівного інструменту, вираховували відносну вартість 1 м проходки. Нами прийнято у першому наближенні однакові умови відпрацювання або однакові витрати часу на спуско-підіймальні та допоміжні операції для всіх бурголовок, а зазначена відносна вартість визначалась за формулою:

$В_{мп} = В_{бг}/П_с$,

де $В_{бг}$ – вартість бурильної головки, грн.;

$П_с$ – середня проходка на бурголовку, м.

В наслідок розрахунків отримано, що відносна вартість 1 м проходки для бурильних головок АП-212,7/100 МС-8 із пониженою енергоємністю роботи в 1,3 – 1,6 разів менша за аналогічні показники серійних породоруйнівних інструментів за вищої в 1,3 – 2,2 разів механічної швидкості буріння.

Таблиця 3. **Показники роботи бурильних головок із пониженою енергоємністю руйнування гірських порід під час відбору керна в ПС і ГС**

Шифр і номер бурголовки / номер свердловини, родовище	Інтервал буріння		Параметри стовбура свердловини		Показники поглиблення				
	Від	До	Зенітний кут, град.	Відхилення від вертикалі, м	Проходка, м	К-сть рейсів, шт.	Мех. швидкість буріння, м/год.	Вихід керна	
								м	%
АП-118/52 МС № 33316 / 155, Качанівське	2117,0	2169,0	44–45	55	23,9	17	0,92	21,7	91
	2197,0	2197,7	91	120	0,7	1	1,4	0,7	100
Усього на бурильну головку АП-118/52 МС № 33316			44–91	55–120	24,6	18	0,92	22,4	91
АП-123/52 МС № 33167 / 4583г, Бавлинське	1531,0	1557,0	89,5–90,5	520–540	20,0	20	4,2	20,0	100

Окончание таблицы 3

АП-144,4/67 МС № 33165 / 38288г, Куакбашське	924,8	931,8	90,0	375	7,0	3	5,18	7,0	100
АП-144,4/67 МС № 33165 / 37805г, Куакбашське	1027,0	1067,0	88,7	447	21,2	10	3,76	18,4	86,8
АП-144,4/67 МС № 33165 / 38151г, Куакбашське	851,0	861,0	39,0	281	10,0	4	2,4	10,0	100
Усього на бурильну головку АП-144,4/67 МС № 33165			39,0–90,5	281–540	38,2	17	3,6	35,4	92,7
АП-212,7/100 МС-8 № 32783 / 1073г, Ашалчинське	1361,0	1461,0	88–91	1020	100,0	21	1,9	99,0	99,0
АП-212,7/100 МС-8 № 33491 / 38275г, Куакбашське	939,0	1010,0	72	710–737	71,0	19	1,42	71,0	100

Висновки

1. В результаті проведених аналітичних і промислових досліджень визначено, що для покращання техніко-економічних показників відбору керна в похило-спрямованих та горизонтальних свердловинах під час використання вибійних двигунів, необхідне створення породоруйнівних інструментів різальної дії з пониженою енергоємністю буріння.

2. За результатами проведених досліджень розроблено й виготовлено п’ять конструкцій бурильних головок із запропонованим найменш енергоємним профілем різальної частини для заданих умов буріння похило-скерованих та горизонтальних свердловин.

3. Успішно випробувано і впроваджено при відборі керна в похило-спрямованих та горизонтальних свердловинах такі конструкції бурильних головок з пониженою енергоємністю буріння: АП-118/52 МС, АП-123/52 МС, АП-144,4/67 МС та АП-212,7/100 МС-8.

4. Найбільш вагомі результати відпрацювання отримані для бурильних головок з пониженою енергоємністю роботи АП-212,7/100 МС-8, яких використано при відборі керна в похило-спрямованих і горизонтальних свердловинах на родовищах ВАТ «Татнефть» 15 шт. Відносна вартість 1 м проходки для них в 1,3 – 1,6 разів менша за аналогічні показники серійних породоруйнівних інструментів за вищої в 1,3 – 2,2 рази механічної швидкості буріння.

Література

1. Cory C., Turner E. Case-specific designs improve drill bit performance // Oil & Gas Journal. – Mar. 17, 2003. – P. 56 – 59.
2. New PDC design process solves challenging directional application in Abu Dhabi onshore fields / Al-Suwaidi A., Abou Soliman A., Klink Z., Isbell M., Dykstra M. and Jones C. // Paper SPE 79796 presented at the SPE/IADC Drilling Conference, The Netherlands. – 19-21 February, 2003.
3. Мрозек Р. Є. Удосконалення техніки та технології відбору керна в похило спрямованих та горизонтальних свердловинах: Дис. канд. техн. наук: 05.15.10 / Івано-Франківський нац. техн. університет нафти і газу. – Івано-Франківськ, 2004. – 127 с.
4. Кунцяк Я. В., Мартынюк Д. М., Молодило В. И. Повышение эффективности бурения на-

клонно-направленных и горизонтальных скважин // Нефтяное хозяйство. – 2007. – № 1. – С. 36–39.

5. Кунцяк Я. В., Мартинюк Д. М. Математична модель для розрахування раціональної форми різальної частини долота // Нафтова і газова промисловість. – 2006. – № 3. – С. 12 – 16.

Поступила 19.06.07.

УДК 622.024

А. М. Исонкин, Р. К. Богданов, А. П. Закора, кандидаты техн. наук

Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев, Украина

СВЯЗЬ ИЗНОСА АЛМАЗНЫХ ИМПРЕГНИРОВАННЫХ БУРОВЫХ КОРОНОК С ИНТЕНСИВНОСТЬЮ РАЗРУШЕНИЯ ГОРНОЙ ПОРОДЫ

The durability analysis of impregnated drill bits has been presented for different rock failure intensities. The variation of rock failure intensity is attainable by changing the correlation between the rotational speed and the axial load.

Анализ данных о перспективах развития техники геологоразведочного бурения говорит о том, что алмазное бурение на ближайшее время останется одним из основных технологических методов геологической разведки месторождений полезных ископаемых. При этом совершенствование технологии алмазного бурения направлено на повышение частоты вращения бурового снаряда и внедрение нового, более мощного бурового оборудования, обеспечивающего бесступенчатое регулирование частоты вращения.

Одним из основных параметров, определяющих уровень технологии и техники алмазного бурения, является окружная скорость породоразрушающего инструмента. О больших перспективах повышения данного параметра можно судить по результатам исследований, проведенных ведущими в области бурения фирмами: «Atlas Copco» (Швеция), «Diamond Boart» (Бельгия) и «Christensen» (США) [1].

Однако влияние окружных скоростей на показатели бурения не может рассматриваться в отрыве от такого параметра, как осевая нагрузка на инструмент. Известно, что её повышение до определенного предела сопровождается ростом механической скорости бурения. При дальнейшем повышении осевой нагрузки механическая скорость уменьшается, а износ коронок резко увеличивается в связи с нарушением режима охлаждения их рабочего торца [2].

Комплексным показателем, отражающим эффективность разрушения породы под влиянием осевой нагрузки и частоты вращения, является величина углубки за один оборот. Этот показатель может служить критерием оптимизации параметров режима бурения. При этом поиск рационального значения соотношения осевой нагрузки и частоты вращения (окружной скорости) должен вестись в пределах технических параметров, обеспечиваемых используемым буровым оборудованием, и предельно допустимой для данной горной породы углубки за один оборот.

Необходимая механическая скорость бурения алмазным породоразрушающим инструментом может быть достигнута при различном парном сочетании таких основных режим-

ных параметров, как частота вращения n и осевая нагрузка P. При этом на каждом из сочетаний n и P обеспечивается определенная интенсивность разрушения горной породы, которая определяется объемом разрушенной породы за единицу времени.

При работе буровой коронки алмазные зерна создают на её рабочем торце прерывистую режущую кромку. Несмотря на различную степень обнажения алмазов на рабочей поверхности, максимальная и средняя высота их выступания из матрицы существенно зависит от качества алмазного сырья, режимов бурения и физико-механических свойств разрушаемой горной породы.

Работоспособность алмазов при вращательном бурении в значительной степени обусловлена возможностью выдерживать высокие изгибающие напряжения.

Изгибающие напряжения, испытываемые единичным алмазным зерном при внедрении его в породу под действием осевой нагрузки и вращательном движении по поверхности полупространства забоя скважины, выразим в виде

$$s_{u} = \frac{M_{u}}{W}, \tag{1}$$

где M_u – изгибающий момент, действующий на единичный алмазный резец, Н/м;

W – момент сопротивления, м^3; при этом M_u определим, согласно выражению:

$$M_{u} = \frac{f_T P_{oc} R_{cp}}{n_S S_k Z_a}, \tag{2}$$

где: f_T – коэффициент трения алмаза о породу;

P_{oc} – осевая нагрузка, Н;

R_{cp} – средний радиус буровой коронки, м;

Z_a – коэффициент, учитывающий количество активных зерен алмазов, выступающих из матрицы и разрушающих породу: Z_a = 0,17 – 0,20;

n_s - количество алмазов на единице рабочей площади буровой коронки, шт./см^2;

S_k – площадь рабочего торца коронки, см^2.

Составная часть выражения (2)

$$\frac{P_{oc}}{n_S S_k Z_a} = P_a \tag{3}$$

представляет собой осевую нагрузку P_a, которую следует приложить к единичному алмазу, чтобы внедрить его в породу на глубину h_a.

Выражение для определения нагрузки P_a имеет вид

$$P_a = \frac{D_a h_a}{2{,}12q}\sqrt{\left(1-\frac{2h_a}{D_a}\right)\frac{s_p}{E}}, \tag{4}$$

где: D_a – диаметр алмазного зерна, мм;

h_a – глубина внедрения алмазного зерна в горную породу, мм;

q – константа породы, $q = \frac{1-n^2}{E}$, мм^2/Н;

n – коэффициент Пуассона;

s_p – предел прочности породы на растяжение, Па;

E – модуль упругости породы, Па.

Заменив (3) на (4) в (2), получим

$$M_u = \frac{f_T R_{cp} D_a h_a}{2{,}12q}\sqrt{\left(1-\frac{2h_a}{D_a}\right)\frac{s_p}{E}} \quad . \tag{5}$$

Сделаем допущение, что сфера – основная форма алмазов в буровой коронке. С учетом этого величину момента сопротивления W алмазного зерна с максимальной высотой выступания $H_{ам}$ определим как

$$W = \frac{J_x}{H_{ам}} = \frac{p D_a^4}{64 H_{ам}} \quad , \tag{6}$$

где: J_x- момент инерции, мм^4.

Подставив (5) и (6) в (1), получим

$$s_u = \frac{30{,}2 f_T R_{cp} h_a H_{ам}}{p D_a^3 q}\sqrt{\left(1-\frac{2h_a}{D_a}\right)\frac{s_p}{E}} \quad . \tag{7}$$

Согласно (2), предел прочности алмазов на изгиб (за исключением случаев скалывания алмазов при разрушении породы) не должен превышать

$$s_u \le y\, s_в \le \frac{P_{рн} K_{ТП}}{S_{аз}} \le \frac{4y\, P_{рн} K_{ТП}}{p D_a^2} \quad , \tag{8}$$

где: y – коэффициент взаимосвязи пределов прочности на изгиб и сжатие, y = 0,1– 0,25;

$s_в$ – предел прочности алмаза на сжатие, Па;

$P_{рн}$ – разрушающая нагрузка на алмазное зерно, Н;

$S_{аз}$ – площадь поперечного сечения алмазного зерна, м^2;

$K_{ТП}$ – коэффициент термопрочности синтетических алмазов:

$$K_{ТП} = \frac{P_{рн}\left(T_u^0\right)}{P_{рн}\left(T_{ос}^0\right)} \quad , \tag{9}$$

где: $P_{рн}(T^\circ_u)$ ¾ разрушающая нагрузка на алмазное зерно после его нагрева до температуры изготовления коронки, Н;

$P_{рн}(T^\circ_{ос})$ - разрушающая нагрузка на алмазное зерно, не подвергавшееся нагреву (при комнатной температуре $T^\circ_{ос}$) Н.

Приравняв (7) и (8), после преобразования получим выражения для определения предельной максимальной высоты выступания алмазов из матрицы

$$H_{ам} \le \frac{y\, P_{рн} K_{ТП} D_a q}{7{,}55 f_T R_{cp} h_a \sqrt{\left(1-\frac{2h_a}{D_a}\right)\frac{s_p}{E}}} \quad . \tag{10}$$

Из (10) видно, что максимальная высота выступания алмазов зависит от их прочности и размера. Этот показатель обратно пропорционален глубине внедрения h_a, зависящей от физико-механических свойств разрушаемой породы и осевой нагрузки на коронку.

При определении глубины h_a внедрения единичного алмазного зерна в породу примем во внимание необходимость поддерживать в процессе бурения объемное разрушение породы

$$P_a \ge P_ш S_{ка} \tag{11}$$

где: P_a - нагрузка на единичное алмазное зерно, Н;

$P_ш$ – твердость породы, Н/см^2;

$S_{ка}$– площадь контакта алмаза с породой при ее разрушении, м^2.

Поскольку при вращении коронки на забое скважины алмазы контактируют с породой только частью поверхности передней полусферы, величину $S_{ка}$ выразим в виде:

$$S_{ka} = p\,R_a h_a \qquad (12)$$

где R_a – радиус алмазного зерна, мм.

Подставляя (3) и (2) в (8), после преобразований получим

$$h_a = \frac{2P_{oc}}{P_{ш} p\, D_a \left(4{,}4mK\cdot 10^{-2}\right)^{2/3} S_k Z_a}. \qquad (13)$$

Из (13) видно, что глубина внедрения алмаза в породу зависит от осевой нагрузки на коронку, физико-механических свойств породы (твердость по штампу), зернистости (m) и концентрации алмазов в матрице (K).

Анализ выражений (10) и (13) выявил общую закономерность влияния осевой нагрузки как силового параметра, увеличение которого, с одной стороны, способствует повышению эффективности разрушения породы, а с другой – росту удельных контактных нагрузок, тангенциальной составляющей, а также снижению выступания алмазов из матрицы.

С учетом вышеизложенного, основной целью проведенных нами исследований являлось изучение влияния парного сочетания частоты вращения и осевой нагрузки на работоспособность буровой коронки в условиях обеспечения равной механической скорости бурения при различной величине углубки коронки за один оборот. Можно сделать предположение, что при увеличении интенсивности разрушения за счет снижения частоты вращения и повышения осевой нагрузки возрастает углубка коронки за один оборот. Это приводит в свою очередь к увеличению объёма разрушенной горной породы, росту концентрации частиц шлама в призабойной зоне и количества их контактов с рабочей поверхностью матрицы коронки. Всё это в комплексе с увеличением контактных нагрузок на рабочем торце инструмента может привести к росту интенсивности изнашивания матрицы буровой коронки.

С целью подтверждения данного предположения были проведены экспериментальные исследования разрушения коростышевского гранита импрегнированными буровыми коронками типа БС-01 диаметром 46 мм, оснащенными синтетическими алмазами марки АС125 зернистостью 315/250. В процессе проведения экспериментов механическая скорость бурения коростышевского гранита поддерживалась постоянной и составляла 1,62 м/ч на парных сочетаниях режимов бурения. Результаты испытаний приведены в табл.1.

Эффективность разрушения горной породы оценивалась по величине работы трения. Критерием износостойкости служила интенсивность изнашивания матрицы буровой коронки. Величина осевой нагрузки и тангенциальной составляющей усилия разрушения горной породы определялись с помощью двухкомпонентного динамометра, подключенного через тензоусилитель УТ-1 к осцилографу Н-117.

Вместе с энергетическими параметрами контакта буровой коронки с горной породой при различных режимах бурения оценивалось состояние режущей способности рабочей поверхности инструмента. В качестве параметра, оценивающего микрогеометрию рабочей поверхности матрицы буровой коронки, была принята высота выступания алмазов. Для измерения этого показателя применялась специально разработанная методика, предусматривающая использование возможностей растрового электронного микроскопа-микроанализатора «CAMSKAN - 4DV».

Результаты испытаний представлены в табл. 1.

Анализ результатов исследований показал, что при постоянной механической скорости бурения увеличение частоты вращения породоразрушающего инструмента с одновременным уменьшением осевой нагрузки приводит к значительному снижению интенсивности разрушения горных пород, а также удельных контактных нагрузок на рабочем торце коронки. Как следствие, снизилась работа трения и тангенциальная составляющая усилия разрушения горной породы.

Исследования рабочей поверхности буровых коронок, работавших при разной интенсивности разрушения горной породы, обусловленной различной величиной углубки за оборот, показали следующее.

Наибольшая величина интенсивности разрушения горных пород, а также удельных контактных нагрузок на рабочем торце и тангенциальной составляющей усилия разрушения горной породы отмечается у коронок, работавших при сочетании максимальной углубки за оборот (h=72 ·10^{-6} м) и минимальной частоте вращения (n=375 мин $^{-1}$). В этом режиме на поверхности рабочего торца алмазных коронок наблюдается большое количество разрушенных алмазных зерен со сколотыми вершинами (рис. 1).

Как следствие, они имеют наименьшую среднюю высоту выступания алмазов из матрицы, что при наибольшем объёме разрушения горной породы приводит к снижению режущей способности коронок и повышению интенсивности их изнашивания.

Для коронок, работавших с той же механической скоростью бурения, но при более высокой частоте вращения (n=600 мин $^{-1}$) и более низкой углубке за оборот (h=45·10^{-6} м) снижается интенсивность разрушения горной породы. Это приводит к уменьшению удельных контактных нагрузок на рабочий торец коронки и тангенциальной составляющей усилия разрушения горной породы. Как следствие, состояние рабочей поверхности улучшается, о чем свидетельствует снижение на рабочей поверхности коронки количества разрушенных зерен алмазов и увеличение средней высоты их выступания в 1,54 раза (рис. 2).

При дальнейшем увеличении частоты вращения до n=900 мин $^{-1}$ и снижении углубки за оборот до h=30·10^{-6} м тенденция улучшения работоспособности буровых коронок прослеживалась ещё более очевидно. Интенсивность разрушения породы снизилась в 2,4 раза, а удельные контактные нагрузки на рабочий торец коронки снизились в 1,7 раза. Это привело к тому, что средняя высота выступания алмазов по сравнению с самым тяжелым режимом бурения (h=72·10^{-6} м , n=375 мин $^{-1}$) возросла в 1,64 раза, а интенсивность изнашивания коронок снизилась более чем в 3,2 раза.

Выводы

1. В результате проведенных исследований установлена взаимосвязь между интенсивностью изнашивания алмазных коронок и интенсивностью разрушения ими горных пород. С увеличением интенсивности разрушения горных пород интенсивность изнашивания алмазных буровых коронок увеличивается.

2. Регулировать интенсивность изнашивания алмазных буровых коронок и интенсивность разрушения ими горных пород возможно с помощью изменения параметров режима бурения, и, как следствие, изменением углубки за оборот. Так, увеличение частоты вращения в 2,4 раза и снижение при этом нагрузки в 1,7 раза приводит к снижению интенсивности изнашивания алмазной коронки в 3,2 раза при снижении интенсивности разрушения горной породы в 2.4 раза.

Показатели работы алмазных буровых коронок при различных частотах вращения инструмента

Частота вращения, $мин^{-1}$	Углубка коронки за один оборот, $м \cdot 10^{-6}$	Интенсивность разрушения породы, $см^3/мин$	Механическая скорость бурения, м/ч	Окружная скорость, м/с	Осевая нагрузка, даН	Тангенциальная составляющая, даН	Работа трения, $Дж \cdot 10^8$	Удельное давление на рабочем торце коронки, $даН/см^2$	Интенсивность изнашивания, $мм/м \cdot 10^{-5}$	Средняя высота выступания алмазов из матрицы, мкм	Проходка на коронку при высоте алмазного слоя 4 мм, м
375	72	3,9	1,620	0,75	840	294	8,846	229,5	0,307	53	13
475	57	3,1	1,624	0,96	720	216	8,447	196,7	0,166	74	24
600	45	2,5	1,620	1,21	570	154	8,175	156,1	0,117	82	34
900	30	1,6	1,620	1,81	490	118	7,803	134,6	0,095	87	42

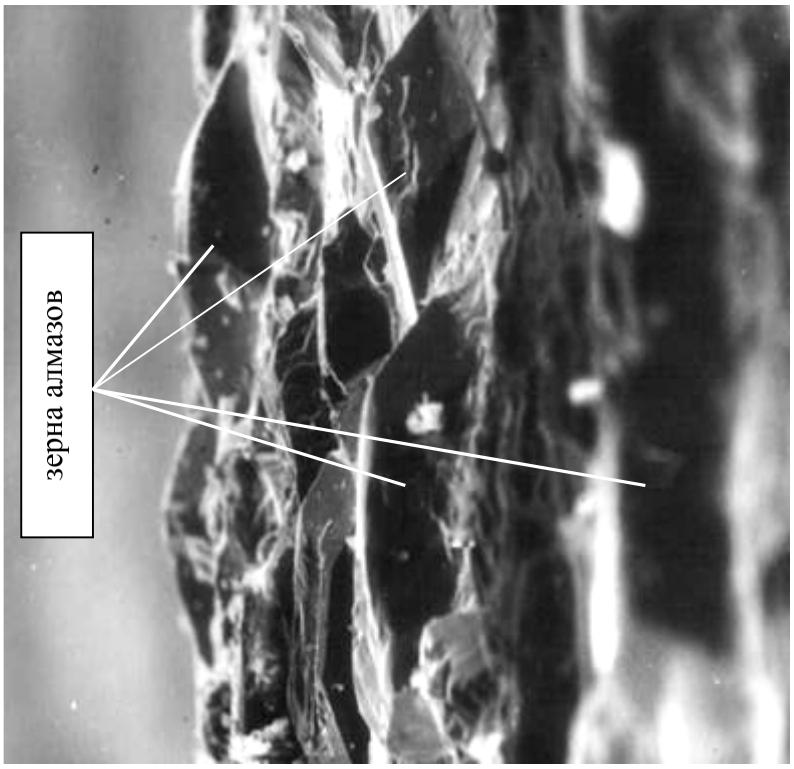


Рис. 2. Вид участка рабочей поверхности импрегнированной коро
алмазными зернами, работавшими при высокой частоте вращения
лой величине углубки за оборот.

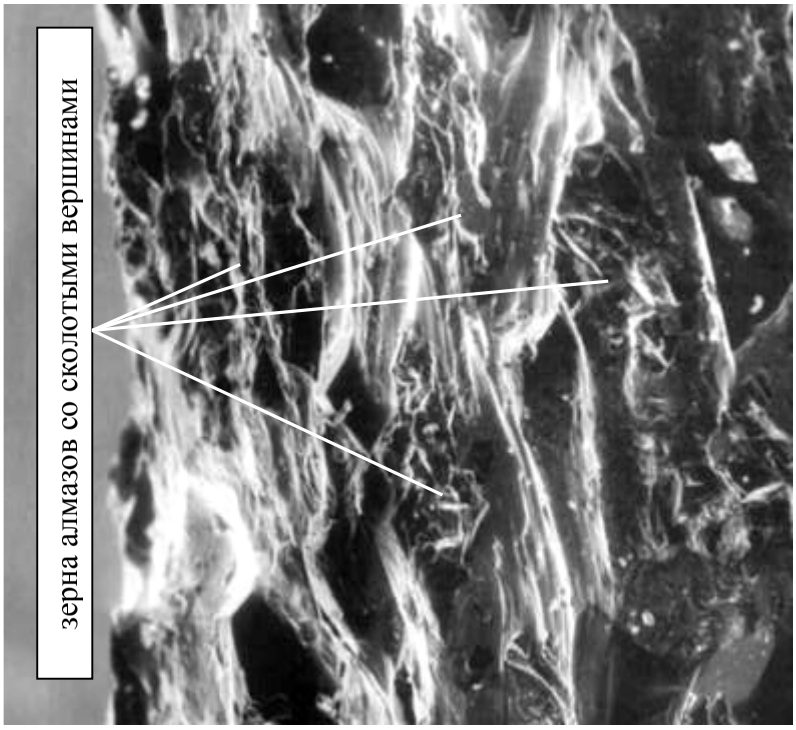


Рис. 1. Вид участка рабочей поверхности импрегнированной
коронки со сколотыми вершинами алмазных зерен.

Литература

1. Блинов Г. Л., Буркин Л. Г., Володин О. А. и др./ Техника и технология высокоскоростного бурения. – М.: Недра, 1982. – 408 с.
2. Породоразрушающий инструмент для геологоразведочных скважин: Справочник / Н. И. Корнилов, В. С. Травкин, Л. К. Берестень и др. – М.: Недра, 1979. – 359 с.

Поступила 04.07.07.

УДК 622.24.057

А.И. Осецкий, докт. техн. наук

Федеральное государственное унитарное научно-производственное предприятие «Геологоразведка», г. Санкт-Петербург, Россия

НОВЫЙ АЛМАЗНЫЙ ПОРОДОРАЗРУШАЮЩИЙ ИНСТРУМЕНТ

In the article new diamond core bits are described developed in last years. Results of application of diamond core bits and reamers in various – geological conditions are presented.

ФГУНПП «Геологоразведка» является объединенным предприятием, в состав которого вошли Всероссийский научно-исследовательский институт методики и техники разведки (ВИТР), Всероссийский научно-исследовательский институт разведочной геофизики (ВИРГ – Рудгеофизика) и завод «Геологоразведка». В настоящее время Федеральное Государственное Унитарное научно-производственное предприятие «Геологоразведка» продолжает проводить научные исследования в области создания нового и модернизации применяемого породоразрушающего инструмента, которые ведутся одновременно по нескольким направлениям:

совершенствование буровых алмазных коронок для бурения твердых горных пород, в т.ч. со съемным керноприемником;

разработка алмазных коронок нового поколения для бурения пород средней твердости с целью замены ими твердосплавных коронок;

разработка коронок большого диаметра для бурения инженерно-геологических и специальных скважин;

разработка калибрующих расширителей спирального типа с использованием алмазного сырья мелких фракций.

При модернизации алмазного инструмента и разработке новых конструкций коронок для разбуривания твердых горных пород основное внимание уделялось:

поискам более совершенных профилей торца коронок;

улучшению промывочной системы коронки;

подбору оптимального состава матричной композиции и концентрации алмазов в объемном слое;

совершенствованию схемы укрепления подрезных слоев алмазной коронки.

Одновременно разрабатывались коронки для использования с зарубежными комплексами со съемными керноприемниками по стандартам Швеции и США.

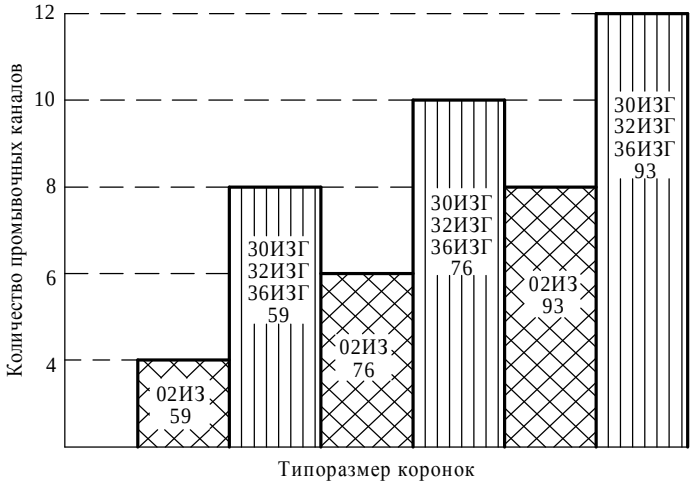


Рис. 1. Изменение количества промывочных каналов в новых коронках «тридцатой серии».

Детальные исследования велись по определению оптимальной и эффективной конструкции коронок с гребенчатой формой торца матрицы. Исследовалось влияние количества гребней, их размеров и величины выступа на величину скорости бурения и ресурса коронки. В результате исследований были определены оптимальные варианты профиля торца, что было использовано при разработке новых коронок 32ИЗГ; 33 ИЗГ и 36 ИЗГ, выпускаемых в настоящее время ФГУ НПП «Геологоразведка». На конструкцию коронок с профилем гребенчатой формы получен патент Российской Федерации № 2257458 с приоритетом от 01.09.2003 г.

Большое внимание было уделено совершенствованию промывочной системы алмазной коронки. Увеличение количества секторов коронки позволило улучшить очистку забоя от породного шлама, уменьшить износ алмазов и повысить механическую скорость бурения. В новых конструкциях количество промывочных каналов в коронках диаметром 59 мм увеличено до 8–10 против 4 в стандартных коронках 02 ИЗ-59. Коронки 32 ИЗГ; 33 ИЗГ и 34 ИЗГ также имеют увеличенное количество промывочных каналов (рис. 1).

Как известно, важным элементом алмазной коронки, предназначенной для бурения в весьма крепких горных породах, является концентрация объемных алмазов. Стандартные импрегнированные коронки 02 ИЗ и 02 И4 имеют концентрацию объемных алмазов около 40 %. Исследования ВИТР показали, что при бурении горных пород IX-XI категории буримости использование коронок с повышенной концентрацией алмазов объемного слоя до 70–75 % позволяет увеличить ресурс (S) в 1,5–2 раза, снизить удельный расход алмазов (q) и значительно повысить механическую скорость бурения (рис. 2).

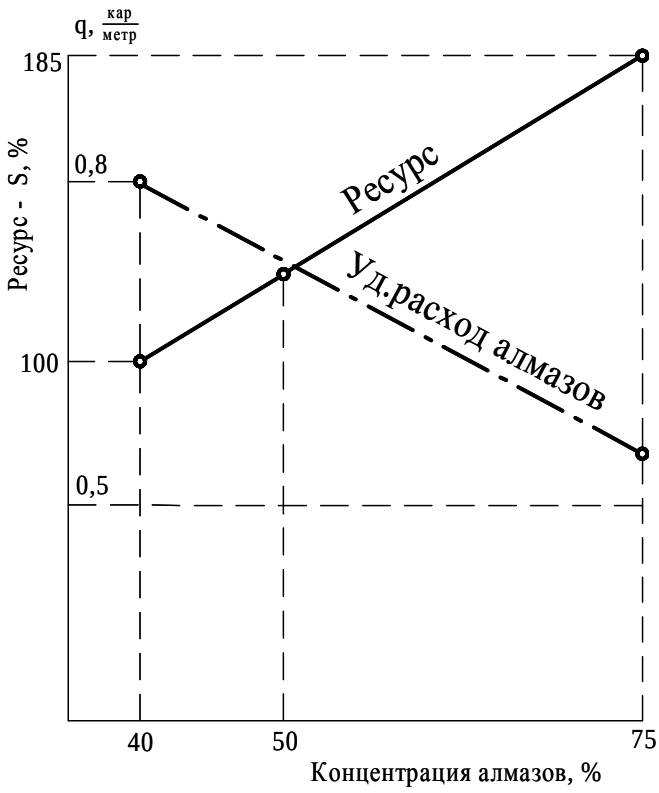


Рис. 2. Влияние концентрации объемных алмазов на работоспособность коронок диаметром 59 мм.

Эти результаты были использованы при разработке новых конструкций коронок, в которых концентрация объемных алмазов увеличена до 70–75 %.

Установлено, что увеличение ресурса алмазной коронки во многом зависит от износа по наружному и внутреннему диаметрам. В связи с этим в новых коронках «тридцатой серии» усилена защита боковых частей коронок от преждевременного износа за счет применения вставок синтетических сверхтвердых материалов марки Sindax и др. Такое усиление обеспечивает более надежную защиту от износа коронок по диаметрам и позволяет увеличить ресурс инструмента.

В новых коронках алмазы объемного слоя подвергаются процессу гранулирования. Это позволяет равномернее разместить алмазное зерно в рабочем слое матрицы, что обеспечивает более высокую механическую скорость бурения.

Одновременно отрабатывались конструкции алмазных коронок для использования их в составе импортных комплексов со съемным керноприемником по стандартам США BQ, NQ и HQ, – коронки 32 ИЗГ; 33 ИЗГ и 34 ИЗГ, а также для комплектации двойных колонковых наборов, изготовляемым по стандартам Швеции – коронки 31 ИЗГ диаметром 56,0; 76,0; 86,0 и 101,0 мм. Эти коронки имеют геометрические размеры и резьбу, полностью соответствующие зарубежным аналогам.

Ряд геологических организаций, закупивших двойные колонковые трубы шведского стандарта, уже в течение нескольких лет отказались от импорта зарубежных коронок и закупают коронки марки 31 ИЗГ у ФГУ НПП «Геологоразведка». В 2006 г. и за 5 месяцев 2007 г изготовлено более 600 единиц этого инструмента.

В новых конструкциях коронок используется алмазное сырье повышенного качества. Для армирования объемного слоя применяется природное алмазное зерно марки А9К160, или А9К200 размером 0,8–0,63 или 0,63–0,5 мм по классификации АК «Алмазы России Саха» или импортное синтетическое сырье марки SDA 100^{+}, или серии SDB 1000 размером 0,8–0,63; 0,63–0,5 мм. Боковые части коронок армируются алмазами типа Drill 1Q и 2Q по классификации De Beers K 47-01, алмазами XV группы, подгруппы А1; А2 или А4 по ТУ 47-12 или алмазным зерном размера –4+3 (-3+2) отобранного в «пробу» по классификации АК Алроса. Кроме того, для увеличения износостойкости коронки по диаметрам боковые части секторов укрепляются вставками синтетических сверхтвердых материалов марки Sindax. Все эти мероприятия обеспечивают более высокий ресурс инструмента и повышение механической скорости бурения.

Перечисленные коронки выпускаются в настоящее время ФГУНПП «Геологоразведка», являющимся правопреемником ВИТР.

Наряду с коронками геологоразведочного стандарта ВИТРом были разработаны коронки большего диаметра – 172, 218, 302 мм и более. Для бурения специальных скважин ВИТР разработал алмазные коронки диаметром 1020 мм, которые с успехом использовались для бурения технологических скважин глубиной до 25 м при строительстве плотины Бурейской ГЭС. В этих коронках в качестве породоразрушающих элементов использовались импрегнированные съемные элементы различной формы, которые закреплялись механическим способом на корпусе коронки либо впаивались в него (Патент Российской Федерации № 2257459 с приоритетом от 01.09.2003 г.). Такая конструкция позволяет многократно использовать короночное кольцо с заменой изношенных алмазных элементов на новые. Большое распространение получили алмазные коронки штабикового типа диаметром 218 и 302 мм, применяемые при бурении инженерно-геологических, инъекционных и эксплуатационных скважин, где они обеспечивают высокие технико-экономические показатели.

В связи с тем, что российские заводы в 90-х годах практически полностью прекратили изготовление твердосплавных буровых коронок, ВИТР разработал комбинированную алмазную коронку врубового типа КРК. В качестве режущих элементов в этой коронке использованы резцы из сверхтвердых синтетических материалов – эльбор или алмазные поликристаллические спеки. Диаметр резцов – 3–3,5 мм, а длина около 4 мм. Резцы установлены таким образом, чтобы достигалось многократное перекрытие площади разрушаемого забоя. Величина их выпуска из тела матрицы от 0,5 до 2,0 мм, что обеспечивает ступенчатое разрушение забоя и

высокую механическую скорость при бурении. Боковые поверхности армируются природными или синтетическими алмазами размером – 1,6 + 1,0 мм. Широкие промывочные каналы обеспечивают полный вынос природного шлама с забоя. Ресурс этих коронок в 10 – 20 раз больше, чем ресурс твердосплавных коронок типа СМ или СА при бурении пород V–VII категории буримости при механической скорости бурения на уровне твердосплавных коронок. Конструкция коронок защищена патентом Российской Федерации № 2257458 от 01.09.2003 г.

В течение 2001–2005 г.г. нами проводилась разработка новых алмазных калибровочных расширителей спирального типа. Цель разработки такой конструкции – использование мелкого алмазного сырья, размером 1,0 – 0,6 мм, в т.ч. поликристаллического, а также ускоренный вынос шлама разбуренной породы с забоя. В расширителях РСА или РСА-1 шлам, выносимый с забоя, скапливается в районе размещения штабиков, образуя при этом некоторое подобие сальника. При этом штабики и корпус расширителя интенсивно изнашиваются, вследствие чего ресурс расширителя снижается. Спиральное расположение штабиков с алмазами и увеличенная (до 70 мм) длина позволяет существенно увеличить ресурс расширителя.

Приемочные испытания расширителей РВК-76 спирального типа проводились в Центрально-Кольской ГРЭ (г. Мончегорск) при бурении скважин глубиной до 300 м в сравнении со стандартными расширителями РСА-76, изготовленными ФГУП «ТулНИГП», в породах VIII–IX категории по буримости на оптимальных режимах бурения с использованием легкосплавных бурильных труб ЛБТН-54 и антивибрационной смазки КАВС-45. Расширители РВК были армированы рекуперированными синтетическими алмазами размером 1,00+ 0,8 мм, расширители РСА-76 – природными алмазами размером – 1,6 + 1,25 мм.

В табл. 1 приведены результаты приемочных испытаний расширителей спирального типа РВК-76.

Таблица 1. **Средний ресурс расширителей.**

Наименование расширителей	Количество, шт.	Объем бурения, м	Категория пород по буримости	Средний ресурс, м
РСА-76	21	920	9,5	43,8
РВК-76	27	3079	9,5	114,0

Как следует из приведенных данных, средний ресурс расширителя РВК-76 составил 114 м, что в 2,6 раза больше ресурса серийного расширителя РСА-76, при этом удельные затраты на 1 м бурения снижаются в 2 раза (рис. 3).

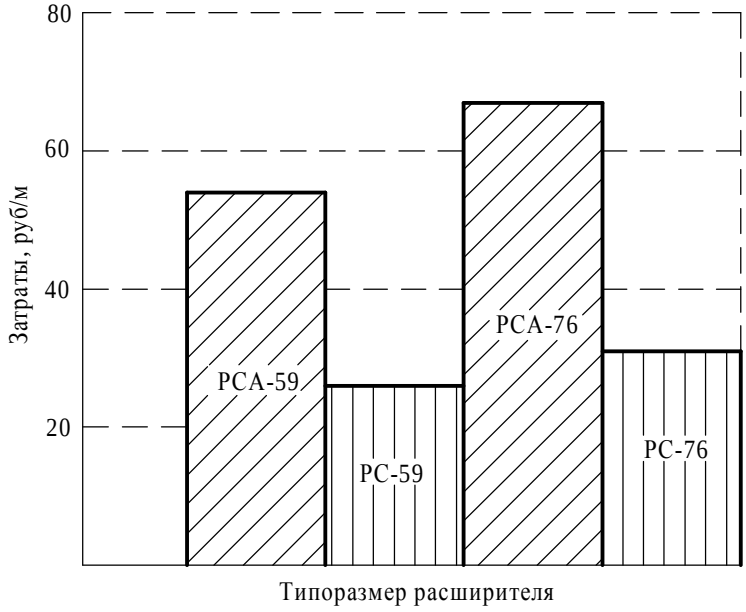


Рис. 3. Сравнение удельных затрат по статье «Истирающие материалы».

Приемочная комиссия рекомендовала расширители РВК к выпуску и с 2004 г. они выпускаются под маркой РС для бурения одинарными колонковыми снарядами и РС-1 –для бурения с комплексами ССК-59 и ССК-76. Конструкция расширителей защищена патентом Российской Федерации № 2293170 с приоритетом от 14.12.2004 г.

В 2004 г. были изготовлены и проведены производственные испытания 6 опытных коронок ВИТР – с использованием в составе двойных колонковых труб Т2 76 фирмы «Атлас Копко» (Швеция) на участках буровых работ ООО «Мамская ГРП». В процессе испытаний были определены наиболее перспективные направления по разработке нового породоразрушающего алмазного инструмента при проведении разведочных работ на рудное золото. По результатам испытаний были внесены коррективы в конструкции коронок и технологию их производства, а также изготовлена большая партия алмазных коронок из синтетического алмазного сырья высокого качества по чертежам заказчика. В 2005 г. под наблюдением инженеров–технологов ООО «Мамская ГРП» было отработано 10 коронок с твердостью матрицы 30 HRC на рудном поле участка «Невский». 120 шт. алмазных коронок с твердостью матрицы 20–25 HRC, 50 шт. коронок с твердостью матрицы 30–35 HRC и 5 шт. с твердостью матрицы в пределах 30 HRC на участке «Чертово Корыто».

Ранее в 2002–2003 гг. на участке «Чертово Корыто» с использованием шведского алмазного инструмента и двойных колонковых труб Т2-76 фирмы «Атлас Копко» было пробурено 7600 п.м. скважин. Использовались алмазные коронки марки KS(++), считающиеся наиболее соответствующими для бурения горных пород участка «Чертово Корыто».

Геологический разрез участка представлен верхне-протерозойскими осадочными породами, вмещающими в себя кварцево–жильные образования и состоящие из песчаников кварц-полевошпат-хлорит серицитовых, окварцованных алевролитовых сланцев, сланцев филлитовых, часто окварцованных; прослоев темно-серых (углистых сланцев); кварцево жильных зон метаморфизованных, с содержанием кварца до 10 %. Все скважины бурились в зоне многолетней мерзлоты. Категория пород по буримости от 7 до 10.

Параметры режима бурения составили:

осевая нагрузка – от 1300 до 1800 кгс;

скорость вращения – от 600 до 1000 об/мин;

расход промывочной жидкости (вода с добавкой поваренной соли) – 50 л/мин.

В табл. 2 приведены результаты отработки алмазных коронок.

Таблица 2. **Результаты отработки коронок 31ИЗГ-76**.

Тип коронок	Твердость матрицы	Количество коронок, шт.	Средний ресурс, м	Средняя механическая скорость бурения. м/час
«Атлас Копко» KS^{++}	-	90	25–120	8–14
31ИЗГ-76	до 30 HRc	10	28–89	6–12
то же	20–25 HRc	120	38–142	9–16
то же	30–35 HRc	50	29–84	7,5–14
то же	30 HRc	5	50–80	8–16

При бурении часть коронок снималась с работы из-за появления аномального износа. При отработке партии из 120 коронок зафиксированы следующие виды аномального износа:

появление фаски по внутреннему диаметру – 4,1 %;

образование фаски по наружному диаметру – 6,6 %.

При этом более 80 % коронок были отработаны до полного износа матрицы.

При отработке партии из 50 коронок отмечено:

появление фаски по внутреннему диаметру – 12 %;

образование фаски по наружному диаметру – 12 %.

76 % коронок отработано до полного износа матрицы.

В среднем ресурс коронок конструкции ВИТР составил 62,2 м, которыми было пробурено за летний период времени 11500 пог. м. скважин с высокой коммерческой скоростью.

Всего ФГУ НПП «Геологоразведка» произведено более 2000 шт. коронок по стандартам США и Швеции, тем самым осуществляя противодействие экспансии западных фирм на российском рынке.

Поступила 21.06.07.

УДК 622.24.85

П. В. Зыбинский, канд. техн. наук[1]; **А. А. Каракозов,** канд. техн. наук[2]**;**
О. И. Калиниченко, докт. техн. наук

[1]ЗАО «Компания „Юговостокгаз”, г. Донецк, Украина
[2]Донецкий национальный технический университет, г. Донецк, Украина

УЧЁТ ОСОБЕННОСТЕЙ КОНСТРУКЦИИ И ПРОТЕКАНИЯ РАБОЧЕГО ЦИКЛА ПРИ ПРОЕКТИРОВАНИИ ГИДРОБУРА ПОГРУЖНОЙ ГИДРОВРАЩАТЕЛЬНОЙ УСТАНОВКИ

As a result of the executed analytical researches it is established, that for normal work of a hydrodrill plunger, duration of phases at rearrangement of valves should not exceed 30 % from time of braking of a pipe.

При однорейсовом бурении геологоразведочных скважин на шельфе широко используются лёгкие технические средства. Для вращательного бурения в породах до VII категории по буримости разработаны погружные установки вращательного бурения типа ПГВУ-150, основным элементом которых является гидровращательный буровой снаряд – гидробур.

П. В. Зыбинским в соавторстве с Г. И. Неудачиным разработан гидробур [1, 2], который включал две секции: поршневой гидродвигатель и винтовой преобразователь. Преобразователь выполнен в виде винтовой пары и помещен в масляную камеру, давление масла в которой обеспечивается подпружиненным лубрикатором. Для создания обратной промывки в колонковой трубе используется насосный блок. В качестве вытеснителя насосного блока использован поршень лубрикатора, имеющий гидравлическую связь с поршнем гидродвигателя (рис. 1). Преобразователь отделен от гидродвигателя узлом уплотнения, имеющего кольцевую проточку с радиальными отверстиями *2* для отвода утечек жидкости и гидравлической защиты преобразователя.

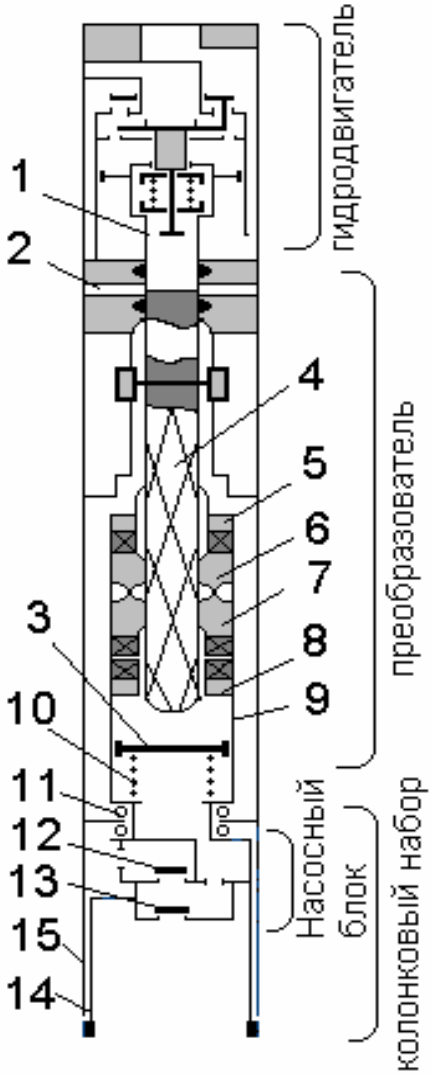


Рис. 1. Схема гидробура с универсальным винтовым преобразователем

Шток *1* гидродвигателя жестко связан с винтом *4*, имеющим левую и правую нарезки, взаимодействующими с правой *6* и левой *7* гайками. Гайки свободно установлены в шпинделе *9* с жестко закрепленными зубчатыми полумуфтами − верхней *5* и нижней *8*. Шпиндель установлен в подшипниковом узле *11* и, нижней частью связан с насосным блоком, имеющим нагнетательный *12* и всасывающий *13* клапаны. В полости преобразователя установлен поршень лубрикатора *3*, отделяющий верхнюю часть полости, заполненную маслом, от нижней, сообщающейся с колонковой трубой и со скважиной.

Преобразователь работает следующим образом. При подаче морской воды в гидродвигатель шток *1* с винтом *4* начнут двигаться вверх. Винт *4*, взаимодействуя с правой *6* и левой *7* гайками, вызовет их подъем, при этом правая гайка войдет в зацепление с верхней полумуфтой *5* и передаст вращение на шпиндель *9*, а левая гайка *7* выходит из зацепления с нижней полумуфтой *8* и свободно вращается. Реактивный крутящий момент на поршне воспринимается специальным пальцем, связанным с корпусом. Одновременно жидкость с забоя через всасывающий клапан *13* поступит под поршень лубрикатора *3*, который перемещается вверх под действием силы сжатой пружины *10* и давления жидкости в скважине.

Рис. 2. Винтовая пара поршневого гидробура.

После реверса поршня гидродвигателя шток *1* с винтом *4* начнут двигаться вниз. При этом правая гайка 6 выйдет из зацепления с верхней зубчатой полумуфтой *5*, а левая гайка *7* войдет в зацепление с нижней зубчатой полумуфтой *8* и передаст вращение вправо на шпиндель *9*. Одновременно поршень лубрикатора *3* перемещается вниз за счет давления масла в преобразователе, создаваемого штоком *1* гидродвигателя, и вытесняет жидкость в скважину через нагнетательный клапан *12* и кольцевой зазор между трубами *14* и *15* колонкового набора. После реверса поршня гидродвигателя в нижней точке цикл работы механизма повторяется.

Реальная конструкция винтовой пары поршневого гидробура приведена на рис.2.

Рабочий цикл поршневой группы гидродвигателя гидробура состоит из нескольких фаз. С точки зрения взаимодействия элементов гидробура эти фазы практически одинаковы для каждого полуцикла. Ниже приведены схемы, соответствующие полуциклам рабочего процесса гидробура: ход вниз (рис. 3) и ход вверх (рис. 4).

Конструктивной особенностью гидробура является верхнее исходное положение элементов гидродвигателя, обеспечивающееся давлением жидкости в лубрикаторе за счет усилия, развиваемого пружиной.

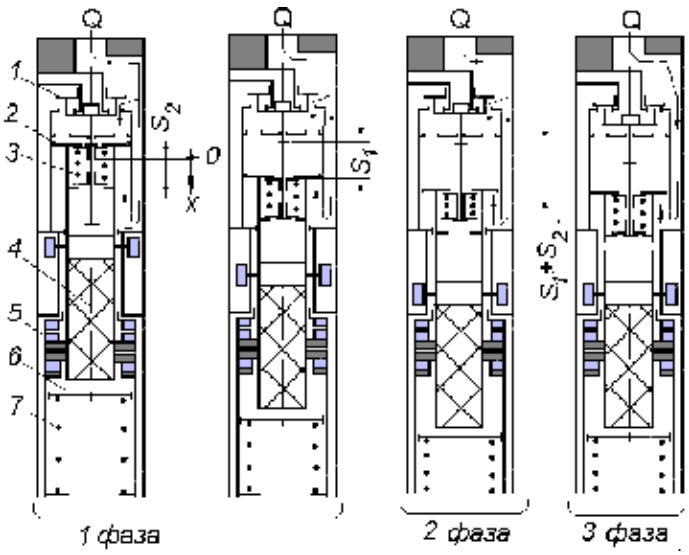


Рис. 3. Схема системы гидродвигатель – преобразователь гидробура (полуцикл при ходе поршня вниз):
1 – клапанный блок; 2 – поршень гидродвигателя; 3 – клапанная пружина; 4 – винт;
5 – шпиндель; 6 – поршень лубрикатора;
7 – пружина лубрикатора

Ход вниз. Фаза 1. Разгон и перемещение системы «поршень–винт» на пути S_1 под действием давления рабочей жидкости с формированием крутящего момента на шпинделе. Длительность фазы – t_1. Фаза заканчивается моментом начала сжатия клапанной пружины.

Фаза 2. Торможение системы «поршень–винт» на пути S_2 под действием клапанной пружины. Длительность фазы – t_2. Фаза заканчивается началом перестановки клапанов.

Фаза 3. Перестановка клапанов и остановка системы «поршень–винт» в точке реверса в конце пути S_1+S_2. Длительность фазы – t_3. Фаза заканчивается началом движения поршня вверх (следующий полуцикл).

Ход вверх. Фаза 1. Разгон системы «поршень–винт» на пути S_1 под действием давления рабочей жидкости и усилия сжатой пружины лубрикатора с формированием крутящего момента на шпинделе. Длительность фазы – t'_1. Фаза заканчивается моментом начала сжатия клапанной пружины.

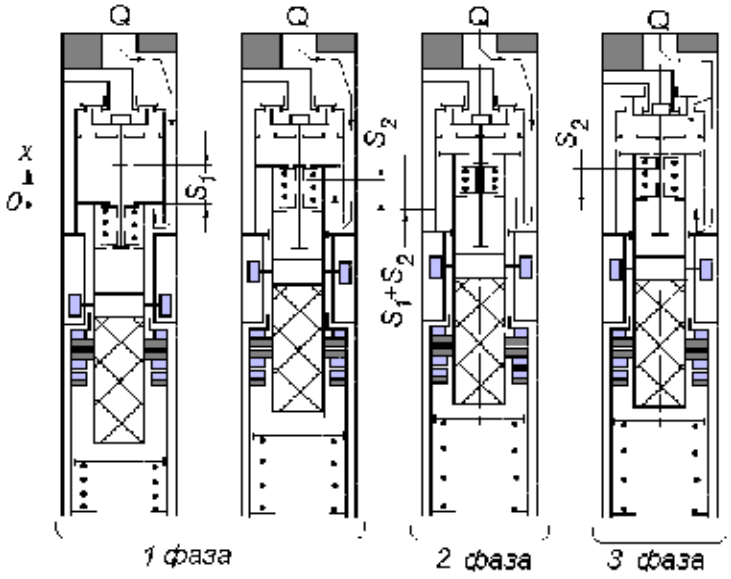


Рис. 4. Схема системы гидродвигатель – преобразователь гидробура (полуцикл при ходе поршня вверх).

Фаза 2. Торможение системы «поршень–винт» на пути S_2 под действием клапанной пружины. Длительность фазы – t'_2. Фаза заканчивается началом перестановки клапанов.

Фаза 3. Перестановка клапанов и остановка системы «поршень–винт» в точке реверса в конце пути S_1+S_2. Длительность фазы – t'_3. Фаза заканчивается началом движения поршня вниз.

Методика расчёта параметров гидробура достаточно подробно была разработана П. В. Зыбинским [3, 4]. Однако результаты экспериментальных работ и испытаний натурных образцов показали, что при проектировании гидробура нужен дополнитель-

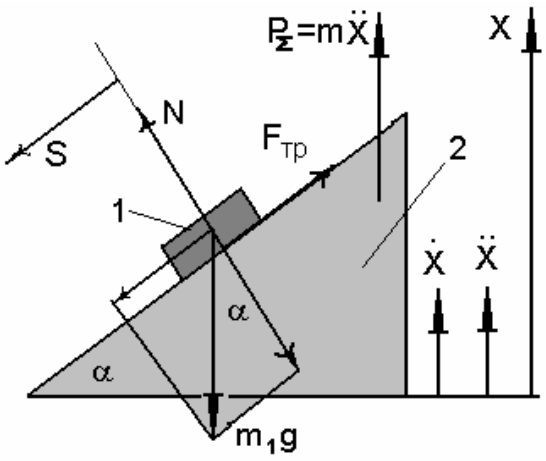


Рис. 5. Расчётная схема системы «винт−гайка»: 1 − гайка; 2 – винт.

ный учёт особенностей его конструкции и протекания рабочего цикла.

Во-первых, особенностью рассматриваемой винтовой пары преобразователя является условие синхронного выхода и удержания одной из гаек в свободном положении (без зацепления с винтом) и зацепления с винтом другой гайки. Поскольку пара «винт−гайка» снабжена несамотормозящейся резьбой, то при разгоне поршня гидродвигателя вверх это условие может не выполняться – зацепления гайки с винтом не произойдёт, что приведёт к отказу гидробура.

Во-вторых, при проектировании гидробура и разработке технологии бурения следует учитывать такую особенность рабочего цикла, что на фазах перестановки клапанов колонковая труба вращается по инерции и при чрезмерной осевой нагрузке может значительно затормозиться или совсем остановиться. Это может привести к неустойчивой работе гидробура.

Для решения задачи о движении гайки при подъеме винта можно воспользоваться уравнениями, полученными при рассмотрении упрощённой модели. Расчетная схема системы представлена на рис. 5. Гайка представлена ползуном *1*, перемещающимся по наклонной плоскости резьбы винта *2*.

Система имеет две степени свободы – перемещение гайки относительно винта и движение самого винта. В качестве обобщенных координат выбрана координата x винта и координата S относительного движения гайки.

Пренебрегаем вращательным движением гайки при её скольжении по поверхности винта из-за большого шага винтовой линии и малого времени рассматриваемого процесса движения гайки до сцепления с зубчатой муфтой. Также считаем, что движение винта и гайки равноускоренное, что справедливо для начала фазы разгона винта.

Тогда для нормальной работы механизма достаточно, чтобы выполнялось условие:

$$(\ddot{x}-\ddot{S}\sin a)t_c^2/2 = S_z, \qquad (1)$$

где $\ddot{x}=\dfrac{d^2x}{dt^2}$ − ускорение винта на фазе разгона;

$\ddot{S}=\dfrac{d^2S}{dt^2}$ − ускорение гайки при движении относительно винта;

t – текущее время;

t_c – время сцепления гайки с зубчатой муфтой;

a − угол подъема винтовой линии;

S_z – зазор между гайкой и зубчатой муфтой в исходном положении.

Учтя значения сил N и $F_{ТР}$, обуславливающих величину $\ddot{S}$, получаем

$$(\ddot{x}-m_1g(\sin^2 a - f\cos a\sin a))t_c^2/2 = S_z \qquad (2)$$

где m_1 – масса гайки,

f – коэффициент трения гайки о винт.

Полученное соотношение (2) дает возможность определить область гарантированного соединения верхней гайки и зубчатой муфты при ходе винта вверх. При проектировании гидробура следует производить подбор его параметров таким образом, чтобы выполнялось условие (2).

Для определения условия, ограничивающего продолжительность фаз t_3 и t'_3, рассмотрим процесс торможения колонковой трубы при перестановке клапанов. Считая торможение равнозамедленным, можно записать:

$$Ie = M, \tag{3}$$

где I – момент инерции колонковой трубы;

e − угловое ускорение;

M − тормозной момент от взаимодействия колонковой трубы с забоем.

Используя данные С.С. Сулакшина [5], можно записать:

$$M = 0{,}5yGD, \tag{4}$$

где y – коэффициент, учитывающий взаимодействие коронки с забоем;

G − осевая нагрузка на забой;

D − средний диаметр коронки.

Тогда угловое ускорение трубы при торможении

$$e = M / I = 0{,}5yGD / I, \tag{5}$$

Следовательно, время торможения трубы составит

$$t = \frac{pn}{30e} = \frac{pnI}{15yGD}, \tag{6}$$

Таким образом, если продолжительность фаз t_3 и t'_3 превышает значение, полученное по формуле (6), то колонковая труба затормозиться в течение этих фаз. Для нормальной работы гидробура нужно, чтобы продолжительность каждой фазы t_3 или t'_3 составляла не более 10−30 % от значения, полученного по формуле (6).

Полученные соотношения (2) и (6), отражающие учёт особенностей конструкции и протекания рабочего цикла гидробура, должны приниматься в расчёт при его проектировании.

Выводы

В результате выполненных аналитических исследований установлено, что для нормальной работы поршневого гидробура продолжительность фаз при перестановке клапанов не должна превышать 30 % от времени торможения трубы.

Литература

1. Результаты разработки и внедрения погружной гидровращательной установки для отбора донных проб в крепких породах /Неудачин Г. И., Зыбинский П. В., Коломоец А. В. и др.// Труды IV всесоюзной конф. «МИРОВОЙ ОКЕАН» – Владивосток, 1983. − С. 84-85.
2. Зыбинский П. В., Калиниченко О. И. Новый поршневой гидробур для однорейсовой проходки подводных скважин. //Зб. наук. праць ДонДТУ. Сер. гірничо-геологічна. − Донецьк (ДонДТУ), 2002. − № 54. − С. 80−85.
3. Зыбинский П. В., Калиниченко О. И. Методика инженерного расчета параметров пробоотборников с гидровращательным приводом. // Зб. наук. праць ДонНТУ: Серія гірничо-геологічна. – № 63. – Донецьк: ДонНТУ, 2003. – С. 67−73
4. Зыбинский П. В. Обоснование параметров погружного гидровращательного бурового снаряда для однорейсового бурения скважин на морских акваториях: Автореферат дисс. канд. техн. наук. – Днепропетровск: НГУ, 2005. – 18 с.
5. Сулакшин С. С. Разрушение горных пород. – Томск: ТПИ, 1994. – 100 с.

Поступила 02.07.07.

УДК 622.24.053

Н. А. Дудля, канд. техн. наук[1]; **Г. Н. Викторов** [2], **Г. Н. Кириченко** [2].

[1] *Национальный горный университет, г. Днепропетровск, Украина;*
[2] *Днепропетровское отделение УкрГГР, г. Днепропетровск, Украина*

ЭФФЕКТИВНОСТЬ РАБОТЫ БУРИЛЬНОЙ КОЛОННЫ

Одним из наиболее важных элементов бурового инструмента является бурильная колонна. Самые крупные статьи расходов в общей стоимости бурения падают именно, на бурильную колонну. В процессе бурения скважины она подвергается усилиям растяжения, сжатия, кручения, а также вибрациям, искривлению, абразивному износу и коррозии.

Как вал бурильная колонна представляет собой сложную механическую систему, работающую, в основном, в устойчивом режиме, характеризующимся почти постоянным во времени уровнем мощности, который повышается при той же частоте вращения при возникновении колебаний, обусловлены наличием сил упругости и сил сопротивления, представлены, в основном, силами трения колонны о стенки скважины. А так как ствол скважины имеет переменное по своей длине и во времени сечение сложной конфигурации, сужающееся к забою и расширяющееся к устью, то ствол скважины и определяет характер движения колонны. Наибольшая разработка ствола скважины наблюдается в момент прохождения через него зоны нулевого сечения. Переменный изгибающий момент, возникающий при работе колонны в искривленных участках ствола скважины от продольного изгиба при сжатии и под действием центробежных сил, действующих циклически на резьбовые соединения, приводит к их разрушению.

Анализ аварий с бурильными трубами по производственному объединению «Укрнефть» [3, 4] показывает, что из общего количества 406 аварий, обусловленных разрушением, 23 % произошли по трубной резьбе, 31 % – по замковым резьбам соединений утяжеленных бурильных труб (УБТ), 4,5 % по ниппельной части бурильных замков. В геологоразведочных организациях Украины [9] из 250 поломок обрывы резьб бурильных труб и замков составляют более 33 %, 45 % составляют обрывы по высаженной части, по телу труб, по сварному шву [6]. На основе обобщения и анализа фактических данных за 10 лет работы бурильной колонны в Восточном Донбассе при объеме бурения 139,4 тыс. м произошло 8,7 поломок на 1000 м бурения [6].

По данным Днепропетровского отделения Института минеральных ресурсов [1] при исследовании 37 бурильных колонн на глубоких (1400 – 1600 м) скважинах в Донбассе произошло 292 аварии. Из них с бурильными трубами – 140, замками – 91, муфтами – 7, УБТ – 53. Анализ показывает, что 90 % всех аварий с колонной происходит в местах резьбовых соединений, причем 62 % составляют аварии с резьбами труб и 28 % с резьбами замков.

Изучение изломов деталей бурильной колонны путем визуального осмотра показало, что, несмотря на разнообразие форм разрушений, существует некоторая закономерность в строении изломов. Так, обрывы труб по последней нитке резьбы в большинстве случаев имеют неодинаковую шероховатость поверхности излома. Как правило, поверхность излома имеет несколько зон с различной шероховатостью – от мелкой, почти полированной, до неровностей в виде ступенек. Такое строение излома указывает на неодновременность протекания процесса разрушения. Размеры шероховатостей на поверхности излома зависят от структуры металла (величины зерен), вида и разрушающих нагрузок. Наличие макро- и микро неровностей свидетельствует о типичном усталостном разрушении труб. Усталостная трещина предшествует возникновению первоначальных трещин в наиболее напряженном месте (концентратор напряжения), которые затем сливаются в одну или несколько основных усталостных трещин. Концентратором напряжений в бурильных трубах и замках служат

впадины резьбы. По мере развития усталостной трещины поперечное сечение трубы, замка уменьшается и наконец оказывается недостаточным для восприятия действующих нагрузок, в результате чего труба, замок разрушаются. В процессе развития усталостной трещины происходит ее многократное раскрывание и закрывание, вследствие чего поверхность излома истирается. Это объясняет наличие полированной зоны на поверхности усталостного излома от напряжений кругового изгиба. Некоторые изломы труб имеют на поверхности две противоположно расположенные зоны. Кроме типично-усталостных изломов, встречаются коррозионно-усталостные изломы, образующиеся от одновременного действия многократных нагрузок и среды, вызывающей коррозию металла. Коррозионно-усталостные трещины в отличие от усталостных распространяются в разных направлениях. Продукты коррозии, отлагаясь в микротрещинах, вызывают их расклинивание и тем самым ускоряют процесс разрушения. Наличие в скважине воды или глинистого раствора, в которых растворены соли, способствует быстрому развитию коррозии. При визуальном осмотре поверхности излома видны глубокие повреждения ее коррозией.

Срыв резьбы является наиболее распространенным видом аварий с бурильной колонной и происходит как у трубных, так и в замковых соединениях в разных местах по длине резьбы. Причиной, вызывающей разрушение резьбовых соединений, является износ резьбы и, следовательно, уменьшение рабочей поверхности ниток [4]. При чрезмерных нагрузках происходит разрушение всей резьбы.

Нами установлено, что на срыв резьбы влияют и другие причины: качество изготовления резьб, момент затяжки при свинчивании, условия эксплуатации [5, 8].

При изготовлении резьб заводы допускают отклонения от допусков по ГОСТу по конусности, натягу, углу профиля и др., что приводит к поломкам труб, так как при соединении двух деталей с отклонениями по конусности или натягу происходит неравномерное распределение нагрузок по виткам резьбы. Напряжения в нескольких витках резьбы, воспринимающие основную часть нагрузки, могут достигать предела текучести металла, в результате чего происходит срыв этих витков. При соединении двух деталей с большими минусовыми отклонениями допуска по натягу, при их свинчивании, происходит соприкосновение торцов трубы в муфте или соприкосновение торца трубы с выступом в замке, что также приводит к срыву резьбы при приложении нагрузки. Часто срывы резьбы происходят при сборке из-за отсутствия или некачественной смазки, повреждения резьб, присутствия в резьбе шлама, стружки, несоосности элементов колонны, недостаточного усилия затяжки, некачественной термообработки.

Заедание замковых резьб сводится к тому, что в процессе свинчивания механизмом РТ-1200 из-за перекоса свечи происходит срыв и сваривание металла резьб. Как правило заедание резьб происходит с новыми замковыми соединениями в процессе первых 10–30 свинчиваний и связано, в основном, с малой твердостью поверхностей витков резьбы. Само по себе явление заедания замковых резьб не приводит к возникновению аварий с бурильной колонной. Однако частая замена замков, вышедших из строя по причине заедания, увеличивает их расход и, главное, нарушается ранее выполненная селективная сборка пары замок–труба, которые имели подобранные резьбы. Замена замков приводит к износу резьб труб, а иногда и к повреждению мелкой трубной резьбы, в связи с чем увеличивается вероятность аварий колонны по причине срыва резьб.

Обрыв трубы по телу происходит в основном из-за коррозии тела трубы на внутренней поверхности, когда коррозионные трещины проникают на глубину 2–3 мм.

Обрыв по телу вследствие износа наружной поверхности труб, муфт, замков происходит, в основном, из-за несвоевременной отбраковки их буровой бригадой.

Наиболее часто происходит односторонний износ поверхности бурильных труб, замков, муфт. Это является подтверждением того, что бурильная колонна вращается преимущественно вокруг оси скважины. Измерения аварийных труб по телу показали, что толщина изношенной стенки составляет от 0,4 до 2,4 мм. Когда труба имеет такую толщину стенки с

одной стороны, то приложенная к ней нагрузка при вращении может достигнуть предела текучести металла, вследствие чего односторонне изношенная труба ломается по спирали. Шаг спирали равен 1–3 м. Поломка трубы может произойти двойная за счет отрыва небольших кусков труб, которые попадая в расклин между колонной и стенками скважины, еще более усложняют аварию. При большом износе стенки замков и муфт настолько тонкие, что протираются насквозь и не в состоянии выдержать приложенные нагрузки, раздуваются и разрушаются вдоль по образующей.

Металлографические исследования на аншлифах, изготовленных из новых и аварийных деталей бурильной колонны проводились с помощью микроскопа МИМ-7. На микроскопе МИС-11 (двойной микроскоп Линника) определялась чистота обработки поверхности. Микроструктура стали исследована на 104 образцах, из которых 83 аварийные, 12 снятых с эксплуатации в хорошем состоянии и 9 новых. Аншлифы из аварийных образцов охватывали почти все виды аварий элементов бурильной колонны. После визуального обследования образцов они фотографировались на фототехническую пленку ФТ-31. Результаты исследований показали, что материал бурильных труб имеет разнообразную микроструктуру: сорбит отпуска, сорбитообразный перлит и феррит с зерном 8–9 баллов, среднезернистую перлито-ферритовую однородную и неоднородную с зерном смешанного балла от 3 до 8, крупнозернистую ферритовую с перлитных пластин с зерном 3–4 балла, реже полосчатую. Трубы, вышедшие из строя из-за обрыва по последней нитке резьбы (58,3 %), имеют средне- крупнозернистую микроструктуру. Это дает основание предполагать о влиянии величины зерна на этот вид аварий. Образцы, вышедшие из строя по причине срыва резьбы, имеют микроструктуру сорбит отпуска, сорбитообразный перлит и среднезернистый феррит, перлит и феррит однородный. Их разрушение объясняется другими причинами: качеством изготовления резьб (отклонения по конусности, натягу, шагу, профилю, недостаточный момент свинчивания резьбы).

В некоторых бурильных трубах микроструктура по толщине стенки неодинакова. Внутренняя часть стенки трубы имеет микроструктуру сорбит отпуска, к середине переходит в среднезернистую перлито-ферритовую и к внешнему слою – в крупнозернистую феррито-перлитовую. В трубах, имеющих закаленный поверхностный слой токами высокой частоты, микроструктура внешней поверхности на глубину 0,3–0,5 мм, как правило, сорбит отпуска, реже однородная перлито-ферритовая или сорбит с обрывками феррита. Вглубь металла – неоднородная микроструктура по составу и величине перлита.

Муфты и замки, вышедшие из строя из-за разрушения по образующей или поперек тела, имеют крупнозернистую микроструктуру: феррит и перлит.

Определение механических свойств стали, из которой изготовлены трубы, выполнено в ЦЗЛ Днепропетровского металлургического завода им. Петровского. Для исследования отобраны образцы 7 новых и аварийных труб диаметром 50 мм. Новая труба после закалки ТВЧ имеет очень низкое относительное удлинение и сужение 3,3 и 1,0 % соответственно, вместо 12 и 40% по ГОСТу 7909−56. Труба после эксплуатации имеет пониженное значение предела прочности и относительного удлинения (56,5 кг/мм^2, 47,2 %). Остальные трубы соответствуют нормам.

Химический состав и марка стали соответствует ГОСТ 4543-71 – сталь 36Г2С трубы и ГОСТ 4543-71 – сталь 40ХН – замки.

Определение твердости металла образцов труб, муфт и замковых соединений выполнено по методу Роквелла прибором ТК-2. Среднеарифметическое значение твердости из 8 – 10 измерений на трубах находится в пределах HRCэ – 18−26. Поверхность закаленных труб HRCэ – 31−39. Замковое соединение имеет твердость HRCэ – 25−35 (40 %). Замки с упрочненной ТВЧ поверхностью HRCэ – 48-57 (10 %). Замковые соединения имеют твердость ниже 26 HRCэ (50 %). Внутренних дефектов в бурильных трубах во время гамма-дефектоскопии не выявлено.

Исследования селективно собранных колонн в производственных условиях проводились в тресте «Артемгеология» в Центральном и Западном Донбассе. Условия бурения в этих рай-

онах имеют ряд отличительных особенностей: в Западном Донбассе геологический разрез представлен породами IV – VI категорий по буримости и скважины не искривляются; в Центральном Донбассе породы более твердые, скважины более глубокие (до 2300 м) и имеют большую интенсивность искривления 3–5 на 100 м. Исследовались бурильные колонны из серийно выпускаемых труб диаметром 50 мм по ГОСТу 7909−56 и замков по ГОСТу 7918−75. Некоторые бурильные колонны состояли из труб, наружная поверхность которых была упрочнена ТВЧ. Особое внимание при изучении прочности бурильных колонн было обращено на качество изготовления резьб труб, муфт и замков.

Проверка качества резьб осуществлена гладкими и резьбовыми калибрами. Сборка колонн осуществлялась в полевых условиях Павлоградской, Щегловской и Артемовской экспедиций и Ханженковской ГРП путем группового подбора резьб пар сопрягаемых деталей по конусности и натягу, зазору между деталями замка. дефектоскопическому контролю резьб, где входному контролю подлежало 100 % деталей; соосности нарезки резьбы по отношению к оси трубы, замка, муфты, перпендикулярности торцов соединения, кривизне труб подлежало 10 % деталей колонны, качеству упрочнения резьбы и наружной поверхности труб, замков – 5 %.

Из-за превышения допусков ГОСТ отбраковано 14,8 % труб; 12,5 % замков; 2,2 % муфт. Однако не удалось обеспечить комплектование бурильных колонн из труб и соединений, резьбы которых полностью соответствовали требованиям ГОСТ, поскольку 43,5 % труб имело натяг от 0 до 5,6 мм, т.е. ниже допуска, предусмотренного стандартом. Аналогичное положение имело место и по трубным резьбам замков. При свинчивании труб с замками (муфтами), имеющими малые натяги, невозможно обеспечить условия прочности таких резьбовых соединений, так как в процессе эксплуатации труба довинчивается и упирается в ненарезанную часть замка и это является основной причиной преждевременного выхода из строя труб, имеющих малые натяги, поскольку происходит срыв резьбы труб или разрушение их торцов на длину от 2 до 5 ниток резьбы. Большое значение при эксплуатации бурильных труб имеет правильная компоновка низа колонны.

Использование в бурильной колонне УБТ достаточного веса способствует росту механической скорости бурения, снижению аварийности, уменьшению износа труб и соединений.

Благодаря применению селективной сборки бурильных колонн, своевременной отбраковки изношенных по наружной поверхности труб, муфт, замков, изношенных до 2-х оборотов на свинчивание замков, а также применению УБТ весом 2800 кг, опытные колонны почти не имели поломок на протяжении 400 – 800 дней, количество аварий с колоннами снизилось в 3 – 5 раз [7].

По данным замеров (таблица) установлено, что в начальный период эксплуатации – 100 дней – поверхность упрочненных труб изнашивается в 2,7 раза медленнее по сравнению с износом неупорядоченных труб. Через 400 дней эксплуатации износ упрочненных труб меньше в 1,7 – 1,8 раза, а при 800 днях – в 1,4 – 1,5 раза меньше [8].

В целом селективная сборка бурильных колонн в тресте «Артемгеология» позволила повысить производительность бурения на 25–30 % за счет применения форсированных режимов бурения [2].

Выводы

Использование бурильных колонн в Волго-Донском ТГУ, укомплектованных по методу селективной сборки предложенному Днепропетровским отделением Института минеральных ресурсов из элементов, соответствующих ГОСТу 7909-56 и 7918-75, позволило практически исключить непроизводительные затраты рабочего времени на ликвидацию обрывов колонн даже при применении повышенных режимов бурения, что обеспечило рост производительности на колонковом бурении на 25–35 % при одновременном увеличении общего срока эксплуатации бурильных колонн [7].

Износ бурильных колонн

С упрочненными и неупрочненными трубами			С УБТ весом 2800 кг	
Время эксплуатации, дни	Износ поверхности труб		Время эксплуатации, дни	Износ поверхности, %
	неупрочненные	упрочненные		
99	17,2	7,5	7,9	9,2
174	20,0	14,5	261	23,5
241	31,6	17,9	332	28,2
295	31,8	20,3	418	32,2
352	34,8	24,0	479	40,3
411	44,2	24,7	725	47,8
–	–	–	823	53,7

Литература

1. Бугаков Ю. Д., Шевченко И. Е. Некоторые данные о надежности бурильной колонны при проходке глубоких колонковых скважин на уголь.// Разведка и охрана недр. –1965. – № 2.
2. Веретенников А. Г., Климочкин Э. Е., Темников В. Ф. и др. Изготовление упрочненных бурильных колонн и результаты их внедрения – //Разведка и охрана недр. – 1975. – № 10. – С. 21 – 23.
3. Дудля Н. А., Викторов Г. Н., Кириченко Г. Н., Островский И. Р. Бурильные трубы геологоразведочного сортамента: Монография. – Д.: Изд. дом «Андрей»: – 2007. – 207 с.
4. Израильский А. М., Финкельштейн Г. М. Эксплуатация и ремонт бурильных и обсадных колонн. – М. Недра, – 1966.
5. Кириченко Г. Н., Левада М. П. Опыт комплектования бурильных колонн в Павлоградской экспедиции треста «Днепрогеология». Информационный листок МГ СССР– 1969. – № 3 (15). –7 с.
6. Козаченко Н. И., Пустовойтенко И. П. Анализ аварий с бурильными колоннами в организациях Министерства геологии Украинской ССР и пути их предупреждения. М. ВИЭМС. Экспресс-информация. Сер. «Техника и технология геологоразведочных работ; организация производства». – 1972. – № 7.– 6 с.
7. Кузьмин Г. Г., Ястребов О. В., Шевченко И. Е., Кириченко Г.Н. Организация комплектования бурильных колонн в Волго-Донском управлении. М.:ОНТИ ВИЭМС, – 1974. – 22 - 25 с.
8. Шевченко И. Е. Исследование прочности колонн бурильных труб при глубоком колонковом бурении в Донбассе. Информационное сообщение. Серия «Техника и технология геологоразведочных работ; организация производства»: – 1969. –№ 65. – 11 с.
9. Щербюк Н. Д., Газанчан Ю. И., Барышников А. И. Эксплуатация бурильных труб и разрушение резьбовых соединений. М.: ВНИИОЭНГ. – 1986. – 59 с.

Поступила 31.05.07.

УДК 622.23 ББК 33.131

І. І. Мартиненко, канд. техн. наук

Державна геологічна служба Мінприроди України, м. Київ, Україна

МІНЕРАЛЬНО-СИРОВИННА БАЗА – ШЛЯХ ЕКОНОМІЧНОГО ЗРОСТАННЯ ДЕРЖАВИ

Мінерально-сировинна база − це сукупність розвіданих і попередньо оцінених запасів корисних копалин і супутніх компонентів, які можуть бути застосовані в галузях економіки.

Мінерально-сировинний комплекс України на початку дев'яностих років минулого століття забезпечував 23–25 % її валового національного продукту. З добуванням та використанням корисних копалин пов'язано 48 % промислового потенціалу держави і до 20 % її трудових ресурсів. Ці показники наближаються до показників розвинутих країн з потужною гірничодобувною промисловістю, де зосереджено від 20 до 40 % загальних інвестицій.

Державним балансом запасів корисних копалин враховано близько 8000 родовищ з 96 видів корисних копалин, понад 3000 родовищ освоєно промисловістю, та на їх базі функціонує понад 2000 гірничодобувних підприємств. Вартість розвіданих запасів з розрахунку на душу населення України становить близько 150 тис. дол. США, а за оцінками західних експертів навіть понад 200 тис. дол. США. Понад третину експортного виторгу Україна отримувала від реалізації мінерально-сировинної продукції.

Деякі корисні копалини України представлені унікальними за запасами і якістю сировини родовищами, розташованими в досить сприятливих умовах для створення гірничопромислових комплексів.

Ґрунтуючись на родовищах корисних копалин, розвіданих унаслідок геологічного вивчення надр, у значних обсягах ведеться добування кам'яного вугілля (до 2 % світового), залізних (4 %) та марганцевих (10 %) руд, урану, титану, цирконію. гафнію, графіту (4 %), каоліну (18 %), брому, вохри, нерудної металургійної сировини (кварцитів, флюсових вапняків і доломітів), хімічної сировини (самородної сірки, кам'яних та калійних солей), облицювального каменю (гранітів, габро, лабрадоритів та ін.), скляного піску тощо. Із надр держави вилучаються вуглеводнева сировина, буре вугілля, торф, цементна сировина, тугоплавкі та вогнетривкі глини, сировина для виробництва будівельних матеріалів, йод, бром, мінеральні води, коштовне каміння, п'єзокварц та ін. У незначних обсягах добуваються руди нікелю, золото, скандій, гафній, бурштин, цеоліти, фосфатна сировина тощо.

Мають різні рівні вивчення родовища нетрадиційних для нашої країни видів мінеральної сировини як хрому, свинцю, цинку, міді, молібдену, берилію, літію, танталу, ніобію, рідкісних земель, плавикового шпату, апатиту, горючих сланців, бішофіту.

Проте цей перелік, що має свідчити про достатню забезпеченість у мінеральній сировині (з деяких корисних копалин на десятки і навіть сотні років), в умовах сьогодення потреби держави у відтворенні мінерально-сировинної бази не задовольняються. Значно скоротилися обсяги геологорозвідувальних робіт. За останнє десятиріччя приріст розвіданих запасів більшості найважливіших корисних копалин не компенсує їх видобування. Якщо вчасно не вжити заходів, то може статися така ситуація, коли, крім традиційного імпорту деяких кольорових та рідкісних металів, коксівного вугілля, магнезиту, плавикового шпату, буде завозитися сировина, яка раніше експортувалася з України – самородна сірка, високоякісні флюси тощо.

За останні роки підтверджено реальні можливості щодо подальшого приросту запасів вуглеводнів, відкриття і розвідки родовищ нових для України корисних копалин. Є всі можливості для створення потужного виробництва так званих «вітамінів промисловості» –

рідкісних металів, збільшення споживання яких визначає розвиток у світі наукоємних технологій.

Аналіз світових тенденцій за останні роки свідчить, що найбільш високими темпами продовжують зростати видобуток і споживання енергетичних ресурсів, легуючих металів та окремих видів кольорових і рідкісних металів, благородних металів і алмазів, сировини для сільського господарства. Підвищення рівня соціально-економічного розвитку неминуче супроводжується збільшенням споживання природної мінеральної сировини. Особливо це спостерігається в країнах розвинутої ринкової економіки, які продовжують збільшувати інвестиції в геологічну розвідку не лише на своїх територіях, а й на територіях інших країн.

З урахуванням необхідності розвитку пріоритетних напрямів геологічних досліджень з метою забезпечення економіки держави гостродефіцитними видами власної мінеральної сировини Верховна Рада України в лютому 2006 року прийняла Закон України «Про затвердження Загальнодержавної програми розвитку мінерально-сировинної бази України на період до 2010 року».

Підприємства геологічної галузі, починаючи з 2006 року, спрямовували свою діяльність на розширення мінерально-сировинної бази держави та забезпечення виконання державного замовлення з приросту запасів корисних копалин вже у відповідності до зазначеного нормативно-правового документа. В обсягах, визначених Законом, здійснюється і фінансування геологічного вивчення надр Державним бюджетом України як у 2006, так і у 2007 роках.

У 2006 році геологорозвідувальні роботи проводилися відповідно до двох бюджетних програм − КПКВ 2404020 «Розвиток мінерально–сировинної бази, зокрема буріння артезіанських свердловин» і КПКВ 2404030 «Еколого-геологічні дослідження та заходи», для чого було витрачено відповідно 515 та 5 млн грн.

У повному обсязі виконане державне замовлення з геологічного картування, геофізичних та інших досліджень, підготовлено до подальшого вивчення 13 нафтогазових об'єктів площею понад 150 кв км із перспективними ресурсами понад 32 млн. т умовного палива. Одержані прирости запасів становлять 1 млн т нафти і газового конденсату, 15,9 млн т кам'яного вугілля, 2 млн т бурого вугілля, 148,2 тис т торфу, 2,5 умовних одиниць золота, 1 умовна одиниця рідкісноземельних металів, 1,06 ум од титану, 12,3 млн т каоліну вторинного, 1,3 млн т фосфоритів, 0,7 млн $м^3$ каменю облицювального, 0,6 умовних одиниць урану, 50,6 тис т хромітів, 7,8 млн т тальк-магнезиту, 18,3 млн. т опоки, 3,2 млн т бентонітових глин, 71,9 тис т пегматиту, 1500 кг бурштину, 303 кг п'єзокварцової сировини, 4963,2 тис. $м^3$ підземних питних вод.

Не зважаючи на відсутність фінансування, за бюджетною програмою «Держзамовлення з приросту запасів природного газу та регіональних геологорозвідувальних робіт», за рахунок раціонального використання бюджетних коштів забезпечено приріст 5,1 млрд $м^3$ природного газу.

Пробурено 117 артезіанських свердловин, загальний метраж яких становить 12440 м а сумарний дебіт 31 тис $м^3$ на добу.

На шельфі Чорного моря пробурено 3 нафтогазові свердловини, однією із них у межах Прикерченського регіону відкрито нафтове родовище Суботіна. В Дніпровсько-Донецькій западині (ДДз) відкрито Васищівське газоконденсатне і Південно-Берестівське нафтове родовища. Отримано ознаки нафтогазоносності у відкладах Різниківської площі (ДДз), на Монастирецькій та Чечвинсько- Вільхівській площах (Західний регіон).

На Міотичній структурі виділено зону покращених колекторських властивостей верхньоміотичних відкладів, унаслідок чого збільшуються перспективні ресурси Східно-Казантіпського родовища і становлять близько 11,24 млрд куб. $м^3$ газу.

Виявлення при переопробуванні керна із свердловин Млинківської ділянки підвищеного вмісту золота, платини та паладію розширює перспективи Жовторіченської золоторудної зони. При картуванні аркушів «Полтава−Охтирка» у кайнозойських відкладах виявлено

утворення невідомої раніше соляно-купольної структури, у брекчіях якої спостерігається сульфідне зруденіння.

В зоні Центральноверхівцівського розлому підтверджується висока металогенічна продуктивність – перспективність на виявлення комплексних родовищ міді, кобальту, нікелю та благородних металів, зокрема платини. В межах Родіонівської ділянки розкрито тектонічну зону, де зафіксовано підвищений вміст паладію, а також відмічені аномальні концентрації вольфраму, срібла та цинку.

У процесі вивчення Кальміуської площі Східного Приазов'я виявлено аномалії молібдену, перспективні ресурси якого становлять по руді 40310,9 тис. т, по металу – 7470,0 тис. т, а на рудопрояві Вербовий - вольфраму.

Перспективою для подальших геологорозвідувальних робіт є відкриття ряду рудних проявів золота, платини, паладію, рідкісноземельних елементів в інших регіонах. Завершується робота з оцінки сучасного стану прогнозних ресурсів та експлуатаційних запасів підземних вод по 10 областях України.

Українським державним геологорозвідувальним інститутом видано 5 комплектів Державної геологічної карти України; «Гідрогеологічний щорічник про стан підземних вод України за 2005 рік», «Прогноз рівнів ґрунтових вод на території України на 2006 рік», «Інформаційний щорічник щодо активізації екзогенних геологічних процесів». Підготовлені до видання Державний баланс запасів, серед яких 27 рудних корисних копалин, 65 нерудних, вугілля, метану, германію, торфу і сапропелю; методичні рекомендації зі складання геохімічних карт масштабів 1:200 000 та 1:50 000 Українського щита, з аерокосмогеологічних досліджень та використання їх результатів при геологозйомочних роботах, з організації і проведення геологічної зйомки шельфу Чорного і Азовського морів масштабу 1:200 000.

У рамках розвитку нормативно-правової бази з метою підвищення ефективності використання надр доопрацьовано проект нової редакції Кодексу України про надра, завершується розробка принципів рентного утворення доходу, який враховує індивідуальні природні особливості кожного об'єкта і вирішує проблему визначення економічного потенціалу родовищ корисних копалин через їх природний потенціал.

Державна геологічна служба бере активну участь у співпраці з Міжнародними геологічними організаціями, геологічними структурами окремих країн.

У серпні 2006 року в Україні під егідою міжнародної асоціації фахівців з генезису рудних родовищ (IAGOD) проходив Міжнародний польовий симпозіум «Карпати та Український щит, Україна». Учасниками симпозіуму були провідні геологи та представники видобувних підприємств світу (Канада, Велика Британія, Норвегія, Австралія, Узбекистан, США, Росія, Киргизстан, ПАР, Німеччина), а також фахівці з вітчизняних геологічних та гірничо-геологічних підприємств, наукових і освітніх закладів.

На початку вересня в Україні відбувся V Міжнародний симпозіум ProGEO (Європейська асоціація зі збереження геологічної спадщини) «Європейська політика охорони геологічних пам'яток. Теорія та практика». Подібний захід − перший на території колишнього СРСР і колишніх соціалістичних країн. Проведення симпозіуму в Україні мало на меті сприяти розвитку природоохоронної роботи в геологічній галузі, наближення її до Європейських стандартів.

Науково-дослідні роботи спрямовувались на прогнозування і оцінку родовищ корисних копалин, прогнозування геолого-гідрогеологічних та геолого-екологічних умов; розробку нових технологій збагачення руд твердих корисних копалин; вдосконалення технології та техніки буріння глибоких і колонкових свердловин, розробку нормативно-правових актів тощо.

Продовжувались аналітичні, камеральні та польові роботи на геологорозвідувальних об'єктах, передбачених планами робіт і державним замовленням, на чорні, благородні та кольорові метали, золото, алмази, вугілля, нерудну сировину, прогнози та інформації про

стан геологічного середовища, зокрема про стан і режим підземних вод і можливу активізацію екзогенних геологічних процесів.

Складні завдання геологічна галузь вирішує у 2007 році, на виконання яких Державним бюджетом передбачено кошти в обсязі 622,1 млн грн., що майже на 20 % більше ніж у 2006 році і в 2 рази − від фактичного фінансування у попередні роки.

Це здійснення геологічного та гідрогеологічного вивчення площ масштабів 1:200 000 та 1: 50 000, геологічної зйомки на шельфі, підготовки геофізичних основ на суходолі 14 перспективних нафтогазових об'єктів з прогнозними ресурсами 75 ум од палива. Необхідно приростити: 1,2 млн т нафти і конденсату, 6,0 млрд $м^3$ газу, 0,1 млрд $м^3$ метану вугільних родовищ, 20,0 млн т кам'яного вугілля, 4 млн т бурого вугілля, інших металевих та неметалевих корисних копалин і підземних питних вод.

Крім того, слід забезпечити цілий ряд геологорозвідувальних робіт з метою підготовки об'єктів для одержання державного замовлення у 2008−2010 роках.

Підтвердженням безумовного виконання завдань є результати роботи підприємств у першій половині поточного року.

У Більче-Волицькій зоні Передкарпатського прогину відкрито Східно-Любешівське газове родовище. Розширено площі газоносності Бережницького і Вижомлянського родовищ у Західному регіоні. На шельфі Чорного моря у свердловині на площі Суботіна виділено для випробування 7 перспективних горизонтів.

Завершено бурінням біля 40 артезіанських свердловин для забезпечення населення екологічно чистою питною водою.

Позитивні пошукові результати отримано при проведенні геологічного картування району Куп'янськ-Волоконівка, де виявлено десятки перспективних ділянок будівельної сировини, а на Чортомлицькій площі − Олексіївський рудопрояв молібдену. Аналіз матеріалів по південній частині Кривбасу дозволив визначити основні регіональні і локальні закономірності розміщення і формування поліметалевого, рідкісноземельного та фосфатного зруденіння, що є перспективою для подальших геологорозвідувальних робіт.

Підготовлено матеріали до національних доповідей «Про стан техногенної безпеки в Україні», «Про стан навколишнього природного середовища в Україні» та «Про якість питної води та стан питного водопостачання в Україні».

Науково-дослідні роботи спрямовуються на прогнозування і оцінку родовищ корисних копалин, геолого-гідрогеологічних та геолого-екологічних умов; розробку нових технологій збагачення руд твердих корисних копалин; вдосконалення технології та техніки буріння глибоких і колонкових свердловин; розробку нормативно-правових актів тощо.

Проведення геологічних досліджень, отримання позитивних результатів з багатьох напрямків вказує на беззаперечну перспективність і необхідність здійснення подальших геологорозвідувальних робіт, а також спроможність українських геологів успішно вирішувати завдання з нарощування мінерально-сировинного потенціалу держави.

Поступила 14.06.07

УДК 622.243:536.24

А. А. Кожевников, докт. техн. наук[1]; **А. Ю. Дреус,** канд. техн. наук[2];
С. В. Гошовский, докт. техн. наук[3]; **И. И. Мартыненко,** канд. техн. наук[4].

[1] *Национальный горный университет, г. Днепропетровск, Украина*
[2] *Днепропетровский национальный университет, г. Днепропетровск, Украина*
[3] *Украинский государственный геологоразведочный институт, г. Киев, Украина*
[4] *Государственная геологическая служба, г. Киев, Украина*

ЧИСЛЕННОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕМПЕРАТУРНОГО ПОЛЯ СЕКТОРА МАТРИЦЫ АЛМАЗНОЙ КОРОНКИ ПРИ ЕГО ДВИЖЕНИИ ПО ЗАБОЮ ПРИ БУРЕНИИ СКВАЖИНЫ

The 2-D mathematical model and results of numerical studies of temperature fields in the core bit and rock are present.

Введение

Исследования закономерностей износа алмазных буровых коронок, например [1], показывают, что одним из факторов преждевременного выхода породоразрушающего инструмента из строя является прижог и расплавление матрицы алмазных коронок. При этом следует заметить, что износ торца матрицы коронок происходит неравномерно, так как набегающая и сбегающая части сектора матрицы работают в разных теплофизических условиях. Распределение температурных полей в секторе и, следовательно, тепловая нагрузка на различные участки будет определяться интенсивностью теплообмена с промывочной средой, геометрическими размерами, мощностью тепловыделения на контакте, теплофизическими характеристиками и др. Исследование теплового состояния системы взаимодействующих тел представляет собой важную технологическую задачу с точки зрения обеспечения ресурсосберегающих режимов работы инструмента, для решения которой можно использовать методы вычислительной теплофизики.

Состояние вопроса

Проблеме моделирования теплофизических процессов на контакте с генерированием тепла посвящено достаточно большое количество исследований. Одной из первых работ по расчету температурных полей в теле буровой коронки является [2]. Предложенный подход оказался достаточно плодотворным и послужил основой для целого ряда математических моделей разной степени детализации и сложности, например, в работах [3, 4, 5]. В [6] выполнен анализ таких моделей, и после уточнения параметров физической модели предложено их развитие для расчета нестационарных тепловых процессов на забое при бурении скважины. Исследования нестационарных температурных режимов буровой коронки выполнено в [7], где показано, что в условиях переменного режима охлаждения могут развиваться критические с точки зрения работоспособности породоразрушающих элементов температуры. Общей отличительной чертой названных моделей является их одномерность по пространственной координате. Таким образом, они позволяют получить по высоте коронки только значения некоторой усредненной по поперечному сечению инструмента температуры.

В работе [8] рассмотрен вопрос о взаимодействии матрицы алмазной буровой коронки с горной породой забоя скважины с точки зрения термоупругости. Показано, что вследствие интенсивного тепловыделения на контакте возможна деформация поверхности забоя в направление матрицы, что в свою очередь отрицательно влияет на эффективность технологического процесса. Для исследования такого рода эффектов следует рассматривать тепловую задачу в динамике с учетом неравномерного нагрева сектора матрицы и неодномерности тепловых полей в призабойном слое породы и инструменте.

В работах [9, 10] представлены результаты исследования тепловых процессов в породоразрушающем инструменте на основе двумерных компьютерных моделей, позволяющих оценить его тепловое состояние и распределение тепловых потоков. Однако эти исследования выполнены для стационарных условий контакта инструмента и породы в статической постановке и не учитывают кинематический аспект движения буровой коронки, заключающийся в том, что «горячий» сектор коронки набегает на «холодную» породу, охлажденную промывочной жидкостью при прохождении над данным участком забоя торцевого промывочного канала.

Цель работы

Целью настоящей статьи является исследование нестационарных температурных полей в системе «сектор матрицы – горная порода» с помощью методов математического моделирования процессов теплопереноса. Ниже представлены математическая модель и результаты численного моделирования процессов теплопереноса при бурении скважины в двумерной постановке с учетом несимметричности температурного поля сектора матрицы вследствие его движения по поверхности забоя.

Математическая модель и алгоритм расчета

Рассмотрим задачу о распределении тепла в движущемся секторе матрицы коронки в рамках плоской двумерной задачи. Расчетная область представлена на рис. 1. Начало неподвижной системы координат поместим в центр контактирующей с породой нижней плоскости сектора и свяжем эту систему с сектором коронки. При таком выборе системы координат для моделирования движения сектора матрицы (область W_1) высотой H и длиной $2L$ по поверхности породы (область W_2) с постоянной скоростью w используем принцип обратимости и предположим, что слой породы движется относительно неподвижного сектора матрицы. Протяженность расчетной области W_2 и глубина расчетного слоя породы соответственно $2l$ и h.

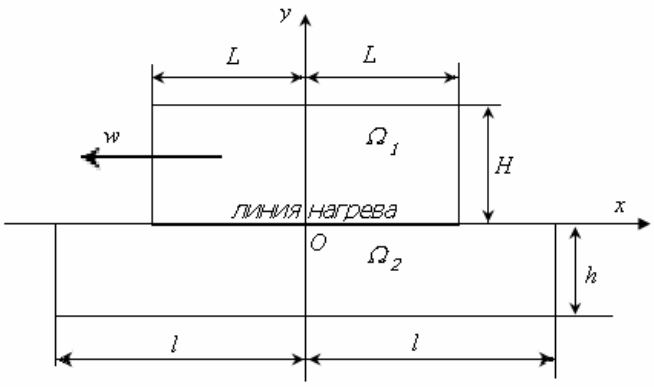


Рис. 1. Схема к расчету нагрева сектора матрицы алмазной буровой коронки и породы.

При работе инструмента, начиная с некоторого нулевого момента времени, на границе тел генерируется тепло с удельной мощностью q. Сделаем некоторые допущения:

коэффициенты конвективного теплообмена одинаковы для поверхности сектора матрицы алмазной буровой коронки и для поверхности забоя;

источники тепловыделения равномерно распределены по всей плоскости нагрева и постоянны по величине на протяжении всего времени контакта;

будем пренебрегать зависимостью теплофизических свойств материала коронки и горной породы от температуры и их анизотропией в призабойном слое породы;

температура промывочной жидкости постоянна по высоте сектора коронки.

Нестационарные температурные поля в областях W_1 и W_2 описываются системой нестационарных двумерных уравнений теплопроводности

$$\begin{aligned} c_1 r_1 \frac{\partial t_1}{\partial t} &= l_1\left(\frac{\partial^2 t_1}{\partial x^2}+\frac{\partial^2 t_1}{\partial y^2}\right), \quad x, y \in \Omega_1 \quad t>0, \\ c_2 r_2 \frac{\partial t_2}{\partial t} + c_2 r_2 w \frac{\partial t_2}{\partial x} &= l_2\left(\frac{\partial^2 t_2}{\partial x^2}+\frac{\partial^2 t_2}{\partial y^2}\right), \quad x, y \in \Omega_2 \quad t>0. \end{aligned} \tag{1}$$

где c – теплоемкости; ρ – плотности;

λ – коэффициенты теплопроводности;

τ – время, индексы «1» и «2» относятся соответственно к сектору матрицы и горной породе.

Во втором уравнении системы (1) учитывается перенос тепла за счет движения со скоростью w.

Систему (1) следует дополнить граничными и начальными условиями.

На линии нагрева сформулируем граничные условия теплового баланса с учетом наличия на границе контакта источника тепла

$$\begin{aligned} t_1\big|_{y=0} &= t_2\big|_{y=0,\,-L<x<L}, \\ l_1 \frac{\partial t_1}{\partial y}\bigg|_{y=0} - l_2 \frac{\partial t_2}{\partial y}\bigg|_{y=0,\,-L<x<L} &= q. \end{aligned} \tag{2}$$

Из экспериментальных данных [6] и данных численного моделирования [7] следует, что основной теплосъем при охлаждении коронки происходит на участке матрицы. Таким образом, можно предположить, что на границе $y=H$ температурное поле выровняется, и в этом случае можем принять значение температуры известным из решения одномерной задачи [6, 7]

$$t_1\big|_{y=H} = t^*(t). \tag{3}$$

В силу малой теплопроводности породы прогреваться будет лишь достаточно тонкий ее слой, непосредственно прилегающий к линии нагрева. Таким образом на удалении от линии нагрева по глубине породы температурные поля будут выравниваться и, следовательно, можем сформулировать

$$\frac{\partial t_2}{\partial y}\bigg|_{y=-h} = 0, \tag{4}$$

$$\frac{\partial t_2}{\partial x}\bigg|_{x=l} = \frac{\partial t_2}{\partial x}\bigg|_{x=-l} = 0. \tag{5}$$

На боковых поверхностях сектора матрицы происходит конвективный теплообмен с промывочной жидкостью, которая также омывает и поверхность забоя, неконтактирующую в данный момент времени с матрицей. Граничные условия для данных участков запишутся

$$\begin{aligned} -l_1 \frac{\partial t_1}{\partial x}\bigg|_{x=-L} &= a\left(t_1\big|_{x=-L} - t_g\right), \\ -l_1 \frac{\partial t_1}{\partial x}\bigg|_{x=L} &= a\left(t_1\big|_{x=L} - t_g\right), \\ -l_2 \frac{\partial t_2}{\partial y}\bigg|_{y=0,x\in[-l,-L]} &= a\left(t_2\big|_{y=0,x\in[-l,-L]} - t_g\right), \\ -l_2 \frac{\partial t_2}{\partial y}\bigg|_{y=0,x\in[L,l]} &= a\left(t_2\big|_{y=0,x\in[L,l]} - t_g\right), \end{aligned} \tag{6}$$

где α – коэффициент конвективной теплоотдачи;

t_g – температура промывочной жидкости.

Предполагается, что начальная температура обоих контактирующих тел одинакова с известной и равна

$$t_1\big|_{\tau=0} = t_2\big|_{\tau=0} = t_0. \qquad (7)$$

Система уравнений (1) с граничными и начальными условиями (2)–(7) аппроксимировалась разностными выражениями в соответствии с явной схемой [11]. Для внутренних расчетных узлов

$$t_{1,n+1,i,j} = t_{1,n,i,j} + \frac{l_1}{c_1 r_1}\Delta t\left(\frac{1}{\Delta x^2}(t_{1,n,i-1,j} - 2t_{1,n,i,j} + t_{1,n,i+1,j}) + \right.$$
$$\left. + \frac{1}{\Delta y^2}(t_{1,n,i,j-1} - 2t_{1,n,i,j} + t_{1,n,i,j+1})\right); \qquad (8)$$

$$t_{2,n+1,i,j} = t_{2,n,i,j} - \frac{w}{\Delta x}\Delta\tau(t_{2,n,i,j} - t_{2,n,i-1,j}) +$$
$$+ \frac{\lambda_2}{c_2\rho_2}\Delta\tau\left(\frac{1}{\Delta x^2}(t_{2,n,i-1,j} - 2t_{2,n,i,j} + t_{2,n,i+1,j}) + \frac{1}{\Delta y^2}(t_{2,n,i,j-1} - 2t_{2,n,i,j} + t_{2,n,i,j+1})\right) \qquad (9).$$

где $\Delta x, \Delta y$ – шаги расчетной сетки по координатам x и y соответственно; $\Delta\tau$ – шаг по времени. Шаги расчетной сетки выбирались исходя из условий

$$\Delta\tau = \Delta x / w;\ \max(\mathrm{Fo}_{1\Delta x}; \mathrm{Fo}_{1\Delta y}; \mathrm{Fo}_{2\Delta y}; \mathrm{Fo}_{2\Delta y}) \le \frac{1}{4},$$

где сеточные числа Фурье определяются из соотношений

$$Fo_{k\,\Delta x} = \frac{\lambda_k \Delta\tau}{c_k \rho_k \Delta x^2};\ Fo_{k\,\Delta y} = \frac{\lambda_k \Delta\tau}{c_k \rho_k \Delta y^2};\ k = 1,2.$$

Для граничных узлов расчетные соотношения получали из аппроксимации соответствующих граничных условий. Особенность алгоритма заключается в необходимости корректировки температуры на границе $y = 0$ на каждом временном шаге вследствие смещения температурного поля породы относительно сектора за счет движения со скоростью *w*.

Результаты расчета и их обсуждение

Ниже представлены результаты численного исследования температурных полей в системе контактирующих тел «сектор матрицы – порода», выполненного на основе приведеной выше математической модели.

В качестве примера для расчета выбран сектор матрицы коронки А4ДП-76 с $2L$=0,0273 м, теплопроводность материала матрицы $\lambda_1 = 120$ Вт/м·град, теплопроводность породы $l_2 = 2{,}38$ Вт/м·град, забойная мощность принята равной $N_з$= 6 кВт, расход промывочной жидкости 20 л/мин, обеспечивающий среднее значение коэффициента конвективной теплоотдачи α=2,053·10^4 Вт/м^2·град, $t_g = 20$ °С. Скорость движения сектора по коронке принималась равной *w*=1,5 м/с.

На рис. 2 показана эволюция температурного поля сектора и породы во времени с момента начала движения и одновременного генерирования тепла на линии контакта.

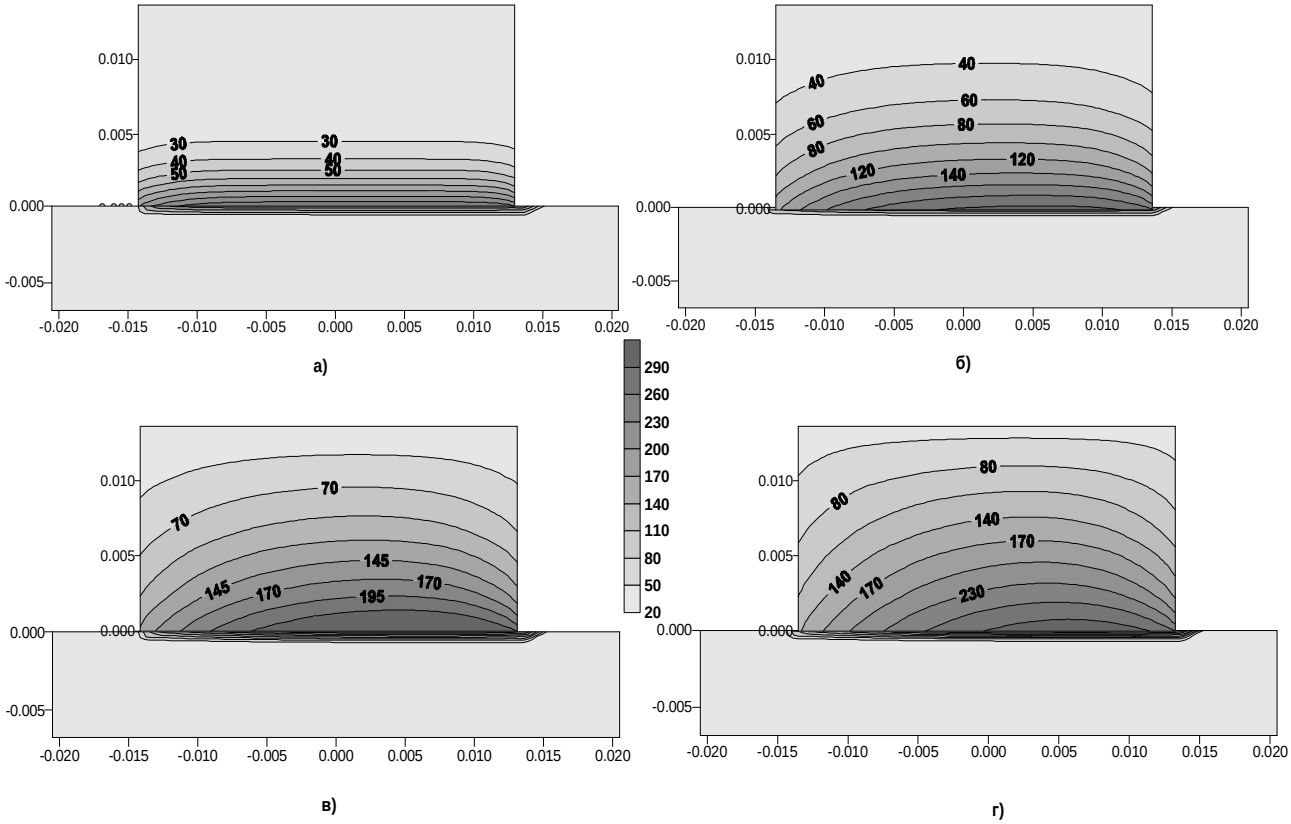


Рис. 2. Температурное поле в ^{o}C сектора матрицы коронки: а) t = 0,1 с; б) t = 0,5 с; в) t = 1 с; г) t = 5 с.

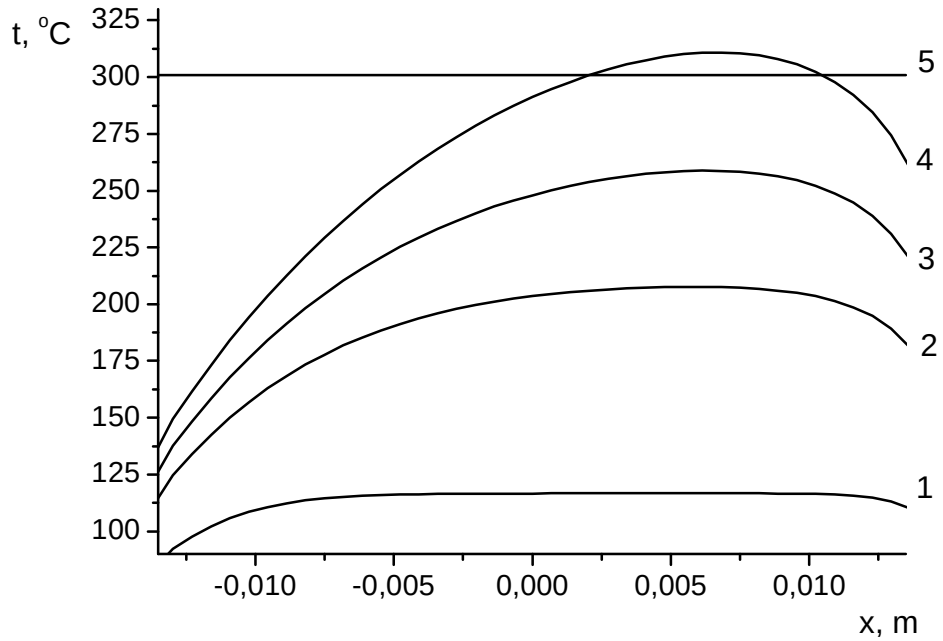


Рис. 3. Температура на линии нагрева: 1 – t = 0,1 с; 2 – t = 0,5 с; 3 – t = 1 с; 4 – t = 5 с; 5 – стационарное решение одномерной задачи [3].

В таблице представлены рассчитанные по предложенной модели численные значения температуры набегающего края сектора коронки T_H, сбегающего края сектора T_C, а также значения максимума температуры T_{max} и координата точки его положения x_{max}.

Рассчитанные по предложенной модели численные значения параметров

τ, с	T_H, °C	T_C, °C	T_{max}, °C	$x_{max} \cdot 10^3$, м
0,1	83,4	110,0	116,7	−2,7
0,5	111,9	180,9	207,6	9,45
1,0	123,3	219,6	258,8	12,15
5,0	133,7	259,8	310,8	13,5
10,0	137,5	270,2	325,0	13,5

Выводы

1. Предложенные в работе математическая модель и алгоритм расчета позволяют выполнить численное исследование теплового состояния сектора матрицы алмазной буровой коронки при его движении по забою при бурении скважины с генерированием тепла на контакте.

2. На основе численного исследования впервые показана качественная и количественная картина неоднородного нагрева сектора, что обусловлено набеганием передней части сектора на «холодную» породу. Показано, что по длине сектора коронки в области, прилегающей к линии контакта развиваются значительные градиенты температуры.

3. Результаты исследования показывают, что при выбранных параметрах бурения прогревается лишь тонкий слой горной породы, непосредственно прилегающий к линии контакта. При этом величина теплового следа в породе за сектором коронки незначительна по сравнению с шириной промывочного окна.

4. Представленные результаты численного исследования по предложенной двумерной математической модели могут быть использованы для определения рациональных конструктивных параметров алмазной коронки и ресурсосберегающих режимов бурения.

Литература

1. Пинчук Н. П., Кудря В. А., Мельничук И. П. Методы повышения эффективности бурения геологоразведочных скважин (Опыт концерна «Геологоразведка»). – М.: ЗАО «Геоинформмарк», 2000. – 536 с.
2. Кудряшов Б. Б., Оношко Ю. А. Нагрев и охлаждение алмазных коронок при бурении // Сб. науч. тр. ВИТР. Методика и техника разведки.– 1964. – № 46.
3. Кудряшов Б. Б.; Яковлев А. А. Анализ и расчет температурного поля в теле алмазной коронки // Записки Ленинградского горного института им. Г. В. Плеханова – 1985 – Т. 105.– С. 10 – 15.
4. Горшков Л. К., Гореликов В. Г. Температурные режимы алмазного бурения. – М.: Недра, 1992. – 173 с.
5. Математическая модель температурного режима алмазной коронки при бурении скважины. / А. А. Кожевников, А. Ю. Дреус, И. И. Мартыненко, Ю. А. Бакаржиев//Матеріали міжн. конф. «Форум гірників – 2005», т. 2., Д.: НГУ, 12-14 жовтня.− 2005. – С. 250-257.
6. Забойные факторы алмазного бурения геологоразведочных скважин / Кожевников А. А., Гошовский С. В., Мартыненко И. И. и др. Д.: ЧП «Лира ЛТД», 2006. – 264 с.
7. Тепловое поле алмазной коронки при бурении с нестационарным режимом промывки скважины / Кожевников А. А., Гошовский С. В., Дреус А. Ю. и др. // Доповіді Національної академії наук України, № 2, 2007. – С. 62–67.
8. О термоупрогом искажении профиля поверхности забоя скажины при алмазном бурении / Кожевников А. А., Вахалин Ю. Н., Вырвинский П. П. и др. // Сб. науч. трудов ИСМ НАН Украины «Породоразрушающий и металообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения». Вып. 8.− 2005. – С. 18 – 22.
9. Теплові режими робочих елементів породоруйнівного інструменту в умовах обмеженого теплообміну / Майстренко А. Л, Дутка В. А., Лукаш В. А. и др. // Материалы V Межд.

конф. «Породоразрушающий и металообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения».−К.: ИСМ НАН Украины, К 2002. – С. 105 – 107.
10. Вибір теплових режимів роботи твердосплавних елементів бурових коронок в умовах обмеженого охолодження на основі комп'ютерного моделювання / В.А. Дутка, В. М. Колодніцький, В. А. Лукаш и др. // Сб. науч. трудов ИСМ НАН Украины «Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения», вип.7.− 2004. – С. 25 – 29.
11. Беляев Н. М., Рядно А. А. Методы теории теплопроводности.− Ч. 2. – М.: Высш. школа, 1982. – 304 с.

Поступила 24.05.07.

УДК 622.24.05(031)

И. Р. Островский, инж.; **В. Ф. Сирик**, канд. техн. наук;
А. С. Луцик, инж.; **А. А. Полушко**, бакалавр

ООО «Днепропетровский завод бурового оборудования»,
г. Днепропетровск, Украина

СКВАЖИННЫЕ АМОРТИЗАТОРЫ

The drill hole shock absorber consists cylinder spring to reduce amplitude of vertical and torsion vibrations. The using shock absorber to rise drill bit resource to 20…30 % within drill productivity increasing on 15…25 %.

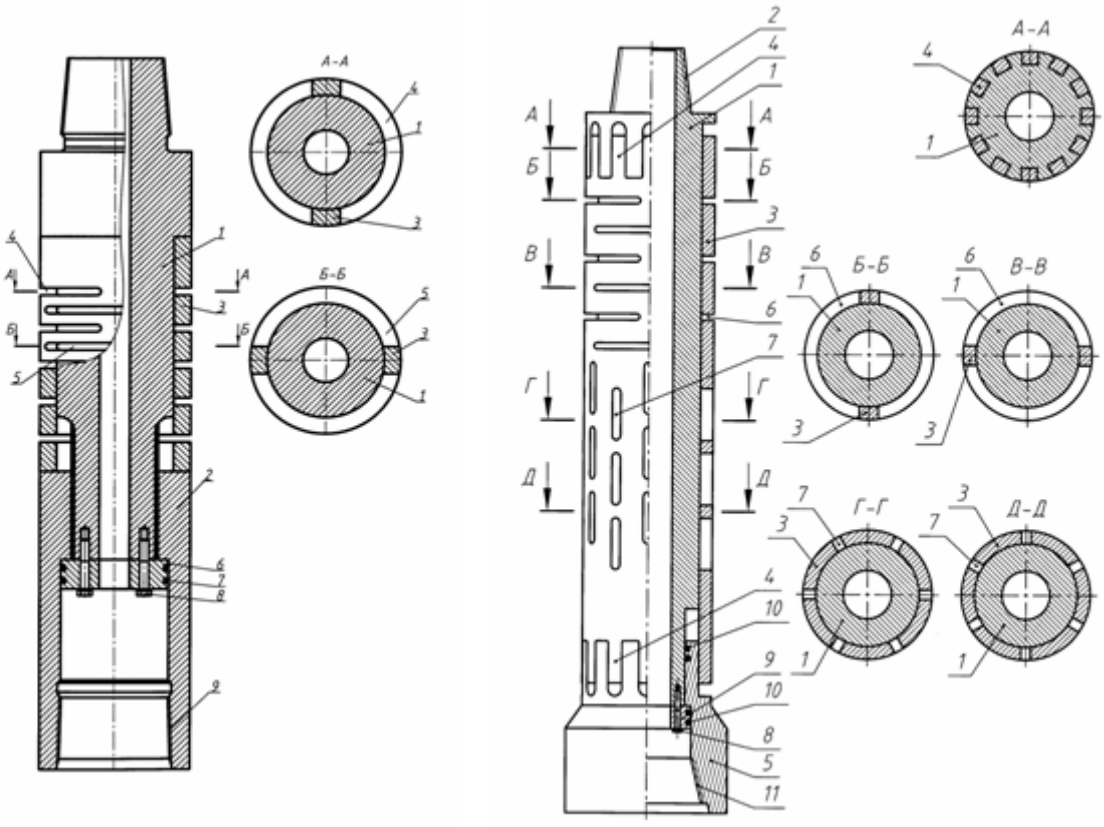
При шарошечном бурении скважин в твердых горных породах при ударах зубцов шарошек о забой скважины генерируются вертикальные вибрации бурильных (утяжеленных) труб, что приводит к преждевременному износу опор шарошек и твердосплавных вставок. Вибрации также передаются на буровой станок и приводят к поломкам деталей вращателя (ротора). С целью снижения амплитуды вибраций и защиты бурового долота используют скважинные амортизаторы и отражатели упругих волн, которые размещают между буровым долотом и бурильными трубами [1, 2, 3]. По показателям производственных организаций использование амортизации обеспечивает рост технико-экономических показателей бурения: проходка на долото возрастает на 28–35 % при увеличении механической скорости бурения на 26–32 % [4, 5].

Ниже изложены материалы о конструкции, методике расчета и технических характеристиках погружных скважинных амортизаторах, созданных ООО «Днепропетровский завод бурового оборудования», для бурения взрывных скважин и глубоких скважин на нефть и газ шарошечными буровыми долотами.

Нефтегазовая промышленность при бурении глубоких скважин использует скважинные амортизаторы. Наиболее известны конструкции, где в качестве рабочего упругого элемента используются стальные винтовые цилиндровые пружины. Высокие показатели буре-

ния получили при использовании амортизаторов с резиновыми упругими элементами, которые уменьшают амплитуду осевых и крутильных вибраций. Недостатком резиновых амортизаторов является низкий ресурс из-за низкой прочности резиновых вкладышей. Наиболее эффективными с точки зрения гашения осевых вибраций являются амортизаторы, в которых снижение осевых вибраций достигают с помощью пнемо–гидравличного устройства. Типичным представителем такого амортизатора является инструмент фирмы «Хьюз Тул Компани» под названием «Софт-шок» Этот амортизатор характеризуется телескопической конструкцией и пнемо–гидравлическим действием. Передача осевой нагрузки от утяжеленных бурильных труб к буровому долоту происходит за счет демпфирующих газовой и наполненной маслом камер, которые разделяются поршнем, который плавает между маслом и газом.

ООО «Днепропетровский завод бурового оборудования» разработало ряд скважинных амортизаторов для разнообразных условий бурения скважин. Для условий бурения неглубоких взрывных скважин разработан нормальный ряд амортизаторов, предназначенных для снижения осевых вибраций, возникающих при шарошечном бурении в горных породах высокой твердости. Осевая нагрузка на буровое долото составляет 200–300 кН, и амплитуда вибраций составляет десятки кН, что приводит к критическим нагрузкам на шарошечное долото, которые превышают допустимые, и шариковая опора долота интенсивно изнашивается.



а) *б)*

Рис. 1. Скважинные амортизаторы:
а – для демпфирования осевых вибраций; 1 – вал; 2 – шлицевая втулка; 3 – пружина; 4, 5 – поперечные прорези; 6 – поршень; 7 – уплотнительные манжеты; 8 – болты; 9 – резьба замковая;
б– комбинированный, для демпфирования осевых и крутильных вибраций; 1 – вал; 2 – резьба; 3 – трубчатая пружина; 4 – выступы на торцах пружины; 5 – пазы в переходнике; 6 – поперечные прорези; 7 – продольные прорези; 8 – болты; 9 – поршень; 10 – уплотнительные манжеты.

Амортизатор для взрывных скважин [9] состоит из следующих деталей (рис. 1, *а*): вала *1* с резьбой в верхней части и шлицевого соединения в нижней части, через которое он соединен с шлицевой втулкой *2* . На валу размещена трубчатая цилиндрическая пружина *3* высокой жесткости. Пружина имеет поперечные прорези *4* и *5*, чередующиеся между собой. Высокая жесткость пружины достигается за счет высоколегированной пружинной стали и закалки ее до высокой твердости. К шлицевому валу болтами *8* присоединен поршень *6*, на котором размещены уплотнительные манжеты *7*, изолирующие внутреннюю полость и канал вала от внешнего пространства. В нижней части шлицевой втулки есть резьба *9* для соединения амортизатора с буровым долотом.

Работа амортизатора осуществляется следующим образом. При создании осевой нагрузки на буровое долото с помощью гидравлических цилиндров бурового станка пружина *3* сжимается на величину, которая равна ее деформации при заданном усилии. При этом высота прорезей *4* и *5* уменьшается пропорционально градиенту нагрузки к жесткости пружины. Поршень *6* перемещается вниз. При изменении осевой нагрузки на долото, вызывающееся вибрациями за счет ударов твердосплавных вставок о забой скважины, зазоры в прорезях изменяются и ударные усилия после амортизации вместо релаксационных становятся гармоничными и в таком виде передаются на резьбовые соединения бурового става.

Скважинный амортизатор выполнен для двух типоразмеров: диаметр корпуса 200 мм для бурового става диаметром 203 мм к буровому станку типа СБШ-250 и диаметр корпуса 180 мм для бурового станка типа СБШ-200.

Техническая характеристика скважинных амортизаторов

Тип бурового станка	СБШ-200	СБШ-250
Тип амортизатора	АС-180-250	АС-200-320
Диаметр бурения, мм	200–250	250–320
Диаметр корпуса, мм	180	200
Нагрузка на долото, кН	250	320
Максимальный крутящий момент, кН·м	5,5	6,5
Максимальная деформация пружины, мм	20	25
Длина, мм	1200	1280
Масса, кг, не больше	250	300

При бурении глубоких скважин на нефть и газ, кроме осевых вибраций, возникают крутильные (торсионные) вибрации, которые вызываются большим по значению крутящим моментом за счет трения бурильных труб о стенки скважины. Общее действие осевых и крутильных вибраций ведёт к увеличению напряжений в соединениях бурильных труб, что приводит к повышенному износу резьбы и даже к авариям. Для защиты бурового снаряда разработана конструкция комбинированного амортизатора, защищающего буровой снаряд одновременно от осевых и крутильных вибраций.

Комбинированный амортизатор (рис. 1, *б*) состоит из следующих деталей [10]: вал *1* с резьбой *2* для соединения с бурильными трубами. На валу помещена трубчатая пружина *3*, имеющая выступы *4* на верхнем и нижнем концах, которые входят в соответствующие пазы в валу и переходнике *5*. На пружине выполнены поперечные прорези *6* и продольные прорези *7*. К нижнему концу вала *1* болтами *8* присоединен поршень *9*, на котором установлены уплотнительные манжеты *10*. Соединение нижней части вала *1* с переходником выполнено с возможностью осевого и вращательного перемещения одного относительно другого.

Для глубокого бурения разработан комбинированный амортизатор с характеристиками, близкими к условиям бурения, которые зависят от диаметра скважины, нагрузки на долото и крутящего момента.

Техническая характеристика комбинированного амортизатора

Тип амортизатора	АМК-160	АМК-219	АМК-273
Диаметр бурения, мм	170…215	245…270	295…320

Осевая нагрузка, кн.	250	320	400
Крутящий момент, кН·м	3,0	3,5	4,0
Деформация пружины, мм	30	30	40
Угол закручивания пружины, град	15	15	15
Длина, мм	1200	1500	1800
Масса, кг, не больше	180	210	270

Работа комбинированного амортизатора заключается в демпфировании осевых вибраций за счет горизонтальных (поперечных) прорезей в теле пружины так же, как и для обычного амортизатора (рис. 1, *а*). Крутильные вибрации демпфируются вертикальными прорезями в пружине, при этом упругость крутильной части амортизатора достигается за счет закручивания вертикальных полосчатых элементов. Прочность этой части пружины обеспечивается тем, что прорези выполнены чередующимися и при уменьшении крутящего момента пружина возвращается в первоначальное положение.

Методика расчета амортизаторов

Выбор конструктивных размеров амортизаторов проводится путем расчетов параметров пружины из условия получения заданных величин нагрузки, крутящего момента и деформации пружины.

1. Расчет пружины, демпфирующей вертикальную нагрузку для бурения взрывных скважин незначительной глубины, выполняют путем определения следующих величин [8].

Определение максимальных напряжений изгиба колец пружины от осевого усилия.

Расчет крутящего момента по следующей формуле:

$$M = \frac{PR}{2n}(1-g)tg\frac{p}{2n},\ \text{Нм},$$

где P – максимальная нагрузка на буровое долото, Н;

R – средний радиус кольца пружины, м;

n – число прорезей по кругу пружины, шт;

γ – безразмерный коэффициент, зависящий от величины угла $a = \frac{2p}{n}$ и отношения B:C (здесь B и C – жесткость поперечного сечения кольца на закручивание и изгиб).

Жесткость на изгиб кольца определяется по формуле

$$B = \frac{ab^3}{12}E,\ \text{м}^3,$$

где a – ширина кольца пружины, м;

b – высота кольца пружины, м;

E – модуль упругости стали, Па.

Момент сопротивления изгибу кольца определяется по формуле:

$$W = \frac{ab^2}{6},\ \text{м}^3.$$

Напряжения изгиба в кольцевой части пружины определяются по формуле

$$s_{и} = \frac{M}{W},\ \text{Па}.$$

Величина напряжений изгиба кольца должна быть меньше величины допустимых напряжений материала пружины на изгиб.

2. Определение максимальных напряжений кручения, которые возникают в пружине при крутильных вибрациях.

Напряжения в пружине, которые возникают во время приложения крутящего момента на части пружины с вертикальными прорезями (комбинированная амортизация), определяются по формуле

$$t_{кр} = \frac{M_{кр}}{W_{кр}},\ \text{Па},$$

где $M_{кр}$ – крутящий момент, действующий на буровое долото при бурении, Нм;

$W_{кр}$ – момент сопротивления закручивания в наиболее опасном сечении пружины, м^3.

Напряжения, возникающие в пружине от растяжения и кручения, не должны превышать допустимые напряжения текучести материала пружины и определяются по формуле

$$s = \sqrt{s_u^2 + 4t_{кр}^2} \le s_m$$

3. Расчет прочности соединения пружины с осевыми и крутильными свойствами с помощью выступов и впадин на концах пружины и переходников выполняем при условии деформации смятия контактных плоскостей. Для расчета такого соединения используем методику расчета шлицевого соединения. Формула для определения напряжений смятия имеет следующий вид [8]:

$$s_{см} = \frac{\mathrm{M_к}}{j\ \mathrm{z\,h\,l\,r_{ср}}},$$

где φ – коэффициент неравномерности нагрузки на выступы соединения;

z – число выступов;

h – высота поверхности контакта соединения выступов, м;

l – длина соединения контактных выступов пружины и переходности, м;

$r_{ср}$ – средний радиус пружины в месте соединения с переходником, м.

Величина напряжений смятия должна быть меньше, чем допустимое напряжение на смятие для материала переходности, который имеет показатели механических свойств более низкие, чем показатели материала пружины, то есть

$$s_{см} \le \frac{[s_{см}]}{n},$$

где n – коэффициент запаса прочности.

Для бурения скважин в породах средней твердости лопастными долотами, алмазными и твердосплавными коронками ООО «Днепропетровский завод бурового оборудования» разработало амортизатор бурильной колонны [11]. В качестве упругого элемента, воспринимающего крутильные вибрации, применен стальной канат; в качестве упругого элемента, воспринимающего осевые (продольные) вибрации, применена резиновая втулка.

На рис. 2 изображен амортизатор с канатным упругим элементом.

Амортизатор [11] состоит из следующих деталей: верхнего переходника *1*, который соединяется с помощью резьбы с корпусом *2*, в центральном отверстии которого размещен винт *3*, который может свободно перемещаться относительно корпуса, на резьбе винта размещена гайка *4*, которая опирается на верхний торец корпуса. Между верхним торцом винта *3* и диском *5* размещены два конца упругого элемента в виде металлического каната *6*, которые зажаты винтами *7*. Корпус *2* соединен с каркасом *8* с помощью выступов *9* и *10* с возможностью осевого и вращательного перемещений одного относительно другого. К каркасу с помощью резьбы присоединен нижний переходник *11*, который имеет резьбу *12* для соединения амортизатора с буровым долотом. Нижний переходник имеет горизонтальный *13* и вертикальные *14* каналы, в которых с зазором размещен упругий элемент *6*; две струны упругого элемента после выхода из каналов и переплетены в ребрах *15* и окнах *16* в каркасе *8* и навинчены в окнах и ребрах каркаса с направлением винтовой линии, противоположным направлению вращения бурового снаряда и амортизатора. В центральных каналах корпус *2* и нижний переходник *11* опираются на патрубок *17*, нижний конец которого опирается на площадку в нижнем переходнике, а верхний конец опирается на торец втулки *18*, которая нажимает на упругую втулку *19*, которая размещена между втулкой *18* та корпусом *2*.

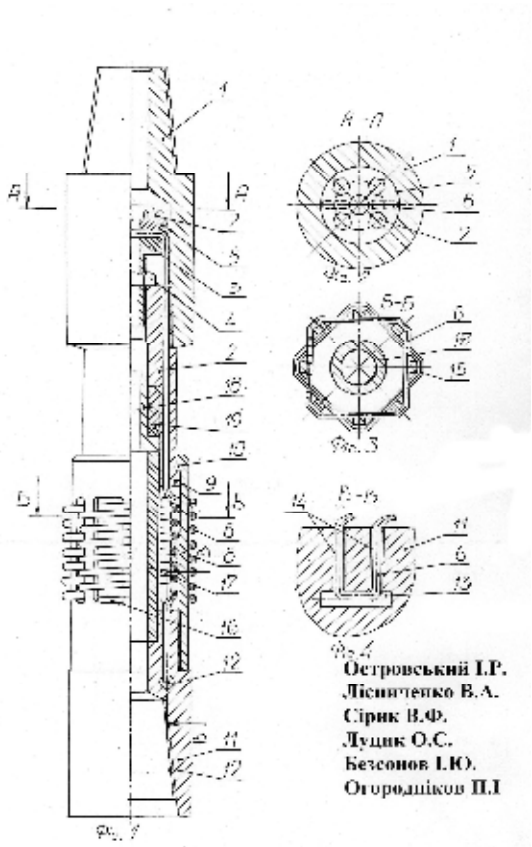


Рис. 2. Амортизатор бурильной колонны с канатным упругим элементом.

1 – верхний переходник; 2 – корпус; 3, 7 – винт; 4 – гайка; 5 – диск; 6 – канат; 8 – каркас; 9, 10 – выступы; 11 – нижний переходник; 12 – резьба; 13, 14 –каналы; 15 – ребра; 16 – окна; 17 – патрубок; 18, 19 – втулки.

Работа амортизатора осуществляется следующим образом. Осевая нагрузка от бурильных труб, которые соединяются с верхним переходником *1* с помощью резьбы, передается к нижнему переходнику через корпус *2*, упругую втулку *19* и патрубок *17*. При бурении скважины упругая втулка за счет упругости уменьшает амплитуду осевых вибраций, таким образом защищая бурильные трубы от осевых вибраций. Крутящий момент от верхнего переходника *1* передается к нижнему переходнику *11* через корпус *2*, размещенные в нем струны каната *6* и каркас *10*, в окнах *16*, на ребрах *15* которого вплетены две струны каната *6* с чередованием их витков на ребрах *15*, окнах *16*. При бурении вращательный момент растягивает канат *6* и сжимает ребра *15*, которые при изменении величины момента изменяют длину каната *6* и деформацию ребер *15*, чем уменьшают влияние вращательных вибраций на бурильные трубы. Промывочная жидкость через центральные каналы в верхнем переходнике *1*, винте *3*, корпусе *2*, втулке *18*, патрубке *17* и нижнем переходнике *11* от бурильных труб нагнетается к буровому долоту, которое присоединяют к нижнему переходнику через резьбу *12*.

Применение скважинного амортизатора при роторном и турбинном бурении скважин в твердых горных породах шарошечными, алмазными и другими буровыми долотами приводит к снижению амплитуды осевых и радиальных вибраций в 2–5 раза и к стабилизации нагрузок на буровое долото. Отсутствие шлицевого соединения или кулачковых муфт упрощает конструкцию амортизатора, за счет чего рабочий ресурс амортизатора возрастает в 4–5 раз. Выполнение демпфирующего элемента в виде упругого каната, который нажимает на упругие ребра каркаса, способствует значительному снижению амплитуды крутильных вибраций по сравнению с амортизацией, которая передает крутильные нагрузки через металлические детали. За счет уменьшения амплитуды вибраций уменьшается износ зубцов и под-

шипников бурового долота, средняя скорость бурения увеличивается в 1,5–2,5 раза. За счет улучшения технических показателей бурения уменьшается себестоимость бурения 1 м скважины на 20–30 %.

Література

1. Саврей С. Я. Результаты промышленных испытаний амортизатора АЗЭ-190,5-4-146 // НТС «Бурение». – 1982. № 4. – С. 25–26.
2. Тимофеев Н. С., Ворожбитов М. И. и Дранкер Т. И. Особенности работы турбобуров в компоновке с амортизатором. // НТС «Бурение» – 1971.− № 10. – С. 12–13
3. Габдрахимов М. С., Галеев А. С., Султанов Б. З., Лягов А. В., Рамазанов Г. С.. Бурение скважин с использованием наддолотных многоступенчатых виброгасителей // Нефтяное хозяйство. – 1990. −№ 4. − С. 24−25.
4. Александров Е. В., Кирия Т. А., Хмудашвили П. И. Компенсатор вибраций бурильного инструмента//Нефтяное хозяйство. – 1965. № 5. - С. 12–13.
5. Масленников И. К., Матвеев Г. И. Инструмент для бурения скважин. – М.: Недра, 1981. – 335 с.
6. Каталог геологоразведочного оборудования, разработанного геологическими организациями СССР. – М.: ВИЭМС, 1989. – 185 с.
7. Каталог геологоразведочного оборудования, разработанного производственными организациями РСФСР, Ч. 1. – М.: ВИЭМС, 1988. – 167 с.
8. Детали машин. Расчет и конструирование. Справочник.−Т. 2./ Под ред. Н. С. Ачеркана // М.: Машиностроение, 1968. – 408 с.
9. Патент України № 18404 «Свердловинний амортизатор» / Островський І. Р., Лісниченко В. А., Сірик В. Ф , Луцик О. С., Безсонов І. Ю., Ярош Д. І. // Бюл. № 11, 2006.
10. Патент України № 18799 «Свердловинний амортизатор» / Островський І. Р., Лісниченко В. А., Симоненко С. Г., Сірик В. Ф., Луцик О. С., Безсонов І. Ю., Ярош Д. І. // Бюл. № 11, 2006.
11. Заявка на патент України № u 2007 03986 / Островський І. Р., Лісниченко В. А., Сірик В. Ф., Луцик О. С., Безсонов І. Ю., Огороднiков П. І.

Поступила 24.05.07.

УДК 622.243.92.05(088.8)

А. А. Кожевников, докт. техн. наук[1]; **В. Ф. Сирик**, канд. техн. наук[2];

[1]Национальный горный университет, г. Днепропетровск, Украина
[2]ООО «Днепропетровский завод бурового оборудования», г. Днепропетровск, Украина

СКВАЖИННЫЙ МЕХАНИЗМ ДЛЯ СОЗДАНИЯ НАГРУЗКИ НА БУРОВОЙ ИНСТРУМЕНТ

In the article the means to load on drill bit and results of experimental hole drilling.

Осевая нагрузка на буровое долото является основным параметром режима бурения, оказывающим влияние на количество энергии, передаваемой на забой и расходуемой на разрушение породы забоя. При бурении скважин между осевой нагрузкой и механической скоростью бурения существует линейная зависимость, однако при значительной глубине сква-

жины потеря нагрузки на долото достигает 70 % за счет трения бурильных труб о стенки скважины. Данные о коэффициенте передачи нагрузки *K* в зависимости от глубины скважины *L* по результатам измерения усилий, приложенных к буровой коронке, приведены на рис. 1. Измерения выполнялись забойным регистратором (ЗРОН-73) при алмазном бурении скважин диаметром 76 мм, интервал глубин скважины 296…638 м. Частота вращения бурового снаряда составляла 118 и 288 об/мин, осевая нагрузка по прибору МКН–1 составляла 7,0…11,5 кН.

Опытное бурение с использованием ЗМП-73 осуществлялось на тех же режимах, что и бурение обычным снарядом и универсальным колонковым набором. Обычный буровой снаряд состоял из колонкового набора (алмазной буровой коронки, кернорвателя, одинарной колонковой трубы) и бурильных труб диаметром 50 мм муфтово-замкового соединения (СБТН-50). Буровой снаряд с УКН-1 состоял из алмазной коронки, кернорвателя, эжекторного колонкового снаряда, гидроударника ГВ-1 и бурильных труб СБТН-50. Опытный снаряд состоял из колонкового набора, забойного механизма подачи ЗМП-73 и бурильных труб СБТМ-50.

Забойный механизм подачи ЗМП-73 (рис. 2) состоит из секции *1* управления, нескольких секций *2* промежуточных и секции *3* клапанной. В состав секций входят детали: поршень *4* управления, поршни *5* промежуточные, поршень *6* клапанный, вал *7* шлицевой, переходник *8*, втулка *9*, пружина *10*, втулка *11* клапана, клапан *12*, цилиндр *13*, втулка шлицевая *14*, патрубок *15*, гайка *16* и уплотнительные манжеты *17* и *18*.

Работа ЗМП–73 осуществляется следующим образом. При постановке бурового снаряда на забой вал шлицевой, клапан , поршни и поднимаются вверх. Промывочная жидкость по центральному каналу в патрубке и внутренним каналам в поршнях поступает в дроссельное отверстие клапана. Возникает перепад давления в жидкости, который давит на поршни, создавая суммарное усилие на шлицевой вал, которое через переходник и колонковую трубу передается на буровую коронку (долото). Массой бурильных труб создают нагрузку на ЗМП-73, равную или превышающую усилие, созданное ЗМП-73, и вращают буровой снаряд. При таком режиме бурения происходит эффективное разрушение породы забоя.

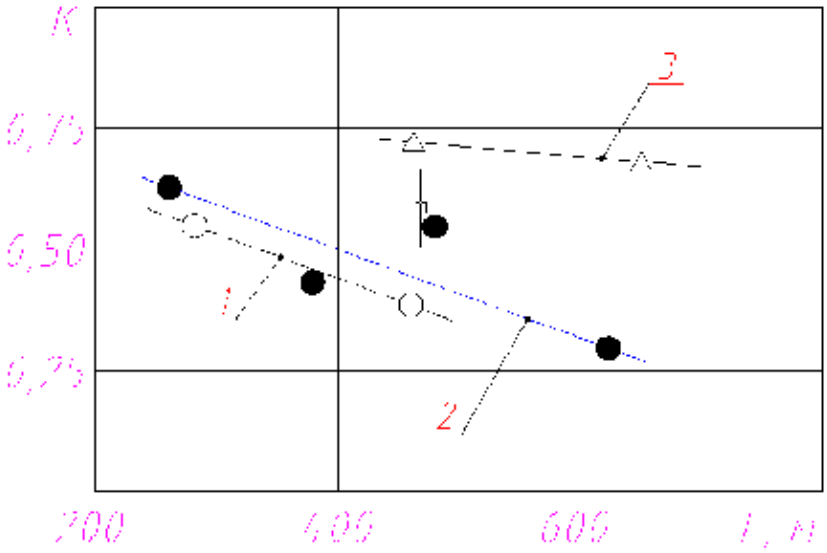


Рис. 1. Зависимость коэффициента передачи осевой нагрузки от глубины скважины и вида бурового снаряда:
1 – обычный буровой снаряд; 2 – универсальный колонковый снаряд (УКН-1); 3 – забойный механизм подачи (ЗМП-73).

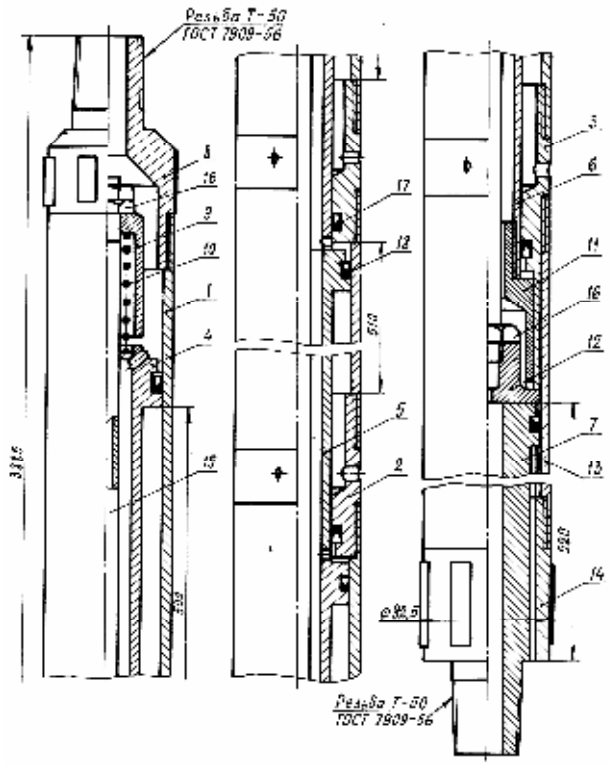


Рис. 2. Забойный механизм подачи ЗМП-73.

После завершения рейса буровой насос выключают, давление в жидкости снижается, буровой снаряд поднимают из скважины.

Возможен и другой, менее эффективный, режим бурения, но более простой по управлению процессом. В этом случае после постановки колонкового снаряда на забой останавливают штока гидроподачи бурового станка (станок типа СКБ с гидравлической подачей) в верхнем положении и перекрывают подачу масла в гидроцилиндры. После включения бурового насоса и вращения шпинделя бурового станка происходит внедрение бурового снаряда на величину хода управляющего поршня. При этом клапан пружиной отрывается от поршня шлицевого вала, давление в ЗМП-73 падает и весь буровой снаряд вместе с поршнями гидроподачи бурового станка перемещается вниз до посадки клапана на поршень шлицевого вала. Поток перекрывается, и возникает перепад давления в дросселе – процесс бурения повторяется.

При работе ЗМП за счет действия повышенного давления жидкости на уступы корпуса возникает реактивная сила, равная усилию подачи и направленная вверх. Эта сила компенсируется массой бурильных труб и силами трения труб о стенки скважины, которые также направлены вниз, так как являются реакцией взаимодействия бурильных труб при движении их вниз и зависят от частоты вращения труб и длины сжатой части труб. Следовательно, длина сжатой части труб (вес сжатой части) может быть уменьшена на величину сил трения труб о стенки скважины. По результатам замеров потерь осевой нагрузки при бурении обычным снарядом составляет 40…70 %. Приняв запас усилия 30…40 %, можем при бурении скважины с использованием ЗМП-73 с постоянным движением снаряда задавать осевую нагрузку, уменьшенную на эту величину, то есть

$$C_{мп} = (0{,}6...0{,}7)C_{заб}, \text{ Н},$$

где $C_{мп}$ – нагрузка на буровой снаряд, создаваемая массой бурильных труб;

Н; $C_{заб}$ – нагрузка на буровую коронку (долото), создаваемая ЗМП-73.

Результаты опытного бурения скважин с использованием ЗМП-73 приведены в табл. 1.

Таблица 1. **Результаты опытного бурения скважин с ЗМП-73**

Экспедиция	Тип снаряда	Объем бурения, рейс	Проходка за рейс		Скорость бурения	
			м	%	м/ч	%
Львовская	Обычный	48	4,00	100	0,86	100
	ЗМП-73	51	5,55	138	1,32	153
Закарпатская	Обычный	52	2,96	100	1,26	100
	ЗМП-73	74	3,75	127	2,15	170
Криворожская	Обычный	18	3,67	100	1.14	100
	ЗМП-73	10	4,15	113	1,45	127

Для повышения эффективности использования забойных механизмов подачи и исключения из бурильной колонны утяжеленных бурильных труб для создания реактивного усилия, особенно при бурении глубоких скважин на нефть, газ и метан Донбасса, разработаны забойные механизмы подачи, состоящие из двух систем: подающего устройства по типу ЗМП-73, прошедшего испытания и подтвердившего возможность достижения высоких технико-экономических показателей бурения, и якорного устройства, передающего реактивное усилие на стенки скважины. В табл. 2 приведены технические характеристики забойных механизмов для бурения скважин на твердые, жидкие и газообразные полезные ископаемые.

Таблица 2. **Технические характеристики ЗМП**

Наименование показателя	Единица измерения	Типоразмер ЗМП		
		ЗМП-89	ЗМП-146	ЗМП-219
Диаметр корпуса	мм	90	166	244,5
Диаметр поршня	мм	80	125	200
Ход поршня	мм	200	200	200
Подача насоса	л/мин	120	300	1020
Осевая нагрузка	кН	27	120	200
Длина	мм	4,5	4,0	3,5
Масса	кг	120	180	230

Выводы

1. При создании осевой нагрузки на буровое долото (коронку) массой бурильных труб фактическое усилие в 2–3 ниже заданного.

2. Для уменьшения потерь осевой нагрузки применяют утяжеленные бурильные трубы.

3. Применение забойного механизма подачи ЗМП-73 позволяет увеличить нагрузку на буровое долото (коронку) и повысить проходку за рейс в 1,13…1,38 раза при росте средней за рейс механической скорости бурения в 1,27–1,70 раз.

4. Разработанный комплект ЗМП, в котором применено якорное устройство, позволит исключить из бурильной колонны УБТ и создать оптимальную нагрузку на долото.

5. Ожидаемый рост ресурса долота составит 2–5 раз и увеличение механической скорости бурения в 1,5–2,5 раза.

Поступила 24.05.07.

УДК 622.243.051.64

Ю. П. Линенко-Мельников, канд. техн. наук

Институт сверхтвердых материалов им. В. Н.Бакуля НАН Украины, Киев, Украина

ВЛИЯНИЕ УСЛОВИЙ БУРЕНИЯ И ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ТВЕРДОСПЛАВНЫХ ВСТАВОК КОРОНОК УДАРНО-ВРАЩАТЕЛЬНОГО ДЕЙСТВИЯ С ПОРОДОЙ НА СКОРОСТЬ БУРЕНИЯ

The paper deals with peculiaritres of the interaction between cemented carbide inserts of button bits and rock in a blast hole depending on specific shock energy and drilling conditions. It is shown that under specific conditions it is possible to provide the highest drilling speed and thus the lowest tool consumption, and the methods to attain this.

На эффективность перфораторного разрушения горных пород в шпуре при ударно-вращательном бурении влияют такие факторы как физико-механические свойства горных пород $\sigma_п$, энергия удара $А_{уд}$, усилие подачи $Р_п$, частота ударов $К_{уд}$ и вращения n инструмента, конструкция буровых коронок $К_{ин}$, которые определяют основной показатель процесса бурения, его скорость $V_б$, а именно:

$$V_б = f\,(\sigma_п,\ А_{уд},\ Р_п,\ К_{уд},\ n,\ К_{ин}).$$

Так как скорость бурения зависит от многих факторов, перечисленных выше, определить ее наибольшую величину экспериментальным или расчетным путем затруднительно, тем более, что в процессе бурения изменяются свойства горных пород, энергия удара из-за изменения давления в пневмосети, выбранные режимы бурения не являются оптимальными, изменяется состояние инструмента (износ и поломки твердосплавных вставок). Поэтому целесообразно создать систему, позволяющую осуществлять автоматический выбор наибольшей скорости бурения [1], а, следовательно, и наименьший расход инструмента, изменяя только один параметр, а именно–частоту вращения коронки. Это позволит изменять расстояние между ударами штырей о породу на забое шпура и фиксировать ту частоту $n_{оп}$ вращения коронки, при которой скорость бурения наибольшая V_{max}. Дальнейшее бурение будет осуществляться с этой частотой $n_{оп}$, периодически уточняя ее.

Большое количество исследований, проведенных в 60–80 гг. прошлого столетия по изучению и выбору оптимальных режимов бурения перфораторами и погружными пневмоударниками не могут быть в полной мере востребованы, т.к. лезвийные буровые коронки, на основе которых проводились исследования, в настоящее время заменены штыревыми, которые существенно отличаются от лезвийных формой, количеством, размерами и взаимным расположением твердосплавных вставок на корпусе коронки [2], изменились режимы бурения, особенно при использовании гидроперфораторов [3]. Поэтому рассмотрим бурение коронками, оснащенными цилиндрическими, баллистическими или цилиндропризматическими твердосплавными вставками, расположенными на концентрических окружностях корпуса коронки. Наибольшее количество вставок расположено на периферийной окружности корпуса с постепенным уменьшением их количества к центру инструмента. На коронках с небольшим количеством вставок, равномерно расположенных на одной окружности, например, от 1 до 4, и при большом расстоянии между ними в процессе бурения не будет наблюдаться взаимное влияние их друг на друга. Каждая твердосплавная вставка движется в шпуре по своей винтовой линии, шаг которой равен подаче коронки за один оборот, разделенной на количество вставок. Получается многозаходная «резьба» (при непрерывной подаче) с количеством заходов, равным количеству вставок на данной окружности. Увеличение количества штырей на коронке при заданной энергии удара снижают ее удельную величину и проникновение штырей в породу, что снижает скорость бурения.

Если расстояние между ударами штырей на породе невелико (меньше диаметра вставки), происходит переизмельчение породы и скорость бурения снижается. При большом расстоянии между смежными ударами на породе не будет осуществляться их взаимного влияния и большая часть энергии удара израсходуется на образование трещин предразрушения. В этом случае, а также при недостаточной удельной энергии удара, при постоянно действующем усилии подачи перемещение коронки вдоль шпура будет пульсирующим с периодическими остановками, во время которых за счет образования новых трещин прочность породы снижается, а затем происходит дальнейшее продвижение коронки вдоль шпура. Об этом свидетельствует фотограмма перемещения бурового инструмента (рис. 1) в процессе ударно-вращательного бурения [4], на которой видно, что в зоне А подачи практически не было, а в зоне Б началось перемещение коронки.

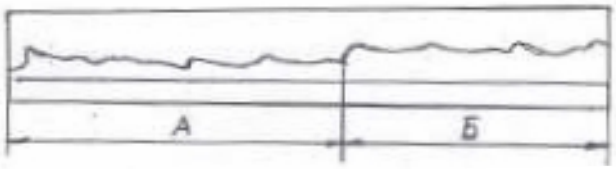


Рис. 1. Фотограмма перемещения бурового инструмента в процессе ударно-вращательного бурения: зона А–образование трещин предразрушения: зона Б–перемещение коронки вдоль шпура.

С увеличением крепости и упругих свойств породы и с уменьшением удельной энергии удара зона *А* увеличивается, а зона *Б* уменьшается. Снижается средняя скорость бурения. Для повышения удельной энергии удара целесообразно создать буровой инструмент с минимальным количеством твердосплавных вставок на его корпусе, обеспечивающем разрушение породы по всему сечению шпура.

Большую роль играет усилие подачи. С его увеличением снижается величина и время отскока коронки от породы после прохождения ударной волны и за счет вращения коронки происходит скол выступающих участков породы. Скорость бурения увеличивается, особенно с ростом энергии удара. Об этом свидетельствует зависимость скорости бурения гранита (f = 14÷16) от энергии удара $А_{уд}$ при ударной мощности $N_{уд}$ = 18000 кГн/мин лезвийной коронкой диаметром 46 мм при различном усилии подачи и вращении коронки с n=50 об/мин (рис. 2) [4].

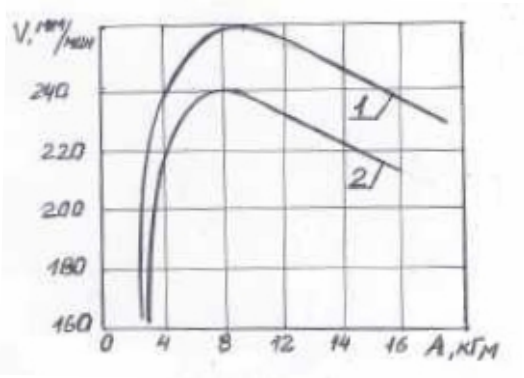


Рис. 2. Зависимость скорости бурения V от энергии удара А при осевом усилии Рос; 1–Рос=1200 кГ; 2–Рос=900 кГ.

Наибольшая скорость бурения будет при энергии удара $А_{уд}$=8 кГм, т.е. при частоте К ударов 2250 в мин и расстоянии L между смежными ударами по периферии коронки, равном 3,2 мм. Изменение режимов бурения до $А_{уд}$=5 кГм; $К_{уд}$=3600 уд/мин; L=2,0 мм и $А_{уд}$=12 кГм, $К_{уд}$=1500 уд/мин; L=4,8 мм ведет к снижению скорости бурения. Характерным является то, что при увеличении энергии удара в 1,5 раза скорость бурения снизилась, что можно объяс-

нить увеличением расстояния между смежными ударами на периферии коронки до 4,8 мм, когда их взаимное влияние незначительно.

Увеличение усилия подачи на 30 % позволило повысить скорость бурения на 10 %. Таким образом, для пород с определенными свойствами при заданных режимах бурения существует оптимальное расстояние между смежными ударами твердосплавных вставок о породу, при котором скорость бурения наибольшая.

Для бурения с наибольшей скоростью в различных горно-геологических условиях при существующем буровом оборудовании и инструменте на буровых агрегатах следует предусматривать возможность плавного изменения скорости вращения бурового снаряда.

На буровых станках, созданных для бурения скважин погружными пневмоударниками, часто применяют пневматические или гидравлические вращатели, которые позволяют частоту вращения инструмента изменять в широком диапазоне от 20 до 120 об/мин. На колонковых бурильных установках или на самоходных каретках вращателями служат электродвигатели с постоянной частотой вращения. Их следует заменить на коллекторные электродвигатели, частоту вращения которых можно изменять.

При создании в 1947 г. перфоратора типа ЗИГ с независимым регулированием вращения бура скорость бурения по породе с f = 12÷15 была выше по сравнению с колонковым перфоратором обычного типа в 2–3 раза [5].

Как было показано выше, расстояние между смежными ударами штыря, расположенного на данной окружности корпуса коронки по торцу шпура, зависит от частоты ударов в 1 мин и скорости вращения коронки. Первый показатель, также как и энергия удара, зависит от давления сжатого воздуха в пневмосистеме и является характеристикой перфоратора, тогда как второй при наличии независимого вращателя можно изменять в широком диапазоне.

На рис. 3 показаны зависимости расстояния L между смежными ударами периферийных штырей коронки диаметром 110 мм (КНТУ110) по породе от скорости ее вращения при различной частоте ударов в 1 мин перфоратора.

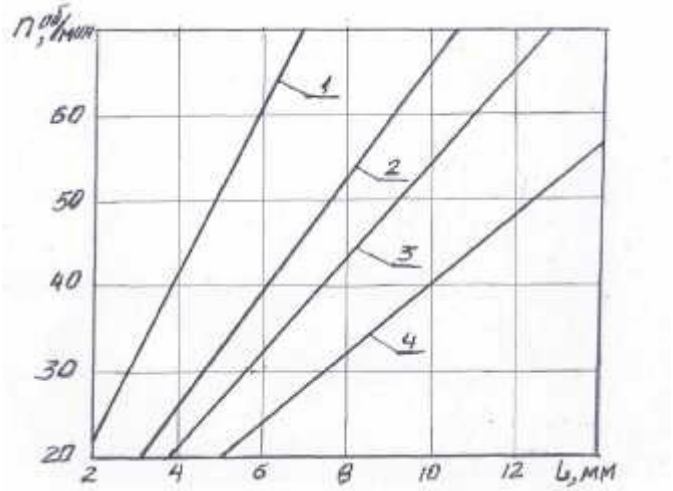


Рис. 3. Зависимость расстояния L между смежными ударами периферийных штырей коронки КНУТУ110 по породе от ее скорости вращения n *при частоте* $K_{уд}$ *уд/мин.: 1–3200; 2–2000; 3–1600; 4–1200.*

Расстояние L может быть определено из выражения

$$L = \frac{\pi \cdot d_{ш} \cdot n}{K},$$

где $d_{ш}$–диаметр окружности, на которой расположены штыри, мм;

n–частота вращения коронки, об/мин;

K–количество ударов перфоратора по коронке, уд/мин.

Данные зависимости имеют прямолинейный характер, и с уменьшением частоты ударов тангенс угла их наклона снижается, т.е. интенсивность изменения L увеличивается.

На рис. 4 даны зависимости изменения L для той же коронки от частоты ударов $K_{уд}$ при различной скорости n вращения коронки. Зависимости имеют криволинейный характер. Интенсивность изменения L увеличивается с ростом n.

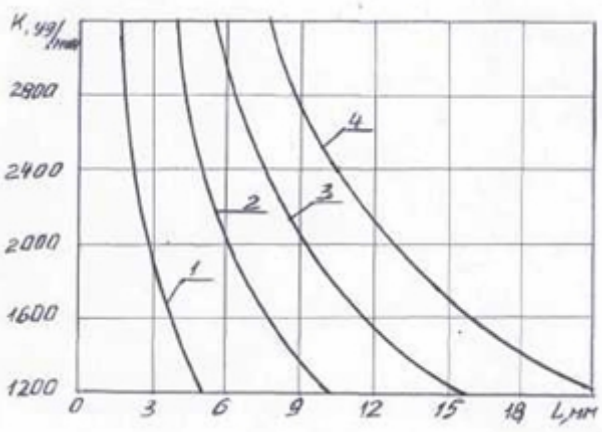


Рис. 4. Зависимость расстояния L между смежными ударами периферийных штырей коронки КНУТУ110 по породе от частоты ударов$K_{уд}$. бурголовки при скорости вращения n, об/мин: 1–20; 2–40; 3–60; 4–80.

Приведенное выражение и зависимости позволяют для различных условий и режимов бурения иметь наглядное представление о величине расстояния между смежными ударами штырей по породе, от которого существенно зависит основной показатель бурения – его скорость.

Выводы

Не частота ударов и скорость вращения штыревых коронок, оказывают влияние на скорость бурения, а зависящее от них расстояние между смежными ударами штырей о породу.

Для данных условий бурения существует оптимальное расстояние между смежными ударами штырей о породу, при котором скорость бурения наибольшая.

При увеличении усилия подачи коронки на забой скорость бурения повышается, т.к. осуществляется не только дробление породы под рабочими поверхностями штырей во время прохождения ударной волны, но и ее скол при вращении инструмента.

Для перфораторов с небольшой энергией удара или при недостаточном давлении сжатого воздуха в пневмосети для повышения удельной энергии удара и скорости бурения целесообразно создать штыревые коронки с минимальным количеством твердосплавных вставок, обеспечивающих разрушение породы по всему сечению шпура.

Литература

1. Линенко-Мельников Ю. П. Решение проблемы перфораторного бурения с обеспечением оптимальных режимов // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения.// Сб. науч. тр. – Вып. 7. – К: ИСМ им. В. Н.Бакуля НАН Украины, 2004. – С. 78–80.
2. Линенко-Мельников Ю. П., Алексеенко В. Ф. Погружные перфораторы и буровой инструмент для эффективного бурения взрывных скважин // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения. //Сб. науч. тр.–Киев: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2005.–С. 288–291.
3. Линенко-Мельников Ю. П., Алексеенко В. Ф., Глущенко В. С. Создание и применение в Украине буровой техники, заменяющей импортную продукцию // Інструмент. світ.–2003. – № 3 (19).–С. 24–29.

4. Израелит Б. З. Соотношение между энергией и частотой ударов при постоянной ударной мощности для ударно-вращательного бурения //Сб. «Взрывное дело», Сб 56/13. Совершенствование бурения шпуров и скважин. –М.: Недра. – 1964. – С. 46–50.
5. Барон Л. И. Применение глубоких скважин для подземной добычи руд. –М.: Металлургиздат, 1961.

Поступила 05.07.07.

УДК 622.24.85

П. В. Зыбинский, канд. техн. наук[1], **А. Н. Рязанов**, канд. техн. наук[2]

[1] ЗАО «Компания «Юговостокгаз», г. Донецк, Украина
[2] Донецкий национальный технический университет, г. Донецк, Украина

МЕТОДИКА ИНЖЕНЕРНОГО РАСЧЕТА КОНСТРУКТИВНЫХ И РАБОЧИХ ПАРАМЕТРОВ ПРИВОДА ПОГРУЖНОЙ ГИДРОВРАЩАТЕЛЬНОЙ УСТАНОВКИ

The technique of engineering calculation of constructive and working parameters of a immersed hydro-rotary is developed.

Широкое применение легких технических средств, при проведении геологоразведочных и инженерно-геологических изысканий на континентальном шельфе, в том числе реализующих вращательный способ бурения в породах VI – VII категорий, обуславливает необходимость их дальнейшего совершенствования применительно к конкретным условиям эксплуатации. В этой связи определяющим фактором является правильный выбор основных конструктивных и рабочих параметров гидровращательного бурового снаряда [1].

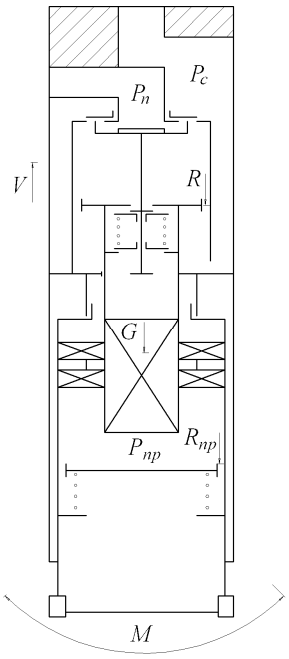


Рис. 1. Расчетная схема гидровращательного бурового снаряда.

Параметром, определяющим качественную сторону разработанного гидравлического механизма, является отношение $\frac{M}{n}$ (где M – момент, развиваемый механизмом, n – частота вращения коронки), которое зависит от степени использования энергетической мощности двигателя.

Величина момента (M), развиваемого механизмом, определяется потребным крутящим моментом ($M_{тр}$) для эффективного разрушения породы на забое, преодоления силы трения бурового снаряда о стенки скважины с учетом запаса в случае аварийных ситуаций. Таким образом, должно соблюдаться условие $M \geq M_{тр}$.

Согласно [2], потребный крутящий момент определяется из выражения

$$M_{тр} = 1{,}2K\theta\frac{d_{ср}}{2} \quad (1)$$

где 1,2 – коэффициент, учитывающий силы трения бурового снаряда о стенки скважины и запас момента в случае аварийных ситуаций;

K – безразмерный силовой критерий эффективности разрушения породы (0,4–0,6);

θ – осевая нагрузка на забой;

$d_{ср}$ – средний диаметр коронки.

Для забойных гидродвигателей поршневого типа с винтовым преобразователем вращающий момент на выходном валу определяется по формуле

$$M = 0{,}5Wd_{в}tg(\alpha - \varphi'). \quad (2)$$

где $d_{в}$ – средний диаметр винта преобразователя; α – угол подъема винтовой линии;

φ' – угол трения.

Осевое усилие W находится из уравнения статического равновесия поршня гидродвигателя во время установившегося движения (рис. 1).

Для хода вверх:

$$P_c^{в}(f_п - f_{шт}) + f_{шт}P_{пр} - f_пP_п - P_2(f_п - f_{шт}) - R - W_{в} - G = 0. \quad (3)$$

Для хода вниз:

$$P_c^{н}f_{шт} - f_{шт}P_{пр} - f_{шт}P_2 - R - W_{н} + G = 0. \quad (4)$$

где $P_c^{в}$ и $P_c^{н}$ – средний напор жидкости соответственно при ходе поршня вверх и вниз;

$f_п$, $f_{шт}$ – площадь поршня и штока гидродвигателя;

$P_{пр}$ – давление жидкости в полости преобразователя;

$P_п$ – давление жидкости со стороны выхлопного окна гидродвигателя;

P_2 – потери давления жидкости в гидродвигателе;

R – силы механического трения в гидродвигателе;

G – вес подвижных узлов механизма.

Решая уравнения (3) и (4) относительно $P_c^{в}$ и $P_c^{н}$, получим

$$P_c^{в} = \frac{f_пP_п - f_{шт}P_{пр} + P_2(f_п - f_{шт}) + R + W_{в} + G}{f_п - f_{шт}} \quad (5)$$

$$P_c^{н} = \frac{f_{шт}P_{пр} + P_2f_{шт} + R + W_{н} - G}{f_{шт}} \quad (6)$$

Для уравновешенной работы гидродвигателя следует выполнить условие

$$P_c^{в} = P_c^{н} = P_c \quad (7)$$

Его соблюдение обеспечивает ритмичное действие подвижных узлов, отсутствие дополнительных колебаний столба жидкости за счет ее упругих свойств при изменении давления, что в итоге повышает надежность механизма в целом.

Совместное решение уравнений (5) и (6) с учетом условия (7) относительно $f_{шт}$ при допущении $P_п = P_{пр}$ дает

$$f_{шт} = f_п\frac{R + W_{н} - G}{2R + W_{в} + W_{н}} \quad (8)$$

Частное решение уравнения (8) при $W_{в} = W_{н}$ и $f_{шт} = 0{,}5f_п$ без учета веса подвижных узлов

$$f_n - f_{шт} = f_{шт} = f \tag{9}$$

Общая площадь поршня гидродвигателя задается конструктивно, исходя из диаметра проектируемого механизма. Тогда площадь штока согласно решениям уравнения (8) находится в пределах

$$f_{шт} = (0{,}48 - 0{,}5) f_n \tag{10}$$

Таблица 1. **Размеры поршня и штока гидродвигателя в зависимости от наружного диметра механизма привода**

Наименование и обозначение параметра	Диаметр механизма, мм			
	73	89	108	127
Диаметр поршня (d_n), м	0,055	0,065	0,080	0,0100
Диаметр штока $(d_{шт})$, м	0,038	0,045	0,055	0,070
Площадь поршня (f_n), м^2	0,00238	0,00332	0,00502	0,00785
Площадь штока $(f_{шт})$, м^2	0,00113	0,00159	0,0238	0,00385
Рабочая площадь $(f_n - f_{шт})$, м^2	0,00125	0,00173	0,0264	0,00405

Давление жидкости со стороны выхлопного окна гидродвигателя

$$P_n = P_a + g_{ж} H + P_2^n \tag{11}$$

где P_a – атмосферное давление;

$\gamma_{ж}$ – удельный вес морской воды;

H – глубина моря;

P_2^n – потери давления жидкости в выхлопном канале.

Давление жидкости в полости преобразователя

$$P_{пр} = P_a + g_{ж} H - P_2^{в} + 2Z_n (S_n + S_{пр}) \frac{1}{f_{пр}} - \frac{R_{пр}}{f_{пр}} \tag{12}$$

где $P_2^{в}$ – гидравлические потери давления жидкости при прохождении ее между наружной трубой и стенкой скважины, керном и внутренней стенкой колонковой трубы;

$S_{пр}$ – рабочий ход поршня преобразователя:

$$S_{пр} = S \frac{f_{шт}}{f_{пр}} \tag{13}$$

$R_{пр}$ – сила трения поршня преобразователя.

Учитывая полученные выражения и решая уравнение (3) и (4) относительно W, получим для хода вверх

$$W_{в} = (P_c + P_{пр} - P_n - P_2) f - G - R \tag{14}$$

для хода вниз

$$W_{н} = (P_c - P_{пр} - P_2) f + G - R \tag{15}$$

Исходя из потребного крутящего момента и допустимого перепада давления на гидродвигателе, определяется угол подъема винтовой линии винта преобразователя

$$\alpha \le arctg\left(\frac{2M_{тр}}{d_{в} W}\right) + \varphi' \tag{16}$$

По углу подъема рассчитывается шаг винтовой линии

$$S_t = \pi d_в tg\alpha \le S_t^{скорект} \tag{17}$$

Подставляя выражения (15; 16; 17) в уравнение (2), после преобразований получим приближенную формулу для расчета вращающего момента

$$M = \frac{1}{8} P_c D^2 S_t K_м \tag{18}$$

где D – диаметр, соответствующий рабочей площади гидродвигателя;

$K_м$ – коэффициент механических и гидравлических сопротивлений.

Повышение давления жидкости при отрыве клапана от седла ΔP_k происходит за счет изменения действующих в этот момент сил. Уравнение действия сил в момент перестановки клапанов без учета веса подвижных узлов имеет вид для хода вверх

$$\left(P_c + \Delta P_k^{в}\right)\cdot\left(f_п - f_{шт} - f_k'\right) + P_{пр} f_{шт} - P_п f_п - P_2 f_{шт} - R - W = 0 \tag{19}$$

для хода вниз:

$$\left(P_c + \Delta P_k^{н}\right)\cdot\left(f_{шт} - f_k''\right) - P_{пр} f_{шт} - P_2 f_{шт} - R - W = 0 \tag{20}$$

где f_k', f_k'' – соответственно площади впускного и выхлопного клапанов.

В результате решения уравнений (19) и (20) относительно $\Delta P_к^{в}$ и $\Delta P_к^{н}$ получим

$$\Delta P_k^{в} = \frac{f_п P_п - f_{шт} P_{пр} - P_c\left(f_п - f_{шт} - f_k'\right) + P_2 f_{шт} + R + W}{f_п - f_{шт} - f_k'}, \tag{21}$$

$$\Delta P_k^{н} = \frac{f_{шт} P_{пр} - P_c\left(f_{шт} - f_k''\right) + P_2 f_{шт} + R + W}{f_{шт} - f_k''}. \tag{22}$$

Для обеспечения уравновешенной работы механизма согласно (7) следует выполнить условие

$$\Delta P_k^{в} = \Delta P_к^{н} = \Delta P_к. \tag{23}$$

Исходя из равенства $f_k' = f_k''$, получаем выражение

$$\Delta P_k = \frac{f_k\left(P_п f_п - P_{пр} f_{шт} + P_2 f_{шт} + R + W\right)}{f_{шт}\left(f_{шт} - f_к\right)}. \tag{24}$$

Его анализ показывает, что работоспособность клапанной системы зависит от правильности выбора соотношения площади прилегания клапанов f_k и $f_{шт}$, так как при $f_k \to f_{шт}$ $\Delta P_k \to \infty$. Для дифференциальных поршневых гидродвигателей с двухклапанным распределением [3]

$$f_k \le 0{,}25 f_п. \tag{25}$$

Требования к жесткости клапанной пружины и условиям ее работы определяются необходимостью обеспечения запуска механизма. В связи с этим рассмотрим уравнение сил, действующих на поршень во время запуска, учитывая перестановку клапанов в верхнее положение

$$\begin{aligned}\left(P_c + \Delta P_k\right) f_{шт} &= R_{уд} + \left(P_c + \Delta P_k\right) f_k + P_п f_п - \\ &- P_{пр} f_{шт} + P_2 f_{шт} + R + G + W = 0\end{aligned} \tag{26}$$

Поскольку в начальный момент запуска скорость поршня близка к нулю, то без особых погрешностей уравнение (26) можно записать в виде

$$\left(P_c + \Delta P_k\right) f_{шт} = \left(P_c + \Delta P_к\right) f_к + R + G + W = 0\cdot \tag{27}$$

Тогда давление рабочей жидкости в момент запуска

$$P_c + \Delta P = \frac{R + G + W}{f_{шт} - f_к}. \tag{28}$$

При перестановке клапанов пружина должна преодолеть давление жидкости на выпускной клапан, вес клапанной системы G_K и силу трения R_K, т.е. будет соблюдаться условие

$$\left(P_c + \Delta P\right) f_K + G_K + R_K \le Z\left(S_0 + S_2\right), \tag{29}$$

где Z – жесткость клапанной пружины;

S_0 – предварительный натяг;

S_2 – рабочий ход клапанной пружины.

Пренебрегая из-за малости величин весом клапанов G_K и силой механического сопротивления R_K, получим

$$Z \ge \frac{\left(P_c + \Delta P_k\right) f_k}{S_0 + S_2}. \tag{30}$$

Задаваясь определенными значениями величины рабочего хода и наружным диаметром, по известным формулам рассчитываются рабочие параметры клапанной пружины [4]. На сжатие пружины расходуется часть энергии потока рабочей жидкости, поэтому

$$\Delta P_{пр} = \frac{Z S_2 \left(2S_0 + S_2\right)}{4 f S_k}. \tag{31}$$

Общий перепад давления рабочей жидкости на гидродвигателе равен

$$P_p = P_c + \Delta P_{пр}. \tag{32}$$

Количество оборотов выходного вала определяется по формуле

$$n = 2 m_д \frac{S}{S_t}, \tag{33}$$

где S – рабочий ход поршня гидродвигателя;

$m_д$ – количество двойных ходов поршня в единицу времени.

Пренебрегая сжимаемостью жидкости, количество двойных ходов поршня получим из выражения

$$m_д = \frac{Q}{q} K_p, \tag{34}$$

где Q – расход жидкости;

q – объем жидкости, приходящийся на один двойной ход поршня;

K_p – коэффициент использования жидкости.

Расход рабочей жидкости зависит от скорости возвратно-поступательного движения поршня гидродвигателя, которая в свою очередь определяется из условия достижения допустимых динамических нагрузок в точках реверса и надежной работы уплотнительных устройств. По опытным данным эта величина не должна превышать 4 м/с.

$$Q = f V_{ср} \frac{1}{K_p}. \tag{35}$$

В течение рабочего цикла скорость движения поршня и соответственно жидкости в подводящем трубопроводе принята постоянной из условия уравновешенной загрузки (7) и (9), а также допущения, что гидравлические удары не оказывают существенного влияния на среднюю скорость движения потока.

Объем рабочей жидкости, приходящийся на один двойной ход поршня равен

$$q = q_в + q_н + \Delta q_к, \tag{36}$$

где $q_в, q_н$ – соответственно объем рабочей жидкости при ходе поршня вверх и вниз;

$\Delta q_к$ – дополнительный объем жидкости, протекающей через клапана в момент их пере-

становки

$$q = 2f\left[S + \frac{Q}{S_k}\left(\frac{Q}{f}K_p + \frac{P_c + \Delta P_k}{2\rho c}\right)\right]. \quad (37)$$

Учитывая найденное значение m_∂ и обозначив

$$K_{пр} = \frac{K_p}{2f\left[S + \frac{Q}{S_k}\left(\frac{Q}{f}K_p + \frac{P_c + \Delta P_k}{2\rho c}\right)\right]}, \quad (38)$$

получим

$$n = iK_{пр}Q. \quad (39)$$

где i –передаточное отношение винтового преобразователя

$$i = 2\frac{S}{S_t}. \quad (40)$$

Помимо вращения, механизм привода установки создает еще призабойную обратную промывку скважины. Объем жидкости для промывки, приходящейся на один двойной ход, рассчитывается следующим образом:

$$q_м = f_{пр}S_{пр}K_0, \quad (41)$$

где K_0 – коэффициент наполнения цилиндра насоса.

Принимая во внимание выражение (12), получим

$$q_м = f_{шт}S_{пр}K_0. \quad (42)$$

Интенсивность промывки при работе механизма с количеством двойных ходов в минуту m_∂ составит

$$Q_м = q_м m_\partial. \quad (43)$$

Эффективная мощность механизма, приводная мощность и коэффициент полезного действия определяются по известным формулам [5].

При работе механизм за счет обратной промывки в полости колонковой трубы создает разряжение, что способствует образованию дополнительной нагрузки на забой. В целом осевое усилие подачи, развиваемое установкой, определяется из следующего выражения:

$$G = K_n\left(G_{сн} + G_в + G_a\right), \quad (44)$$

где $G_{сн}$ – вес гидравлического механизма с колонковым набором;

$G_в$ – вес присоединенного столба жидкости

$$G_в = K_{кн}H\gamma_ж, \quad (45)$$

$K_{кн}$ – площадь колонковой трубы;

G_a – вес столба атмосферы

$$G_a = P_aK_{кн}. \quad (46)$$

Давление силового насоса, необходимое для работы привода установки, с учетом скоростного напора на преодоление сопротивлений в нагнетательном трубопроводе можно определить по известным формулам [6]:

$$P_н = P_р - P_a - H\gamma_ж + \frac{V^2}{2g}\gamma_ж\left(\frac{f}{f_{нт}}\right)^2 \cdot (K_c - 1), \quad (47)$$

где g – ускорение силы тяжести;

$\frac{V^2}{2g}\gamma_{ж}\left(\frac{f}{f_{нт}}\right)^2 K_c$ – приведенные суммарные потери напора в нагнетательной линии от силового насоса до поршня гидродвигателя;

$\frac{V^2}{2g}\gamma_{ж}\left(\frac{f}{f_{нт}}\right)^2$ – приведенный скоростной напор.

$$K_c = \sum_{i=1}^{n} l_i \frac{l_i}{d_i} + \sum_{i=1}^{n} j_i \quad , \tag{48}$$

где l_i – коэффициент гидравлических сопротивлений отдельного участка нагнетательной линии с постоянным сечением;

l_i и d_i – соответственно длина и диаметр участков;

j_i – коэффициент местных сопротивлений.

Производительность силового насоса определяется по формуле

$$Q_н = Q(1+K_3), \tag{49}$$

где K_3 – коэффициент утечек рабочего момента в нагнетательной линии.

Мощность, затрачиваемая на привод силового насоса, составит

$$N_н = \frac{Q_н P_н}{h_н}, \tag{50}$$

где $\eta_н$ – КПД силового насоса.

Общий коэффициент полезного действия погружной установки

$$h_y = \frac{N_{эф}}{N_н}. \tag{51}$$

Последовательность выбора конструктивных размеров и расчета рабочих параметров привода установки представлен в табл. 2.

Таблица 2**. Методика определения конструктивных и рабочих параметров гидравлического механизма**

Наименование расчетного параметра	Способ определения параметра	Примечание
Потребный вращающий момент ($M_{тр}$)	Согласно принятым методикам расчета (1)	–
Наружный диаметр механизма привода (*D*)	Соответствует диаметру колонкового снаряда	Определяется возможным диаметром керна
Площадь поршня гидродвигателя (f_n)	Определяется конструктивно с учетом рекомендаций табл. 1	–
Площадь штока гидродвигателя ($f_{шт}$)	Условие (10), табл.1	–
Площади впускного и выхлопного клапанов f'_k, f''_k	Условие (25)	–

Окончание таблицы 2

Рабочий ход поршня (S) и клапанной пружины (S_2)	Выбирается конструктивно	Ограничивается линейными размерами механизма
Жесткость клапанной пружины (Z)	Формула (30)	–
Средний перепад давления рабочей жидкости на гидродвигателе (P_c)	Выбирается исходя из возможности силового насоса	Ограничивается прочностью нагнетательной линии
Расход рабочей жидкости (Q)	Формула (35)	Сравнивается с производительностью силового насоса
Шаг винта преобразователя (S_t)	Формула (17) с учетом выражения (16)	–
Вращающий момент (M)	Формула (18)	–
Общий перепад давления рабочей жидкости на гидродвигателе ($P_р$)	Формула (32)	–
Количество оборотов выходного вала (n)	Формула (33)	Сравнивается с требуемой частотой вращения
Интенсивность промывки забоя ($Q_м$)	Формула (41)	–
Осевое усилие подачи (G)	Формула (44)	–
Давление силового насоса ($P_н$)	Формула (47)	–
Производительность силового насоса ($Q_н$)	Формула (49)	–
Мощность на привод силового насоса ($N_н$)	Формула (50)	Сравнивается с мощностью для привода насоса
КПД погружной установки (η_y)	Формула (51)	–

Литература

1. Погружная установка для бурения морских скважин в крепких породах на шельфе морей Дальнего Востока: обзорная информация / Неудачин Г. И., Коломоец А. В., Зыбинский П. В и др. – М.:ВИЭМС. Техн. и технолог. геол. развед. работ, организация производства.−Вып 13.−1980. – 80 с.
2. Кожевников А. А., Гошовский С. В., Мартыненко И. И. и др. Забойные факторы алмазного бурения геологоразведочных скважин. – Д., ЧП «Лира», 2006. – 264 с.
3. Калиниченко О. И. Оценка энергетических характеристик гидроударных машин двойного действия // Междунар. сб. науч. тр. «Прогрессивные технологии и системы машиностроения». – Донецк, 2000. Вып.12. –С. 80–83.
4. Анурьев В. И. Справочник конструктора машиностроителя. В 3-х т.–М.: Машиностроение, 1979.–Т. 1.–728 с.; Т. 2.–559 с.; Т. 3.–557 с.
5. Зыбинский П. В., Калиниченко О. И. Методика инженерного расчета параметров пробоотборников с гидровращательным приводом. // Зб. наук. пр. ДонНТУ. –Сер. гірн.-геолог.. – Донецьк: ДонНТУ, 2003. – № 63 – С. 67–73.
6. Элияшевский Н. В. Типовые задачи и расчеты в бурении. – М.: Недра, 1982. – 295 с.

Поступила 02.07.07.

УДК 622.24.051.001.5

И. А. Ососов, инж.**, Ю. Е. Будюков,** докт. техн. наук.;
В. И. Власюк, докт. техн. наук.; **В. И. Спирин,** докт. техн. наук.

Открытое акционерное общество «Тульское научно-исследовательское геологическое предприятие», г. Тула, Россия

РАЗРАБОТКА АЛМАЗНЫХ КОРОНОК С ГРЕБЕНЧАТОЙ ФОРМОЙ РАБОЧЕГО ТОРЦА ДЛЯ БУРЕНИЯ НАПРАВЛЕННЫХ СКВАЖИН

The results scientific research and experiment construction works on creation diamond bits for the directed drilling of hole are described. Is shown, that performance diamond bits with the edge form of a working end face and arrangement of tops of crests on curve of equilibrium deterioration, causes a high level of mechanical speed of drilling, increase wear mechanism diamond bearing of a matrix and decrease of intensity of a curvature of hole.

The results of industrial tests new diamond bits for drilling the hole are given.

Исследованиями, проведёнными в ОАО «Тульское НИГП» (до 02.04.2007 г. ФГУ-НИГП «Тульское НИГП», сокращенно — ТулНИГП) установлено, что применение коронок с концентрическими круговыми канавками и выступами на торце позволило существенно повысить скорость бурения при сравнительно небольших удельных нагрузках, что обеспечило значительное повышение степени прямолинейности стволов скважин. Однако оставались неясными многие вопросы, связанные с выбором основных конструктивных параметров этих коронок. Поэтому была проведена серия дополнительных исследований, по результатам которых определены рациональные конструктивные параметры алмазного инструмента и разработано ряд технических решений на уровне изобретений, которые явились основой для совершенствования алмазных коронок с гребенчатой формой рабочего торца, преимущественно, для бурения направленных скважин снарядами со съёмными керноприемниками и в меньшей степени–для бурения одинарными колонковыми снарядами [1, 2].

В ТулНИГП установлено (РФ, а.с. № 1069476 от 22. 02.82), что в коронке с выступающими концентрическими элементами равномерное распределение нагрузок и их существенное снижение обеспечивается, когда породоразрушающие элементы выполнены переменной ширины по торцу матрицы, увеличивающейся от периферии к центру, при этом ширина породоразрушающих элементов и радиус их расположения связаны соотношением

$$t_1 \cdot r_1 = t_2 \cdot r_2 = ...t_i \cdot r_i, \qquad (1)$$

где t_1, t_2, t_i – ширина соответственно *1*-го, *2*-го, *i*-го ряда породоразрушающих элементов;

r_1, r_2, r_i – радиус расположения соответственно *1*-го, *2*-го, *i*-го ряда породоразрушающих элементов.

Благодаря такой форме рабочего торца при работе коронками происходит равномерное распределение работы трения по всем породоразрушающим элементам, поэтому коронка отрабатывается равномерно по всему профилю при высоком уровне механической скорости бурения и сохранении (благодаря этому и прямоугольной форме профиля рабочего торца) прямолинейности ствола скважины.

В конструкции импрегнированной коронки ТулНИГП (РФ, а.с. № 2169249), содержащей корпус и алмазосодержащую матрицу с прямоугольным профилем и выступающими несколькими рядами концентрическими породоразрушающими элементами переменной ширины, в отличие от вышерассмотренной коронки, учтено оптимальное соотношение концентрации алмазов в алмазном слое каждого ряда к площади рабочего торца такого ряда, что обуславливает более

высокий ресурс этого инструмента при эксплуатации в анизотропных породах и уменьшение интенсивности искривления скважины.

В отличие от рассмотренных, в алмазной импрегнированной коронке ТулНИГП (РФ, а.с. № 1040850, рис. 1), включающей: корпус *1* и алмазосодержащую матрицу *2* с концентрическими гребнями *3* и промывочными пазами *4*, вершины гребней расположены на вогнутой кривой, описываемой уравнением

$$y = f(R) = 0{,}5R_в\left[\frac{R \cdot V}{R_в^2} - \mathbf{l}_n(R+V) + \mathbf{l}_n R_в\right], \qquad (2)$$

где R и $R_в$ – текущий и внутренний радиусы коронки соответственно;

$V = \left(R^2 - R_в^2\right)^{1/2}$.

При этом высота гребня h составляет 0,5÷0,7 ширины b его основания.

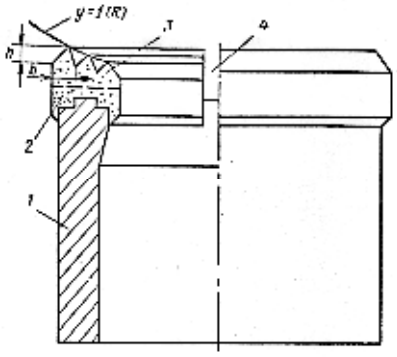


Рис 1. Алмазная импрегнированная коронка.

При бурении предлагаемой коронкой под воздействием осевой нагрузки и крутящего момента горная порода эффективно разрушается. Промывочная жидкость поступает вовнутрь корпуса коронки *1*, омывает концентрические гребни *3* матрицы *2*, подхватывает разрушенную на забое породу (шлам) и выносит её через пазы *4* на поверхность. Форма профиля матрицы, описываемая кривой по уравнению $y = f(R)$, обеспечивает при бурении равномерное распределение вдоль радиуса коронки работы трения и равномерный износ алмазосодержащей матрицы, что обуславливает высокий уровень механической скорости бурения и снижение интенсивности искривления скважин и скорости заполирования алмазов.

Важное значение при алмазном бурении для увеличения производительности и уменьшения искривления скважин имеет повышение эффективности разрушения коронкой горной породы забоя.

Поэтому в ТулНИГП предложена (РФ, а.с. № 1609939) коронка, включающая корпус и алмазосодержащую матрицу, разделенную промывочными пазами на рабочие сектора, торцы которых имеют форму многорядной гребёнки с продольными, параллельными друг другу выступами. Один из секторов смещен по высоте в сторону присоединительной резьбы, а его выступы расположены по спирали, передняя часть которых совмещена в плане с окончанием выступов предыдущего сектора, а замыкающая часть смещена в сторону периферии матрицы и совмещена в плане с началом смежного гребня последующего сектора.

На рис. 2 изображена данная коронка в плане, на рис. 3 – приведено сечение А–А.

Коронка включает корпус *1* с присоединительной резьбой *2*, матрицу, разделенную промывочными пазами *3* на рабочие сектора *4*, торец которых выполнен в виде многорядной гребенки с параллельными гребнями *5* и впадинами *6*.

Один из секторов *7* смещен в сторону присоединительной резьбы 2 и выполнен со спиральными впадинами *8* и выступами *9*, передняя часть *9а* которых совмещена по радиусу с окончанием выступа гребней *5* предыдущего сектора *4*, а замыкающая часть *9б* смещена в сторону периферии матрицы и совмещена с началом смежного выступа гребня *5* последнего сектора. Сектор *7*, смещенный относительно других секторов *4* по высоте, выполняет функ-

ции скалывателя, а спиральные выступы *9* обеспечивают перекрытие концентрических впадин *6* между выступами гребней *5* остальных секторов.

Коронка работает следующим образом. При вращении бурового инструмента забой скважины разрушается за счет резания горной породы алмазосодержащими гребнями *5* рабочих секторов *4* по кольцевым бороздам, между которыми остаются выступы. После того, как коронка углубится на величину смещения по высоте сектора *7*, скалывающего породу, спиральные гребни *5* последнего встречают выступы породы боковой поверхностью гребня и за счет полного перекрытия впадин *6* между двумя гребнями *5* предыдущего рабочего сектора *4* производят скалывание породного выступа и последующую транспортировку разрушенной породы по спиральным впадинам в затрубное пространство.

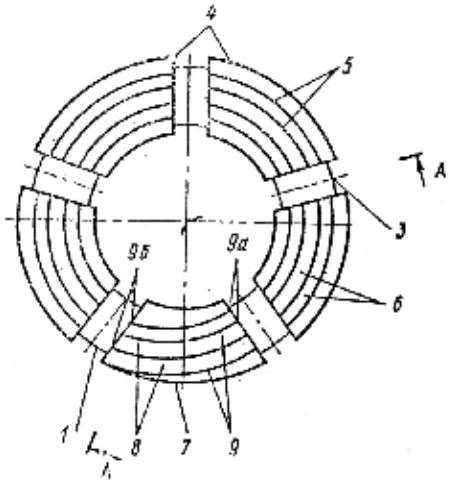


Рис. 2. Алмазная коронка (горизонтальная проекция).

Благодаря совмещению начала спиральных впадин *8* и выступа *9* сектора *7* с концом впадин *6* и гребней *5* предыдущего рабочего сектора обеспечивается плавный заход образовавшегося породного выступа в скалывающую спираль.

В результате происходит эффективное истирающее-скалывающее разрушение породы на забое и создается высокая механическая скорость проходки, особенно при бурении коронками с большой площадью рабочего торца, например, при бурении снарядами КССК или другими двойными снарядами. При этом повышается стойкость коронки и сохраняется прямолинейность скважины.

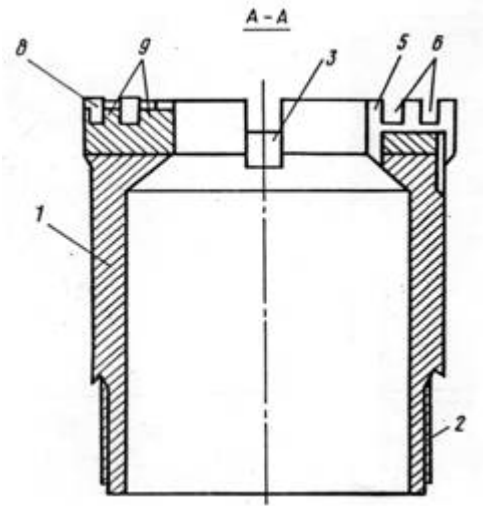


Рис. 3. Алмазная коронка (сечение А–А на рис.2).

К типу «гребенчатых» можно отнести алмазную коронку (РФ, а.с. № 1495427 от 30.05.86), предложенную ВИЭМС, ТулНИГП, СКБ ВПО «Геотехника» и ВНИИТС.

Алмазная коронка содержит корпус с рабочими узлами, торцовые и боковые поверхности которых армированы соответственно износостойкими вставками и калибрующими элементами. Она отличается тем, что с целью повышения эффективности работы и снижения интенсивности искривления скважин износостойкие вставки на торцовой поверхности всех рабочих элементов установлены концентрично и с радиальными зазорами одна относительно другой, при этом количество калибрующих элементов на наружной поверхности, по крайней мере, несколько рабочих узлов различно.

Предлагаемая схема сооружения этого породоразрушающего инструмента обеспечивает разрушение породы в режиме крупного скола, что значительно снижает энергоёмкость процесса разрушения. Это позволяет повысить проходку на породоразрушающий инструмент, механическую скорость бурения и сохранить направление скважины.

На основе вышеописанных технических решений в ТулНИГП были разработаны алмазные коронки К-41, К-45. Опытные партии этих коронок были испытаны в ПГО «Якутскгеология» и «Севзапгеология». Анализ данных производственных испытаний показал, что интенсивность искривления скважин при бурении коронками К-41, К-45, профиль которых описывается линией равновесного износа, уменьшается на 30–50 %. С помощью КССК с коронками К-41 и

новизны из ранее указанных технических решений по авторским свидетельствам также были использованы в ТулНИГП при разработке алмазных коронок с гребенчатой формой рабочего торца: К-75-3СВМ, К-75-4СВМ, К-95-3СВМ, КГ-76СВМ, КГ-59СВМ.

Впервые в отечественной практике алмазного бурения на двух геологических объектах ГРЭ «Бурятгеологоразведка» удалось провести производственные испытания алмазного инструмента ТулНИГП (коронки К-75-3СВМ; К-59-3СВМ; КГ-59СВМ), ЭЗТАБ, Геогидротехника и фирм «БОРТ-ЛОНГИР» и «АТЛАС-КОПКО» в идентичных условиях и сопоставить реальные результаты работоспособности инструмента [2] при бурении плановых направленных скважин.

При этом было установлено, что применение алмазного инструмента ТулНИГП при обеспечивании значительного уменьшения искривления ствола скважины эффективнее по стоимости 1 м бурения по сравнению: а) с коронками фирм «БОРТ – ЛОНГИР» и «АТЛАС-КОПКО» почти в полтора раза; б) с коронками «Геогидротехники» и ЭЗТАБ в 1,4–1,5 раза соответственно.

Выводы

Проведенные исследования, опытно-конструкторские работы и производственные испытания позволяют рекомендовать снижение площади контакта алмазосодержащей матрицы в коронке за счет выполнения рабочего торца гребенчатой формы как один из путей интенсификации процесса разрушения породы, снижение мощности на разрушение единицы объема и скорости заполирования алмазов. При этом форма профиля матрицы, описываемая кривой по уравнению $y = f(R)$, обеспечивает при бурении равномерное распределение вдоль радиуса коронки работы трения и равномерный износ алмазосодержащей матрицы, что обуславливает высокий уровень механической скорости бурения и снижение интенсивности искривления скважин.

К-45 и специальных технологий подготовки этого инструмента осуществлялось бурение при разведке глубоких горизонтов одного из полиметаллических месторождений Алтын-Топканского рудника. С помощью этого инструмента удалось пробурить самую глубокую скважину в этом регионе № 736 глубиной 1760 м и решить поставленную задачу по приросту запасов свинцово–цинковой руды. Отдельные элементы В ТулНИГП разработан ряд технических решений на уровне изобретений, применение которых было осуществлено в конструкциях алмазного инструмента для бурения снарядами со съемными керноприемниками и одинарными колонковыми снарядами.

Применение коронок конструкции ТулНИГП К-41; К-45; К-75-3СВМ; К-75-4СВМ; К-95-3СВМ; КГ-76СВМ; КГ-59СВМ при бурении плановых направленных скважин в производственных условиях позволило при обеспечении значительного уменьшения искривления ствола скважин существенно снизить стоимость 1 м бурения по сравнению с использованием лучших отечественных и зарубежных аналогов.

Литература

1. Власюк В. И., Будюков Ю. Е., Горшков Л. К., Осецкий А. И., Рябчиков С. Я., Спирин В. И. Новые технологии в создании и использовании алмазного породоразрушающего инструмента. – М.: ЗАО «Геоинформмарк», 2002. – 140 с.
2. Будюков Ю. Е., Власюк В. И., Спирин В. И. Алмазный инструмент для бурения направленных и многоствольных скважин. – Тула: «Гриф К», 2007. – 176 с.

Поступила 03.07.07

УДК 622. 243

А. А. Кожевников, докт. техн. наук; **В. И. Титов**, инж.;
Колесников М. А., студент

Национальный горный университет, г. Днепропетровск, Украина

НАПОРНАЯ КЛАССИФИКАЦИЯ СКВАЖИННЫХ НАСОСОВ И ВОДОПОДЪЕМНИКОВ

Classification of means for rise of liquids from vertical and subvertical mountain developments of various purpose is resulted on the basis of pressure head characteristics of the equation of D. Bernulli for non-stationary currents.

Попытки обобщения и систематизации всех технических средств разработанных для принудительного подъема жидкостей с больших глубин [1], весьма затруднены в связи с несопоставимостью условий эксплуатации, для которых они разработаны. Наиболее удачный выход из этих затруднений был предложен И. Г. Есьманом в работе [2], и который в дальнейшем был использован В. И. Пилипцом в своей работе [3]. Сущность этой методики заключается в том, что все типы насосов и водоподъемников классифицируются по виду энергии, сообщаемой жидкости при ее прохождении через насос или водоподъемник.

Известно [2, 3, 4, 5], что энергия движущейся жидкости или ее полный напор может быть описана уравнением Даниила Бернулли, которое для элементарной струйки идеальной несжимаемой жидкости имеет вид

$$z + \frac{p}{g} + \frac{u^2}{2g} = H = const \ , \qquad (1)$$

где z– геодезический напор;

$\frac{p}{g}$ - пьезометрический напор;

$\frac{u^2}{2g}$ - скоростной напор жидкости;

H – полный напор или полная энергия движущейся жидкости.

Применение данного уравнения дало возможность В. И. Пилипцу [3] классифицировать насосы и водоподъемники различного конструктивного исполнения следующим образом:

насосы и водоподъемники, изменяющие только энергию положения жидкости;

насосы и водоподъемники, изменяющие только кинетическую энергию потока жидкости;

насосы и водоподъемники, изменяющие энергию потока жидкости за счет изменения давления.

Однако в реальном, неидеализированном виде такие четкие разграничения невозможны, так как всегда между группами существуют переходные зоны смешанных характеристик.

Целью статьи является разработка классификации, при формировании групп которой учитывалось бы доминирующее влияние всех известных в гидравлике разновидностей напоров, участвующих в движении потока жидкости, осуществляемого различными типами насосов и водоподъемников. Поэтому в этой классификации, разработанной на уже известном принципе [2, 3], в которой к этим трем группам добавлены две смешанные группы, а также особо выделена сводная группа, в которой фигурируют как доминирующие все три энергетических критерия, представленных в уравнении Бернулли (1) для стационарного течения жидкости. Таким образом, в предлагаемой классификации сформировано 7 групп.

Немаловажным дополнением к этому может быть подразделение всех классифицируемых подъемников жидкостей и насосов на две категории: *динамические и объемные гидромашины*. Согласно определению [4], в динамических насосах жидкостная среда перемещается под силовым воздействием на нее в камере, постоянно сообщающейся с входом и выходом насоса. В объемных насосах жидкостная среда перемещается путем периодического изменения объема занимаемой ею камеры, попеременно сообщающейся с входом и выходом насоса, или сама рабочая камера вместе с находящейся в ней жидкостью перемещается от входа в насос к выходу из него. В обеих категориях существуют конструктивные разновидности гидромашин, в которых рабочий орган, воздействующий на перекачиваемую жидкость, совершает вращательное или возвратно-поступательное движение. В разработанной классификации такое подразделение непосредственно не производится, однако для комплексной оценки уровня технического совершенства весьма важным обстоятельством является конструктивное исполнение основного рабочего органа гидромашины (насоса или водоподъемника).

Принципиально возможны две схемы конструктивного исполнения гидромашины: проходная и тупиковая. Проходная схема характеризует конструктивные особенности гидромашины, выражающиеся в том, что в них возможно свободное движение потока перекачиваемой среды даже после остановки рабочего органа насоса или его реверсного движения. При тупиковой схеме подобному свободному движению потока перекачиваемой жидкости препятствуют либо сам рабочий орган, либо система клапанов гидромашины.

Действие инерционного напора является одним из определяющих факторов при оценке производительности гидромашин, называемых инерционными насосами [6], и в разработанной классификации впервые предпринята попытка особо выделить эти конструкции.

Инерционный напор по определению [6] – это удельная энергия, которая при ускоренном во времени движении передается проходящими частицами массе жидкости, заключенной в трубопроводе между двумя его сечениями, а при замедленном движении происходит обратный процесс. При замедленном во времени неустановившемся движении линия энергии и пьезометрическая линии могут располагаться выше линии начального напора, что невозможно при установившемся движении жидкости.

Действие инерционного напора проявляется лишь в случае неустановившегося (нестационарного) движения потока реальной жидкости, для которого уравнение Бернулли, описывающее энергетический баланс, согласно [5], имеет вид

$$z_1 + \frac{p_1}{g} + \frac{v_1^2}{2g} = z_2 + \frac{p_2}{g} + \frac{v_2^2}{2g} + h_\omega + h_i \qquad (2)$$

где в соответствующих сечениях потока жидкости *1 – 1* и *2 – 2* в определенный момент времени:

z_1 и z_2 – геодезические напоры;

$\frac{p_1}{y}$ и $\frac{p_2}{y}$ – пьезометрические напоры;

$\frac{v_1^2}{2g}$ и $\frac{v_2^2}{2g}$ – скоростные напоры;

h_ω – потери напора по длине;

h_i – инерционный напор.

Конструкции устройств, в которых возможна реализация инерционного напора, как дополнительного энергетического источника, отмечены
в классификации значком (+и).

С учетом всего вышеизложенного напорная классификация подъемников жидкостей и насосов любого конструктивного исполнения может быть представлена в виде блок-схемы, изображенной на рис. 1.

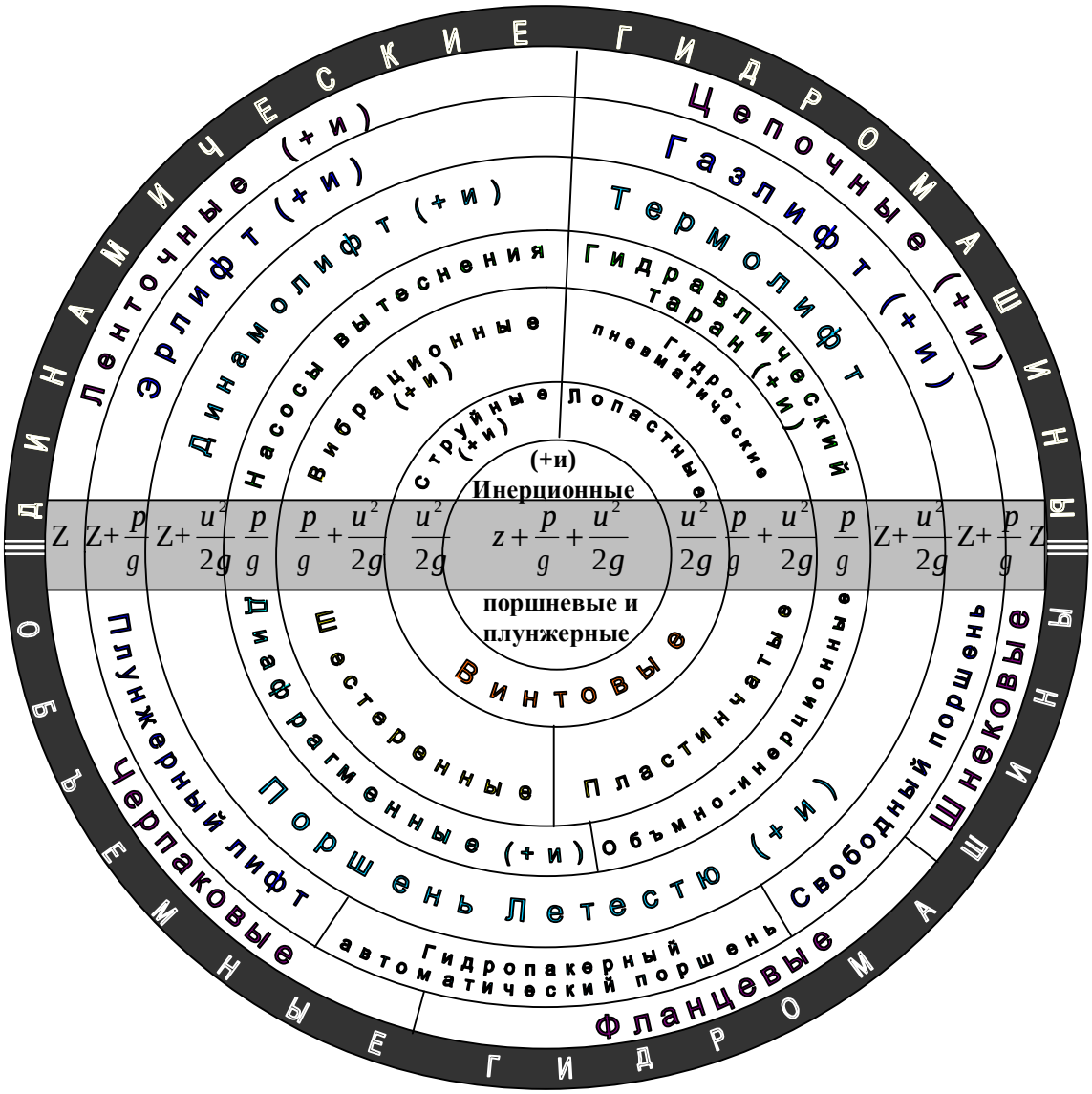


Рис. 1. Напорная классификация скважинных насосов и водоподъемников.

1. Насосы и водоподъемники, изменяющие только энергию положения жидкости, геодезический напор (Z)

К этой группе отнесены простейшие в техническом отношении устройства: *черпаковые, фланцевые, шнековые, ленточные* и *цепочные водоподъемники.*

При этом *черпаковые, фланцевые, шнековые водоподъемники* имеют характерно выраженные признаки объемных гидромашин, а *ленточные* и *цепочные водоподъемники* – признаки динамических гидромашин.

При всех конструктивных отличиях этих гидромашин общим классификационным признаком для них является то, что транспортируемая жидкость в них перемещается от исходного к конечному уровню преимущественно за счет изменения энергии положения перемещаемого объема. Данный объем формируется либо конструктивными элементами гидромашины, либо использованием сил вязкого трения и поверхностного натяжения.

2. Насосы и водоподъемники, изменяющие геодезический и пьезометрический напоры жидкости $\left(Z+\frac{P}{g}\right)$

К этой классификационной группе отнесены следующие типы гидромашин: *эрлифт, газлифт, плунжерный лифт, свободный поршень* и *гидропакерный автоматический пор-*

шень. Принцип действия подъемников жидкостей, в которых функцию рабочего органа выполняет газовый агент, основан на том, что в двух сообщающихся сосудах соотношение уровней жидкостей обратно пропорционально их плотностям. Характерными представителями этого класса гидромашин являются *эрлифт и газлифт*, отличающиеся конструкциями смесителей и непосредственно рабочим агентом.

3. Насосы и водоподъемники, изменяющие геодезический и скоростной напоры жидкости $\left(Z+\frac{V^2}{2g}\right)$

К этой классификационной группе отнесены следующие типы гидромашин: *динамолифт*, *термолифт* и *поршень Летестю*.

Динамолифт представляет собой воздухоструйный подъемник жидкостей, в котором используется кинетическая энергия воздушного потока, благодаря чему можно откачивать жидкости с малым заглублением воздушного смесителя под динамический уровень.

4. Насосы и водоподъемники, изменяющие только энергию потока жидкости за счет изменения давления, пьезометрический напор $\left(\frac{P}{g}\right)$

Преобразование энергии потока жидкости в таких устройствах происходит за счет непосредственного изменения ее давления. Жидкость может вытесняться давлением поршня, вращающимся телом, сжатым воздухом, газом или паром. К этой группе можно также отнести водоподъемные механизмы, передающие жидкости импульс давления посредством гидравлического удара.

Наиболее характерными представителями этой обширной группы насосов и водоподъемников являются *насосы вытеснения (замещения)*, *объёмно-инерционные* и *диафрагменные насосы*, а также *гидравлический таран*. В *насосах вытеснения* рабочий цикл осуществляется следующим образом: откачиваемая жидкость после заполнения объема рабочей камеры вытесняется из неё в нагнетательную магистраль другой жидкостью, сжатым воздухом, газом или паром.

В *объемно-инерционном насосе* для обеспечения реверса потока жидкости рабочий орган выполнен в виде гибкой ленты, установленной в корпусе насоса с предварительным прогибом, при этом концы рабочего органа закреплены на осях. При включении приводного реверсивного устройства рабочий орган совершает волнообразные движения, аналогичные движению рыбьего плавника, вытесняя перекачиваемую жидкость из полости корпуса насоса в нагнетательную магистраль за счет инерционных сил и изменения объема камер, образованных внутренними стенками корпуса и рабочего органа.

Диафрагменные насосные агрегаты состоят из насосной части, включающей рабочую камеру с всасывающим и нагнетательным клапанами и диафрагму, а также гидропривод, состоящий из поршневого или плунжерного насоса с очень малой длиной хода и замкнутого объема жидкости, воздействующей на диафрагму.

Гидравлическим тараном называется устройство, в котором подъем откачиваемой жидкости осуществляется энергией гидравлического удара.

5. Насосы и водоподъемники, изменяющие пьезометрический и скоростной напоры жидкости $\left(\frac{P}{g}+\frac{V^2}{2g}\right)$

В технических устройствах, отнесенных к этой классификационной группе, консолидированные энергетические преобразования осуществляются как за счет непосредственного силового воздействия рабочего органа на перекачиваемую жидкость, так и за счет ее скоростного напора. Наиболее характерными представителями этой группы насосов и водоподъ-

емников являются *вибрационные, шестеренные, пластинчатые (шиберные) насосы* и *гидропневматические водоподъемники.*

Работа *вибрационных насосов* основана на сообщении столбу жидкости, заполняющего нагнетательную магистраль, ускорения, превышающего ускорение силы тяжести. В работе насосов участвуют энергия отраженной волны и упругая деформация жидкости и колонны водоподъемных труб. Передача упругих деформаций от вибратора к рабочему органу насоса может осуществляться посредством металлической связи или через столб жидкости. Движение столба жидкости в колонне подъемных труб является следствием взаимодействия силы тяжести жидкости и сил инерции, обусловленных движением колонны подъемных труб по заданному периодическому закону.

Шестеренные насосы наиболее распространенного типа представляют собой пару с наружным зацеплением одинаковых шестерен, находящихся в зацеплении и помещенных в камеру, стенки которой охватывают шестерни со всех сторон с малыми зазорами. По обе стороны области зацепления имеются полости, одна из которых является всасывающей, а другая – нагнетательной. При вращении шестерен перекачиваемая жидкость из всасывающей полости попадает во впадины между зубьями, стенками и корпусом насоса, а затем перемещается в нагнетательную полость.

Пластинчатые или *шиберные насосы* в корпусе неподвижного статора имеют цилиндрический ротор с эксцентриситетом вращения, по образующей поверхности которого продольно, с определенным шагом, выполнены пазы, в которых устанавливаются пластины, способные при вращении перемещаться радиально. В корпусе, на торцевой поверхности статора, прорезаны окна, сообщающиеся соответственно с всасывающей и нагнетательной магистралью. Рабочий объем определяется пространством, образованным поверхностью статора ограниченной двумя соседними пластинами и поверхностью ротора, установленного с эксцентриситетом. Этот объем между двумя противоположными по эксцентриситету положениями изменяется от максимального до минимального значения.

Гидропневматический водоподъемник сочетает в себе эрлифт и гидроэлеватор или струйный насос.

6. Насосы и водоподъемники, изменяющие только кинетическую энергию потока жидкости (скоростной напор) $\left(\frac{V^2}{2g}\right)$

Наиболее характерными представителями этой группы насосов и водоподъемников являются *винтовые, лопастные* и *струйные.*

Винтовые насосы состоят из неподвижного статора, подвижного рабочего винта-ротора и системы клапанов. Во время работы насоса винтовой ротор совершает сложные движения: он вращается вокруг собственной оси и одновременно его ось совершает планетарное вращение по окружности диаметром, равным двум эксцентриситетам. В процессе работы насоса перекачиваемая жидкость заполняет свободные объемы между винтом и обоймой, герметически изолированные один от другого, чем и обеспечивается непрерывное перемещение жидкости.

Лопастные насосы (центробежные, пропеллерные и *вихревые)* – это технические устройства, в которых рабочим органом является рабочее колесо, снабженное лопастями. Энергия от рабочего колеса жидкости передается путем динамического взаимодействия лопастей колеса с обтекающей их жидкостью.

Струйные насосы, называемые также водоструйными, гидроэлеваторами или эжекторами, включают в себя приводной насос, насадок (сопло), диффузор, камеру смешения, всасывающую и нагнетательную трубы. Трубы могут располагаться параллельно или коаксиально.

Работа струйного насоса основана на принципе вовлечения в движение частиц транспортируемой жидкости частицами рабочей струи, движущейся с большой скоростью или, другими словами, на выравнивании удельных энергий потоков при их смешении.

7. Насосы и водоподъемники, изменяющие геодезический пьезометрический и скоростной напоры жидкости $\left(Z+\frac{P}{g}+\frac{V^2}{2g}\right)$

К этой группе относятся *погружные поршневые* и *плунжерные насосы с вертикальной компоновкой их конструктивных элементов*. Согласно классическому определению, эти водоподъемные устройства относятся к категории объёмных гидромашин. Рабочий процесс в этих гидромашинах основан на попеременном заполнении рабочей камеры откачиваемой жидкостью и ее вытеснении из камеры в нагнетательную магистраль. Изменение объема рабочей камеры происходит в этих насосах за счет возвратно-поступательного движения вытеснителя (поршня или плунжера).

Фактическая производительность такого рода объемной гидромашины за один полный цикл определяется разностью между объемом ее рабочей камеры и суммарными гидравлическими потерями перекачиваемой жидкости в процессе этого цикла. Этот показатель характеризуется величиной объемного коэффициента полезного действия, который у идеальной объемной гидромашины не может быть большим 1. Однако в инерционных насосах при проходной схеме конструктивного исполнения рабочего органа коэффициент объемного наполнения может значительно превышать 1, и практически достигнуть, согласно данным [3, 6, 7], уровня 2,04 для поршневого насоса одинарного действия конструкции В. Г. Шухова.

Во всех отмеченных в классификации инерционных насосах дополнительным ресурсным энергетическим источником является инертная масса нестационарно движущейся жидкости.

Выводы

1. Уравнение Д. Бернулли для неустановившегося движения потока жидкости (2) позволяет более точно классифицировать все известные технические устройства для подъема жидкостей из вертикальных и субвертикальных горных выработок.

2. На основании проведенной классификации можно аналитически сравнить уровень технического совершенства водоподъемного устройства и определить перспективные направления его повышения.

Литература

1. Кожевников А. А., Титов В. И. Классификация скважинных поршневих насосных установок //Наук. вісник Національного гірничого університету.–Днепропетровск, 2004.– № 11.
2. Есьман И. Г. Насосы.–Изд. 3-е. М.: Гостоптехиздат, 1954. –285 с.
3. Пилипец В. И. Насосы для подъема жидкости//Учебное пособие. –Донецк, 2000. – 244 с.
4. Башта Т. М. Объемные насосы и гидравлические двигатели гидросистем//Учебник для вузов.–М.:Машиностроение, 1974.–606 с.
5. Чугаев Р. Р. Гидравлика. (Техническая механика жидкости). Изд. 3-е. –Л., Энергия, 1975. –600 с.
6. Усаковский В. М. Инерционные насосы.–М.:Машиностроение, 1973. –200 с.
7. Суреньянц Я. С. Водяные скважины.–М.:Минкоммунхоз РСФСР,1961. –318 с.

Поступила 03.07.07.

УДК 622.24.051

А. М. Бочковский, канд. техн. наук

Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев, Украина

ПРОГНОЗИРОВАНИЕ ЭФФЕКТИВНОСТИ КОНСТРУКЦИЙ БУРОВОГО ИНСТРУМЕНТА НА СТАДИИ РАЗРАБОТКИ

It is determined power intensity of destruction of rock on all area well bottom for the drill bit equipped PDC. On ROP domestic designs of drilling bit do not concede foreign.

Рынок алмазного бурового инструмента переполнен различными конструкциями долот и бурильных головок, расширителей и коронок, отличающихся между собой формой торцевой части, типоразмерами алмазных рабочих элементов, схемами размещения этих элементов, расположением промывочных каналов и другими конструктивными особенностями.

Оценка эффективности конструкций бурового инструмента может производиться на трех этапах: на стадии разработки, на стадии лабораторных испытаний опытных образцов и моделей долот, а также непосредственно в промышленных условиях при бурении глубоких скважин.

Перспективным в научном плане и экономически целесообразным является прогнозирование эффективности конструкций на стадии разработки. Из анализа работ, опубликованных в технической литературе, следует, что общепринятого метода расчета и прогнозирования качества конструкции бурового инструмента до сих пор не существует.

Имеются работы по исследованию и анализу отдельных параметров конструкции, таких как оснащенность, профиль долота и других, с помощью которых невозможно оценить в целом эффективность применения бурового инструмента.

В работах [1,2] предложен метод оценки разрабатываемой конструкции с помощью комплексного критерия – энергоемкости разрушения породы. Сущность метода заключается в том, что для исследуемой конструкции определяется энергоемкость разрушения породы (Е) по всей площади забоя скважины с учетом свойств породы и породоразрушающей вставки, формы долота и режима бурения

$$E = \frac{k_p \cdot z}{b}\left(\frac{n \cdot a \cdot \cos j}{2pw}\right)^{n-1}, \qquad (1)$$

где ν - скорость бурения,

ω – скорость вращения,

α – радиальный угол между исследуемой и предыдущей вставкой,

φ – угол наклона профиля долота на участке вставки к оси абсцисс,

b – ширина вставки,

k_p – коэффициент сопротивления резанию,

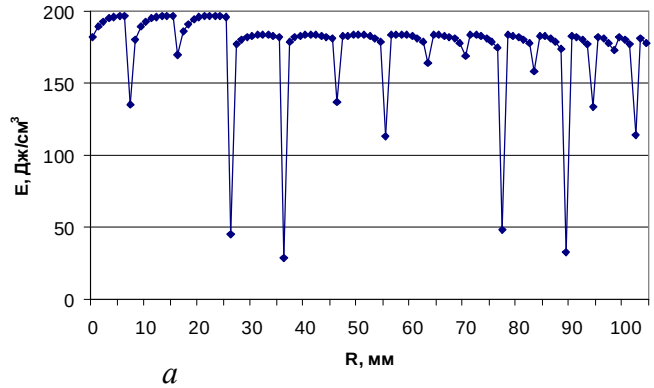
Z и n – опытные коэффициенты, описывающие процесс внедрения вставки в породу.

Для алмазно-твердосплавных пластин диаметром 13,5 мм и принятых пород по возрастанию их твердости значения Z и n составят: Z – 481; 592; 1365; 1390; n – 1,34; 1,10; 1,12; 1,10.

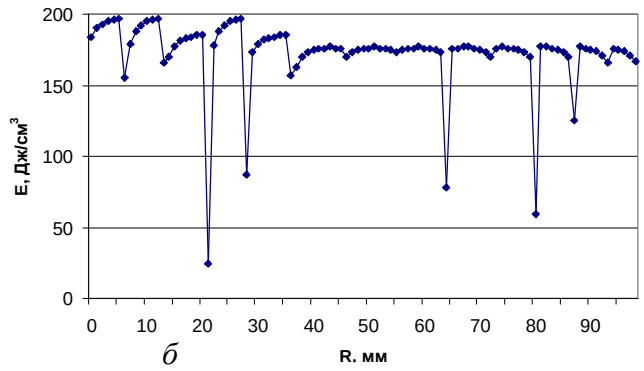
В качестве примера применим разработанный метод для оценки конструкций отечественных и зарубежных долот, оснащенных алмазно-твердосплавными пластинами. Исходными данными для расчета являются геометрические размеры долот, координаты вставок, свойства пород и принятый режим бурения.

Расчеты выполнены для условий бурения песчаника твердостью по штампу $P_ш$ – 99 кГс/мм^2 с механической скоростью 3 м/ч и скоростью вращения – 120 об/мин. Распределение

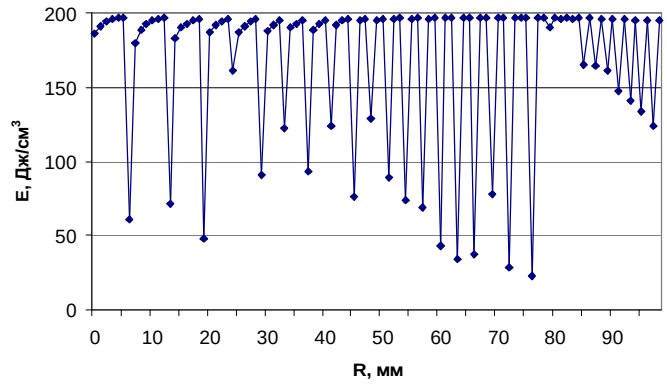
энергоемкости разрушения породы по забою скважины для каждой из исследуемых конструкций долот показано на рис. 1.



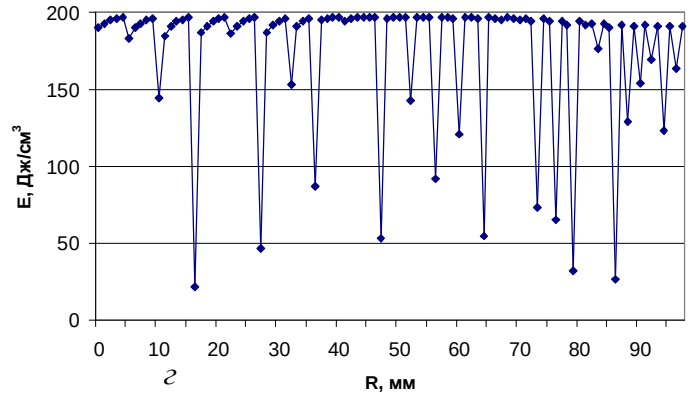
а



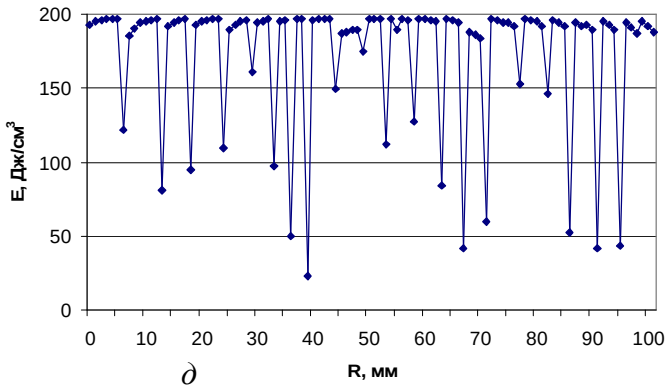
б



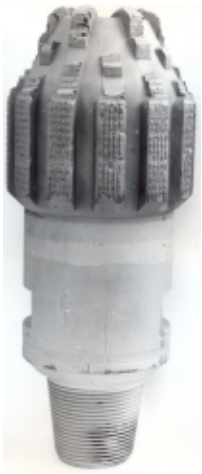
в

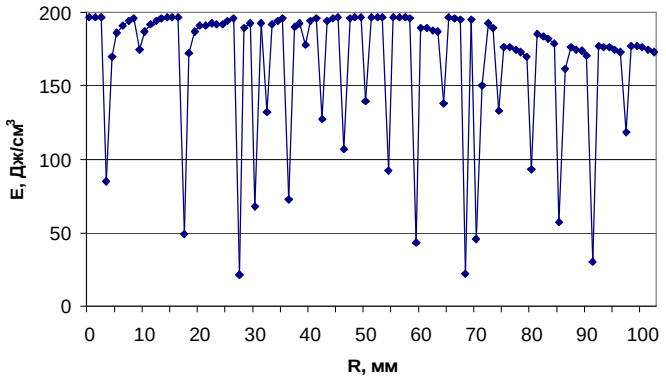


г



д





е

Рис. 1. Распределение энергоемкости разрушения породы по забою скважины при бурении долотами: а – ИСМ АП 214,3 М13, б − ИСМ АП 214,3 М6, в − ИСМ АП 214,3 М, г – DS – 19, д – TD -105, е − LX -222.

График распределения энергоемкости по забою скважины характеризует схему размещения вставок на рабочей поверхности долота и является паспортом данной конструкции (рис. 2, 3). По форме он мало изменяется при бурении других пород. Меняется только значение энергоемкости, которая с увеличением твердости пород возрастает .

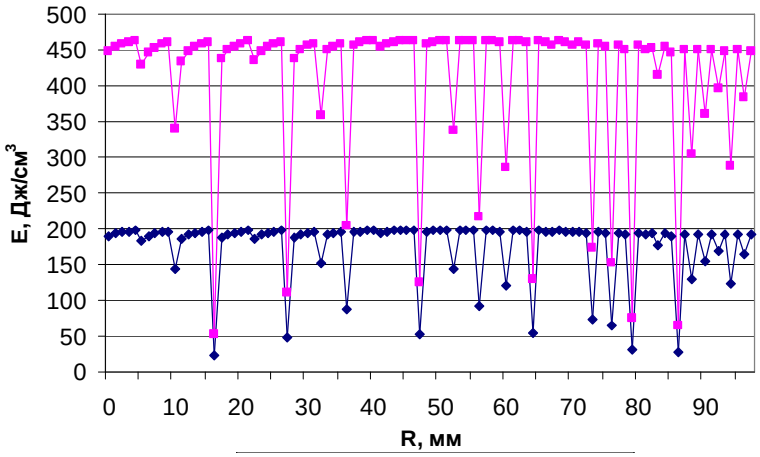


Рис. 2. Распределение энергоемкости разрушения породы по забою скважины при бурении долотом DS – 19: 1 – песчаника твердостью 66 кГс/мм²; 2 – песчаника твердостью 230 кГс/мм².

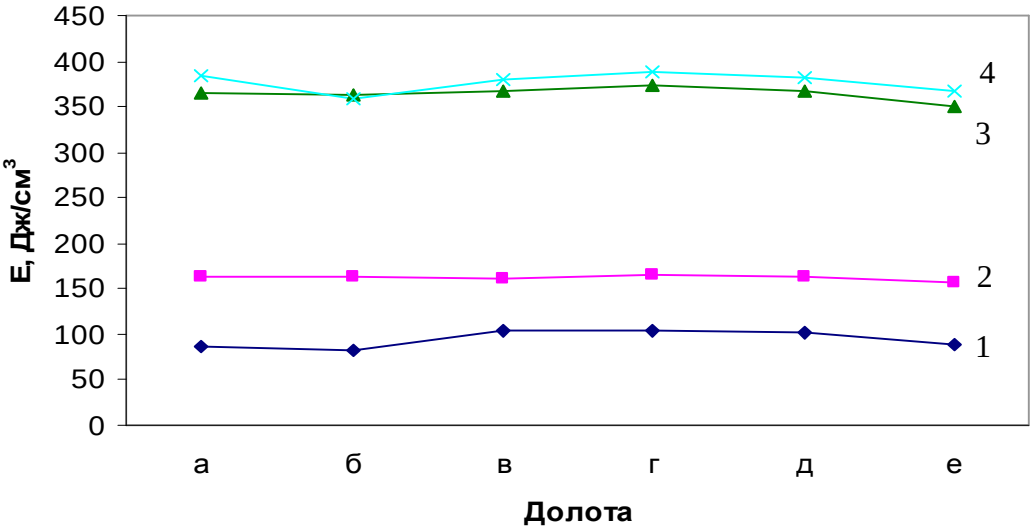


Рис. 3. Значение энергоемкости разрушения породы для исследуемых долот при разрушении горных пород: 1 – аргиллита 45; 2 – песчаника 99; известняка 162; песчаника 230 кГс/мм^2.

Энергоемкость разрушения породы и механическая скорость бурения связаны между собой известной зависимостью

$$n = \frac{N}{S \cdot E}, \qquad (2)$$

где N – мощность привода,

S – площадь скважины,

E – энергоемкость разрушения породы.

Учитывая среднюю энергоемкость разрушения аргиллита (рис. 3) относительная скорость бурения исследуемыми долотами будет иметь значения, приведенные в таблице.

Таблица. **Показатели эффективности конструкций исследуемых долот при бурении аргиллита**

Долота	М13	М6	М	DS - 19	TD-105	LX-222
К-во лопастей	4	6	9	6	6	12
К-во вставок	33	43	53	48	50	57
Энергоемкость разрушения породы, Дж/см^3	87,9	82,2	104,5	103,7	101,8	88,6
Относительная скорость бурения	О,94	1,00	0,79	0,79	0,81	0,92

Все исследуемые долота по энергоемкости разрушения породы и скорости бурения, определяемой конструкцией долота, незначительно отличаются между собой. Преимущество на 6 – 21 % по сравнению с другими имеет отечественное долото ИСМ АП 214,3М6.

В промышленных условиях на расчетную скорость бурения накладывается влияние качества очистки и охлаждения долота, качества бурового раствора и многих других факторов. Это подтверждается массовыми испытаниями долот режущего типа [3], где разброс по скорости бурения превышал расчетные показатели. Лучшим, как и по данным расчета, оказалось

долото ИСМ АП 214,3М6. Низкие показатели из-за неудовлетворительной очистки лопастей были получены для долот типа TD-105 и LX-222.

Выводы

1. Предложен и опробован на практике метод прогнозирования эффективности конструкций бурового инструмента, основанный на расчете энергоемкости разрушения породы по всему забою скважины.

2. Конструкции отечественных долот не уступают зарубежным долотам и по расчетам, и при бурении скважин имеют высокие показатели по механической скорости бурения.

Литература

1. Бочковський О. М. Аналітичне дослідження енергоємності руйнування породи під час обертового буріння // Нафтова і газова промисловість.–1999. – № 6. – С. 14–17.
2. Бочковский А. М. Разрушение горных пород вставками бурового инструмента // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения. – К: ИСМ им. В. Н. Бакуля, НАН Украины, 2006, – С. 107 – 113.
3. Бочковский А. М. Применение долот режущего типа в меловых отложениях Западной Сибири // Нефтяная и газовая промышленность.–1990. – № 4. – С. 22–25.

Поступила 11.07.07.

УДК 531.781

А. Л. Майстренко, чл.-корр. НАН Украины; **В. И. Кущ,** докт. физ.-мат. наук; **С. И. Шестаков,** канд. техн. наук; **И. А. Свешников,** докт. техн. наук;
С. Д. Заболотный, С. Ф. Беспалов, инженеры

Институт сверхтвердых материалов им. В.Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев, Украина

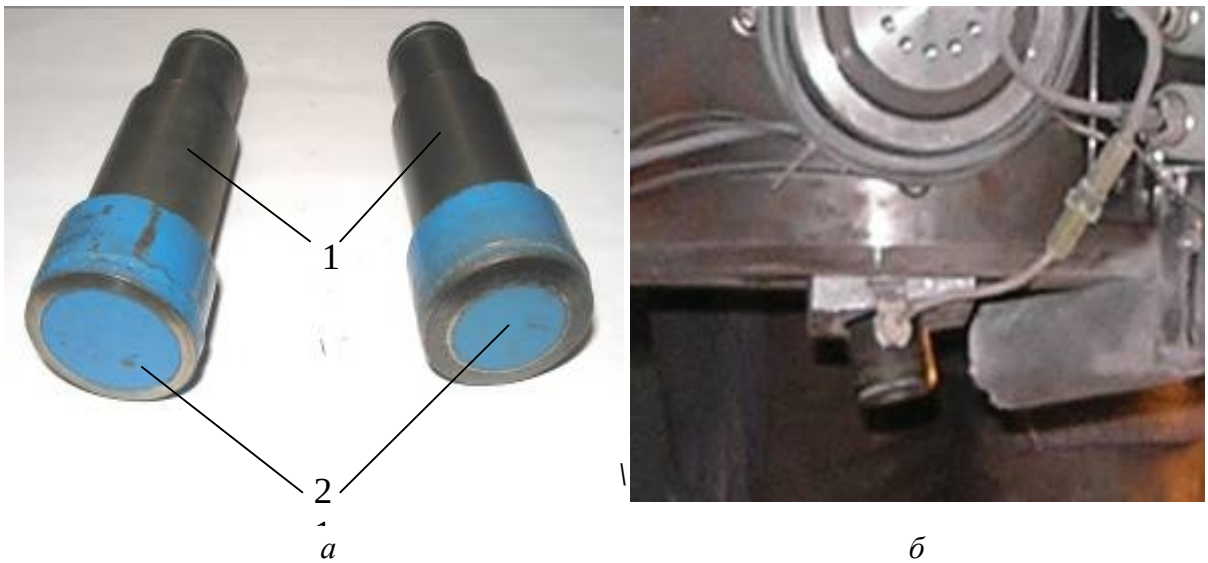
ИССЛЕДОВАНИЕ УСЛОВИЙ САМОВРАЩЕНИЕ РЕЗЦА НА ОСНОВЕ КОМПЬЮТЕРНОГО МОДЕЛИРОВАНИЯ ЕГО КОНТАКТНОГО ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ С ГОРНОЙ ПОРОДОЙ

A theoretical model has been developed that describes the behavior of self-rotating cutters during their contact interaction with a rock. For self-rotating cutters of the «CHAMPION Equipment Co. (CEC)», USA, with cylinder-conic carbide rock destruction elements, the values of the normal P_y and tangential P_z components of the cutting force have been defined. The values are in good agreement with the experimental data. The effect of the tool cutting edge blunting on the cutting force components has been studied. In the mode of a computerized experiment, the range of the cutting parameters variation has been assessed, at which the conditions of the cutter self-rotation are met.

Большинство буровых долот, применяемых в США, Германии, Италии, Украине и во многих других странах, оснащены самовращающимися резцами. Как правило, такие резцы оснащаются твердосплавными породоразрушающими элементами и отличаются высокой производительностью и износостойкостью. С другой стороны, нарушение условий самовра-

щения указанных резцов может привести к прерывистому вращению или даже к их работе в режиме блокированного резания. Последнее особенно часто встречается при бурении скважин по прочным абразивным породам. Это приводит к преждевременному выходу из строя бурового инструмента вследствие прогрессирующего одностороннего износа породоразрушающих элементов.

Прерывистое вращение с периодическими остановками при резании прочных пород и, в частности, теребовлянского песчаника наблюдалось и у резцов фирмы «CHAMPION Equipment Co. (CEC)» (США), оснащенных цилиндроконическими твердосплавными породоразрушающими элементами (рис. 1).



а *б*

Рис. 1. Самовращающиеся резцы фирмы «CHAMPION Equipment Co. (CEC)» (США): а − их расположение в корпусе испытательной установки; б− 1 – державка резца; 2 – твердосплавный породоразрушающий элемент.

Теоретические и экспериментальные исследования указанных резцов различного профиля проводились в ИСМ НАН Украины в рамках заключенного партнерского проекта и были направлены на определение условий их самовращения для различных режимов бурения путем анализа основных составляющих усилия резания.

Как свидетельствуют экспериментальные исследования [1–3], механизм разрушения породы в большинстве случаев является пороговым с пилообразным изменением во времени горизонтальной P_z и вертикальной P_y составляющих силы резания. Естественно предположить, что указанные силы, действующие на границе контакта, максимальны в момент макроскола, т. е. когда напряжения и необратимые деформации в породе достигают критического (разрушающего) значения.

Даже поверхностный анализ экспериментальных данных (подобно приведенным на рис. 2) показывает, что составляющая P_z пропорциональна P_y во всем диапазоне изменения глубины h и шага резания L. Легко заметить, что существует очевидная корреляция не только между усредненными по времени значениями полных компонент силы резания, но также и между их мгновенными значениями, т.е. в любой момент времени значение осевого усилия может быть получено путем умножения P_z на некоторый коэффициент. Это позволяет нам уменьшить размерность исходной трехмерной задачи путем разделения ее на две связанные двухмерные подзадачи, рассматриваемые в координатах yz (подзадача 1) и xz (подзадача 2).

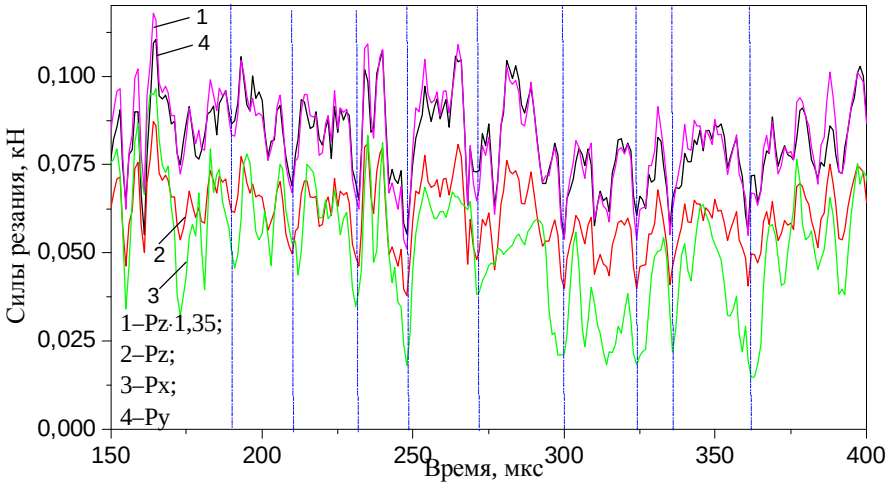


Рис. 2. Изменение во времени компонент силы резания: h=2 мм; L=18 мм.

Кроме того, эксперименты показывают, что усилия P_y и P_z так же, как и их отношение P_y/P_z, являются возрастающими функциями h и L. В рамках подзадачи 1 эти зависимости будут получены аналитическим путем.

Общая трехмерная модель резца, взаимодействующего с породой, показана на рис. 3. Принято, что в процессе работы резец двигается в направлении оси z.

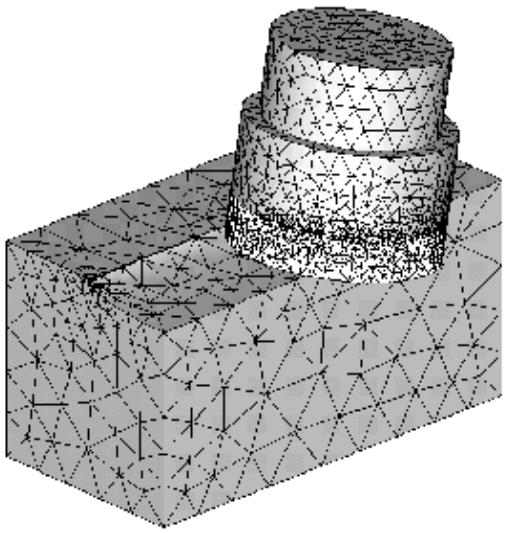


Рис. 3. Трехмерная конечноэлементная модель контактного взаимодействия самовращающегося резца с породой.

Вследствие относительно медленного движения резца (~1 м\с) задачу можно рассматривать как квазистатическую. Однако задача при этом остается контактной, что делает ее прямой численный анализ сложным и требующим значительных затрат времени.

Подзадача 1

Для определения основных составляющих силы резания P_z и P_y воспользуемся проекцией системы взаимодействующих тел на плоскость, перпендикулярную оси x и ранее разработанным подходом, основанным на анализе условий равновесия сил, действующих на скалываемый резцом обломок породы [4]. Расчетная схема задачи представлена на рис. 4.

Напряжения во фрагменте породы, форма которого близка к треугольной, в момент времени, предшествующему его отрыву от массива, рассчитываются, исходя из равновесия всех действующих на него сил. Как следует из схемы, скалываемый фрагмент породы ABC ограничен поверхностью контакта передней грани резца с породой, плоской поверхностью породы на забое и поверхностью трещины условно прямолинейной формы, начинающейся в нижней части режущей кромки резца и выходящей на свободную поверхность породы под углом a, определяемом, как

$$a = p/4 - (f_p + q_f - w_c)/2, \qquad (1)$$

где w_c – угол резания, равный по экспериментам для рассматриваемой конструкции резца -10°;

f_p – угол внутреннего трения;

q_f – эффективный угол трения между резцом и частично раздробленной породой, изменяющийся в зависимости от породы и состояния поверхностного слоя в диапазоне от 8 до 13 [3].

При работе резца нормальные и тангенциальные напряжения действуют на обеих режущих поверхностях резца – на передней поверхности площадью S_c и на изношенной (или созданной искусственным затуплением) плоской площадке S_f. На каждой из указанных поверхностей принимается, что тангенциальные напряжения связаны с нормальными напряжениями согласно закону контактного трения Кулона.

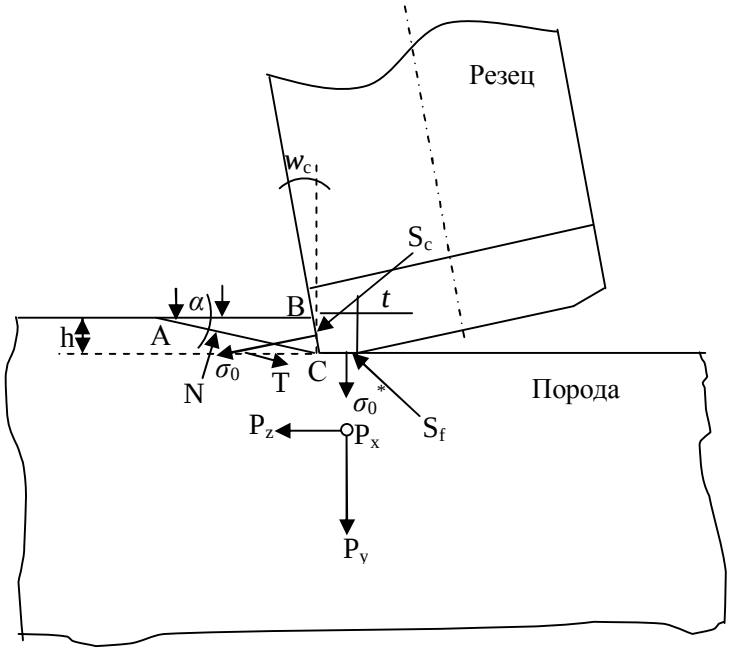


Рис. 4. Расчетная схема контактного взаимодействия самовращающегося резца с горной породой.

Выполненные ранее методом конечных элементов исследования контактного взаимодействия резцов с крепкими породами показали, что изменение нормального напряжения на поверхности резца происходит следующим образом [4]. При внедрении резца в породу на постоянную глубину h под ним формируется зона сжатия, порода деформируется и позади режущей кромки формируется зона растягивающих напряжений, приводящая к появлению так называемой подъемной силы, действующей на поверхности обломков породы. По мере износа резца эта подъемная сила все время уменьшается, тогда как увеличиваются нормальные напряжения, действующие на границе контакта затупленной поверхности твердосплавной встав-

ки и породы. При этом среднее напряжение s_0^* на этой поверхности практически равно нормальному напряжению на передней поверхности резца s_0, которое, в свою очередь, определяется из условия статического равновесия рассматриваемого фрагмента породы треугольной формы.

В таком случае можно предположить, что отделение фрагмента ABC от основного массива породы начинается тогда, когда соотношение между нормальным N и касательным T напряжениями, развивающимися на поверхности разрушения, удовлетворяют критерию Кулона – Мора вида $T = C_p + N\mathrm{tg}(j_p)$ [2,5], где C_p и Φ_p соответствуют сопротивлению сдвигу породы и углу ее внутреннего трения.

Интегрирование нормального и касательного напряжений вдоль поверхности контакта резца с породой, проведенное аналогично [4], позволяет получить формулы для определения горизонтальной F_z и вертикальной F_y составляющих максимальной результирующей силы, необходимой для скалывания породы

$$F_z = \left[R(f_p)C_p + Q(f_p)\right]\left(1 + S\frac{\sin q_f}{\cos(q_f - w_c)}\right)h^{3/2}\ ; \qquad (2)$$

$$F_y = \left[R(f_p)C_p + Q(f_p)\right]\frac{\sin 2(q_f - w_c) + S\left|(\sin(2q_f - w_c) - \sin(w_c)\right|}{\cos^2(q_f - w_c)}\ h^{3/2}, \qquad (3)$$

где S определяется отношением площади изношенной (затупленной) части твердосплавной вставки резца S_f и площади его контакта с породой S_c.

Входящие в уравнения (5) и (6) коэффициенты $R(\Phi_p)$ и $Q(\Phi_p)$, являются возрастающими функциями угла внутреннего трения породы и в области больших значений Φ_p, практически совпадают (рис. 5).

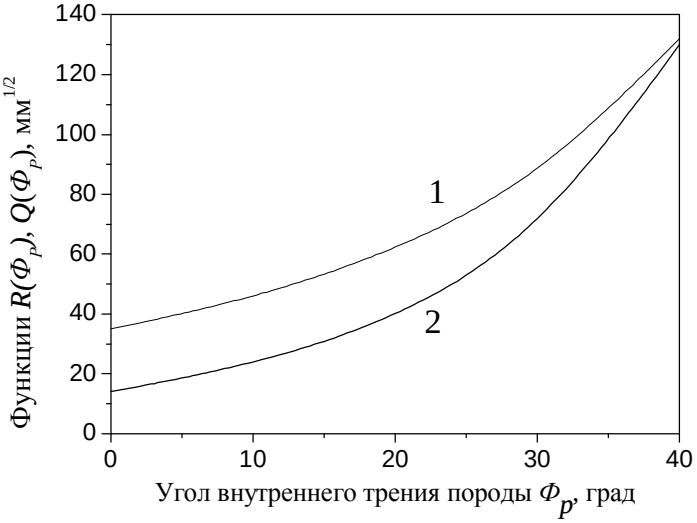


Рис. 5. Зависимость коэффициентов R (1) и Q (2) от величины угла Φ_p.

Используя полученные зависимости коэффициентов R и Q от угла внутреннего трения Φ_p, определим нормальные и тангенциальные составляющие максимальной результатирующей силы, нужной для резания породы – песчаника Теребовлянского месторождения.

Расчеты проведем для глубины резания h, изменяющейся от 2 до 4 мм. Согласно [3] принимаем, что сопротивление сдвигу песчаника равно 33 МПа, а угол его внутреннего трения и эффективный коэффициент трения θ, равны соответственно 14,0 и 10,5.

Результаты расчетов зависимости вертикальной составляющей силы резания P_Y и отношения P_Y/P_Z от шага L и глубины резания h для острого резца приведены на рисунках 6 и 7. На рис. 8 и 9 показано влияние длины площадки затупления твердосплавной вставки на указанные силовые параметры.

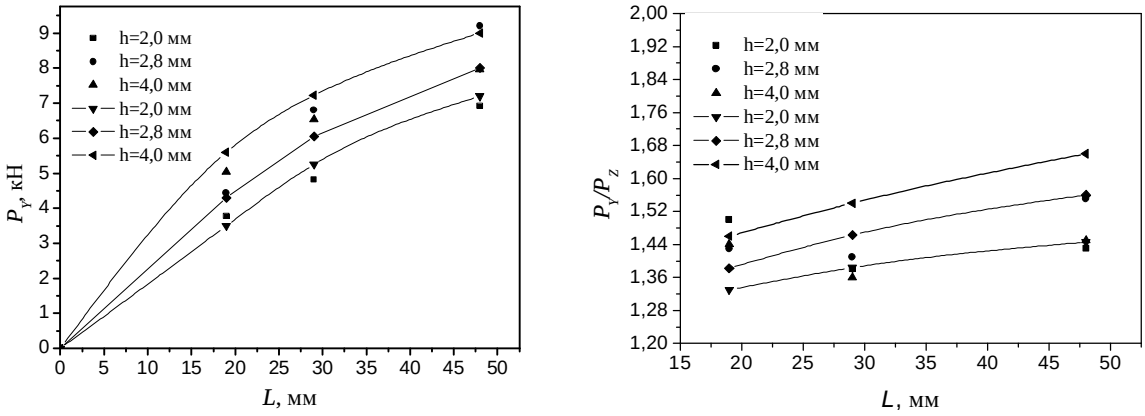


Рис. 6. Зависимость вертикальной составляющей силы резания P_Y и отношения P_Y/P_Z от величины шага резания L для различных значений глубины резания h.

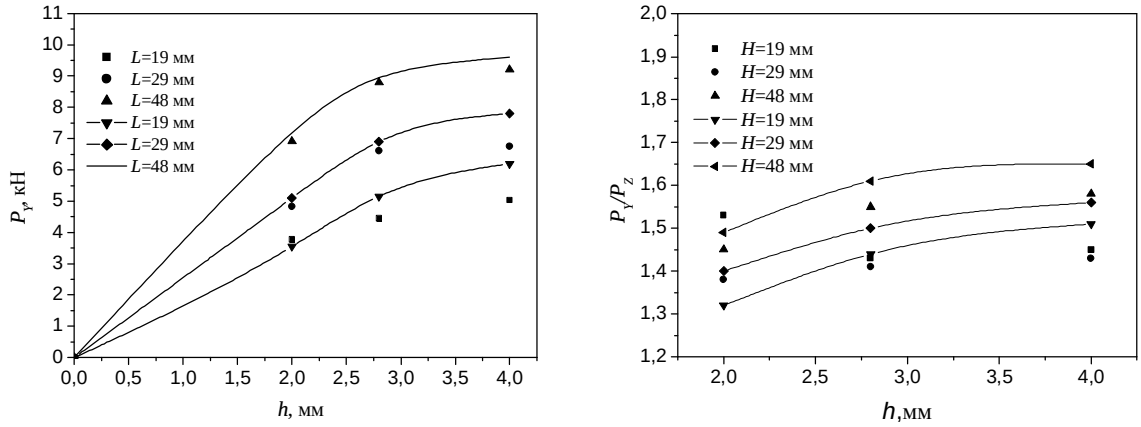


Рис. 7. Зависимость вертикальной составляющей силы резания P_Y и отношения P_Y/P_Z от h для различных значений шага резания L.

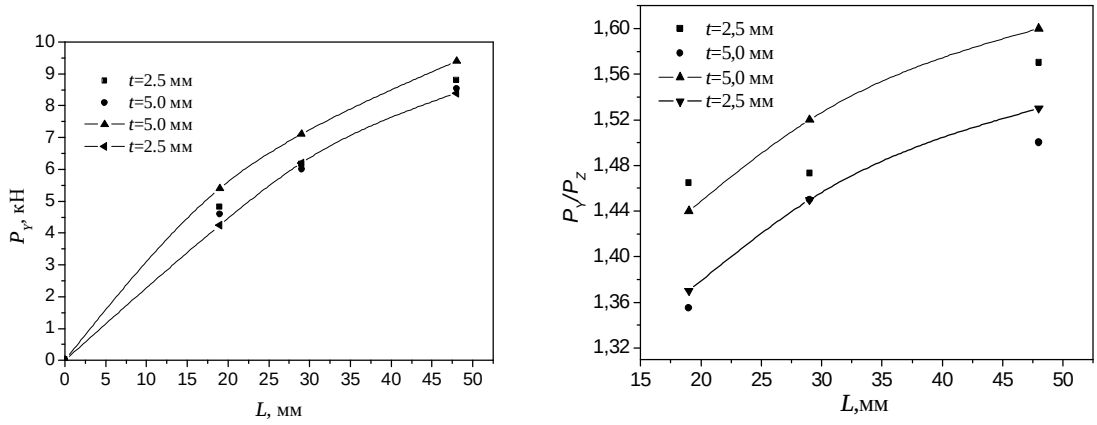


Рис. 8. Зависимость вертикальной составляющей силы резания P_Y и отношения P_Y/P_Z от L для резца с затуплением 2,5 и 5 мм и h=2,8 мм

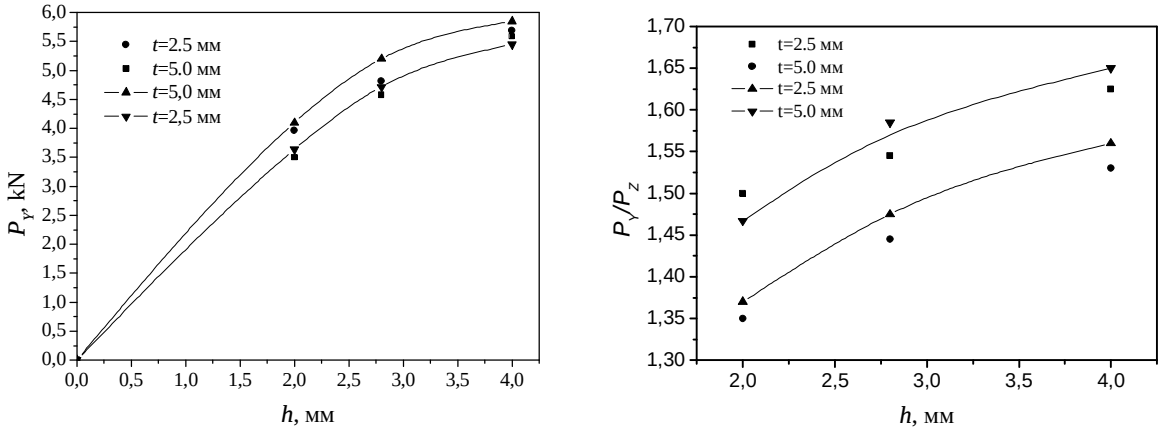


Рис. 9. Зависимость вертикальной составляющей силы резания P_Y и отношения P_Y/P_Z от глубины резания h для резца с затуплением 2,5 и 5 мм и шага резания L=19 мм.

На всех графиках сплошными линиями показаны расчетные данные, а символами – результаты экспериментальных исследований. Последние были проведены с помощью разработанного в ИСМ НАНУ трехкомпонентного динамометра, оснащенного высокоточной, (сертификационной по стандарту ISO 9000), измерительной системой фирмы WPS. Указанная система оснащена блоком аналогово-цифрового преобразователя типа Spider, что позволило с высокой степенью точности измерять составляющие силы резания для различных режимных параметров резания. Эксперименты проведены на лабораторном стенде, разработанном на базе токарно-карусельного станка с планшайбой диаметром 2,1 м. Это дало возможность моделировать процесс разрушения массива породы в условиях, в максимальной степени приближенных к эксплуатационными соответствующим работе исполнительных органов буровых установок американского производства.

Подзадача 2

Вторая из рассматриваемых нами подзадач направлена на установление корреляции между горизонтальной составляющей силы резания P_z, определенной на предыдущем шаге и боковой составляющей P_z. Фактически эта пара сил и предопределяет, главным образом, условия вращение резца при разрушении породы.

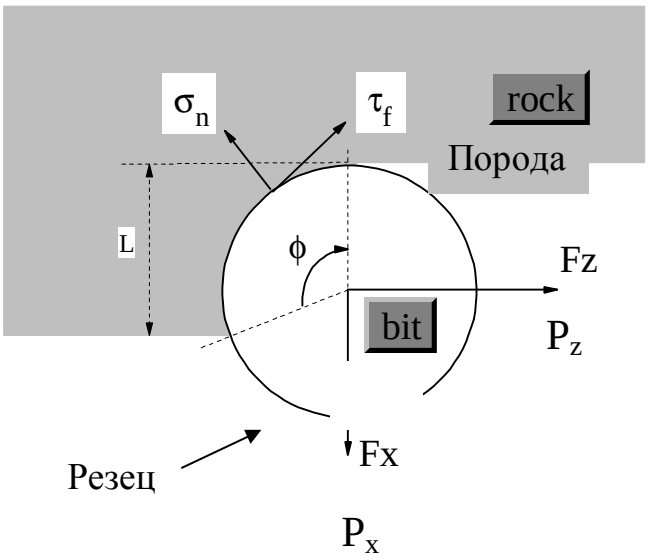


Рис. 10. Расчетная схема контактного взаимодействия резца с породой, спроектированная на плоскость xz.

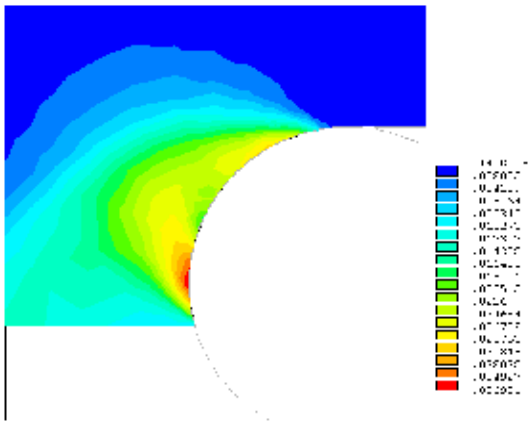
Расчетная схема задачи, описывающая процесс контактного взаимодействия инструмента с породой, показана на рис. 10 и включает в себя стальной корпус резца с твердосплавной вставкой и блок породы, размеры которого взяты достаточно большими, чтобы исключить влияние условий его закрепления по внешним граням на напряжения в зоне контакта с резцом.

В качестве граничных условий задавалось закрепление блока породы, перемещение (подача) инструмента, а также условие контакта резца с породой, отвечающее закону трения Кулона с коэффициентом трения k_f, изменящимся в диапазоне, охватывающем все его возможные значения.

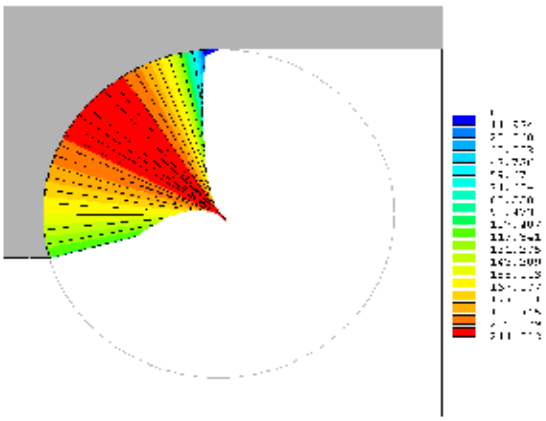
Предполагается также, что остаточные термические напряжения, возникающие в резце после пайки, значительно меньше по величине эксплуатационных напряжений и поэтому не оказывают существенного влияния на его усталостную прочность.

Согласно принятой геометрической модели, круглый жесткий резец внедряется в упругопластическую среду, параметры которой моделируют фактический материал породы. При этом поступательное перемещение резца определяется достижением деформации материала некоторого критического значения ε*, при котором происходит макроскол породы. Используя экспериментальные данные [1], выбираем ε*=0,035 как интенсивность суммарной деформации, которая отвечает усилию резания P_z = 150 кГ при глубине резания h = 2 мм.

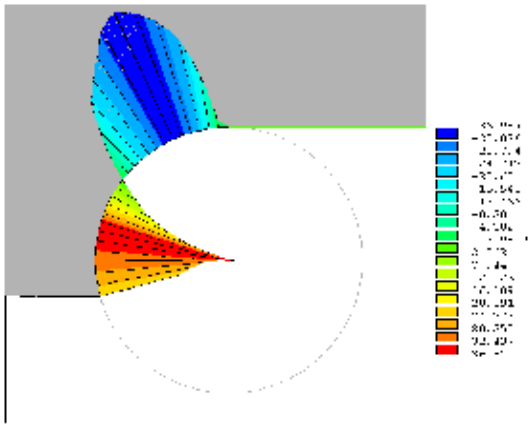
Сформулированная таким образом нелинейная контактная задача решалась методом конечных элементов. На рис. 11 приведены некоторые результаты решения задачи.



а



б



в

Рис. 11. Распределение интенсивности деформаций в горной породе (а) и изменение нормальных (б) и касательных (в) напряжений по поверхности контакта резца с породой.

В частности, на рис. 11, *а* показаны изолинии интенсивности деформаций породы, свидетельствующие, что для данной схемы нагружения разрушение породы начинается на

поверхности контакта в области, расположенной на расстоянии около 0,25 h от свободной поверхности. Кроме того, интенсивному деформированию подвержен участок породы в зоне, где максимального значения достигают как нормальные (рис. 11, *б*), так и касательные (рис. 11, *в*) напряжения. Отметим также наличие точки на поверхности контакта, расположенной приблизительно на расстоянии 2/3h от свободной поверхности, в которой касательные напряжения меняют свой знак. Такой характер распределения касательных напряжений подтверждает экспериментально установленный факт, что лишь часть касательных напряжений, действующих на цилиндрическую поверхность резца, способствует его вращению при резании породы.

Установлено, что форма и размер обломков, а также силы, действующие на резец, являются, по существу, случайными функциями времени (см., например, рис. 2); при моделировании мы имеем дело с некоторыми усредненными по времени (средний, пиковый и т.д) значениями. Суммарные силы P_Z и P_X, а также момент M_y, действующие на резец со стороны породы, определяются в этом случае интегрированием их локальных значений.

На рис. 12 показаны, декартовы компоненты суммарной нагрузки, полученные расчетным путем для h=2 мм и трех значений коэффициента трения. Как видно из рисунка, имеет место удовлетворительная корреляция между теорией и экспериментом, несмотря на определенные допущения, сделанные нами при постановке задачи.

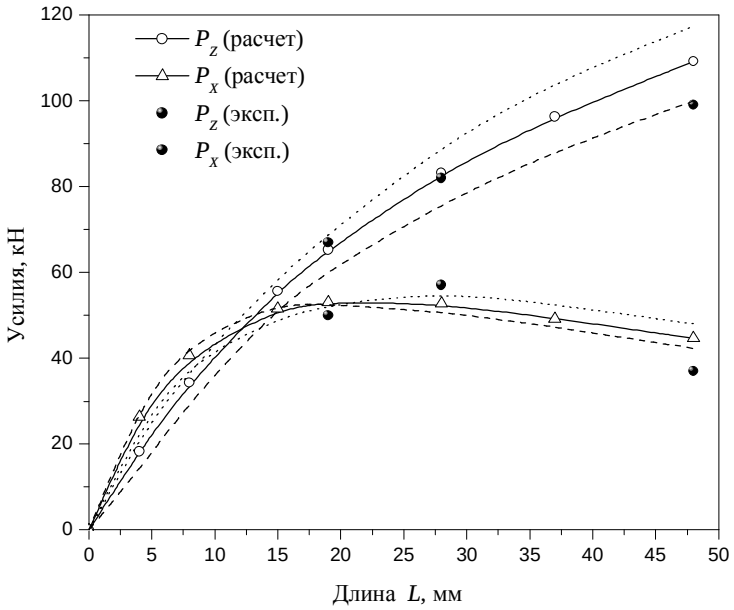


Рис. 12. Теоретические и экспериментальные зависимости суммарных усилий P_z и P_x от шага резания для различных значений коэффициента трения резца с горной породой k_f = 0,02 (штрих. линия); k_f = 0,2 (сплош. линия); k_f = 0,5 (пункт. линия).

Условие самовращения резца

Естественно предположить, что резец вращается при условии, что $M_y > M_T$, где вращающий момент определяется как

$$M_y = \int_L t_f \, dL = R_{bit} \int_f^{p/2} t_f \left(R_{bit}, f\right) df, \qquad (4)$$

где L – длина зоны контакта резец – порода;

R_{bit} – радиус резца;

s_n, t_f – нормальное и тангенциальное напряжения;

M_T – момент трения в адаптере, зависящий от формы контактирующих поверхностей деталей.

Разумно также предположить, что момент трения в адаптере пропорционален вертикально приложенной силе P_y

$$M_T = k_T P_y \tag{5}$$

Нормированные значения вращающего момента M_y как функции ширины резания даны на рис. 13 (для трех коэффициентов трения); нижняя кривая характеризует поведение момента M_T (коэффициент трения в адаптере взят равным 0,1). Тогда абсцисса точки пересечения дает максимальную ширину резания, при которой резец все еще способен вращаться.

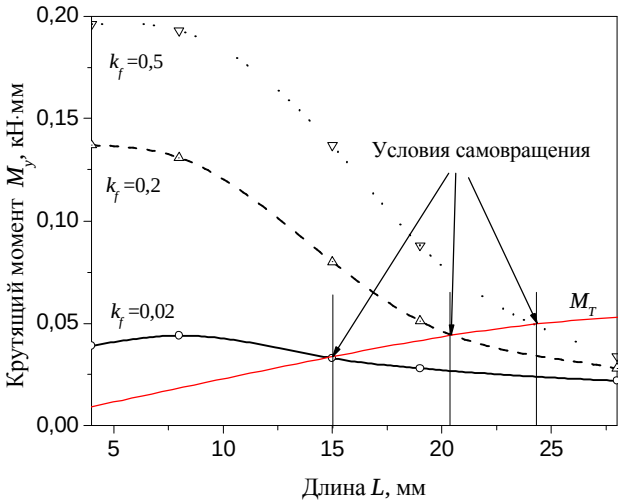


Рис. 13. Критерий самовращения резца.

Из рис. 13 видно, что предложенная модель позволяет достаточно достоверно предсказывать влияние входящих в нее параметров. Так, например, увеличение трения в адаптере, характеризуемое коэффициентом k_T, уменьшает максимальную допустимую ширину шага резания L; в то же самое время увеличение трения на границе порода – резец (которое нужно рассматривать по аналогии с другими проблемами механики горных пород как некоторое эффективное значение, включающее как обычное трение, так и вклад от разрушения породы) обеспечивает вращение резца при больших значениях L.

Литература

1. Каталог механических свойств горных пород при широкой вариации
2. видов напряженного состояния и скорости деформирования. – Л.: Всесоюзный НИИ горной геомеханики маркшейдеровского дела, 1976. –176 с.
3. Hoek E., Bieniawski Z. T. Brittle fracture propagation in rock under compression // International Journal of Fracture Mechaniks. – 1985, Vol. 1. – P. 137–155.
4. Altiero N. J., Sikarskie D. L. Fracture inition in elastic analysis brittie materials having nonlinear fracture envelopes // Int. J. Fracture. – 1975. –V 11. –P. 431– 440.
5. Моделирование контактного взаимодействия резцов, оснащенных АТП, с горной породой / И. А. Свешников, В. И. Кущ, С. И. Шестаков и др. // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения // Сб. науч. тр. – К.: ИСМ НАН Украины, 2005. – С. 69–72.
6. Писаренко Г. С., Лебедев А. А. Деформирование и прочность материалов при сложном напряженном состоянии. – К.: Наук. думка, 1976. – 415 с.

Поступила 05.07.07.

УДК 622.244

Ю. Д. Бессонов, канд. техн. наук[1]; **В. С. Слипенький**, инж[2].

[1]Национальный горный университет, г. Днепропетровск, Украина
[2]Казённое предприятие «Южукргеология», г. Днепропетровск, Украина

ОПЫТ ВРАЩАТЕЛЬНОГО БУРЕНИЯ СКВАЖИН С ПРИМЕНЕНИЕМ ГИДРОДИНАМИЧЕСКОГО УСИЛИТЕЛЯ ОСЕВОЙ НАГРУЗКИ

In work results of industrial check of working capacity and performance of application of the hydrodynamic amplifier of thrust load (the patent of Ukraine №200003266505) are resulted at boring. Mechanical speed at sinking of borehole in formations soft and a mean fortress is augmented in 1,45-1,7 times. The device steadily works at boring of a water supply well by depth of 150 m.

Особенностью технологии вращательного бурения скважин большого диаметра различными долотами является необходимость создания высоких осевых нагрузок [1]. Такие скважины сооружаются путём последовательного расширения пилот-скважины из-за технической сложности создания достаточной величины осевой нагрузки на долото. Многократное расширения пилот-скважины негативно сказывается на производительности бурения и стоимостных показателях. Аналогичная техническая проблема существует при бурении геотехнологических скважин при добыче метана из угленосных отложений Донбасса [2].

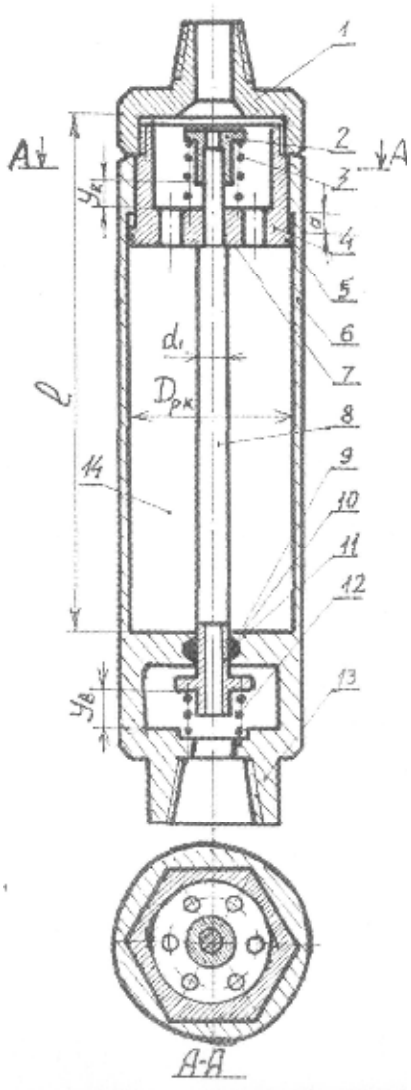


Рис. 1. Общий вид гидродинамического усилителя осевой нагрузки.

Таким образом, возникает технологическая необходимость в использовании специальных технических средств для создания дополнительной к весу бурового инструмента нагрузки на породоразрушающий инструмент.

Такую нагрузку можно получить путём применения специального поверхностного механизма подачи, путём включения в состав бурового снаряда забойного механизма подачи [3] или погружной машины ударного действия [4].

Однако использование специальных поверхностных механизмов подачи часто малоэффективно из-за распределённой по длине массы бурильных труб и их невысокой жесткости, а применение погружных ударников или забойных механизмов подачи требует переоборудования буровой установки.

Представляется целесообразным применение таких технических решений, которые не требуют переоборудования системы промывки буровой установки и относительно легко вписываются в существующую технологическую схему вращательного бурения скважин.

Наибольшие нагрузки буровая установка испытывает на конечных интервалах бурения скважин. На начальных интервалах, наоборот, имеет место определённый резерв энергетических возможностей. При этом резервные мощно-

сти имеют также промывочный насос буровой установки. Имеющиеся энергетические резервы промывочной системы можно использовать путём создания дополнительного перепада давления на специальном техническом устройстве, создающим дополнительную к весу бурового снаряда нагрузку на долото.

Для решения проблемы можно воспользоваться быстропротекающими во времени гидродинамическими процессами в системе промывки скважины. Изменение состояния давления и скорости жидкости при этом в бурильных трубах нельзя считать происходящими одновременно во всех сечениях, поэтому реактивная нагрузка при переходных процессах равномерно распределена по всему промывочному каналу.

В протяженных трубопроводах (к которым можно отнести полый бурильный вал) и при длительности переходного процесса, близкого к длительности фазы гидравлического удара, исследование переходных процессов в гидросистеме проводится на основе волновой теории [5].

Анализ волновых явлений в напорном трубопроводе показал, что за счёт прямого гидравлического удара можно получить дополнительную нагрузку 1500–2000 Н с каждого литра движущейся промывочной жидкости в зависимости от её плотности, а реализация явления многократных отражений гидроударной волны в неоднородном трубопроводе позволяет многократно его усилить. Задача создания устройства для непосредственного силового воздействия на долото решается следующим образом [6].

В отличие от конструктивной схемы гидроударника с клапанным распределением движения жидкости, корпус устройства имеет удлинённую тупиковую камеру увеличенного диаметра по сравнению с подводящим трубопроводом. Место соединения камеры с подводящим трубопроводом выполняет роль верхнего отражателя, а нижняя тупиковая отражающая поверхность камеры связана непосредственно с долотом. Общий вид гидродинамического усилителя осевой нагрузки (ГУОН-а) представлен на рис. 1.

Гидродинамический усилитель осевой нагрузки работает следующим образом. Устройство опускают в скважину на бурильных трубах, присоединяются к верхнему переводнику *1*. К нижнему переходнику *13* предварительно навинчивается долото. Не доводя долото до забоя на 0,5 м, подают в скважину через бурильные трубы промывочную жидкость. При этом в устройстве, благодаря наличию шпиндельного шлицевого соединения *4* с корпусом *6*, клапан *8* под действием пружины *3* приподнимается вверх относительно корпуса *6* на величину <a> свободного хода шлицевой втулки. Между нижним торцом клапана *8* и клапанной втулкой *11* образуется щель, через которую протекает промывочная жидкость к забою скважины.

При постановке долота на забой шпиндельное шлицевое соединение *4* перемещается вниз относительно корпуса *6* вместе с клапаном *8*, который нижним торцом перекрывает отверстие во втулке *11*. В рабочей камере *14* у её нижнего торца создаётся гидравлический удар, который в виде прямой волны перемещается со скоростью звука по промывочной жидкости вверх до встречи с неоднородным по сечению местом соединения с бурильными трубами. В этот момент гидродинамическая волна начинает действовать на клапан *8*, перемещая его вместе с клапанной втулкой *11* вниз. Отраженная от поверхности *7*, обратная волна увеличивает амплитуду прямой волны в рабочей камере *14*. Такие процессы отражений и последовательно перемещающейся по рабочей камере волны могут повторяться несколько раз, пока клапан 8 не остановится. Количество отражений упругой волны определяется длиной рабочей камеры <*l*> и продолжительностью рабочего хода распределительного устройства, а величина амплитуды– коэффициентом соединения <*d*> и волновым сопротивлением промывочной жидкости. Этот процесс продолжается до тех пор, пока система «клапан−клапанная втулка» не распадётся при остановке клапана *8*. Клапан остановится при контакте ограничительной втулки *2* с корпусом шпинделя шлицевого соединения *4*. Между клапаном и клапанной втулкой *11* образуется зазор, в который устремляется промывочная жидкость. Давление в рабочей камере резко снижается. Клапан под действием пружины *3* движется вверх до своего исходного положения. Клапанная втулка *11* по инерции, сжимая пружину *12*, движется вниз до полной остановки. Затем,

клапанная втулка *11* под действием пружины *12* перемещается вверх до контакта с нижним торцом клапана. Отверстие в клапанной втулке снова перекрывается, происходит новый гидравлический удар и колебательный цикл повторяется. Давление в рабочей камере периодически изменяется. Для снижения утечек промывочной жидкости в устройстве предусмотрены манжетные уплотнения *5* и *10*.

Гидродинамическая нагрузка, которая создаётся за счёт действия гидравлического удара и его множественных отражений передаётся через ограничительную поверхность *9* корпуса *6*, нижний переходник *13* и долото на забой скважины.

Проектирование и создание гидродинамического усилителя осевой нагрузки базировалось на аналитических исследованиях ранее выполненных на кафедре техники разведки МПИ Национального горного университета [7, 8, 9]. Там же проведены стендовые испытания ГУОН-а, одной из задач которых, была предварительная оценка производительности вращательного бурения с включением его в состав бурового снаряда.

Сравнительные испытания проводились на специальном стенде, оснащённом буровым станком ЗИФ 650 МЭ с плавнорегулируемом приводом, насосной установкой НБ 5. В качестве породоразрушающего инструмента использовалось трёхшарошкчное долото типа М диаметром 93 мм. Горную породу II категории по буримости имитировал песчано-гравийный блок высотой 600мм ($\sigma_{сж}$= 18−20 МПа). Дополнительная к весу шпинделя динамическая нагрузка составляла 5 − 6 кН.

Средняя механическая скорость вращательного бурения по пяти скважинам блока составила 18,1 м/ч, а средняя механическая скорость по семи скважинам блока с включением в состав бурового снаряда ГУОН-а−28,2 м/ч, т.е. увеличилась в 1,55 раза [10].

Производственные испытания гидродинамического усилителя осевой нагрузки проведены в условиях Самарской ГРЭ КП «Южукргеология».

Целью испытаний было установление работоспособности ГУОН`а при вращательном бурении и получение данных о росте технико-экономических показателей за счёт его применения.

Геологический разрез разведочно-эксплуатационной скважины сложен, в основном, породами II−V категорий по буримости. Литологические разновидности горных пород: суглинки II−III кат., глины− III кат., пески разнозернистые II кат., прослойки мергеля V категории по буримости.

Скважина бурилась сначала с отбором керна кольцевой коронкой типа СМ диаметром 112мм с последующим расширением под эксплуатационную колонну (диаметр колонны 168мм) до проектного диаметра трёхшарошечным долотом В-244,5МГ. Расширение скважины под фильтровую колонну осуществлялось долотом В-151МГ.

Буровая установка типа УРБ-3АМ с насосом НБ-32. Промывочная жидкость - малоглинистый раствор с нормальными параметрами. Параметры технологического режима бурения были одинаковыми для традиционного снаряда и с включением в компоновку ГУОНа. Статическая нагрузка создавалась весом бурового снаряда (штанги диаметром 73 мм). При проведении производственных испытаний была пробурена вращательным способом разведочно - эксплуатационная скважина глубиной 153 м 46-ю рейсами, из которых 28 рейсов с ГУОНом и 18 рейсов с обычной компоновкой бурового снаряда. Дополнительная динамическая нагрузка от действия ГУОНа при расходе жидкости 120−150 л/мин составляла 5−6 кН, а при увеличении расхода до 240−300 л/мин - до 12−15 кН. Обобщённые результаты промышленных испытаний приведены в табл. 1.

Основные выводы комиссии:

конструкция гидродинамического усилителя осевой нагрузки работоспособна и может применяться для бурения скважин;

применение ГУОНа позволяет увеличить механическую скорость

бурения в среднем в 1,7 раза;

увеличение расхода промывочной жидкости приводит к повышению производительности бурения.

Таблица1. **Обобщённые результаты промышленных испытаний ГУОН'а**

Наименов горной породы	Кат. по бур.	Пробурено м, *обычным* / *сГУОН*	Время мин. *обычн* / *сГУОН*	Технологический режим бурения осев. число расх. нагр, оборот жидк. кН в мин. л/мин			Коэфф. роста механеск. скорости бурения, разы. ($\frac{сГУОН}{обычн.}$)
Суглинок	II-III	5,6 / 2,6	73/25	2−3	110	120−150	1,36 (6,2/4,6)
Песок	II	11,6 / 8,9	102/54	7−9	−	−	1,45 (9,9/6,8)
Глина	III	17,4 /14,3	200/203	4−6	−	−	1,38 (7,2/5,2)
Глина	IV	7,1 / 16,7	265/226	9−12	−	−	1,71 (4,4 / 2,5)
Мергель	V	5,5 / 19,2	161/363	12−13	190	240-300	1,55 (3,17/2,1)
Песок (под фильтр)	II	6,8 /27,9	49/149	5−6	110	120	1,35 (11,2 /8,3)
РАЗБУРКА СКВАЖИНЫ							
Песок Суглинок	II	21 /52	124/202	5	110	120	1,52 (15,5/10,2)
Глина Мергель	III	2,6 / 57	17/216	5	110	120	1,74 (15,8/9,6)
Песок (под фильтр)	II	12 /22,7	78/87	5	110	220−150	1,77 (15,6/9,2)

Углублённый анализ результатов производственных испытаний ГУОНа, приведенных в табл. 1, позволяет отметить следующее.

Несмотря на то, что разведочно-эксплуатационная скважина проходилась в два этапа (сначала пилот-скважина, затем её разбурка долотом до проектного диаметра) имел место существенный рост механической скорости на всех интервалах глубин в породах осадочного комплекса II−V категорий по буримости в 1,35−1,75 раза. В мягких породах: песках, суглинках и глинах II−III категорий по буримости рост производительности не превышал 35−45 % из-за несовершенной очистки забоя скважины и относительно небольшой величине осевой нагрузки.

При бурении пород средней категории по буримости (плотные глины и мергели) на глубинах 100 м и более общая величина осевой нагрузки от веса бурильных труб и гидродинамики ГУОНа приближалась к оптимальной и, как следствие, производительность бурения возрастала в 1,7 раза. Таким образом, применение гидродинамического усилителя осевой нагрузки без какой-либо существенной реконструкции промывочной системы буровой установки приводит к существенному росту производительности при вращательном способе бурения скважин.

Литература.

1. Справочник по бурению скважин на воду / Д. Н. Башкатов, С. С. Сулакшин, С. Л. Дрихлис, Г. П. Квашнин. − М.: Недра, 1979.
2. Угнивенко В. В. Систематизация устройств для создания дополнительной динамической нагрузки на забой при бурении скважин / Сб. Наукові праці ДонДТУ.−Вип. 24. Донецьк, ДонДТУ, 2001.
3. Вельгемут Э. А. Устройства подачи долота для бурения нефтяных и газовых скважин. М.: Недра, 1969.
4. Граф Л. Э. Киселёв А. Т. Техника и технология ударно-вращательного бурения гидроударниками. М.: Недра, 1967.
5. Тарко Л. М. Волновые процессы в трубопроводах гидромеханизмов. М.: Машгиз, 1963.
6. Патент України №200003266505. Гідродинамічний вібробур. /О. М. Давиденко, В.С. Сліпенький, Ю. Д.Безсонов, В. Ф. Сірик− опубл. 15.03.01. Бюл. № 3.
7. Сліпенький В. С. Методика расчёта гидродинамического ударника //Сб. научн. тр./ НГА Украины.-1999.− № 1, т. 4.−С. 119−127.
8. Сліпенький В. С. Визначення енергетичних характеристик гідродинамічного вібробура // Нафтова і газова прмисловість.− 2002.− № 6. − С. 22− 25.
9. Безсонов Ю. Д., Сірик В. Ф., Слипенький В. С. Принципи пректування гідравличного вібратора // Зб. Гірнича електромеханіка та автоматика. № 68.- 2002.
10. Бессонов Ю. Д., Слипенький В. С. Результаты опытного бурения с примненением гидродинамического усилителя осевой нагрузки в стендовых условиях. //Науковий вісник НГУ −2005, № 12. С. 73− 76.

Поступила 10.07.07.

УДК 622.244.053

А.А. Кожевников докт. техн. наук;**А. А. Кононенко,** асп**.**

Национальный горный университет, г. Днепропетровск, Украина

О РАЦИОНАЛЬНОЙ КОМПОНОВКЕ БУРИЛЬНОЙ КОЛОННЫ ДЛЯ БУРЕНИЯ СКВАЖИН ДИАМЕТРОМ 76 ММ

In article the opportunity application of bore pipes in diameter of 63,5 mm for drilling holes 76 mm in diameter is proved.

Разведочное бурение, в основном, ведется вращательным способом с приводом породоразрушающего инструмента вращающейся колонной труб. Повышение производительности при таком способе бурения связывается с возможностями перехода на более высокие осевые нагрузки и частоты вращения. Поэтому наиболее важным звеном в системе станок – забой является бурильная колонна, от возможностей которой зависит и производительность буровых работ.

Для обеспечения бурения на высоких частотах без вибрации бурильной колонны при сохранении прочности и работоспособности элементов колонны (труб и соединений) в

течение длительного времени, а также для бурения скважины при наименьших затратах энергии следует выполнять следующие взаимосвязанные между собой требования:

зазор колонна – скважина минимально возможный (т. е. отношение диаметра бурильной колонны к диаметру скважины должно быть в пределах 0,88–0,93);

геометрическая точность колонны (главным образом прямо линейность труб и соосность соединений) максимально возможная [2].

Бурильная колонна представляет собой вертикальный пустотелый вал с очень большим отношением длины к диаметру. Основное отличие бурильной колонны от других конструкций заключается в том, что при значительном отношении длины к диаметру колонна в результате потери устойчивости работает в скважине в условиях отсутствия прямолинейной формы равновесия. Исследованиям устойчивости бурильных колонн посвящены многие работы, в которых получены величины критических нагрузок и деформаций колонны для разных случаев нагружения.

Работа бурильной колонны зависит от многообразия и сложности действующих нагрузок, качественная и количественная оценки которых требуют разносторонних теоретических и экспериментальных исследований. Некоторые из нагрузок, передающихся колонне, такие, как статические, а также переменные, связанные с вращением колонны, изучены достаточно полно, другие, как, например, напряжения, связанные с колебаниями колонн, изучены недостаточно. Многообразие переменных и динамических нагрузок, особенно в призабойной зоне, во многих случаях приводит к неопределенности в оценке действующих нагрузок, что затрудняет выбор режимных параметров для разрушения горных пород.

Следует отметить, что для бурения геологоразведочных скважин диаметром 76 мм широко используется бурильная колонна из труб диаметром 50 мм как в растянутой, так и в сжатой части. Отказ от применения в сжатой части УБТ диаметром 73 мм объясняется рядом таких причин:

сложность проведения спуско-подъемных операций и монтажно-демонтажных работ;

высокая стоимость труб данного типа.

Целью данной статьи является обоснование возможности использования в сжатой части бурильной колонны при бурении геологоразведочных скважин диаметром 76 мм стальных бурильных труб диаметром 63,5 мм. Таким образом предлагается конструкция бурильной колонны, в которой растянутая часть будет выполнена из стандартных бурильных труб СБТ-50, а сжатая–из труб СБТ-63,5, но с муфтово-замковым соединением МЗ-50.

Использование стандартных бурильных труб диаметром 50 мм в сжатой части бурильной колонны для передачи нагрузки на забой скважины с одной стороны облегчает процесс спуско-подъемных операций с бурильной колонной, а с другой– ухудшает такие характеристики бурильной колонны, как жесткость, длина полуволны и т.п.

Таким образом, есть необходимость применения в сжатой части бурильной колонны труб с улучшеными характеристиками. Наиболее подходящим вариантом является использование СБТ диаметром 63,5 мм.

Для расчета труб приняты следующие исходные данные:

глубина скважины – 1000 м;

осевая нагрузка – 15000 Н;

частота вращения–500 об/мин.

Для сравнения СБТ-50 и СБТ-63,5 рассчитывались следующие параметры [1; 3]:

Площадь поперечного сечения труб:

$$F = \frac{p\,(d_н^2 - d_{вн}^2)}{4},$$

где $d_н$ – наружный диаметр бурильных труб;

$d_{вн}$ – внутренний диаметр бурильных труб.

осевой момент сопротивления изгибу

$$W_u = \frac{p(d_n^3 - d_{вн}^3)}{32},$$

где d – толщина стенки бурильной трубы.

полярный момент сопротивления при кручении

$$W_p = \frac{p(d_n^3 - d_{вн}^3)}{16},$$

Осевой момент инерции

$$I = \frac{p(d_n^4 - d_{вн}^4)}{64},$$

Напряжение сжатия в нижнем сечении

$$s_{сж} = \frac{Q_{сж}}{F},$$

где $Q_{сж}$ – сжимающая нагрузка в нижнем сечении;

Напряжение растяжения в верхнем сечении

$$s_р = \frac{Q_р}{F},$$

где $Q_р$ – растягивающая нагрузка в верхнем сечении колонны.

Напряжение при изгибе

$$s_{из} = \frac{1000fd_н}{L^2},$$

Касательное напряжение в сжатой части колонны

$$t = \frac{M}{W_r},$$

где M – момент вращения бурового инструмента;

W_r –полярный момент сопротивления площади поперечного сечения.

Длина полуволны определяется из выражения

$$L = \frac{p}{w}\sqrt{-0{,}5gz + \sqrt{0{,}25(gz)^2} + \frac{EIgw^2}{q}},$$

где w – угловая частота вращения колонны;

q – вес 1 метра бурильной колонны;

z– длина сжатой части колонны;

g – ускорение свободного падения.

Наибольшая стрела прогиба труб

$$f = \frac{D - d_н}{2},$$

где D – диаметр скважины.

Результаты расчета приведены в таблице.

Выводы

1 Полученные результаты свидетельствуют о том, что использование труб СБТ-63,5 в сжатой части бурильной колонны по сравнению с трубами СБТ-50 имеет следующие преимущества:

большая площадь поперечного сечения трубы;

большие осевой момент сопротивления изгибу и осевой момент инерции;

больший вес 1 м трубы;

меньшие напряжения сжатия, изгиба и касательные;

меньшая стрела прогиба и большая длина полуволны.

2 Следовательно, бурильная колонна будет работать в менее нагруженном состоянии, т.е. с большим коэффициентом запаса прочности.

3 Такая компоновка бурильной колонны позволит улучшить передачу осевой нагрузки, уменьшить искривление скважины, повысить механическую скорость бурения и производительность буровых работ, а также снизить их себестоимость.

Сравнительная характеристика труб СБТ-50 и СБТ-63,5

Показатель	СБТ-50	СБТ-63,5
Наружный диаметр $d_н$, мм	50,0	63,5
Внутренний диаметр $d_{вн}$, мм	39,0	51,5
Толщина стенки δ, мм	5,5	6,0
Площадь сечения $F \cdot 10^{-6}$, м^2	768,90	1083,85
Вес 1метра трубы q, Н	60,4	85,1
Осевой момент инерции $I \cdot 10^{-12}$, м^4	193235,39	452811,98
Осевой момент сопротивления изгибу $W_u \cdot 10^{-9}$, м^3	7729,42	14261,79
Полярный момент сопротивления при кручении $W_p \cdot 10^{-9}$, м^3	15458,84	28523,58
L, м	6,6	8,1
$\sigma_{сж}$, МПа	193,0	122,0
$\sigma_р$, МПа	711,0	769,0
$\sigma_{из}$, МПа	14,92	6,05
τ, МПа	63,0	34,0

Литература

1. Султанов Б. З. Забойные буровые машины и инструмент. – М. Недра, 1976. – 210 с.
2. Саркисов Г. М. Расчеты бурильных и обсадных колонн. – М. Недра, 1971. – 193 с.
3. Технология и техника разведочного бурения / Под ред. Шамшева Ф. А., Тараканова С. Н. – М. Недра, 1983.–565 с.

Поступила 17.07.07.

УДК 622.24.051

А. О. Казьмин, **М. В.Супрун**, инженеры

Институт сверхтвердых материаловим. В. Н. Бакуля НАН Украины, г.Киев, Украина

К РАСЧЕТУ ПРОМЫВКИ ДОЛОТ РЕЖУЩЕ-ИСТИРАЮЩЕГО ТИПА

The paper subscribes the correlation between a temperature of the cutter and a drilling fluid velocity. The correlation contains some heat-and-physical features of the fluid and constructive variables of a cutters. This allows to use it in more precision calculations with wash systems of new drills.

При проектировании бурового долота стремятся получить оптимальную конструкцию, обеспечивающую высокую скорость проходки и равномерный износ вооружения. Создание равноизносостойкого инструмента – фундаментальная задача в бурении. При этом изучению и решению подлежит целый комплекс вопросов: исследование конструкции, профиля, свойств породоразрушающего вооружения и промывочной системы долота.

Как правило, при выполнении инженерных расчетов по промывке буровых долот пользуются простой формулой

$$Q = \frac{V}{S}, \qquad (1)$$

где V – скорость движения промывочной жидкости в критическом сечении, м/с;

Q – расход жидкости, л/с;

S – площадь сечения, м^2.

Использование формулы базируется на следующих утверждениях. Из практики известно, что для обеспечения удовлетворительной промывки забоя скважины (выноса шлама на поверхность) оптимальный расход жидкости находится в діапазонах, указанных в таблице.

Таблица. **Расход промывочной жидкости**.

Диаметр долота (D), мм	Расход жидкости (Q), л/мин
139,7	10–15
152,0	15–20
163,5	20–25
215,0	20–30
292,3	30–40

При этом, согласно экспериментальным данным и результатам промышленного бурения скважин, в долотах со стальным корпусом при скорости жидкости более 20–25 м/с (в зависимости от свойств применяемого раствора и разбуриваемой породы) наблюдается гидроразмыв материала корпуса (рис. 1).

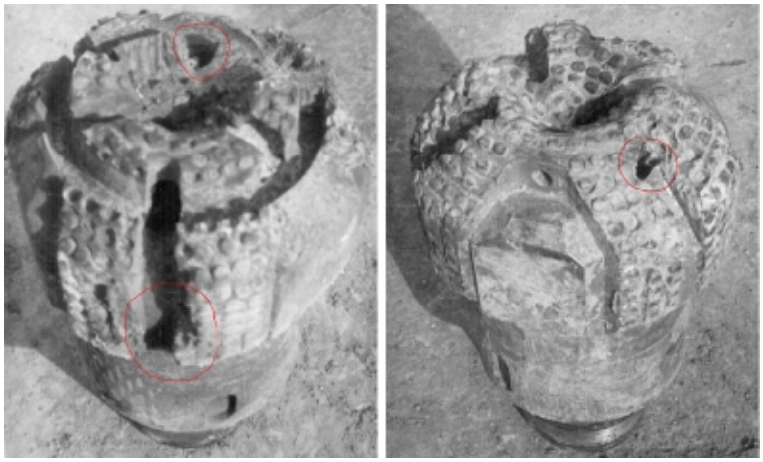


Рис.1. Гидроразмыв корпуса при больших скоростях движения жидкости.

При таком подходе практически не учитываются вопросы влияния промывки и охлаждения на износостойкость вооружения долота. Согласно исследованиям [1], основной причиной износа алмазов в импрегнированных долотах и коронках является графитизация алмаза вследствие действия высоких контактных температур, возникающих в процессе бурения. Эти данные подтверждаются Н. В. Цыпиным [2]. Информацию о высоких контактных тем-

пературах, возникающих при бурении славутичем, можно найти в работах В. Ф. Кошовского [3], откуда, согласно экспериментальным данным, температура в зоне контакта достигает 1500 °С, что значительно превышает температуру начала графитизации алмаза. Э. Н. Алчиным и Н. Ф. Кагармановым [4] была предложена формула для расчета профиля корпуса, обеспечивающего оптимальный теплообмен работающего долота с учетом возможности возникновения температур приводящих к графитизации алмаза

$$y = \pm\frac{1}{B}\sqrt{R^{3,6}\left(\frac{1+2p\mathrm{Rnk}_1}{1+2p\mathrm{Rnk}_2}\right)^2 - B^2}\,dR + C, \qquad (2)$$

где R – радиус долота (координата x профиля);

n – скорость вращения, об/мин;

k_1, k_2 – экспериментальные составляющие коэффициента трения;

B – функция, зависящая от теплофизических свойств промывочной жидкости;

C – постоянная интегрирования, определяемая из граничных условий.

Однако при этом большинство исследователей не рассматривают факторы, влияющие на гидромониторное состояние долота, полагая, что обеспечиваются идеальная промывка и охлаждение забоя.

Целью данной статьи является вывод формулы, пригодной для выполнения инженерных расчетов по промывке при проектировании долот типа ИСМ. Соотношение должно учитывать параметры промывочного раствора, конструктивные особенности вооружения и содержать некоторый оптимальный показатель (критерий) качества промывки. Поскольку одним из основных факторов, влияющих на износ, является перегрев вставок [1–3], в качестве такого критерия принята температура рабочего элемента.

Рассмотрим единичную вставку из материала славутич работающего на забое долота.

Поверхность вставки омывается буровым раствором. Рассмотрим некоторые параметры характеризующие теплообменные процессы в данной системе.

Коэффициент теплообмена в общем случае можно выразить, как

$$a = \frac{Nu \cdot l}{h}, \qquad (3)$$

где a – коэффициент теплообмена (теплоотдачи) на границе жидкость – твердое тело;

Nu – число Нуссельта;

l – коэффициент теплопроводности жидкости;

h – характерный размер (в данном случае – высота выступания вставок).

Теплообмен в рассматриваемой системе будет определяться влиянием вынужденной конвекции. Режим движения жидкости можно считать турбулентным. Согласно [5], число Нуссельта при обтекании цилиндра направленным потоком жидкости удовлетворительно аппроксимируется соотношением

$$Nu = C\,\mathrm{Re}^m\,\mathrm{Pr}^n, \qquad (4)$$

где C, m, n – экспериментальные коэффициенты (можно определить по таблицам, приведенным в [5]);

Re – число Рейнольдса;

Pr – число Прандтля.

Подставив соотношение (4) в формулу (3), получим

$$a = \frac{C\,l\,\mathrm{Re}^m\,\mathrm{Pr}^n}{h}. \qquad (5)$$

Подставляя соотношения, описывающие числа Рейнольдса и Прандтля, получим

$$a = \frac{Cl}{h}\left(\frac{V_R hg}{m}\right)^m \left(\frac{mc_p}{l}\right)^n, \tag{6}$$

приведя к степенному виду

$$a = V_R^m h^{m-1} A(m,n,C), \tag{7}$$

где $A(m,n,C) = l^{1-n} C m^{n-m} c_p^n g^m$;

V_R – скорость течения жидкости между режущими элементами, м/с;

g – удельный вес промывочной жидкости;

m – динамическая вязкость, $H \cdot c / ì^2$;

c_p – удельная теплоемкость, $\frac{Дж}{кг \cdot °C}$.

Уравнение теплообмена в присутствии потока охлаждающей жидкости [6] имеет вид

$$\vec{q} \cdot \vec{n} = a\left(T_m - T_{ж}\right). \tag{8}$$

Соответственно перепад температур между работающей вставкой и охлаждающей жидкостью можно выразить как

$$\Delta T = \frac{q_0}{aF}, \tag{9}$$

где ΔT – разность температур охлаждаемого тела и потока жидкости;

q_0 – количество тепла «отбираемого» промывочной жидкостью у «работающих» вставок, Вт;

F – поверхность теплообмена.

При этом имеет смысл за температуру охлаждающей жидкости принимать температуру близкую к точке кипения промывочного раствора.

Согласно исследованиям [7], тепловой поток, образующийся при работе единичной вставки славутича, описывается соотношением

$$q = \frac{6k_1 k \cdot Pu \cdot V_p}{100pd^2 N}, \tag{10}$$

где k_1 – коэффициент учитывающий долю тепла поступающего в корпус долота. Согласно расчетам авторов, приведенным в других работах, $k_1 \cong 0{,}78$;

k – коэффициент трения (резания);

P – нагрузка;

u – линейная скорость;

V_p – объемная доля содержания алмазов во вставке;

d – средний диаметр алмазного зерна;

N – количество зерен, одновременно вступающих в контакт.

Параметр N, как и средний диаметр зерна, зависит от технологических особенностей материала вставки. Он определяется маркой порошка и относительной концентрацией содержания алмазов.

Величина q_0,согласно формуле (9), исчисляется в Вт, размерность q –из формулы (10) – Вт/м^2. Рассмотрим некоторое значение теплового потока $[q`_0] = Вт/м^2$, представляющее собой количество тепла отнесенное к площади поверхности. При обеспечении идеальной промывки должно выполняться тождество

$$q = q`_0.$$

Тогда с учетом формулы (7) температуру вставки можно определить как

$$\Delta T = \frac{q_0}{aF} = \frac{q_0`}{a} = \frac{q}{a};$$

$$T(V_R) = \frac{qh^{1-m}}{V_R^m A(m,n,C)} + T_{ж}. \quad (11)$$

Используя выражением (10), можно учесть состав режущего элемента и параметры режима бурения. В результате формула примет вид

$$T = \frac{6k_1 k \cdot Pu \cdot V_p}{100pd^2 N} \cdot \frac{h^{1-m}}{V_R^m A(m,n,C)} + T_{ж}. \quad (12)$$

Теперь следует перейти от единичной вставки к долоту в целом. Обратимся к понятию «коэффициент оснащенности». Согласно [8] коэффициентом оснащенности долота называется соотношение площади породоразрушающего вооружения к площади поверхности долота

$$K_{осн\ j} = \frac{\Sigma S_{ij}}{S_j}, \quad (13)$$

где $K_{осн\ j}$ – коэффициент резания j-й линии резания;

S_{ij}, S_j – соответственно площади породоразрушающего оснащения, попадающего в линию резания, и общая площадь самой линии резания.

Проанализировав вывод формулы (10), приведенный в [7], можно утверждать, что количество тепла q_j, выделяющееся при работе j-й линии резания, будет при прочих равных условиях однозначно определяться количеством зерен в линии резания. Воспользовавшись таким подходом, рассмотрим поверхность единичной вставки. На поверхности вставки с относительной объемной концентрацией K = 100 % и зернистостью алмазов 700/600 выступает в среднем N = 20 зерен [7]. Если рассмотреть полоску единичной ширины, проходящую по линии диаметра вставки, в нее соответственно попадает N_{ij} зерен

$$\mathrm{N_{ij}} = \frac{\mathrm{S_{ij}N}}{\mathrm{S_{вст}}},$$

где S_{ij} – площадь поверхности одной вставки, попадающая в линию резания;

$S_{вст}$ – полная площадь рабочей поверхности вставки.

Тогда на линии резания единичной толщины ΔR будет расположено в среднем N_j зерен

$$\mathrm{N_j} = \mathrm{N_{ij}} \frac{\mathrm{S_j}}{\mathrm{S_{ij}}} \cdot \mathrm{K_{осн\ j}};$$

$$\mathrm{N_j} = \frac{\mathrm{NS_j}}{\mathrm{S_{вст}}} \mathrm{K_{осн\ j}};$$

$$\mathrm{N_j} = \frac{2\mathrm{R_j}\Delta\mathrm{R} \cdot \mathrm{N}}{\mathrm{r}^2} \mathrm{K_{осн\ j}}, \quad (14)$$

где R_j – радиус j-й линии резания;

ΔR – ширина линии резания;

r – радиус вставки;

$\mathrm{K_{осн\ j}}$ – коэффициент оснащенности линии резания.

В результате подстановки полученного соотношения в формулу (10) и соответствующих преобразований имеем

$$T(V_R) = \frac{3k_1 k \cdot Pu \cdot V_p r^2}{100pd^2 R_j \Delta R \cdot N \cdot K_{осн\ j}} \cdot \frac{h^{1-m}}{V_R^m A(m,n,C)} + T_ж . \qquad (15)$$

Вывод

Выведенная формула представляет собой зависимость температуры нагрева вставки славутича от теплофизических свойств промывочной жидкости и параметров режима промывки – скорости движения жидкости. Также учитываются характеристики самой вставки. Варьируя те или иные параметры, можно оказывать влияние на конечную температуру. Получен критерий, позволяющий приблизительно оценить качество промывочной системы долота в зависимости от режима промывки, параметров нагрузки и конструктивных особенностей вооружения. Зная критические для данного типа породоразрушающих элементов температуры, можно закладывать их в расчет оптимальной системы промывки долота, рассматривая последовательный набор сечений поверхности, а также выдвигать обоснованные рекомендации к режимам промывки при бурении скважины спроектированным долотом.

Литература

1. Л. А. Алексеев, М. Я. Беркович. Взаимосвязь параметров режима бурения и температуры рабочей поверхности долот режущего типа и коронок // Науч. техн. сб. «Бурение». – 1966. – № 6.
2. Цыпин Н. В. Износостойкость композиционных алмазосодержащих материалов для алмазного бурения – К.: – Наук. Думка, 1983.
3. В. Ф. Кошовский, А. А. Лещук. Тепловой режим работы породоразрушающего инструмента//Сверхтвердые и тугоплавкие материалы – К.– 1985.
4. Э. Н. Алчин, Н. Ф. Кагарманов. Расчетный профиль алмазного долота обеспечивающий совершенный теплообмен // Труды БашНИПИ Нефть, Уфа, 1974. – Вып. 36.
5. Уонг Х. Основные формулы и данные по теплообмену для инженеров.–М.: Атомиздат, 1979.
6. Карслоу, Эгер. Теплопроводность твердых тел – М.: Атомиздат, 1979.
7. Отчет по теме № 0954. Разработка метода прогнозирования износостойкости и режущих свойств породоразрушающих элементов долот на основе математического моделирования контактного взаимодействия инструмента с породой – К.: ИСМ НАНУ им. В. Н. Бакуля, 2005.
8. Бочковский А. М. и др. – Анализ оснащенности долот ИСМ // Сверхтв. материалы – К.: 1983 .– № 5.

Поступила 04.07.07.

УДК 621.742.48

С. А. Кухаренко, канд. техн. наук; **А. Е. Шило**, докт. техн. наук;
А. Г. Довгань, вед. инж.

Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев, Украина

ТЕРМОДИНАМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОЗМОЖНОГО ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ АЛМАЗА И ИНСТРУМЕНТА С ГОРНЫМИ ПОРОДАМИ

The results of the thermodynamic analysis of possible interaction of diamond and components of the metallic bond of diamond tool with the rocks are given. The influence of the chemical composition of the rocks on the possible wear of diamond tool is shown.

Инструмент из алмазов широко используется при обработке различных материалов, среди которых значительное место занимают материалы на основе оксидов. Это природные горные породы, искусственные строительные материалы, камни-самоцветы, стекла, ситаллы, керамика и др. При их обработке алмазным инструментом в зоне резания возникают высокие температуры.

Обработка (резание, шлифование) природных и искусственных камней без охлаждения представляет собой сложную задачу. Для ее решения нужно знать свойства обрабатываемого материала, изменяющиеся при воздействии высоких температур, возникающих в зоне контакта, взаимодействие обрабатываемого материала, а также продуктов его деструкции с алмазными режущими зернами и матрицей алмазного инструмента. При химическом взаимодействии между контактирующими фазами возможно установление химических связей и образование новых соединений. Оценить осуществимость того или иного химического процесса можно с помощью методов термодинамики. Основное преимущество термодинамических методов исследования состоит в том, что они позволяют анализировать свойства веществ и характер взаимодействия между ними, не прибегая к эксперименту.

Природные горные материалы в большинстве случаев представляют собой многокомпонентные и многофазовые системы. При воздействии высоких температур и давлений, возникающих в зоне контакта инструмента с обрабатываемым материалом, в горных породах протекают различные физико-химические процессы, изменяющие их свойства. В зависимости от величины свободной энергии образования составляющих компонентов обрабатываемого материала последний способен вступать в химическое взаимодействие с алмазными зернами, что приводит в конечном счете к их адгезионному и диффузионному износу [1].

Используя методы классической термодинамики, можно теоретически оценить принципиальную возможность химического взаимодействия в зоне контакта алмазного инструмента с различными обрабатываемыми материалами, зависящего от химического сродства атомов углерода (алмаза) с элементами и соединениями данного материала, и влияние этого взаимодействия на возможный износ режущих зерен инструмента.

Для обработки строительных материалов и горных пород без охлаждения применяются инструменты на металлических связующих, режущий слой которых представляет собой алмазосодержащий композит с включением адгезионно-активных к алмазу компонентов, таких как железо, кобальт, медь, никель, вольфрам и т.д. Другие компоненты, входящие в металлическую связку, имеют незначительное химическое сродство к кислороду [2]. Так как породообразующие силикаты представляют собой многофазовые системы, то термодинамические расчеты проводили с отдельными фазовыми составляющими той или иной породы и алмазного инструмента.

Оценка принципиальной возможности протекания реакций в зоне контакта обрабатываемый материал – инструмент основана на расчете изменения свободной энергии с помо-

щью уравнения (Гиббса–Гельмгольца), связывающего свободную, общую и связанную энергию [3]

$$\Delta G_{298}^0 = \Delta H_{298}^0 - T\Delta S_{298}^0, \quad (1)$$

где ΔG_{298}^0 – изменение свободной энергии Гиббса;

ΔH_{298}^0 – изменение энтальпии;

ΔS_{298}^0 – изменение энтропии.

Все эти значения берут для контактирующих материалов при нормальном атмосферном давлении (стандартные условия). Принципиальная возможность или невозможность протекания реакций определяется знаком ΔG_{298}^0. Если $\Delta G_{298}^0 < 0$ – реакция возможна, если $\Delta G_{298}^0 > 0$ – реакция невозможна. Однако интерес представляет возможность протекания реакций не при 298 *К*, а при температурах, которые возникают в зоне резания в процессе обработки.

С учетом изменения энтальпии и энтропии в зависимости от температуры уравнение (1) можно записать в следующем виде:

$$\Delta G_T^0 = \Delta H_{298}^0 - T\Delta S_{298}^0 + \int_{298}^{T} \Delta C_p dT - T \int_{298}^{T} \frac{\Delta C_p}{T} dT, \quad (2)$$

где ΔH_{298}^0, ΔS_{298}^0, ΔC_p – суммарное изменение соответственно энтальпии, энтропии и теплоемкости реакций при 25 °С.

Трудность расчета ΔG_T^0 по данному уравнению в том, что значение теплоемкости, помещенное под знак интеграла, зависит от температуры. Однако для практических целей, когда реакции протекают в конденсированных фазах, изменение теплоемкости с повышением температуры незначительно и его можно оценить приближенно.

Метод вычисления интеграла базируется на предположении малого изменения $\Delta C_p = f(T)$. Тогда ΔC_p можно разложить в ряд $\Delta C_p = \Delta C_0 + \Delta C_1 T \cdot 10^{-3} + \Delta C_2 T^{-2} \cdot 10^5$, где подынтегральные функции распадутся на несколько интегрирующихся функций, а уравнение (2) примет вид

$$\Delta G_T^0 = \Delta H_{298}^0 - T\,\Delta S_{298}^0 - T\,\Delta C_0 \left(\ln \frac{T}{298} + \frac{298}{T} - 1 \right) - \frac{\Delta C_1}{2} (T - 298)^2 -$$

$$- \frac{T\,\Delta C_{-2}}{2} \left(\frac{1}{298} - \frac{1}{T} \right)^2.$$

Значения ΔG_T^0 реакций рассчитывались по ускоренному методу Темкина–Шварцмана, как наиболее точному, учитывающему влияние температуры на изменение энтальпии и энтропии, с использованием термодинамических параметров отдельных составляющих минералов и горных пород, приведенных в работах [3–14]. Так как в зоне контакта алмазного инструмента с обрабатываемыми материалами возникают высокие температуры, расчет возможного взаимодействия алмаза и компонентов связки инструмента с горными породами проводили в интервале температур 400–1400 °С с интервалом 200 °С с учетом температур начала деструкции природных минералов. Результаты сведены в таблицы, в которых, чтобы не нагромождать материал, приведены некоторые реакции основных минералов горных пород и те, где взаимодействие возможно.

Анализируя данные термодинамических расчетов возможного взаимодействия алмаза с различными минералами, приведенными в табл. 1, видим, что взаимодействие алмаза возможно с гематитом (реакции 5, 6) во всем исследуемом интервале температур, с магнетитом

(реакция 7) и хромитом (реакция 9), начиная с 1000 °С, с ильменитом (реакция 10) и фторфлогопитом (реакция 13) с 1200 °С и до температуры начала деструкции этих минералов.

С другими минералами алмаз не взаимодействует. Исходя из этого, следует ожидать, что при обработке горных пород, за исключением вышеперечисленных минералов, где взаимодействие возможно, алмазные зерна не должны подвергаться адгезионному и диффузионному износу. Как свидетельствуют эксперименты [15], при обработке природного камня, в частности гранита, действительно не наблюдаются указанные виды износа алмазных зерен.

Термодинамический анализ возможного взаимодействия адгезионно-активных к алмазу компонентов металлической связки алмазного инструмента с различными минералами приведен на примере кобальта, железа и титана. Как видно из табл. 2, фазовые составляющие горных пород не вступают в химическое взаимодействие с кобальтом и железом. С титаном в химическое взаимодействие могут вступать α-кварц (реакции 1, 2), хромит (реакция 3), альбит (реакция 4), адуляр (реакция 5), ильменит (реакция 6), клиноэнстатит (реакция 7) во всем исследуемом интервале температур. С кальцитом (реакция 8), доломитом (реакция 9), магнетитом (реакция 10), каолинитом (реакции 11, 12), мусковитом (реакция 13), микроклином (реакция 16), санидином (реакция 17) химическое взаимодействие возможно, начиная с 400 °С, а с флогопитом (реакция 18), начиная с 800 °С и до температуры начала деструкции этих минералов. Следует отметить, что взаимодействие горных пород с титаном начинается при более низких температурах, чем с алмазом.

Химическое взаимодействие некоторых компонентов связки с составляющими горных пород может оказывать существенное влияние на износ алмазного инструмента. Причем износ алмазных зерен и связки будет зависеть от температуры в зоне резания и количественного содержания химически активных фаз в горных породах.

Для уменьшения химической активности компонентов связки, например, титана, следует вводить вещества, связывающие свободный титан, непрореагировавший с алмазными зернами, в соединения с высокой свободной энергией образования. Еще одним путем уменьшения износа алмазного инструмента может быть отсутствие в связке веществ, которые химически взаимодействуют с обрабатываемым материалом, потому что такие реакции вызывают высокую адгезию в зоне контакта, увеличивая тем самым температуру в зоне резания.

Приведенные данные свидетельствуют, что химический состав горных пород значительно влияет на износ алмазного инструмента. Адгезионный износ алмазных зерен отсутствует при обработке минералов, состоящих из оксидов с высокой свободной энергией образования (кремний, кальций, магний, алюминий). Как показали расчеты ΔG_T^0 реакций типа $MeO + C \rightarrow Me + CO$; $MeO + C \rightarrow MeC + O$, эти оксиды не взаимодействуют с алмазом во всем диапазоне исследуемых температур (см. табл. 1). При наличии в горных породах минералов, включающих оксиды с низкой свободной энергией образования (железо, хром, медь, молибден, титан и др.), в процессе их обработки адгезионный износ алмаза за счет химического взаимодействия может быть решающим.

Таким образом, зная химический состав того или иного природного минерала, можно рассчитать для него ΔG_T^0 реакций с режущими зернами и оценить его обрабатываемость при использовании алмазного инструмента.

Отрицательная величина ΔG_T^0 не означает, что при обработке горных пород нельзя использовать алмазный инструмент. Задача эффективной обработки горных пород должна сводиться к снижению температур в зоне резания.

Для решения этих вопросов требуется знание распределения тепловых полей в алмазном инструменте, а также кинематических параметров процесса резания, которые имеют тесную взаимосвязь со структурными изменениями в обрабатываемых материалах.

Таблица 1. **Результаты термодинамического анализа возможного взаимодействия алмаза с различными минералами**

№ пп	Реакции	ΔG^0, кДж/моль, при T, °С					
		400	**600**	**800**	**1000**	**1200**	**1400**
1.	$C+1/3SiO_2=1/3SiC+2/3CO$	133,7	113,1	92,2	71,2	50,3	29,8
2.	$C+1/4Ca[Al_2Si_2O_8]=1/4\ Al_2O_3+1/4CaO+1/2SiC+1/2CO_2$	115,2	98,1	81,3	64,5	48,6	32,7
3.	$C+1/2Ca[Al_2Si_2O_8]=1/2(Al_2O_3\cdot SiO_2)+1/2SiC+1/2CaO+1/2CO_2$	159,2	143,3	127,4	122,3	97,6	83,4
4.	$C+Mg_2[SiO_4]=MgO\cdot SiO_2+Mg+CO$	397,8	357,4	317,2	277,0	237,2	197,8
5.	$C+2/3Fe_2O_3=4/3Fe+CO$	76,7	–36,9	–150,0	–236,1	–	–
6.	$C+Fe_2O_3=2FeO+CO$	–13,0	–70,0	–127,0	–184,4	–	–
7.	$C+FeFe_2O_4=Fe_2O_3+CO+Fe$	80,9	51,1	23,5	–1,3	–	–
8.	$C+1/2FeTiO_3=1/2FeO+1/2TiC+1/2CO_2$	104,8	85,1	62,0	38,6	15,5	–7,8
9.	$C+FeCr_2O_4=Fe+Cr_2O_3+CO$	88,8	46,5	3,8	–38,6	–80,9	–123,2
10.	$C+2FeTiO_3=2TiO+2Fe+CO_2$	90,9	61,2	31,8	2,5	–26,8	–56,6
11.	$C+1/2\ Ca_3Al_2[SiO_4]_3=1/2SiC+1/2Ca[Al_2Si_2O_8]+CaO+1/2CO_2$	752,8	753,5	754,9	757,0	759,9	763,8
12.	$C+2/5KMg_3[AlSi_3O_{10}](OH)_2=4/5MgSiO_3+1/5Al_2SiO_5+2/5K+$ $+1/5MgO+1/5Mg+2/5H_2O+1/5SiC+2/5CO_2$	254,8	208,7	155,9	–	–	–
13.	$C+1/2KMg_3[AlSi_3O_{10}]F_2=1/2CO_2+1/2SiC+1/2MgF_2+1/2K[AlSiO_4]+$ $+1/2(2MgO\cdot SiO_2)$	186,9	136,2	85,9	35,6	–15,1	–65,4
14.	$C+1/2(3Al_2O_3\cdot 2SiO_2)=1/2SiC+1/2Al_2SiO_5+Al_2O_3+1/2CO_2$	2857,5	2858,2	2859,3	2860,6	2862,2	2863,9
15.	$C+CaMg[Si_2O_6]=CaSiO_3+Mg+SiO_2+CO$	500,5	499,2	498,2	497,3	496,2	495,2
16.	$C+1/2\ CaMg[Si_2O_6]=1/2CaO+1/2MgSiO_3+1/2SiC+1/2CO_2$	443,6	444,0	444,9	446,3	447,9	449,9
17.	$C+1/2Na[AlSiO_4]=1/4Al_2O_3+1/4Na_2O+1/2SiC+1/2CO_2$	282,4	281,3	280,6	280,1	279,9	279,9
18.	$C+4/3K[AlSi_3O_8]=4/3K+2/3Al_2SiO_5+3SiO_2+1/3SiC+2/3CO_2$	487,3	462,2	437,4	412,7	388,0	–

Таблица 2. **Результаты термодинамического анализа возможного взаимодействия компонентов металлической связки с различными минералами**

№ пп	Реакции	DG^0, кДж/моль, при *T*, °C					
		400	600	800	1000	1200	1400
1.	$Ti+SiO_2=TiSiO_3$	–415,4	–399,1	–377,9	–352,5	–323,1	–290,1
2.	$Ti+SiO_2=TiO_2+Si$	–34,5	–35,3	–35,9	–35,9	–35,2	–33,7
3.	$Ti+2FeCr_2O_4=TiO_2+2Fe+2Cr_2O_3$	–247,2	–238,8	–231,3	–224,2	–217,5	–211,6
4.	$Ti+1/2\ Na[AlSi_3O_8]=1/2Na[AlSi_2O_6]+1/2TiSi+1/2TiO_2$	–74,2	–72,5	–70,4	–68,7	–66,6	–65,0
5.	$Ti+1/2\ K[AlSi_3O_8]=1/2K[AlSi_2O_6]+1/2TiSi+1/2TiO_2$	–52,8	–48,6	–44,8	–40,6	–36,5	–31,8
6.	$Ti+2FeTiO_3=2Fe+3TiO_2$	–356,9	–357,4	–358,3	–359,8	–361,8	–364,3
7.	$Ti+1/2MgSiO_3=1/2TiSi+1/2MgO+1/2TiO_2$	–89,9	–90,1	–90,4	–90,6	–90,8	–90,8
8.	$Ti+CaCO_3=2CaO+TiO_2+2CO$	–232,1	–299,2	–366,2	–	–	–
9.	$Ti+CaMg(CO_3)_2=TiO_2+CaO+MgO+2CO$	–278,2	–343,2	–	–	–	–
10.	$Ti+2FeFe_2O_4=2Fe_2O_3+TiO_2+2Fe$	–355,9	–354,3	–352,4	–	–	–
11.	$Ti+1/2Al_2[Si_2O_5](OH)_4=1/2TiSi+1/2Al_2O_3+1/2SiO+1/2TiO_2+H_2O$	–10,2	–9,3	–8,1	–	–	–
12.	$Ti+Al_2[Si_2O_5](OH)_4=1/3(3Al_2O_3{\cdot}2SiO_2)+TiO_2+2H_2+4/3SiO_2$	–903,7	–925,3	–951,4	–	–	–
13.	$Ti+2\ KAl_2[AlSi_3O_{10}](OH)_2=2K[AlSi_3O_8]+TiO_2+2Al_2O_3+2H_2$	–6271	–6348	–	–	–	–
14.	$Ti+1/2Ca_3Al_2[SiO_4]_3=1/2Ca[Al_2Si_2O_8]+1/2TiO_2+1/2TiSi+CaO$	446,5	446,9	447,7	448,9	450,9	453,5
15.	$Ti+K[AlSi_3O_8]=Al+1/2Ti_2O_3+1/2K_2O+3SiO_2$	133,3	136,1	137,3	136,1	131,7	–
16.	$Ti+1/2K[AlSi_3O_8]=1/2K[AlSiO_4]+1/2TiSi+1/2TiO_2+1/2SiO_2$	–135,9	–134,6	–133,2	–131,7	–130,4	–
17.	$Ti+1/2K[AlSi_3O_8]=1/2K[AlSiO_4]+1/2TiSi+1/2TiO_2+1/2SiO_2$	–61,5	–60,5	–59,3	–58,2	–57,1	–
18.	$Ti+2KMg_3[AlSi_3O_{10}](OH)_2=TiO_2+2H_2O+2K+Al_2SiO_5+Mg+MgO+5SiO_2$	321,8	154,6	–56,6	–	–	–
19.	$Fe+1/3Mg_2[SiO_4]=2/3MgO+1/3FeSi+2/3FeO$	104,5	103,9	103,4	103,4	103,9	105,0
20.	$Co+1/3Ca[Al_2Si_2O_8]=1/3(Al_2O_3{\cdot}SiO_2)+1/3CoSi+1/3CaO+2/3CoO$	98,5	100,6	103,9	108,5	114,0	121,1

Литература

1. Лоладзе Т. Н., Бокучава Г. В. Трибология процесса шлифования и вопросы совершенствования алмазного инструмента // Синтетические алмазы – ключ к техническому прогрессу. – К.: Наук. думка, 1977. – Ч. 1. – С. 95–99.
2. Аппен А. А. Температуроустойчивые неорганические покрытия. – Л.: Химия, 1976. – 296 с.
3. Темкин М. И., Шварцман Л. А. Вспомогательная таблица для расчетов по химической термодинамике // Успехи химии. – 1948. – **17**. – № 2. – С. 259–262.
4. Справочник по расчетам равновесий металлургических реакций / А. Н. Крестовников, Л. П. Владимиров, Б. С. Гуляницкий, А. Я. Фишер. – М.: Госнаучтехиздат, 1963. – 420 с.
5. Карапетьянц М. Х. Методы сравнительного расчета физико-химических свойств. – М.: Наука, 1965. – 402 с.
6. Бабушкин В. И., Матвеев Г. М., Мчедлов-Петросян О. П. Термодинамика силикатов. – М.: Стройиздат, 1986. – 408 с.
7. Булах А. Г. Методы термодинамики в минералогии. – Л.: Недра, 1974. – 184 с.
8. Термодинамические свойства индивидуальных веществ / Под. ред. В. П. Глушко. – М.: Наука, 1978. – Т. 2. – 916 с.
9. Термические константы неорганических веществ. Справочник / М.: Изд-во АН СССР, 1949.
10. Шило А. Е. Термодинамический анализ взаимодействия алмаза, графита и КНБ с оксидами // Сверхтв. материалы. – 1981. – № 5. – С. 14–19.
11. Tardy Y., Garrels R. M. A method of estimating the Gibbs energies of formation of layer silicates // Geochim. Cosmochim. Acta. – 1974. – **38**. – P. 1101–1116.
12. Третьяков Ю. Д. Твердофазные реакции. – М.: Химия, 1978.– 359 с.
13. Киселева И. А. Энергия образования Гиббса кальциевых гранатов // Геохимия. – 1977. – № 5. – С. 705–715.
14. Киселева И. А., Топор Н. Д. О термодинамических свойствах цоизита // Геохимия. – 1973. – № 10. – С. 1547–1555.
15. Александров В. А. Обработка природного камня алмазным дисковым инструментом. – К.: Наук. думка, 1979. – 250 с.

Поступил 12.07.07.

Раздел 2

СИНТЕЗ, СПЕКАНИЕ И СВОЙСТВА СВЕРХТВЕРДЫХ МАТЕРИАЛОВ

УДК 541.128.13:541.183.26

Н. В. Новиков, академик[1]; **Г. П. Богатырева**, докт. техн. наук[1];
М. А. Маринич, канд. хим. наук[1]; **Е. В. Ищенко**, докт. хим. наук[2];
Г. А. Базалий, инженер[1]; **Г. К. Козина**, канд. техн. наук[1];
В. Л. Гвяздовская, **И. Н. Зайцева**, инженеры[1]

[1]Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины,г. Киев, Украина
[2]Киевский национальный университет им. Тараса Шевченко,г. Киев, Украина

ВЛИЯНИЕ РАЗЛИЧНЫХ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ ОБРАБОТОК НА СОСТОЯНИЕ ПОВЕРХНОСТИ ПОРОШКОВ КУБИЧЕСКОГО НИТРИДА БОРА

The physical-chemical properties of micro-, submicron cBN powders are conditioned by chemistry of their surface, i.e. by nature of substances adsorbed therein, functional groups. All this has an essential effect on sintering process. It has been established that on the surface of micro-, submicron cBN powders there are present physically and chemically adsorbed water vapours, oxygen in molecular and atomic form, nitrogen, ammonia, oxides and dioxides of nitrogen and boron, magnium oxide and boron hydride. This, in its turn, is the basis for creating the directed modification of powders supplied to the synthesis of polycrystalline materials and articles on their base.

В настоящее время порошки кубического нитрида бора (*c*BN) являются одним из наиболее перспективных сверхтвердых материалов при создании поликристаллов и композиционных материалов инструментального назначения [1–3]. Особое место среди них занимают порошки *c*BN микро-, субмикро- и нанодиапазона. В связи с тем, что частицы этих порошков обладают высокой удельной поверхностью, основной вклад в их физико-химические свойства вносят характеристики поверхности. Процессы спекания порошков кубического нитрида бора зависят от физико-химических свойств их поверхности [4, 5]. В свою очередь, поверхностные свойства этих порошков во многом определяются природой функционального покрова, химическим составом этих частиц [6, 7].

При исследовании термодесорбционных спектров было показано, что на поверхности порошков *c*BN уже при температуре 400 ^{o}C фиксируются химически связанные кислородсодержащие функциональные группы и соединения, такие как пары воды, атомарный и молекулярный кислород, оксиды азота, бора, магния [7], присутствие которых может отрицательно влиять на качество изделий. Так, для спекания поликристаллов и изготовления инструмента требуются порошки *cBN* с минимальным количеством поверхностных примесей и отсутствием кислородсодержащих групп, т.е. с гидрофобной поверхностью. Гидрофильная поверхность порошков *c*BN необходима для изготовления суспензий и паст на их основе.

Целью настоящей работы было исследование влияния различных видов физико-химической обработки на поверхностные свойства микро-, субмикро- и нанопорошков cBN. Поскольку в основе поверхностных свойств лежат адсорбционные процессы, поэтому основное внимание в работе было уделено изучению этих свойств порошков.

Методики эксперимента

Адсорбционные свойства порошков кубического нитрида бора оценивали:
по изотермам адсорбции–десорбции азота (метод БЭТ);
по изменению параметров электрохимической адсорбции водорода;
по термодесорбционным спектрам.

Адсорбционно-структурные характеристики порошков *c*BN рассчитывали на основании изотерм, полученных методом низкотемпературной адсорбции азота на приборе «Акусорб–2100» (метод БЭТ). Были рассчитаны величины удельной поверхности ($S_{уд}$, м^2/г), по-

ристости (V_p, мл/г), адсорбционного потенциала (А, Дж/г), удельного адсорбционного потенциала (A^1, Дж/м^2), а также распределение адсорбционного потенциала [8].

Термодесорбционные спектры кубонитовых порошков снимали на масс-спектрометре МИ 1201 со скоростью нагрева 30 град/мин в вакууме $1 \cdot 10^{-6}$ в интервале температур 20 – 600 ^{o}C [9]. Элементный состав определяли на приборе «CamScan».

Электрохимическую адсорбцию водорода на поверхности кубонитовых порошков оценивали методом катодных потенциодинамических импульсов. Метод заключается в оценке изменения количества электричества, затрачиваемого на адсорбцию водорода из фонового раствора. Фоновым раствором был выбран 0,9 % раствор хлористого натрия [10].

Опыты проводили на исходных и модифицированных микропорошках *c*BN зернистости 3/2, субмикронных порошках 1/0,5 и нанопорошках 0,25/0.

Термическую обработку порошков *c*BN проводили в среде аргона при температуре 900 ^{o}C. Термохимическую обработку осуществляли двумя методами: жидкофазным окислением в кипящем растворе перманганата калия с пероксидом водорода и в кипящем растворе смеси едкого калия и натрия в соотношении 1:1,5. Электрохимическую обработку — в 1N солянокислом и щелочном растворах при плотности тока 1 А/м^2.

Результаты и обсуждение

Адсорбционная активность поверхности микронных, субмикронных и нанопорошков cBN зависит от структурных и энергетических факторов. К структурным факторам относятся: удельная поверхность ($S_{уд}$, м^2/г), общая пористость (V, мл/г), распределение пор по размерам. К энергетическим факторам относятся такие характеристики, как энергетическая неоднородность поверхности; гидрофильно-гидрофобный баланс; адсорбционный (А, Дж/г) и удельный адсорбционный (A^1, Дж/м^2) потенциал; количество электричества, затраченное на адсорбцию водорода (Q, Кл).

По результатам, приведенным в табл. 1, видно влияние термической и термохимической обработок на адсорбционно-структурные характеристики порошков cBN зернистости 1/0,5.

Таблица 1. **Адсорбционно-структурные характеристики исходных и обработанных порошков *c*BN зернистости 1/0,5**

Вид обработки	$S_{уд}$, м^2/г	А, Дж/г	A^1, Дж/м^2	V, мл/г	Q, Кл
Исходный	9,68	42,3	4,4	0,056	0,45
Термическая обработка в аргоне	10,0	21,8	2,1	0,039	0,5
Обработка в растворе $KMnO_4 + H_2O_2$	0,90	20,2	22,4	0,046	0,22
Обработка в растворе NaOH + KOH	1,70	13,7	8,0	0,021	0,16

Установлено, что после термической обработки порошков *c*BN зернистости 1/0,5, удельная поверхность их несколько увеличивается, а адсорбционный и удельный адсорбци-

онный потенциалы уменьшаются в два раза. После обработки порошков в растворе $KMnO_4$ + H_2O_2 их удельная поверхность снижается почти на порядок, а адсорбционный потенциал – вдвое. Вследствие обработки щелочным раствором их удельная поверхность снижается в пять раз, адсорбционный потенциал – в три раза.

Распределение адсорбционного потенциала на исходных порошках *c*BN зернистости 1/0,5 и подвергнутых различным обработкам показало, что после каждой обработки значения адсорбционного потенциала сдвигаются в область более низких значений. Однако после термообработки в аргоне поверхность становится энергетически более гомогенной, а после термохимической обработки – более гетерогенной.

Одним из весомых информативных методов характеристики поверхностных свойств порошков *c*BN является термодесорбционная спектроскопия. При анализе спектров на поверхности порошков cBN были обнаружены пары воды, молекулярный и атомарный кислород, молекулярный азот, аммиак, двуоксиды и оксиды азота и бора, оксид магния и боргидрат B_6H_{10}. Соединения и функциональные группы, десорбируемые с поверхности порошков *c*BN, условно разделяются на две группы – физически или химически адсорбированные. Определяющим фактором разделения соединений на группы является температура десорбции. Так, соединения, десорбирумые с поверхности при температуре от 25 до 150 ^oC, относятся к физически адсорбированным, а выше 150 ^oC – к химически связанным. Поэтому основное внимание в работе было уделено кислородсодержащим соединениям и функциональным группам, которые оказывают наиболее существенное влияние на спекание поликристаллических материалов из кубического нитрида бора. В табл. 2 приведена температура, при которой наблюдается максимум десорбции соединений, определяемых на термодесорбционных спектрах.

Таблица 2. **Температура максимума десорбции соединений на спектрах порошков *c*BN зернистости 0,25/0**

Наименование соединения	Физическая адсорбция		Химическая адсорбция	
	Температура максимума, ^oC			
	первого	второго	первого	второго
H_2O	25	75	275	–
O_2	100	–	–	–
O	–	–	450	–
NO	100	–	–	–
NO_2	100	–	250	–
BO	75	–	450	–
B_2O_3	–	–	275	–
N2	50	–	–	–
NH_3	50	–	350	–
MgO	–	–	400	–
B_6H_{10}	–	–	275	–

Из табл. 2 следует, что только у паров воды наблюдаются два максимума физически адсорбированной воды: при 25 и 75 ^oC. Для молекулярного кислорода и оксидов азота максимум физической десорбции соответствует 100 ^oC, оксида бора – 75 ^oC, аммиака и молекулярного азота – 50 ^oC.

Для химической десорбции характерен один максимум, находящийся в интервале температур 275–450 ^oC. Атомарный кислород десорбируется при температуре 450 ^oC и связан, по-видимому, с диссоциативной хемосорбцией паров воды с образованием атомарного кислорода.

В работе исследовали процесс адсорбции водорода на порошках *c*BN различной зернистости, а также влияние предварительной обработки на электроактивность поверхности

порошков к адсорбции водорода. На рис. 1 представлены катодные потенциодинамические кривые, полученные на исходных и обработанных порошках *c*BN зернистости 1/0,5: термообработка в атмосфере аргона (кр. 2); термохимическая обработка в растворе $KMnO_4 + H_2O_2$ (кр. 3); в растворе щелочи (кр. 4).

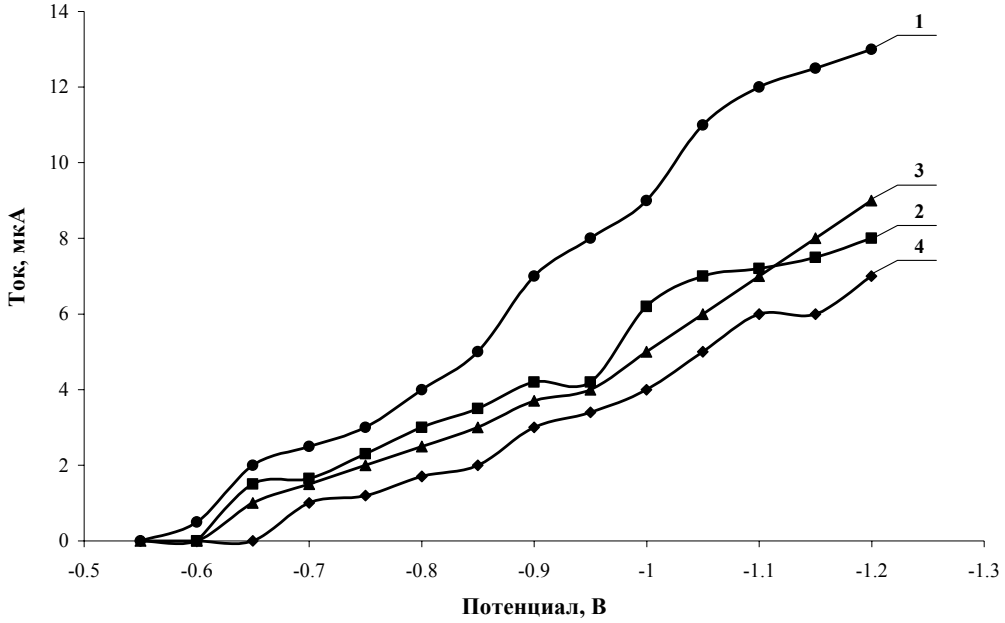


Рис. 1. Катодные потенциодинамические кривые, полученные на исходных порошках cBN зернистости 1/0,5 (1), термообработанных в аргоне (2), обработанных раствором $KMnO_4+H_2O_2$ (3) и раствором NaOH+KOH (4).

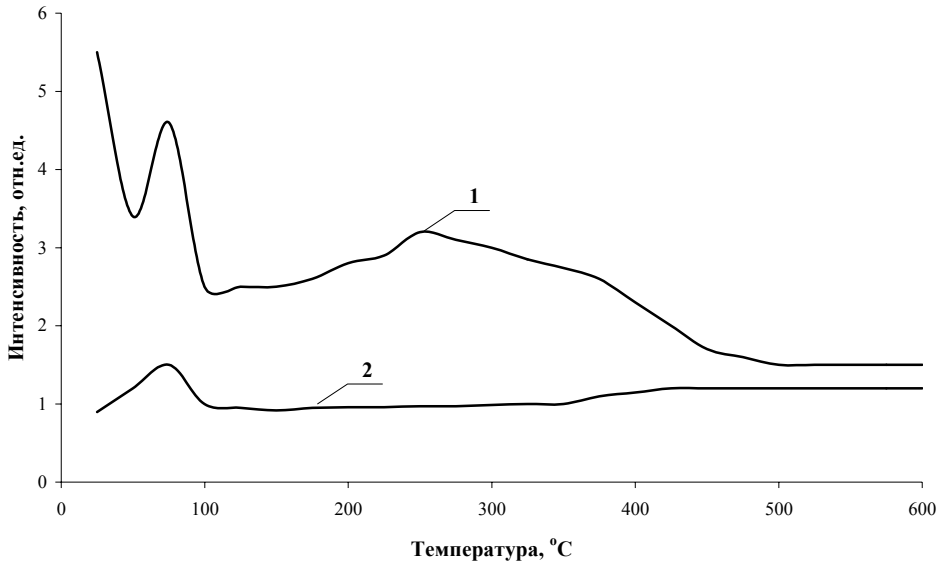
Из рисунка следует, что катодные потенциодинамические кривые, полученные на обработанных порошках *c*BN, расположены ниже кривых, полученных на исходных порошках, что свидетельствует о снижении электроактивности их поверхности. Эти данные подтверждаются термодесорбционными спектрами.

На рис. 2 сопоставлены термодесорбционные спектры паров воды (*а*) и атомарного кислорода (*б*), полученные на исходных (кривые *1 а, б*) порошках *c*BN зернистости 0,25/0 и термообработанных в аргоне (кривые *2 а, б*). Характеристикой адсорбции водорода на порошках *c*BN является величина Q, равная количеству электричества, затраченного на адсорбцию водорода. При этом величина Q обработанных порошков уменьшается в 1,5 раза по сравнению с исходными порошками, что связано с уменьшением активных поверхностных центров за счет очистки поверхности порошка.

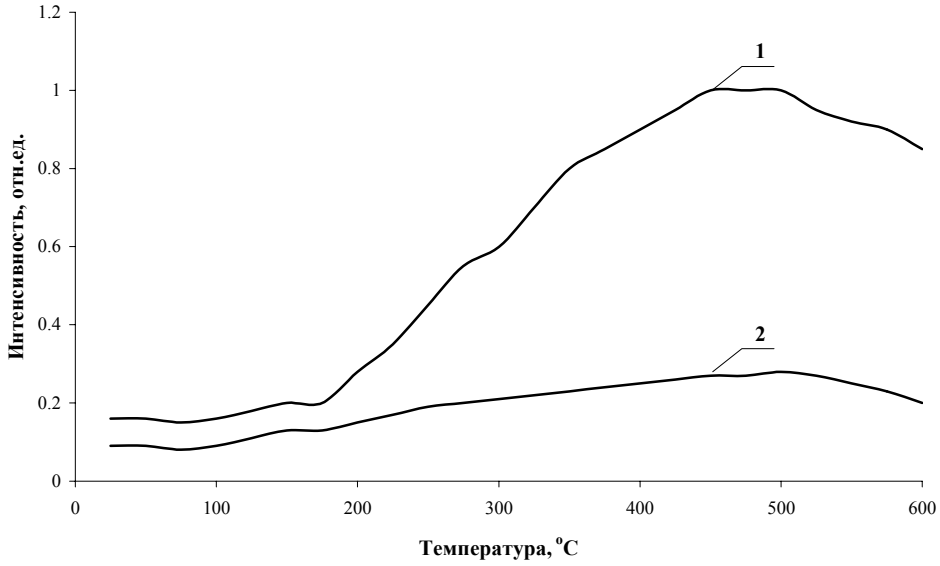
Изучено влияние химической и электрохимической обработки микронных порошков *c*BN зернистости 3/2 на состояние их поверхности.

Анализ элементного состава примесей в порошках *c*BN показал, что после химической обработки суммарное количество примесей уменьшается в пять раз, после электрохимической обработки в солянокислом растворе – также в пять раз, а после электрохимической обработки в щелочном растворе – в три раза. Основными примесями в порошках cBN являются железо и кальций.

Таким образом, проведение различных видов обработок (термохимической, химической, электрохимической) позволяет значительно снизить количество примесей в порошках cBN.



а



б

Рис. 2. Термодесорбционные спектры паров воды (а) и атомарного кислорода (б) на исходных (1) и термообработанных в аргоне (2) порошках cBN зернистости 1/0,5.

На рис. 3 сопоставлены катодные потенциодинамические кривые, полученные на исходных и электрохимически обработанных порошках *c*BN зернистости 3/2. Из рисунка следует, что вследствие обеих электрохимических обработок подавлен процесс электровыделения водорода на порошках, что связано с пассивацией их поверхности и образованием, по-видимому, оксидной пленки на них. Очистка поверхности порошков *c*BN зернистости 3/2, вероятно, осуществляется за счет образующихся на аноде ионов ClO^- и ClO_3^-.

Следует отметить, что проведение такой обработки значительно повысило гидрофильность порошка *c*BN. Подобный эффект мы наблюдали и на алмазных порошках [11, 12]. Интенсивность десорбции паров воды после электрохимической обработки возросла почти в 30 раз.

На основании полученных результатов разработана схема изготовления новых марок микро-, субмикро- и нанопорошков *c*BN (рис. 4).

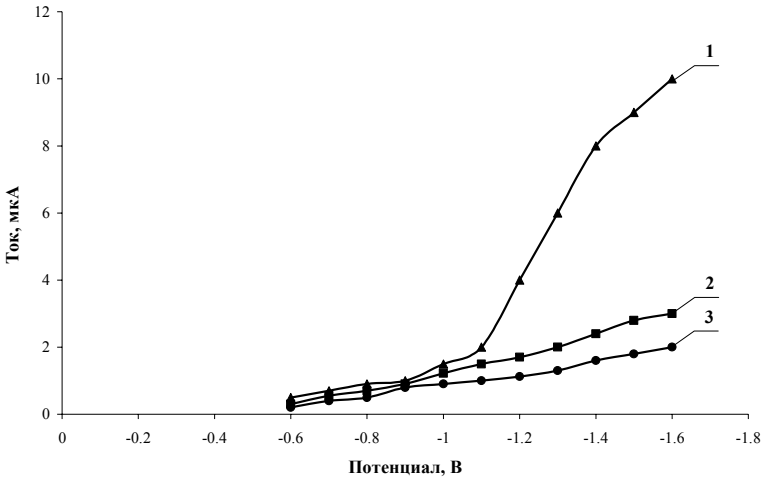


Рис. 3. Катодные потенциодинамические кривые, полученные на исходных порошках cBN зернистости 3/2 (1) и электрохимически обработанных в солянокислом (2) и щелочном растворах (3).

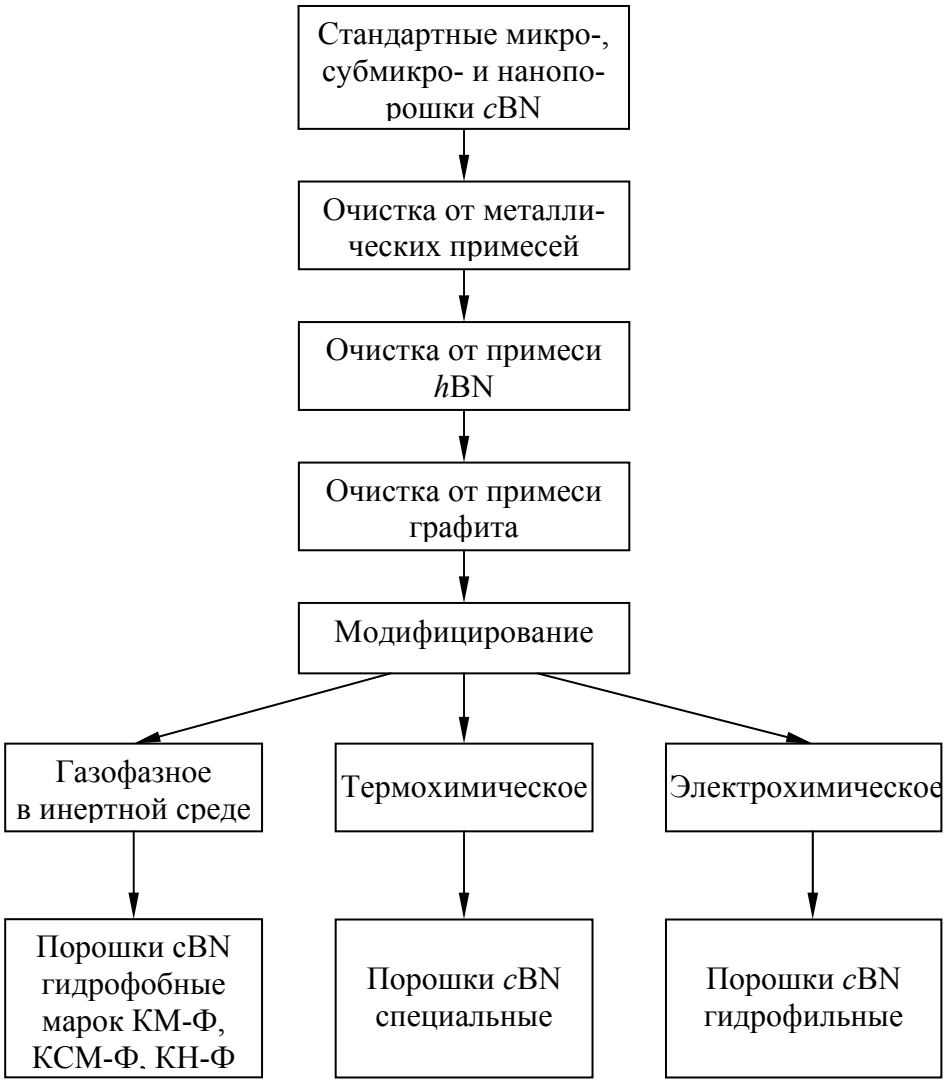


Рис. 4. Схема изготовления новых марок микро-, субмикро- и нанопорошков cBN.

Согласно данной схеме, стандартные порошки *c*BN подвергают двухстадийной обработке. Первая стадия обработки включает дополнительную очистку порошков от примесей, вторая – модифицирование поверхности порошков с целью придания им специальных свойств.

Выводы

Показано, что на поверхности порошков кубического нитрида бора находятся пары воды, атомарный и молекулярный кислород, азот, аммиак, оксиды азота и бора, оксид магния, боргидрат водорода. Все эти вещества могут находиться как в физически, так и в химически связанной форме.

Показано, что поверхность порошков *c*BN гетерогенна, адсорбционный потенциал изменяется от 4 до 300 Дж/г.

Установлено, что термообработка порошков *c*BN в атмосфере аргона и термохимическая обработка растворами KOH+NaOH и $KMNO_4+H_2O_2$ снижают их адсорбционную активность.

Электрохимическая обработка растворами щелочи или соляной кислоты очищает поверхность порошков *c*BN и пассивирует ее до такой степени, что на ней практически подавляется процесс электровыделения водорода.

На основании полученных результатов были разработаны новые марки микро-, субмикро- и нанопорошков *c*BN: КМ-Ф, КСМ-Ф, КН-Ф.

Литература

1. Шульженко А. А., Божко С. А., Соколов А. Н. и др. Синтез, спекание и свойства кубического нитрида бора. – К.: Наук. думка, 1993. – 256 с.
2. Синтез алмаза и подобных материалов. / Под ред. А. А. Шульженко. − К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля , ИВЦ «Алкон», НАНУ, 2003. – Т. 1. – 319 с.
3. Шульженко А. А., Беженар Н. П., Божко С. А. и др. Исследование порошков кубического нитрида бора с размером частиц в субмикро- и нанодиапазонах // Сверхтв. материалы. – 2003. – № 2. – С. 76–80.
4. Алешин В. Г., Смехнов А. А., Соколов А. Н., Шульженко А. А. Влияние среды кристаллизации на химический состав поверхности монокристаллов кубического нитрида бора // Докл. АН УССР. Сер. А. – 1984. – № 12 – С. 71–73.
5. Алешин В. Г., Соколов А. А., Шульженко А. А. Состав поверхности кубического нитрида бора // Сверхтв. материалы. – 1985. – № 5. – С. 12–15.
6. Богатырева Г. П., Маринич М. А., Гвяздовская В. Л., Базалий Г. А**.** Химия поверхности субмикронных алмазных и кубонитовых порошков // Сверхтв. материалы. – 2001. – № 3. – С. 30–36.
7. Богатырева Г. П., Маринич М. А., Базалий Г. А. и др. Адсорбционные свойства субмикронных порошков кубического нитрида бора // Сверхтв. материалы. – 2006 – № 3. – С. 72–79.
8. Методические рекомендации по изучению физико-химических свойств СТМ / Под ред. Г. П. Богатыревой. – К.: ИСМ, 1992. – 38 с.
9. Богатырева Г. П., Ищенко Е. В., Маринич М. А. и др. Каталитические свойства Pd, Pd-Ag, Ag, нанесенных на алмазные субмикропорошки // Сверхтв. материалы. – 2000. – № 2. – С. 65–72.
10. Bogatyreva G. P., Marinich M. A., Gvyzdovskay V. L., Gavrilova V. S. The use of cathode potentiodynamic pulses for a quatitative assessment of efficient conducting centers at the surface // Papers of 7th European conference on applications of surface and interface analysis. – Göteborg: John Wiley Sons. – 1997. – P. 2263–2266.
11. Богатырева Г. П., Маринич М. А., Жутаева Г. В., Тарасевич М. Р. и др. Исследование каталитических реакций, протекающих на алмазной поверхности в жидких и газовых средах // Сверхтв. материалы. – 2001. – № 3. – С. 30–35.
12. Пат. 36551А Україна, С01В31/06. Спосіб очистки надтвердих матеріалів / М. В. Новіков, Г. П. Богатирьова, М. А. Марініч, Г. А. Базалій. – Опубл. 16.04.2001, Бюл. № 3.

Поступила 03.07.07.

УДК 621.921.34–2:622.24.05

Н. В. Новиков, акад. НАН Украины; **Г. П. Богатырева,** докт. техн. наук;
Р. К. Богданов, Г. Д. Ильницкая, А. М. Исонкин, А. П. Закора,
Г. Ф. Невструев, кандидаты техн. наук; **О. В. Лещенко,** инж.

Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев, Украина

ВЛИЯНИЕ КАЧЕСТВЕННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК ВЫСОКОПРОЧНЫХ АЛМАЗОВ НА РАБОТОСПОСОБНОСТЬ БУРОВОГО ИНСТРУМЕНТА

The results of operation of drilling bits are discussed and the effect of the uniformity of diamond powders in strength on the bit performance is considered. The performance characteristics of drilling bits are shown to increase if the bits are impregnated with diamond powders highly uniform in strength and with high thermostability.

Введение

Работоспособность любого алмазосодержащего инструмента в значительной мере определяется свойствами алмазов. Свойства алмазных порошков в свою очередь обуславливаются технологиями синтеза, извлечения, обработки, классификации по размерам и форме, сортировки по физико-химическим свойствам, обеспечивающими получение порошков с заданными свойствами.

Серийные алмазные порошки отечественного и зарубежного производства представляют собой совокупность зерен определенного размера, которые в значительной степени различаются по основным технологическим характеристикам качества. Как правило, величина той или иной качественной характеристики порошка (прочность, термостойкость, шероховатость и т.п.) является усредненной величиной по всему объему порошка. Известно, что в процессе синтеза образуются кристаллы различной формы, разной степени дефектности и, как следствие, разной прочности. Поэтому для получения алмазных порошков определенных марок нужна сортировка алмазов по прочности. Однако тесной зависимости прочности кристаллов от какого-либо одного свойства алмазов пока не обнаружено. Большинство исследователей считают, что прочность алмазов тесно связана со степенью совершенства структуры кристаллов, включая форму кристаллов и их изометричность, наличие и уровень внутри кристаллических и поверхностных дефектов. Очевидно, что эффективность сортировки алмазов по прочности тем выше, чем большее количество характеристик дефектности кристаллов будет положено в основу процессов сортировки.

В то же время многочисленными исследованиями установлено, что прочность хрупких кристаллов, в том числе и алмазов, в значительной степени зависит от степени дефектности поверхности. Представляется, что использование процессов разделения кристаллов по дефектности поверхности создает возможности дальнейшего совершенствования технологии сортировки алмазов с целью получения однородных по прочности шлифпорошков.

Однородность является важной характеристикой качества порошков сверхтвердых материалов, позволяющей объективно отражать состояние их качества. В настоящее время наблюдается тенденция повышения интереса к однородности порошков по различным технологическим характеристикам. В ИСМ НАН Украины разработано ряд нормативных документов [1–3], позволяющих оценивать однородность шлифпорошков по основным технологическим характеристикам качества и, прежде всего, по прочностным характеристикам. Проявляется тенденция более активного вовлечения этой характеристики в сферу практического использования. Это вызвано, прежде всего, необходимостью сравнительной оценки качества

порошков. Все актуальнее становится задача более дифференцированной градации шлифпорошков по этому параметру в условиях насыщенности рынка.

Развитие технологий получения шлифпорошков высокого качества ставит перед разработчиками инструмента новые задачи. Среди таких задач – разработка высокопроизводительного высокоэффективного бурового инструмента, позволяющего реализовать возможности концепции современных технологий получения шлифпорошков сверхтвердых материалов. Одним из методов решения этих задач – использование в инструменте шлифпорошков алмаза с высокими показателями однородности по определенным характеристикам. Ранее были выполнены исследования по разделению порошков алмаза марки АС80 зернистости 250/200 на ряд порошков и определению однородности зерен по прочности этих порошков [4]. Испытания буровых импрегнированных коронок, изготовленных с применением полученных после сортировки шлифпорошков алмаза марок АС65, АС80 и АС125 с высокой однородностью по прочности, показали увеличение стойкости коронок, оснащенных более прочными порошками.

В данной работе, по сравнению с предыдущей, диапазон исследований расширен. В качестве исходного материала для получения высокопрочных шлифпорошков алмаза однородных по прочности использованы алмазы марки АС200 зернистости 400/315 и 315/250.

Методика эксперимента и исходные материалы

Методика эксперимента заключалась в следующем. Шлифпорошки алмазов двух зернистостей с помощью адгезионно-магнитной сортировки разделялись по дефектности поверхности на несколько продуктов [5, 6]. После разделения определялся выход этих продуктов. В полученных шлифпорошках определялись физико-механические характеристики в виде значений статической прочности (Р) [7, 8]. В порошках оценивалась дефектность поверхности по коэффициенту поверхностной активности ($К_а$) [9]. Содержание объемных дефектов в зернах алмаза определялось по измеряемой величине удельной магнитной восприимчивости порошков (χ) [10]. Термостабильность оценивалась по коэффициенту термостабильности ($К_{СТ}$) [11]. Кроме того, определялся состав шлифпорошков по прочности единичных зерен и рассчитывались коэффициенты однородности по прочности ($К_{одн\ пр}$) [1, 2].

Экспериментальные результаты и обсуждение

В исходных и полученных после сортировки порошках на основании данных по измерению прочности единичных зерен определялся состав порошков по прочности, средневзвешенная прочность и рассчитывался коэффициент однородности по прочности по разработанной программе [2]. В качестве примера в табл. 1 представлен анализ порошка алмаза марки АС200 зернистости 400/315 по этим характеристикам. Из таблицы следует, что зерна шлифпорошка исходной марки АС200 400/315 со средневзвешенной прочностью 343,46 Н распределяются по прочности и маркам от АС65 до АС250. При этом однородность по прочности этого порошка составляет 14 %. В табл. 2 приведены результаты анализа состава порошка по прочности первого продукта сортировки. Как видно из таблицы, шлифпорошок алмаза со средневзвешенной прочностью 414, 2 Н, соответствующий марке АС250, имеет однородность по прочности 76 %.

Результаты разделения и исследования свойств шлифпорошков алмаза марки АС200 зернистостей 400/315 и 315/250 представлены соответственно в табл. 3 и табл. 4. Как видно, в результате сортировки получены шлифпорошки алмаза марок АС200 и АС250 с высокой однородностью по прочности.

Процесс адгезионно-магнитной сортировки обеспечивает разделение кристаллов алмазных порошков зернистости 400/315 на шесть продуктов, различающихся между собой по прочности, обусловленной различиями в степени поверхностной ($К_а$) и объемной (χ) дефектности.

Так, с увеличением $К_а$ в 4,6–6,0 раз и χ в 8–5 раз, прочность снижается на 35 %, термопрочность на 78–64 %. Одновременно по мере снижения $К_а$ наблюдается и уменьшение удельной магнитной восприимчивости от $24{,}7\cdot10^{-8}$ $м^3/кг$ до $3{,}2\cdot10^{-8} м^3/кг$, являющейся косвенной

характеристикой содержания объемных внутрикристаллических включений в зернах алмаза. Характеристики физико-механических свойств порошков алмаза в виде значений статической прочности (Р, Н) как при комнатной температуре, так и после высокотемпературного воздействия при 1100 °С в токе аргона порошков алмаза устойчиво снижаются от первого к шестому продукту. Эта же тенденция сохраняется и для коэффициента термостабильности алмазов. Следует отметить, что во всех полученных порошках коэффициент однородности по прочности увеличивается в 3,4–5,4 раза по сравнению с исходным порошком (рис. 1).

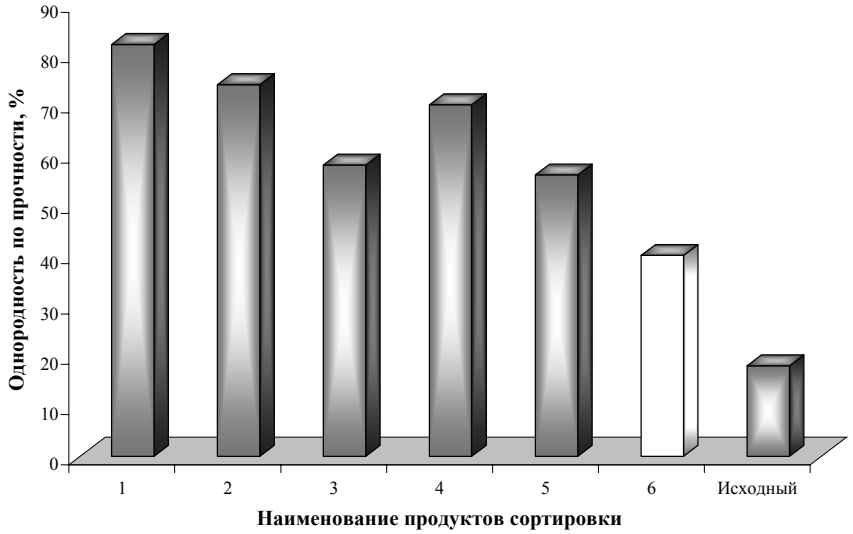


Рис. 1. Однородность по прочности высокопрочных шлифпорошков алмаза зернистостью 400/315: исходного и продуктов после адгезионно-магнитной сортировки.

Аналогичные результаты разделения шлифпорошков по дефектности поверхности получены при сортировке порошков алмаза зернистостью 315/250 (табл. 4). В результате сортировки все полученные продукты различной прочности от 349,4 Н до 259,0 Н обладают высокой однородностью по этому показателю.

На рис. 2 (кривая 1) графически проиллюстрирована зависимость прочности от поверхностной дефектности кристаллов шлифпорошков алмаза зернистостью 400/315. Отмечается устойчивая тенденция снижения прочности шлифпорошков по мере увеличения степени дефектности их поверхности. С увеличением удельной магнитной восприимчивости шлифпорошков алмаза их прочность снижается (кривая 2).

Анализ изменения свойств алмазных порошков зернистостью 400/315 и 315/250, полученных в процессе адгезионно-магнитной сортировки, показал, что разделение алмазных кристаллических частиц по дефектности поверхности сопровождается изменением основных характеристик алмазных порошков, таких как уровень объемных дефектов (χ) и прочностных характеристик. Полученные результаты подтверждают высказанное ранее предположение, что состояние поверхности кристаллов алмаза является одной из основных характеристик качества алмазного порошка.

Таблица 1. **Результаты анализа порошка алмаза марки АС200 (исходного) зернистостью 400/315 по прочности**

Марка	Прочность минимальная	Прочность максимальная	Количество зерен, %	Сумма ↑	Прочность ↑	Сумма ↓	Прочность ↓
АС65	102,00	125,00	2,00	100,00	343,46	2,00	113,50
АС80	125,00	156,00	4,00	98,00	348,15	6,00	131,50
АС100	156,00	195,00	8,00	94,00	356,99	14,00	156,64
АС125	195,00	249,00	10,00	86,00	373,87	24,00	183,88
АС160	249,00	310,00	14,00	76,00	393,86	38,00	219,11
АС200	310,00	390,00	14,00	62,00	419,68	52,00	254,35
АС250	390,00	490,00	48,00	48,00	440,00	100,00	343,46
Среднее значение прочности	343,46						
Однородность	14,0 %						

Таблица 2. **Результаты анализа порошка алмаза продукта № 1 после адгезионно-магнитной сортировки зернистостью 400/315 по прочности**

Марка	Прочность минимальная	Прочность максимальная	Количество зерен, %	Сумма ↑	Прочность ↑	Сумма ↓	Прочность ↓
АС125	195,00	249,00	2,00	100,00	414,20	2,00	222,00
АС160	249,00	310,00	8,00	98,00	418,12	10,00	268,00
АС200	310,00	390,00	12,00	90,00	430,44	22,00	312,73
АС250	390,00	490,00	76,00	78,00	442,82	98,00	411,43
АС300	490,00	610,00	2,00	2,00	550,00	100,00	414,20
Среднее значение прочности	414,20						
Однородность	76,0 %						

Таблица 3. **Результаты адгезионно-магнитной сортировки высокопрочных (особопрочных) алмазов зернистостью 400/315**

Продукты разделения	Выход, %	Характеристики шлифпорошков алмаза						
		$\chi \cdot 10^{-8}$, $м^3/кг$	$К_а$, %	Р, Н	$Р_{ТО}$, Н	$К_{одн\ пр}$ %	$К_{СТ}$, у.е.	Марка
1	8,8	3,2	0,05	414,2	393,5	76	0,95	АС250
2	16,2	9,3	0,09	375,4	352,9	70	0,94	АС200
3	23,5	10,2	0,12	358,0	304,3	64	0,85	АС200
4	29,9	14,5	0,15	342,3	277,3	56	0,81	АС200
5	17,2	17,3	0,19	325,8	260,6	65	0,80	АС200
6	4,4	24,7	0,23	305,5	220,0	48	0,72	АС160
Исходный	100,0	17,9	–	343,5	281,7	14	0,82	АС200

Таблица 4. **Результаты адгезионно-магнитной сортировки высокопрочных (особопрочных) алмазов зернистостью 300/250**

Продукты разделения	Выход, %	Характеристики шлифпорошков алмаза						
		$\chi \cdot 10^{-8}$, $м^3/кг$	$К_а$, %	Р, Н	$Р_{ТО}$, Н	$К_{одн\ пр}$ %	$К_{СТ}$, у.е.	Марка
1	2,0	1,6	0,04	349,4	335,4	82	0,96	АС250
2	11,2	3,5	0,10	336,1	319,3	74	0,95	АС250
3	30,6	4,9	0,14	312,4	281,2	58	0,90	АС200
4	33,5	6,6	0,16	288,4	248,0	70	0,86	АС200
5	10,7	7,2	0,20	276,0	234,6	56	0,85	АС200
6	12,0	7,9	0,25	259,0	204,6	40	0,79	АС200
Исходный	100,0	7,6	–	291,1	244,5	18	0,84	АС200

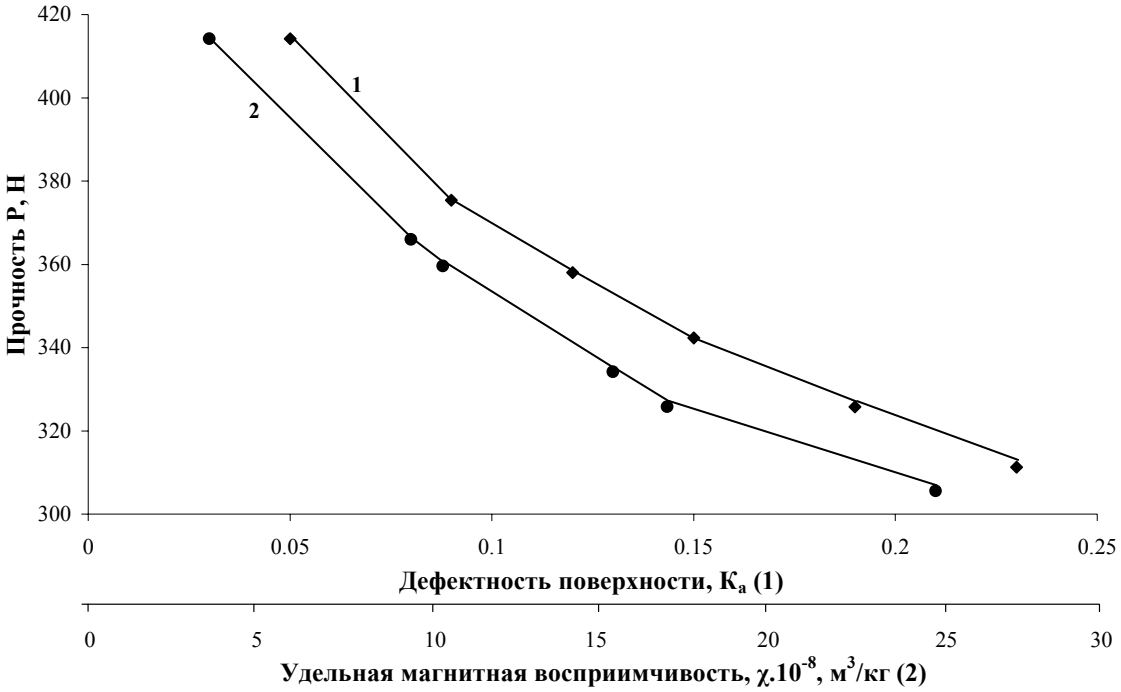


Рис. 2. Зависимость прочности от дефектности поверхности кристаллов (1) и удельной магнитной восприимчивости (2) высокопрочных шлифпорошков алмаза зернистостью 400/315.

Результаты лабораторных исследований бурения гранита импрегнированными коронками, изготовленными из различных по прочности и зернистости шлифпорошков, полученных после сортировки алмазов, представлены в табл. 5 и 6.

Как видим, с увеличением прочности шлифпорошков алмаза обеих зернистостей работоспособность бурового инструмента повышается. Так, с увеличением прочности алмазов мощность (N), затрачиваемая на разрушение породы, уменьшается. В свою очередь объемная работа разрушения породы ($A_{об}$) с увеличением прочности алмазов также уменьшается, что свидетельствует о наличии более эффективного процесса разрушения породы таким инструментом. Такая же зависимость наблюдается и на усилии резания породы (P_z). Анализируя представленные результаты, можно отметить, что показатели работы бурового инструмента, изготовленного с использованием исходных шлифпорошков алмаза обеих зернистостей марки АС200, незначительно превышают показатели работы инструмента, оснащенного шлифпорошками алмаза низкопрочного (шестого) продукта сортировки с прочностью, соответствующей марке АС160 для зернистости 400/315 или АС200 на нижнем границе интервала прочности для зернистости 315/250. При этом эксплуатационные характеристики буровых коронок, оснащенных высокопрочными порошками алмаза с высокой однородностью по прочности, по всем показателям на 20–30 % выше по сравнению с показателями работы бурового инструмента, оснащенного исходными высокопрочными порошками алмаза с однородностью по прочности на уровне 18–14 %.

Таблица 5. **Результаты лабораторных испытаний буровых коронок, оснащенных алмазными шлифпорошками зернистостью 400/315 после адгезионно-магнитной сортировки**

Технологические характеристики шлиф-порошков			Эксплуатационные характеристики							
Марка	Р, Н	$К_{одн\ пр}$ %	Частота вращения, $мин^{-1}$	Углубление, мкм/об						
				40			60			
				Мощность, N, кВт	Объемная работа, $А_{об}$, $кДж/см^3$	Усилие, P_z, Н	Мощность, N, кВт	Объемная работа, $А_{об}$, $кДж/см^3$	Усилие, P_z, Н
АС200 исх.	343,5	14	750	0,49	1,54	431	1,74	2,74	1526
АС160	305,5	48		0,66	2,07	581	2,34	3,68	2057
АС200	325,8	65		0,54	1,70	476	1,92	3,03	1685
АС200	375,4	70		0,45	1,41	397	1,60	2,51	1405
АС250	414,2	76		0,38	1,19	335	1,35	2,12	1186
АС200 исх.	343,5	14	1180	0,57	1,17	324	1,93	1,98	1105
АС160	305,5	48		0,77	1,57	437	2,60	2,65	1490
АС200	325,8	65		0,64	1,29	358	2,16	2,18	1221
АС200	375,4	70		0,53	1,07	298	1,79	1,81	1016
АС250	414,2	76		0,45	0,90	252	1,55	1,52	859

Таблица 6. **Результаты лабораторных испытаний буровых коронок, оснащенных алмазными шлифпорошками зернистостью 315/250 после адгезионно-магнитной сортировки**

Технологические характеристики шлиф-порошков			Эксплуатационные характеристики							
Марка	P, Н	$К_{одн\ пр}$ %	Частота вращения, $мин^{-1}$	Углубление, мкм/об						
				40			60			
				Мощность, N, кВт	Объемная работа, $А_{об}$, $кДж/см^3$	Усилие, P_z, Н	Мощность, N, кВт	Объемная работа, $А_{об}$, $кДж/см^3$	Усилие, P_z, Н
АС200 исх.	291,1	18	750	0,48	1,51	432	1,30	2,01	1200
АС200	259,0	40		0,51	1,60	450	1,38	2,12	1251
АС200	312,4	58		0,44	1,38	388	1,19	1,84	1080
АС250	349,4	82		0,41	1,29	362	1,11	1,78	1018
АС200 исх.	291,1	18	1180	0,56	1,12	494	1,75	1,75	1542
АС200	259,0	40		0,60	1,19	530	1,87	1,86	1654
АС200	312,4	58		0,51	1,02	452	1,59	1,59	1410
АС250	349,4	82		0,48	0,96	434	1,50	1,50	1354

Выводы

1. В результате адгезионно-магнитной сортировки высокопрочных порошков АС200 получены порошки алмаза, различающиеся между собой по степени дефектности их поверхности и, соответственно по прочности. Во всех полученных порошках коэффициент однородности по прочности увеличивается в 2,2–5,4 раза по сравнению с исходными порошками.

2. Показатели бурения гранита коронками, оснащенными шлифпорошками алмаза с высокой однородностью по прочности (более 50 %), полученными в результате сортировки, на 20–30 % превосходят аналогичные показатели работы бурового инструмента, оснащенного исходными порошками.

Литература

1. Новиков Н. В., Невструев Г. Ф., Ильницкая Г. Д. и др. Оценка качества порошков сверхтвердых материалов. – Ч. 1. – Теоретические основы метода оценки характеристик качества // Сверхтв. материалы. – 2006. – № 5. – С. 74–83. – Ч. 2. – Практическое применение нового метода оценки характеристик качества // Сверхтв. материалы. – 2006. – № 6. – С. 58–67.
2. СТП 090.042–00. Метод определения коэффициента однородности шлифпорошков из синтетических алмазов по показателю статической прочности. Стандарт предприятия. – Впервые; Введ. 01.05.2000. – К.: ИСМ НАН Украины, 2000. – 9 с.
3. Новиков Н. В., Богатырева Г. П., Никитин Ю. И., Петасюк Г. А. Методика определения показателей однородности синтетических алмазных порошков на основе системно-критериального подхода / Інструментальний світ. – К.: 2006. – № 3 (31). – С. 4–6.
4. Новиков Н. В., Богатырева Г. П., Богданов Р. К., Невструев Г. Ф., Закора А. П., Ильницкая Г. Д., Исонкин А. М. Однородные термопрочные алмазные шлифпорошки для бурового импрегнированного инструмента // Сверхтв. материалы. – 2003. – № 4. – С. 73–80.
5. Ильницкая Г. Д., Богатырева Г. П., Невструев Г. Ф. Получение высокачественных алмазных шлифпорошков // Синтез, спекание и свойства сверхтвердых материалов: Сб. науч. тр. – К.: ИСМ НАН Украины, 2005. – С. 63–71.
6. Деклараційний пат. 20031211734 України, 69948 А, МКИ В 24 D 3/00. Шліфувальний порошок і спосіб його одержання / М. В. Новіков, Г. П. Богатирьова, Г. Ф. Невструєв, Г. Д. Ільницька. – Заявл. 16.12.2003, Опубл. 15.09.2004, Бюл. № 9.
7. ДСТУ 3292–95. Порошки алмазные синтетические. Общие технические условия. Введ. 01.01.96. – К.: Госстандарт Украины, 1995. – 71 с.
8. ТУ У 28.4–05417344–2003. Шлифпорошки синтетических алмазов марок АС200, АС250, АС300, АС350, АС400. Технические условия. Введ. 01.09.03. – К.: Госстандарт Украины, 2003. – 10 с.
9. Пат. 65129 А України, МКИ G01N27/12. Спосіб оцінки дефектності зерен порошкового материалу / Г. Ф. Невструєв, Г. Д. Ільницька. – № 2003065196; Заявл. 05.06.2003, Опубл. 15.03.2004, Бюл. № 3.
10. М88 Украины 90.256–2004. Методика определения удельной магнитной восприимчивости порошков сверхтвердых материалов (СТМ). – К.: ИСМ НАН Украины, 2004. – 9 с.
11. Новиков Н. В., Богатырева Г. П., Богданов Р. К., Невструев Г. Ф., Ильницкая Г. Д. Оценка однородности высокопрочных алмазных шлифпорошков по статической прочности и термостойкости // Материалы 3-й Междунар. КНФ. – Породоразрушающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения. – К.: ИСМ НАН Украины. – 2000. – С.17–18.

Поступила 05.07.07.

УДК 621.762.4.045:621.921.34

А. А. Шульженко, член-корр. НАН Украины; **А. Н. Соколов,** канд. техн. наук**;**
М. Г. Лошак, докт. техн. наук; **Л. И. Александрова,** канд. техн. наук**; Н. И. Заика,** инженер

Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев, Украина

СВОЙСТВА И СТРУКТУРА АЛМАЗНЫХ КОМПОЗИТОВ ИНСТРУМЕНТАЛЬНОГО НАЗНАЧЕНИЯ, ПОЛУЧЕННЫХ ИЗ ПОРОШКОВ РАЗЛИЧНОЙ ДИСПЕРСНОСТИ

With use of a method of nanotechniques of magnetic character materials the nanostructural diamond composite material with a medial grit size 0,08 microns and hardness which corresponds to hardness of diamond composite materials with the size of grains 30 microns is gained. Comparative examination of temperature dependence of hardness of diamond nanostructural composites of various dispersibility is carried out. It is displayed, that thermostability of a diamond composite depends not only on a composition of the labilising component, but also from the size of diamond dusts. The gained effects specify in perspectivity of use of the gained material for a finish machining of nonferrous metals and alloys instead of natural diamonds.

Введение

Разработка новых способов изготовления режущих элементов из алмазных поликристаллов и композитов с высокой твердостью на основе алмазных порошков имеет большое значение в практическом применении указанных материалов для финишной механической обработки точением цветных металлов и их сплавов, а также различных полимерных композиционных материалов.

Требования к инструментальному материалу (высокая его термостабильность, высокая химическая инертность, стойкость к абразивному износу) определяются самим процессом обработки изделий. При резании различных по твердости и химическому составу материалов на режущую кромку оказывается высокое давление, что сопровождается выделением большого количества тепла. Высокие температуры помогают процессу резания, приводя к разупрочнению стружки, тем самым снижая силы резания, однако отрицательно влияют на инструмент [1].

Управление процессом формирования структуры поликристалла открывает возможности создавать в зависимости от областей применения материалы с требуемым сочетанием твердости, трещиностойкости, термостабильности физико-механических свойств. Поликристаллические сверхтвердые материалы (СТМ) по своим свойствам близки к монокристаллам, а по некоторым – превосходят их. Большинство алмазных поликристаллов обладают изотропией свойств, отличаются высокой износостойкостью и превосходят монокристаллы по трещиностойкости.

Как известно [2], высокий уровень физико-механических свойств поликристалла определяется его высокодисперсной зеренной структурой, что непосредственно вытекает из экспериментально установленной зависимости твердости и предела текучести от размера зерна (соотношение Холла–Петча). Отсюда следует, что для получения поликристаллического материала с плотной, однородной, мелкозернистой структурой перспективно использование алмазных порошков нанометрического диапазона. При соответствующих условиях в нанодисперсном поликристалле возможна реализация уникального комплекса механических свойств, например, сочетание очень высоких твердости и трещиностойкости.

Однако при разработке технологии получения новых сверхтвердых материалов с использованием исходных наноматериалов важной проблемой является сохранение нанодисперсного состояния материала в процессе спекания. Кроме того, следует помнить о высокой структурной чувствительности механических свойств, что особенно остро проявляется при использовании наноматериалов. Особенностями структуры таких материалов являются ма-

лая величина кристаллитов и, соответственно, большая объемная доля границ, приграничных областей и тройных стыков нанозерен, высокий уровень внутренних напряжений; наличие примесей и других дефектов как собственно присущих наноматериалам, так и внесенных в процессе весьма сложной технологии их получения [2].

Существенное влияние на физико-механические свойства нанокристаллических материалов оказывает пористость. Поры, как правило, располагаются по границам зерен и в областях тройных стыков. Для порошковых наноматериалов особенно неблагоприятно наличие крупных пор, которые возникают в случае использования агломерированных нанопорошков [3].

Нами ранее было показано [4–7], что сочетание предварительной механической активации исходной шихты с введением в нее активирующих добавок позволяет существенно повысить физико-механические характеристики (твердость в 1,7, а трещиностойкость почти в 2 раза) спеченного в условиях высокого давления и температуры алмазного нанокомпозита. Этот результат, прежде всего, достигнут за счет однородности микроструктуры спеченного композита и подавления процесса зарождения микротрещин благодаря введению активирующих добавок.

Как уже выше отмечалось, одним из основных условий обеспечения эффективности обработки материалов резанием является термостабильность физико-механических свойств режущего поликристалла.

Исходным сырьем для спекания алмазных поликристаллов служат порошки синтетических алмазов. Очевидно, что физико-механические характеристики этих порошков оказывают существенное влияние на свойства получаемого поликристалла.

Экспериментальные данные по температурной зависимости твердости синтетических алмазов в широком интервале температур были получены, в частности, в работе [8]. Было установлено существенное снижение твердости алмазов при температурах выше 700 *К*. Как было показано в [9, 10], одной из причин этого снижения является присутствие в кристаллах синтетических алмазов включений сплава-растворителя, которые при высоких температурах являются источниками дополнительных напряжений в кристалле из-за существенных различий в величине коэффициента теплового расширения алмаза и составляющих сплава-растворителя.

Таким образом, исследование условий спекания, обеспечивающих получение термостабильных алмазных поликристаллов, является одной из ключевых задач создания высокоэффективного режущего инструмента.

Целью настоящей работы было исследование физико-механических свойств и структуры алмазных поликристаллических композиционных материалов, полученных из порошков различной дисперсности.

Исходные материалы и методика эксперимента

В качестве исходного материала использовали смеси нанопорошков алмаза статического синтеза АСМ5 0,1/0 и АСМ5 0,5/0, не подвергавшиеся предварительной химической очистке и термообработке в вакууме, фракционный и примесный состав которых соответствовал ДСТУ 3292–95 [11].

Согласно данным, полученным нами ранее методом просвечивающей электронной микроскопии, исходный порошок полностью состоит из агрегатов частиц. Общий диапазон размеров частиц в агрегатах – 20–250 нм. Основная составляющая – это частицы размером 20–70 нм пластинчатой формы. Для частиц размерами 100–250 нм характерна огранка морфологически плоскими поверхностями, мелкие частицы имеют сильно разрыхленные поверхности огранки (в виде бахромы) [4].

Спекание при высоких давлениях проводили с использованием аппарата высокого давления (АВД) типа «тороид» с диаметром центрального углубления 13 мм, который обеспечивает спекание при давлениях до 8,0 ГПа.

В качестве добавки, активирующей процесс спекания, был выбран оксид кобальта (CoO) [12].

Подготовленную смесь активировали методом многократного изостатического прессования при давлениях от 1,1 до 5,0 ГПа.

Спекание шихты проводили при давлении 8,0 ГПа, температуре 2000 *К*, продолжительность спекания составляла 20–30 с.

Для изучения микроструктуры материала и определения его физико-механических характеристик на одной из плоских поверхностей образцов после снятия поверхностного слоя были изготовлены шлифы, качество которых позволяло проводить исследования микроструктуры и обеспечивало минимальную погрешность при замерах на оптическом микроскопе величины отпечатка индентора при определении твердости, а также длины трещин, образовавшихся в углах отпечатка при вдавливании индентора, по величине которых рассчитывали трещиностойкость материала K_{IC}.

Твердость образцов определяли на приборе ПМТ при вдавливании четырехгранной алмазной пирамиды Виккерса при нагрузках от 5 Н (HV0.5) до 50 Н (HV5.0). Для контроля состояния алмазного индентора в обоих случаях использовали соответствующие эталоны.

Твердость при высоких температурах определяли на установке для измерения микротвердости алмазов и других сверхтвердых материалов, разработанной в Институте сверхтвердых материалов НАН Украины [13]. Установка позволяет измерять микротвердость в диапазоне температур 20–1000 ºС в вакууме $1{,}3 \cdot 10^{-3}$ Па при нагрузках 0,1–10 Н. Испытания композитов выполнены при нагрузке 5 Н с выдержкой 30 с.

Экспериментальные результаты

В большинстве образцов, полученных при спекании шихты, содержащей в качестве растворителя углерода оксид кобальта, даже в микрообъемах не выявляется неалмазный углерод. На микроэлектронограммах от различных участков образцов выявляются единичные точечные отражения, которые могут быть отнесены к соединениям кобальта [6].

Установленные особенности структурного состояния исследованных образцов позволяют заключить, что в условиях их спекания происходят процессы структурных превращений как на границах, так и в объеме частиц. Поскольку между зернами имеются сплошные границы, то это является свидетельством того, что при спекании проходят процессы диффузионного массопереноса. Так как диффузионная подвижность алмазного углерода низка в исследованных термодинамических условиях спекания (p = 8 ГПа, T = 2000 *К*), то можно предположить, что диффузионный массоперенос алмаза обусловлен главным образом присутствием жидкой фазы.

Рентгеноструктурный анализ образцов, спеченных в условиях высоких давлений и температур в системе $C_{алм}$ + CoO, показывает на полное отсутствие чистого кобальта, который мог бы выступать в качестве жидкой фазы. Результатами исследований установлено, что большая часть активирующей добавки после спекания остается без изменений, а примерно 1/4 ее часть при взаимодействии с углеродом образует карбонат кобальта ($CoCO_3$), который в условиях высоких давлений и температур является растворителем углерода и, по нашему мнению, является источником жидкой фазы в системе $C_{алм}$ + CoO.

В таблице приведены сравнительные данные физико-механических свойств полученных поликристаллов.

Как следует из приведенных данных, наиболее высокими значениями твердости и трещиностойкости обладает образец, полученный спеканием шихты, содержащей 5 % (по массе) активирующей добавки.

На рис. 1 приведены результаты изучения температурной зависимости твердости алмазного наноструктурного композита, полученного спеканием алмазных нанопорошков статического синтеза с активирующей добавкой (CoO) в количестве 5 % (по массе). Для сравнения приведены температурные зависимости твердости монокристалла синтетического алмаза [8], АКТМ (размер алмазных зерен 25 мкм) и алмазного композита с элементами наноструктуры (размер алмазных зерен 0,5 мкм) [14].

Физико-механические свойства поликристаллических сверхтвердых материалов

Образец	Содержание растворителя углерода на основе кобальта, % (по массе)	Размер зерен, нм	Твердость *HV*, ГПа, при нагрузке на индентор 10 Н	Трещиностойкость, МПа·м$^{1/2}$
Алмазный наноструктурный поликристалл	0	50–80	32,5	3,8
Алмазный наноструктурный композит	2	50–80*	30,5	6,0
Алмазный наноструктурный композит	3	50–80*	44,8	6,5
Алмазный наноструктурный композит	5	50–80*	44,0	8,3
Алмазный наноструктурный композит	15	70–100	32,1	При нагрузке 10 Н трещины в углах отпечатка практически отсутствуют

* Встречаются также зерна размером 100–200 нм.

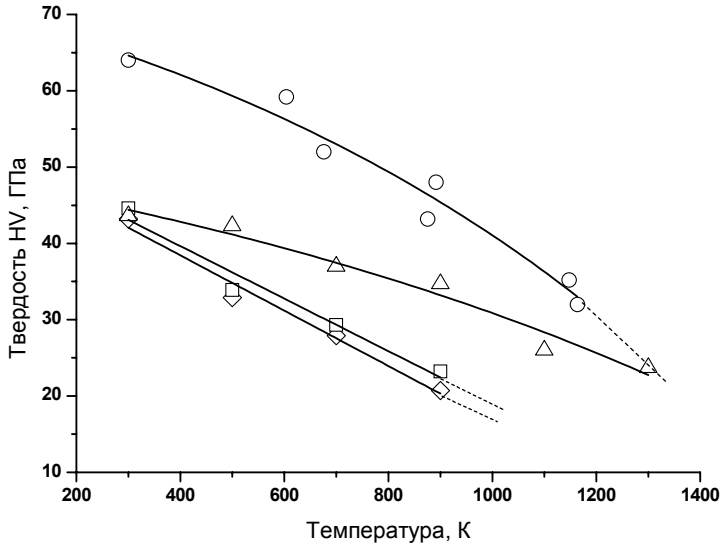


Рис. 1. Температурная зависимость твердости монокристалла синтетического алмаза (○), наноструктурного алмазного композита со средним размером частиц 0,08 мкм (△), алмазного композита со средним размером частиц 0,5 мкм (□) и алмазного композита со средним размером частиц 25 мкм (◊).

Алмазный композиционный материал АКТМ изготавливали из порошка зернистостью 28/20 путем пропитки кремнием при высоких давлениях и температурах. Структура такого композита представляет собой каркас из алмазных частиц (80–85 % от общего объема), между которыми находится карбид кремния, образовавшийся в процессе спекания композита, и

небольшое количество несвязанного кристаллического кремния. Алмазный композит с элементами наноструктуры получали спеканием при высоких давлениях и температурах шихты, состоящей из порошка алмаза зернистости 1/0 (90 % (по массе)), оксида кобальта (5 % (по массе)) и кобальта (5 % (по массе)) [14].

Как следует из приведенных экспериментальных данных, полученный нами алмазный нанокомпозит отличается более высокой термостабильностью – при температуре 1000 *K* его твердость снижается в 1,4 раза, в то же время для алмаза, алмазного композита с элементами наноструктуры и АКТМ снижение твердости составляет соответственно 1,6; 2,4 и 2,5 раза.

Анализ полученных данных позволяет также сделать вывод о том, что термостабильность спеченного алмазного композита обеспечивается не только благодаря введению активирующих процесс спекания добавок, но и за счет уменьшения размера зерен алмазов в исходной шихте.

Обсуждение результатов

Высокая термостабильность алмазного наноструктурного композита достигается за счет увеличения доли прочных контактов между зернами при спекании нанопорошков алмаза при высоких *p,T*-параметрах. Вторая причина высокой термостабильности композита связана с примесным составом спекаемых алмазных порошков. Как известно, с ростом размера зерен растет и содержание в них примесей и включений. Основным технологическим приемом получения микропорошков и субмиропорошков (нанопорошков) статического синтеза является дробление более крупных фракций [15]. В процессе дробления значительная часть находящихся внутри кристалла включений металла-растворителя вскрывается и либо удаляется, либо переводится в оксиды при последующей химической очистке порошков, что в конечном итоге приводит к значительному снижению содержания примесей в порошках более мелких фракций [16].

В [17] указывается, что для ковалентных кристаллов характер изменения твердости в зависимости от температуры можно толковать следующим образом. Скорость дислокаций в ковалентных кристаллах увеличивается экспоненциально с увеличением температуры, в соответствии с этим растет длина дислокаций при их движении, плотность дислокаций увеличивается, в результате чего твердость уменьшается с температурой. Исходя из таких представлений, зависимость твердости от температуры можно представить в виде:

$$HV = H_0 \exp\left(\frac{U}{kT}\right), \quad (1)$$

где *HV* – твердость;

k – постоянная Больцмана;

T – температура;

U – энергия активации движения дислокаций.

На рис. 2 приведены зависимости твердости полученных поликристаллов от температуры в координатах *lnHV–1/T*.

Как следует из рис. 2, полученные нами и литературные экспериментальные данные по температурной зависимости твердости хорошо согласуются с зависимостью (1). При этом мы видим, что в случае поликристаллов фактически при одной и той же температуре 690–710 *K*, что находится в пределах ошибки измерений) происходит изменение механизма движения дислокаций.

Кольштедт [18] показал, что перегибы на графиках в координатах *lnH–1/T* для монокристаллов переходных карбидов свидетельствуют о том, что в интервале температур $(0{,}25–0{,}66)T_{пл}$ (температура плавления) активируется ряд различных механизмов с переходом от одного механизма к другому в пределах очень специфических гомологических температур. Он предположил, что доминантные механизмы в этих материалах определяются активной системой скольжения с переходом хрупкое–пластичное, происходящим около $0{,}33T_{пл}$, т.е. при температурах, когда скольжение может происходить на {111} плотно упакованных плоскостях. Аналогичный результат был получен Харрисом, Бруксом и Тейлором [19] при изучении температурной зависимости твердости композитов инструментального назначения на основе кубического нитрида

бора (cBN). Ими было показано, что изменение механизма движения дислокаций в композитах на основе cBN, содержащих TiC и TiN происходит при температурах около $0{,}4T_{пл}$.

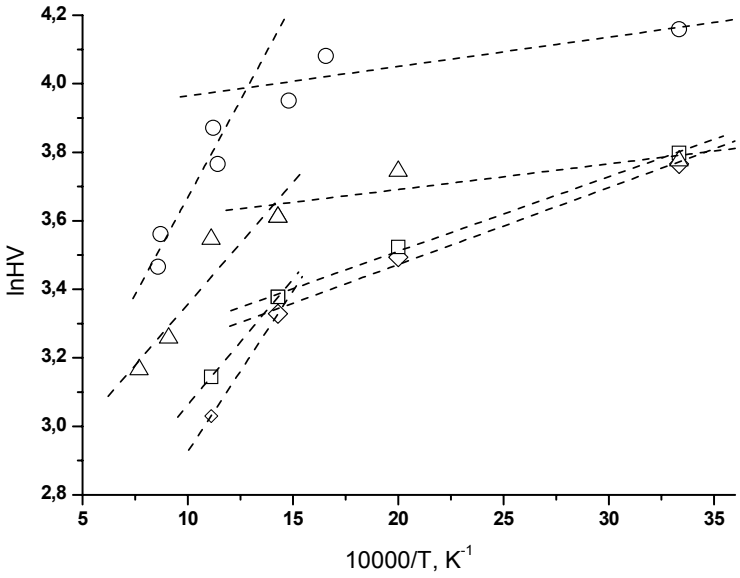


Рис. 2. Температурная зависимость твердости монокристалла синтетического алмаза (○), наноструктурного алмазного композита со средним размером частиц 0,08 мкм (△), алмазного композита со средним размером частиц 0,5 мкм (□) и алмазного композита со средним размером частиц 25 мкм (◊) в координатах lnHV–1/T.

В работе [20] указывается, что рядом авторов экспериментально показано, что при расчетах прочности алмаза и оценке энергии активации движения дислокаций в нем при нормальном давлении следует использовать эффективную температуру плавления $T_{пл\ эфф} \sim 2000\ K$. Как отмечают авторы, эта температура соответствует температуре интенсивного протекания графитизации, поэтому переход алмаз–графит можно рассматривать как почти полное разупорядочение кристалла. А вот при расчетах в области термодинамической стабильности алмаза нужно использовать $T_{пл.} \sim 4000\ K$.

Если принять во внимание отмеченное выше замечание, то получим для наших алмазных композитов значение изменения механизма движения дислокаций, равное $0{,}33T_{пл.эфф}$, а для кристалла синтетического алмаза – $0{,}39T_{пл.эфф}$, что хорошо согласуется с результатами Кольштедта и Харриса с соавторами.

Таким образом, температурная зависимость твердости отражает изменения в структурном состоянии материала, причем изменение механизма формирования структурного состояния происходит при определенной температуре, что указывает на общность процессов, протекающих в алмазном композите, композите с элементами наноструктуры, нанокомпозите, кристаллах синтетического алмаза.

Испытания полученного алмазного наноструктурного композита в лезвийном инструменте показали его высокую эффективность, в частности, при прецизионном точении алюминиевого сплава АМГ-6. Его применение позволяет снизить шероховатость обработанной поверхности до уровня Ra = 0,015–0,018 мкм [21].

Выводы

1. Впервые с использованием метода нанотехнологий порошковых материалов получен наноструктурный алмазный композиционный материал со средним размером зерна 0, 08 мкм и твердостью, которая соответствует твердости алмазных композиционных материалов

с размером зерен 30 мкм. Полученный материал сохраняет твердость выше 23 ГПа при нагреве до температуры 1200 *К*.

2. Впервые показано, что термостабильность алмазного композита зависит не только от состава активирующей добавки, но и от размера алмазных порошков.

3. Показано, что температурная зависимость твердости отражает изменения в структурном состоянии материала, причем изменение механизма формирования структурного состояния происходит при определенной температуре, что указывает на общность процессов, протекающих в алмазном композите, композите с элементами наноструктуры, нанокомпозите, кристаллах синтетического алмаза.

4. Полученные результаты указывают на перспективность использования нанокомпозиционного материала для финишной обработки цветных металлов и сплавов вместо природных алмазов.

Литература

1. Інструменти з надтвердих матеріалів / Під ред. М. В. Новикова. – К.: ІНМ НАНУ, 2001. – 528 с.
2. Андриевский Р. А., Глезер А. М. Размерные эффекты в нанокристаллических материалах. II. Механические и физические свойства // Физика металлов и металловедение. 2000. – 89, № 1. – С. 91 – 112.
3. Mayo M. J. Synthesis and application of nano-ceramics // Mater. Design. – 1993. – 29. – P. 323–329.
4. Шульженко А. А., Соколов А. Н., Гаргин В. Г. Активированное спекание алмазных нанопорошков в условиях высоких давления и температуры // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника, технология его изготовления и применения. Вып. 7. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля, 2004. – С. 101–106.
5. Shulzhenko A. A., Bochechka O. O., Sokolov A. N., Gargin V. G. The physico-mechanical properties of polycryctals produced by HP-TP sintering of diamond nanopowders // Deformation and Fracture in Structural PM Materials. Proceeding of the International Conference DF PM 2005 Stara Lesna, September 27–30, 2005 / Editor: L. Parilak, H. Danninger. – Košice, Slovakia: IMR SAS, 2005. – P. 124–130.
6. Соколов А. Н., Шульженко А. А., Гаргин В. Г. Сверхтвердый наноалмазный композит инструментального назначения // Рос. хим. ж. (Ж. Рос. хим. об-ва им. Д. И. Менделеева). – 2006. – 50, № 1. – С. 50–53.
7. Шульженко А. А., Соколов А. Н., Олейник Г. С. Получение в условиях высоких давлений и температур наноструктурных композитов инструментального назначения // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника, технология его изготовления и применения. – Вып. 9. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля, 2006. – С. 132–138.
8. Бакуль В. Н., Лошак М. Г., Мальнев В. И. Зависимость микротвердости синтетического алмаза от температуры // Всесоюзн. конф. «Новое в теории и практике создания и применения синтетических сверхтвердых материалов». Тез. докл. – Ч. 1. – Синтез и исследование свойств сверхтвердых материалов. – К.: 1977. – С. 25–28.
9. Гаргин В. Г. Термическое разрушение синтетических алмазов // Сверхтв. материалы. – 1982. – № 2. – С. 17–20.
10. Shulzhenko A. A., Varga L., Hidasi B. Strength and Thermal Resistance of Synthetic Diamonds. – Refractory Metals and Hard Materials. – 1992. – 11. – P. 285–294.
11. Порошки алмазні синтетичні. Загальні технічні умови. ДСТУ 3292–95, К.: Держстандарт України, 1995. – 71 с.
12. Патент 21463 України, МПК[7] С 22 С 26/00. Спосіб одержання композиційного матеріалу на основі нанопорошків алмазу / О. О. Шульженко, О. М. Соколов, В. Г. Гаргін, Н. О. Русінова. – Опубл. 15.03.07, Бюл. № 3.
13. Бакуль В. Н, Евдокименко В. В., Литвинова Л. И. и др. Установка для измерения микротвердости алмаза при высоких температурах // Синтетические алмазы, 1978. – Вып. 1. – С. 20–21.

14. Шульженко А. А., Лошак М. Г., Девин Л. Н., Гаргин В. Г., Александрова Л .И., Заика Н. И., Русинова Н. А. Механические характеристики алмазных композиционных материалов, полученных с использованием алмазов различных размеров // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника, технология его изготовления и применения. Вып. 9. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля, 2006. – С. 139–145.
15. Никитин Ю. И. Технология изготовления и контроль качества алмазных порошков. – К.: Наук. думка, 1984. – 264 с.
16. Богатырева Г. П., Крук В. Б., Невструев Г. Ф., Билоченко В. А. Термохимическая очистка алмазных микропорошков // Сверхтв. материалы. – 1982. – № 3. – С. 29–32.
17. Hwang Y., Kim H., Cho S., Um Y. and Park H. Temperature dependence of Vickers hardness for $Cd_{1-x}Mn_xTe$ ($0 \le x \le 0{,}82$) single crystals // J. Cryst. Growth**.** – 2003. – 249, N 3–4. – P. 391–395.
18. Kohlstedt D.L. The temperature dependence of micro-hardness of the transition-metal carbides // J. Mater. Sci. – 1973. – 8, N 6. – P. 777–786.
19. Harris T. K., Brookes E. J. and Taylor C. J. The effect of temperature on the hardness of polycrystalline cubic boron nitride cutting tool materials // Intern. J. Refract. Metals and Hard Materials. – 2004. – 22, N 2–3. – P. 105–110.
20. Мильман Ю. В., Трефилов В. И. Разрушение тугоплавких материалов с ковалентной межатомной связью // Физика хрупкого разрушения. – Ч. 2. – К.: ИПМ АН УССР, 1976. С. 3–17.
21. Розенберг О. А., Шульженко А. А., Сохань С. В. и др. Прецизионное точение алюминиевого сплава АМГ-6 алмазным наноструктурным инструментом // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника, технология его изготовления и применения. – Вып. 9. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля, 2006. – С. 324–330.

Поступила 01.07.07.

УДК 621.921.34-492.2:539.533

А. А. Бочечка, докт. техн. наук[1]; **А. А. Шульженко,** член-кор. НАН Украины[1]; **Л. И. Александрова,** канд. техн. наук[1]; **В. С. Гаврилова**, **Н. И. Заика,** инженеры[1]; **М. Г. Лошак,** докт. техн. наук[1]; **С. Н. Назарчук**, асп.[1]; **Л. А. Романко**, канд. техн. наук[1]

[1]*Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев, Украина*

ТЕМПЕРАТУРНАЯ ЗАВИСИМОСТЬ МИКРОТВЕРДОСТИ КОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ АЛМАЗНОГО НАНОПОРОШКА ДЕТОНАЦИОННОГО СИНТЕЗА

Results of studying of hardness, fracture toughness and temperature dependence of microhardness of composites based on diamond nanopowder of detonation synthesis UDD and carbides of transitive metals, and also, polycrystals sintered from diamond nanopowder of static synthesis are considered. It is shown, that composite UDD–WC has the highest level of physicomechanical properties.

Введение

Получение наноструктурных поликристаллов или композитов из алмазных нанопорошков как детонационного, так и статического синтеза позволяет изготовлять на их основе лезвийный инструмент для чистовой обработки широкого класса материалов. Поэтому улучшение эффективности процесса спекания алмазных нанопорошков является актуальной задачей.

Как было показано в [1], при спекании алмазного нанопорошка детонационного синтеза без добавок и без дегазации интенсивная графитизация начинается при $T > 1200$ °С за счет взаимодействия алмаза с кислородсодержащими соединениями, которые находятся в порах поликристалла, и функциональными группами на поверхности алмазных наночасти-

чек. Вакуумная дегазация дает возможность повысить температуру спекания до 1600 °С, однако дальнейшее повышение температуры вызывает графитизацию. Кроме того, при спекании алмазных микро- и нанопорошков не наблюдается суммирования внешнего и капиллярного давлений, в результате при одинаковых параметрах спекания плотность спеченных поликристаллов снижается с уменьшением размера спекаемых частиц [2]. Было показано [3], что добавление к алмазному нанопорошку детонационного синтеза субмикропорошка карбида вольфрама или карбида ванадия способствует спеканию алмазной составляющей нанокомпозита при температурах выше 1600 °С.

В настоящей работе приводятся результаты изучения температурной зависимости твердости композитов на основе алмазного нанопорошка УДА и карбидов переходных металлов, а также, для сравнения, поликристаллов, спеченных из алмазного нанопорошка статического синтеза, обсуждается связь полученных зависимостей со структурой и электрофизическими свойствами исследованных материалов.

Методика исследования

Для спекания образцов были использованы алмазный нанопорошок статического синтеза АСМ5 0,1/0 с размером частиц 50–100 нм производства Опытного завода ИСМ, а также алмазный нанопорошок детонационного синтеза – так называемый ультрадисперсный алмаз (УДА) [4], диапазон размеров частиц которого составляет 2–20 нм [5]. Для очистки от различного рода примесей проведена химико-термическая обработка порошков.

Проведение десорбции газов, физически адсорбированных поверхностью порошков АСМ5 0,1/0 и УДА, осуществлялось путем термообработки в вакууме при температуре 500 °С до давления остаточных газов 10^{-3} Па компактов, спрессованных из указанных порошков. В соответствии с [6] при такой температуре с поверхности нанодисперсных алмазных порошков практически полностью удаляются физически адсорбированные вода и CO_2. Герметизация рабочего объема АВД осуществлялась механически.

Эксперименты при высоком давлении были проведены в АВД типа «тороид» с диаметром центрального углубления 20 мм [7].

После спекания полученные образцы были химически очищены от остатков материала контейнера, для подготовки поверхностей к измерениям произведена механическая обработка образцов, методом гидростатического взвешивания в воде определена их плотность [8]. Доверительный интервал определения плотности при надежности 0,95 составлял 0,01 г/см^3.

Определение температурной зависимости микротвердости проводили на установке ВИТ-2 [9]. В рабочей вакуумной камере установки размещены нагревательное устройство с рубашкой охлаждения, узел перемещения образца с приводом и рычажное устройство с индентором, грузом, контактным устройством. Давление остаточных газов не превышало $2{,}6 \cdot 10^{-3}$ Па. Нагрев образца и индентора – радиационный, управление температурой осуществлялось программным регулятором температуры РТП-3М, обеспечивающим диапазон температур 100–1600 °С с точностью ±0,5 °С, измерение температуры осуществляли вольфрам-рениевой термопарой ВР-5/20. При фиксированной температуре индентором Виккерса с нагрузкой 5 Н на образец наносили по три отпечатка. Размер диагонали отпечатков после извлечения образца из камеры измеряли на оптическом микроскопе «Neofot». Величину твердости вычисляли как отношение нагрузки к площади проекции отпечатка на плоскость, перпендикулярную направлению приложения нагрузки. Доверительный интервал определения твердости при надежности 0,95 не превышал 6 ГПа.

Трещиностойкость определяли по Палмквисту путем индентирования индентором Виккерса при нагрузке 50 Н [10].

Исследование структуры полученных образцов проводили методами просвечивающей электронной микроскопии тонких фольг и угольных реплик от естественных изломов, а также растровой электронной микроскопии.

Определение удельного электрического сопротивления композитов проводили методом измерения вольтамперных характеристик (ВАХ) на постоянном токе с использованием прижимных контактов. Величину сопротивления определяли на омическом участке ВАХ.

Результаты и обсуждение

В табл. 1 представлены условия получения поликристаллов и композитов на основе алмазных нанопорошков статического и детонационного синтеза – состав смеси для спекания, проведение (+) или отсутствие (–) вакуумной дегазации, параметры спекания в АВД: температура $T_{сп}$ и продолжительность t, а также физико-механические свойства полученных образцов – твердость $HV5$ (нагрузка на индентор 50 Н), микротвердость H_{μ} (нагрузка на индентор 5 Н), трещиностойкость K_{1C}, определенные при комнатной температуре.

Как видно из таблицы, проведение вакуумной дегазации существенно увеличивает микротвердость поликристаллов, спеченных из нанопорошка статического синтеза АСМ5 0,1/0. Это подтверждает результаты, полученные в работе [2], в соответствии с которыми проведение десорбции газов с поверхности частиц указанного алмазного нанопорошка путем вакуумной обработки в сочетании с герметизацией рабочего объема не увеличивает плотность полученных поликристаллов, но за счет уменьшения графитизации спекаемых алмазных наночастиц твердость поликристаллов по Кнупу (при нагрузке на индентор 10 Н) возрастает в 1,5–2 раза.

Таблица 1. **Условия получения и физико-механические свойства поликристаллов и композитов, спеченных из алмазных нанопорошков**

№ образцов	Состав смеси		Вакуумная дегазация	Параметры спекания		$HV5$, ГПа	H_{μ}, ГПа	K_{1C}, МПа·м$^{1/2}$
	Алмазный порошок	Добавки		$T_{сп}$, °С	t, с			
1	АСМ5 0,1/0	–	–	1500	20	20,5	21,7	2,3–3,0
2	АСМ5 0,1/0	–	+	1500	20	Не опр.	32,5	Не опр.
3	УДА	Борн. кисл.	+	1500	45	7,1	10,4	Не опр.
4	УДА	WC	+	1500	20	26,1	32,7	6,5
5	УДА	WC, Co	+	1500	20	18,6	24,6	Не опр.
6	УДА	VC	+	1450	15	20,0	25,4	4,4

Величина удельной поверхности алмазного нанопорошка детонационного синтеза УДА, по данным [11], превышает соответствующую величину алмазного нанопорошка статического синтеза АСМ5 0,1/0 более чем в 20 раз. Поэтому и количество кислородсодержащих соединений на поверхности частиц, и величина сил, противодействующих уплотнению нанопорошка под действием внешнего давления, в УДА значительно выше по сравнению с нанопорошком АСМ5 0,1/0. Изготовить образец из УДА, пригодный для механической обработки и дальнейшего измерения физико-механических свойств, без осуществления вакуумной дегазации и обработки порошка в спиртовом растворе борной кислоты не удалось из-за большой хрупкости полученных образцов. Как видно из приведенных данных, самый высокий уровень физико-механических свойств достигается при использовании в качестве добавки к УДА субмикронного порошка карбида вольфрама, при этом и по микротвердости, и по трещиностойкости полученные композиты превышают даже поликристаллы на основе алмазного нанопорошка статического синтеза. Хотя по характеру уплотнения композита добавка порошка карбида ванадия аналогична добавке WC [3], уровень достигнутых свойств в композите УДА–VC несколько ниже. Кроме того, в отличие от нанокомпозита на основе АСМ5 0,1/0 и кобальта [12], добавка Co в смесь УДА–WC существенно снижает не только плотность [3], но и величины твердости и

микротвердости полученного композита как при комнатной температуре (см. табл. 1), так и при нагреве (рис. 1), причем особенно резкое снижение наблюдается при температуре 600 °С.

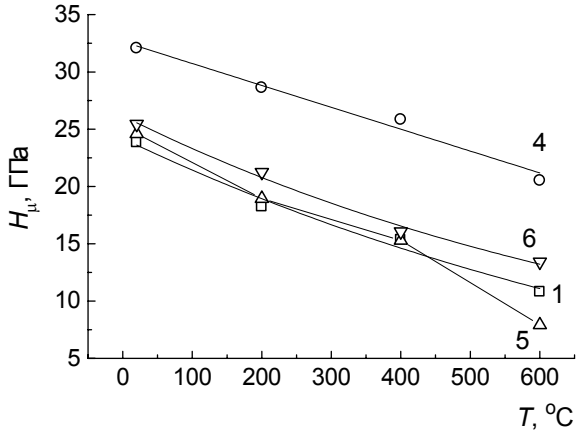


Рис. 1. Зависимость от температуры микротвердости поликристаллов и композитов на основе алмазных нанопорошков (цифрами указаны номера образцов в табл. 1).

Температурная зависимость твердости алмаза определяется механизмом его течения под действием высокого локального напряжения, создаваемого индентором. Несмотря на то, что алмаз является самым твердым и очень хрупким веществом, считается, что образование отпечатка под индентором при комнатной температуре происходит за счет его пластической деформации [13]. Авторы работы [14] на полученной ими зависимости микротвердости алмаза от температуры выделяют два участка: линейную зависимость при низких температурах и экспоненциальную – при высоких. Однако если представить указанную зависимость $H_\mu(T)$ в координатах $\ln H_\mu - 1/T$, где T – температура в K (рис. 2), то можно утверждать, что имеются три участка на этой зависимости, которые описываются экспоненциальной функцией

$$H_\mu = H_0 \exp\left(\frac{E_a}{RT}\right),$$

где H_0 – константа;

R – универсальная газовая постоянная.

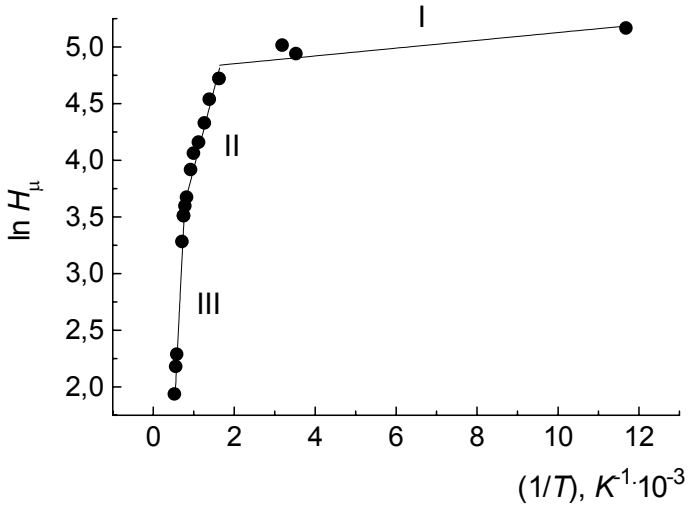


Рис. 2. Температурная зависимость микротвердости природного алмаза (грань (001)) в координатах $\ln H_\mu - 1/T$ *(экспериментальные значения взяты из работы [14]).*

Отмеченные участки характеризируются различными энергиями активации E_a (табл. 2), и, соответственно, ход кривой на каждом из них вызван различными механизмами течения алмаза при индентировании.

Таблица 2. **Энергии активации, характеризирующие механизм течения алмаза при индентировании (на основе зависимости, полученной в работе [14])**

Температурный участок (рис. 2)	Диапазон температур, *K*	E_a, кДж/(моль·*K*)
I	77–610	0,29 ± 0,02
II	610–1310	11,6 ± 0,9
III	1310–2000	59 ± 5

На участке III механизм течения алмаза под индентором достаточно изучен и в соответствии с работой [14] связан с дислокационным механизмом пластической деформации, где движение дислокаций рассматривается как результат термически активируемого образования и перемещения двойных перегибов с учетом прямых и обратных скачков дислокаций. В то же время механизм течения на участках I и II нуждается в уточнении.

Если представить температурные зависимости микротвердости поликристаллических материалов, показанные на рис. 1, в координатах $\ln H_\mu - 1/T$ (рис. 3), то можно заметить, что по наклону линий, т. е. по величинам энергии активации, они близки к зависимостям на участках I и II для природного алмаза. Это означает, что температурно зависимые составляющие механизма течения под индентором в монокристалле алмаза и в поликристаллических материалах на основе алмазных нанопорошков как детонационного, так и статического синтеза, по крайней мере в интервале 290–610 *K*, существенно не отличаются. Различия, причем большие, наблюдаются в абсолютных значениях микротвердости, даже с увеличением температуры разница в значениях H_μ для исследованных образцов, за исключением образца 5, не уменьшается. Температурно независимыми факторами, которые влияют на образование отпечатка под индентором, являются степень уплотнения в поликристалле и уровень связи между спеченными частицами. По этим показателям лучшим из исследованных в настоящей работе материалов является композит УДА–WC.

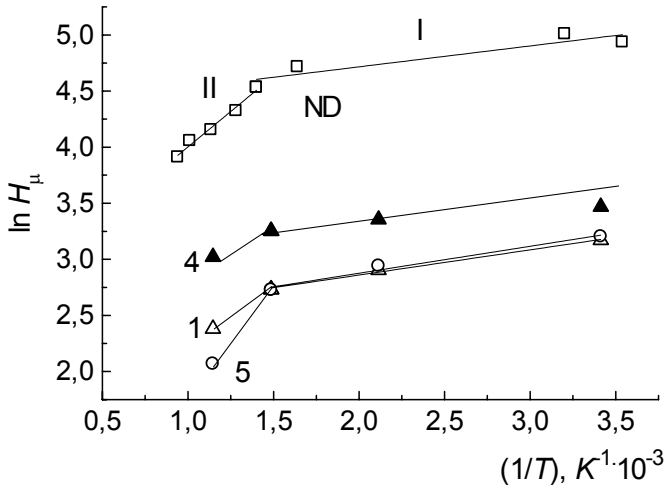


Рис. 3. Температурная зависимость микротвердости монокристалла природного алмаза (ND) и поликристаллических алмазных материалов в координатах $\ln H_\mu - 1/T$ *(цифрами указаны номера образцов в табл. 1).*

Резкое падение твердости для образца 5 на участке II свидетельствует, очевидно, о том, что взаимодействие алмазной составляющей с кобальтом в композите УДА–WC–Co при 600 °C и выше приводит к необратимой деградации материала.

Исследование структуры композита УДА–WC проведено методом просвечивающей электронной микроскопии тонких фольг и угольных реплик с естественных поверхностей изломов образцов, разрушенных ударом при комнатной температуре. Установлено, что во

всем объеме образцов зеренная структура алмазной матрицы является однородной: размеры зерен не превышают 20–30 нм. Неалмазная составляющая углерода в образцах не обнаружена. Типичная микроструктура алмазной составляющей образцов приведена рис. 4.

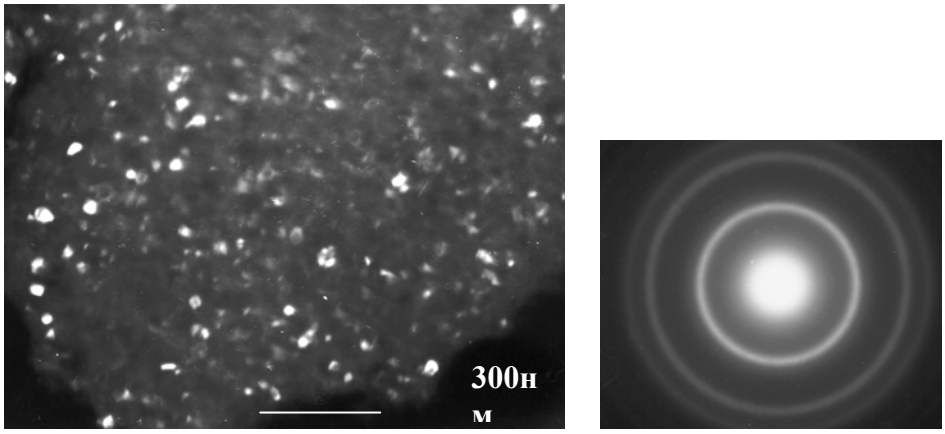


Рис. 4. Зеренная микроструктура алмазной матрицы в композите УДА–WC: темнопольное изображение в фрагменте кольца 111_a и микроэлектронограмма.

Частицы карбида вольфрама зернистости 0,5–0,3 мкм распределены по объему образцов в крайней степени неоднородно – они образуют отдельные локальные области, представляющие собой скопления зерен, в системе которых проходит собирательная рекристаллизация. Однако поверхности сопряжения алмазная матрица–карбид вольфрама являются сплошными, выделений графита и каких-либо других фаз не обнаружено. Выявляется некоторая тенденция к формированию более крупных зерен алмаза (до 50 нм) в приграничных зонах матрицы, контактирующей с частицами карбида вольфрама. Зерна карбида вольфрама являются сильно деформированными: в них наблюдаются скопления полных дислокаций и группы дефектов упаковки. Типичная деформационная субструктура таких зерен приведена на рис. 5.

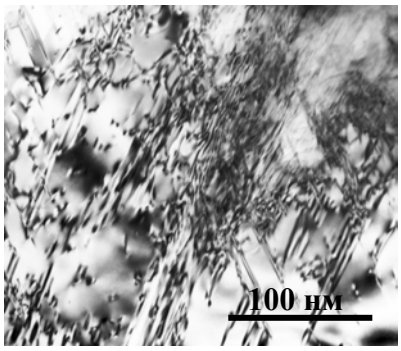


Рис. 5. Деформационная субструктура в частицах карбида вольфрама в композите.

На электронных микрофрактограммах образцов выявляется также однородная нанодисперсная структура алмазной матрицы и крупные зерна карбида вольфрама (рис. 6). Анализ микрофрактограмм большого количества участков позволяет заключить, что разрушение зерен карбида вольфрама проходит, главным образом, сколом, хотя имеется также некоторая доля участков разрушения по границам сопряжения алмазная матрица–карбид вольфрама. Эти особенности строения микроструктур поверхностей разрушения являются основанием для вывода, что в исследованных условиях спекания композита УДА–WC формируются прочные границы сопряжения между матрицей и армирующей составляющей.

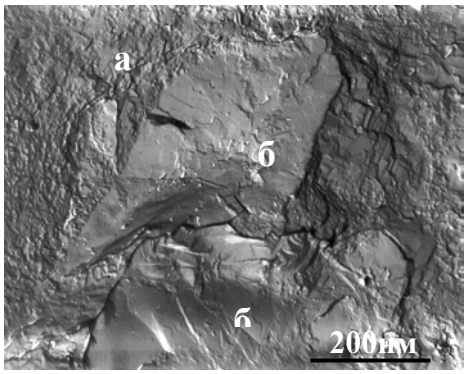


Рис. 6. Типичная электронная микрофрактограмма композита УДА–WC : а – алмазная матрица, б – зерна карбида вольфрама, разрушенные сколом.

Об образовании стойкой непроводящей оболочки на поверхности образцов композита УДА–WC свидетельствует исследование электрофизических свойств композита. На рис. 7 показаны результаты определения зависимости удельного электросопротивления композитов от температуры спекания. Из полученных данных следует, что удельное сопротивление поликристаллов, спеченных из порошка УДА без добавок, достигает максимального значения при температуре спекания ~1600 ^{o}C, с повышением температуры удельное сопротивление уменьшается. Добавка WC меняет характер зависимости. С увеличением температуры спекания величина удельного сопротивления образцов возрастает и может достичь значений $5 \cdot 10^6$ Ом/см.

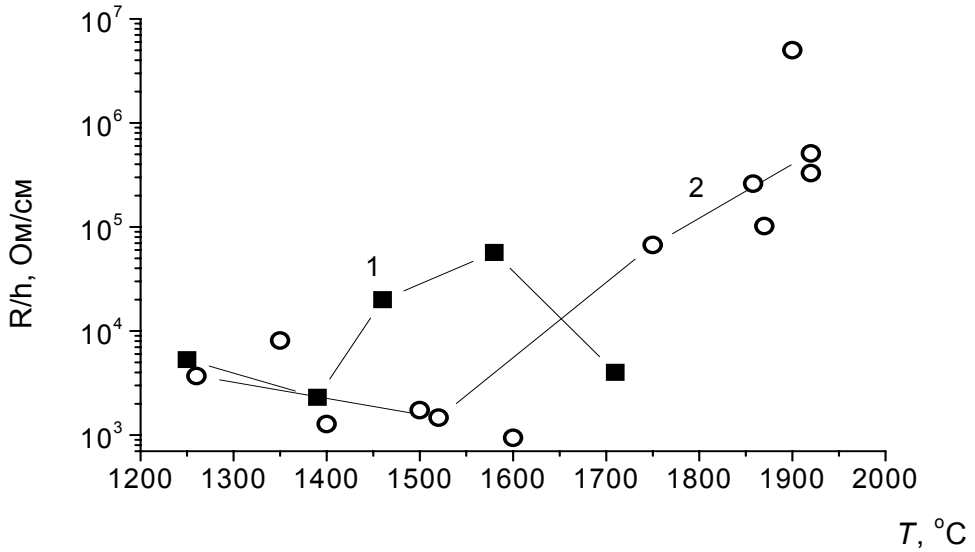


Рис. 7. Зависимость удельного электросопротивления композитов от температуры спекания: 1 – УДА; 2 – УДА–WC.

Выводы

1. Самый высокий уровень физико-механических свойств исследованных композитов на основе УДА достигается при использовании в качестве добавки к УДА субмикронного порошка карбида вольфрама. По микротвердости и по трещиностойкости полученные композиты превышают другие композиты на основе УДА и поликристаллы на основе алмазного нанопорошка статического синтеза АСМ5 0,1/0.

2. Температурно зависимые составляющие течения под индентором в монокристалле алмаза и в поликристаллических материалах на основе алмазных нанопорошков как детонационного, так и статического синтеза в интервале 290–610 *K* существенно не отличаются.

3. Добавка Co в смесь УДА–WC существенно снижает величины твердости и микротвердости полученного композита как при комнатной температуре, так и при нагреве. Взаимодействие алмазной составляющей с кобальтом в композите УДА–WC–Co при 600 ^{o}C и выше приводит к необратимой деградации материала.

4. В исследованных условиях спекания композита УДА–WC формируются прочные границы сопряжения между матрицей и армирующей составляющей. Об образовании стойкой непроводящей оболочки на поверхности образцов этого композита свидетельствуют результаты определения его электрофизических свойств.

Авторы выражают благодарность доктору физ. мат. наук Олейник Г. С. за исследования структуры образцов методом просвечивающей электронной микроскопии.

Литература

1. Шульженко А. А., Бочечка А. А., Романко Л. А. и др. Особенности спекания нанометричных алмазных порошков, термообработанных в вакууме // Сверхтв. материалы. – 2000. – № 6. – С. 50–56.
2. Бочечка А. А., Романко Л. А., Гаврилова В. С., Коновал С. М., Назарчук С. Н. Особенности спекания алмазных порошков различной дисперсности в условиях высокого давления // Сверхтв. материалы. – 2007. – № 1. – С. 24–31.
3. Бочечка А. А.,. Романко Л. А., Шаповалов Д. Ю., Назарчук С. Н. Влияние карбидов переходных металлов на получение композитов на основе алмазного нанопорошка детонационного синтеза // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения. – Сб. науч. тр. – Вып. 9. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2006. – С. 190–196.
4. Волков К. В., Даниленко В. В., Елин В. И. Синтез алмаза из углерода продуктов детонации ВВ // Физика горения и взрыва. – 1990. – № 3. – С. 123–125.
5. Даниленко В. В., Петруша И. А., Олейник Г. С., Даниленко Н. В. Эволюция структуры компакта при спекании нанодисперсных алмазов в условиях высоких давлений // Сверхтв. материалы. – 1998. – № 4. – С. 53–61.
6. Ножкина А. В., Колчеманов Н. А., Карданов А. А., Детков П. Я. Физико-химические свойства алмазов динамического синтеза // Сверхтв. материалы. – 2000. – № 1. – С. 78–84.
7. Шульженко А. А., Гаргин В. Г., Шишкин В. А., Бочечка А. А. Поликристаллические материалы на основе алмаза. – К.: Наук. думка, 1989. – 192 с.
8. Кивилис С. С. Плотномеры. – М: Энергия, 1980. – 280 с.
9. Бакуль В. Н., Евдокименко В. В., Литвинова Л. И. и др. Установка для измерения микротвердости алмаза при высоких температурах // Синтетические алмазы. – 2000. – Вып. 1. – С. 20–21.
10. Дуб С. Н., Мальнев В. И. Особенности испытаний кристаллов алмаза и кубонита на трещиностойкость // Методы исследования свойств сверхтвердых материалов. – К.: ИСМ АН УССР, 1981. – С. 21–25.
11. Богатырева Г. П., Волошин М. Н. Характеристики и некоторые свойства алмазных порошков, полученных с использованием технологии взрыва / Сверхтв. материалы. – 1998. – № 4. – С. 82–87.
12. Shulzhenko A. A, Bochechka O. O., Sokolov A. N., Gargin V. G. The Physiko-Mechanical Properties of Polycrystals Produced by HP – HT Sintering of Diamond Nanopowders // Deformation and Fracture in Structural PM Materials. Proceedings of the International Conference, Stará Lesná, Slovak Republic, September 27–30, 2005. – Košice: Emilena, 2005. – P. 124–130.
13. Humble P., Hannink R. H. J. Plastic Deformation of Diamond at Room Temperature // Nature. – 1978. –V. 273, N 5657. – P. 37–39.
14. Борисенко В. А., Григорьев О. Н., Мильман Ю. В. и др. Температурная зависимость микротвердости алмаза // Синтетические алмазы. – 1973. – Вып. 6. – С. 12–13.

Поступила 16.07.07.

УДК621.762.5

М. П. Беженар, докт. техн. наук; **О. О. Шульженко,** член-кор. НАН України;
В. М. Боженок, інж.; **С. А. Божко, П. А. Нагорний,** кандидати техн. наук

Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, м. Київ, Україна

НОВА ПРОДУКЦІЯ PCBN – СВЕРДЛА З ДВОШАРОВОГО КОМПОЗИТА КУБІЧНОГО НІТРИДУ БОРУ

It is developed new PCBN – a two-layer composite of cubic boron nitride with a substrate of cemented carbide. Properties of a working layer a composite – high hardness, fracture strength and an electrical conductivity in a combination to necessary geometry sintered in HPA preparations, have provided manufacturing of complex contour profile the tool.

Вступ

В номенклатурі інструментальних матеріалів на основі кубічного нітриду бору (PCBN) відомих світових фірм є одношарові ріжучі пластини і двошарові пластини, які отримують спільним спіканням шару КНБ із твердосплавною підкладкою. Такі фірми, як «Element Six», «Megadiamond», «Sumitomo Electric», випускають двохшарові пластини згідно з стандартами ISO діаметром від 6,35 до 50,8 мм (від ¼ до 2-х дюймів), а загальна товщина пластини з твердосплавною підкладкою становить 3,18 або 6,35 мм (1/8–1/4 дюйма), товщина ріжучого шару КНБ не перевищує 1–1,5 мм. Зазвичай складний фасонний ріжучий інструмент – свердла, зенкера, розвертки – виготовляються з застосуванням паяння. На Міжнародному ярмарку METAV 2006 (20–24 червня 2006 р., Дюссельдорф, ФРН) близько 20 фірм представили нові складні фасонні інструменти PCD і PCBN. Серед них розвертки діаметром 15–32 мм фірми «Mapal», свердла діаметром <8,5 мм фірми «Kennametal» та інші подібні інструменти, в конструкції яких закріплені паянням від 1 до 6 робочих елементів з PCBN або PCD. Про розвертки діаметром 10—25 мм фірми «August Beck & Co» сказано, що вони виготовлені не в звичайний спосіб паянням, а безпосередньо зі спеченого PCBN [1–3].

Технологічна база виробництва PCBN в ІНМ НАНУ була закладена розробкою способу двостадійного реакційного спікання КНБ із попереднім просоченням алюмінієм, що дозволило за знижених термобаричних параметрів спікання отримати матеріали з високими фізико-механічними характеристиками (киборит-2 і киборит-3). Знижені термобаричні параметри спікання дозволили використати розроблені в ІНМ НАНУ апарати високого тиску типу «ковадло з заглибленням» (КЗ-55–КЗ-80) зі збільшеним реакційним об’ємом (40–100 см^3) і матрицями із загартованої інструментальної сталі замість твердосплавних. Завдяки таким науково-технологічним рішенням вперше в світовій практиці з полікристалічного КНБ в ІНМ було виготовлено елементи конструкцій кубічного і тетраедричного АВТ із робочими об’ємами від 1,2 до 80 мм^3, які пройшли успішне випробування в наукових закладах США і ФРН [4].

Досягнуті результати по створенню виробів конструкційного призначення з композитів КНБ дозволили поставити завдання розробки нового інструментального матеріалу–композита з шаром КНБ, нероздільно з’єднаним із твердосплавною підкладкою спільним спіканням їх в АВТ, з отриманням заготовок загальною висотою 10–15 мм з висотою шару КНБ до 3 мм; в перспективі використання таких заготовок для виготовлення свердел без операції паяння.

Виготовлення профілю свердла співвісно висоті робочого шару PCBN є предметом пошуку для виробника інструменту, тому і потребує непередбаченої стандартами ISO геометрії заготовок, але, крім того, ставить вимоги до дисперсності структури, твердості і тріщиностійкості робочого шару. Можливість використання економічних операцій електроіскрового різання заготовок після спікання диктувала вимоги до певного рівня електропровідності

шару КНБ. Тому критерієм оптимізації фазового і гранулометричного складу шихти робочого шару, параметрів спікання, структури композита було обрано характеристики – твердість, тріщиностійкість, електропровідність.

Перші наші результати [5] показали принципову можливість отримання спіканням в АВТ композитів КНБ на твердосплавній підкладці з геометрією виробів, яка дозволить проектувати інструмент, що обертається. Було отримано заготовки двошарового композита діаметром до 25 мм, загальною висотою до 15 мм, з робочим шаром до 3 мм. Такі результати визначили напрямки подальших досліджень. Міцне з'єднання шару КНБ із твердосплавною підкладкою забезпечувалося вибором гранулометричного складу шихти робочого шару композита або перехідного шару. Цьому передувало дослідження умов масопереносу W і Co із твердосплавної підкладки, умов формування перехідної зони між нею і робочим шаром [6]. Було вивчено фактори, що впливають на характер зміни твердості та електропровідності в перетині через робочий шар і підкладку, фактори, що визначають можливість реалізації процесу електроіскрового різання, впливають на його параметри і продуктивність [7]. Оптимізацію хімічного і гранулометричного складу шихти робочого шару для отримання необхідних фізико-механічних властивостей і електропровідності композита КНБ було виконано в багатофакторному експерименті [8].

В даній роботі коротко представлено новий композиційний матеріал – основні принципи його створення, загальні характеристики структури, фізико-механічні властивості, електропровідність, а також геометрію інструменту, особливості його виготовлення та випробування.

Новий композит кубічного нітриду бору інструментального призначення

Розробка складу шихти для отримання електропровідного і тріщиностійкого матеріалу на основі КНБ – робочого шару двошарових пластин грунтувалася на світовому досвіді використання в шихті з КНБ до 50-55 % тугоплавких сполук (TiC, TiN). Експериментально було доведено, що така шихта не забезпечує потрібного рівня тріщиностійкості робочого шару за його товщини 2–3 мм, руйнування йде міжкристалітно. Умови реакційного спікання з Al сприяли модифікації поверхні зерен *c*BN і TiC та активації дислокаційних механізмів пластичної деформації з деформаційним зміцненням структури кожної із фаз – *c*BN і TiC, що призвело до підвищення тріщиностійкості і опору абразивному зносу матеріалу.

Електропровідний композит системи *c*BN–TiC–Al містить надтверду неелектропровідну фазу *c*BN і 26 % за об'ємом електропровідних фаз (TiC, AlB_2, TiB_2), що утворюють матричну структуру (рис. 1).

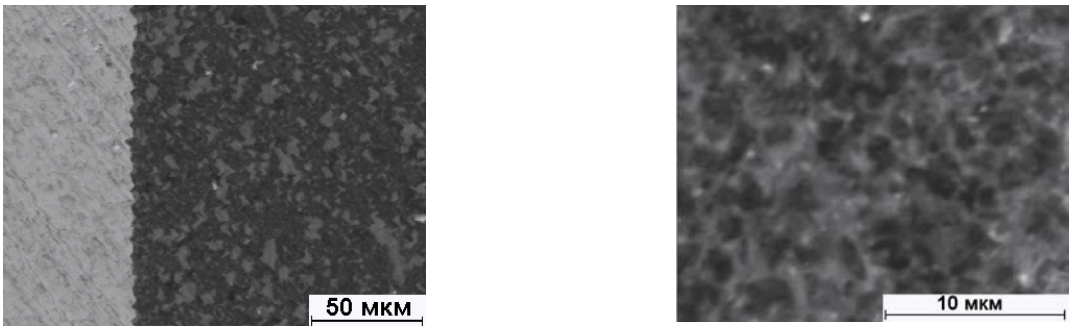


Рис. 1. Електронно-мікроскопічне зображення структури композита системи cBN–TiC–Al (автор – інженер С. В. Ткач)

Композит отримують реакційним спіканням за високих *p,T*-параметрів. Під час спікання реалізуються термодинамічні та кінетичні умови для зсуву напрямку реакційної взаємодії вбік утворення електропровідних диборидів алюмінію і титану замість неелектропровідних боридних фаз AlB_{12}, AlB_{10} (1–4).

$$Al + \tfrac{2}{3}\,BN + n\,TiC = \tfrac{2}{3}\,AlN + n\,TiC + \tfrac{1}{3}\,AlB_2; \qquad (1)$$

$$Al + BN + \tfrac{1}{2}TiC = AlN + \tfrac{1}{2}TiB_2 + \tfrac{1}{2}C; \quad (2)$$

$$Al + BN + \tfrac{1}{6}TiC = AlN + \tfrac{1}{6}TiB_2 + \tfrac{1}{6}B_4C; \quad (3)$$

$$Al + \tfrac{3}{5}BN + \tfrac{3}{10}TiC = \tfrac{3}{5}AlN + \tfrac{3}{10}TiB_2 + \tfrac{1}{10}Al_4C_3 \quad (4)$$

Як показують результати рентгенофазового аналізу, реакції (1–4) проходять одночасно і в продуктах хімічної взаємодії спостерігаються не чисті сполуки AlN; AlB_2; TiB_2; B_4C; Al_4C_3, а тверді розчини і складніші потрійні сполуки ($Ti_xAl_{1-x}B_2$; Al_3BC; Al_xC_yN (nAlN·Al_4C_3)).

Поєднання фаз високої твердості (cBN, TiC) із дрібнодисперсними продуктами реакційної взаємодії (AlN, AlB_2, TiB_2), розташованими на міжфазних границях, забезпечило твердість і тріщиностійкість композита на рівні неелектропровідних композитів системи cBN–Al.

Аналіз усіх факторів впливу на твердість електропровідних композитів *c*BN дозволив зробити висновок, що найбільш значимими є фазовий склад композита і дисперсність вихідних порошків *c*BN, з якою пов'язаний резерв деформаційного зміцнення структури. Аналіз факторів впливу на електропровідність показав значимий вплив кількісного вмісту електропровідних фаз у композиті і дисперсності не тільки порошків *c*BN, а й тугоплавкої сполуки. Тріщиностійкість композитів *c*BN не є незалежною характеристикою, вона корелює з твердістю.

На рис. 2 показано обернену лінійну залежність між твердістю і тріщиностійкістю неелектропровідних композитів системи cBN–Al, на ній виділено позначками властивості кибориту-1 і кибориту-2. Електропровідні композити фірми «Element Six» не мають у складі сполук Al. DBC50 (cBN–TiC) і DCN450 (cBN–TiN) при значеннях твердості, близьких із твердістю нового розробленого нами композита, мають значно нижчу в'язкість руйнування.

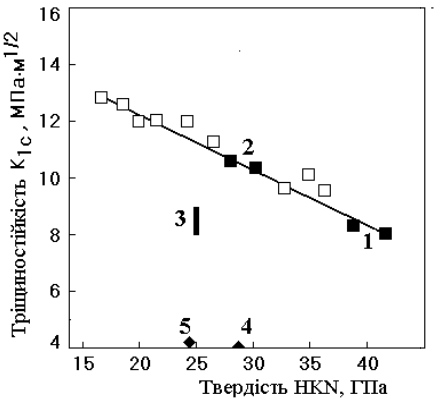


Рис. 2. Кореляція між тріщиностійкістю і твердістю в композитах КНБ: 1 – киборит-1; 2 – киборит-2; 3 – новий композит КНБ (ІНМ НАН України); 4 – DBC50; 5 – DCN-450 («Element Six»)

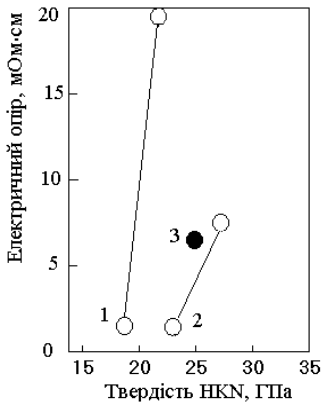


Рис. 3. Твердість і електропровідність в дослідних зразках композитів КНБ різного складу: 1 – система cBN–TiN–Al; 2 – система cBN–TiC–Al; 3 – новий композит КНБ.

На рис. 3 показано область, в якій змінювалися твердість і електропровідність досліджених нами композитів систем cBN–TiC–Al і cBN–TiN–Al при різному вмісті електропровідних компонентів, їх дисперсності і т.і. В ріжучомі шарі кращих дослідних зразків на твердосплавній підкладці, де було досягнуто максимальної твердості за мінімальної дисперсії її значень (Hk=25,0±0,2 ГПа; HV=27,0±0,8 ГПа) тріщиностійкість становила 8–9 МПа м$^{1/2}$. Для таких зразків електроопір становив (6,5±0,8) мОм·см (позначка 3 на рис. 2 і 3).

Продукт спікання в АВТ у вигляді виробу діаметром >25 мм, загальною висотою 10–15 мм із шаром товщиною ≥3 мм електропровідного тріщиностійкого композита КНБ і твердосплавною підкладкою є продукція PCBN, яка не має аналогів.

Механічна обробка поверхні заготовок після спікання (округлення, плоске шліфування) виконувалася алмазним інструментом, для порізки заготовок свердел було залучено методи електроіскрової обробки. Продуктивність електроіскрового різання залежно від товщини шару КНБ складала 1,5–2 мм^2/хв.

Свердла з двошарового композита КНБ.

Для виготовлення свердел використовувалися заготовки двошарового композита КНБ діаметром 4,5 мм, загальною висотою 10 мм і висотою шару КНБ 4 мм. Для заточки використовувалися алмазні круги. На рис. 4 показано фотографії свердел.

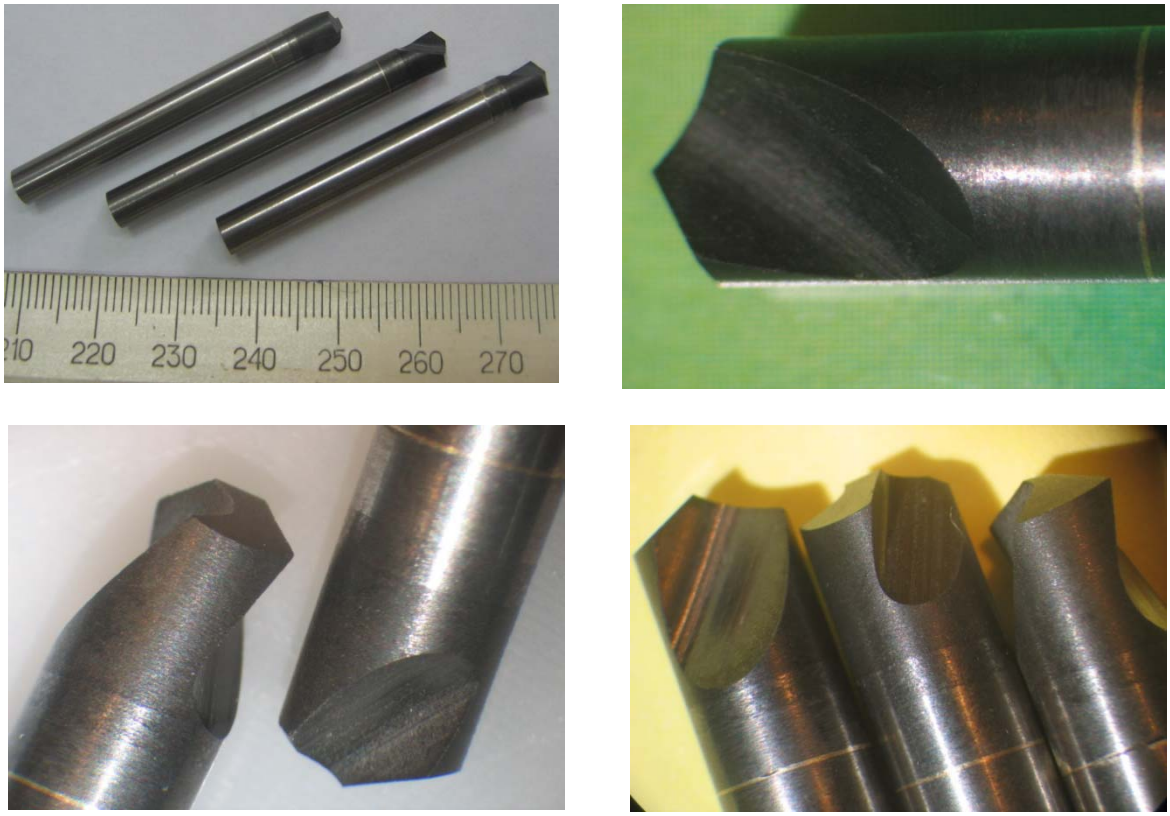


Рис. 4. Свердла з нового композита з робочим шаром КНБ, геометрія в різних ракурсах.

Технологічна послідовність під час виготовлення свердел була такою: заготовка з двошарового композита КНБ висотою 10 мм і діаметром 5 мм припаювалась до твердосплавної державки (ВК6) діаметром 5 і висотою 35 мм з використанням срібного припою. Одержану заготовку округлювали з використанням алмазних кругів до діаметра 4,5 мм і виконали заточку ріжучої частини інструменту; кути заточки і гвинтові канавки для сходу стружки відповідали таким, як для цільних свердел із твердосплавного інструменту (тип Coromant Delta-C, каталог фірми «Sandvic Coromant»).

Випробування інструменту виконувалося на фрезерному верстаті моделі 676 виробництва «Иркутского завода фрезерных станков» в процесі свердління заготовки – листа завтовшки 2 мм із стеклотекстоліту конструкційного (ГОСТ 10292–84). Режим свердління: швидкість – 2000 об/хв (0,4 м/с), максимальна для даного верстата, подача 0,05 мм/об. За таких режимів було виконано 1000 отворів у заготовці стеклотекстоліту, при цьому на ріжучій кромці свердла зносу не виявлено.

Варто зазначити, що вказані режими свердління не були оптимальними для даного інструмента. В модельних експериментах під час точіння загартованої сталі ХВГ такими було названо швидкість 0,5–3 м/с (виконав канд. техн. наук М. Є. Стахнів). В табл. 1 показано реко-

мендовані режими свердління твердосплавними свердлами фірми «Sandvic Coromant», згідно з якими швидкості різання загартованих сталей мають складати 1,5–3 м/с, чавунів – 2–5 м/с, тобто бути вищими за ті, на яких проводились випробування в умовах наявного обладнання.

Таблиця 1. **Рекомендовані режими різання для свердел класу U зі змінними непереточуючими пластинами з твердого сплаву типу R416.2 (діаметром 12,7 – 17,0 мм) і гвинтовими канавками (Каталог фірми «Sandvic Coromant»)**

Матеріал, що обробляється	Твердість, НВ	Режими різання	
		Подача, мм/об	Швидкість, м/хв
Високолегована загартована сталь	220–450	0,04–0,10	80–130
Жароміцні сплави на основі нікелю	140–425	0,03–0,08	20–80
Сірий чавун високої міцності на розтяг	200–330	0,04–0,10	125–210
Чавун з шароподібним графітом	125–300	0,04–0,10	110–195

Література

1. Jennings M. Tooling innovations on display at METAV// Industrial Diamond Review. – № 3, 2006. – P. 21–23.
2. Steidle H. PCBN tooling systems break new ground in hard turning, milling and reaming// Industrial Diamond Review. –№ 3, 2006. – P. 66–67.
3. Kuhli E. Over 30 % time saving with PCBN cutters in mould manufacture // Industrial Diamond Review. – №1, 2005. – P. 37–38.
4. Новиков Н. В., Шульженко А. А., Беженар Н. П. и др. Поликристаллические материалы на основе кубического нитрида бора // Синтез, спекание и свойства сверхтвердых материалов: Сб. научн. тр. — К.: ИСМ НАН Украины, 2005. – С. 122–128.
5. Шульженко А. А., Беженар Н. П., Божко С. А. и др. Новый композит КНБ для использования в сложнопрофильном лезвийном инструменте //Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. научн. тр. – Вып. 7. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля, 2004. – С. 173–176.
6. Шульженко А. А., Беженар Н. П., Ткач С. В. и др. Формирование структуры и твердости композитов кубического нитрида бора при реакционном спекании на твердосплавной подложке // Сверхтв. материалы, 2005. – № 3. – С. 3–13.
7. Ткач С. В., Шульженко А. А., Беженар Н. П. и др. Электропроводность композитов кубического нитрида бора на твердосплавной подложке и возможности их электроискрового резания СТМ // Сверхтв. материалы, 2006. – № 1. – С. 6–24.
8. Беженар Н. П., Божко С. А., Романко Л. А., Белявина Н. Н. Твердость и электрическое сопротивление композитов системы *c*BN–Al–TiC (TiN), полученных реакционным спеканием при высоком давлении // Сверхтв. материалы, 2006. – № 3. – С. 34–43.

Поступила 26.06.07.

УДК 621. 921. 34 – 413: 662. 23. 05

А. А. Шульженко, член-кор. НАН Украины; **Р. К. Богданов**, **В. Г. Гаргин**, кандидиты техн. наук; **Н. А. Русинова**, инж.; **В. Н. Ткач**, канд.. физ.–мат. наук;**А. П. Закора, Л. И. Александрова**, **А. М. Исонкин,** кандидаты техн. наук

Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев, Украина

АЛМАЗНЫЙ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИЙ КОМПОЗИЦИОННЫЙ МАТЕРИАЛ ДЛЯ ОСНАЩЕНИЯ БУРОВОГО ИНСТРУМЕНТА

The structure, strength, hardness and wear resistance of composite materials received under high pressure andhigh temperature in C_{diam}+Co+WC and C_{diam}+Co+Ni+WC in Nb-screen were considered. The most highest mechanical characteristics were obtained under sintering of the composite additionally containing Ni.

Введение

Породоразрушающий буровой инструмент обычно оснащают твердосплавными вставками, крупными зернами природных алмазов, поликристаллическими алмазами, например, типа карбонадо, алмазно-твердосплавными пластинами (АТП), композиционным материалом славутич, мелкими зернами природных и синтетических алмазов, импрегнированными в металлические матрицы, а также в последнее время – алмазным композиционным термостойким материалом (АКТМ) [1].

АКТМ широко используется при оснащении буровых долот [2], коронок [3, 4]. Испытания буровых долот в промышленных условиях, рабочая поверхность которых оснащена комбинированными вставками [2], показали, что по механической скорости данные превосходили долота, оснащенные материалом славутич приблизительно на 20 %.

Коронки, оснащенные АКТМ и синтетическими алмазами, позволили повысить скорость бурения в 1,9 раза и снизить стоимость 1 м бурения скважин в породах средней твердости до 35 % [5].

Основным достоинством материала АКТМ является его высокая термостабильность (1500 *К*). Это позволяет использовать для изготовления бурового инструмента связки с высокой температурой спекания, что обеспечивает значительную прочность удержания сверхтвердых режущих вставок.

В настоящее время вставки, оснащенные АКТМ и синтетическими алмазами, используются для оснащения коронок при бурении пород твердостью X–XI категории буримости [6].

Для бурения пород осадочного комплекса используют породоразрушающий инструмент, оснащенный твердым сплавом. Использование твердосплавных вставок объясняется тем, что для разрушения этих пород нужны вставки высокой прочности.

Ранее нами было показано [7], что при спекании порошков алмаза пользуются следующими средствами управления структурой и свойствами поликристаллов:

управление параметрами процесса спекания (давление, температура, продолжительность процесса спекания);

выбор размера частиц;

состояние поверхности зерен (включая их термохимическую очистку);

введение добавок, активирующих процесс спекания;

выбор схем снаряжения реакционного объема;

проведение спекания порошков на твердосплавной подложке или в обойме;

введение мелкодисперсных примесей (дисперсное упрочнение), затормаживающих движение дислокаций (трещин).

Структура, обеспечивающая высокую твердость, прочность и трещиностойкость алмазного слоя, представлена на рис. 1. Видно, что структура слоя состоит из трех сортов зерен: ~ 60 мкм (крупные), ~ 20 мкм (средние), ~ 1 мкм (мелкие). В качестве активирующей добавки используется металлический кобальт. Введение мелкодисперсных порошков (более мягкая фаза фаза) алмаза затормаживает движение развития трещин (дисперсное упрочнение). При этом крупные зерна обеспечивают высокую твердость алмазного слоя.

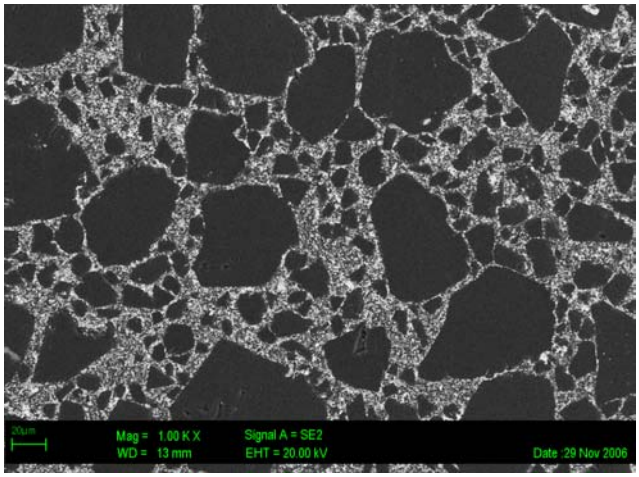


Рис. 1. Микроструктура поликристаллического композиционного алмазного материала, обеспечивающая высокую износостойкость композита.

Как показали наши исследования [8], износостойкость поликристаллических материалов на основе алмазов на примере АТП зависит и от типа активирующей добавки. Так, по результатам испытаний пластин [9], полученных методом встречной двусторонней пропитки кремнием и кобальтом, установлено, что площадка износа пластин (при обработке песчанника) составляет ~0,3 мм, а площадка износа АТП, полученных методом пропитки алмазных зерен, – кобальтом ~0,2 мм.

Рабочий алмазоносный слой на твердосплавной подложке имеет высоту ~0,5–1,2 мм. Для оснащения буровых коронок нужны алмазные поликристаллические вставки высотой 5–6 мм.

В настоящей работе приведены результаты исследований по созданию алмазного поликристаллического композиционного материала (АПКМ) повышенной прочности с использованием в качестве активирующей добавки кобальта и смеси кобальта с никелем, диаметром 4,5 мм и высотой 5 мм без твердосплавной подложки, для оснащения ими коронок, предназначенных для бурения пород осадочного типа.

Методика эксперимента

При проведении эксперимента использовались: техника высоких давлений, методы определения твердости, прочности и износостойкости алмазных материалов. Структура алмазного поликристаллического материала испытывалась на растровом электронном микроскопе (ZEISS EVO 50 XVP), укомплектованном анализатором рентгеновских спектров (INCA Pentu FET X 3).

Образцы спекали в аппарате высокого давления типа тороид с диаметром центрального углубления 30 мм. Для изготовления образцов АПКМ были спрессованы нагреватели из графита диаметром 18 мм, высотой 6 мм с цилиндрическим гнездом диаметром 5,2 мм. В цилиндрические гнезда помещали экраны из ниобия толщиной 0,1 мм (рис. 2), которые заполняли шихтой, содержащей алмазный порошок зернистостью АСМ 40/28, порошок кобальта и карбида вольфрама или порошки Co, Ni и WC.

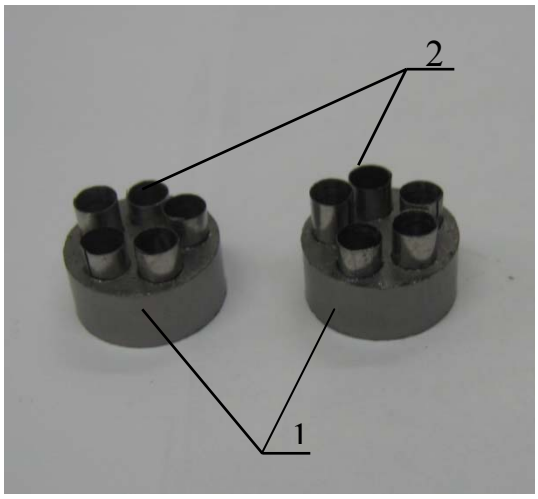


Рис. 2. Ячейка высокого давления:
1 – графитовая матрица; 2 – экран из ниобия.

Экспериментальные исследования износостойкости вставок проводились по торезскому песчанику VIII–IX категории по буримости на токарно-винторезном станке модели ДИП 200 с использованием специальной оснастки для закрепления керна горной породы в виде разрезного цилиндра и стакана, а также специального приспособления для закрепления исследуемого образца АПКМ в резце держателе патрона.

Исследуемый образец подводился к поверхности керна горной породы, где и осуществлялся процесс врезания.

Интенсивность изнашивания I определяется как отношение износа вставки Δm к величине проходки на вставку L

$$I = \frac{\Delta m}{L} \ [г/м].$$

Величина проходки на вставку L в *м* определяется по формуле

$$L = \frac{\pi D n}{60} t ,$$

где D – диаметр керна, м;

n – частота вращения шпинделя станка, мин $^{-1}$;

t – время точения, мин.

Экспериментальная часть

Для формирования поликристаллической структуры на основе алмаза, для которой характерен сплошной каркас из алмазных частиц, первоочередным является формирование связи алмаз–алмаз. Основная роль в этом процессе принадлежит пластической деформации частиц под воздействием высоких давления и температуры.

Температура начала пластической деформации микропорошков алмаза при р=7 ГПа составляет 1230 *К*. Показано, что при спекании давление в точках контакта алмазных зерен может составлять 130 ГПа [10]. В порах между частицами алмаза, где давление при спекании значительно ниже, образуется графит. При использовании активирующих процесс спекания добавок, например, кобальта, графит, образовавшийся в поре, превращается в алмаз.

С помощью растрового электронного микроскопа (ZEISS EVO 50 XVP) исследованы структура и состав АПКМ, полученного в системе $С_{алм}$+Co+WC.

В структуре поликристаллического слоя АПКМ (рис. 3) преобладают крупные зерна размером 20 – 40 мкм, между которыми расположены мелкие зерна и кобальт с растворенным в нем карбидом вольфрама. Содержание кобальта в алмазоносном слое составляет около 4 % (по массе). Кроме того, помимо непосредственного контакта крупных зерен алмаза,

связь между ними осуществляется также за счет мелкозернистого алмазного каркаса. Это обстоятельство в значительной мере определяет физико-механические свойства вставок.

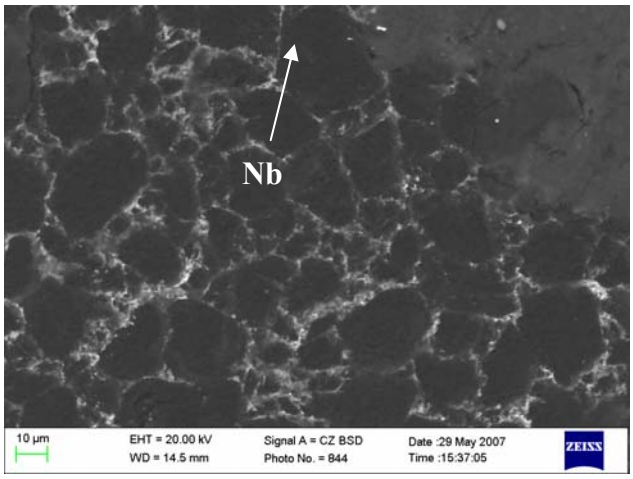


Рис. 3. Структура алмазоносного слоя АПКМ,полученного в системе $C_{алм}$ +Co + WC.

Такая структура формируется в результате скольжения алмазных частиц относительно друг друга при создании давления и в начальный период спекания за счет дробления менее прочных частиц, скалывания выступов более прочных частиц, а также перекристаллизации в алмаз через жидкую фазу образовавшегося графита на внеконтактных поверхностях алмазных частиц. Непосредственная связь между крупными алмазными частицами осуществляется путем образования небольших перешейков за счет их пластической деформации в местах контакта.

В отличие от структуры АТП, структура АПКМ содержит в 2 раза меньше кобальта, что должно повысить его термостабильность. Распределение элементов Nb, C, Co, W в диаметральном сечении АПКМ показано на рис. 4. Видно, что концентрация кобальта резко увеличивается возле ниобиевого экрана, при отдалении от него концентрация Nb снижается приблизительно на величину одного зерна, а затем стабилизируется. Материал экрана частично проникает в алмазоносный слой на глубину ~100 мкм, а неалмазный углерод частично проникает в область А (экран из Nb).

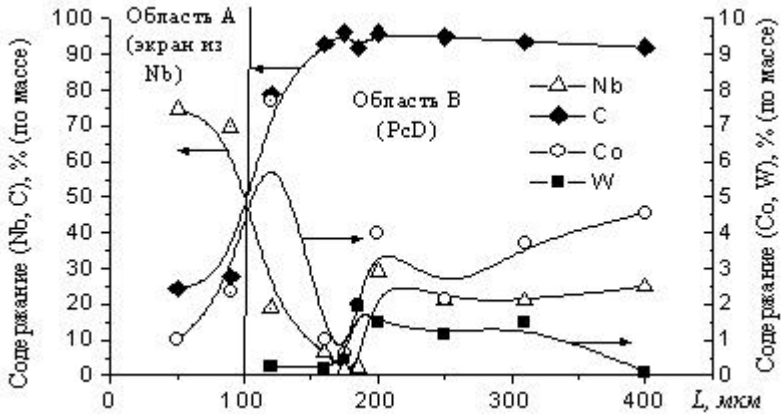


Рис. 4. Распределение элементов Nb, C, Co, W в диаметральном сечении АПКМ.

С помощью растрового электронного микроскопа исследовано структуру и состав АПКМ, содержащего в качестве активирующей добавки смесь порошков кобальта с никелем и карбида вольфрама. В структуре (рис. 5) поликристаллического материала преобладают

зерна размером 20–40 мкм, между которыми расположены мелкие зерна и кобальт с никелем, с растворенным в нем карбидом вольфрама.

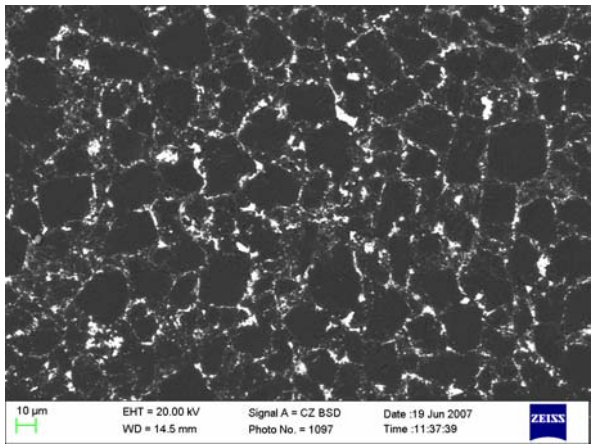


Рис. 5. Структура АПКМ, полученного в системе $C_{алм}$+Co+Ni+WC.

Распределение элементов Nb, C, Co, Ni, W в диаметральном сечении АПКМ показано на рис. 6. Характер распределения элементов примерно такой же, как и при спекании алмазов в системе, содержащей только кобальт и карбид вольфрама (рис. 4).

Как видно из рис. 6, суммарное содержание активирующей добавки Co+Ni несколько выше, чем при использовании только кобальта с карбидом вольфрама.

Катодолюминистентная топограмма поликристаллического материала, полученного в системе $C_{алм}$+Co+Ni+WC, представлена на рис. 7, *а*. Видно, что алмазные зерна имеют трещины или полностью разрушены. Трещины и разрушения могли произойти при создании высокого давления и в начальной стадии спекания. На некоторых зернах видны царапины, которые образовались в процессе изготовления шлифа.

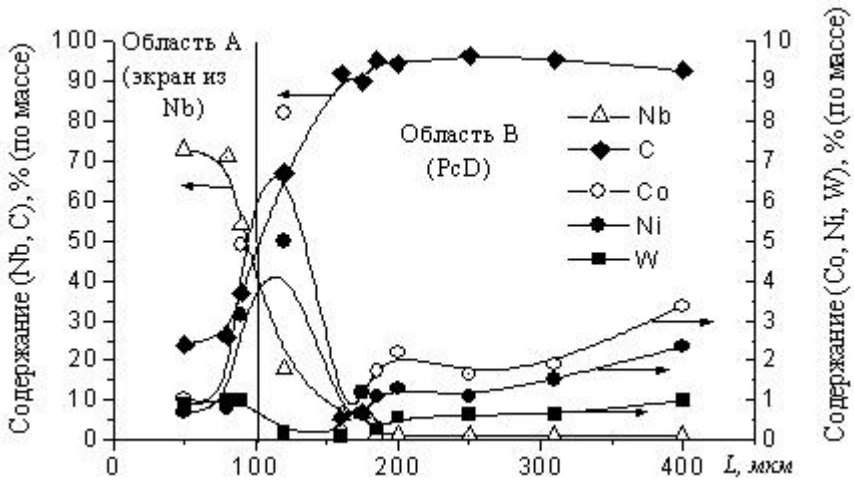
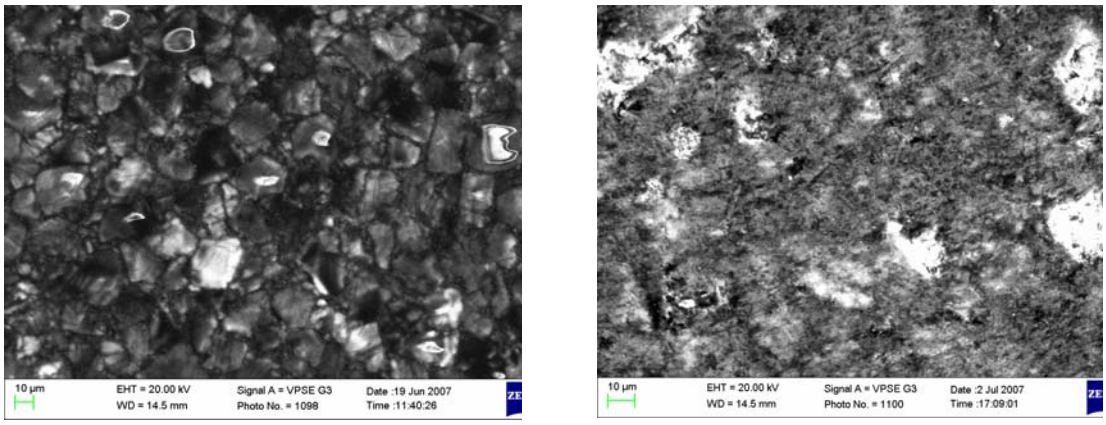


Рис. 6. Распределение элементов Nb, C, Co, Ni, W в диаметральном сечении АПКМ.

На рис. 7, *б* представлена топограмма АПКМ, полученного в системе $C_{алм}$+Co+WC. Видно, что трещины и разрушения на исследуемом материале отсутствуют.



а *б*

Рис. 7. Катодолюминистентная топограмма поликристаллического материала, полученного в системе $C_{алм}$+Co+Ni+WC (а) и в системе $C_{алм}$+Co+WC (б).

Данные о величине предела прочности [$\sigma_{сж}$] при одноосном статическом сжатии для АПКМ, полученных в системе $C_{алм}$+Co+WC и $C_{алм}$+Co+Ni+WC, приведены в табл. 1.

Таблица 1. **Данные о величине предела прочности ($\sigma_{сж}$) при одноосном статическом сжатии**

Материал	$\sigma_{сж}$, ГПа	
	Среднее значение	Максимальное значение
Композит		
алмаз–SiC	2,4	2,7
алмаз–Co–WC	2,2	2,5
алмаз–Co–Ni–WC	2,8	3,5
ВК 25	3,0	–
ВК 20	3,4	–
ВК 15	3,6	–

Как видно из табл. 1, предел прочности при сжатии композита состава $C_{алм}$+Co+Ni+WC достигает величины 3,5 ГПа (максимальное значение) и практически соответствует прочности твердого сплава ВК 15.

В настоящей работе изучен характер разрушения композитов различных составов. Композиты из $C_{алм}$+SiC и $C_{алм}$+Co+WC при достижении критической нагрузки разрушались на мелкие фрагменты, что характерно для твердых, хрупких материалов; композит состава $C_{алм}$+Co+Ni+WC разрушался при достижении критических нагрузок перпендикулярно приложению нагрузки (см. рис. 8) на крупные фрагменты.

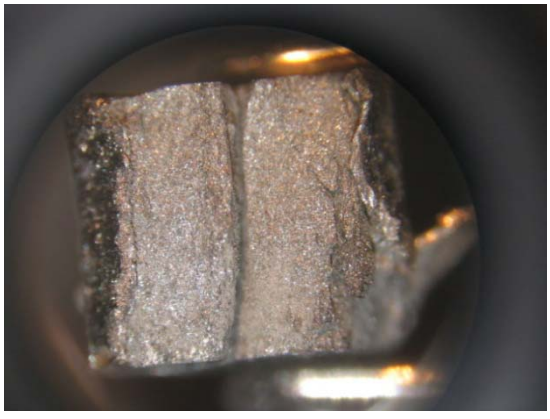


Рис. 8. Характерный вид разрушения образцов АПКМ (система $C_{алм}$+Co+Ni+WC) при испытании на сжатие.

Такое разрушение композита $C_{алм}$+Co+Ni+WC можно объяснить высокими механическими свойствами никеля. Так, например, ударная вязкость никеля в 37 раз выше, чем кобальта, предел прочности при растяжении выше в 2,5 раза, относительное удлинение никеля в 12 раз выше, чем кобальта и т. д. Кроме того, сплав кобальта с никелем в условиях высоких давлений и температур лучше смачивает алмазные зерна, чем только кобальтом, что видно по структуре композита.

Сравнительные испытания на износостойкость вставок АПКМ состава $C_{алм}$+Co+Ni+WC и $C_{алм}$+Co+WC приведены в таблице 2. Видно, что износостойкость вставок, содержащих никель ниже, чем вставок, содержащих в качестве активирующей добавки только Co, что хорошо согласуется с результатами испытания вставок на сжатие и характером их разрушения. Следовательно, вставки композита, содержащего никель, обладают более высокой вязкостью разрушения, чем вставки, содержащие только кобальт. Меньшую износостойкость АПКМ, содержащий Ni, можно объяснить большей дробимостью алмазных зерен в процессе спекания, чем у композита, содержащего в качестве активирующей добавки только кобальт. Как ранее нами было показано [11], с уменьшением зернистости алмазных порошков, используемых для получения поликристаллических композиционных материалов, снижаются его значения износостойкости, особенно при обработке горных пород. Однако, как показали результаты определения твердости (по Виккерсу), вставки АПКМ, содержащие никель, имеют высокие значения твердости. Так при нагрузке на индентор 50 Н твердость материала составила 52,5 ГПа, а при нагрузке 100 Н – 45,6 ГПа. Такие значения соответствуют лучшим образцам, полученным в системах $C_{алм}$ +Si и $C_{алм}$+Co.

Таблица 2. **Сравнительные испытания вставок АПКМ с различным составом наполнителя**

Система	№образца	Вес вставки, мг		Скорость резания, м/ч	Интенсивность изнашивания, мг/м	Средняя интенсивность изнашивания, мг/м
		Начальный	Конечный			
$C_{алм}$+ Co+ WC	1	305	288	100,8	4,5	4,4
	2	271	262		4,1	
	3	289	278		4,6	
$C_{алм}$+ Co+ Ni+ WC	4	315	285	102,6	4,0	7,7
	5	295	286		8,1	
	6	337	315		11,1	

Если сравнивать механические свойства материала АПКМ, содержащих Ni и Co+Ni в качестве активирующей процесс спекания добавки, то эти материалы по твердости и износостойкости при обработке горных пород значительно превышают твердосплавные вставки. Небольшие добавки в состав АПКМ карбида вольфрама повышают механические свойства материала [11]. Наличие в АПКМ металлической оболочки (экрана) имеет двойное назначение:

предохраняет от взаимодействия металлов с графитовым нагревателем;

исключает металлизацию вставок для изготовления бурового инструмента.

Выводы

Спекание алмазных порошков с размером частиц 28 – 40 мкм при высоких статическом давлении (p = 7 ГПа) и температуре (~ 2000 *K*) с использованием в качестве добавки смеси порошков кобальта с никелем позволило получить сверхтвердый алмазный поликристаллический композиционный материал в оболочке из ниобия с высоким пределом прочности при одноосном статическом сжатии (2,8 ГПа) и высокой твердостью (HV5,0 = 52,5 ГПа).

Сравнительные испытания вставок по торезскому песчанику VIII–IX категории буримости показали, что несколько более высокой износостойкостью обладают вставки, спеченные из шихты, не содержащей никель.

Вставки с повышенной прочностью, содержащие дополнительно никель в качестве добавки, активирующей процесс спекания, могут быть рекомендованы для оснащения коронок (вместо твердосплавных вставок) для бурения пород осадочного типа.

Литература

1. Шульженко А. А., Гаргин В. Г., Русинова Н. А. Алмазный композиционный термостойкий материал для оснащения бурового инструмента // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2006. – С. 8–12.
2. Бочковский А. М. Алмазные комбинированные вставки для бурового инструмента // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2005. – С. 75–77.
3. Богданов Р. К., Закора А. П, Исонкин А. М. Буровой инструмент из алмазного композиционного термостойкого материала// Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2004. – С. 18–21.
4. Богданов Р. К., Дутка В. А., Закора А. П. К вопросу оснащения сверхтвердыми материалами инструмента для бурения скважин в породах средней твердости // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2005. – С. 78–82.
5. Богданов Р. К., Шульженко А. А., Закора А. П., Исонкин А. М., Гаргин В. Г., Панов А. В. Поликристаллический материал АКТМ в виде цилиндров в буровом импрегнированном инструменте / Наукові праці Донецького національного технічного університету. Серія «Гірничо-геологічна». – Вип. 111.– Т. 2. – Донецьк, донНТУ, 2006. – С. 102–107.
6. Богданов Р. К., Шульженко А. А., Закора А. П., Исонкин А. М., Гаргин В. Г. Новый сверхтвердый материал в буровом инструменте / Сверхтв. материалы, 2007.– № 1. – С. 73 – 82.
7. Шульженко А. А. Структура и свойства поликристаллических материалов на основе алмаза. Надтверді матеріали: створення та застосування: Зб. наук. праць / НАН України ім. В. М. Бакуля. – К. 2007. – С. 117 – 123.
8. Nozhkina A. V., Shulzhenko A. A., Gargin V. G., Bochechka A. A. The formation of a diamond layer on a carbide substrate during diamond interaction with Si, WC, and Co // High Press/ Res/–2000.–18 – P. 325 – 330.
9. Патент № 34174. Україна. Алмазно-твердосплавна пластина / Новіков М. В., Шульженко О. О., Гаргін В. Г., Бочечка О. О. Опубл. 15.02.2001, Бюл. № 1.
10. Novikov N. V., Shulzhenko A. A. Promising superhard materials and efficient technologies of their production / Innovative Superhard Materials and Sustainable Coatings for Advanced Manufacturing. NATO Science Series. – Ser. II: Mathematics, Physics and Chemistry – Vol. 200.– P. 91 – 105.
11. Шульженко А. А., Гаргин В. Г., Шишкин В. А., Бочечка А. А. Поликристаллические материалы на основе алмаза.–К.: Наук. думка, 1989. – 192 с.

Поступила 03.07.07.

УДК 004.942:621.921.34-492.2

В. М. Колодніцький, канд. фіз.-мат. наук

Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, м. Київ, Україна

КОМП'ЮТЕРНЕ МОДЕЛЮВАННЯ ПРОЦЕСУ СОРТУВАННЯ ПОРОШКІВ НАДТВЕРДИХ МАТЕРІАЛІВ

Theoretical bases of a universal method and practical ways of its application for an estimation of characteristics of quality of powders of superhard materials are stated. The computer program of an estimation strength characteristic of powders of superhard materials is created on the basis of the produced principles. Skilled check of the developed program of calculation of characteristics of strength of powders of diamond of mark AC125 by granularity 400/315.

Ефективність роботи абразивного інструменту, що містить порошки надтвердих матеріалів (НТМ), істотно зростає при використанні порошків НТМ високої однорідності [1]. Залежно від способів виготовлення абразивного інструменту й умов його експлуатації порошок повинен мати різні характеристики якості. Необхідні нормативи якості порошків викладені в ряді нормативних документів [2, 3]. Як правило, характеристика якості порошку оцінюється величиною, розрахованою як середньозважене значення виконаних вимірів показників певної характеристики якості. Відповідно до діючих нормативних документів [2, 3], незалежно від того, чи вимірюють обрану характеристику якості за окремими кристалами, за групами або за єдиною пробою, завжди за її величину приймають середньозважене значення або отриманий єдиний показник якості. Але будь-який порошок складається з безлічі кристалів, зерен, що різняться між собою. Середнє значення величини характеристики якості є малоінформативною й не показує розходжень окремих зерен у порошку, тому що не відбиває складу порошку за цією характеристикою. Виміри величини характеристики якості окремих зерен або фракцій зазвичай представляють широкий діапазон значень, відповідно оцінка якості порошку тільки однією середньозваженою величиною буде слабко інформативною і, як правило, такою, що призводить до неточних або помилкових висновків.

Метою даної роботи є розробка математичного алгоритму та його комп'ютерна реалізація універсального методу оцінки характеристик якості порошку, що дає розгорнуту інформацію про його якість, можливості подальшого сортування й підвищення однорідності за обраним параметром якості [4]. Даний метод ґрунтується на знанні про фракційний склад порошку, одержаний різними методами, наприклад, з використанням мінералогічного аналізу, який дозволяє одержати інформацію про масову частку C_i, фізичні властивості ξ_i та хімічний склад кожного мінерального компонента, і тому може бути застосованим для опису фракційного складу матеріалу або продуктів його розподілу [5].

Сутність методу полягає в наступному. Проводять виміри показників характеристик якості за окремими властивостями порошків. Отримані дані являють собою масив зерен з характеристиками якості ξ_i, які змінюються від ξ_{min} до ξ_{max}. Увесь масив отриманих показників характеристик якості розбивають на ряд інтервалів (ξ_i–ξ_{i+1}), відповідних до марки порошку (1, 2, …, n), і математично обробляють. Дискретні дані про якість порошку, отримані за вимірами окремих характеристик якості одиничних його зерен, груп або фракцій, які входять до складу проби порошку, що досліджується, а також результати виконаних розрахунків вносять у таблицю (табл. 1).

Табл. 1 для оцінки якості порошків містить інформацію про склад порошку за окремою характеристикою якості, що досліджується. Вона складається із семи стовпців. Стовпець 1 містить інформацію про групи або фракції порошку, що різниться між собою за рівнем якості відповідно до наведених інтервалів характеристики якості в стовпці 2 (ξ_i–ξ_{i+1}).

Таблиця 1. **Фракційний склад порошку НТМ з різними характеристиками якості**

Найменування фракцій в порошку	Інтервал значень характеристики якості ξ_i–ξ_{i+1}	Вміст зерен порошку в інтервалі значень характеристики якості γ_i, %	Кумулятивний вміст зерен в порошку $\Sigma\gamma_i \downarrow$, %	Кумулятивна характеристика якості порошку $\bar{\xi}_i \downarrow$	Кумлятивний вміст зерен в порошку $\Sigma\gamma_i \uparrow$, %	Кумулятивна характеристика якості порошку $\bar{\xi}_i \uparrow$
1	2	3	4	5	6	7
1	ξ_0–ξ_1	γ_1	γ_1	$\bar{\xi}_1$	$\Sigma\gamma_i = 100$	$\bar{\xi}_{\text{пор}}$
2	ξ_1–ξ_2	γ_2	$\gamma_1 + \gamma_2$	$\bar{\xi}_2$	…	…
3	ξ_2–ξ_3	γ_3	$\gamma_1 + \gamma_2 + \gamma_3$	$\bar{\xi}_3$	…	…
…	…	…	…	…	…	…
…	…	…	…	…	…	…
…	…	…	…	…	…	…
$n-2$	ξ_{n-2}–ξ_{n-1}	γ_{n-2}	…	…	$\gamma_n + \gamma_{n-1} + \gamma_{n-2}$	$\bar{\xi}_{n-2}$
$n-1$	ξ_{n-1}–ξ_n	γ_{n-1}	…	…	$\gamma_n + \gamma_{n-1}$	$\bar{\xi}_{n-1}$
n	ξ_n–ξ_{n+1}	γ_n	$\Sigma\gamma_i = 100$	$\bar{\xi}_{\text{пор}}$	γ_n	$\bar{\xi}_n$
Всього	ξ_0–ξ_{n+1}	$\Sigma\gamma_i = 100$				

У стовпці 3 (γ_i, %) наводять відомості про диференціальний вміст зерен у порошку, що належить до обраного інтервалу характеристики якості. Вміст усіх зерен (фракцій) у порошку приймають за 100 %. За даними стовпців 2 і 3 визначають середньозважене значення характеристики якості порошку за формулою

$$\bar{\xi}_{\text{пор}} = \frac{\sum \xi_i \gamma_i}{100}. \tag{1}$$

У стовпцях 4 і 6 представлено кумулятивний вміст зерен (фракцій) у порошку. У стовпці 4 показано вміст зерен зверху донизу ($\Sigma\gamma_i \downarrow$), а в стовпці 6 – знизу вгору ($\Sigma\gamma_i \uparrow$). У стовпцях 5 і 7 наведене кумулятивне значення характеристики якості. У стовпці 5 показане кумулятивне значення характеристики якості за зростаючим значенням ($\bar{\xi}_i \downarrow$), у стовпці 7 – за спадаючим ($\bar{\xi}_i \uparrow$). При розрахунку кумулятивні значення характеристик якості груп або фракцій порошку за зростаючим або спадаючим значенням характеристики якості кожної групи або фракції в порошку визначають середнім значенням характеристики якості, розрахованим за формулою

$$\bar{\xi}_{i+1} = \frac{\xi_i + \xi_{i+1}}{2}. \tag{2}$$

Розрахунок характеристики якості порошку, утвореного з 1-ї та 2-ї фракцій, роблять відповідно для стовпців 5 і 7 за формулами

$$\bar{\xi}_2 = \frac{\xi_1\gamma_1 + \xi_2\gamma_2}{\gamma_1 + \gamma_2}; \tag{3}$$

$$\bar{\xi}_{n-1} = \frac{\xi_n\gamma_n + \xi_{n-1}\gamma_{n-1}}{\gamma_n + \gamma_{n-1}}. \tag{4}$$

Наступні рядки в стовпцях 5 і 7 розраховують за формулами відповідно

$$\bar{\xi}_3 = \frac{\bar{\xi}_2(\gamma_1 + \gamma_2) + \xi_3\gamma_3}{\gamma_1 + \gamma_2 + \gamma_3}; \quad ; \tag{5}$$

$$\bar{\xi}_{n-2} = \frac{\bar{\xi}_{n-1}(\gamma_n + \gamma_{n-1}) + \xi_{n-2}\gamma_{n-2}}{\gamma_n + \gamma_{n-1} + \gamma_{n-2}}. \tag{6}$$

В останньому нижньому рядку стовпця 5 представлено значення характеристики якості всього порошку $\xi_{пор}$, розраховане за формулою

$$\xi_{пор} = \frac{\sum \gamma_i \xi_i}{\sum \gamma_i} = \frac{\sum \gamma_i \xi_i}{100\ \%}. \tag{7}$$

Дані табл. 1 дозволяють виконувати прогнозування розподілу порошку, що досліджується, на ряд порошків. Так, розрахункові значення стовпців 4, 5, 6 і 7 дозволяють визначити передбачувані вмісти (вихід) порошків із заданими характеристиками якості. З цією метою складається баланс виходу для порошку (вміст фракцій у порошку з певною характеристикою якості). Загальний вихід порошків $\gamma_{заг}$ за виключенням зі складу порошку низькоміцних фракцій $\gamma_1 + \gamma_2 + \gamma_3$ і високоміцних γ_n буде дорівнювати

$$\gamma_{заг} = 100 - (\gamma_1 + \gamma_2 + \gamma_3 + \gamma_n). \tag{8}$$

Визначають характеристику якості цього порошку $\xi_{заг}$ за формулою

$$\xi_{заг} = \frac{100\xi_{пор} - \xi_3(\gamma_1 + \gamma_2 + \gamma_3) - \xi_n\gamma_n}{100 - (\gamma_1 + \gamma_2 + \gamma_3 + \gamma_n)}. \tag{9}$$

Даними для розрахунку $\xi_{заг}$ є значення ξ_3 і ξ_n стовпців 5 і 7. Потім прогнозовані результати розподілу можна визначити в такий спосіб. Крім фракцій 1 + 2 + 3 і *n*, можна одержати вихід (вміст) і задані характеристики якості з такого балансу, складеного у вигляді виразу:

$$\gamma_{заг}\xi_{заг} = \xi_i x + (\gamma_{заг} - x)\xi_{i-1}. \tag{10}$$

Таким чином, вихідна характеристика якості порошку, що отримана експериментально на основі виміру показників характеристик якості кожного окремого зерна або групи зерен (фракцій), дозволяє шляхом аналітичних розрахунків розширити інформацію про якість порошку, що досліджується, й одержати інформацію про прогнозовані результати його розподілу.

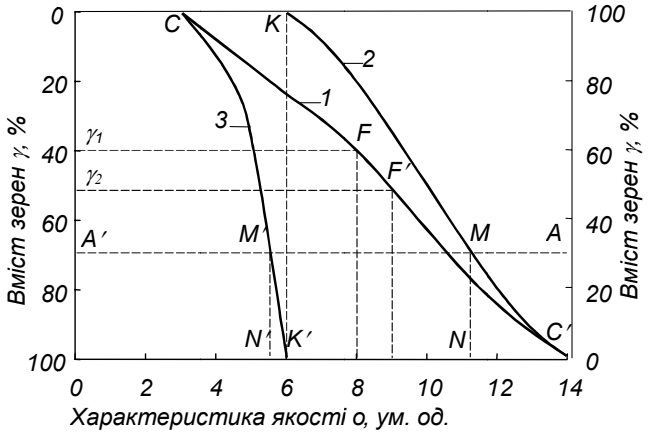


Рис. 1. Характеристики якості λ (1), α (2) і υ (3) порошку.

Отримані розрахункові дані про характеристики якості порошку й вміст у ньому зерен або груп зерен (фракцій) з такими характеристиками можна представити графічно у вигляді трьох кривих λ, α і υ (рис. 1). Побудова кривих характеристик якості порошків виконується в такий спосіб. По горизонтальній осі відкладаються величини показників характеристики якості ξ_i, по вертикальних – вміст зерен або фракцій з певними значеннями характеристики якості. Праворуч по осі відкладають значення вмісту зерен фракцій знизу вверх від 0 до 100 %, ліворуч – зверху вниз від 0 до 100 %.

Крива λ на рис. 1 (*1*) – крива елементарних фракцій, які представляють увесь порошок, що досліджується. При максимальному наближенні γ_i до γ_{i+1} можна визначити якість порошку в точці. Графічно криву *1* (*CC′*) будують від найвищого значення показника характеристики якості зерен порошків до низького. Крива υ на рис. 1 (*3*) – кумулятивна крива підвищення

характеристики якості зерен порошку. Цю криву (*CK′*) будують в осях: вміст зерен у порошку, розташований ліворуч на вертикальній осі, і показник характеристики якості порошку ξ на нижній горизонтальній осі.

Крива λ елементарних фракцій дозволяє оцінити однорідність порошку, що досліджується, за обраним показником характеристики якості. Однорідність оцінюють за вмістом зерен у порошку (γ_2–γ_1) номінальної фракції, що відповідає середній величині показника характеристики якості. Зокрема, на рис. 1 показано, що однорідність порошку оцінюється вмістом зерен в %. Величина однорідності порошку за обраним показником характеристики якості визначається проведенням двох перпендикулярів від границь інтервалу якості (ξ = 8 і 9) до перетину з кривою λ в точках *F* і *F′* і проведенням із цих точок двох горизонтальних прямих до перетину з вертикальною віссю (ліворуч) вмісту зерен у точках γ_2 і γ_1. Однорідність порошку за даною характеристикою якості дорівнює вмісту зерен зі значеннями $\Delta\gamma = \gamma_2 - \gamma_1$ (в %), тобто 50 – 40 = 10 (див. рис. 1).

Криві α і υ на рис. 1 закінчуються в точках *K* і *K′*, показники характеристики якості яких дорівнюють середньозваженому значенню якості порошку, що досліджується. За допомогою кривих α і υ можна прогнозувати теоретичні показники розподілу вихідного порошку на два продукти (порошку). Наприклад, умовно задаючи вміст зерен у порошку рівним 30 % (точка *A*), знаходимо вміст зерен у порошку іншого одержуваного порошку – 70 % (точка *A′*). У точках *M* і *M′* знаходимо перетин горизонтальної прямої вмісту зерен алмазу із кривими α і υ та, опускаючи перпендикуляри на вісь характеристики якості в точках *N* и *N′*, визначаємо значення показника характеристики якості розділених порошків. Одержувані значення операції розподілу перевіряють рівнянням балансу

$$100\,\xi_n = 30\xi(N') + 70\xi(N). \qquad (11)$$

На основі вироблених принципів складання аналітичних таблиць і побудови кривих оцінки якості порошків λ, α і υ було розроблено комп'ютерну програму розрахунку показників міцності порошків. Дані, отримані за допомогою цієї програми, надають інформацію у вигляді аналітичних таблиць і графічного зображення – побудованих кривих якості λ, α і υ. Програма дозволяє на основі даних показників міцності із протоколу випробувань одержати інформацію про середню міцність, однорідність порошку за міцністю, елементарний склад порошку за міцністю, а також дозволяє прогнозувати кількісні результати розподілу зерен порошків. Алгоритми, що використовуються в програмі, забезпечують аналіз можливості розподілу порошку на фракції за міцністю. На прикладі аналізу міцності розглядають два основні завдання, а саме:

а) розподіл на фракції заданого обсягу (вмісту), коли задають послідовність значень процентного вмісту $0 = C_0 < C_1 < \cdots < C_N < 100\,\%$; у цьому разі міцність Π_i фракції $[C_{i-1}, C_i]$ визначають за рівнянням

$$\Pi_i = \frac{C_i P_i - C_{i-1} P_{i-1}}{C_i - C_{i-1}},\ i = 1,\ 2,\ \ldots,\ N; \qquad (12)$$

б) розподіл на фракції заданої міцності, коли задають послідовність значень міцності $P_{\max} = P_0 > P_1 > \cdots > P_N > 0$ й необхідно визначити C_i, $i = 1, 2, \ldots, N$. Для $i > 1$ C_i визначають із рівняння (12) і кумулятивних кривих методом послідовних наближень: $\Pi_i = f(C_i) \to C_i$.

Робота програми організована таким чином, що всі складові алгоритму можуть виконуватися в довільній послідовності. Виняток становить лише точка входу, коли слід завантажити вихідні дані. Це забезпечує оперативне й точне проведення дослідження й вибору оптимальних параметрів в ітераційно-діалоговому режимі. Для перевірки роботи комп'ютерної програми було обрано порошки алмазу з високою й низькою вихідною міцністю, проведено аналіз складу їх характеристик міцності, виконано комп'ютерне прогнозування розподілу поро-

шків алмазу на ряд продуктів, що різняться між собою міцністю. Аналітичні дані теоретичного розподілу порошків алмазу було порівняно із практичними результатами розподілу.

Для порошку алмазу марки АС125 зернистістю 400/315 із середньозваженою міцністю 210,5 Н був проведений аналіз складу порошку за міцністю й представлений у вигляді електронної таблиці [6]. У таблиці показано, що зерна алмазу вихідної марки АС125 розподіляються за міцністю й марками від АС32 до АС250, середньозважена міцність цього порошку становить 210,46 Н, однорідність за міцністю – 32 %.

Отримані дані показали, що теоретично можливо розділити вихідний порошок на п'ять продуктів, поставивши собі за мету розподіл на фракції заданого обсягу. Порошок алмазу марки АС125 зернистістю 400/315 дослідним шляхом за допомогою адгезійно-магнітного сортування[1] був розділений також на п'ять продуктів. В отриманих порошках виміряно середньозважену міцність і визначені їхні марки за [2]. Дані теоретичного комп'ютерного моделювання процесу розподілу й результати практичного розподілу представлено в табл. 4.

Як видно, результати, отримані дослідним шляхом, відповідають даним комп'ютерного моделювання. Безумовно, одержати високий вміст порошків алмазу, що відповідають марці АС200 (20 %) у першому продукті, практично неможливо. Перевірка показала, що адгезійно-магнітне сортування забезпечило вміст зерен у порошку алмазу марки АС200 рівний 10 %. При цьому, знаючи аналітичний склад порошку за міцністю, вдалося виділити в п'ятий продукт зерна алмазу, що відповідають за міцністю марці АС32.

Таким чином, виконані експерименти підтвердили можливість попереднього аналізу складу вихідного порошку надтвердих матеріалів за міцністю за допомогою розробленої програми, а також показали можливість моделювання процесу сортування порошку, що аналізується, на кілька продуктів.

Таблиця 4. **Результати розподілу порошку алмазу марки АС125 зернистістю 400/315**

№ продукту розподілу	Теоретичні результати			Практичні результати		
	Вміст, %	Міцність, Н	Марка	Вміст, %	Міцність, Н	Марка
1	20,0	341,69	АС200	10,0	386,12	АС200
2	17,0	245,28	АС160	22,0	268,73	АС160
3	25,0	202,03	АС125	24,0	215,58	АС125
4	24,0	154,01	АС80	40,7	144,49	АС80
5	14,0	92,54	АС50	3,3	66,48	АС32
Вихідний	100,0	210,46	АС125	100,0	210,46	АС125

Висновки

Розроблено математичний алгоритм графічного й аналітичного методу оцінки характеристики якості порошків НТМ, який дозволяє робити, крім розрахунку середньозваженої величини показника характеристики якості, аналіз складу порошку НТМ за показником, що досліджується, оцінювати однорідність порошку й прогнозувати можливий розподіл вихідного порошку на кілька порошків з різним рівнем показника характеристики якості. Здійснено комп'ютерну реалізацію даного алгоритму та проведено дослідну перевірку розробленої програми на прикладі розрахунку характеристик міцності порошків алмазу марки АС125 зернистістю 400/315.

Автор висловлює вдячність канд. техн. наук Г. Д. Ільницькій та докт. фіз.-мат. наук В. І. Кущу за участь в обговоренні матеріалів статті.

[1] Сортування здійснено канд. техн. наук Г. Д. Ільницькою.

Література

1. Технологические основы высокоэффективных методов обработки деталей / П. И. Ящерицын, М. Л. Хейфец, Б. П. Чемисов и др. – Новополоцк: ПГУ, 1996. – 136 с.
2. ДСТУ 3292–95. Порошки алмазные синтетические. Общие технические условия. Введ. 01.01.96. – К.: Госстандарт Украины, 1995. – 71 с.
3. Новиков Н. В., Богатырева Г. П., Богданов Р. К. и др. Однородные термопрочные алмазные шлифпорошки для бурового импрегнированного инструмента // Сверхтв. материалы. – 2003. – № 4. – С. 73–80.
4. Новиков Н. В., Невструев Г. Ф., Ильницкая Г. Д. и др. Оценка качества порошков сверхтвердых материалов. Ч. 1. Теоретические основы метода оценки характеристик качества // Сверхтв. материалы. – 2006. – № 5. – С. 74–83.
5. Тихонов О. Н. Закономерности эффективного разделения минералов в процессах обогащения полезных ископаемых. – М.: Недра, 1984. – 208 с.
6. Новиков Н. В., Невструев Г. Ф., Ильницкая Г. Д. и др. Оценка качества порошков сверхтвердых материалов. Ч. 2. Практическое применение нового метода оценки характеристик качества // Сверхтв. материалы. – 2006. – № 6. – С. 58–67.

Поступила 30.05.07.

УДК 621.762:536.42

С. М. Коновал, Т. О. Гарбуз – аспіранти[1]; **О. В. Кріштова,** інж. [1];
М. П. Беженар, докт. техн. наук[1]; **С. А. Божко,** канд. техн. наук[1];
Н. М. Білявина, канд. фіз.-мат. наук[2]

[1]*Інститут надтвердих матеріалів ім. В. Н. Бакуля НАН України, м. Київ, Україна*
[2]*Київський національний університет ім. Тараса Шевченка, м. Київ, Україна*

СПІКАННЯ ПРИ ВИСОКОМУ ТИСКУ ПОРОШКІВ ТУГОПЛАВКИХ СПОЛУК ТИТАНУ І ЦИРКОНІЮ

The phase composition, real crystalline structure and properties of the polycrystals sintered in HPA under temperatures 1300–2300 K and pressures 2,5–7,7 ГПа of powders of refractory compounds TiB_2, TiC, TiN, ZrN are explored. Formation on the basis of their crystalline lattices of solid solutions of oxygen is indicate. The factors influencing hardness of polycrystals are analyzed.

Вступ

Серед галузей застосування тугоплавких сполук особливе місце посідає їх використання в інструменті для металообробки. Номенклатура матеріалів за участю тугоплавких сполук досить широка: від твердих сплавів до нових марок надтвердих матеріалів PCBN, до складу яких разом із кубічним нітридом бору найчастіше включають карбід або нітрид титану. Зазначені матеріали отримують спіканням за високого тиску при взаємодії в твердій фазі або реакційним спіканням з алюмінієм (як, наприклад, створений в ІНМ ім. В. Н. Бакуля киборит-3 [1]). Наші перші результати з розробки PCBN із добавками таких тугоплавких сполук як TiB_2 і ZrN засвідчили їх позитивний вплив на кінетику спікання [2] і можливість підвищення абразивної стійкості композитів [3]. Вибір режимів спікання композитів *c*BN–Al–тугоплавка сполука з метою отримання комплексу фізико-механічних властивостей, що відповідають вимогам до PCBN, потребує узгодження оптимальних для *c*BN і тугоплавкої сполуки *p,T*-параметрів на кожній стадії спікання. Тугоплавкі сполуки термодинамічно стабільні

за атмосферного тиску, тому більшість пов'язаних з ними технологій не потребують економічно затратної техніки високих тисків, а дані досліджень спікання за високого тиску обмежені [4]. Власні дослідження в основному стосувалися еволюції реальної кристалічної структури TiC, AlN, TiN під час спікання порошків у складі шихти з *c*BN [5, 6].

У зв'язку з тим, що в ІНМ створено науково-технологічну базу з застосуванням техніки високих тисків для виробництва композитів КНБ інструментального і конструкційного призначення (киборит-1, -2 і киборит-3), в цій роботі поставлено задачу — дослідження фазового складу, реальної та кристалічної структури фазових складових, густини та твердості полікристалів, отриманих спіканням кожного з порошків (TiB_2, TiC, TiN, ZrN) за *p,T*-параметрів, що відповідають певним базовим етапам технології виробництва різних марок кибориту (2,5 ГПа, 1300 *K*; 4,2 ГПа, 1750 *K*, 7,7 ГПа, 2100 і 2300 *K*). Саме ці характеристики полікристалів, як відомо, певною мірою формують функціональні властивості PCBN.

Методики дослідження

Для спікання було використано порошки тугоплавких сполук Донецького заводу хімічних реактивів після розмелювання протягом 3 хв. у планетарному активаторі АПФ фірми «Гефест» (Росія). Фазовий склад порошків (табл. 1) і полікристалів, періоди кристалічних ґраток, характеристики реальної структури (розмір областей когерентного розсіювання — ОКР і мікроспотворення $\Delta\, d/d$) визначали за методом рентгеноструктурного (XRD) аналізу. Рентгендифракційні дані для нього отримували на автоматизованому дифрактометрі ДРОН-3 (CuK_α-випромінювання, зйомка в дискретному режимі: крок сканування 0,05°, експозиція 3 с, кутовий інтервал 20–140°). Первинну обробку експериментальних даних здійснювали за методом повнопрофільного аналізу. Інтерпретацію даних виконували за допомогою програм, укомплектованих базою даних дифракційних спектрів еталонних сполук.

Гранулометричні характеристики вихідних порошків визначали на приладі фірми SEISHIN із лазерним датчиком LMS-30 і програмою обробки даних, в результаті чого отримували інтегральну та диференціальну залежності об'ємної долі порошку від розміру частинок (рис. 1), їх діаметри ($D_{max, min, med}$) та обчислену за ними величину питомої поверхні (σ) (табл. 1).

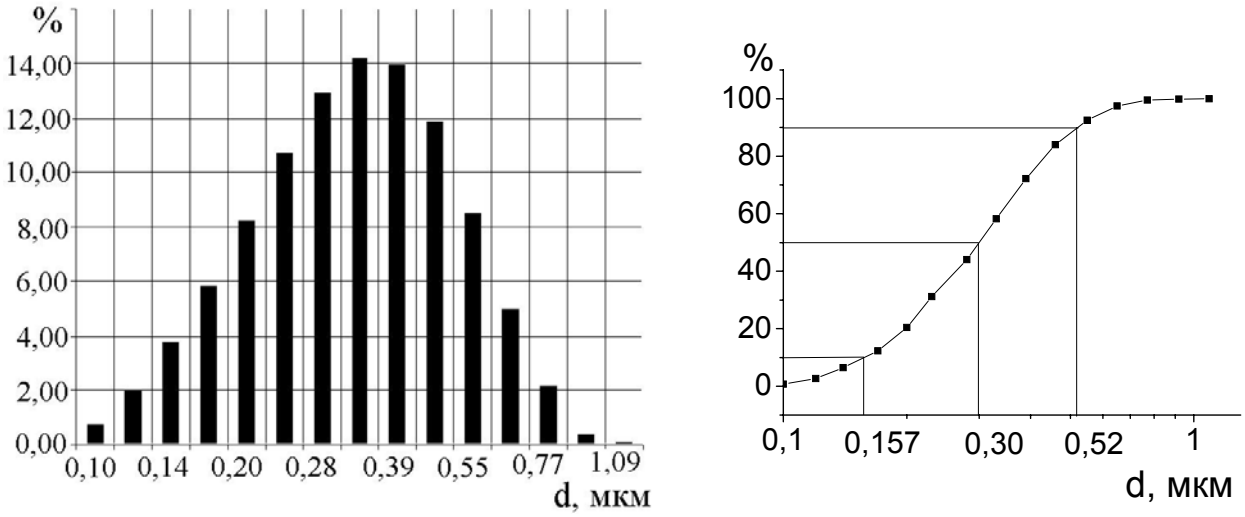


Рис. 1. Диференціальна та інтегральна залежності розподілу частинок за розміром в порошку TiN.

Таблиця 1. **Дисперсність і результати XRD-аналізу вихідних порошків ***

Порошок	σ, $м^2/см^3$	D_{max}, мкм	D_{med}, мкм	D_{min}, мкм	Періоди ґратки, нм	ОКР, нм	$\Delta d/d$, 10^{-3}
TiN	22,9	0,520	0,300	0,157	0,42408 (8)	23 (2)	0,87 (3)
ZrN	23,3	0,520	0,297	0,153	0,45715 (4)	–	–
TiC	21,5	0,549	0,316	0,170	0,43291 (4)	42 (3)	0,79 (7)
TiB_2	3,0	4,153	2,219	1,215	*a*=0,30298 (1) *c*=0,32277 (2)	29 (1)	0,72 (9)

* В дужках похибка останньої значущої цифри.

Спікали порошки в АВТ типу КЗ із графітовим нагрівачем за тисків 2,5–7,7 ГПа, температурах 1300–2300 *К*. Спечені зразки піддавали механічній обробці для очистки від графіту, забезпечення необхідної геометрії та якості поверхні згідно з вимогами застосованих методів досліджень.

Для проведення XRD аналізу від кожної партії зразків, отриманих за певних умов спікання, обирали найрепрезентативніший за густиною і твердістю. Для розрахунку густини зразків їх об'єм визначали гідростатичним зважуванням в ацетоні або вимірюванням геометричних розмірів [2]. Для розрахунку відносної густини в % брали табличні значення пікнометричної густини 4,38 (TiB_2); 4,93 (TiC); 5,43 TiN; 7,09 ZrN і 5,73 ZrO_2. Твердість полікристалів вимірювали алмазним індентором Кнупа за навантаження 9,8 Н.

Результати та їх обговорення

Фазовий склад зразків і періоди кристалічних ґраток фазових складових. За даними XRD аналізу вихідні порошки TiN і ZrN однофазні. Порошки TiC і TiB_2 містили ~5 % домішок TiB_2 і TiC відповідно. Після спікання в зразках з порошку ZrN, окрім основної фази, було ідентифіковано оксид ZrO_2 (до 10 %). В інших зразках фазовий склад був незмінним, але періоди кристалічних ґраток дещо змінювалися (рис. 2).

Однією з причин, що впливають на зміну періодів ґраток монокарбідів та мононітридів за умов високих тиску та температур, може бути розчинність у TiC, TiN та ZrN такого легкого компоненту як кисень із утворенням на їх основі твердих розчинів TiC_xO_y, TiN_xO_y або ZrN_xO_y з кристалічними ґратками типу NaCl (*Fm3m*) [7]. На користь цього свідчить також наявність у спечених зразках з нітриду цирконію оксиду ZrO_2. Якщо таке припущення вірне, то для мононітридів вміст в твердому розчині кисню можна оцінити за значенням періоду його ґратки, використовуючи для цього літературні дані [7].

Наближені формульні склади оксинітридів титану та цирконію обрані нами з великого масиву експериментів і показані на рис. 2,*а* і 2,*б*. Діапазон значень, в якому змінюється період ґратки TiC (рис. 2, *в*) згідно з даними [8] відповідає максимуму на залежності періоду ґратки TiC від вмісту вуглецю і кисню. Це дозволяє лише приблизно оцінити діапазон формульного складу сполуки, як $TiC_{0,85}O_{0,2}$–$TiC_{0,95}O_{0,05}$. Щодо кристалічної ґратки TiB_2 відзначимо, що зміни в ній подібно до TiN і ZrN відбуваються в широкому температурному інтервалі і можуть свідчити про реакції між компонентами шихти, зокрема з киснем, адсорбованим поверхнею порошків [6]. З позицій термодинаміки в реакціях з газовою фазою високий тиск зсуває рівновагу вбік утворення конденсованих фаз. Тому в подальшому доцільно забезпечити спікання порошків TiC, TiN, ZrN, TiB_2 з добавками до шихти компонентів, що зв'язують кисень, наприклад, з Al.

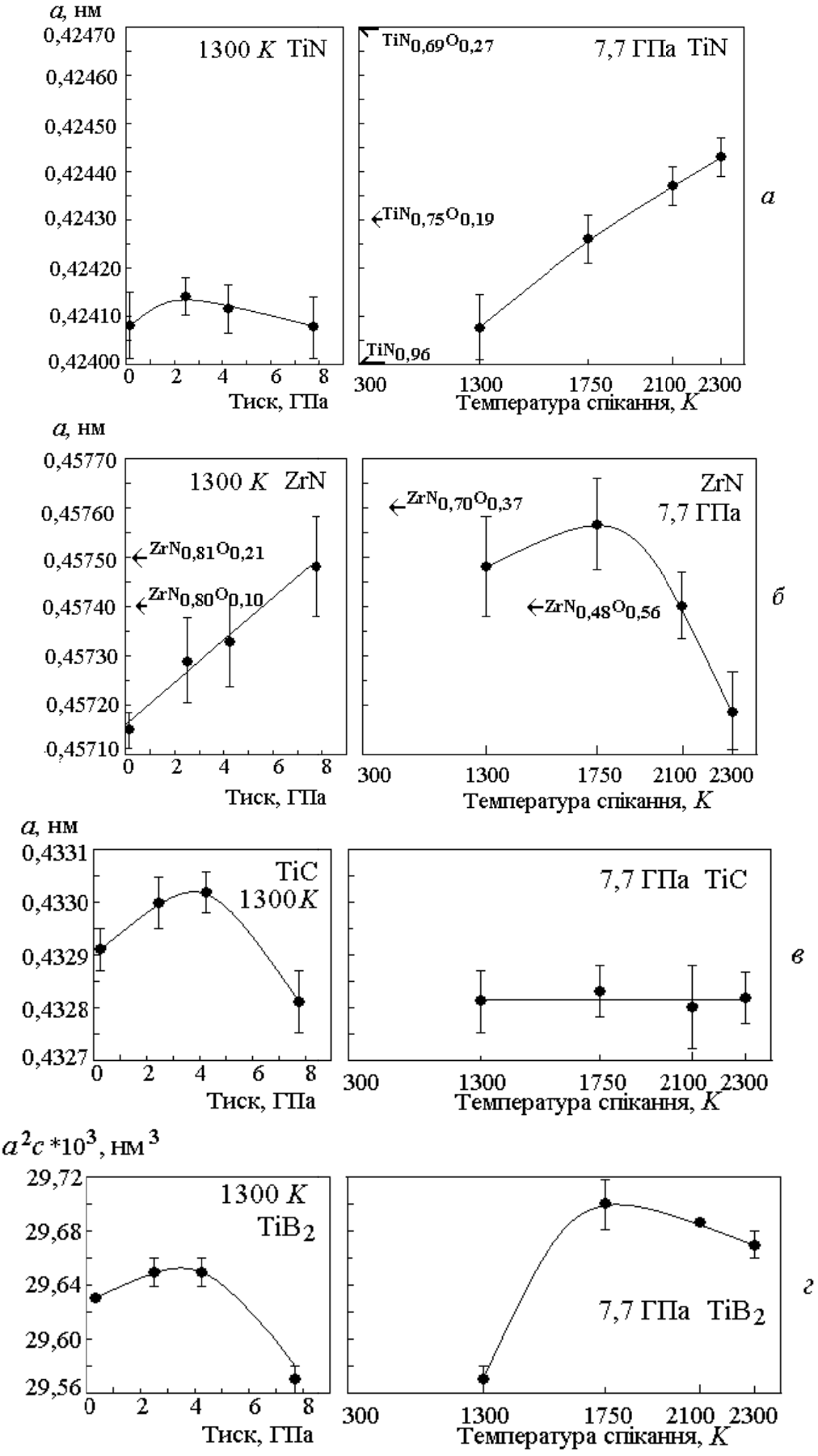


Рис. 2. Еволюція періоду кристалічних граток TiN (а), ZrN (б), TiC (в) і об'єму елементарної ячейки ($V=0{,}866\ a^2c$) TiB_2 (г).

Еволюція реальної структури. Відомо [9], що в процесі формування контактів між частинками під час зростання тиску пластична деформація набуває переваги серед інших механізмів. Саме вона є основним механізмом спікання надтвердих матеріалів в АВТ [10]. При спіканні *c*BN внаслідок процесів дислокаційних перетворень за параметрів спікання p=7,7 ГПа, T=2300 *K* досягається деформаційне зміцнення структури зі зростанням щільності дислокацій і підвищенням твердості [11]. Еволюцію ОКР під час спікання тугоплавких сполук порівняно зі cBN [11, 12] показано на рис. 3. Для всіх сполук характерним є успадкування розміру ОКР вихідних порошків у полікристалах, яке спостерігали раніше під час спікання порошків *c*BN. Активація пластичної деформації тиском є характерною для всіх сполук, але вона більш істотна в твердих матеріалах (*c*BN, TiC, TiB_2). Тому керування процесом ущільнення на ранніх етапах спікання для них стає більш доступним. За *T*>1300 *K* дислокаційні механізми змінюються: пластична деформація поступається процесам відпалу дефектів.

У цих експериментах також виявилося, що еволюція ОКР у полікристалах TiC подібна до еволюції ОКР у *c*BN [11], тобто після відпалу дефектів за T=2100 *K* подальше підвищення температури спікання (до 2300 *K*) веде до деформаційного зміцнення структури. В інших сполуках процес відпалу дефектів ішов поступово з підвищенням температури спікання і схильність до деформаційного зміцнення не спостерігалася.

Властивості полікристалів. У табл. 2 поруч із даними про густину і твердість експериментальних зразків залежно від *p,T*-параметрів їх спікання вказані значення мікротвердості (H_μ) кожної тугоплавкої сполуки (або інтервал таких значень в області гомогенності сполуки) за даними [13].

Найвищі значення щільності і твердості досягнуто спіканням порошку TiB_2, причому ці характеристики вже стабілізуються за відносно невисокої температурі спікання 1750 *K*. Твердість полікристалів TiC, отриманих за температур 1750–2300 *K*, корелює з еволюцією реальної структури (див. рис. 3) і підтверджує висновок про перебудову дислокаційної структури та деформаційне зміцнення TiC.

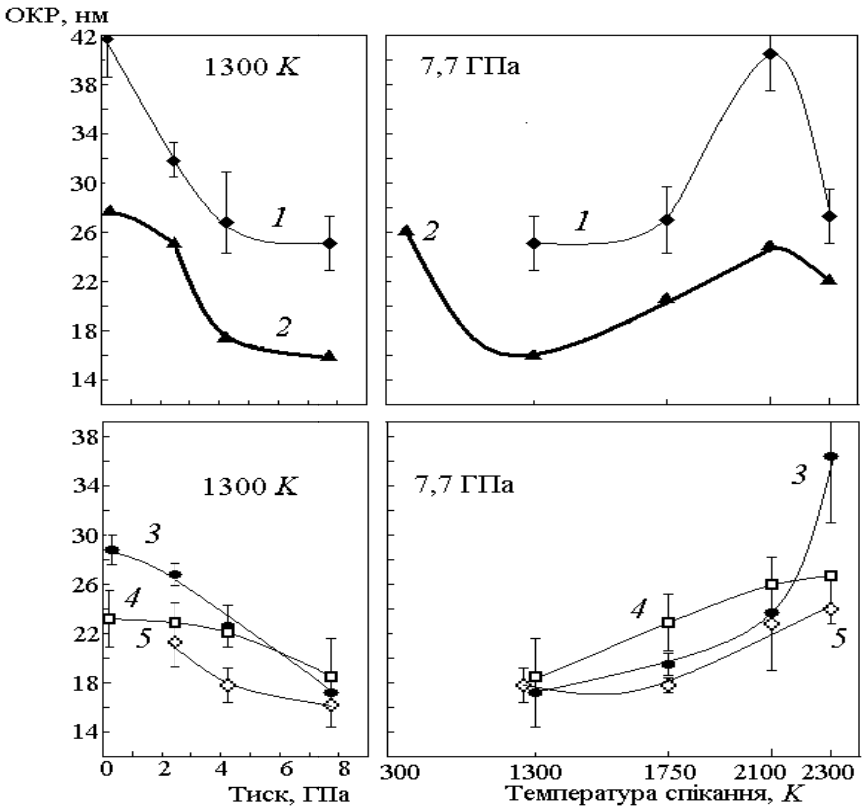


Рис. 3. Вплив температури спікання і тиску на еволюцію ОКР у полікристалах TiC (1), cBN (2), TiB_2 (3), TiN (4) і ZrN (5).

Таблиця 2. **Властивості експериментальних зразків тугоплавких сполук**

p, ГПа	2,5	4,2		7,7			
T, K	1300	1300	1750	1300	1750	2100	2300
[13]	**TiB_2,** $H_ц$=33,7 ГПа						
$\rho/\rho_т$, %	88,1 ±0,7	93,7 ±0,9	98,2 ±0,2	95,3 ±0,2	98,3 ±0,4	98,5 ±0,4	98,6 ±0,1
Нк, ГПа	7,5 ±0,7	11,8 ±0,4	18 ±1	12,5 ±0,6	20,1 ±0,9	21,1 ±0,6	21 ±2
[13]	**TiC,** $H_ц$=31,7÷27,5 ГПа						
$\rho/\rho_т$, %	91,5 ±1,7	96,0 ±0,7	98,0 ±0,2	96,1 ±0,4	97,5 ±0,7	98,0 ±0,6	98,4 ±0,2
Нк, ГПа	12,7 ±0,6	13,1 ±0,1	14,3 ±0,8	14,5 ±2,3	17,5 ±0,3	14,9 ±1,8	18,3 ±2,5
[13]	**TiN,** $H_ц$=20,5÷16,7 ГПа						
$\rho/\rho_т$, %	91,4 ±1,3	95,2 ±0,9	96,9 ±0,4	96,4 ±1,3	97,1 ±0,1	96,9 ±1,3	97,5 ±0,1
Нк, ГПа	8,4 ±1,8	10,8 ±0,4	12,3 ±0,2	13,0 ±0,8	14,0 ±0,3	12,5 ±0,4	12,7 ±0,6
[13]	**ZrN,** $H_ц$=16,7÷14,8 ГПа						
$\rho/\rho_т$, %	89,7 ±0,2	94,9 ±0,1	96,8 ±0,2	96,1 ±0,1	96,2 ±0,3	96,7 ±0,6	97,2 ±0,4
Нк, ГПа	10,4 ±0,3	12,6 ±0,7	12,8 ±0,5	12,4 ±0,3	13,2 ±0,6	13,6 ±0,6	13,4 ±0,3

За літературними даними мікротвердість TiC і TiB_2 перевищує 30 ГПа, а твердість полікристалів у наших експериментах була значно нижчою. Це може бути результатом дифузії кисню в кристалічні ґратки сполук, зміни формульного складу сполуки і відповідно пружнопластичних характеристик фаз. Такі процеси починаються в поверхневому шарі порошків та їх внесок зростає зі збільшенням величини поверхні вихідного порошку (див. табл. 1).

Серед досліджених тугоплавких сполук ZrN має найнижчу мікротвердість, але в отриманих нами зразках твердість за Кнупом наближається до мікротвердості фази більше, ніж в інших тугоплавких сполуках. Можливо, саме оксид ZrO_2 на поверхні частинок порошку ZrN відіграє роль так званої «самозв'язуючої» фази, тобто міжфазні границі підвищують міцність полікристалів, а реакційна взаємодія, як відомо, в багатьох випадках стає фактором інтенсифікації процесу спікання.

Висновки

Дослідження фазового складу, реальної кристалічної структури і властивостей полікристалів тугоплавких сполук TiB_2, TiC, TiN, ZrN, отриманих спіканням за високого тиску, показало, що процес спікання в АВТ супроводжується реакціями між компонентами шихти і адсорбованим киснем з утворенням твердих розчинів на базі кристалічних ґраток тугоплавких сполук, і це негативно впливає на твердість полікристалів. Факторами позитивного впливу на твердість деяких полікристалів є можливість деформаційного зміцнення структури TiC за високих *p,T*-параметрів спікання, а також реакція з утворенням оксиду ZrO_2, що забезпечує міцність міжфазних границь в полікристалі ZrN.

Література

1. Новиков Н. В., Шульженко А. А., Беженар Н. П. и др. Поликристаллические материалы на основе кубического нитрида бора // Синтез, спекание и свойства сверхтвердых материалов: Сб. научн. тр. – К.: ИСМ НАН Украины, 2005. – С. 122–128.

2. Гарбуз Т. О., Беженар М. П., Божко С. А., Білявина Н. М. Спікання при високому тиску порошків *c*BN з добавками TiB_2 і Al та властивості одержаних полікристалів// Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – Вып. 9. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля, 2006. – С. 271–277.
3. Кріштова О. В., Беженар М. П., Божко С. А., Белявина Н. М. Структура та властивості полікристалів, одержаних при спіканні порошків *c*BN з добавками ZrN і Al в умовах високого тиску // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – Вып. 9. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля, 2006. – С. 263–270.
4. Стасюк Л. Ф., Кислый П. С., Кузенкова М. А. и др. Исследование процесса формирования структуры карбида титана в условиях высоких давлений и температур// Физика и техника высоких давлений, 1983. – Вып. 11. – С. 13–15.
5. Новіков М. В., Беженар М. П., Божко С. А. Еволюція кристалічної структури сфалеритного нітриду бору при спіканні композитів BN-AlN і BN-TiC та її вплив на твердість // Доповіді НАНУ. – 1997. – № 6. – С. 118–122.
6. Беженар Н. П., Божко С. А., Белявина Н. Н., Маркив В. Я. Исследование твердофазного взаимодействия при спекании сфалеритного нитрида бора с карбидом и нитридом титана в присутствии кислорода при высоком давлении // Сверхтв. материалы.– 1998.–№ 2.–С. 29–35.
7. Алямовский С. И., Зайнулин Ю. Г., Швейкин Г. П. Оксикарбиды и оксинитриды металлов IVa и Va подгрупп. – М.: Наука, 1981. – 144 с.
8. Стормс Э. Тугоплавкие карбиды. Пер. с англ. – М.: Атомиздат, 1970. – 304 с.
9. Гегузин Я. Е. Физика спекания. – М.: Наука, 1984. – 312 с.
10. Новиков Н. В., Кислый П. С., Шульженко А. А. Сверхтвердые поликристаллические материалы для режущего инструмента // VII Int. Pulvermetallurgische Tagung in DDR. B. 1. – Dresden, 1981. – S. 49–60.
11. Беженар Н. П., Шульженко А. А., Божко С. А., Белявина Н.Н., Маркив В. Я. Перестройка деформационной субструктуры поликристаллов при спекании в условиях высоких давлений микронных и субмикронных порошков КНБ // Сверхтв. материалы. –2002.–№ 4.– С. 24–34.
12. Беженар Н. П., Шульженко А. А., Божко С. А., Белявина Н. Н., Маркив В. Я. Период решетки и дефекты кристаллической структуры сфалеритного нитрида бора. Сообщение 1 // Сверхтв. материалы. –1999.– № 4. – С. 15–25.
13. Самсонов Г. В., Виницкий И. М. Тугоплавкие соединения: Справочник. – М.: Металлургия, 1976. – 560 с.

Поступила 20.06.07.

УДК 541.1:661.657

В. З. Туркевич, докт. хім. наук[1]; **І. А. Петруша**, докт. техн. наук[1];
Т. О. Пріхна, чл.-кор. НАН України[1]; **Д. В. Туркевич**, асп.[1];
С. М. Дуб, канд. техн. наук[1]; **Н. М. Білявина**, канд. фіз.-мат. наук[2]

[1]Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, м. Київ, Україна
[2]Київський національний університет ім. Тараса Шевченка, м. Київ, Україна

ВЗАЄМОДІЯ ФАЗ В СИСТЕМІ B–BN–B_2O_3 ЗА ВИСОКИХ ТИСКІВ І ТЕМПЕРАТУР

Phase interaction in the B–BN–B_2O_3 system has been studied at pressure of 7,7 GPa and temperatures up to 2900 K. Experimental investigations of boron subnitride B_6N, boron suboxide B_6O and cubic boron nitride cBN formation have been carried out. Phase content of sintered samples was measured by X-ray analysis. Hardness measurements were performed.

Сполуки бору характеризуються малою довжиною ковалентного зв'язку атомів, мають унікальні кристалографічні та фізико-хімічні властивості, високу твердість. Вони стали основою для створення низки тугоплавких і надтвердих матеріалів, найбільш поширеними з яких є нітрид бору BN (з кубічними, гексагональними та ромбоедричними гратками) і карбід бору B_4C [1]. Вказані особливості притаманні ще двом сполукам бору – субоксиду B_6O і субнітриду B_6N, які одержують шляхом хімічної реакції бору з оксидом бору B_2O_3 і нітридом бору BN відповідно. Стислий аналіз літературних джерел, присвячених методам одержання B_6O і B_6N та їх властивостям, міститься в роботах [2, 3]. У цих роботах побудовані діаграми стану подвійних систем $B–B_2O_3$ і B–BN під високим тиском.

Взаємодія субоксиду бору B_6O з графітоподібним BN під високим тиском вивчена в роботі [4]. Встановлено, що за температур понад 2300 *К* hBN сильно текстурується, а B_6O розпадається з утворенням чорної склоподібної фази з твердістю 37,3 *ГПа*, що містить включення зі твердістю 48,9 ГПа.

В даній роботі досліджено взаємодію бору, оксиду бору B_2O_3 і графітоподібного BN за тиску 7,7 ГПа і температур 1800–2900 *К*.

Вихідними речовинами слугували нітрид бору (99,8 %, Alfa), аморфний бор і високочистий (загальна кількість домішок менше 0,2 % (по масі) β-ромбоедричний бор, одержаний в Інституті проблем матеріалознавства НАН України шляхом дугової переплавки аморфного бору в атмосфері аргону). Аморфний бор містив певну кількість кисню.

Склади реакційних сумішей, використаних в даній роботі, наведено в табл. 1. Змішування порошків було виконано в шаровому млині протягом 12 год.

Експерименти при високих тисках виконано в апараті типу «тороїд» з діаметром центрального заглиблення 30 мм. Температура визначалась за раніше встановленою залежністю між електричною потужністю струму нагрівання і терморушійною силою термопари Pt-6 % Rh / Pt-30 % Rh. Тиск вимірювався за кімнатної температури по фазових перетвореннях у Bi, Tl, Ba. До центральної частини комірки високого тиску поміщався зразок у вигляді дисків діаметром до 10 мм і висотою 3 мм з вихідних сумішей, який для виключення хімічної реакції з графітом нагрівника оточували циліндром із hBN. Після створення тиску 7,7 *ГПа* зразок нагрівали до температури 1800–2900 *К*, витримували 60–120 с, охолоджували до кімнатної температури і знижували тиск.

Верхня зовнішня сторона зразка зішліфовувалася за допомогою алмазного порошку на чавунному притирі. При цьому одночасно проводилося полірування верхньої поверхні зразка.

Таблиця 1. **Склади вихідних сумішей $B–BN–B_2O_3$**

Зразок	Вміст бору, мол. %	Вміст BN, мол. %	Вміст B_2O_3, мол. %	Реакція, що передбачалась
№ 1	83,3 (кр.)	16,7	–	$5B + BN = B_6N$
№ 2	94,1 (кр.)	–	5,9	$16B + B_2O_3 = 3B_6O$
№ 3	76,5 (кр.)	17,6	5,9	$13B + 3BN + B_2O_3 = 3B_6(O,N)$
№ 4	83,3 (аморф.)	16,7	–	$5B(O) + BN = B_6(O,N)$

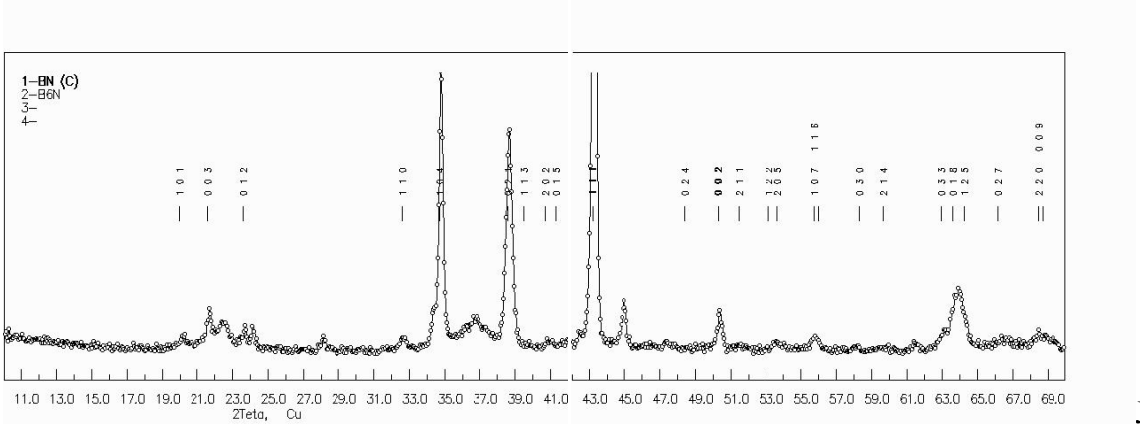
Спікання за температури 1800 *К* не призвело до утворення щільних зразків. Після зняття температури і тиску зразки дефрагментувались до часток розміром 0,5–2 мм. Підняття температури спікання до 2200 *К* забезпечило утворення більш спечених і щільних зразків,

однак всі вони містили велику кількість тріщин і не зберігалися у вигляді циліндрів. Зовнішній вигляд зразків, отриманих за 7,7 ГПа і 2900 *К*, представлений на рис. 1. Шар графітоподібного нітриду бору, який оточував зразки, перетворився на *c*BN.

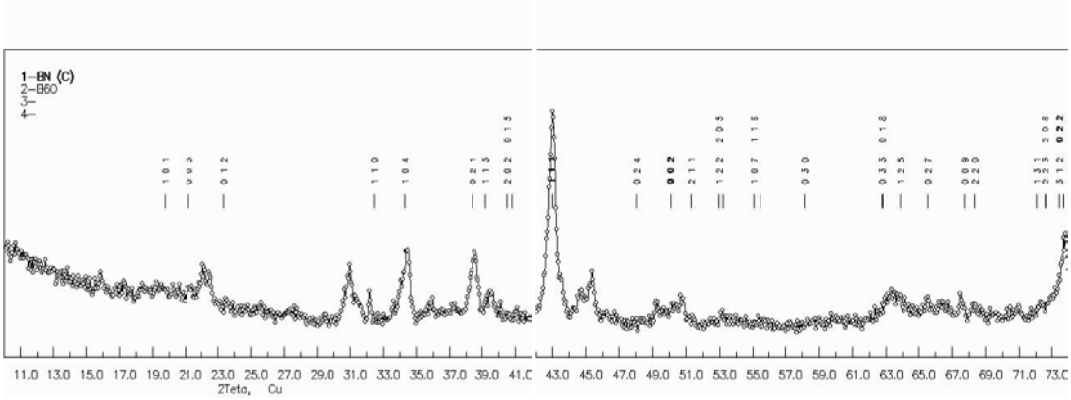
№ 1 № 2 № 3 № 4

Рис. 1. Зовнішній вигляд зразків № 1 – 4, синтезованих за 7,7 ГПа і 2900 К.

Рентгенофазовий аналіз спечених зразків виконаний від шліфа за допомогою дифрактометра ДРОН-3 у мідному випромінюванні $\lambda_{CuK\alpha}$=1,54 Å. На рис. 2 показано дифракційні рентгенівські спектри, одержані від чотирьох досліджених зразків.



№ 1



№ 2

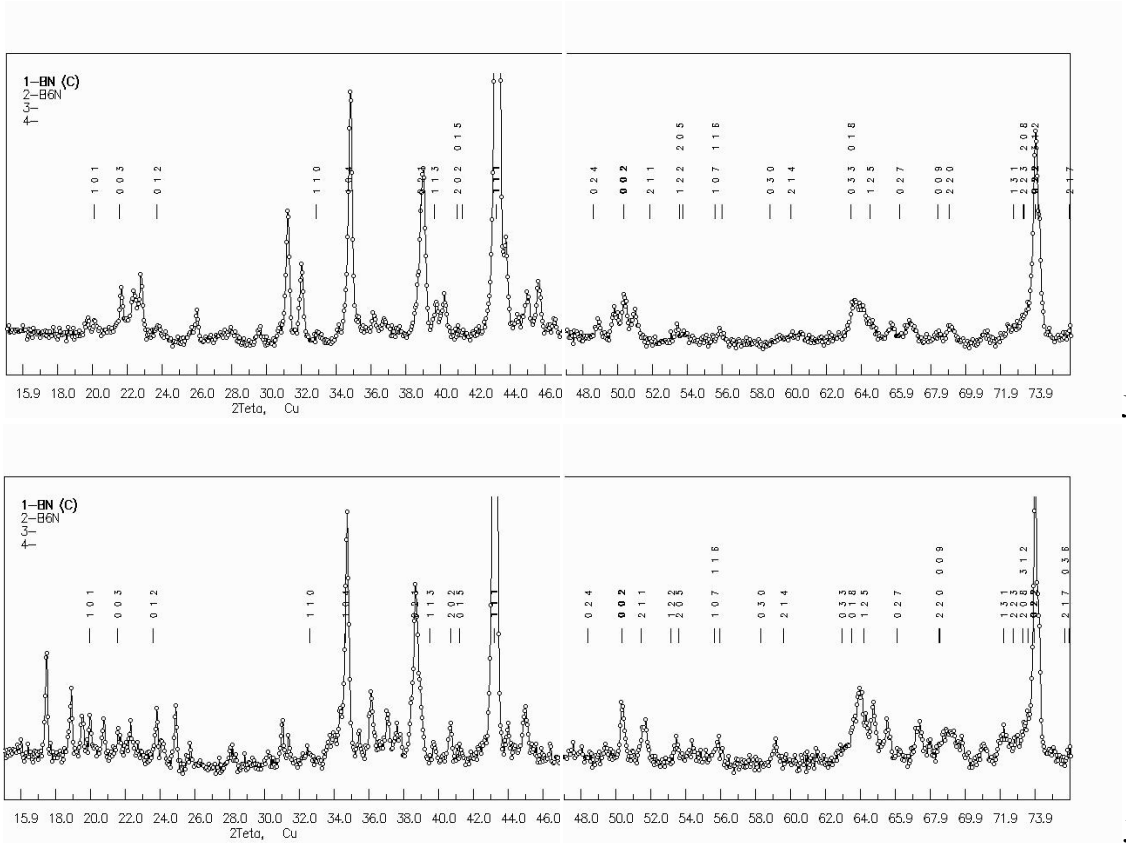


Рис. 2. Дифракційні рентгенівські спектри, одержані від шліфів зразків № 1 – 4, синтезованих за 7,7 ГПа і 2900 К.

Утворення потрійних фаз в системі B–BN–B_2O_3 за 7,7 ГПа і 2900 *К* не зафіксовано. Фазовий склад спечених зразків представлений в табл. 2. Кількість фаз розрахована за відношенням інтенсивностей відбиттів.

Твердість спечених зразків визначена за допомогою твердоміра ПМТ-3 з індентором Кнупа при зусиллі навантаження 4,9 *Н*. Значення твердості наведено у табл. 2.

Таблиця 2. **Фазовий склад зразків системи B–N–B_2O_3, спечених при 7,7 *ГПа* і 2900 *К***

Зразок	Вміст cBN, мол. %	Вміст B_6N, мол. %	Вміст B_6O, мол. %	Вміст B_2O_3, мол.%	Вміст β-бору, мол.%	Твердість за Кнупом, *ГПа*
№ 1	76	24	–	–	–	35,4
№ 2	36	–	30	34	–	14,3
№ 3	63	24	–	13	–	10,7
№ 4	80	16	–	–	4	26,3

Висновки

1. Нагрівання під високим тиском вихідних сумішей системи B–BN–B_2O_3 до температур, які перевищують температуру плавлення B_6N і B_6O, призводить до утворення багатофазних зразків, що містять субнітрид бору B_6N, субоксид бору B_6O і кубічний нітрид бору cBN.

2. Утворення потрійних сполук в системі B–BN–B_2O_3 за високих тисків не встановлено.

Література

1. Синтетические сверхтвердые материалы. В 3 т. Т. 1. Синтез сверхтвердых материалов / Отв. ред. Н. В. Новиков. – К.: Наук. думка, 1986. – 280 с.
2. Синтез субоксида бора B_6O при давлениях до 1 ГПа / В. Л. Соложенко, А. А. Куракевич, В. З. Туркевич, Д. В. Туркевич // Сверхтв. материалы. – 2005. – № 3. – С. 14–18.
3. Туркевич В. З., Соложенко В. Л., Туркевич Д. В. Взаимодействие фаз в системе B–BN при высоких давлениях и температурах // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения. Сб. науч. трудов. – Вып. 9. – К.: ИСМ НАН Украины, 2006. – С. 163–167.
4. Кристаллическая структура и свойства сверхтвердых фаз, образующихся в системе B–B_2O_3–$BN_г$ в условиях высоких давлений и температур / А. А. Шульженко, А. Н. Соколов, С. Н. Дуб, Н. Н. Белявина // Сверхтв. материалы. – 2000. – № 2. – С. 30–35.

Поступила 25.06.07.

УДК 621.928.4; 621.921.1:621.922.34

Г. А. Петасюк, канд. техн. наук

Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины,г. Киев, Украина

ОБОБЩЕННАЯ МАТЕМАТИЧЕСКАЯ МОДЕЛЬ ПРОЦЕДУРЫ СИТОВОЙ КЛАССИФИКАЦИИ ПОРОШКОВ СВЕРХТВЕРДЫХ МАТЕРИАЛОВ

We propose method of indirect determination of grain size and grain size distribution of SHM grinding powders without control sieve analysis standard procedure. The method is based on mathematical simulation of sieve analysis procedure and application of microscopic analysis data. The results of method testing for standard grinding powders of synthetic diamond are presented.

Введение

Процедура размерной ситовой классификации является одной из основных операций технологии производства и идентификации шлифпорошков сверхтвердых материалов (СТМ). В процессе производства она осуществляется с целью получения ряда фракций порошка с преимущественным размером зерен в определенном диапазоне его изменения. Для удобства изложения такую процедуру в дальнейшем будем называть промышленной классификацией. Повторное обращение к процедуре размерной классификации имеет место в процессе контроля произведенной ранее промышленной классификации и приведения порошка к нормам распространяющегося на него стандарта. Данная задача решается путем сравнительного анализа относительного процентного содержания выделенных фракций и проверке его соответствия требованиям стандарта на контролируемый порошок. Учитывая указанную выше особенность такой классификации, будем называть ее контрольной.

По совокупности применяемых методов испытаний контрольная классификация в теоретическом плане не отличается от промышленной. В обоих случаях вначале решается задача классификации порошка на отдельные фракции. На этом этапе методы испытаний, положенные в основу промышленной классификации, могут быть применены и для контрольной классификации. Однако промышленная классификация собственно и заканчивается выделением фракций. Контрольная же классификация включает кроме этого еще и весовой анализ содержимого полученных фракций, проводимый с целью количественной оценки по-

казателей зернового состава. В этом, а также в более жестких требованиях к техническому состоянию применяемого оборудования, и состоит главное методологическое различие между контрольной и промышленной классификацией. Особенностью контрольной ситовой классификация является еще и то, что она проводится на определенном количестве (пробе) порошка. При этом порядок отбора проб регламентируется нормативными требованиями, призванными обеспечить соблюдение принципа представительности.

Ситовой анализ

Ситовой рассев является самым старым способом размерной классификация дисперсных материалов, практическая актуальность которого не уменьшилась и в настоящее время. Тем более что устройства для рассева и используемые в них сетки постоянно совершенствуются. Все операции ситового анализа – от взвешивания исходной пробы и пустых обечаек, установки сит, рассева, взвешивания остатков на ситах до подсчета и записи (распечатки) результатов анализа – производятся роботом, управляемым персональным компьютером [1]. Контроль качества выполнения процесса контролируется также автоматом.

Методы диагностики порошков СТМ на предмет зернистости и зернового состава делят на прямые и косвенные [2]. К прямым относится непосредственное измерение размеров частиц с помощью некоторого масштаба, будь то шкала микроскопа (микроскопический анализ) или ячейки сит (ситовой анализ). В случае косвенных методов определение размеров частиц осуществляется по какому-либо признаку, зависящему непосредственно от размеров (например, по скорости оседания в вязкой среде, скорости растворения, отражению света суспензией, адсорбционной способности и др.). К косвенным следует отнести и метод, основанный на математическом моделировании процедуры ситовой классификации.

Детерминированные и случайные факторы ситовой классификации

Основными параметрами ситового разделения являются размер и форма ячеек сит, их модуль, время рассева, техническое состояние сит. Первые три параметра из перечисленной их совокупности следует квалифицировать как детерминированные. Время рассева и техническое состояние сит следует отнести к категории случайных факторов, но полагать, что они являются оптимальными и контролируемыми.

Контрольный ситовой анализ осуществляется, как известно, с помощью набора контрольных сит. Цель этой диагностической процедуры – разделить порошок на размерные классы и произвести количественную оценку содержимого выделенных фракций по массе содержащихся в них зерен. По результатам такой оценки принимается решение относительно стандартности порошка и, если порошок является таковым, ему присваивается зернистость – по фракции с максимальным значением содержимого. Необходимость косвенного осуществления процедуры контрольного ситового анализа методом математического моделирования обусловлена рядом причин, которые обсуждались в работе [3].

Общая методология построения математической модели процедуры ситовой классификации

Построение математической модели процедуры ситовой классификации порошков СТМ с использованием данных микроскопического анализа включает ряд этапов. На первом из них осуществляется выбор геометрических аналогов ячейки сита и зерна шлифпорошка. Геометрический аналог ячейки реального сита принимается нами либо в форме ромба с длиной стороны l и острым углом 2φ, либо в виде окружности радиуса R. В частности, при $\varphi=45^{\circ}$ как частный случай имеем ячейку в форме квадрата. Предполагается, что принятая форма ячейки сита в процессе прохождения через нее зерна остается неизменной. В настоящей работе, следуя [4, 5], в качестве геометрической модели зерна принимается трехосный эллипсоид с полуосями a, b, h ($a \geq b \geq h$). На втором этапе устанавливается взаимосвязь между параметрами аналога ячейки сита и размерными характеристиками зерна, аналитическое выражение которой представляет собой математическую модель ситового размерного разделения.

Зависимость, выражающую эту взаимосвязь, выводят из условия предельного (т. е., с касанием) прохождения выбранной модели зерна через принятый аналог ячейки сита. Пример решения подобной задачи применительно к ячейке в форме квадрата описан в [4]. Для принятых здесь геометрических аналогов ячейки сита и геометрической модели зерна условие предельного прохождения сводится к свойству эллипса с полуосями b, h быть вписанным в ромб с длиной стороны l и острым углом 2φ либо в окружность радиуса R. Полученные на базе этого свойства такие математические модели ситового разделения имеют вид

$$l = \frac{\tau \cdot b}{\sin(\varphi)} \sqrt{tg^2(\varphi) + \mu^2} \qquad (1)$$

в первом случае и

$$R = b \qquad (2)$$

– во втором.

Здесь l (соответственно R) – длина (радиус) ячейки сита, на котором зерно будет задерживаться;

b – ширина зерна; $\mu = h/b$;

h – высота зерна;

τ – поправочный коэффициент, учитывающий возможное отклонение реальной геометрической формы проекции зерна от принятой его модели.

Установленное в работе [4] значение этого коэффициента для шлифпорошков синтетического алмаза (СА), равняется 0,43785. Общая методология получения подобных зависимостей и математического моделирования процедуры ситовой классификации описаны в [4, 5].

На третьем этапе разрабатываются критерии и алгоритмы различного рода вычислительных и логических процедур, связанных с применением полученной математической модели к решению задачи отнесения зерна к тому или иному классу зернистости и получением количественных оценок содержимого выделенных фракций порошка. В завершение этого этапа создается компьютерное программное обеспечение для автоматизированной реализации разработанных алгоритмов.

В алгоритме косвенного решения задачи ситовой классификации шлифпорошков СА методом математического моделирования с длиной стороны (радиусом) ячейки сита в качестве критериального параметра критерием разделения зерен по размерным классам служит попадание критериального параметра в тот или иной из установленных интервалов стандартных границ фракций порошка. В математическом плане для конкретного зерна это сводится к проверке выполнения условия

$$z_n \le \beta < z_{n+1}, \qquad (1)$$

где β – критериальный параметр,

z_n , z_{n+1} – значения границ интервалов стандартных фракций порошка.

В рассматриваемом случае критериальным параметром выступает длина стороны (радиус) ячейки стандартного сита с номером n и смежного с ним более крупного сита соответственно (n=1, 2, ..., N); N – количество сит стандартного ряда. Зерно относится к той фракции, для которой условие (3) выполняется.

В зависимости от структуры исходных данных может быть два варианта применения этой методики. Первый вариант имеет место, когда известны все три размерных параметра зерен: длина, ширина и высота их проекции. Однако такая ситуация на практике встречается редко. Более типичным является второй вариант, когда известны только длина и ширина проекции зерен, а высота проекции неизвестна. Для такого случая получены эмпирические зависимости [6], позволяющие производить расчетное определение высоты зерна по длине (a) и ширине его проекции:

$$h = A_0 + A_1 \cdot a^{0,3} + A_2 \cdot \sqrt{b} + A_3 \cdot (a/b)^{3,25} + A_4 / \left[\log(2ab/(a+b))\right]^{0,2}, \qquad (4)$$

где A_0= 2085,3; A_1= –663,06; A_2= 147,32; A_3= 95,991; A_4= –353,38 – числовые константы.

Зависимость (4) получена путем математической обработки экспериментальных данных [7] по средним значениям всех трех размерных параметров зерен стандартных по [8] шлифпорошков СА. Обработка производилась с использованием разработанной в ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины компьютерной программной системы многовариантного построения и анализа многофакторных эмпирических математических моделей [9].

Для практического применения методики разработано оригинальное компьютерное программное обеспечение. Использование такого компьютерного контрольного сита позволяет на основании только данных по длине, ширине и высоте проекции зерен решать большой круг практических задач [3].

Проверка адекватности разработанного метода

Проверка адекватности допущений, принятых при разработке модели, и оценка погрешностей при практическом использовании полученных аналитических зависимостей, связывающих размерные параметры зерна с характерным геометрическим параметром ячейки сита, проводилась на ситах с ячейками в форме квадрата. Такая форма ячеек является характерной для большинства действующих стандартов на данный вид дисперсных материалов и является частным случаем более общей формы – ромба с острым углом φ=45º.

Указанная задача решалась путем тестирования предложенного метода на стандартных по стандарту [8] шлифпорошках СА с известными показателями зернового состава и зернистости. Результаты тестирования представлены в таблице.

Результаты расчетного определения показателей зернистости и зернового состава методом математического моделирования шлифпорошков СА некоторых марок и зернистостей

Марка шлифпорошка	Тип показателя	Зернистость, мкм	Показатели зернового состава, %				
			$П_ф$	$К_ф$	$О_ф$	$М_ф$	$О_ф$+$Пр_ф$
АС4	ф	125/100	0	4	84	0	96
	р	125/100	0	6	78	0	94
АС20	ф	100/80	0	2	81	0	98
	р	100/80	0	0	78	1	99
АС65	ф	315/250	0	8	82	0	92
	р	315/250	0	11	80	0	89
АС32	ф	500/400	0	4	88	0	96
	р	500/400	0	5	86	0	95
АС65	ф	400/315	0	4	84	0	96
	р	400/315	0	9	78	0	91
АС50	ф	160/125	0	10	74	0	90
	р	160/125	0	6	70	0	94
АС20	ф	160/125	0	12	70	0	88
	р	160/125	0	16	66	0	84
АС80	ф	315/250	0	10	80	0	90
	р	315/250	0	14	77	0	86
АС100	ф	250/200	0	15	73	0	85
	р	250/200	0	17	71	0	83
АС65	ф	160/125	0	12	75	0	88
	р	160/125	0	18	80	0	82

Приведенная информация касается фактической марки шлифпорошка, фактических (строки ф) и расчетных (строки р) показателей зернистости и зернового состава по массе предельной ($П_ф$), крупной ($К_ф$), основной ($О_ф$) и мелкой ($М_ф$) фракций, а также показателя по

суммарному содержанию основной и промежуточной ($О_ф$+$Пр_ф$) фракций. Анализ результатов тестирования дает основания сделать следующие выводы. Максимальная погрешность расчетного определения показателей зернового состава по фракциям составляет: по предельной – 0 % (точно); по крупной – до 6 % в сторону завышения (при допускаемом стандартом абсолютном отклонении результата определения +6 %); по основной – до 10 % в сторону занижения (стандартом допускается –15 %); по мелкой – до 1 % в сторону завышения (стандартом допускается +3 %); по основной и промежуточной – 1÷6 %.

В характере соотношения расчетных и фактических значений показателей зернового состава наблюдается следующая тенденция отклонения: крупная и мелкая – к завышению, основная – к занижению. Такой характер отклонений значительно уменьшает степень риска принять положительное решение относительно стандартности порошка в случаях, когда он таковым не является. Что касается расчетной зернистости, то она во всех случаях совпадала с фактической.

Выводы

1. Впервые получена обобщенная математическая модель процедуры разделения шлифпорошков сверхтвердых материалов ситовым методом. Использование разработанной математической модели позволяет осуществлять моделирование процедуры ситового разделения как для ячеек в форме квадрата, так и в форме ромба с острым углом 2φ и в форме окружности.

2. Адекватность допущений, принятых при разработке модели, и правомерность практического использования аналитических зависимостей, связывающих размерные параметры зерна с характерным геометрическим параметром ячейки сита, подтверждается результатами тестирования модели на стандартных шлифпорошках СА в случае сит с ячейками в форме квадрата (частный случай ромба при φ=22,5º).

Литература

1. Ходаков С. Г. Современные методы измерения дисперсности промышленных порошков//Заводская лаборатория. – 1988. – № 7. – С. 30–38.
2. Ходаков Г. С. Основные методы дисперсного анализа порошков. – М.: Стройиздат, 1968. – 264 с.
3. Новиков Н. В., Богатырева Г. П., Никитин Ю. И., Петасюк Г. А. Методи ка расчетной диагностики зернистости и зернового состава порошков СТМ // Інструментальний світ. – 2006. – №4 (32). – С. 4–7.
4. Петасюк Г. А. Компьютерное моделирование процедуры ситового анализа шлифпорошков сверхтвердых материалов // Заводская лаборатория. – 1999. – № 10. – С. 29–32.
5. Новиков Н. В., Никитин Ю. И., Петасюк Г. А. Компьютерное диагностическое сито для идентификации зернистости и зернового состава микроскопических проб алмазных шлифпорошков // Сверхтв. материалы. – 2003. – № 3. – С. 71–83.
6. Петасюк Г. А. Опосередкована діагностика висоти зерен шліфпорошків синтетичного алмазу засобами математичного моделювання // Вісник Східноукраїнського національного університету. – 2006. – № 3(97). – С. 131–136.
7. ДСТУ 3292–95. Порошки алмазні синтетичні. Загальні технічні умови. Введ. 01.01.96. – К.: Держстандарт України, 1995.
8. Никитин Ю. И., Уман С. М., Коберниченко Л. В. и др. Порошки и пасты из синтетических алмазов. – К.: Наук. думка, 1992. – 284 с.
9. Петасюк Г.А., Петасюк О. У. Алгоритм багатоваріантної комп’ютерної побудови та аналізу емпіричних математичних моделей технологічних процесів // Процеси механічної обробки в машинобудуванні. Зб. наук. праць Житомирського державного технологічного університету. – Вип. 1. – 2005. – С. 181–193.

Поступила 16.05.07.

УДК 621.921:661.65

Г. П. Богатырева, докт. техн. наук**; Н. А. Олейник,** канд. техн. наук**;**
Г. А. Базалий, В. Л. Гвяздовская, Г. Г. Пюра, В. С. Шамраева, инженеры

Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев, Украина

ПРАКТИКА И ПЕРСПЕКТИВЫ ПРИМЕНЕНИЯ ПРОЦЕССОВ ОБОГАЩЕНИЯ ПРИ ПЕРЕРАБОТКЕ ПРОДУКТА СИНТЕЗА КУБИЧЕСКОГО НИТРИДА БОРА

The results of the many years of experience and also application perspectives of enrichment processes in resourcesaving technology of the treatment of product cubic carbon nitride synthesis are indicated. The processes and technology of the treatment are based on the results of influence of active physicochemical environment and mechanical destruction on the technological, structure-absorptive and physicochemical properties of the composite technological material and its components.

Вступление

Широко используемый при обработке сталей абразивный материал кубический нитрид бора (cBN) впервые был синтезирован в 1957 г. [1].

С этого времени существуют проблемы эффективной переработки композиционного материала технологического назначения – продукта синтеза (ПС), который образуется в процессе синтеза cBN (рис. 1).

Развитие процессов синтеза привело к созданию нового класса ПС – с повышенным содержанием микропорошков, что заставило вновь вернуться к вопросам переработки ПС cBN.

Работами многих ученых [2–7] исследован химический и фазовый состав ПС cBN. Установлено, что составляющими ПС являются кристаллы и их сростки cBN (16–26 % по массе) [5, 7], гексагональный нитрид бора (hBN) (50–52 % по массе), остальное: основные металлосодержащие фазы $Mg_3B_2N_4$; MgB_2; h-Mg_3BN_3; l-Mg_3BN_3; примесные фазы MgO; B_2O_3; $B(OH)_3$; HBO_2; C (графит) [7]. Причем состав примесных фаз разнится и зависит от ростовой системы, в которой получен cBN.

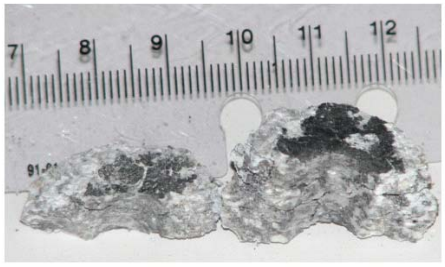


Рис. 1. Общий вид спеков ПС cBN.

Традиционно переработку ПС cBN с получением сырья cBN начинают дроблением спеков ПС и проводят в три этапа [6, 8]. Первый – растворение металлосодержащих фаз растворами минеральных кислот. Второй – очистка cBN от hBN окислением при термохимической обработке расплавами гидроксидов щелочных металлов или при обработке концентрированной серной кислотой с добавлением сульфата калия [8, 9]. Третий – финишная очистка сырья cBN от примесей, обязательно включающая жидкофазное окисление графита.

Широко известна схема выделения cBN – «Прямая химия», которая включает дробление спеков до крупности менее 3000 мкм и термохимическую обработку по вышеописанной схеме [8]. Известна технология, включающая химическую обработку материала раствором соляной кислоты с добавлением азотной кислоты. Осадок обрабатывают расплавом смеси NaOH и KOH с добавлением KNO_3, затем смесью серной и хромовой кислот, соляной кислотой, промывают и сушат [5].

Химическое взаимодействие cBN с агрессивными средами (расплавами щелочных металлов, а также смесью серной кислоты и сульфата калия) приводит к изменению структуры

поверхности порошков кубонита [9]. Поэтому длительная обработка ПС агрессивными средами в процессе выделения cBN нежелательна.

Переработка ПС по известным технологиям с применением лишь химических обработок длительна и трудоемка, экологически опасна, требует развитой базы нейтрализации и обезвреживания промышленных стоков и газовых выбросов.

В процессе переработки, спеки ПС после дробления и химической обработки образуют механические смеси, состоящие из свободных частиц cBN, hBN, их сростков, графита и примесей.

Известна технология переработки ПС с применением разделения cBN и hBN по плотности в тяжелой жидкости – бромоформе или йодистом метилене [5, 6]. Отделение hBN приводит к уменьшению расхода реактивов и времени переработки ПС. Недостатком способа является высокая токсичность и значительные потери cBN.

В ИСМ НАН Украины большое внимание уделяют разработке комплексных схем переработки ПС. Классическая комплексная технология переработки ПС cBN, включает:

дробление;

растворение металлосодержащих фаз;

разделение cBN и hBN в процессе гравитационного обогащения или пенной флотации в сочетании с избирательным механическим или ультразвуковым дроблением;

термохимическую обработку концентрата [8].

Такая схема удешевляет переработку, снижает ее экологическую опасность.

Гравитационное обогащение – это процесс разделения частиц по плотности в тонком слое воды, текущей по наклоненной плоской деке, совершающей возвратно-поступательные движения в горизонтальной плоскости перпендикулярно к направлению движения воды. Разделяемая смесь частиц непрерывно поступает на деку концентрационного стола (рис. 2), разрыхляется, расслаивается и транспортируется: частицы материала с высокой плотностью в продольном направлении, частицы с низкой плотностью – в поперечном [10].

Пенная флотация [10] – процесс разделения частиц в объеме воды в камере флотационной машины (рис. 3). Процесс основан на различии флотационных свойств поверхности частиц. Частицы с гидрофобной поверхностью прилипают к вводимым в пульпу пузырькам воздуха, всплывают, образуя пену (пенный продукт), и выводятся из камеры. Гидрофильные частицы тонут, образуя камерный продукт.

Рис. 2. Концентрационный стол КЦГ-30.

Рис. 3. Флотационная машина.

Известно, что применение гравитационного обогащения, флотации позволяет вывести часть hBN из технологического цикла. Обработке подвергать концентрат, составляющий около 30 % исходной массы перерабатываемого материала, с высоким содержанием cBN (69–95 %).

Известно, что применение процессов гравитационного обогащения и флотации эффективно при условиях однородности материала по крупности; высокой степени раскрытия материала, т.е. разделяемые частицы должны представлять механическую смесь частиц в свободном состоянии; максимальной контрастности свойств разделяемых частиц [10].

Цель настоящей работы исследование технологических, адсорбционно-структурных и физико-химических характеристик дисперсного ПС cBN с повышенным содержанием микропорошков, поступающего на обогащение; выбор способа и режимов обогащения.

Методика исследований

Исследования проведены на ПС cBN с повышенным содержанием микропорошков. Материал для исследования был любезно предоставлен А. И. Боримским – зав. лабораторией «Перспективные АВД для синтеза высокопрочных сверхтвердых материалов» ИСМ НАН Украины.

Выбранные схемы получения образцов материала для исследования и обогащения по существующей классической комплексной переработке ПС cBN и экспериментальной подготовке представлены на рис. 4, 5.

Исследования материала и результатов обогащения проведены известными экспериментальными методами. Для исследования технологических характеристик ПС (ситовых характеристик, распределения cBN по классам крупности дисперсного ПС) использованы химический, гравиметрический методы, ситовой анализ. Степень раскрытия дисперсного ПС cBN определяли по результатам флотационного разделения, используя критерий Фоменко ($E_Ф$) [11].

Определение адсорбционно-структурных характеристик составляющих и дисперсного ПС проведено на основе математической обработки изотерм низкотемпературной адсорбции азота, полученных на приборе «Акусорб 2100» (Франция) [12].

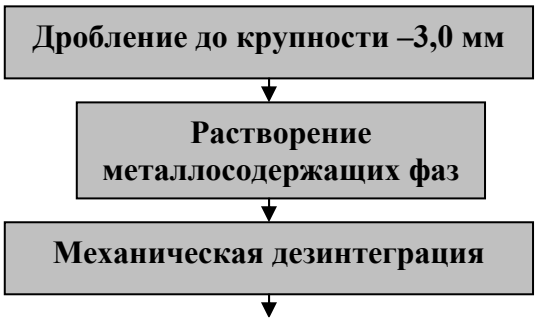


Рис. 4. Подготовка № 1 к обогащению, применяемая в классической комплексной схеме переработки ПС cBN.

Рис. 5. Подготовка № 2 к обогащению (экспериментальный способ) для применения в комплексной схеме переработки ПС cBN.

Определение гидофильности и гидрофобности составляющих и продуктов переработки ПС оценивали по величине свободной энергии насыщения водой. [13]. Технико-экологические характеристики процессов обогащения и переработки дисперсного ПС определены на основе материального баланса.

Обсуждение результатов

Исследование технологических характеристик дисперсного ПС, поступающего на обогащение, показало, что оба способа подготовки материала к обогащению приводят к усреднению материала по крупности, его раскрытию и концентрации зерен cBN в узком классе крупности фрагментов ПС (рис. 6, 7, 8).

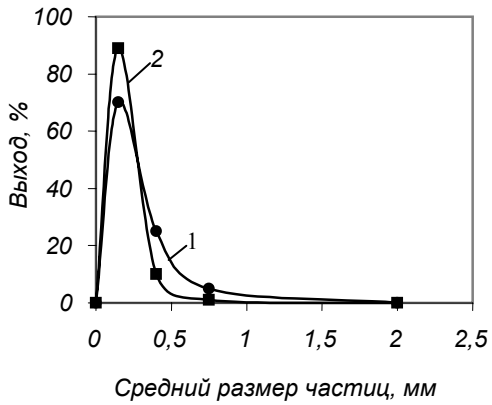


Рис. 6. Распределение по крупности дисперсного ПС cBN: 1– подготовка к обогащению № 1; 2 – подготовка к обогащению № 2.

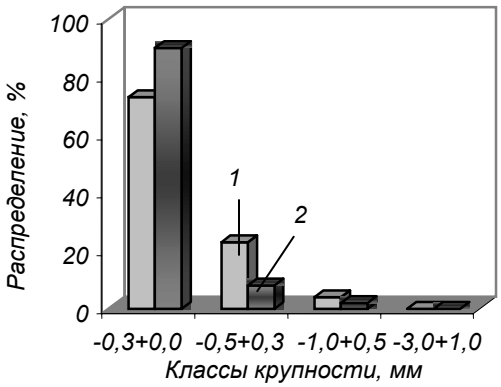


Рис. 7. Распределение с BN по классам крупности дисперсного ПС: 1– подготовка к обогащению № 1; 2 – подготовка к обогащению № 2.

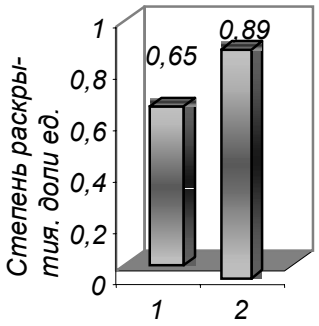


Рис. 8. Степень раскрытия дисперсного ПС cBN:
1 – подготовка к обогащению № 1;
2 – подготовка к обогащению № 2.

Из полученных результатов видно, что экспериментальный способ подготовки материала к обогащению более эффективен, т.к. приводит к концентрации материала до 90 % (по массе) в классе крупности –500+0 мкм при концентрации зерен cBN до 93 % (по массе) в классе крупности –300+0 мкм, а также позволяет на 48 % повысить степень раскрытия.

Определение адсорбционно-структурных характеристик дисперсного ПС и его составляющих по изотермам адсорбции азота, плотности и величины свободной энергии насыщения парами воды показало различия флотационных свойств cBN, hBN и графита (табл. 1). Из таблицы следует, что поверхность hBN и графита гидрофильна, поверхность cBN – гидрофобна.

Как известно, энергия взаимодействия между твердой поверхностью и молекулами жидкости и, следовательно, естественная флотируемость определяется характером связей, обнажающихся при раскалывании твердого тела, и зависит от его структуры [10].

Гидрофильная поверхность минерала характеризуется преобладанием ненасыщенных ионных или атомных связей и присоединяет молекулы воды. Гидрофобная поверхность характеризуется преобладанием молекулярных связей и практически не присоединяет молекулы воды. Графит и гексагональный нитрид бора имеют типичную слоистую структуру. Слои атомов образованы плоскими сетками из правильных шестиугольников. В плоскости сетки связь атомов ковалентная. Силы взаимодействия базисных плоскостей малы и являются Ван-дер-Ваальса силами, по ним возможно расслоение и расколы кристаллита [14]. Поэтому как графит, так и гексагональный нитрид бора обладают естественной флотироемостью. На поверхности торца чешуйки графита пузырек воздуха не закрепляется, а на плоскости, соответствующей плоскости спайности, – наоборот [15]. Кристаллическая структура кубического нитрида бора аналогична решетке алмаза, характеризуется тетраэдрическим расположением атомов с равной длиной связей B-N и углом между ними [14]. Поэтому на поверхности кристаллов кубического нитрида бора в сравнении с графитом и гексагональным нитридом бора пузырек воздуха должен хуже и слабее закрепляться.

Таблица 1. **Адсорбционно-структурные и физико-химические характеристики дисперсного ПС cBN, поступающего на обогащение**

Составляющая (продукт)	Плотность	Удельная поверхность	Адсорбционный потенциал		Пористость	Величина свободной энергии насыщения парами воды
	ρ г/см^3	$S_{уд.}$ м^2/г	A Дж/г	A^0 Дж/м^2	V_p мл/г	$_{\Delta}C_S$ Дж/моль·г
После обработок по схеме № 1						
Графитовая составляющая	2,28	5,56	9,52	1,71	0,0182	5,47
Продукт синтеза	3,15	1,38	11,16	8,09	0,0097	14,38
После обработок по схеме № 2						
Графитовая составляющая	2,30	3,04	6,92	2,03	0,0011	6,86
Кубический нитрид бора	3,48	0,96	5,07	5,31	0,00521	4,29
Гексагональный нитрид бора	2.38	4,06	16,78	4,14	0,01943	16,77
Продукт синтеза	2,52	2, 76	12,82	4,59	0,0139	15,36

В процессе подготовки ПС к обогащению применяют сильные окислители, поэтому поверхность разделяемых минералов изобилует гидроксильными группами, которые гидрофилизируют поверхность. Поэтому для усиления гидрофобности используют в качестве собирателя гетерополярные органические вещества. Молекулы этих веществ закрепляются полярной частью на гидрофильных участках поверхности и гидрофобизируют ее за счет аполярной части молекулы, направленной в воду. Очистка поверхности и закрепление молекул реагентов-регуляторов флотации происходит при ультразвуковой агитации с органическими – КМЦ (карбоксиметилцеллюлоза), сосновым маслом и керосином. Известно, что органические молекулы лучше закрепляются и удерживаются на гидрофобной поверхности [16]. Гидрофобные и гидрофобизированные частицы закрепляются на воздушных пузырьках и переходят в пенный продукт. Таким образом, при флотации дисперсного ПС *c*BN происходит обратная флотация, образовывается концентрат, состоящий, в основном, из *c*BN, и пенный продукт – из графита и *h*BN.

Эксперименты по обогащению дисперсного ПС показали, что гравитационное обогащение материала, подготовленного по схеме № 1 (применяемое в классической комплексной переработке ПС), приводит к распределению *c*BN по всем продуктам обогащения. В концентрате, промежуточном продукте, отходах, осадке в отстойнике содержится *c*BN. Часть *c*BN безвозвратно теряется со сливами. Массовая доля cBN в концентрате составляет 38–47 %, а его выход – 29–31 % от исходной массы перерабатываемого материала. Извлечение в концентрат гравитационного обогащения составляет 69–72 % от их содержания в исходном материале. Флотация отходов и промежуточного продукта после cBN дополнительной механической дезинтеграции позволяет дополнительно извлечь 12,8 % *c*BN и получить пенный продукт (21 % исходной массы, 10 % массовая доля cBN).

Эксперименты по флотации дисперсного ПС, подготовленного по схеме № 2, подтвердили целесообразность применения этого процесса. Материал без затруднений удалось разделить на два продукта. Концентрат составил 26 % массы перерабатываемого материала. Его

состав (массовые доли): *c*BN 90–95 %; *h*BN 5–10 %; графит – до 0,3 %. Следует отметить, что материал, поступающий на разделение, содержит 10–20 % графита. Пенный продукт составил 13,4 % исходной массы перерабатываемого материала. Его состав (массовые доли) *h*BN 90–95 %; 5–10 %; до 15 % (по массе) из графита.

Технико-экологические показатели переработки ПС cBN по классической комплексной схеме и экспериментальному способу представлены в табл. 2.

Как следует из полученных результатов, применение флотации в сочетании с разработанным способом подготовки материала в технологии переработки ПС cBN обеспечивает повышение извлечения cBN на 10 %, практически полную очистку от графита, а также образование отходов (13,4 % исходной массы перерабатываемого материала), состоящих из *h*BN, графита и нераскрытых частиц тонких классов *c*BN. По сравнению с технологией «Прямая химия» это позволяет снизить экологическую опасность процесса переработки. Сокращается расход химических реактивов 1 и 2 классов опасности: минеральных кислот на 31,4 %, хромового ангидрида на 75 %, гидроксида калия на 66,6 %.

Таблица 2. **Основные технико-экологические показатели переработки ПС *c*BN**.

Наименование		Показатели (на 1000 карат порошка кубического нитрида бора)	
		Технология	
		экспериментальная	классическая ресурсосберегающая, базовая «Прямая химия»
Потери сырья *c*BN (извлечение), %		15,7	27 (Классическая ресурсосберегающая) 12–15 («Прямая химия»)
Отходы производства, содержащие до 95 % cBN, 5 % *h*BN, графит и примеси		10,0	0
Трудоемкость переработки, ч		5,9	5,6
Расход реактивов, кг	Минеральные кислоты	4,1	6,0
	Хромовый ангидрид	0,1	0,4
	Гидроксид калия	0,6	1,8
Стоимость переработки, усл. ед.		0,41	1,0

Выводы

Установлены технологические, адсорбционно-структурные и физико-химические характеристики ПС *c*BN, поступающего на обогащение по классической комплексной переработке и по экспериментальной схемам. На основании возможности получения концентрата флотации с высоким содержанием *c*BN, низким содержанием *h*BN, практическим отсутствием графита подтверждена перспективность применения процессов обогащения при переработке ПС *c*BN

Авторы выражают благодарность коллеге, сотруднице ИСМ НАН Украины Беляевой А. Д., за помощь в проведении исследований.

Литература

1. Шульженко А. А., Соколов А. Н., Ильницкая Г. Д., Невструев Г. Ф. Получение термостабильных шлифпорошков кубического нитрида бора // Синтез, спекание и свойства сверхтвердых материалов: Сб. научн. тр. / Отв. ред. Н. В. Новиков: – НАН Украины. Ин-т сверхтв. материалов им. В. Н. Бакуля. – К., 2005. – С. 39–46.
2. Харитонова М. В., Ривлин И. Я. Раздельное определение содержания гексагонального и кубического нитридов бора при их совместном присутствии // Абразивы и алмазы. – Сб. – М.: ВНИИАлмаз, 1967.– № 5. – С. 3–7.
3. Харитонова М. В., Ривлин И. Я. Химический анализ эльбора // Абразив. – Сб. – М.: ВНИИАШ, 1968.–№ 5.– С. 11–15.
4. Харитонова М. В., Ривлин И. Я. Химический фазовый анализ первичных продуктов синтеза (блочков) кубического нитрида бора // Абразивы. – Сб. – М.: ВНИИАШ, 1969. – № 2. – С. 9–14.
5. Муханов В. А., Гурьев А. В., Гурьев В. В., Мальчиков В. В. Извлечение кубического нитрида бора из спеков// Сверхтв. материалы. – 2005.– № 4. – С. 80–83.
6. Филоненко Н. Е., Иванов В. И., Сохор М. И., Фельдгун Л. И. О механизме образования кубического нитрида бора // Труды ВНИИАШ.– Сб.– Л.: ВНИИАШ, 1975. – № 2. – С. 5–11.
7. Туркевич В. З., Богатырева Г. П., Олейник Н. А. и др. Исследование фазового состава продукта синтеза кубического нитрида бора // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. научн. тр. – Вып. 8. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2005. – С. 132–135.
8. Инструменты из сверхтвердых материалов/ Под ред. Н. В. Новикова. – М.: Машиностроение, 2005. – 555 с.
9. Богатырева Г. П., Котова Н. В., Гвяздовская В. Л., Подзярей Г. А. О химическом взаимодействии кубического нитрида бора с агрессивными средами // Доклады академии наук Украины, 1994. – № 10. – С. 110–119.
10. Справочник по обогащению руд. Основные процессы /Под ред. О. С. Богданова. – М.: Недра, 1983. – 381 с.
11. Барский Л. А., Рубинштейн Ю. Б. Кибернетические методы в обогащении полезных ископаемых. – М.: Недра, 1970. – 312 с.
12. Алешин В. Г., Смехнов А. А., Богатырева Г. П., Крук В. Б. Химия поверхности алмаза. – К.: Наук. думка.– 1990. – 200 с.
13. Методические рекомендации по изучению физико-химических свойств СТМ / Под ред.. Г. П. Богатыревой. – К.: ИСМ НАН Украины, 1992. – 40 с.
14. Физика твердого тела. Энциклопедический словарь /Под ред. В. Г. Барьяхтар. — К.: Наук. думка, 1996. – Т. 1. –651 с.
15. Глембоцкий В. А., Классен В. И., Плаксин И. Н. Флотация / Под ред. И. Н. Плаксина. – М.: ГНТИ лит. по горному делу, 1961. – 547 с.
16. Богатырева Г. П., Маринин М. А., Базалий Г. А. и др. Химия поверхности субмикронных алмазных и кубонитовых порошков сверхтвердых материалов / Сверхтв. материалы. – 2001. – № 1. – С. 3–7.

Поступила 26.06.07.

УДК 621.921:661.65

А. Н. Соколов, **Г. Д. Ильницкая**, **Г. Ф. Невструев**, кандидаты техн. наук

Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев, Украина

ВЛИЯНИЕ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ ВОЗДЕЙСТВИЙ НА СВОЙСТВА ШЛИФПОРОШКОВ КУБИЧЕСКОГО НИТРИДА БОРА

As a result of the made researches it is positioned, that the concentrated and diluted with sulfuric, azotic, saline acids and as a mix of saline and azotic acids ("nitrohydrochloric acid") and solutions of oxyhydroxide of sodium and potassium do not render influence on cBN. At action of a melt of oxyhydroxide of sodium there is a decomposition cBN.

Введение

Кубический нитрид бора (*c*BN) – синтетический сверхтвердый материал, по твердости уступающий только алмазам, но имеющий теплостойкость почти вдвое более высокую (до 1500 °С).

Высокая теплостойкость и малое химическое сродство с железом определяют основную область применения *c*BN: чистовая обработка закаленных сталей, инструментальных и быстрорежущих сталей (45–60 HRC); обработка серого и отбеленного чугуна, а также твердого сплава. Отличительная особенность кубического нитрида бора заключается в том, что его твердость очень слабо снижается при высоких температурах. Это сильно увеличивает стойкость и позволяет работать с очень высокими скоростями резания.

В настоящее время способ получения кристаллов *c*BN, предложенный еще Р. Х. Венторфомом [1], по своему существу практически не изменился. Графитоподобный нитрид бора (*h*BN) и инициирующие добавки в процессе синтеза подвергаются воздействию высокого давления и температуры. Они выдерживаются в таких условиях от нескольких десятков секунд до нескольких часов. Материал, полученный после синтеза, обрабатывается минеральными кислотами или расплавами щелочей для извлечения из продукта синтеза кристаллов *c*BN. При такой химической обработке происходит удаление остатков инициирующей добавки и hBN. После этих операций *c*BN выделяют в отдельный продукт, который представляет собою неклассифицированные зерна. Сырье рассевают, используя набор сит, в результате чего получают шлифпорошки узких зернистостей от 400/315 до 50/40.

Поскольку порошки состоят из зерен, различающихся по дефектности поверхности, форме зерен и прочности [2], то, очевидно, что процесс физико-химического воздействия на них как при обработке продукта синтеза, так и при изготовлении инструмента (горячее прессование, пайка, гальванические методы) будет оказывать влияние на эксплуатационные характеристики *c*BN.

В данной работе, в частности, была исследована химическая устойчивость шлифпорошков *c*BN по отношению к кислотам как разбавленным, так и концентрированным, а также при действии щелочей в виде растворов и расплавов.

При проведении экспериментов было изучено влияние различных химических реагентов на устойчивость к разложению шлифпорошков при воздействии на них различных растворов минеральных кислот и щелочей разной концентрации, а также расплавов щелочей при разных температурах. Оценку взаимодействия производили по изменению веса (массы) шлифпорошков cBN. Взвешивание производили на весах с точностью до четвертого знака после запятой. Погрешность взвешивания составляла $8 \cdot 10^{-4}$ %.

Количество разложившегося *c*BN, β, % определяли по формуле

$$\beta = \frac{P - P_1}{P} \cdot 100,$$

где P – вес (масса) исходного образца, карат;

P_1 – вес (масса) нерастворимого остатка, карат.

Методика эксперимента и исходные материалы

Методика эксперимента заключалась в следующем. Пробу шлифпорошка cBN взвешивали перед химической обработкой, затем зерна обрабатывали разными химическими веществами различной концентрации. После обработки зерна cBN промывали до нейтральной реакции промывных вод, затем высушивали. Высушенную пробу шлифпорошка после химической обработки взвешивали и определяли количество разложившегося cBN.

В качестве исходного материала использовали шлифпорошки cBN производства ИСМ НАН Украины, известные под торговой маркой «кубонит». Для экспериментов была выбрана зернистость 100/80. Навеска шлифпорошка составляла 100 карат. Химическую обработку зерен cBN проводили растворами минеральных кислот серной, азотной и соляной различной концентрации: концентрированной, 50 и 25 %. Кроме того, дополнительно выполняли обработку шлифпорошков смесью соляной и азотной кислот $HCl+HNO_3$ (3:1), так называемой «царской водкой». Время обработки составило соответственно 1; 3 и 6 ч. Обработку зерен cBN растворами щелочи в виде гидроксида натрия и калия, концентрация которых составляла 20 и 10 %, выполняли в течение 2 ч. Во всех экспериментах химическую обработку зерен кубонита проводили при температуре кипения раствора с обрабатываемой пробой шлифпорошка. Кроме того, производили обработку зерен шлифпорошка кубонита расплавом гидроксида натрия при температурах 350 °C, 400 °C, 500 °C, 600 °C, 700 °C в течение 1 ч. Начальная температура обработки 350 °C является несколько выше температуры плавления гидроксида натрия, которая составляет 328 °C.

Экспериментальные результаты и обсуждение

Результаты обработки минеральными кислотами представлены в табл. 1.

Таблица 1. **Результаты обработки шлифпорошков кубонита минеральными кислотами**

Реагент	Концентрация реагента, %	Температура обработки, °C	Время обработки, ч	Количество разложившегося кубонита, β, %
1	2	3	4	5
Серная кислота (H_2SO_4)	концентр.	Температура кипения раствора	1	0
			3	0
			6	0
	50		1	0
			3	0
			6	0
	25		1	0
			3	0
			6	0
Кислота азотная (HNO_3)	концентр.	– « –	1	0
			3	0
			6	0
	50		1	0
			3	0
			6	0
	25		1	0
			3	0
			6	0

Окончание таблицы 1.

1	2	3	4	5
Соляная кислота (HCl)	концентр.	– « –	1	0
			3	0
			6	0
	50		1	0
			3	0
			6	0
	25		1	0
			3	0
			6	0
Раствор «царской водки» $HCl+HNO_3$ (3:1)		– « –	1	0
			3	0
			6	0

Как следует из таблицы, действие минеральных кислот различной концентрации, в том числе и концентрированных, даже при длительной обработке в течение 6 ч не оказывает влияния на разложение зерен *c*BN.

В табл. 2 представлены данные химической обработки зерен кубонита растворами гидроксида натрия и калия 20 и 10 % концентрации, а также расплавом гидроксида натрия. Из табл. 2 видно, что при действии растворов гидроксида натрия и калия разложения зерен *c*BN не происходит. При действии расплава гидроксида натрия при температурах 400 °С, 500 °С, 600 °С, 700 °С в течение 1 ч происходит разложение зерен с выделением аммиака. Этот процесс разложения возрастает с увеличением температуры обработки.

Таблица 2. **Результаты обработки шлифпорошков кубонита растворами и расплавами щелочей**

Наименование реагента	Концентрация реагента, %	Температура обработки, °С	Время обработки, ч	Количество разложившегося кубонита, β, %
Гидроксид натрия (NaOH)	20	Температура кипения раствора	2	0
	10		2	0
Гидроксид калия (KOH)	20	– ’’ –	2	0
	10		2	0
Гидроксид натрия (NaOH)	–	350		
		400	1	9,2
		500	1	27,3
		600	1	62,8
		700	1	88,1

Были выполнены исследования разложения *c*BN разных зернистостей (50/40; 100/80 и 250/200) расплавом гидроксида натрия при температурах 350 °С, 400 °С, 500 °С, 600 °С, 700 °С в течение 1 ч. Результаты этих обработок представлены на рис. 1.

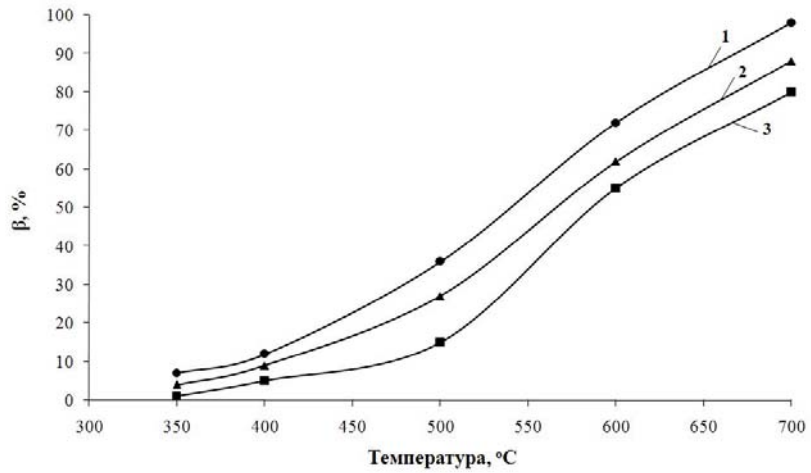


Рис. 1. Количества разложившегося кубического нитрида бора разных зернистостей расплавом гидроксида натрия в зависимости от температуры: 1 – 50/40; 2 – 100/80 и 3 – 250/200.

Результат взаимодействия шлифпорошков кубонита разных зернистостей с расплавом гидроксида натрия выражается в количестве разложившегося *c*BN. Поскольку площадь поверхности зерен возрастает с уменьшением зернистости шлифпорошков, то эффективность разложения *c*BN повышается, что хорошо видно из наклона кривых на рис. 1. Так, для зернистости 100/80 с увеличением температуры обработки с 350 до 700 °С количество разложившегося cBN достигает 88 %.

В исходном шлифпорошке зернистости 100/80 и после различных химических обработок определяли содержание примесей. Химическую обработку зерен *c*BN производили в течение часа раствором «царской водки» $HCl+HNO_3$ (3:1); 20 %-м раствором и расплавом гидроксида натрия при температуре 500 °С. Содержание *h*BN определяли с помощью рентгеновской дифрактометрии и ИК-спектроскопии. Другие примеси в пробах *c*BN определяли спектральным анализом, рентгеновским микроанализом и масс-спектральными исследованиями [1, 3–5]. Результаты определений различных элементов в пробах шлифпорошка зернистости 100/80 после различных обработок представлены в табл. 3.

Таблица 3. **Содержание примесей в шлифпорошке кубического нитрида бора зернистости 100/80 после различных обработок**

Наименование элемента	Содержание примесей в шлифпорошке кубонита, % (по массе)			
	Виды обработок			
	Исходный	Раствор «царской водки» $HCl+HNO_3$ (3:1)	Гидроксид натрия (NaOH)	
			раствор 20 %	расплав при 500 °С
1	2	3	4	5
hBN	0,1087	0,1086	0,1056	0,0894
C	0,3215	0,3212	0,3214	0,3214
O	0,1467	0,1467	0,1465	0,1175
Si	0,1234	0,1233	0,1231	0,1211

Окончание табл. 3.

1	2	3	4	5
Al	0,0954	0,0953	0,0951	0,0950
Mg	0,0432	0,0430	0,0421	0,0411
Ca	0,0311	0,0310	0,0309	0,0289
Fe	0,0089	0,0087	0,0088	0,0080
Ni	0,0079	0,0078	0,0072	0,0065
Всего	0,8868	0,8856	0,8807	0,8289

Из табл. 3. видно, что после интенсивных химических обработок происходит некоторое снижение общего содержания примесей в шлифпорошке кубического нитрида бора. Наиболее существенное уменьшение содержания примесей в зернах *c*BN происходит при обработке расплавом гидроксида натрия при температуре 500 °С за счет более глубокой очистки от *h*BN.

Выводы

1. В результате проведенных исследований установлено, что концентрированные и разбавленные серная, азотная, соляная кислоты, а также смесь соляной и азотной кислот $HCl+HNO_3$ (3:1), так называемая «царская водка», и растворы гидроксида натрия и калия не оказывают воздействия на *c*BN.

2. При действии расплава гидроксида натрия происходит разложение кубонита. Количество разложившегося КНБ возрастает с увеличением температуры обработки с 350 до 700 °С и с уменьшением зернистости.

Литература

1. Wentorf R. H. Cubic form of boron nitride // J. Chem. Phys. – 1957. 26, N 4. – P. 956.
2. Шульженко А. А., Божко С. А., Соколов А. Н. и др. Синтез, спекание и свойства кубического нитрида бора. – К.: Наук. думка, 1993. – 256 с.
3. Вишняков Я. Д. Современные методы исследования структуры деформированных кристаллов – М.: Металлургия, 1975. – 480 с.
4. Рентгеноструктурные исследования монокристаллов кубического нитрида бора / В. Л. Соложенко, В. В. Чернышов, Г. В. Фетисов и др. – К.: Препр. АН УССР. Ин-т сверхтвердых материалов, № 132. – 1988. – 11 с.
5. Алешин В. Г., Смехнов А. А., Соколов А. Н. и др. Исследование состава поверхности кубического нитрида бора методами рентгеновской фотоэлектронной и Оже-спектроскопии // Влияние высоких давлений на структуру и свойства сверхтвердых материалов. – К.: ИСМ АН УССР, 1985. – С. 32 – 36.

Поступила 03.07.07.

УДК 620.186:620.22-419

С. В. Ткач, инж.
Інститут надтвердих матеріалів НАН України ім. В. М. Бакуля., м. Київ, Україна.

ОПТИМІЗАЦІЯ ОДНОРІДНОСТІ СТРУКТУРИ КОМПОЗИТА НА ОСНОВІ *c*BN

The influence of mixing methods onto the homogeneity of composite materials with cBN grains have been considered. A method of the homogeneity determination for composites has been developed, which uses the data of X-ray microanalysis. It has been established that in dry mixing of powders a conglomeration of the initial components of the same type materials is possible, while the wet mixing of powders with the use of an ultrasonic disperser makes it possible to crush the conglomerates, to improve the homogeneity of the initial mixture and the composite structure.

Зменшення розміру зерен cBN вихідної шихти, покращання гомогенності структура композита впливає на фізико-механічні властивості інструменту виготовленого на його основі, сприяє отриманню більш гострої ріжучої кромки; наявність електропровідної фази на границях надтвердої фази дозволяє використовувати електроіскрову обробку матеріалу під час виготовлення профільного інструменту малих розмірів.

Проблема однорідності шихти розглядалася авторами [1–3]. Як критерій однорідності обирається відношення концентрації окремого компонента суміші до його концентрації у пробі; коефіцієнт однорідності (K) визначається за формулою

$$K = C/C_{\text{пр}}, \tag{1}$$

де C – теоретична концентрація компоненту у суміші (розрахунковий метод);

$C_{\text{пр}}$ – експериментальна концентрація компоненту у пробі (визначається за даними експерименту).

Потрібно, щоб дані по визначенню C та $C_{\text{пр}}$ були приведені до навіски 100 г суміші. В процесі вимірювання береться до п’яти вибірок.

Використати результати вказаних робіт при визначенні гомогенності структури композита неможливо. Нами запропоновано методику [4], яка встановлює порядок визначення однорідності композита (однорідності розподілу надтвердих фаз у композиті) спираючись на експериментальні дані рентгеноспектрального електроннозондового аналізу шляхом послідовного кількісного визначення вмісту елементів для ділянок поверхні різної площі (змінюється збільшення растрового електронного мікроскопа, що аналогічно зміні досліджуваного об’єму), побудови залежності зміни концентрації елементів при зменшенні об’єму аналізу. Як критерій однорідності проби використовується середня дисперсія елементного складу при зміні площі аналізу.

Теоретичне обгрунтування методу

Елементний склад гомогенної проби не залежить від розміру поверхні, на якій проводиться аналіз. Із зменшенням площі аналізу компактованої проби, елементний склад зразка залишатиметься сталим доти, поки розміри неоднорідностей проби за своїми розмірами не наблизяться до площі аналізу. Виконуючи послідовний аналіз вмісту елементів за різних збільшень мікроскопа і порівнюючи отримані дані можна говорити про однорідність проби.

Масова доля елемента C_n у пробі визначається із співвідношення

$$C_{\text{пр}} = m_n/M, \tag{2}$$

де m_n та M – відповідно маса n-го елемента та загальна маса аналізованої ділянки, яку визначають

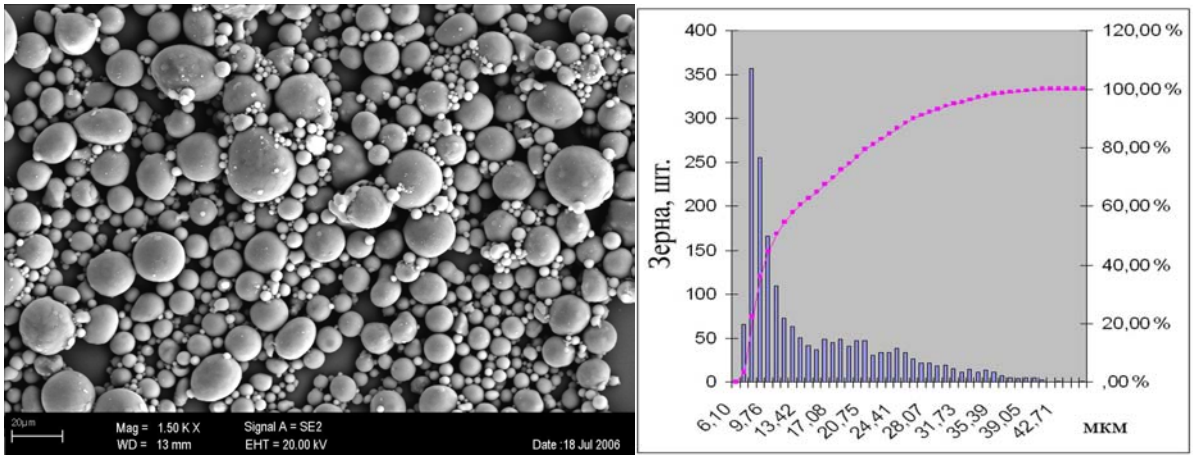
$$M = \rho_{\text{сер}} \cdot S \cdot h, \tag{3}$$

де $\rho_{сер}$ – середнє значення густини зразка;

S – площа аналізу;

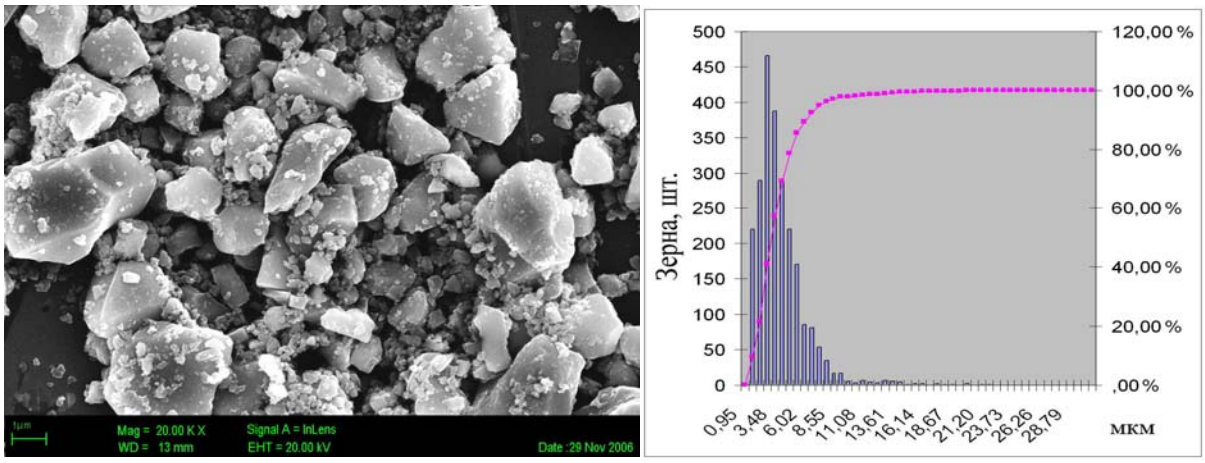
h – зона генерації рентгенівського випромінювання (товщина аналізованого шару проби).

На рис. 1–3 представлено характерний вигляд вихідних зерен алюмінію, карбіду та нітриду титану, які використовувалися під час спікання двошарових ріжучих пластин на підкладці із ВК-сплаву та відповідні гістограми розподілу частинок за розмірами.



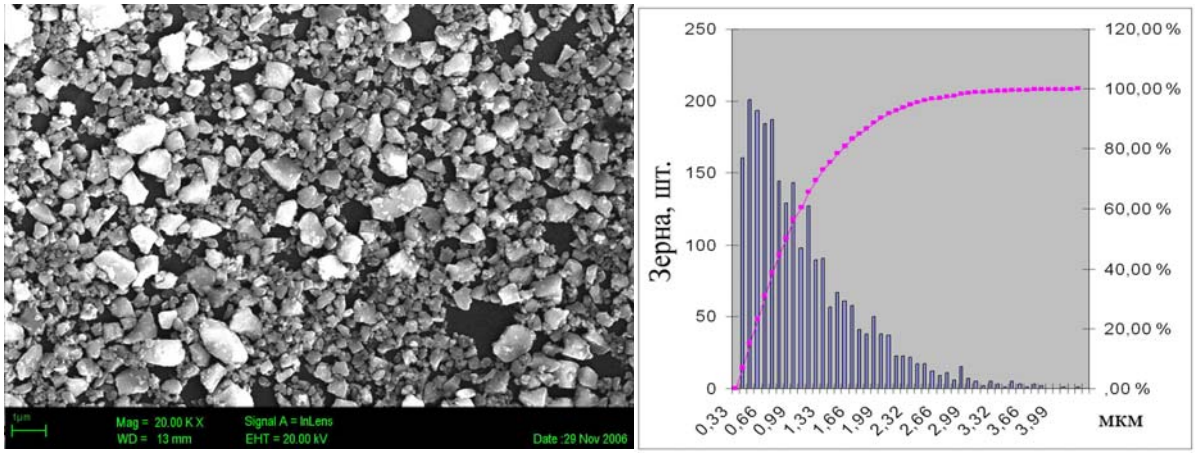
а *б*

Рис. 1. Растровомікроскопічне зображення (а) та гістограма розподілу частинок вихідного порошку алюмінію за розмірами (б).



а *б*

Рис. 2. Растровомікроскопічне зображення (а) та гістограма розподілу частинок вихідного порошку TiC за розмірами (б).



а *б*

Рис. 3. Растровомікроскопічне зображення (а) та гістограма розподілу частинок вихідного порошку TiN за розмірами (б).

При h = const та C_n = const проба є гомогенною. Відхилення від середнього значення (дисперсія аналізу) характеризує аналогічно формулі (1) однорідність дослідженого зразка.

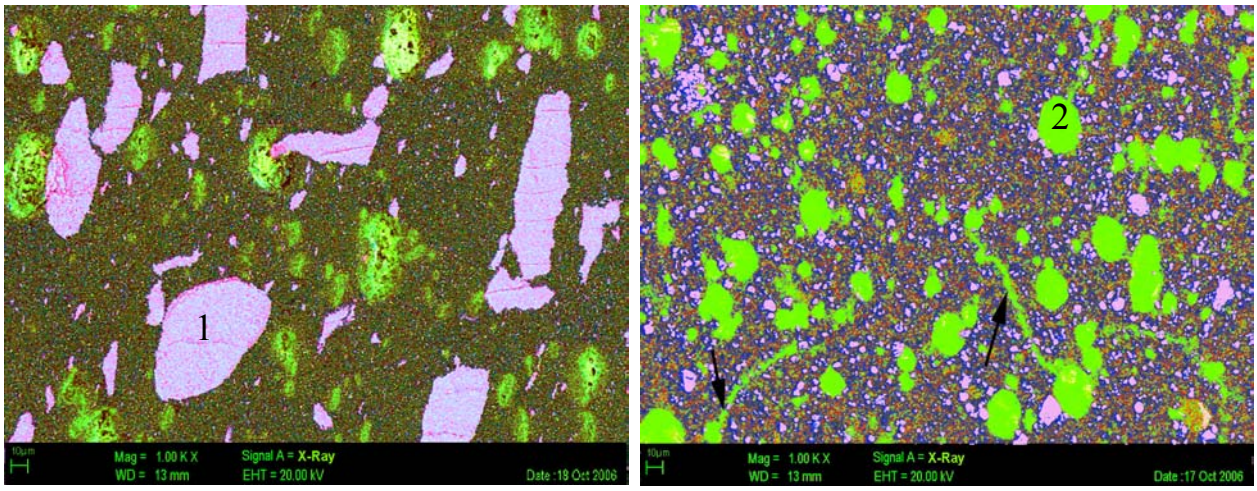
Підготовка компонентів суміші до спікання та визначення однорідності композитів на основі *c*BN

Компоненти вихідної суміші порошків (Al – 8 %, TiN(TiC) – 27 %, cBN – 65 %) змішувалися згідно з методикою [5]: суспензія порошку cBN у спирті диспергувалася протягом 10 хв за допомогою УЗДН-А (середня потужність пристрою). Диспергування порошку TiN(TiC) у спирті проводилося впродовж 15 хв, отриману суспензію змішували з суспензією *c*BN та диспергували впродовж 10 хв, що сприяло покращанню гомогенності бінарної суміші. Суспензію порошку алюмінію диспергували впродовж 10 хв і змішували з бінарною сумішшю *c*BN–TiN(TiC). Після 10 хв змішування суміш виливали у кварцову чашку Петрі; за температури ~100 °С проводилася її сушка та спорядження комірки високого тиску і спікання двошарової ріжучої пластини за високих тиску та температури.

З кожної суспензії після диспергування відбиралися проби для проведення гранулометричного аналізу (рис. 1–3). З гістограми розподілу частинок алюмінію (рис. 1, *б*) можна зробити висновок, що його морфологічний склад утворюється двома фракціями: перша з максимумом близько 20 мкм, друга – менше 10 мкм. Растровомікроскопічне зображення препарату алюмінію (рис. 1, *а*) однозначно підтверджує зроблений висновок.

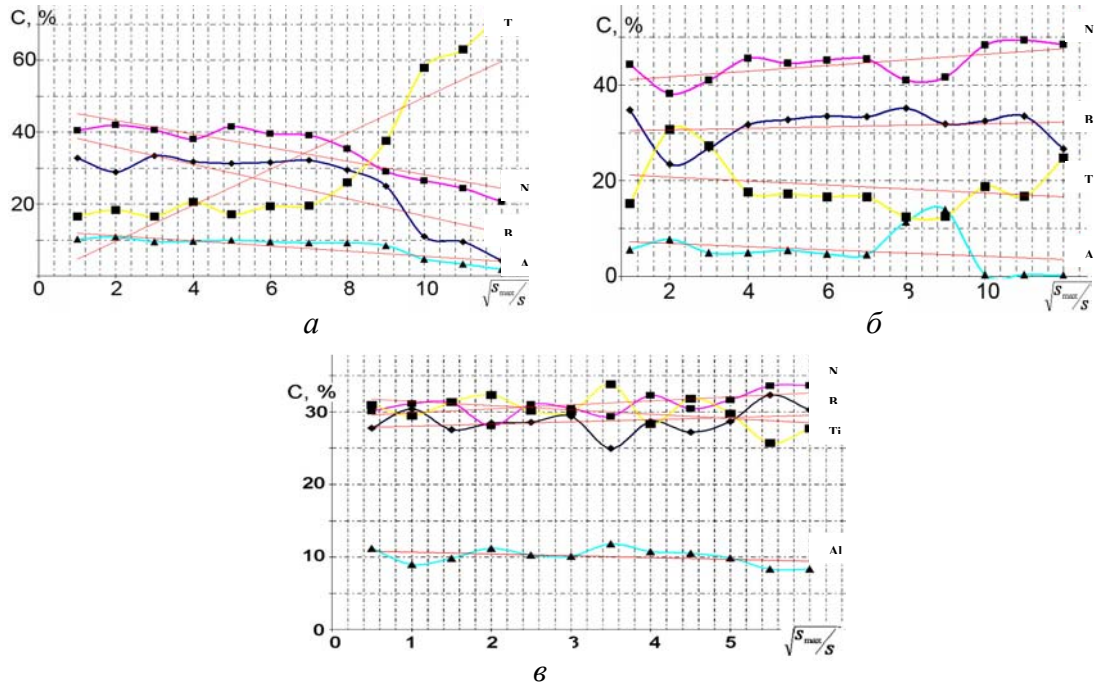
Як свідчать дані експериментальних досліджень (рис. 2, *а*), розміри частинок TiC, використаних під час спікання ріжучих пластин, менші ніж 4 мкм, що підтверджується даними гістограми (рис 2, *б*). Максимальний розмір зерен TiN (гістограма розподілу частинок за розміром рис. 3, *б* з максимумом близько 0,5 мкм) менший від 4 мкм.

Після спікання надтвердих матеріалів з використанням зерен cBN, надтвердих фаз TiC(TiN) та порошку алюмінію при сухому змішуванні, як свідчать дані (рис. 4, *а*), в отриманому композиті має місце конгломерування споріднених фаз. У разі мокрого змішування компонентів суміші конгломерування значно менше (рис. 4, *б*).



а *б*

Рис. 4. Зображення композита у характеристичному випромінюванні елементів при сухому (а) та мокрому (б) змішуванні вихідних компонентів суміші. 1(ліловий) – титан, 2(зелений) – алюміній.



а *б* *в*

Рис. 5. Залежність вмісту елементів у композиті за різних збільшень для зразків, отриманих різним методом: (а) – сухе змішування, (б) – мокре змішування, (в) – мокре змішування з просоченням алюмінію, розміщеного у вигляді пластини на границі підкладка – композит.

Дійсно, за однакового збільшення мікроскопа (2000^{x}) (рис. 5) фаза до якої входить титан (TiC, ліловий колір) у разі сухого змішування (рис. 4,*а*) на порядок більша від максимального розміру зерен TiC (рис. 2). Розмір фаз, які утримують алюміній (рис. 4,*б*) близькі до максимального розміру зерен алюмінію (рис. 1). Методика визначення однорідності композита [4] дозволяє встановити кількісні порівняльні характеристики використання різних методів змі-

шування порошків. Середня дисперсія елементного складу композита, отриманого з використанням суміші у разі сухого змішування (табл. 1) сягає 158 , у той час, як після мокрого змішування вона становить 20. Для експерименту 3 зазначена величина не перевершує 2.

Таблиця 1. **Дисперсія елементного складу та показник однорідності композита (середня дисперсія) для зразків, отриманих різним методом.**

Елемент	Дисперсія концентрації		
	сухе змішування	мокре змішування	мокре змішування з просоченням алюмінію з пластини
B	115,292	13,639	2,346
N	59,365	13,019	1,596
Al	9,220	19,276	0,692
Ti	446,752	34,186	2,876
Середня дисперсія	157,657	20,030	1,877

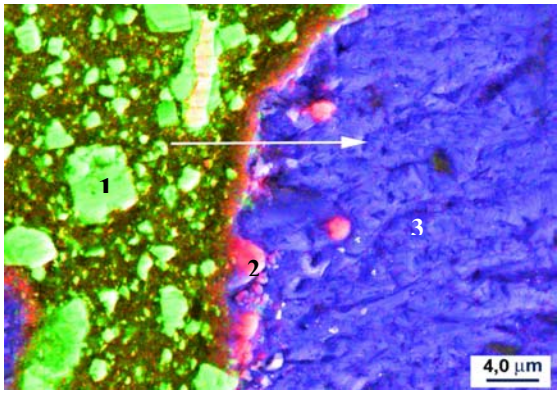


Рис. 6. Зображення фрагменту робочого шару композита (мокре змішування компонентів суміші) у характеристичному випромінюванні: 1(зелений) – титан, 2(червоний) – кисень, 3(синій) – алюміній. Стрілкою вказано напрямок сканування електронного зонда мікроскопа під час визначення елементного складу оболонки зерна алюмінію.

На рис. 6 представлено збільшений фрагмент композита, отриманого у разі мокрого змішування, у характеристичному зображенні елементів. Розміри фаз TiC не перевершують 4 мкм, що відповідає гістограмі розподілу рис. 2, *б*. Отриманий результат свідчить що використана методика мокрого змішування вихідних компонентів суміші дозволяє уникнути утворення конгломератів споріднених фаз, отримати більш гомогенний композит. Характерним є те, що навколо зерна алюмінію існує окисна плівка Al_2O_3, яка перешкоджає плавленню алюмінію та його ефективному просоченню між зернами cBN і TiC на першому етапі спікання за температури близько 1073 *K*.

Як свідчать криві розподілу елементів на границі зерна алюмінію (рис. 7), товщина оксидної плівки становить близько 2 мкм. У разі збільшення температури спікання має місце утворення на її зовнішній стороні нітриду алюмінію, звільнений кисень за появи тріщини у робочому шарі композита, рухаючись разом із розплавом алюмінію, призводить до її збільшення. Таким чином, для усунення появи небажаних дефектів у робочому шарі композита на основі надтвердих фаз слід контролювати якість зерен алюмінію або ж проводити просочення на першому етапі в інший спосіб.

На другому етапі спікання температура досягає 1700 *K*, що нижче від температури плавлення оксиду алюмінію [6]. Внаслідок цього та високого тиску розплаву алюмінію у зерні можливе спрямоване його виверження між зернами cBN і TiC, що призводить до появи тріщин та мікротріщин у робочому шарі композита (див. рис. 4, *б*, вказано стрілками).

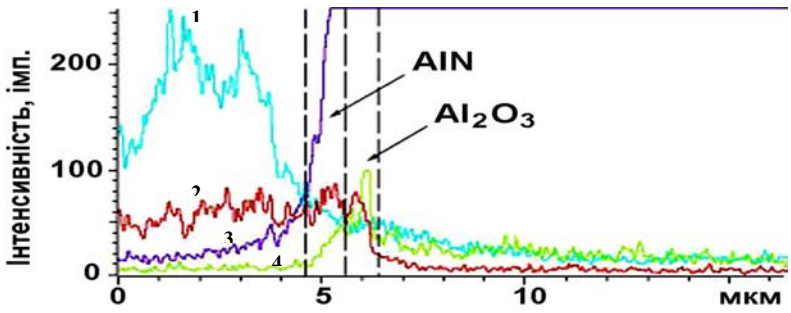


Рис. 7. Зміна вмісту елементів на границі композит – зерно алюмінію (мокре змішування компонентів суміші). 1(голубий) – титан, 2(червоний) – азот, 3(синій) – алюміній, 4(зелений) – кисень.

Висновки

Використання різних методів змішування та способів підготовки компонентів вихідної суміші порошків під час спікання двошарових ріжучих пластин на основі надтвердої фази cBN показало, що:

при сухому змішуванні вихідної суміші можливе конгломерування порошків однотипних матеріалів; мокре змішування порошків з використанням ультразвукового диспергатора практично виключає утворення конгломератів;

за наявності окисного поверхневого шару на зернах алюмінію, активуючих спікання композита, можливе уповільнене просочення ним композита на першому етапі спікання та утворення тріщин у композиті при руйнуванні поверхневого оксидного шару.

Література

1. Справочник агломератчика /А. Г. Астахов и др. – К.: Техника, 1964. – С. 141–142.
2. Коротич В. И. Движение сыпучего материала во вращающемся барабане //Сталь. – 1961. – № 8. – С. 680–686.
3. Годовская К. И., Рябинина Л. В., Новик Г. Ю. Технический анализ. – М.: Высшая школа, 1972. – С. 50–52.
4. М 28.5-269:2007. Методика визначення однорідності композита з використанням експериментальних даних рентгеноспектрального електроннозондового аналізу.
5. ДСТУ 3292–95 методика БА. Методика визначення зернистості і зернового складу алмазних мікро- та субмікропорошків за допомогою цифрового растрового електронного мікроскопа.
6. Рябинович В. А., Хавин З. Я. Краткий химический справочник – Л.: Химия, 1978. – 392 с.

Поступила 27.06.07.

УДК 539.89:669.017:669.018.45

А. И. Боримский, П. А. Нагорный, В. Г. Делеви, кандидаты техн. наук;
Т. Ю. Чипенко, В. Н. Крикун, инженеры

Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев, Украина

ВЛИЯНИЕ СОСТАВА МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ВКЛЮЧЕНИЙ В КРИСТАЛЛАХ СИНТЕТИЧЕСКОГО АЛМАЗА НА ИХ ТЕРМОСТОЙКОСТЬ

The influence of the ratio between the components of iron-based solvents for carbon of the Fe-Co, Fe-Ni systems and the amount of carbide-forming additives (chromium or chromium carbide) in the solvents on the thermostability of the resulting crystals has been established. The conception of the formation of the phase composition of the solvents for carbon such as Fe–Co–Cr_3C_2 and Fe–Ni–Cr_3C_2, which offer enhanced thermostability of the diamond crystals, has been suggested.

Недостаточная термостойкость кристаллов синтетического алмаза по сравнению с природными является одним из факторов, снижающих эффективность их применения особенно в буровом и правящем инструменте, а также при камнеобработке.

Согласно [1–3], основное влияние на термостойкость кристаллов алмаза оказывают количество, состав и свойства содержащихся в них металлических включений.

Рассмотрим некоторые данные, характеризующие термостойкость кристаллов алмаза, получаемых с использованием широко применяемых в условиях промышленного производства сплавов-растворителей углерода на основе систем Fe–Co и Fe–Ni.

В работе [4] показано, что использование при синтезе алмаза в качестве растворителя углерода сплавов системы Fe–Co–Cr_3C_2, по сравнению с широко используемой системой Fe–Co, дает возможность повысить термостойкость кристаллов алмаза при одновременном снижении *p, T*-параметров процесса синтеза за счет особенностей фазового состава ростовой среды.

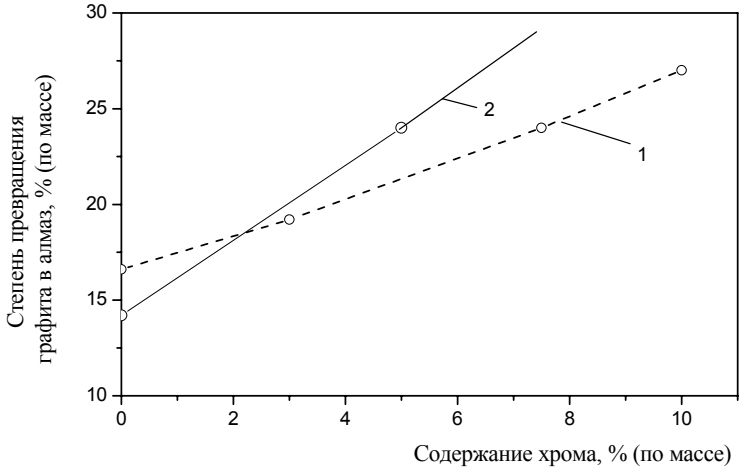


Рис. 1. Влияние содержания хрома в сплавах-растворителях углерода систем Fe–Ni–Cr_3C_2 (1) и Fe–Co–Cr_3C_2 (2) на степень превращения графита в алмаз при времени синтеза 900 с.

В области термодинамической стабильности алмаза процессы взаимодействия сплавов систем Fe–Ni и Fe–Ni–Cr_3C_2 и систем Fe–Co и Fe–Co–Cr_3C_2 с углеродом имеют сходный ха-

рактер [5]. При этом имеет место прямая зависимость между содержанием хрома в ростовых системах Fe–Co–Cr_3C_2–C и Fe–Ni–Cr_3C_2–C и степенью превращения графита в алмаз (рис. 1).

Отметим, что кристаллы алмаза, полученные в ростовой системе Fe–Co–Cr_3C_2–C, по сравнению с кристаллами, полученными в ростовой системе Fe–Co–C, характеризуются, при прочих равных условиях, более высокими значениями коэффициента термостойкости ($К_{тс}$), величину которого определяли в соответствии с действующей методикой [6]. Так после нагрева при 1000° С в течение 20 мин в среде водорода значения $К_{тс}$ кристаллов алмаза, полученных в ростовой системе Co–Fe–Cr_3C_2–C, в зависимости от содержания в них металлических включений изменялись в диапазоне от 0,80 до 0,99 [4]. Высокая термостойкость кристаллов алмаза, получаемых в ростовой системе Fe–Co–Cr_3C_2–C, объясняется образованием в процессе синтеза и захватом растущими кристаллами в большом количестве карбидов типа $(Fe, Co, Cr)_7C_3$, которые характеризуются более низкими значениями коэффициента термического расширения (КТР) по сравнению с твердым раствором, который захватывают кристаллы алмаза, образующиеся в системе Co–Fe–C [7].

Данные, представленные в табл. 1, показывают, что термостойкость кристаллов алмаза, полученных в ростовой системе Fe–Ni–Cr_3C_2–C при различном массовом соотношении Fe:Ni ниже по сравнению с кристаллами, полученными в ростовой системе Fe–Co–Cr_3C_2–C.

Таблица 1. **$К_{тс}$ алмазных порошков, полученных в ростовых системах Fe-Ni-Cr_3C_2 с различным массовым соотношением Fe иNi.**

Зернистость	Соотношение Fe:Ni (по массе)			
	57:43	70:30	80:20	90:10
400/315	0,60	0,61	0,59	0,51
315/250	0,66	0,65	0,64	0,60
250/200	0,78	0,80	0,78	0,67

С учетом изложенного целью настоящей работы являлось исследовать причины различий в термостойкости кристаллов алмаза, полученных в ростовых системах Fe–Co–Cr_3C_2–C и Fe–Ni–Cr_3C_2–C.

При выполнении работы использовались методы металлографии, рентгеноструктурного и микрорентгеноспектрального анализов, магнитной сепарации, определения физико–механических характеристик кристаллов алмаза.

При выполнении исследований использовались кристаллы алмаза (алмазные порошки) различных зернистостей, изготовленные в соответствии с [8].

Образование карбидов типа Me_7C_3 при синтезе алмаза в ростовой системе Fe–Ni–Cr_3C_2–C и их присутствие в нерастворимом в кислотах остатке продукта синтеза было подтверждено металлографическим и рентгеновским фазовым анализами.

Данные микрорентгеноспектрального исследования состава металлических включений в кристаллах алмаза и карбидной фазы, выделенной из ростовой среды после синтеза, а также соотношения твердого раствора (γ-фазы) и карбидов типа Me_7C_3 в металлических включениях приведены в табл. 2 и 3.

Карбид типа Me_7C_3, формирующийся в процессе изготовления при атмосферном давлении растворителя углерода системы Fe–Co–Cr_3C_2, содержит Cr, Fe и Co в количестве 55, 19 и 26 % (по массе) соответственно, и, согласно [9], может быть представлен в виде $Cr_4FeCo_2C_3$.

При контактном плавлении под высоким давлением с последующей кристаллизацией алмаза на границе сплавов системы Fe–Co–Cr_3C_2 с графитом происходит перераспределение элементов между фазами.

При высоких *p, T*-параметрах карбид типа Me_7C_3 обогащается железом и кобальтом, что приводит к образованию карбида $Cr_2Fe_2Co_3C_3$, содержащего Cr, Fe и Co в количестве 29; 24 и 47 % (по массе) соответственно. Образование при высоком давлении карбида с повышенным содержанием Fe и Co связано с увеличением активности указанных элементов к углероду.

Исследование структуры слоев контактного плавления, образующихся при взаимодействии сплавов системы Fe–Ni–Cr_3C_2 (как и сплавов ранее рассмотренной системы Fe–Co–Cr_3C_2) с графитом при высоких давлениях и температуре, показало, что образование расплавов происходит в соответствии с диаграммами состояния металлов VIIIa группы с углеродом.

Образование карбидов в слое контактного плавления возможно только при плавлении согласно метастабильной диаграмме состояния системы Me–C. Для сплава системы Fe–Co с массовым соотношением кобальта к железу, равном 7:3, такое плавление сравнительно легко реализуется введением в состав сплава либо металлического хрома, либо карбида Cr_3C_2 в количестве, составляющем ~ 1 % от массы сплава [4].

Введение в сплавы системы Fe–Ni металлического хрома или его карбида Cr_3C_2 также способствует появлению в слое контактного плавления наряду с графитом карбидов типа Me_7C_3. Однако более низкая по сравнению с кобальтом активность никеля к углероду приводит к тому, что для полного перевода сплавов системы Fe–Ni–Cr_3C_2 в метастабильное состояние, в отличие от сплавов системы Fe–Co–Cr_3C_2, требуется либо увеличивать содержание карбида Cr_3C_2 в сплавах, либо увеличивать содержание железа.

Установлено, что в сплавах системы Fe–Ni–Cr_3C_2, содержащих 10 % (по массе) карбида Cr_3C_2, полностью метастабильная структура слоя контактного плавления формируется при условии, что Fe:Ni $\geq$ 7:3 (по массе).

На границе сплавов системы Fe–Ni–Cr_3C_2, в которых содержание никеля превышает 30 % (по массе), на границе с графитом формируется слой контактного плавления, фазовый состав которого характерен как для стабильной (графит + γ-твердый раствор), так и для метастабильной (карбид + γ-твердый раствор) диаграмм состояния. Объемная доля фаз, свойственных каждой из указанных диаграмм состояния, зависит от соотношения Fe:Ni.

В случаях использования сплавов системы Fe–Ni–Cr_3C_2 с массовым соотношением Fe:Ni < 7:3 часть объема расплава, соответствующая стабильной диаграмме, карбидов не содержит. После кристаллизации таких расплавов доля образующихся в них карбидов будет ниже, а γ-твердого раствора – выше, чем при кристаллизации метастабильного расплава [5].

Кристаллы алмаза, полученные в системе Fe–Ni–Cr_3C_2–C, содержат (см. табл. 3) в виде внутрикристаллических включений преимущественно твердый раствор, доля которого превышает 70 % (по массе) даже в тех случаях, когда ростовая система находится в метастабильном состоянии.

В результате переход от ростовой системы Fe–Ni–C к системе Fe–Ni–Cr_3C_2–C не приводит к существенному повышению термостойкости получаемых кристаллов алмаза.

В то же время в кристаллах алмаза, полученных в системе Fe–Co–Cr_3C_2–C, доля твердого раствора во внутрикристаллических включениях не превышает 60 % (по массе), а образцах с низкими значениями магнитной восприимчивости, в которых металлические включения обогащены хромом, она находится в диапазоне 45–50 % (по массе). В результате кристаллы алмаза, полученные в рассматриваемой ростовой системе, имеют повышенную термостойкость.

Следует отметить, что на термостойкость кристаллов синтетического алмаза оказывает влияние, кроме КТР включений, также и их состав, от которого зависит интенсивность графитизации кристаллов в местах расположения включений.

Как известно, природный алмаз при атмосферном давлении переходит в графит в диапазоне температур 1700–1900 *K* [10]. В зоне контакта алмаза с металлами указанный переход интенсифицируется и происходит при более низких температурах.

Таблица 2. **Содержание Cr, Fe, и Ni в исходном сплаве-растворителе углерода, включениях в алмазе и карбидной фазе высокого давления типа Me_7C_3 в зависимости от соотношения Fe и Ni в сплаве-растворителе углерода (% (по массе))**

Массовое соотношение Fe и Ni в сплаве-растворителе	Исходный сплав-растворитель углерода			Металлические включения в алмазе			Карбидная фаза высокого давления типа Me_7C_3		
	Cr	Fe	Ni	Cr	Fe	Ni	Cr	Fe	Ni
57:43	10,6	51,0	38,4	11,5	47,5	41,0	42,2	49,8	8,1
70:30	10,6	62,6	26,8	9,1	61,2	29,6	31,3	62,4	6,3
80:20	10,6	71,5	17,9	5,6	71,2	23,1	27,2	68,6	4,2
90:10	10,6	80,5	8,9	3,6	79,6	16,8	26,6	71,4	1,9

Таблица 3. **Содержание карбидов типа Me_7C_3 и твердого раствора Fe–Ni во включениях в кристаллах алмаза в зависимости от соотношения Fe и Ni в сплаве-растворителе углерода (%(по массе))**

Массовое соотношение Fe и Ni в сплаве-растворителе	Карбид типа Me_7C_3	Твердый раствор Fe–Ni
57:43	27,3	72,7
70:30	29,1	70,9
80:20	20,6	79,4
90:10	13,5	86,5

Так, в [11] приведены данные об интенсивной графитизации поверхности алмаза, покрытого пленкой никеля, уже при 400 °С. Следовательно, никель является активным катализатором процесса графитизации алмаза и его высокое содержание во внутрикристаллических включениях, содержащихся в кристаллах синтетического алмаза, может отрицательно влиять на их термостойкость.

Графитизация внутренних объемов кристаллов алмаза, содержащих включения с высокой концентрацией никеля, возможна в результате фазового перехода алмаз→графит, который происходит в области термодинамической стабильности алмаза [12]. Согласно данным авторов указанный переход наблюдается при давлениях, соизмеримых с твердостью алмаза (~ 90 ГПа), и может происходить либо путем прямого превращения алмаз→графит, либо путем перекристаллизации через прослойку металла.

Способствует графитизации алмаза также показанная в работе [13] возможность миграции богатых на никель включений сплава-растворителя в кристаллах алмаза. Перемещающиеся включения увеличивают содержание неалмазного углерода в объеме кристалла, оставляя на своем пути частицы графита.

Выводы

Различия в термостойкости кристаллов алмаза, полученных в системах Fe–Co–Cr_3C_2–C и Fe–Ni–Cr_3C_2–C, обусловлены как различиями фазового состава содержащихся в кристаллах включений, характеризующихся различными значениями КТР, так и различной активностью содержащихся во включениях элементов к графитизации алмаза.

Более высокая термостойкость кристаллов алмаза, полученных в системе Fe–Co–Cr_3C_2–C, обусловлена большей концентрацией карбидов типа Me_7C_3 в содержащихся в кристаллах включениях, а также меньшей склонностью содержащегося во включениях кобальта по сравнению с никелем к графитизации алмаза при нагреве.

Литература

1. Гаргин В. Г. Влияние включений в алмазах на их прочность // Сверхтв. материалы. – 1983. – № 4. – С. 27–30.
2. Shulshenko A. A., Varga L., Hidasi B. Strength and Thermal Resistance of Synthetic Diamonds // Refractory Metals and Hard Materials. – 1992. – № 11. – С. 285–294.
3. Гаргин В. Г. Влияние условий нагрева на прочность синтетических алмазов // Сверхтв. материалы. – 1981. – № 4. – С. 9–11.
4. О характере включений в кристаллах алмаза, полученных в ростовых системах Fe–Co–Cr–C и Fe–Co–Cr_3C_2–C / Н. В. Новиков, А. И. Боримский, П. А. Нагорный и др. // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – Вып. 8. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2005. – С. 126–131.
5. Влияние хрома на взаимодействие сплавов системы Fe–Ni с графитом при высоких давлении и температуре / П. А. Нагорный, А. И. Боримский, В. Г. Делеви и др. // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля, ИПЦ АЛКОН НАНУ, 2003. – С. 210–219.
6. ТУ У 28.5-05417377-075–2003. Шлифпорошки синтетических алмазов термостойкие. Введ. 23.12.2003. – К.: ИСМ НАНУ, 2003.
7. Энциклопедия неорганических материалов. В 2-х т. / К.: Гл. ред. УСЭ, 1977. – Т. 1. – 840 с.
8. ДСТУ 3292–95. Порошки алмазні синтетичні. Загальні технічні умови. – К.: Держстандарт України, 1996.
9. Особенности взаимодействия карбидов хрома с матричной фазой на основе железа / В. П. Чепелева, В. Г. Делеви, Т. А. Людвинская и др. // Порошковая металлургия. – 1982. – № 7. – С. 80–83.

10. Физические свойства алмаза: Справочник / Под ред. Н. В. Новикова. – К.: Наук. думка, 1987. – 188 с.
11. Эпитаксия, графитизация и травление при вакуумной конденсации никеля на алмаз / А. Е. Городецкий, Л. Л. Буйлов, В. М. Лукьянович и др. // Физико-химические проблемы кристаллизации: Сб. научн. тр. – Алма-Ата, 1971. – Вып. 2. – С. 62–67.
12. Yury G. Gogotsi, Andreas Kailer, Klaus G. Nichel Transformation of diamond to graphite // Nature. – 1999. – Vol. 401.
13. Миграция Mn и Ni в поликристаллах на основе алмаза в процессе спекания и термобарической обработки / Л. А. Шульман, В. Г. Делеви, Н Г. Багно, Е. С. Черепенина // Сверхтв. материалы. – 1991. – № 2. – С. 12–16.

Поступила 02.07.07.

УДК 621.921.34

И. Н. Зайцева, инж.

Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев, Украина

ВЛИЯНИЕ ОДНОРОДНОСТИ ШЛИФПОРОШКОВ СВЕРХТВЕРДЫХ МАТЕРИАЛОВ НА РАБОТОСПОСОБНОСТЬ ИНСТРУМЕНТА

In article it is shown, that increase of uniformity of superhard materials (SHM) is achieved by carrying out of sorting powders in the surface imperfection and additional division of grains of SNM representing a number of a geometrical progression of the twentieth (R-20) of some numbers. The increase of the efficiency of tools with SHM powders of higher uniformity is shown. The serviceability of SHM powders with high uniformity is much above in comparison with initial powder.

Введение

В машиностроении инструмент на основе сверхтвердых материалов (СТМ) широко применяется при обработке поверхностей обрабатываемых изделий. Повышение эффективности использования такого инструмента в машиностроении является актуальной проблемой. Это сопровождается необходимостью повышения качества применяемых СТМ за счет более тонкого управления механизмом синтеза и технологическими процессами получения порошков.

Одним из важнейших путей достижения более высокого класса обрабатываемой поверхности и увеличения работоспособности инструмента является повышение однородности шлифпорошков СТМ по зерновому составу, прочности. Особенно эффективно использование шлифпорошков СТМ с повышенной размерной однородностью в различных отраслях промышленности, где требуется точная форма и высокий класс чистоты обрабатываемой поверхности [1].

Качество обработанной поверхности материала шлифовальными кругами в большой степени зависит от однородности гранулометрического состава и прочности применяемых шлифпорошков СТМ. В технической литературе указывается, что работу по сошлифовыванию материала выполняют зерна основной фракции шлифпорошка [2]. Кроме того, известно, что одним из способов повышения эффективности шлифования кругами является повышение процентного содержания зерен основной фракции [3]. Из анализа полученных экспериментальных данных и теоретических зависимостей установлено, что доминирующим фактором, влияющим на износ шлифовального круга, является зерновой состав, т.е. степень однородности размеров основной фракции зерна, следовательно, и геометрии алмазного зерна. Таким образом, для повышения качества обрабатываемой поверхности и увеличения производительности работы шлифовального инструмента требуется максимальное увеличение

основной фракции в зерновом составе порошков СТМ при высокой однородности этих порошков по линейным размерам и прочности.

Поэтому целью данной работы было получение шлифпорошков СТМ с высокой однородностью по прочности, линейным размерам с повышенным содержанием основной фракции зерен в зерновом составе порошков и испытание их в шлифовальных кругах при обработке поверхности обрабатываемых изделий.

Методика эксперимента и исходные материалы

В качестве исходного материала для получения шлифпорошков СТМ однородных по прочности и линейным размерам использовали шлифпорошки синтетического алмаза марки АС20 зернистостью 80/63 и кубического нитрида бора марки К7 зернистостью 100/80.

Методика эксперимента заключалась в следующем. Шлифпорошки СТМ как алмаза, так и кубического нитрида бора с помощью адгезионно-магнитной сортировки разделялись по дефектности поверхности на несколько продуктов [4, 5]. Для повышения однородности по линейным размерам каждый из полученных продуктов подвергался дополнительному ситовому рассеву на ситах R-20 [6]. После разделения определяли выход этих продуктов. В полученных шлифпорошках определяли физико-механические характеристики в виде значений статической прочности (Р) [7]. В порошках оценивали дефектность поверхности по коэффициенту поверхностной активности ($К_а$) [8]. Кроме того, рассчитывали коэффициенты однородности по прочности ($К_{одн\ пр}$) [9] и линейным размерам [10].

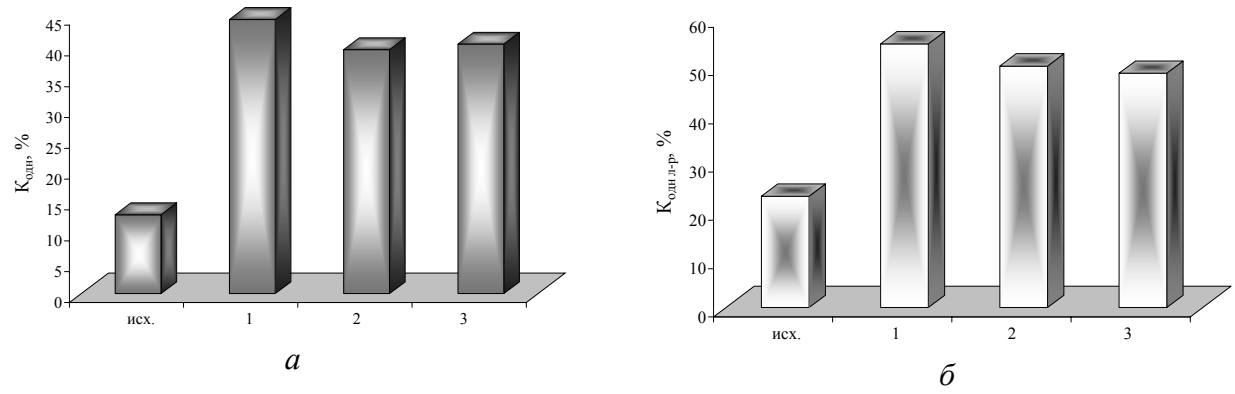
Основное содержание и результаты работы

Алмазный шлифпорошок марки АС20 зернистостью 80/63, полученный методом ситовой классификации по ДСТУ 3292, разделили с помощью адгезионно-магнитной сортировки на три продукта с последующим дополнительным ситовым рассевом на ситах R-20. Результаты анализа качества полученных порошков приведены в таблице 1.

Таблица 1. **Технологические и эксплуатационные характеристики алмазных шлифпорошков марки АС20 80/63**

№ образца	Содержание основной фракции, %	Прочность, Н	Технологические характеристики			Эксплуатационные характеристики	
			$К_{одн\ пр}$, %	$К_а$, %	$К_{одн\ л\text{-}р}$, %	$q_р$, мг/г	*Ra*, мкм
1	82,4	16,7	44,5	0,46	54,7	22,50	0,22
2	80,5	14,4	39,6	0,52	50,1	19,88	0,24
3	86,0	14,0	40,5	0,79	48,6	8,88	0,18
исх.	72,7	13,8	12,8	0,65	23,1	25,40	0,29

Как следует из табл. 1, при разделении порошков алмаза по степени дефектности поверхности от 0,46 до 0,79 % незначительно повышается прочность первого продукта. При этом однородность по прочности всех трех продуктов увеличивается примерно в 3 раза по сравнению с исходным порошком. Дополнительная классификация полученных трех продуктов на узких ситах R-20 способствует увеличению коэффициента однородности по линейным размерам в 2,4–2,1 раза, что позволяет повысить содержание основной фракции на 18,3–10,7 %.



а *б*

Рис. 1. Характеристика однородности алмазных шлифпорошков марки АС20 зернистостью 80/63, синтезированных в системе Ni–Mn–C: а – по прочности; б – по линейным размерам.

На рисунке 1 (*а*, *б*) сопоставлены коэффициенты однородности алмазных порошков по прочности (*а*) и по линейным размерам (*б*), исходных и после их сортировки. Как следует из полученных данных, однородность шлифпорошков алмаза по прочности после проведенной сортировки возросла 3,5–3,1 раза. При этом однородность порошков алмаза по линейным размерам увеличилась в 2,4–2,1 раза.

Порошки алмаза, полученные после сортировки, были использованы для изготовления шлифовальных кругов на металлополимерной связке марки В2-01-1. При работе этих кругов были исследованы эксплуатационные показатели работоспособности: относительный расход алмазов (q_p) и шероховатость обработанной поверхности *Ra*, которые определяли по методикам [11]. В табл. 1 представлены результаты этих испытаний. Исследования показали, что с увеличением содержания основной фракции и коэффициента однородности по линейным размерам алмазных зерен износостойкость кругов (q_p) возрастает в 1,4 раза, а шероховатость *Ra* снижается на 25 %. Показано, что при повышении содержания основной фракции в составе порошка происходит снижение шероховатости обрабатываемой поверхности.

По разработанной ИСМ НАН Украины технологии была произведена сортировка шлифпорошков кубического нитрида бора торговой марки КТ зернистостью 100/80. В результате сортировки были получены три группы шлифпорошков, различающиеся между собой по дефектности поверхности и по прочности. В полученных порошках были определены: дефектность поверхности в виде коэффициента поверхностной активности ($К_а$) [8], статическая прочность (Р) [7], коэффициент однородности по прочности ($К_{одн\ пр}$) [9] и коэффициент однородности по линейным размерам [10]. Результаты экспериментов приведены в табл. 2.

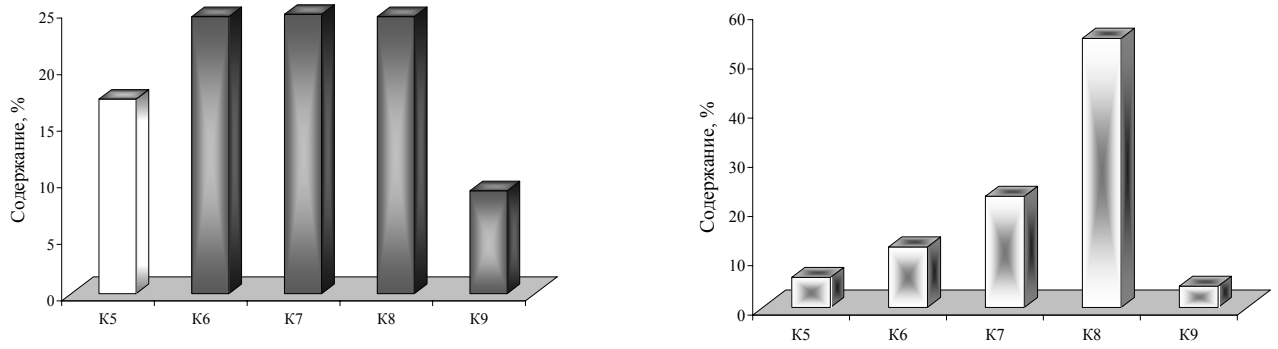
Таблица 2. **Результаты адгезионно-магнитной сортировки шлифпорошков кубического нитрида бора торговой марки КТ зернистостью 100/80**

Продукт АМС	$К_а$, %	Р, Н	$К_{одн\ пр}$, %	$К_{одн\ л\text{-}р}$, %	Марка
1	0,22	12,8	42,1	61,1	К9
2	0,87	10,5	54,7	55,4	К8
3	1,24	4,3	36,5	37,5	К3
исх.	0,84	10,1	24,7	31,2	К7

Анализ данных, представленных в табл. 2 показывает, что в результате проведенной сортировки получены шлифпорошки кубонита торговой марки КТ, различающиеся между собой по степени дефектности поверхности ($К_а$) и прочности. При этом получены шлифпорошки с высокой однородностью по прочности ($К_{одн\ пр}$) и линейным размерам ($К_{одн\ л\text{-}р}$). В

результате сортировки КНБ торговой марки КТ шлифпорошка марки К7 (исходного порошка) получены шлифпорошки марок К9, К8 и К3. Прочность кубонита КТ первого продукта (К5) превышает прочность последнего (К3) в 1,7 раза. Однородность по прочности полученных порошков возрастает в 1,7–1,5 раза по сравнению с исходным порошком.

В качестве иллюстрации на рис. 2, *а* показано содержание зерен в шлифпорошке кубического нитрида бора марки К7 (исходного) и марки К8 после сортировки (рис. 2, *б*). Предусмотренная в технологии дополнительная ситовая классификация на ситах R-20 позволяет повысить однородность по линейным размерам полученных шлифпорошков КНБ в 2,0–1,2 раза.



а *б*

Рис. 2. Содержание зерен в шлифпорошке кубического нитрида бора марки К7 (исходный) (а) и марки К8 после адгезионно-магнитной сортировки (б) зернистостью 100/80.

Из шлифпорошков кубического нитрида бора торговой марки КТ зернистостью 100/80 разных марок по прочности были изготовлены шлифовальные круги формы ЧК на металлической связке МО16К. Работоспособность инструмента, оснащенного испытываемыми шлифпорошками, исследовали при шлифовании быстрорежущей стали Р6М5 при производительности до 1200 мм^3/мин. Оценку производили по относительному расходу порошка кубического нитрида бора в мг на грамм сошлифованной стали (мг/г) [11].

На рис. 3 представлены результаты испытаний кругов, изготовленных с использованием шлифпорошков кубонита торговой марки КТ разных марок по прочности: 1 – (марка К9), 2 – (марка К8), 3 – (марка К3) и 4 – (марка К7 - исходный).

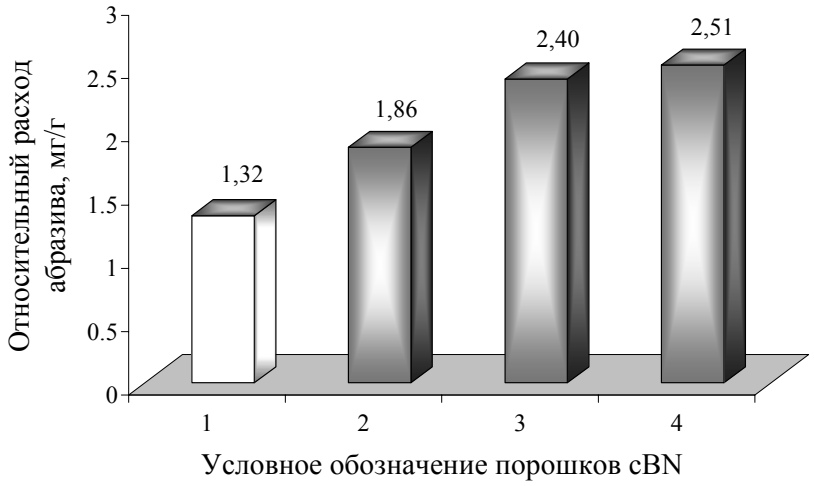


Рис. 3. Работоспособность порошков кубического нитрида бора разных марок: 1 – (марка К9); 2 – (марка К8); 3 – (марка К3); 4 – исходный (марка К7).

Как следует из рис. 3, работоспособность круга 1, оснащенного шлифпорошками кубического нитрида бора повышенной прочности марки К9 в 1,8 раза выше работоспособности круга 3, оснащенного шлифпорошками КНБ низкой прочности марки К3. При этом работоспособность кругов 1 и 2, изготовленных из шлифпорошков марки К9 и К8 с высокой однородностью по прочности соответственно 42,1 и 54,7 % и с высокой однородностью по линейным размерам 61,1 и 55,4 % увеличилась по сравнению с работоспособностью круга 4, оснащенного шлифпорошками КНБ марки К7 с более низкой однородностью по прочности 24,7 % и по линейным размерам 31,2 % соответственно в 1,9 и 1,4 раза.

Таким образом, повышение работоспособности шлифовального инструмента, оснащенного шлифпорошками сверхтвердых материалов, как синтетического алмаза, так и кубического нитрида бора, достигается за счет повышения качества используемого порошка, т.е. за счет повышения прочности, увеличения однородности порошка по прочностным характеристикам и линейным размерам. Расход шлифпорошков СТМ в инструменте, оснащенном порошками с повышенной однородностью по прочности и линейным размерам, ниже, чем в инструменте, оснащенном исходным порошком. Работоспособность инструмента, изготовленного с использованием шлифпорошков более высоких марок по прочности и с более высокой однородностью по прочности и линейным размерам, увеличивается примерно в 2 раза по сравнению с менее прочными шлифпорошками СТМ.

Литература

1. Ящерицын П. И., Зайцев А. Г. Повышение качества шлифованных поверхностей и режущих свойств абразивно-алмазного инструмента. – Минск: Наука и техника, 1972. – 480 с.
2. Технологические основы высокоэффективных методов обработки деталей / П. И. Ящерицын, М. Л. Хейфец, Б. П. Чемисов и др. – Новополоцк: ПГУ, 1996. – 136 с.
3. Синтетические сверхтвердые материалы: В 3-х т. – Т. 3. – Применение синтетических сверхтвердых материалов / Редкол.: Н. В. Новиков (отв. ред.) и др. – К.: Наук. думка, 1986. – 280 с.
4. Ильницкая Г. Д., Богатырева Г. П., Невструев Г. Ф. Получение высококачественных алмазных шлифпорошков // Синтез, спекание и свойства сверхтвердых материалов: Сб. науч. тр. – К.: ИСМ НАН Украины, 2005. – С. 63–71.
5. Деклараційний патент 20031211734 України, 69948 А, МКИ В 24 D 3/00. Шліфувальний порошок і спосіб його одержання / М. В. Новіков, Г. П. Богатирьова, Г. Ф. Невструєв, Г. Д. Ільницька. – Заявл. 16.12.2003; Опубл. 15.09.2004, Бюл. № 9.
6. Патент України 69949 А, МКИ В03С7/00. Спосіб одержання абразивних шліфпорошків вузької зернистості / Г. Ф. Невструєв, Г. Д. Ільницька. – Опубл. 15.09.2004, Бюл. № 9.
7. ДСТУ 3292–95. Порошки алмазные синтетические. Общие технические условия. Введ. 01.01.96. – К.: Госстандарт Украины, 1995. – 71 с.
8. Патент 65129 А України, МКИ G01N27/12. Спосіб оцінки дефектності зерен порошкового матеріалу / Г. Ф. Невструєв, Г. Д. Ільницька. – № 2003065196; Заявлено 05.06.2003; Опубл. 15.03.2004, Бюл. № 3.
9. СТП 090.042–00. Метод определения коэффициента однородности шлифпорошков из синтетических алмазов по показателю статической прочности. Стандарт предприятия. – Впервые; Введ. 01.05.2000. – ИСМ НАН Украины, 2000. – 9 с.
10. СТП 26.8–05417377–167:2006. Метод определения коэффициента однородности алмазного шлифпорошка по линейным размерам. Стандарт предприятия. – ИСМ НАН Украины, 2006. – 10 с.
11. Шепелев А. А., Дуброва А. Е. Оцінка експлуатаційних показників якості шліфувальних кругів із надтвердих матеріалів // Сучасні процеси механічної обробки інструментами із НТМ та якість поверхні деталей машин. – К.: ИСМ НАН Украины, 2006. – С. 89–96.

Поступила 03.07.07.

УДК 621.793.002.3-419

Г. К. Буркат, канд. хим. наук[1]; **В. Ю. Долматов**, канд. хим. наук[2]; **Д. В. Жарков**, аспирант[1]

[1]Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет), г. Санкт-Петербург, Россия
[2]Федеральное государственное унитарное предприятие «Специальное конструкторско-технологическое бюро «Технолог» , г. Санкт-Петербург, Россия

ВЛИЯНИЕ ДЕТОНАЦИОННЫХ НАНОАЛМАЗОВ НА КИНЕТИКУ ОСАЖДЕНИЯ ЦИНКА ИЗ ЦИНКАТНЫХ ЭЛЕКТРОЛИТОВ

In the present work an influence of detonation nanodiamonds (DND) on electrochemical process and quality of the obtained deposited zinc from alkaline zincate electrolyte was investigated. Optimum composition of zincate elctrolyte such as ZnO – 12 g/l, NaOH – 120,0 g/l, A1DM – 6 ml/l, DND – 5-10 g/l was determined. It was ascertained that the corrosion resistance (a major quality characteristic of zinc coatings) of the obtained coatings increases two-fold as the concentration of DND is increased from 1 to 10,0 g/l , also the current efficiency rises.

Введение

Самым распространенным способом защиты металлов от коррозии, особенно стали, является использование гальванических цинковых покрытий. Цинкование – самый распространенный в мире процесс осаждения металла, на его долю приходится ~ 50 % всей гальваники.

Широкое применение цинка связано с сочетанием стойкости к окружающей среде и способностью к обеспечению анодной защиты сталей, с одной стороны, и дешевизны его неорганических соединений, с другой стороны.

Наибольшее распространение получили щелочные бесцианистые электролиты цинкования, в наибольшей степени удовлетворяющие по комплексу таких параметров, как экономические, технологические и экологические. Однако в настоящее время возрастание требований к повышению протекторных, механических и трибологических свойств поверхности различных деталей привело к созданию композиционных электрохимических покрытий (КЭП). Под КЭП понимают гетерогенный материал, состоящий из непрерывной металлической фазы (матрицы) и распределенной в ней дисперсной фазы (включая наночастицы твердых материалов). Включенные в покрытие наночастицы являются барьерами на пути микротрещин покрытия, дефектов и дислокаций, что приводит к упрочнению материала и повышению его коррозионной стойкости [1].

В случае, если КЭП в своем составе имеет электронейтральные частицы с коррозионной стойкостью выше металла, то коррозионная стойкость покрытия будет зависеть от площади перекрывания частицами общей поверхности КЭП. Чем больше частиц в покрытии и чем меньше их размер, тем более коррозионностойким будет КЭП, так как при этом обеспечивается более равномерное распределение коррозионного тока по поверхности покрытия [1, 2].

Изучение соосаждения металлов и дисперсных частиц связано с исследованием и оценкой механизмов, лимитирующих образование КЭП.

Выделены 3 стадии процесса образования КЭП: движение частиц дисперсной фазы и ионов электролита из объема электролита в приэлектродный слой; перенос ультрадисперсных частиц и ионов электролита на катод из приэлектродного слоя; зарастание частиц, оказавшихся на поверхности [3, 4].

Обсуждение результатов

В работах [5–8] описаны процессы осаждения цинка с детонационными наноалмазами (ДНА) в цинкатных и хлоридных электролитах, однако только в данной работе исследована кинетика осаждения цинка с ДНА в щелочном цинкатном электролите. Для исследования был выбран наиболее распространенный электролит следующего базового состава: 0,15М (12 г/л) ZnO и 3М (120 г/л) NaOH.

Общим для всех цинкатных электролитов является необходимость использования поверхностно-активных веществ (ПАВ), без которых получение качественных покрытий практически не возможно. Дело в том, что цинкатные электролиты характеризуются малой катодной поляризацией, которая объясняется малой прочностью комплексных ионов цинка [9–11]. Адсорбируясь на поверхности электрода, ПАВ изменяют условия протекания различных стадий процесса электроосаждения цинка. За счет этого они улучшают структуру, эксплуатационные качества покрытия и технологические параметры электролиза. В данной работе в качестве ПАВ, которое одновременно является и блескообразователем, является добавка А1ДМ фирмы «Chemeta» (Россия).

Исследование влияния добавки А1ДМ на катодную поляризацию показало, что увеличение концентрации А1ДМ с 2 до 12 мл/л приводит к сдвигу поляризационных кривых в отрицательную сторону, т.е. к росту катодной поляризации и некоторому снижению предельной плотности тока. Это связано с адсорбцией добавки А1ДМ на катоде и эффектом резкого торможения катодного выделения цинка. Таким образом, добавка А1ДМ, адсорбируясь на поверхности катода, уменьшает скорость разряда ионов цинка и увеличивает поляризацию выделения цинка.

Было также показано, что увеличение концентрации добавки А1ДМ больше 6 мл/л нецелесообразно, т.к. это не приводит к значительному росту катодной поляризации.

1. Концентрационные пределы ДНА

Количество ДНА выбрано от 1 до 10 г/л, что обеспечивает зону относительной седиментационной устойчивости электролита и экономической целесообразности. В сопоставлении с ДНА исследована добавка АШ (алмазо-содержащая шихта, полупродукт синтеза ДНА) в цинкатный электролит. Эта добавка должна оказывать воздействие, аналогичное тому, какое оказывает ДНА на процесс цинкования. В связи с этим был выбран интервал концентрации ее в электролите – от 1 до 5 г/л. Снижение верхней границы концентрации, по сравнению с ДНА, вызвано тем, что АШ является менее очищенным алмазо-содержащим продуктом и содержит большее количество, по сравнению с ДНА, примесей, способных отрицательно влиять на процесс цинкования.

Для определения совместного влияния добавок были выбраны следующие их концентрации: А1ДМ – 6 мл/л; ДНА – 2,5 г/л (5 г/л при перемешивании); АШ – 2,5 г/л.

Из полученных поляризационных кривых следует, что добавки ДНА и АШ в области концентраций 0–10 г/л незначительно влияют на катодную поляризацию. Вид катодных кривых соответствует аналогичным кривым в электролитах с одной добавкой А1ДМ, значения и длины площадок предельных токов совпадают.

Добавки ДНА и АШ незначительно облегчают выделение водорода, причем в электролитах с АШ водород начинает выделяться при меньшем сдвиге потенциала. Этот эффект может быть вызван наличием примесей в самих добавках и, вероятнее всего, будет результатом совместного действия добавок и находящихся в них примесей.

Значение предельного тока при перемешивании выше, чем без перемешивания, что указывает на его диффузионную природу.

Стационарные гальваностатические измерения проводились при плотностях тока 7,1; 14,2; 21,3 и 28,4 мА/см^2. Значения токов выбирали, исходя из рабочего интервала плотностей тока для цинкатного электролита (10–50 мА/см^2). Значения потенциалов при каждом значении тока брали с таким расчетом, чтобы было одинаковое количество прошедшего электри-

чества, т.е. при 7,1 мА/см^2 брали значение потенциала, установившегося спустя 60 мин после начала процесса, при 14,2 мА/см^2 – через 30 мин, при 21,3 мА/см^2 – через 20 мин и при 28,4 мА/см^2 – через 15 мин. В некоторых случаях гальваностатическую кривую снимали не при четырех значениях тока, а при двух (21,3 и 28,4 мА/см^2). В связи с седиментационной неустойчивостью растворов, содержащих ДНА или АШ, вести процесс без перемешивания представляется нецелесообразным.

Сопоставление гальваностатических измерений с потенциодинамическими кривыми показывает, что в стационарном режиме при повышенных плотностях тока осаждение цинка происходит в режиме диффузионной кинетики вблизи предельного тока без существенного ухудшения качества осадков. Таким образом, добавки ДНА и АШ незначительно влияют на катодную поляризацию, облегчая выделение водорода. Можно рекомендовать замену ДНА на АШ в цинкатных электролитах в связи с меньшей стоимостью АШ.

2. Совместное влияние добавок на анодную поляризацию

По кривым анодной поляризации можно сделать вывод об электрохимическом поведении анодов в данных электролитах.

Показано, что присутствие в электролите добавки А1ДМ тормозит растворение цинка в начале анодного процесса (при небольшом сдвиге потенциала от стационарного значения), что объясняется адсорбцией добавки на аноде.

Добавка в электролит ДНА или АШ не влияет на скорость анодного процесса растворения цинка.

3. Определение механизма осаждения цинкового покрытия

Для определения механизма осаждения цинк-алмазного покрытия снимали катодные и анодные поляризационные кривые и строили в координатах смешанной кинетики. После чего по углам наклона прямолинейных участков определяли значения коэффициента «b» в уравнении Тафеля, по которым можно сделать вывод о возможном механизме реакции осаждения цинка из цинкатного электролита цинкования.

Сначала была определена зависимость влияния А1ДМ, ДНА и АШ без перемешивания на поляризацию в координатах смешанной кинетики. Были найдены тафелевские прямолинейные участки и их угловые коэффициенты, которые составили для катодной реакции ≈ 0.118 ±0.01 В, для анодной реакции ≈ 0,04 ±0,01 В, как для электролитов без ДНА и АШ, так и с ними. Аналогичные значения угловых коэффициентов получаются и при перемешивании электролита.

Таким образом, можно предполагать, что общепринятый трехстадийный механизм цинкования

$$Zn(OH)_4^{-2} = Zn(OH)_2 + 2\ OH; \quad (1)$$

$$Zn(OH)_2 + \bar{e} \rightarrow ZnOH + OH; \quad (2)$$

$$ZnOH + \bar{e} \rightarrow Zn + OH \quad (3)$$

соответствует литературным данным [9, 12, 13] как для электролитов без ДНА (АШ), так и с ними, и замедленной стадией является присоединение первого электрона в катодном процессе.

4. *Влияние добавок А1ДМ и ДНА и плотности тока на выход цинка по току*

Выход по току в процессах получения гальванических покрытий является важным параметром, характеризующим как электрохимические закономерности процесса, так и его экономические показатели. Общим требованием при оптимизации состава и режимов проведения любого процесса является достижение максимальных значений выхода по току.

Ниже представлены зависимости выхода по току от концентрации А1ДМ, ДНА и плотности тока. Зависимость выхода по току от концентрации А1ДМ представлена в табл. 1. Осаждение проводили из раствора 0,15М (12 г/л) ZnO и 3М (120 г/л) NaOH.

Таблица 1. **Значения выхода по току (в %) в зависимости от концентрации А1ДМ**

Концентрация А1ДМ, мл/л	Плотность тока *i*, А/дм^2			
	2	3	4	5
2	72	61	50	41
4	73	62	52	43
6	74	63	53	46
8	77	65	55	47
10	81	67	57	48
12	82	68	58	48

Из приведенных зависимостей табл. 1 следует, что увеличение концентрации А1ДМ от 0 до 12 мл/л приводит к повышению выхода по току. Например, при плотности тока 2 А/дм^2 выход по току увеличивается от 72 до 82 %. Внешний вид образцов также улучшается с увеличением концентрации А1ДМ. При концентрациях ниже 6 мл/л образцы были серыми, имели питтинг и «пригары» по краям. Начиная с концентрации А1ДМ 6 мл/л, образцы приобрели блеск и хороший декоративный вид.

Увеличение выхода по току и улучшение декоративного вида покрытий можно объяснить увеличением катодной поляризации, что приводит к расширению интервала рабочих плотностей тока, затруднению выделения водорода и получению более мелкокристаллических осадков.

При увеличении плотности тока выход по току закономерно падает, что связано с облегчением выделения водорода с увеличением плотности тока. Влияние плотности тока сказывается на внешнем виде осадков. Качественные покрытия удалось получить до 3 А/дм^2. При 4 А/дм^2 на покрытиях начал появляться питтинг, шелушение, «пригары» на краях образцов.

Зависимость выхода по току от концентрации ДНА представлена в табл. 2. Осаждение проводили из раствора 0,15М (12 г/л) ZnO и 3М (120 г/л) NaOH, 6 мл/л А1ДМ .

Таблица 2. **Значения выхода по току (в %) в зависимости от концентрации ДНА**

Концентрация ДНА, г/л	Плотность тока *i*, А/дм^2			
1	2	3	4	5
0	80	74	63	53
0,5	81	74	64	53
1	83	75	65	54
1,5	84	75	65	55
2	86	77	66	56
3	88	78	67	57
4	89	79	69	58
5	91	79	70	58
6	94	79	70	60

Окончание таблицы 2.

1	2	3	4	5
7	95	81	72	60
8	95	81	72	63
9	96	82	73	65
10	96	82	75	67

При увеличении концентрации ДНА в электролите с добавкой А1ДМ от 0 г/л до 10 г/л выход по току увеличивается от 80 до 96 % при плотности тока 1 А/дм^2 (табл. 2). Данное явление может быть объяснено экранированием поверхности наночастицами и затруднением выделения водорода. На внешний вид образцов увеличение концентрации ДНА не оказывает существенного влияния.

5. Влияние добавок А1ДМ и ДНА на рассеивающую способность цинкатного электролита

Рассеивающая способность является важным технологическим параметром процесса получения гальванических покрытий, так как определяет спектр конфигураций деталей, на которые возможно нанесение покрытий из данного электролита, и, соответственно, широту практического применения электролита. Собственно сами цинкатные электролиты и были востребованы промышленностью именно благодаря высоким значениям рассеивающей способности.

Проведены измерения рассеивающей способности (по металлу) для концентраций добавки А1ДМ 6 мл/л и 10 мл/л. Данные концентрации были выбраны, как было показано выше, поскольку при использовании более низких концентраций добавки А1ДМ качество получаемых осадков и свойства цинкатного электролита резко ухудшаются. В этой области измерений рассеивающая способность составила 100 %, что указывает на высокую способность электролита давать равномерные по толщине покрытия в широком диапазоне концентрации добавки А1ДМ.

При введении в электролит ДНА (1, 6 и 10 г/л) рассеивающая способность также осталась 100 %, что свидетельствует о сильном влиянии добавки А1ДМ, а добавка ДНА не оказывает отрицательного действия на рассеивающую способность. Это может быть подтверждено и тем, что ДНА и АШ не оказывают значительного влияния на поляризационные кривые и катодная поляризация в цинкатном электролите без наночастиц и с ними одинакова.

Таким образом, следует отметить, что цинкатный электролит с добавкой А1ДМ имеет очень высокую рассеивающую способность, что дает ему возможность быть используемым при покрытии изделий сложной конфигурации, и введение в него добавки ДНА не ухудшает данный показатель.

6. Влияние ДНА на микротвердость цинковых покрытий

Микротвердость покрытий является одним из немногих измеряемых параметров, объективно характеризующих механические свойства покрытий. В случае композиционных покрытий твердость зависит не только от свойств материала покрытия, но и от свойств частиц гетерогенной фазы, их собственных механических свойств, способа распределения в массе покрытия. Результаты исследования микротвердости цинк-алмазных покрытий представлены в табл. 3.

Таблица 3. **Значение микротвердости (Н, кг/мм^2) в электролите 0,15М (12 г/л) ZnO и 3М (120 г/л) NaOH, 6 мл/л А1ДМ при различных концентрациях ДНА и плотности тока.**

Концентрация ДНА, г/л	Плотность тока, А/дм^2			
	1	2	3	4
1	80	99	85	67
2	83	102	89	62
5	91	120	98	55
7	94	126	100	55
10	96	118	93	54

Как видно из табл., можно говорить только об относительно небольшом (на 15–20 %) росте микротвердости при увеличении концентрации ДНА в электролите. Увеличение микротвердости с ростом концентрации наночастиц согласуется с литературными данными [3, 8] и подтверждается экспериментальными данными по определению содержания ДНА в покрытии, которые показали, что его количество в покрытии увеличивается при увеличении его концентрации в электролите (при 1 г/л ДНА – 0,11% ДНА в цинковом покрытии, а при 10 г/л ДНА – 0,7 % ДНА в покрытии). Включаясь в покрытие, частицы ДНА изменяют структуру покрытия, увеличивая тем самым его микротвердость.

Лучшие результаты микротвердости 126 кг/мм^2 были получены при плотности тока 2 А/дм^2 (см. табл. 3), что соответствует и более качественным осадкам, получаемым при данной плотности тока (плотные, мелкокристаллические блестящие покрытия, без «пригаров»). При увеличении плотности тока осадки становятся более крупнокристаллическими, появляется питтинг и «пригары» по краям образца, что вызывает уменьшение микротвердости покрытий.

7. Влияние добавок А1ДМ и ДНА в цинкатном электролите цинкования на токи коррозии

Коррозия, в соответствии в принятыми в системе Международной стандартизации ИСО понятиями, представляет собой физико-химическое взаимодействие между металлом и средой, в результате которого изменяются свойства металла и частично происходит ухудшение функциональных характеристик металла.

Коррозия цинка достаточно хорошо изучена, и основным коррозионным недостатком цинка и цинковых покрытий является их низкая стойкость в морской воде и морской атмосфере.

Независимое, но сопряженное протекание процессов окисления и восстановления позволяет рассматривать коррозию при помощи анодных и катодных поляризационных кривых. Сравнение величин токов коррозии для различных покрытий позволяет оценивать в первом приближении коррозионную стойкость этих покрытий.

Для определения токов коррозии в 3 % растворе NaCl были сняты катодные и анодные поляризационные кривые. По полученным экспериментальным данным строили зависимости: lg (i) = f (–E). С помощью экстраполяции прямолинейных участков катодной и анодной кривых определяли коррозионный потенциал и ток коррозии.

Сводные данные по токам коррозии для различных концентраций А1ДМ и ДНА приведены в табл. 4.

Таблица 4. **Значение токов коррозии ($i_{кор}$, мА/см^2) в 3 % растворе NaCl для покрытий, полученных при различных концентрациях добавок А1ДМ и ДНА из электролита, содержащего 0,15М (12 г/л) ZnO и 3М (120 г/л) NaOH (осаждение образцов проводилось при 1 А/дм^2)**

Концентрация А1ДМ, мл/л	Концентрация ДНА, г/л	$i_{кор}$, мА/см^2
6	0	0,2
6	0	0,16
10	0	0,15
6	6	0,08
6	10	0,07

По приведенным в табл. 4 данным можно сделать следующие выводы:

1. Увеличение концентрации добавки А1ДМ и электролите от 0 до 12 г/л закономерно приводит к повышению качества покрытия (покрытия становятся более мелкокристаллическими, блестящими) и небольшому росту коррозионной стойкости.

2. Увеличение концентрации добавки ДНА от 0 до 10 г/л приводит к уменьшению коррозионного тока в 2 раза и, следовательно, к существенному повышению коррозионной стойкости покрытия. Этот факт можно объяснить, что частицы ДНА, включаясь в покрытие, обеспечивают более равномерное распределение коррозионного тока по поверхности покрытия, тем самым увеличивая в целом его коррозионную стойкость.

Выводы

1. На основании предварительных испытаний выбраны следующие концентрации компонентов цинкатного электролита: ZnO - 0,15М (12 г/л) и NaOH - 3М (120 г/л)

2. Показано, что увеличение концентрации блескообразующей добавки А1ДМ в цинкатном электролите цинкования приводит к росту катодной поляризации и, соответственно, к повышению качества покрытия в области плотностей тока от 1 до 3 А/дм^2, росту выхода по току и коррозионной стойкости покрытий. Увеличение концентрации А1ДМ больше 6 мл/л не целесообразно, т.к. не приводит: к улучшению качества осадков, увеличению катодной поляризации и рассеивающей способности.

3. Недостаточная седиментационная устойчивость ДНА и АШ и используемом электролите приводит к тому, что вести осаждение без перемешивания представляется нецелесообразным. Исследовано влияние перемешивания на кинетику электроосаждения цинка из цинкатного электролита. Наблюдаемое увеличение предельного тока на катодных поляризационных кривых при перемешивании указывает на его диффузионную природу. Анализ поляризационных кривых позволяет сделать вывод о расширении интервала рабочих плотностей тока при перемешивании до 5 А/дм^2.

4. Добавки ДНА и АШ слабо влияют на катодную поляризацию независимо от концентрации, облегчая выделение водорода, причем в электролитах с АШ в несколько большей степени, чем с ДНА.

5. С ростом концентрации ДНА от 0 до 10 г/л увеличивается выход по току и улучшается коррозионная стойкость покрытий (в 2 раза).

6. Для получения композиционных покрытий можно рекомендовать следующий состав цинкатного электролита: 0,15М (12 г/л) ZnO; 3М (120 г/л) NaOH; А1ДМ 6 мл/л; ДНА (АШ) 5–10 г/л; режим: $i_к$ =2–5 А/дм^2, Т=18–25 С, перемешивание

Литература

1. Антропов Л. И., Лебединский Ю. Н. Композиционные электрохимические покрытия и материалы. – К.: Техника, 1986. – 200 с.
2. Васильев В. В. и др. Композиционные материалы: Справочник. – М.: Машиностроение, 1990. – 512 с.
3. Сайфуллин Р .С. Комбинированные электрохимические покрытия и материалы. – М.: Химия, 1972. – 168 с.
4. Сайфуллин Р. С. Неорганические композиционные материалы. – М.: Химия, 1983. – 304 с.
5. Долматов В. Ю., Буркат Г. К. Ультрадисперсные алмазы детонационного синтеза как основа нового класса композиционных металл-алмазных гальванических покрытий // Сверхтв. материалы. – 2000. – № 1. – С.84–95.
6. Долматов В.Ю., Буркат Г.К., Сабурбаев В.Ю. и др. Получение и свойства электрохимических композиционных покрытий благородными и цветными металлами с ультрадисперсными алмазами детонационного синтеза // Сверхтв. материалы. – 2002. – № 2. – С. 16–21.
7. Патент 216998, РФ. Способ получения композиционных покрытий на основе цинка / Б. Лунг, Г. К. Буркат, В. Ю. Долматов, В. Ю. Сабурбаев. – Бюл. № 18 (II), 2001.
8. Долматов В. Ю. Ультрадисперсные алмазы детонационного синтеза. – Санкт-Петербург: Изд-во СПбГПУ, 2003. – 344 с.
9. Проскурин Е. В., Попович В. А., Мороз А. Т. Цинкование: Справочник. – М.: Металлургия, 1988. – 528 с.
10. Дасоян М. А., Пальмская И. Я., Сахарова Е. В. Технология электрохимических покрытий. – Л.: Машиностроение, 1989. – 391 с.
11. Коротин А. И. Технология нанесения гальванических покрытий. – М.: Высш. шк., 1984. – 240 с.
12. Сайфуллин Р. С., Фомина Р. Е., Хузиахметов Р. Х. Взаимодействие ионов и модели образования КЭП // Прикладная химия. – КХТИ, Казань , 1986. – С. 87–95.
13. Птицына Т. В. Исследование кинетики процессов на цинковом и медном электродах в интервале температур + 20 °С – -20 °С: Дисс. канд. техн. наук. – Л.: ЛТИ им. Ленсовета, 1976. – С. 134.

Поступила 21.06.07.

УДК 621.891

М. Н. Сафонова, ст. преп.[1]; **А. С. Сыромятникова**, канд. физ.-мат. наук[2]; **Е.Ю. Шиц**, канд. техн. наук[3]

[1] Якутский госуниверситет им. М. К. Амосова, г. Якутск, Россия
[2] Институт физико-технических проблем Севера СО РАН, г. Якутск, Россия
[3] Институт проблем нефти и газа СО РАН, г. Якутск, Россия

РАСЧЕТНО-ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОЛИЧЕСТВА АКТИВНЫХ ЗЕРЕН В АБРАЗИВНОМ КОМПОЗИЦИОННОМ МАТЕРИАЛЕ

A calculation-experimental methods for evaluation of active abrasive grain number with statistically uniform distribution in composition material was developed. The method was used to study the change of active grains concentration of natural and synthetical diamond grinding powders with various dispersions in PTFE-based composite under friction and wear.

Введение

Работоспособность абразивных инструментов определяется их износостойкостью, эффективностью работы, качеством обработанной поверхности и характеризуется такими основными эксплуатационными параметрами, как удельный расход абразива, производительность и шероховатость обработанной поверхности [1]. Производительность шлифования и качество обработки существенно зависят от стабильности режущих свойств инструмента, т.е. стабильности количества активных АЗ в процессе его эксплуатации. Поэтому при разработке композиционных материалов абразивного назначения особенно важным является определение изменения количества активных АЗ при трении и изнашивании.

Разработанные ранее методы расчета дают возможность вычислять исходную объемную концентрацию АЗ в связке, однако не позволяют определить ее изменение в процессе работы инструмента [2–4].

Целью работы является разработка и реализация расчетно-экспериментального метода, основанного на данных микроскопического анализа приповерхностного слоя композиционного материала для определения количества активных АЗ.

Основы метода

При разработке метода исходили из предположений, что абразивные зерна – совокупность частиц произвольной формы и различной дисперсности, распределенные в объеме материала статистически равномерно со случайной пространственной ориентацией.

При таких предположениях необходимыми этапами реализации метода являются:

Этап 1. Выбор геометрической модели АЗ.

Этап 2. Расчет количества активных АЗ в композиционном материале.

Этап 3. Проверка достоверности результатов.

Объекты исследования

В качестве абразивного материала использовались шлифпорошки из технических синтетических и природных алмазов (по три разновидности) различных зернистостей. Шлифпорошки изначально принимались за «безымянные» (марка, зернистость, стандарт, по которому велась их классификация, считались неизвестными), и им присваивались буквенно-цифровые обозначения: *С* или *П* (шлифпорошки из синтетических/природных алмазов), цифры *I, II, III* (номера в порядке возрастания зернистости). В качестве основы композиционного материала был выбран ПТФЭ – полимер, который обладает необходимыми свойствами, предъявляемыми к связке алмазно-абразивного инструмента [5]. Образцы для испытаний изготавливались из композиций с 40 % (по массе) содержанием алмазного порошка по технологии холодного прессования при давлении 50 МПа с последующим свободным спеканием при температуре 375 ± 5 °С. Трение и изнашивание осуществлялось в течение 300 с на машине трения СМЦ-2 по схеме «диск по диску» при нагрузке 50 Н и относительной скорости скольжения 1–3 м/с .

Разработка и реализация метода

Алгоритм метода определения содержания АЗ в композиционном материале приведен на рис. 1.

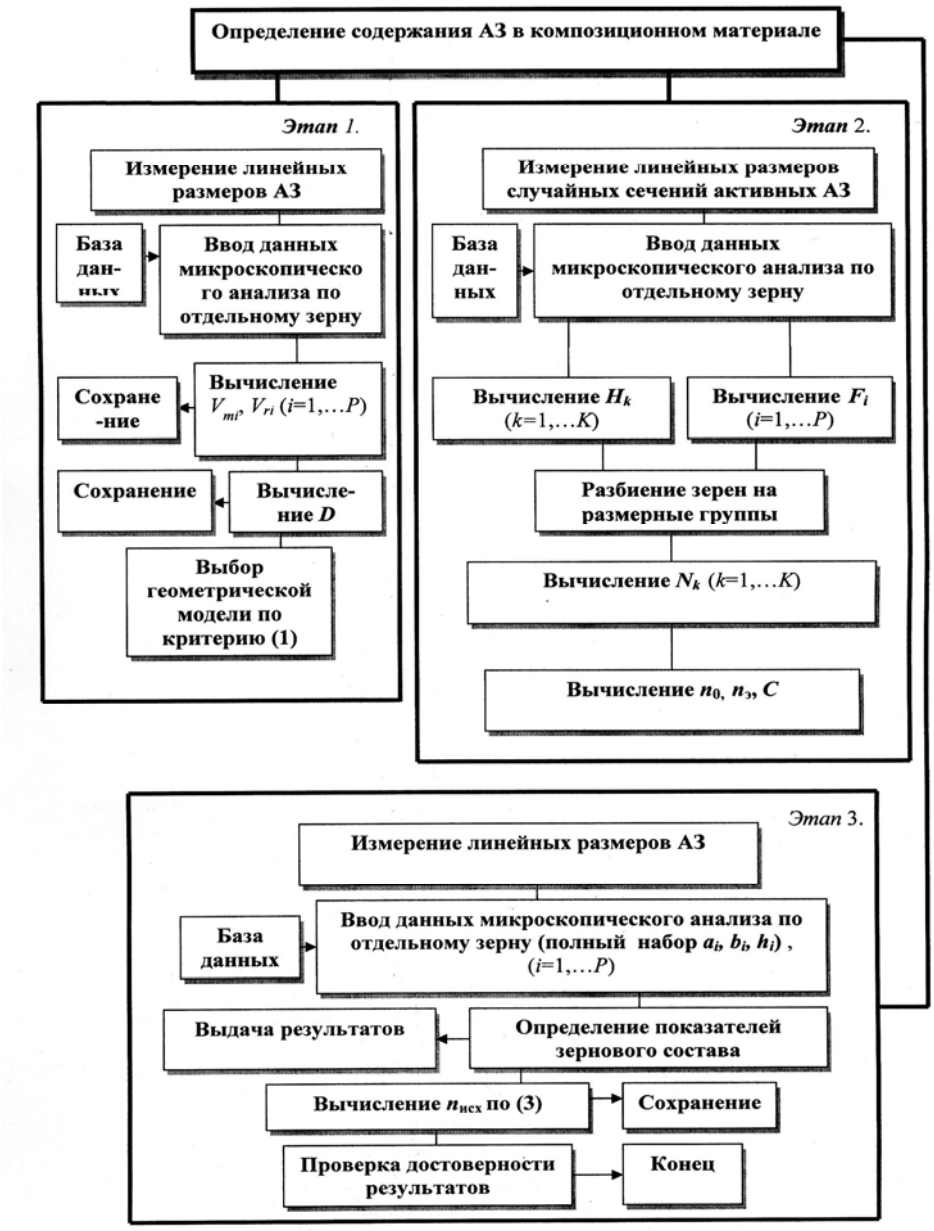
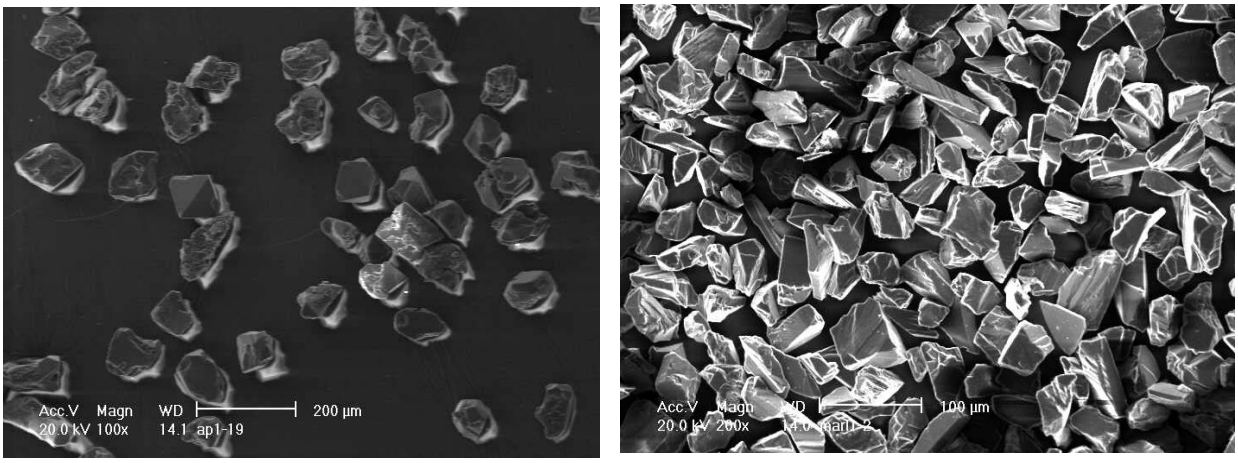


Рис. 1. Блок-схема метода.

Этап 1. Выбор геометрической модели АЗ

В качестве модели зерна шлифпорошков из технических синтетических алмазов разными авторами принимались правильные многогранники и тела вращения [6, 7]. Геометрическое моделирование зерен шлифпорошков из природных алмазов ранее не проводилось.

На рис. 2. приведены РЭМ-фотографии зерен исследованных алмазных шлифпорошков. Видно, что алмазные зерна являются совокупностью осколочных частиц неправильной формы, произвольное сечение которых в подавляющем большинстве случаев можно считать четырех- или пятиугольниками, как и в других несферических порошках [6].



а *б*

Рис. 2. Зерна шлифопорошков из синтетических (а) и природных алмазов (б) зернистости 80/63.

В качестве геометрической модели зерна абразивного наполнителя выбирался такой вариант модели, при котором параметр D, характеризующий величину отклонения объема реального зерна V_r от объема его модельного аналога V_m, принимает минимальное значение:

$$D = \left| 1 - [\sum_{i=1}^{P} (V_{mi}/V_{ri})^2]^{1/2}/P \right|, \quad (1)$$

где i, P – порядковый номер и количество исследованных зерен соответственно.

Совокупность линейных измерений, необходимых для вычисления V_r и V_m, определяется формой АЗ. Для вычисления V_r и V_m проводится измерение высоты зерен и линейных измерений на плоскости сечения; совокупность последних определяется формой АЗ или выбранной геометрической модели АЗ соответственно. Если форму АЗ невозможно характеризовать одной геометрической фигурой, то проводится разбивка зерна на сегменты. Всего было изучено по 250–300 зерен каждой разновидности исследованных алмазных шлифпорошков. Значения D для различных геометрических моделей зерен приведены в табл. 1.

Таблица 1. **Значения критериального параметра *D* для различных геометрических моделей зерен**

Геометрическая модель зерна	Шлифпорошки					
	СI	*СII*	*СIII*	*ПI*	*ПII*	*ПIII*
	D					
Прямоугольный парал лелепипед	0, 3	0, 3	0, 3	0, 3	0, 3	0, 3
Эллипсоид	0, 2	0, 2	0, 3	0, 2	0, 2	0, 3
Сфероид	0, 1	0, 2	0, 2	0, 2	0, 2	0, 3
Куб	0, 1	0, 2	0, 2	0, 1	0, 1	0, 2
Октаэдр	0, 1	0, 2	0, 2	0, 2	0, 2	0, 3

В соответствии с выбранным критерием (1) в качестве геометрической модели зерен для всех исследованных шлифпорошков был принят куб.

Этап 2

Расчет количества активных АЗ в композиционном материале проводился с применением метода количественной металлографии, основанного на изучении размерного распре-

деления микрочастиц в объеме материала по исследованию распределения площадей их случайных сечений F_i [8, 9]. Совокупность линейных измерений, необходимых для вычисления F_i, определяется видом случайного сечения.

Вычисление количества частиц k-й размерной группы N_k проводилось по формуле, полученной с использованием вероятностного распределения F_i для кубических частиц [10]:

$$N_k = 1/ H_k\,(2{,}433\, n_k - 0{,}971\, n_{k-1} - 0{,}270\, n_{k-2} - 0{,}097\, n_{k-3} - 0{,}044\, n_{k-4} - 0{,}029\, n_{k-5} - 0{,}019\, n_{k-6} - 0{,}012\, n_{k-7} - 0{,}007\, n_{k-8} - 0{,}007\, n_{k-9}) \quad (2)$$

где $H_k = 1{,}5\ h$ – так называемая средняя высота куба, если h – ребро куба (h определялась как полусумма сторон прямоугольника, описанного вокруг проекции случайного сечения зерна).

Количество активных АЗ в композиционном материале, равное $\sum_{k=1}^{K} N_k$ (K – количество размерных групп), вычислялось на основании измерений площадей случайных сечений 100–150 зерен. Концентрации активных АЗ в материале в исходном состоянии n_0 и после испытания на трение и изнашивание $n_э$ приведены в табл. 2. Относительное изменение количества АЗ в связке при трении и изнашивании $C = (n_0 - n_э / n_0)\times 100$ % характеризует стабильность количества активных АЗ в связке.

Этап 3

Проверка достоверности результатов проводилась путем сравнения n_0 и значения концентрации АЗ в исходном состоянии, определенной, исходя из показателей зернового состава шлифпорошка $n_{исх}$. Определение зернистости и показателей зернового состава шлифпорошков проводилась с применением так называемого компьютерного диагностического сита (КДС) – косвенной диагностики шлифпорошков, основанной на данных микроскопического анализа [11]. Основу КДС составляет математическая модель ситового размерного разделения, которая представляет собой зависимость между параметрами аналога ячейки сита и размерными характеристиками зерна, полученную из условия предельного прохождения модели зерна через принятый аналог ячейки сита в виде квадрата с длиной стороны d.

Зернистость исследованных шлифпорошков приведена в табл. 2.

Таблица 2. **Концентрации АЗ и зернистость шлифпорошков**

Концентрация АЗ ($мм^{-3}$) и зернистость	Шлифпорошки					
	ПІ	*СІ*	*ПІІ*	*СІІ*	*ПІІІ*	*СІІІ*
n_0	2400±240	3200±320	700±70	870±87	115±12	130±13
$n_э$	1800±180	2400±240	700±70	950±100	60±6	115±12
$n_{исх}$	2700±270	3200±320	670±67	900±90	120±12	140±14
C, %	25±2,5	30±3	0	0	50±5	10±1
Зернистость, мкм	63/50		80/63		100/80	125/100

Значение $n_{исх}$ вычислялось по формуле:

$$n_{\text{исх}} = v_{\text{отн}} \sum_{j=1}^{J} \sum_{i=1}^{P} N_{ij} / \sum_{i,j=1}^{P,J} (N_{i,j} V_j) , \qquad (3)$$

где j, J – порядковый номер и количество фракций в зерновом составе алмазного шлифпорошка;

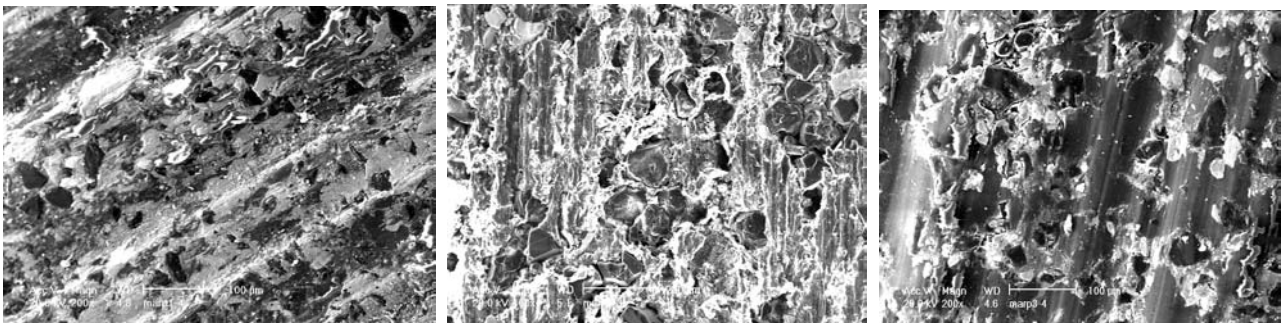
$v_{отн}$ – относительное объемное содержание зерен алмаза в композиционном материале (при 40 % (по массе) алмаза $v_{\text{отн}} = 40\rho_c/(60\rho_a + 40\rho_c)$, ρ_c, ρ_a – плотности ПТФЭ и алмаза);

$V_j = d_j^3$ (d_j – длина стороны ячейки сита, в которую проходит зерно).

Обсуждение результатов

Результаты проведенных исследований показали, что при испытаниях образцов на трение изменения концентрации активных зерен шлифпорошков из синтетических и природных алмазов зернистости 80/63 не происходит; остальные исследованные шлифпорошки отличаются меньшей стабильностью количества активных АЗ в связке (табл. 2).

РЭМ-фотографии поверхностей трения исследованных композиционных материалов приведены на рис. 3.



а *б* *в*

Рис. 3. Поверхности трения композиционных материалов ПТФЭ – шлифпорошки из природных алмазов: а) 63/50; б) 80/63; в) 100/80.

При трении зерна мелкодисперсных шлифпорошков имеют тенденцию погружаться в материал связующего (рис. 3, *а*), в результате чего происходит процесс зашлифовки алмазных зерен, который наиболее выражен для зерен синтетических алмазов вследствие гладкой поверхности их граней, чем и объясняется наблюдаемое уменьшение их концентрации на поверхности инструмента.

Понижение концентрации АЗ крупнодисперсных шлифпорошков из природных алмазов объясняется их выкрашиванием при трении (рис. 3, *в*), в том числе в результате хрупкого скалывания. С увеличением размеров зерен этот процесс становится более выраженным: усилия, приходящиеся на каждое зерно, возрастают, а отношение площади поверхности зерна к его объему, определяющее величину удельных физико-механических сил, которые обеспечивают прочность удержания частиц в связке, уменьшается.

Поверхность трения композиционных материалов, содержащих шлифпорошки зернистости 80/63, характеризуется насыщенностью АЗ с равномерным распределением целых и сколотых зерен (рис. 3, *б*). Проведенными ранее исследованиями было установлено, что введение алмазных шлифпорошков в ПТФЭ не вносит существенных изменений в надмолекулярную структуру полимера [12]. Прочность удержания алмазных зерен в полимерной связке определяется, в основном, степенью уплотнения композиционного материала и величиной отношения площади поверхности зерна к его объему, определяющейся размерами, формой и шероховатостью поверхности АЗ. Таким образом, более высокую прочность удержания алмазных зерен шлифпорошков зернистости 80/63 можно объяснить однородностью структуры композиционного материала, достигаемой в процессе его изготовления: размеры частиц по-

рошка ПТФЭ и алмазных зерен близки по размерам (около 80 мкм). Из исследованных материалов эти композиции обладают максимальными значениями плотности, твердости и износостойкости (низким удельным расходом алмаза), а стабильность концентрации АЗ в них обеспечивает эффективность (высокую производительность и качество обработанной поверхности) и стабильность (низкий коэффициент вариации удельного расхода алмазов) работы опытных инструментов [5]. Перечень опытных образцов алмазного инструмента, изготовленного на основе ПТФЭ, приведен в работе [5, 13].

Выводы

Разработанный метод может найти применение при оценке изменения концентрации дисперсных наполнителей произвольной формы со статистически равномерным распределением в объеме композиционного материала инструментального, триботехнического и конструкционного назначения (поверхности и покрытия).

Литература

1. Бакуль В. Н. Работоспособность алмазных кругов на органической связке отечественного и зарубежного производства. – Киев, 1969. – 25 с.
2. Верещагин В. А. Определение количества зерен, приходящихся на единицу поверхности / Верещагин В. А., Журавлев В. В. Композиционные алмазосодержащие материалы и покрытия. Минск: Навука і тэхніка, 1991. – 208 с.
3. Щиголев А. Г., Полупан И. Н., Коломиец В. В. Определение количества зерен по глубине рабочего поверхностного слоя алмазного инструмента // Синт. алмазы . – 1979. – № 3. – С. 19–25.
4. Землянский Е. С. Работоспособность алмазных кругов при различных видах шлифования // Сверхтв. материалы. – 1981. – № 6. – С. 24–28.
5. Шиц Е. Ю. Исследование и разработка полимерных композиционных материалов с использованием природных алмазных порошков. Дис. …канд. техн. наук: – 05.02.01 / Е. Ю. Шиц; ОИФТПС СО РАН. – Якутск, 2000. – 180 с.
6. Лаврененко В. И., Шепелев А. А., Петасюк Г. А. Модели формы зерен СТМ // Сверхтв. материалы. – 1994. – № 5–6. – С. 18–21.
7. Цымбалист М. М., Руденская Н. А., Кузьмин Б. П., Паньков В. А. Учет фактора формы при ситовом анализе несферических порошков// Физика и химия обработки материалов. – 2003. – № 6. – С. 61–63.
8. Салтыков С. А. Стереометрическая металлография. – М.: Металлургия, 1970. – 376 с.
9. Приборы и методы физического металловедения/ Под ред. Ф. Вейенберга. – М:. Мир, 1973. – 375 с
10. Hull F. C., Houk W. J. // *Trans*. AIME. –1953. – 197. – P. 565.
11. Новиков Н. В., Никитин Ю. И., Петасюк Г. А. Компьютерное диагностическое сито для идентификации зернистости и зернового состава микроскопических проб алмазных шлифпорошков // Сверхтв. материалы. – 2003. – № 3. – С. 71–83.
12. Сыромятникова А. С, Сафонова М. Н., Шиц Е. Ю. Методика оценки работоспособности алмазных инструментовс/ Тр. I Евразийского симпозиума по проблемам прочности материалов и машин для регионов холодного климата. Ч.5. – Якутск, 2002. – С. 76–80.
13. Шиц Е. Ю., Соколова М. Д., Семенова Е. С. Особенности технологии производства абразивного инструмента на основе политетрафторэтилена // Материалы·Технологии·Инструменты. – 2006. – № 1. – С. 97–100.

Поступила 30.05.07.

УДК 666.233

В. В. Корольков, асп.; **А. В. Карпец**, студ.; **И. И. Кулакова**, канд. хим. наук; **Г. В. Лисичкин**, докт. хим. наук

МГУ им. М. В. Ломоносова, химический факультет, г. Москва, Россия

ХИМИЧЕСКОЕ МОДИФИЦИРОВАНИЕ ПОВЕРХНОСТИ НАНОСТРУКТУРИРОВАННОГО ПОРИСТОГО АЛМАЗА

Surface chemistry of modified nanostructured porous diamond (PDD) was investigated. TEM investigations revealed that atomic structure of original diamond particles, which are 5 nm in size, wasn't affected neither by sintering nor by hydrogen treatment at 800 ^{o}C. For the first time the possibility of formation of graft layer of hexadecyl groups was shown.

Введение

Наноалмаз (НА) представляет собой особый тип алмазного материала [1, 2]: в нем сочетаются механическая, термическая, радиационная и химическая стойкость алмаза, а также лабильность функционального покрова поверхности. Поскольку все атомы на поверхности НА (18 ат/нм^2) могут быть связаны с функциональными группами, его свойства в наибольшей степени, по сравнению с другими углеродными материалами, определяются химическим состоянием поверхности [3, 4].

Разрозненные данные о высокой сорбционной способности НА детонационного синтеза имеются в литературе, см. например [1, 5]. Несмотря на привлекательность его для использования в качестве сорбента, в хроматографии описаны лишь единичные попытки изучения их хроматографических свойств [6, 7]. Из-за наличия в порошках НА разных по размерам и механической прочности агрегатов, малых размеров первичных кристаллитов и зависимости природы функционального покрова алмазной поверхности от условий детонационного синтеза и очистки НА малопригодны в качестве сорбента для ВЭЖХ.

Компанией «АЛИТ» (г. Житомир, Украина) разработана методика получения наноструктурированного пористого алмаза (PDD) [8]. Путём спекания чистого порошка НА в условиях термодинамической стабильности алмаза и последующего дробления компактов могут быть получены микропорошки PDD различной зернистости, которые обладают всеми положительными свойствами классического алмаза и в то же время имеют развитую поверхность, узкое распределение частиц по размерам и нанопор по радиусам. Такие порошки представляют собой перспективный сорбент для ВЭЖХ. Их сорбционные и хроматографические свойства обсуждаются в [9–16].

Химическое модифицирование поверхности твердых тел позволяет направленно изменять физико-химию их поверхности и представляет интерес как метод унифицирования химического состояния их поверхности [17]. Разработка способов и нахождение условий для создания монофункционального покрова на поверхности порошков НА и PDD, с одной стороны, позволит наиболее эффективно использовать их в уже известных областях, поскольку применение НА часто сдерживается невоспроизводимостью и нестабильностью их физико-химических характеристик. С другой стороны, это может привести к созданию принципиально новых материалов с требуемыми функциональными свойствами (хроматографических сорбентов для ВЭЖХ, материалов для биомедицинского применения и др).

Химическое модифицирование поверхности алмазных микропорошков усиленно исследуется в последние 10 лет, тогда как подобных работ по НА мало, а по PDD совсем нет. Поэтому целью настоящей работы явилось выявление возможности модифицирования PDD методом ковалентной прививки.

Объекты и методы исследования

В работе использовали порошок PDD с размером частиц 4–6 мкм, производства компании «АЛИТ». По данным производителя, содержание в нем (без учета летучих) алмазного, трудноокисляемого углерода $C_{алм}$ – 98,3 %, неалмазного, легко окисляемого $C_{неалм}$ – 0,8 %, несгораемый остаток составлял 0,9%. Функциональный покров алмазных частиц был сформирован в процессе очистки его разбавленной азотной кислотой.

Изучение структуры и свойств PDD проводили с помощью следующих физико-химических методов:

для установления атомной структуры использовали просвечивающую электронную микроскопию в режиме фазового контраста и микродифракции (электронный микроскоп JEM100C);

структурные характеристики PDD определяли по низкотемпературной адсорбции азота на установке ASAP 2010 V2;

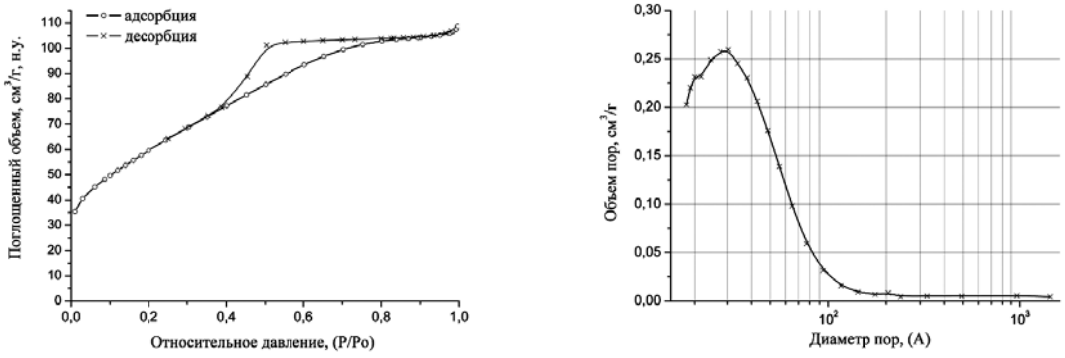
состав исследуемых образцов определяли методом рентгеноспектральной флуоресценции (РФл) в качественном и количественном режимах на приборе СПЕКТРОСКАН-V;

функциональные группы на поверхности PDD идентифицировали по ИК-спектрспектрам, зарегистрированным в режиме поглощения (на спектрометре FTIRS IR200 Thermonicolet с разрешением 4 $см^{-1}$) или в режиме диффузного отражения (на спектрометре PHILIPS ANALYTICAL PU9800 FTIR SPECTROMETER с разрешением 2 $см^{-1}$).

Результаты и их обсуждение

Структурные характеристики PDD

Структурные характеристики PDD определены объёмным методом по низкотемпературной адсорбции азота. Изотерма адсорбции азота на исходном образце PDD при –196 ^{o}C представлена на рис. 1.



а *б*

Рис. 1. Изотерма адсорбции азота на исходном образце PDD (а) и распределение объема пор по радиусам (б).

Рассчитанная из нее по уравнению БЭТ удельная поверхность оказалась равной 217±5 $м^2/г$. Судя по виду изотермы, наличию сорбционного гистерезиса и его форме, в образце есть поры различных размеров: микро- и мезопоры. Объем микропор (диаметр <17 Å) равен 0,00422 $см^3/г$, площадь их поверхности – 3,0417 $м^2/г$; объем мезопор (диаметр 17-3000 Å) равен 0,133±7 $см^3/г$, площадь их поверхности – 155±13 $м^2/г$. Эффективный диаметр пор 3 нм.

Химическое модифицирование поверхности PDD

Для создания того или иного функционального покрова на поверхности PDD его подвергали последовательному модифицированию, схема которого приведена на рис. 2.

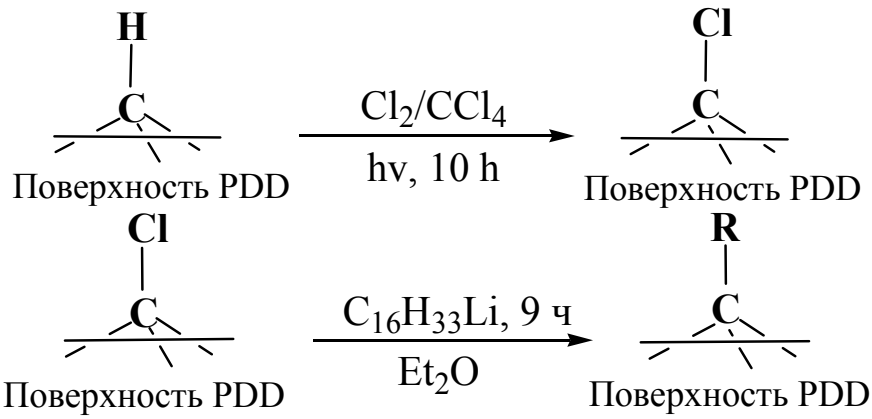


Рис. 2. Схема модифицирования поверхности PDD.

Модифицированный образец PDD-H получали при обработке исходного PDD в потоке водорода (марки А, объемное содержание H_2 >99,99 %; O_2+N_2<0,01 %; H_2O<0,02 %) в течение 5 ч при 800 °С. В результате этой обработки на алмазной поверхности формируется слой гидридных групп, что приводит к уменьшению реакционной способности поверхности алмаза.

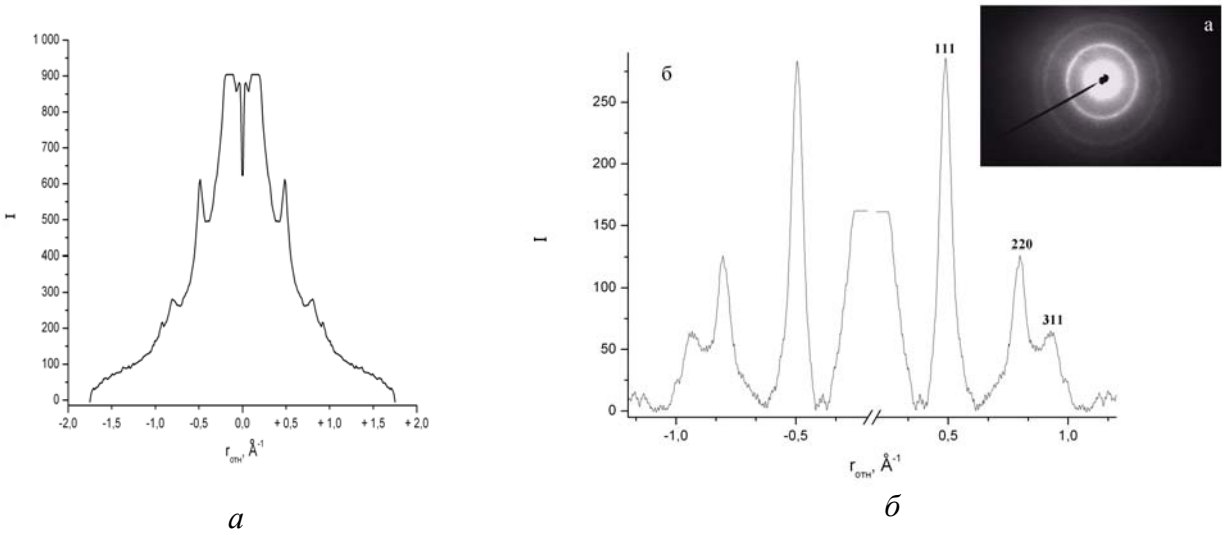
Для активации поверхности и создания на ней электрофильных центров ее галогенировали. Для получения образца PDD-Cl мы использовали метод фотохимического хлорирования молекулярным хлором. Хлор, полученный по реакции бихромата калия с соляной кислотой, растворяли в четыреххлористом углероде до насыщения (~5,6 % (по массе)). Хлорирование проводили в четыреххлористом углероде в атмосфере аргона в течение 10 ч при комнатной температуре и постоянном перемешивании. Для инициирования фотохимической реакции использовали облучение светом в видимом или УФ диапазоне.

Для ковалентной прививки C_{16}-радикала предварительно было получено соответствующее литийорганическое соединение и проведена реакция PDD-Cl с гексадециллитием (получен образец PDD-C_{16}) по методике, описанной в [18].

Химический состав и атомная структура PDD

К сожалению, получить данные по плотности прививки и строению привитых слоев на алмазе достаточно сложно, поскольку к углеродному материалу прививаются органические молекулы. Можно получать лишь полуколичественные данные по результатам ИК-спектроскопии.

Для исходного образца PDD был зарегистрирован обзорный спектр рентгеновской флуоресценции, что позволило на полуколичественном уровне оценить содержание химических элементов в образце. По данным РФА в образце присутствуют следующие элементы P, Si, Cl, S, Cu, Ni, Fe, Cr, Ti. Наличие металлов обусловлено условиями синтеза как исходного НА, так самого PDD. Наличие P, Cl, S может быть отнесено за счет различных солей (фосфатов, хлоридов, сульфатов), которые попадают в образец в процессе его очистки водой. Но содержание всех этих элементов в образце не превышало 0,1 % (по массе). Для выяснения вопроса о том, влияет ли обработка водородом (800 ^oC, 5 ч) на фазовый состав углерода, мы изучили дифракцию электронов на PDD-H. Микроэлектронограмма образца PDD-H представлена на рис. 3, *а*. На микроэлектронограмме PDD-H виден широкий фон неупруго рассеянных электронов, на который наложены пики дифракций.



а *б*

Рис 3. Микроэлектронограмма образца PDD-H исходная (а) и после вычитания фона (б). На вставке показана исходная дифракционная картина, наблюдавшаяся в просвечивающем микроскопе.

Таблица. **Сравнение межплоскостных расстояний порошка PDD-H и алмаза**

Индексы Миллера (h k l)	Межплоскостные расстояния, Å	
	$d_{эксп}$	$d_{алмаз}$
111	2,055	2,057
220	1,250	1,258
311	1,076	1,073

Мы вычли этот фон в автоматическом режиме и полученная микроэлектронограмма приведена на рис. 3, *б*. На нём по оси абсцисс отложен радиус дифракционных рефлексов картины, выраженный в обратных ангстремах, а по оси ординат – интенсивность дифракции. На вставке показана исходная дифракционная картина, наблюдавшаяся в просвечивающем микроскопе. Рассчитанные на основании данных электронной дифракции межплоскостные расстояния приведены в таблице.

Из приведенных в таблице данных видно, что имеется хорошее совпадение экспериментальных значений меж-плоскостных расстояний с таковыми в алмазе, т.е. PDD-H представлен только алмазной фазой.

Анализ химии поверхности образцов PDD

На рис. 4 приведены ИК-спектры исходного и модифицированных образцов PDD. В спектре исходного образца PDD (рис. 4, сп. 1) наблюдается поглощение в высокочастотной области – интенсивная полоса поверхностных гидроксильных групп и адсорбированной воды с широким максимумом при 3400 $см^{-1}$. Полоса поглощения с максимумом при 1723 $см^{-1}$ обусловлена присутствием на поверхности PDD карбонильных групп, а при 1623 $см^{-1}$ – деформационными колебаниями адсорбированных молекул воды. В интервале 1500–1000 $см^{-1}$ имеется ряд перекрывающихся плохо разрешенных полос, что затрудняет их детальное отнесение.

После восстановления в ИК-спектре образца PDD-H (рис. 4, сп. 2) наблюдается исчезновение полос поглощения с максимумами при 1723 и 1623 $см^{-1}$. Это связано с тем, что произошло разложение карбонильных групп. Также появляются полосы поглощения в области валентных колебаний связей С-Н (максимумы при 2943 и 2878 $см^{-1}$). В высокочастотной области уменьшается поглощение гидроксильных групп (3377 $см^{-1}$), наблюдается поглощение неассоциированных НО-групп (узкий пик при 3691 $см^{-1}$).

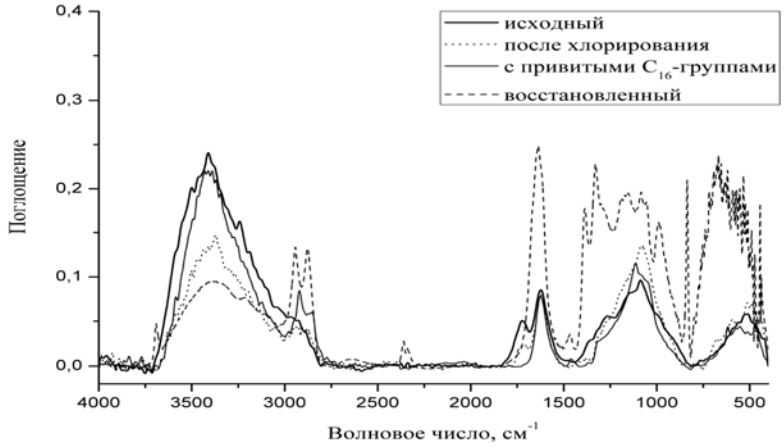


Рис. 4. ИК-спектры модифицированных образцов ПДД.

Таким образом, основным результатом восстановительной обработки PDD является радикальное уменьшение количества кислородсодержащих групп на поверхности. В химическом отношении получается алмазная поверхность, на которой присутствуют преимущественно гидридные и гидроксильные группы, т.е. эту поверхность можно считать бифункциональной (рис. 5).

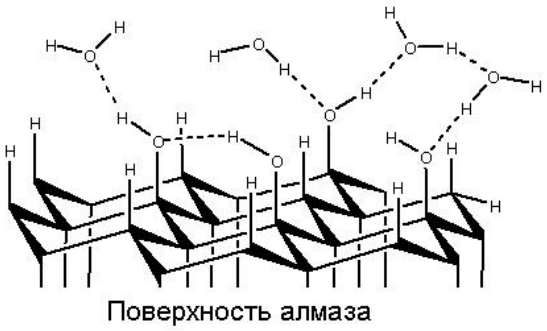


Рис. 5. Поверхность PDD после высокотемпературной обработки водородом.

В ИК-спектре поглощения PDD после хлорирования (рис. 4, сп. 3) наблюдается заметное уменьшение интенсивности полос поглощения С-Н групп, однако полного исчезновения этих полос не происходит. Это может быть обусловлено тем, что не все поверхностные С-Н связи могут вступать во взаимодействие с хлором из-за стерических затруднений. Методом РФл установлено, что в образце PDD-Cl содержится 3 % (по массе) хлора, т.е. 2 атома на 1 $нм^2$.

После прививания гексадецильного радикала в ИК-спектре (рис. 4, сп. 4) появляются полосы поглощения, соответствующие валентным (2950–2860 $см^{-1}$) и деформационным (1461 $см^{-1}$) колебаниям связей С-Н в алкильных группах и на поверхности. Кроме того, сохраняется сильное поглощение в области валентных и деформационных колебаний НО-групп, а также не вступивших в реакцию хлорирования гидридных групп. Таким образом, поверхность PDD-C_{16} является полифункциональной – на ней присутствуют функциональные группы: алкильные группы, гидридные и различной природы гидроксильные.

Выводы

Таким образом, в настоящей работе впервые проведено химическое модифицирование поверхности пористого дисперсного алмаза (PDD) путем высокотемпературной обработки водородом (образец PDD-H), хлорирования (образец PDD-Cl) и последующей ковалентной прививки гексадецильного радикала (образец PDD-C_{16}). Впервые методом просвечивающей электронной микроскопии (в режиме дифракции) показано, что ни спекание, ни

высокотемпертатурная обработка водородом не нарушают атомной структуры первичных алмазных частиц, размер которых в PDD-H остается равным 5 нм. С помощью метода ИК-спектроскопии установлено, что поверхность PDD-H бифункциональна, т.е. покрыта группами C-H и O-H, а поверхность образца PDD-C_{16} полифункциональна. В последнем случае прививка гексадецильных групп к поверхности НА осуществляется за счет связей C-C, которые являются гидролитически стабильными. Поэтому следует ожидать, что PDD-C_{16} может быть перспективным сорбентом для ВЭЖХ.

Литература

1. Долматов В. Ю. Ультрадисперсные алмазы детонационного синтеза. – С-Пб.: Издательство СпбГУ. 2003. 344 с.
2. Долматов В. Ю. Ультрадисперсные алмазы детонационного синтеза: свойства и применение // Успехи химии. – 2001. – Т. 20. – № 7. – С. 687–708.
3. Кулакова И. И. Модифицирование детонационного наноалмаза: влияние на его физико-химические свойства // Российский Химический журнал. – 2004. – 48. – № 5. – С. 97–106.
4. Kulakova I. I. Surface chemistry of Nanodiamond // Physics of the Solid State. – 2004. –46. – N 4. – P. 636–643.
5. Bogatyreva G. P., Marinich M. A., Gvyazdovskaya V. L. Diamond an adsorbent of a new type // Diamond Relat. Mater. Diamond. – 2000. – 9. – N 12. – P. 2002–2005.
6. Емелина С. А., Ларионов О. Г., Спицын Б. В. Использование хроматографии для изучения химии поверхности наноалмаза // Тезисы X Межд. конф. Теоретические проблемы химии поверхности, адсорбции и хроматографии. – Москва, 2006. – С. 125.
7. Белякова Л. Д., Ларионова А. О., Ларионов О. Г. и др. Адсорбционные свойства ультрадисперсного алмаза по данным газовой хроматографи // Тезисы XI Межд. конф. Теоретические проблемы химии поверхности, адсорбции и хроматографии. – Москва, 2007. – С. 53.
8. Патент 39541А Україна, МПК7 С01 31/06. Алмазний порошок і спосіб його отримания / К. В. Кірілін, В. И. Падалко. – Пріор. 21.07.01. –Опубл. 15.05.01, Бюл. № 4.
9. Patel B. A., Rutt K.J., Padalko V.I. et al. Use of industrial diamonds in HLPC // Сверхтв. материалы. –2 002. – № 6. – С. 51–54.
10. Новиков Н. В., Богатырева Г. П., Волошин М. Н. и др. Наноструктурные пористые алмазные порошки и их поверхностные свойства // Сверхтв. материалы. –2002. –№ 6. –С. 4–9.
11. Patel B. A., Rutt K.J., Padalko V. I. et al. Nanoporous diamonds as stationery phase for HLPC. – Pittcon 2005, Orlando, Florida, Ferbruary 2005. – P. 1 – 11.
12. Корольков В. В., Кочетова М. В., Ларионов О. Г. и др. Сорбционные свойства пористого дисперсного алмаза // Тезисы X Межд. конф. Теоретические проблемы химии поверхности, адсорбции и хроматографии. М.-Клязьма, 25–29 апреля. 2006. – С. 263.
13. Нестеренко П. Н., Федянина О. Н. Адсорбционные и хроматографические свойства мелкодисперсного синтетического алмаза // Тезисы X Межд. конф Теоретические проблемы химии поверхности, адсорбции и хроматографии. М М.-Клязьма, 25 –29 апреля. 2006. – С. 264.
14. Карпец А.В., Ларионов О.Г., Корольков В.В и др. Исследование сорбционных и хроматографических свойств модифицированного пористого дисперсного алмаза // Всероосийский симпозиум: Хроматография в химическом анализе и физико-химических исследованиях (тезисы). М.-Клязьма, 23 –27 апреля 2007. – С. 50.
15. Nesterenko P. N., Fedyanina O. N., Volgin Yu. V., P. Jones. Ion chromatographic investigation of the ion-exchange properties of microdisperse sintered nanodiamonds // J. Chromatogr. A. – 2007. – 1155. – P. 2–7.
16. Nesterenko P.N., Fedyanina O.N., Volgin Yu.V.. Microdispersed sintered nanodiamonds as a new stationary phase for high-performance liquid chromatography // Analyst, –2 007. –132. –P. 403-406.
17. Лисичкин Г. В., Фадеев А. Ю., Сердан А. А. и др. Химия привитых поверхностных соединений. М.: – Физматлит, 2003. – 592 с.

18. Лисичкин Г. В., Корольков В. В., Тарасевич Б. Н. и др. Фотохимическое хлорирование наноалмаза и взаимодействие его модифицированной поверхности с С-нуклеофилами // Известия Академии наук. – 2006. – № 12. – С. 1230–1237.

Поступила 09.07.07.

УДК 621.923

С. А. Астапчик, академик НАН Беларуси; **А. М. Кузей,** докт. техн. наук;
В. А. Зайцев, инж.

ГНУ «ФТИ НАН Беларуси», г.Минск, Беларусь

ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ В СИСТЕМЕ АЛМАЗ–АЛМАЗ ПРИ ОГРАНКЕ АЛМАЗА В БРИЛЛИАНТ

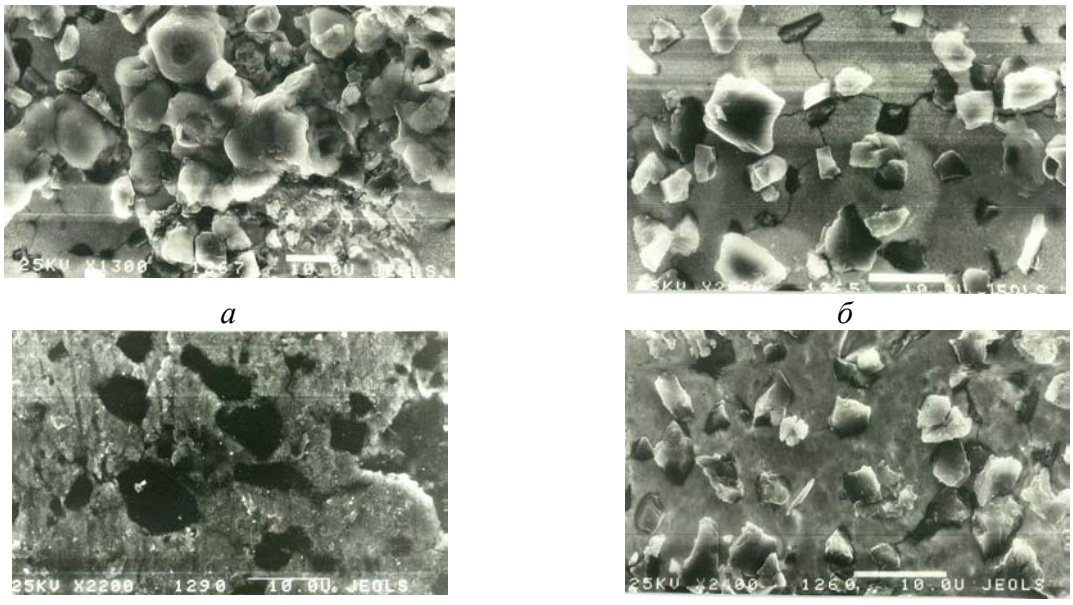
The study has been made of the surface morphology of a diamond tool in the process of diamond faceting. It is established that the temperature increases up to 1275 K to 1350 K in a contact zone. The diamond wearing is shown to be associated with adhesion interaction between crystal surface and nickel-boron alloy as well as with abrasive action of diamond grains.

Свойства природного алмаза определили его двойственную сущность. С одной стороны физические, химические, механические характеристики сделали его важнейшим стратегическим сырьем, а с другой стороны эти свойства, наряду с его редкостью, сделали его драгоценностью и мерой богатства. Последнее, в основном, определяет его использование как драгоценного камня вследствие высокой технологии обработки. Высокая стоимость алмаза обуславливает инертность технологий обработки и одновременно требует высокой эффективности обработки и качества бриллианта. Для обработки кристалла природного алмаза в бриллиант круглой формы в технологическом процессе, как правило, используется три типа инструмента: распиловочный диск, шлифовальный диск, ограночный диск. Собственно операция огранки представляет собой плоское шлифование граней, которое может осуществляться на чугунном ограночном диске (форма 6А2, 300×50); чугунном (стальном) диске, шаржированном алмазным микропорошком; на стальных дисках с алмазным микропорошком, закрепленным слоем полимера, металла (гальваническое покрытие либо объемное закрепление частицами металла) [1, 2]. При прочих равных условиях огранки производительность шлифования определяется структурой поверхностного (рабочего) слоя и концентрацией в нем алмазного микропорошка [1–3]. Производительность шлифования на чугунном диске в 20 раз ниже, чем на диске, шаржированном алмазным порошком, а полимерное покрытие обеспечивает большую производительность, чем гальваническое [3, 4].

Формирование полимерного алмазосодержащего покрытия позволяет достичь большей концентрации алмазного порошка на поверхности диска, чем в случае электрохимического покрытия (ЭХП). Рост концентрации алмазного микропорошка в ЭХП ограничен величиной глобул (зерен) осаждаемого металла, так как внедрение алмазного зерна в покрытие происходит вследствие защемления между растущими глобулами [4, 5]. Чем меньше размеры глобул, тем больше алмазных зерен закрепляется в растущем покрытии, а не выталкивается из него [5]. Снижение размеров глобул может быть обеспечено технологическими параметрами электрохимического процесса, либо легированием основного металла и осаждением сплава с иными свойствами, чем основной металл [4, 5]. Объектом исследования являлось ЭХП ограночного диска формы 6А2 (300×50×28) на различных стадиях изготовления и экс-

плуатации. Алмазосодержащие ЭХП из сплава никель – 6 % ат. бора осаждали из сульфатного электролита никелирования, содержащего боратный анион $B_nH_n^{-2}$ и алмазный микропорошок фракции 10/7 (4 г/л). После нанесения покрытия диск укатывали балласом при давлении 2,5–5 МПа и скорости вращения диска 3000 об/мин, а затем – кристаллом алмаза. Для полировки граней бриллианта ЭХП шаржировали алмазным микропорошком фракции 3/2. Структуру покрытий выявляли травлением в растворе на основе пирофосфорной, серной (15 % (по массе)), азотной (15 % (по массе)) кислот при 380 *К*.

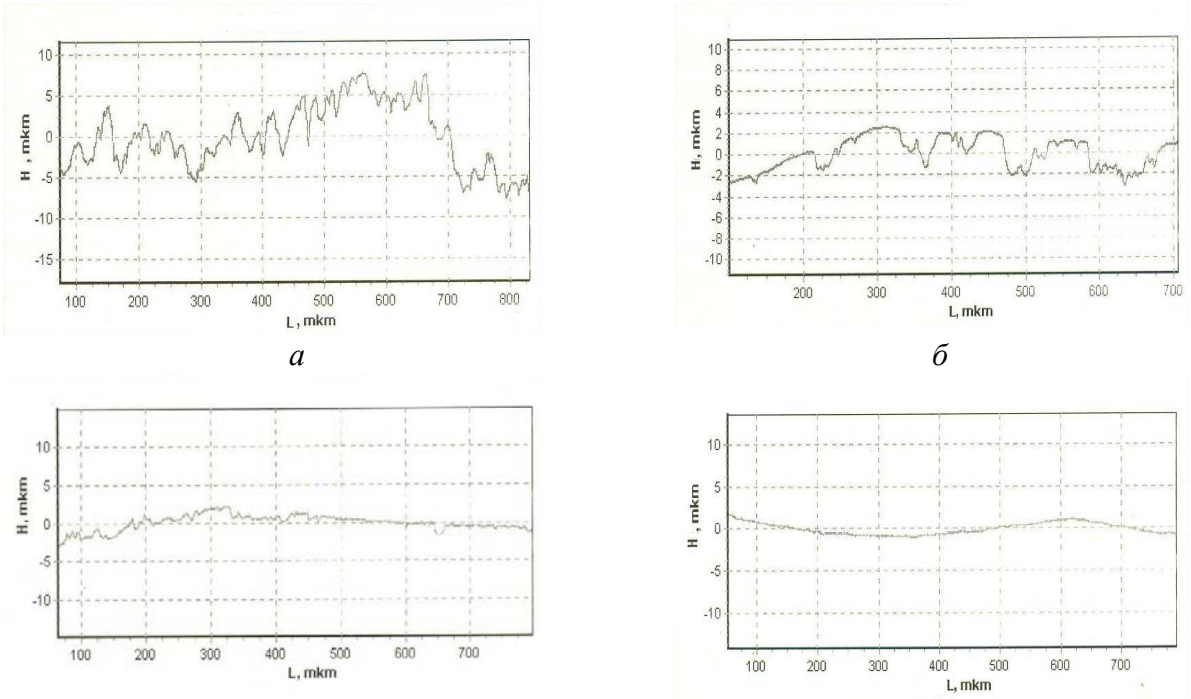
Формирование алмазосодержащего ЭХП никель – бор сопровождается образованием дендритов из несколько сросшихся алмазных зерен (рис. 1, *а*). Размер глобул сплава никель – бор значительно меньше, чем в никелевом ЭХП (3–5 мкм) и составляет 0,1–0,3 мкм (рис. 1, *б*).



а *б* *в* *г*

Рис. 1. Морфология поверхности ЭХП: а – исходная; б – травление 5 сек; в – укатка 20 мин; г – укатка и травление 3 с.

Образующаяся ЭХП имеет развитый микрорельеф на поверхности, а твердость покрытия достигает 7200 МПа (рис. 2, *а*). Укатка ЭХП балласом сглаживает микрорельеф на поверхности и приводит к образованию площадок износа на алмазных зернах (рис. 1, *в*, 2, *б*). Дендриты, формирующие микрорельеф поверхности разрушаются, алмазные зерна вдавливаются в металлическую матрицу (рис. 1, *г*).

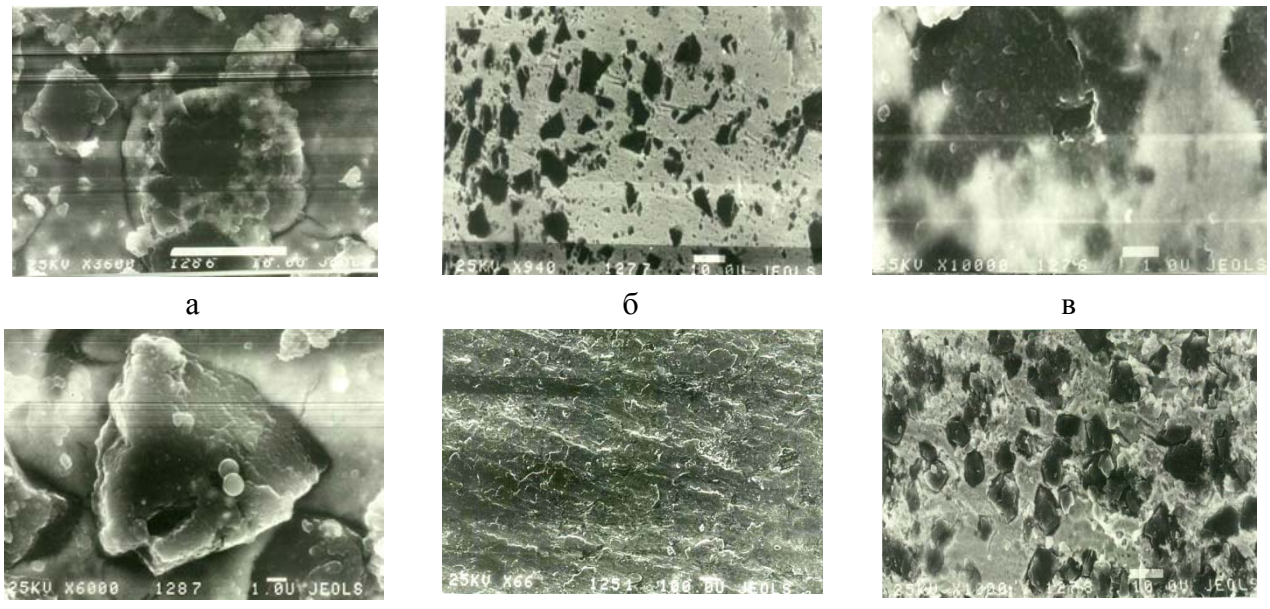


а *б*

в *г*

Рис. 2. Микрорельеф ЭХП: а – исходный; б – после укатки; в – после шаржирования; г – после шлифования 60 мин.

Последующая укатка ЭХП кристаллом алмаза и шаржирование алмазным микропорошком приводит к образованию на поверхности ЭХП тонкого слоя, состоящего из микропорошка, осколков алмазных зерен (0,5–3 мкм) и частиц сплава никель – бор (рис. 3, *а*).



а б в

г *д* *е*

Рис. 3. Морфология поверхностей износа ЭХП: после шаржирования, травление 3 с (а); после шлифования в течение 30 мин (б); после шлифования (30 мин), травление 3 с (в); после шлифования 100 мин (д); после шлифования (100 мин), травление 3 с (е).

Этот слой расположен на одном уровне с площадками износа на поверхности алмазных зерен и обеспечивает полирование граней. После прекращения полировки на этом слое (дорожке) осуществляют шлифование граней, увеличивая давление до 2,5–5,5 МПа на обра-

батываемый кристалл. В процессе шлифования на поверхности ЭХП формируется поверхностная структура, характеризующаяся развитым микрорельефом на поверхности площадок износа и крайне незначительным (0,01–0,05 мкм) выступанием алмазных зерен из сплава никель – бор. На площадках износа алмазных зерен присутствует пленка сплава никель – бор (рис. 3, *в*). В прослойках сплава никель – бор между зернами расположены осколки алмазных зерен (0,1–0,3 мкм), и округлые частицы сплава никель – бор. Такие же частицы выявляются на поверхности площадок износа (рис. 3, *б, в*). Увеличение интенсивности шлифования (повышение давления на грань заготовки бриллианта) постепенно (40–100 мин) проводит к формированию на поверхности ЭХП дорожек износа, среди которых расположены отдельные алмазные зерна. Однако растворение поверхностного слоя (0,1–0,3 мкм) обнажает поверхность алмазных зерен (рис. 3, *д, е*).

Процессы, происходящие при огранке алмаза в бриллиант, описаны достаточно подробно [1, 3, 6, 7, 9]. Принято считать, что шлифование алмаза является, в основном, процессом массового микрорезания тончайшего поверхностного слоя [1, 6, 7]. Когда алмазное зерно внедряется (вдавливается) в обрабатываемый кристалл, вокруг возникает область напряжений, в которой по мере возрастания нагрузки образуются микротрещины, разрушающие кристалл по плоскостям спайности [1, 7]. Повышение температуры в зоне контакта (1000–1200 *К*) снижает твердость поверхностного слоя и создает более благоприятные условия разрушения (износа) поверхностного слоя [9]. Шлифование (огранка) алмаза может вестись, хотя и с меньшей скоростью, на поверхности чугуна без применения алмазного микропорошка [1]. В этом случае износ поверхности алмаза обеспечивают иные механизмы. В зависимости от условий обработки износ алмаза при шлифовании происходит вследствие взаимодействия с поверхностью инструмента по адгезионному, диффузионному, абразивному механизмам [6, 8]. Анализ изменения морфологии поверхности и структуры ЭХП никель–бор после укатки балласом и алмазом показывает, что значительная часть алмазных зерен (70–80 %) имеет плоские вершины (рис. 1, *в*, 3, *а*, 3, *в*).

Следовательно, при укатке, помимо сглаживания дендритного микрорельефа, происходит износ алмазных зерен с образованием плоских площадок. После укатки ЭХП балласом и алмазом площадь, занимаемая алмазными зернами, на его поверхности возрастает с 15–20 % до 25–35 %, и алмазные зерна выступают из покрытия на высоту 0,1–0,5 мкм. На участке (дорожке) полирования после шаржирования ЭХП алмазным микропорошком высота алмазных зерен снижается и не превышает 0,05 мкм (рис. 2, *в, г*, 3, *б, в*). Отсутствие на значительной части (60–80 %) алмазных зерен острых кромок, небольшая высота (0,05 мкм) алмазных зерен на поверхности ЭХП показывает, что в данном случае механизм массового микрорезания поверхности алмаза острыми кромками алмазных зерен не реализуется либо его вклад в износ невелик. Существование на поверхности площадок износа тончайшего слоя металла (на это указывает низкий электронный контраст между зерном и матрицей), развитый микрорельеф на площадках и присутствие округлых частиц на алмазных зернах и поверхности сплава никель–бор указывают на преимущественно адгезионный характер взаимодействия поверхности ЭХП с алмазом. Механизм износа алмаза при огранке на диске с ЭХП никель–бор может быть описан следующим образом.

При укатке поверхности ЭХП балласом и алмазом одновременно со сглаживанием (путем деформации и резания) дендритного микрорельефа алмазные зерна вдавливаются в сплав никель–бор, а их вершины разрушаются. Разрушение вершин (острых кромок) происходит путем абразивного износа и хрупкого разрушения (скалывания). На это указывает морфология поверхности алмазных зерен и присутствие осколков 0,1 – 0,5 мкм в сплаве (рис. 1 *в, е*). Острые кромки сохраняются на части (20–40 %) алмазных зерен, расположенных под поверхностью сплава. После шаржирования укатанного ЭХП алмазным микропорошком на его поверхности формируется слой из ультрадисперсных (0,1–0,3 мкм) частиц сплава алмазных зерен (1–3 мкм) и алмазных зерен основной фракции (10/7), плоские вершины которых находятся на одном уровне с металлоалмазным слоем (рис. 3, *б, в*). При движении ЭХП по

поверхности алмаза вследствие тепловыделения при трении и микрорезания осколками и сохранившимися острыми кромками алмазных зерен температура в зоне контакта достигает 1275–1400 *К*. О резком возрастании температуры в зоне контакта свидетельствуют округлые частицы сплава никель–бор (температура плавления сплава 1350 *К*), образовавшиеся при кристаллизации расплава и морфология поверхности дорожек износа (рис. 3 *в, г, д*). Пленки, частицы сплава в твердо-жидком и жидком состоянии выдавливаются кристаллом на площадки алмазных зерен. При соударении с площадкой алмаз движется по слою металла, который затем кристаллизуется, формируя характерный микрорельеф (рис. 3 *в, г*). Нагрузки при соударении сосредоточены в тонких слоях площадок (0,1–0,3 мкм) алмазных зерен, которые разрушаются на частицы (0,05–0,1 мкм), образующие металло-алмазную суспензию. Соударения грани алмаза с алмазными зернами, несмотря на их малую высоту, сопровождаются значительными ударными нагрузками, приводящими к сколам, растрескиванию алмазных зерен и вдавливанию в сплав (рис. 3, *д*).

Таким образом, повышение температуры в зоне контакта ЭХП–алмаз приводит к снижению прочности алмазных зерен и разрушению на ультрадисперсные фрагменты. Образующаяся металло-алмазная суспензия обеспечивает процессы массового микрорезания и растворения поверхности алмаза. Контактное взаимодействие в системе алмаз-сплав никель–бор проявляется как растворение углерода в сплаве и образование карбида бора и тройных соединений $Ni_xB_yC_z$. Сильное контактное взаимодействие в системе алмаз–сплав никель–бор происходит как растворение углерода с образованием тройных фаз $Ni_xB_yC_z$, B_4C в отличие от системы алмаз–никель с низкой растворимостью углерода [10]. Высокие температуры в зоне контакта, формирование металло-алмазной суспензии приводят к тому, что микрорезание поверхности алмаза ускоряет адгезионное взаимодействие, удаляя продукты растворения, а сам процесс микрорезания тончайшего слоя (0,01–0,05 мкм) алмаза ультрадисперсными частицами в присутствии расплава как химическое взаимодействие с силовой составляющей, т.е. как механо-химическое взаимодействие. Подобный характер износа маскирует абразивную его составляющую.

Литература

1. Епифанов В. И., Песина А. Я., Зыкова Л. В. Технология обработки алмазов в бриллианты. – М.: Высш. школа, 1982. – 351 с.
2. Абрамов В. Н., Знаменский Г. Н., Цисарь И. А. Эффективность применения нового инструмента для обработки твердых материалов // Порошковая металлургия. – 1997. – № 3/4. – С. 107 – 110.
3. Мартыненкова Г. П., Жежерин В. П., Бушмелев А. С. Некоторые особенности полирования плоских поверхностей природного алмаза //Алмазы и сверхтвердые материалы. – М.: НИИМАШ, 1979. – Вып. 7. – С. 12 – 13.
4. Гаевская Т. В., Новоторцева И. Г., Марцинкевич Э. А., Кузей А. М. Алмазоабразивный инструмент для резки сверхтвердых материалов. /Межд.научн.-практ.конф. «Проблемы применения алмазов в технике и электронике». Москва, 21 – 25 мая 1997 г. – С. 26 – 27.
5. Шипило В. Б., Звонарев Е. В., Кузей А. М. Получение, свойства и применение порошков алмаза и кубического нитрида бора. – Мн.: Бел. навука, 2003. – 335 с.
6. Семко М. Ф., Грабченко А. И. Алмазное шлифование синтетических сверхтвердых материалов. – Харьков: Вища школа, 1978. – 232 с.
7. Семенова Тянь-Шанская Т. С. Исследование сопротивления алмаза износу при шлифовании. //Новые направления развития алмазной обработки. – М.: Труды ВНИИ Алмаз, 1981. – С. 19 – 24.
8. Михайлов М. И., Щерба В. Я., Прушак В. Я. Износостойкость ограночных дисков. – Гомель, Информтрибо, 1996. – 159 с.
9. Федоров А. И., Малышев А. И., Козлов В. Н. Физические процессы при обработке алмаза //Физико-химические явления процессов обработки. – Тбилиси: Миниераба, 1971. – С. 76 – 89.
10. Вол А. Е. Строение и свойства металлических систем: Т.1. – М.: Физматгиз, 1959. – 755 с.

Поступила 05.07.07.

УДК 621.793:546.26

А. М. Куцай, канд. техн. наук

Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев, Украина

ЭЛЕМЕНТНЫЙ АНАЛИЗ АМОРФНЫХ УГЛЕРОДНЫХ ПЛЕНОК

The elemental analysis of amorphous carbon film produce in focus on the diamond-like type by the low temperature chemical vapour deposition and physical vapour deposition have been presented. The amorphous carbon films proposed as protective, wear-resistive, anti-reflective, chemical inert and biocompatible coatings for the application in optics, electronics, machine-building and medicine by the complex investigation of the film structural and physical properties.

Плазмохимическая модификация поверхности и тонкопленочные технологии в машиностроении и инструментальном производстве являются эффективными средствами повышения эксплуатационных ресурсов инструментов и деталей машин. Применение аморфных углеродных покрытий является перспективным способом модификации поверхности, который наряду с увеличением поверхностной твердости и износостойкости различных эксплуатационных деталей, механизмов и конструкций в машиностроении и приборостроении также может выступать в качестве твердого смазочного материала ввиду малого коэффициента трения углеродных пленок. Высокая твердость алмазоподобных покрытий в сочетании с оптической прозрачностью может быть использована для упрочнения поверхностей стеклянных или пластиковых элементов. Алмазоподобные пленки являются перспективным покрытием, препятствующим появлению царапин. Они могут также успешно использоваться для увеличения долговечности режущего инструмента и штампов холодной штамповки; в целях химической пассивации поверхности, в частности – как антикоррозионные покрытия. Для практического применения аморфных углеродных пленок необходимо всестороннее изучение структуры и свойств углеродных конденсатов.

Определение количественного элементного состава разнотипных углеродных пленочных конденсатов выполнялось с применением растрового электронного микроскопа (РЭМ) ZEISS EVO 50XVP (Германия), укомплектованного энгергодисперсионным (ЭДС) анализатором рентгеновских спектров INCA ENERGY 450 (Великая Британия).

В табл. 1 представлены некоторые технологические характеристики исследованных образцов. При этом нужно отметить, что образцы аморфной тетраэдрической углеродной пленки (ta-C) № 6 и имплантированной углеродными ионами ta-C пленки № 5 получены методом физического осаждения из газовой фазы (PVD). Технологические особенности процесса получения и свойства этих пленок детально представлены в роботах [1, 2]. Все другие образцы получены методом химического осаждения из газовой фазы (CVD) в плазмохимическом реакторе планарного типа при вариации состава робочей газовой углеводородной смеси. Технологические особенности получения и основные свойства аморфных гидрогенизированных углеродных пленок представлены в работах [3–7]. Для всех исследованных в работе образцов выполнялось расчетно-аналитическое определение толщины углеродных пленок по интенсивности сигнала рентгеновского излучения углерода при ускоряющем напряжении 15 кВ. Полученные результаты сравнивались со спектрофотометрическими интерференционными измерениями. Сравнение показало хорошее совпадение толщин пленок, определенных различными методами.

Ускоряющее напряжение электронного пучка РЭМ при работе с ЭДС анализатором определяет для взаимодействия электронного зонда с твердым веществом объем генерации рентгеновского излучения и соответственно детерминирует локальность рентгеноспектрального анализа. При исследовании пленочных покрытий по наличию в результатах анализа

вещества подложки установлено, что при 2 кВ объем генерации находился в пределах всех исследованных в данной работе пленочных покрытий.

Таблица 1. **Технологические характеристики исследованных образцов**

Измерительный номер	Номер при осаждении или характеристика образца	Толщина, нм	Время осаждения, мин	Прекурсоры
1	348	117	1	100 об.% CH_4
2	181	74	5	100 об.% CH_4
3	262	485	5	90 об.% CH_4 10 об.% N_2
4	186	114	60	90 об.% H_2 10 об.% CH_4
5	ta-C	168	90	графит
6	ta-C	80	30	графит
7	147	750	30	70 об.% CH_4 30 об.% N_2

При увеличении ускоряющего напряжения до 5 кВ для толстых пленок № 3 и 7, а при увеличении до 10 кВ только для образца № 7 не наблюдалось влияние подложки. Таким образом, анализ результатов ЭДС анализа, полученных при 2 кВ (табл. 2), показывает наличие во всех пленках кислорода.

Таблица 2. **Результаты рентгеноспектрального микроанализа углеродных пленок при различных ускоряющих напряжениях электронного пучка.**

образец, №	Элемент	2 кВ	5 кВ	10 кВ	15 кВ	20 кВ
1	C ат.%	99	97	97	85	86
	O ат.%	1	3	3	15	14
2	C ат.%	99	85	77	67	74
	O ат.%	1	15	23	33	26
3	C ат.%	99	99	98,5	98	97
	O ат.%	1	1	1,5	2	3
4	C ат.%	96	88	85	80	77
	O ат.%	4	12	15	20	23
5	C ат.%	99	98	96	94	95
	O ат.%	1	2	4	6	5
6	C ат.%	99	99	95	95	91
	O ат.%	1	1	5	5	9
7	C ат.%	98,5	99	98,5	98	98
	O ат.%	1,5	1	1,5	2	2

Количественные величины результатов измерений включают в себя значительную систематическую погрешность, так как ЭДС измерения не позволяют определять наличие водорода в исследуемых образцах. На основании предыдущих исследований установлено, что для пленок, представленных в данной работе, характерно наличие около одного ат. % водорода для ta-C пленок и более 40 ат. % водорода для a-C:H пленок. Поэтому представляется целесообразным для ряда пленок рассмотреть соотношение углерода к кислороду (рис. 1).

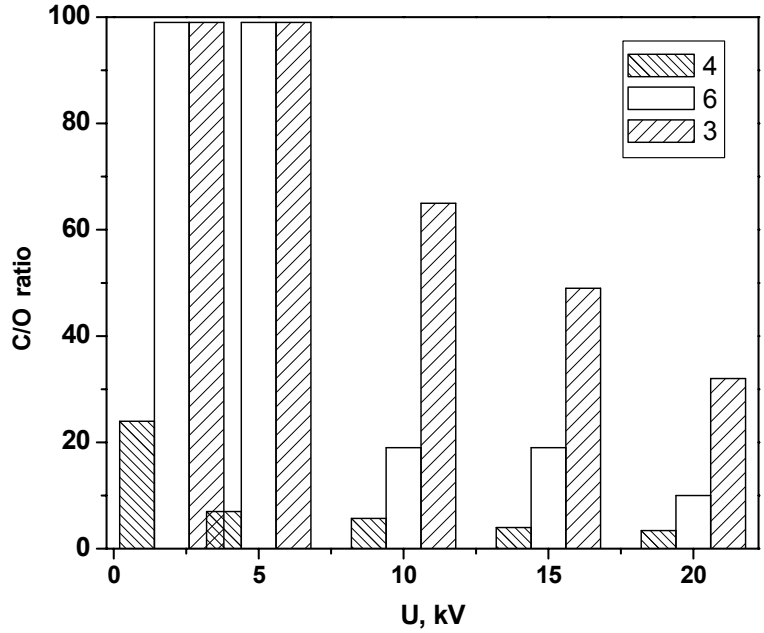


Рис. 1. Зависимость соотношения C/O от ускоряющего напряжения для образцов № 3, 4 и 6.

Следует проанализировать динамику изменения этого соотношения в зависимости от ускоряющего напряжения и соответственного изменения локальности ЭДС анализа. Наибольшее количество кислорода обнаружено в составе образца № 4. Наличие в составе рабочей газовой смеси водорода только у этого образца, позволяет предположить, что возможным источником кислорода могли быть пары воды в газообразном водороде. Также нужно учитывать достаточно большое время осаждения данного образца. В этом случае не исключено влияние остаточной атмосферы плазмохимического реактора. Отчетливо проявляющаяся для всех исследованных пленок тенденция возрастания количества кислорода при увеличении ускоряющего напряжения объясняется неполным удалением природного окисного слоя на подложке. При этом нужно отметить, что для образцов № 5 и 6 применялось химическое удаление окисного слоя плавиковой кислотой, а для всех остальных образцов применялось плазмохимическое травление в атмосфере водорода. После химической обработки детектируется значительно меньшее количество кислорода на границе раздела пленки с подложкой. Характер изменения соотношения C/O для образцов № 4 и 6, который заключается в относительной стабилизации величины детектируемого количества кислорода при увеличении ускоряющего напряжения, обусловлен их значительно меньшей толщиной по сравнению с образцом № 3. В более толстых образцах также возможно влияние на результаты измерений значительного поглощения низкоэнергетического, длинноволнового рентгеновского излучения. В целом же, все результаты ЭДС анализа существенно зависят от применяемых моделей поправок и калибровок.

Таким образом, анализ результатов ренгеноспектрального анализа при вариации глубины проникновения зондового электронного пучка при помощи изменения ускоряющего напряжения показал, что для аморфных углеродных покрытий характерно наличие в структуре пленки или на границе раздела пленки и подложки кислорода в количестве от единиц до нескольких десятков ат. %. Источником кислорода предполагается остаточная атмосфера в вакуумной камере, наличие паров воды в газовых прекурсорах и остатки окисного слоя на поверхности подложек на которые осаждались пленки.

Автор выражает искреннюю благодарность ст. научн. сотр. ИСМ НАНУ Ткачу В. Н. за выполнение ренгеноспектрального анализа и полезные замечания при подготовке статьи.

Литература

1. Kutsay O., Bello I., Lifshitz Y. et al. Nanostructuring of tetrahedral carbon films by carbon ion implantation // Diamond and Related Materials. – V. 12. – 2003. – P. 2051 – 2056.
2. Luk W. Y., Kutsay O., Bello I. et al. Transformation of semiconducting tetrahedral carbon films to semimetal nanocomposite materials by ion implantatio // Diamond and Related Materials. – V. 13. – 2004. – P. 1427 – 1432.
3. Novikov N. V., Gontar A. G., Khandozhko S. I. et al. Protective diamond-like coatings for optical materials and electronic devices // Diamond and Related Materials. – V. 9. – 2000. – P. 792 – 795.
4. Romanko L. A., Gontar A. G., Kutsay A. M. Dielectric properties of RF plasma deposited a-C:H and a-C:H:N films // Diamond and Related Materials. – V. 9. – 2000. – P. 801 – 804.
5. Kutsay O. M., Gontar A. G., Novikov N. V. et al. Diamond-like carbon films in multilayered interference coatings for IR optical elements // Diamond and Related Materials. – V. 10. – 2001. – P. 1846 – 1849.
6. Гонтарь А. Г., Куцай А. М., Горохов В. Ю., Старик С. П. Плазмохимическое осаждение алмазоподобных углеродных пленок // Синтез, спекание и свойства сверхтв. материалов: Отв. ред. Н. В. Новиков; – К.: ИСМ НАН Украины, 2005. – С. 108 – 112.
7. Гонтарь А. Г., Куцай А. М., Старик С. П., Горохов В. Ю. Технологические особенности плазмохимического осаждения гидрогенизированных углеродных пленок // Оборудование и технологии термической обработки металлов и сплавов в машиностроении. – Харьков: ННЦ «ХФТИ», 2006. – С. 59 – 62.

Поступила 09.07.07.

УДК 539.26:548.4

С. О. Івахненко, докт. техн. наук[1]; **О. Г. Гонтар**, канд. фіз.-мат. наук[1];
О. О. Занєвський, канд. хім. наук[1]; **В. М. Ткач**, канд. фіз.-мат. наук[1];
О. М. Куцай, канд. техн. наук[1]; **Є. В. Івакін**, докт. фіз.-мат. наук[2]

[1]*Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, м. Київ, Україна*
[2]*Інститут фізики ім. Б. І. Степанова НАН Білорусі, м. Мінськ, Білорусь*

ОСОБЛИВОСТІ ДІАГНОСТИКИ ОПТИЧНИХ ХАРАКТЕРИСТИК МОНОКРИСТАЛІВ СИНТЕТИЧНИХ АЛМАЗІВ, ВИРОЩЕНИХ МЕТОДОМ ТЕМПЕРАТУРНОГО ГРАДІЄНТА ДЛЯ СТВОРЕННЯ ЕТАЛОНІВ ТЕПЛОПРОВІДНОСТІ

It has been shown that usually if the syntetic diamond grown on seed crystal in the Fe-Ni system it can demonstrate different yellow coloration. Typically the yellow diamond crystals have distorted cuboctahedral shape. The colourless was distributed as cubic areas and rather irregular patches in yellow crystal. Usually in yellow diamond the colourless area is related with nitrogen centers. It is characteristic for the mixed Ia+Ib type syntetic diamond crystals. But for some crystals it was discovered absence of absorption in one area. It means that concentration of nitrogen less 1 ppm. It is characteristic for the crystals of the mixed type Ib+IIa . It has been shown how useful this growing technicue for studying of the syntetic diamond optical properties.

Сучасне матеріалознавство передбачає використання алмаза як функціонального матеріалу в багатьох галузях. Основні його фізичні властивості – висока твердість і теплопрові-

дність, унікальні трибологічні характеристики, широкий спектральний діапазон пропускання випромінювання – визначають постійне розширення сфери практичного застосування монокристалів алмаза. У зв'язку з цим актуальною проблемою стає отримання монокристалів з необхідним дефектно-домішковим складом і відтворюваними властивостями. Для забезпечення практичного використання важливо мати універсальні і безконтактні методи достатньо швидкого визначення параметрів реальної кристалічної структури, дефектно-домішкового складу, просторово-кутового розподілу теплопровідності та їх взаємозв'язку. В наш час уже розроблені і використовуються різні методи атестації алмазів по багатьох параметрах. При цьому, залежно від характеристики, що вимірюється, потрібен певний метод і апаратура. Так, для виявлення оптично активних дефектів використовують методи спектроскопії пропускання в широкому діапазоні спектра, для визначення радіаційних переходів застосовують метод люмінесценції і катодолюмінесценції, для визначення парамагнітного азоту в зразках використовують метод ЕПР. Визначення теплопровідності кристалів, яка залежить від концентрації ряду дефектів, потребує застосування особливих методів експериментальної теплофізики. Висока теплопровідність алмаза накладає певні обмеження на можливість застосування контактних методів для його теплової атестації, а відомі оптичні методи не дають надійних результатів через ряд додаткових параметрів конкретного зразка.

Фізичні властивості монокристалів алмаза залежать від їх дефектно-домішкового складу та кількості домішок заміщення вуглецю у решітці алмазу – азоту та бору. Це однозначно обумовлює теплопровідність різноманітних типів алмаза та дозволяє прогнозувати її під час вирощування монокристалів із використанням методів легування їх вище визначеними домішками. Синтетичні монокристали алмаза, одержані за високих тисків та температур, можуть змінювати свої фізичні властивості залежно від складу середовища кристалізації, швидкості росту, особливостей будови дефектно-домішкових центрів і тому в процесі варіювання умов вирощування виникає можливість цілеспрямовано керувати ними для одержання зразків алмаза для конкретного застосування.

Сучасний розвиток вирощування монокристалів алмаза на затравці методом температурного градієнта дозволяє вирощувати монокристали 4 основних типи алмазів (згідно з фізичною класифікацією) – Ia, Ib, IIa, IIb та змішаних типів Ia + Ib, IIa + Ib. Фізичні властивості таких алмазів залежно від умов вирощування можуть дуже різнитися, і тому важливим є кількісна ідентифікація їх дефектно-структурного стану та його вплив на фізичні властивості, у першу чергу, на теплопровідність.

Для вирощування монокристалів синтетичних алмазів застосовувався диференціально-резистивний метод створення температурного градієнта, який дозволяє підтримувати протягом тривалого періоду часу достатньо однорідні осьові, радіальні градієнти температур та їх співвідношення між собою. Цей метод дозволяє також шляхом комп'ютерного моделювання задавати та варіювати вихідні значення градієнтів температури. Кінетика росту монокристалів алмаза на затравці залежить від величини градієнта температури. Величини градієнтів температури, в свою чергу, визначаються перепадами температури на фронті кристалізації і на межі розчинення джерела вуглецю. В процесі дослідження кінетики росту монокристалів алмаза в різних ростових системах величина осьових градієнтів змінювалась в межах від 0,5 до 5,0 град/мм (за висоти розчинника 4,0 мм). Використовувались затравочні системи, які складались із 1 чи 3 затравок; у всіх випадках затравки розташовувались до розчинника площиною куба (звичайно це квадрат 0,2x0,2 мм); використовувався бар'єрний шар із платини (пластинка товщиною 0,1 мм у вигляді квадрата 1,5x1,5 мм).

Склад сплавів-розчинників та варіювання температури вирощування монокристалів дозволяли отримувати монокристали алмаза типів Ib, Ia+Ib (сплав-розчинник Fe–Ni), IIa (сплав-розчинник Fe–Al) і IIb (сплав-розчинник Fe–Al–B), які залежно від швидкості росту можуть захоплювати частинки розчинника і змінювати свою структурну досконаліть. Дослідження кінетики росту в разі варіювання швидкостей від 0,5 до 5,0 мг/год дозволили визначити, що максимальні швидкості росту для отримання структурно досконалих зразків монокристалів складають

2,7 мг/год під час вирощування алмазів типу Ib і Ia+Ib; ~ 1 мг/час та 1,6 мг/год – типу IIa і IIb відповідно. Кристали мали кубооктаедричний габітус із переважним розвитком граней октаедра.

У разі монокристалів синтетичного алмаза дефектно-домішковий склад формується безпосередньо в процесі вирощування. Однак для утворення в алмазах непарамагнітних азотних агрегатних дефектів, що не впливають на колір алмаза, потрібні температури, шо значно перевищують використовувані в існуючій технології вирощування крупних монокристалів [1, 2]. Тому застосування високотемпературної термобаричної обробки вирощених монокристалів алмаза являє собою альтернативну можливість впливу на дефектно-домішкову структуру кристалів з метою зміни кольору.

Найпоширенішим способом впливу на вміст домішкового азоту в алмазах під час вирощування є також використання геттерів азоту. Крім того, згідно з [3] вирощування алмазів із розплавів металів за підвищених температур також знижує кількість домішкового азоту в кристалах. Дані методики дозволяють запобігти входженню в алмаз, що росте, азоту, який перебуває в реакційній шихті.

Таким чином, підхід до рішення завдання вирощування бездомішкових (по азоту) монокристалів алмаза має містити в собі як використання геттерів азоту, так і використання відповідних джерел вуглецю.

З безбарвних та жовтих кристалів було виготовлено алмазні пластини завтовшки 1 – 1,5 мм. Пластини було виготовлено методом шліфування з використанням чавунних планшайб. Спеціальний верстат дозволяв одержувати зразки з високим ступенем плоскопаралельності граней.

Із відібраних чистих безколірних кристалів кубооктаедричного габітусу № 6, № 7, № 8 шляхом двостороннього шліфування було виготовлено пластинки завтовшки 1,0 – 1,5 мм. Базова площина пластинок є паралельною грані росту {100}.

Кристал кубооктаедричного габітусу № 10 жовтого кольору був розрізаний навпіл. Схема розрізу кристала показана на рис. 1.

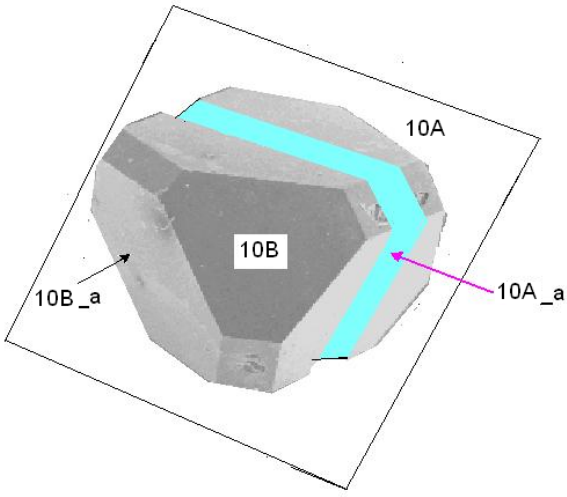
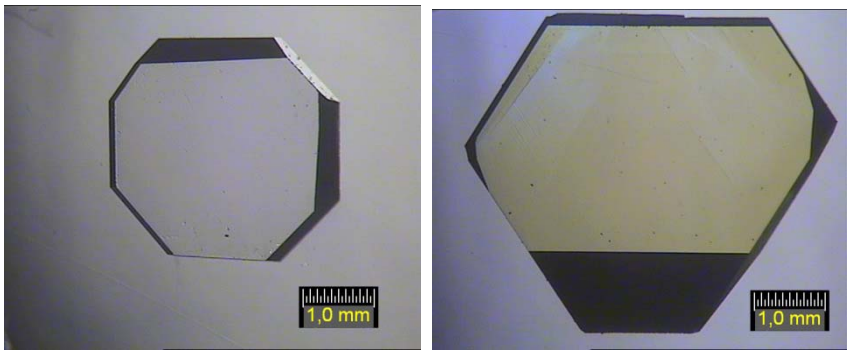


Рис. 1. Схема розрізу кристала № 10.

З частини кристала 10B було виготовлено пластину з базовою площиною паралельною грані росту {111} (рис. 1 – 10B_a). З частини кристала 10A було виготовлено пластину з базовою площиною паралельною площині розрізу кристалу № 10 (рис. 1 – 10A_a). Загальний вид виготовлених зразків – алмазних пластин наведено на рис. 2.



а *б*

Рис. 2. Загальний вид пластин № 8 (а) та № 10В (б).

Попередній контроль однорідності виготовлених пластин та їх чистоти виконувався на оптичному мікроскопі в прохідному світлі. Зображення кристалів в процесі проходження світла візуалізувалося цифровою фотокамерою. По цих зображеннях, по кольору та інтенсивності забарвлення визначалися однорідність пластин та ділянки для визначення, за спектрофотометричними даними, типу та концентрації домішок.

В інфрачервоному діапазоні довжин хвиль від 4000 до 200 $см^{-1}$ (2,5 – 50 мкм) спектральну залежність величини пропускання (Т, %) та оптичної густини (екстинції) (D_v) досліджуваних зразків реєстрували на серійному спектрофотометрі «Specord M80» (Германія). В ультрафіолетовому та видимому спектральних діапазонах оптичні характеристики вимірювали на серійному спектрофотометрі «Specord M40» (Германія) в робочому діапазоні довжин хвиль від 200 до 900 нм. Для проведення вимірювань використовували плоскопаралельні зразки досліджуваних матеріалів.

Оцінку домішкового складу досліджуваних кристалів виконано по результатах вимірювання ІЧ спектрів в зоні однофононного поглинання та поглинання, обумовленого власними коливаннями алмазної решітки. Додатковим підтвердженням віднесення досліджуваних кристалів до певного класифікаційного типу слугували виміри проведені в УФ-видимому спектральному діапазоні.

Детальний аналіз отриманих результатів показує, що безбарвні кристали (зразки № 6, 7 та 8) належать до алмазів типу IIa. Відсутність поглинання в однофононній області ІЧ-спектру (рис. 3) свідчить про концентрацію в них домішкового азоту менше 10^{17} $см^{-3}$. Ці дані також підтверджуються характерним видом оптичних спектрів в УФ-видимому спектральному діапазоні, які ідентичні для всіх цих трьох зразків (рис. 4).

Зразки 10А та 10В по характеру поглинання в однофононній зоні ІЧ-спектра належать до типу Ib. На спектрах ІЧ поглинання проявляються характерні смуги поглинання при 1110, 1135, 1260 – 1300 та 1345 $см^{-1}$ (рис. 5). По інтенсивності смуги 1135 $см^{-1}$ виконано розрахунки вмісту домішкового диспергованого парамагнітного азоту, який знаходиться в алмазі у вигляді атомів заміщення в кристалічній решітці – центри С – по загальноприйнятій класифікації. Концентрація азоту в С-формі N_C розраховується з використанням коефіцієнта поглинання досліджуваного кристала при 1135 $см^{-1}$:

$$N_C = k\alpha_{1135},$$

де k – коефіцієнт пропорційності, який може мати значення від $0{,}7\times10^{18}$ до $4{,}4\times10^{18}$ $см^{-2}$ [4 – 7];

α_{1135} – коефіцієнт поглинання на довжині хвилі 1135 $см^{-1}$.

Значення k взяте як середнє арифметичне із наведених даних становить 1,9 і близьке до величини k визначеної для синтетичних алмазів [5]. За даними інтегральних ІЧ-спектрів кристалів 10А та 10В розраховано, що загальна концентрація азоту в них відповідно становить $1{,}33\times10^{19}$ $см^{-3}$ та $9{,}7\times10^{18}$ $см^{-3}$.

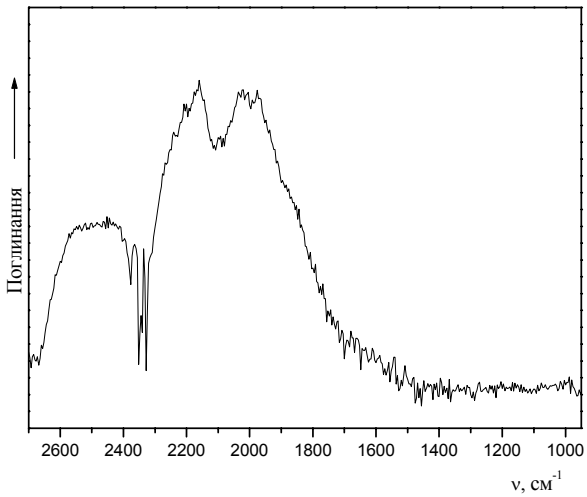


Рис. 3. Спектр ІЧ поглинання кристала алмаза типу IIa (зразок № 7).

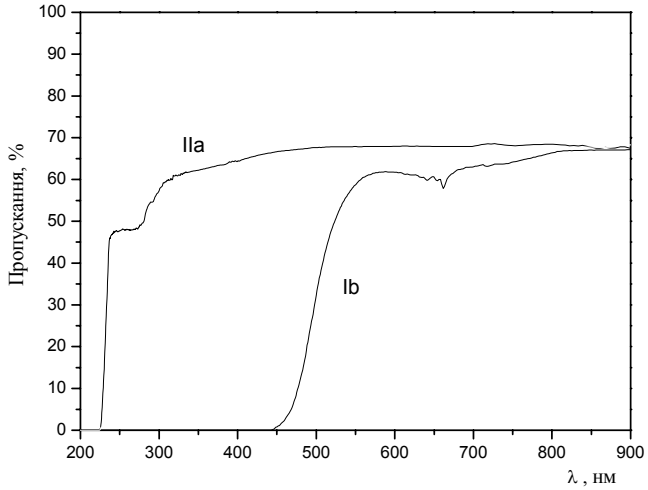


Рис. 4. Спектри пропускання кристалів типу Ib та IIa в УФ-видимому спектральному діапазоні.

На всіх зразках синтетичних алмазів жовтого кольору чітко ідентифікується серія смуг поглинання (рис. 4) при 661 нм, яка обумовлена включенням до алмазної решітки атомів Ni із ростового середовища у разі синтезу кристалів.

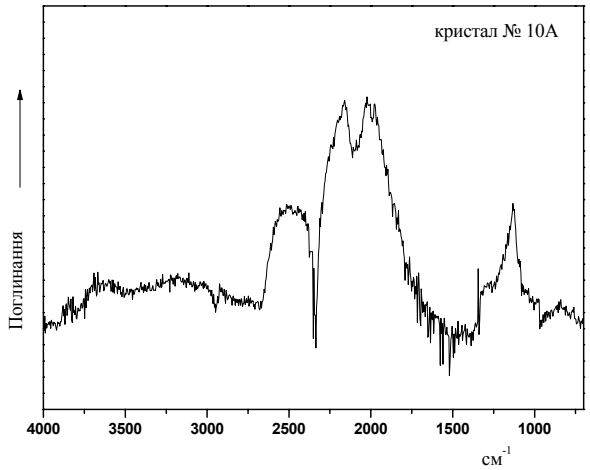


Рис. 5. Оптичні характеристики кристала типу Ib (кристал № 10А) в ІЧ спектральному діапазоні.

Проведено спектральні дослідження локальних ділянок для кристалуа 10В (рис. 6). Характерні особливості на ІЧ-спектрах поглинання, отриманих для ділянок *1* (рис. 7) та *3*, показують відсутність поглинання в однофононній зоні, що свідчить про концентрацію домішкового азоту менше 10^{17} $см^{-3}$. Для ділянок *2* (рис. 8) та 4 зафіксовано наявність спектральних особливостей, характерних для кристалів типу Ib. Розрахована концентрація азоту в С-формі становить величину $1{,}35\times10^{19}$ $см^{-3}$ та $1{,}37\times10^{19}$ $см^{-3}$(табл. 1).

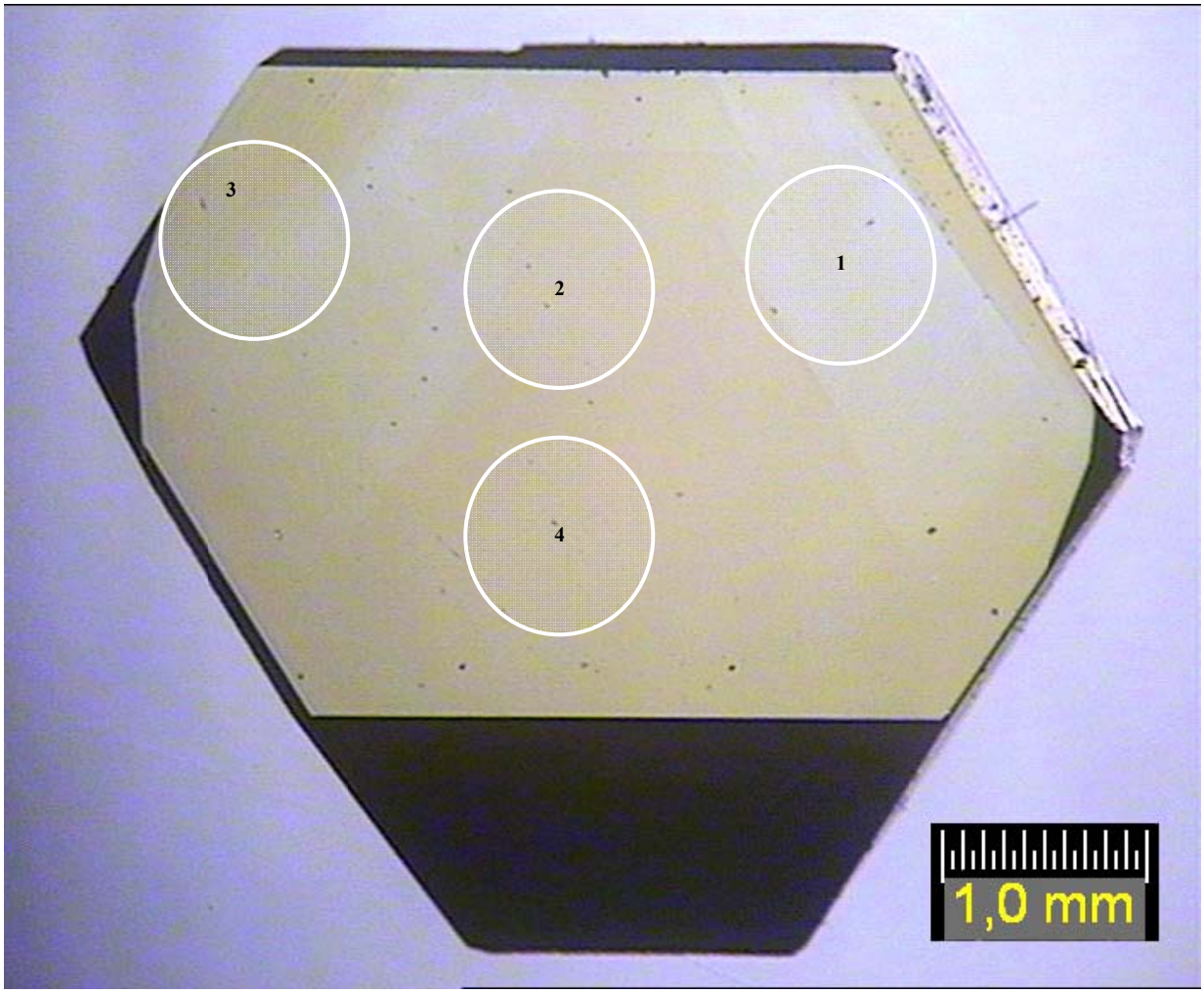


Рис. 6. Положення зон за локальних ІЧ спектрофотометричних досліджень кристала 10В.

По результатах рефрактометричних вимірювань встановлено, що теплопровідність кристалів типу IIa становить близько 1800 Вт/(м·К). Для кристала 10В спостерігається кореляція між теплопровідністю і концентрацією домішкового азоту.
Збільшення кількості домішкового азоту призводить до зменшення теплопровідності кристала. В той же час рефрактометричні вимірювання проведені на кристалах змішаного типу Ia + Ib не продемонстрували наявності кореляції між домішково-дефектними характеристиками та теплопровідністю. Такі результати пояснюються тим, що в той час, як для кристала 10В характерна наявність лише однотипних дефектів, обумовлених одиничними атомами азоту, що заміщують вуглецеві атоми в кристалічній решітці, кристали змішаного типу містять різнотипні дефекти як у вигляді одиничного, так і у вигляді сегрегованих атомів азоту.

Таблиця 1. **Значення концентрації (N) домішкового азоту в С-формі в досліджуваних пластинах алмаза та їх локальних зонах у разі використання значення *k* за даними різних авторів**

№ пластини	N (см$^{-3}$) k = 0,9 [4]	N (см$^{-3}$) k = 1,6 [5]	N (см$^{-3}$) k = 0,7 [6]	N (см$^{-3}$) k = 4,4 [7]	N (см$^{-3}$) $\Sigma k/4$
6	$<10^{17}$	$<10^{17}$	$<10^{17}$	$<10^{17}$	$<10^{17}$
7	$<10^{17}$	$<10^{17}$	$<10^{17}$	$<10^{17}$	$<10^{17}$
8	$<10^{17}$	$<10^{17}$	$<10^{17}$	$<10^{17}$	$<10^{17}$
10А	$6{,}3\cdot10^{18}$	$1{,}13\cdot10^{19}$	$4{,}9\cdot10^{18}$	$3{,}11\cdot10^{19}$	$1{,}33\cdot10^{19}$
10В	$4{,}59\cdot10^{18}$	$8{,}16\cdot10^{18}$	$3{,}57\cdot10^{18}$	$2{,}24\cdot10^{19}$	$9{,}7\cdot10^{18}$
10В зона 1	$<10^{17}$	$<10^{17}$	$<10^{17}$	$<10^{17}$	$<10^{17}$
10В зона 2	$6{,}39\cdot10^{18}$	$1{,}14\cdot10^{19}$	$4{,}97\cdot10^{18}$	$3{,}12\cdot10^{19}$	$1{,}35\cdot10^{19}$
10В зона 3	$<10^{17}$	$<10^{17}$	$<10^{17}$	$<10^{17}$	$<10^{17}$
10В зона 4	$6{,}48\cdot10^{18}$	$1{,}15\cdot10^{19}$	$5{,}04\cdot10^{18}$	$3{,}17\cdot10^{19}$	$1{,}37\cdot10^{19}$

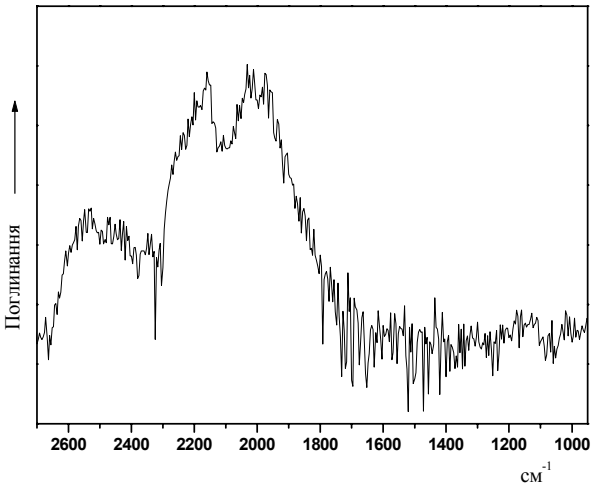


Рис. 7. Спектральні ІЧ характеристики кристала № 10Вв локальній зоні 1.

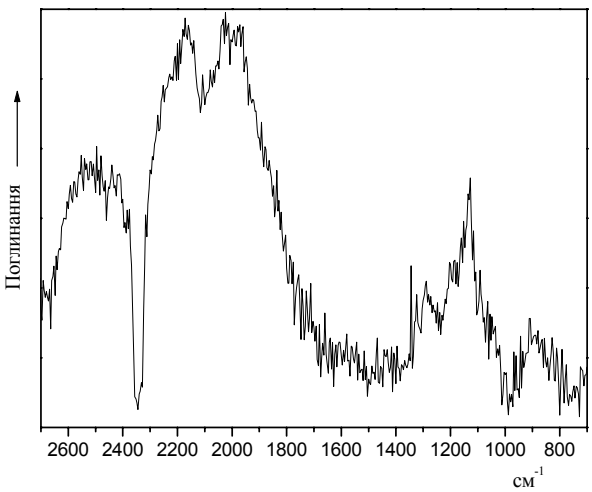


Рис. 8. Спектральні ІЧ характеристики кристала № 10В в локальній зоні 2.

Таким чином, проведені дослідження та встановлена кореляція між структурними та домішково-дефектними характеристиками і вимірюваними амплітудно-кінетичними характеристиками фоторефракції дозволяють сформулювати критерії, за якими виконується відбір кристалів для створення еталонів теплопровідності на основі їх оптичної діагностики.

На першому етапі підготовки алмазних еталонів проходить відбір кристалів по кількості азоту: тип I (кристали з різноманітною концентрацією азоту) та кристали типу II (так звані «безазотні» кристали). Для кристалів I типу відбираються алмази із однотипними дефектами. Змішані типи кристалів відсіюються. На другому етапі відібрані кристали використо-

вуються для виготовлення еталонних пластин. З урахуванням існування анізотропії властивостей кристалів використовуються пластини, вирізані паралельно ростовій грані {100}. Для кожного еталона як реперна точка береться центральна частина алмазної пластини діаметром 1 мм. У цій точці вимірювання теплопровідності по амплітудно-кінетичними характеристиками фоторефракції виконуються першочергово. По можливості, якщо розміри кристалів дозволяють, виділяються додаткові точки, де також проводиться атестація їх домішково-дефектних характеристик та вимірюється значення теплопровідності. На основі проведених вимірювань складається карта теплопровідності кристалів.

Література

1. Evans T., Qi Z. The kinetics of the aggregation of nitrogen atoms in diamond // Proc. Roy. Soc. Lond. – Ser. A. – 1982. – V. 381. – P. 159–178.
2. Ивахненко С. А. Закономерности направленного роста монокристаллов алмаза в области термодинамической стабильности: дис. д-ра. техн. наук: 05.02.01.– К., 1998. – 299 с.
3. Burns R., Hansen J., Spits R., Sibanda M. et al. Growth of high purity large synthetic diamond crystals // Diamond and Related Materials – 1999. – N 8. – P. 1433–1437.
4. Клюев Ю. А., Непша В. И., Безруков Г. Н. Инфракрасные спектры синтетических алмазов // Алмазы. – 1972. – Вып. 5. – С. 5–10.
5. Начальная Т. А., Подзярей Г. А., Прихна А. И. и др. Спектроскопические исследования поликристаллов, спеченных из алмазных микропорошков // Сверхтв. материалы. – 1981. – № 3. – С. 23–27.
6. Соболев Е. В., Литвин Ю. А., Самсоненко Н. Д. и др. О состоянии примесного азота в искусственном алмазе // Физика твердого тела. – 1968. – 10. – № 7. – С. 2266–2268.
7. Chrenko R. M., Strong H. M., Tuft R. E. Dispersed paramagnetic nitrogen content in large laboratory diamond // Phil. Mag. – 1971. – 23. – N 182 – P. 313–318.

Поступила 06.07.07.

УДК 666.233

Т. В. Коваленко, аспірант[1]**; С. О. Івахненко,** докт. техн. наук[1];
Н. М. Білявина, канд. фіз.-мат**.** наук[2]; **О. О. Шульженко,** чл.-кор. НАН України[1]

[1] Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, м. Київ, Україна
[2] Київський національний університет ім. Тараса Шевченка, м. Київ, Україна

ДОСЛІДЖЕННЯ СПОНТАННОЇ КРИСТАЛІЗАЦІЇ АЛМАЗА В СИСТЕМАХ НА ОСНОВІ МАГНІЮ

Experimental researches of diamond synthesis process in Mg – Zn – C and Mg – C systems have allowed to define optimal parameters of synthesis and to draw conclusions on an opportunity of use of these systems for synthesis by a temperature gradient method. It is shown, that in Mg – C system a new stable carbide is formed; on the basis of X-ray structure analysis its type was determined.

Відомо, що для прямого переходу графіт→алмаз в стабільних умовах потрібні екстремальні параметри тиску і температури. Використання перехідних металів, що належать до VIII групи періодичної системи елементів та сплавів на їх основі, дозволяє значно знизити параметри синтезу монокристалів алмаза. Сплави на основі заліза, кобальту, нікелю, марган-

цю традиційно застосовуються для синтезу алмаза. На основі вивчення механізму утворення алмаза і досвіду вирощування кристалів установлено, що для синтезу як розчинник можна використовувати не лише перехідні метали, але й Mg, Zn, Cu, їх сплави, а також розплави карбідів, оксидів, карбонатів, гідрооксидів та інших сполук лужних і лужноземельних металів [1], здатних в умовах високих тисків і температур розчинювати вуглець і забезпечити необхідне пересичення.

В Інституті надтвердих матеріалів НАН України отримали розвиток роботи щодо вивчення спонтанної кристалізації алмазів у системах з нетрадиційними розчинниками вуглецю. Зокрема розроблено спосіб синтезу алмаза, в якому як розчинник використовувалися сплави на основі магнію [2].

Отримання в системах на основі магнію алмазів становить великий інтерес, оскільки алмази, отримані в цих системах, мають напівпровідникові властивості та достатньо високу чистоту внаслідок малого захоплення домішок у процесі росту.

Систематичного дослідження закономірностей синтезу алмаза з ростових систем, що містять магній, не проводилось. Для цього потрібне знання фазових діаграм стану розчинник-вуглець за високого тиску, що дозволяють визначити мінімальні температуру та тиск, потрібні для синтезу алмаза, а також зони стабільних рівноваг алмаза з розчином. Виходячи з аналізу відомих на сьогоднішній день діаграм стану систем на основі магнію [3], нами для експериментального дослідження закономірностей процесу алмазоутворення було обрано системи Mg – Zn – C та Mg – C.

Для проведення синтезу в цих системах було обрано апарат високого тиску (АВТ) типу «тороїд» з діаметром центрального заглиблення 20 мм. Цей АВТ може забезпечувати тиск у робочому об’ємі понад 8 ГПа. Схему спорядження робочого об’єму комірки високого тиску показано на рис. 1. Елементам комірки високого тиску є реакційна суміш, два теплоізоляційні пірофілітові диски, графітові ізоляційні диски, графітовий нагрівач, складовий контейнер (втулка з блочного літографського каменю та кільце з пресованого на зв’язці з бакелітового лаку літографського каменю). Як реакційну суміш замість гомогенного сплаву використано диски Mg та Zn, які було отримано шляхом пресування вихідних порошків. Металеві диски було розташовано поміж графітових дисків. Чистота застосованих металів вища за 99,9 %.

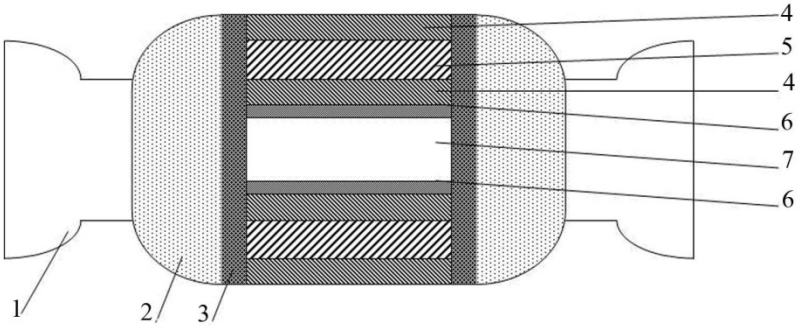


Рис. 1. Схема контейнера з коміркою для синтезу кристалів алмаза: 1 – кільце пресоване; 2 – контейнер (літографський камінь); 3 – ізоляційна втулка; 4 – диск графітовий точений; 5 – ізоляційний диск (пірофіліт); 6 – диск графітовий пресований; 7 – реакційна суміш.

Калібрування камери по тиску та температурі залежно від зусилля пресу та потужності струму нагріву проводилась на збірках комірки, що незначно відрізняються від робочої схеми спорядження. Градуювання камери високого тиску за кімнатної температури проводилось методом резистометрії по точках фазових перетворень реперних речовин. Як реперні метали та сполуки в процесі побудови градуювального графіка по тиску використовували вісмут та селенід свинцю [$Bi_{I\text{-}II}$ (2,55 ± 0,05 ГПа), $Bi_{V\text{-}VI}$ (7,7 ± 0,1 ГПа) та PbSe (4,23 ± 0,1 ГПа)]. Температура в комірці високого тиску визначалася за потужністю струму нагріву, що підводився до нагрівача.

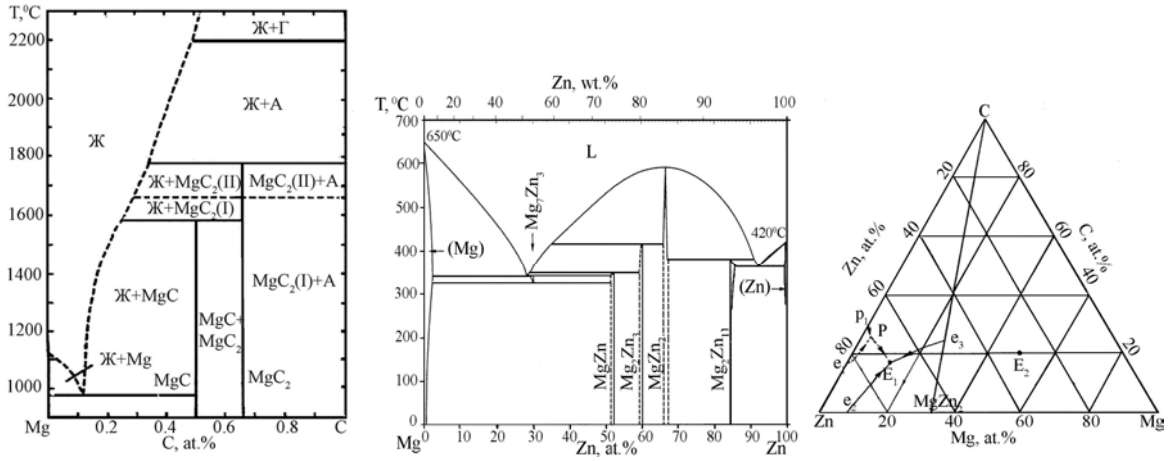
З метою пошуку оптимальних параметрів синтезу в обраних системах відсотковий склад компонентів варіювався у широких межах. У системі Mg – C утворення алмазів спостерігалось у високовуглецевих сплавах, отриманих за температур понад 1700 °C (рис. 2, *а*). Окрім алмаза, ці сплави містять фазу, що представляє собою високотемпературну модифікацію карбіду MgC_2 [4]. Недоліком отримання алмазів у системі Mg – C є високі *p, T*-параметри синтезу. Одним з можливих шляхів для зсуву границі утворення алмаза в зону більш низьких тисків та температур є додавання більш легкоплавкого металу. Процес алмазоутворення в процесі використання сплавів-розчинників Mg – Zn візуально спостерігався у разі використання сплавів, що містять до 60 ат. % Zn. Діаграму стану системи Mg – Zn за атмосферного тиску представлено на рис. 2, *б* [5]. Інформації про вплив високого тиску на діаграму стану системи Mg – Zn у науковій літературі не представлено.

Аналіз діаграм стану систем показав перевагу потрійної системи Zn – Mg – C над подвійними системами Zn – C та Mg – C, що її складають, відносно температури синтезу. Діаграма плавкості системи Mg – Zn – C, побудованої за тиску 7,7 ГПа, належить до діаграм евтектичного типу, та найбільш легкоплавкі сплави цієї системи розташовані поблизу евтектичної точки E_1 (рис. 2, *в*) [6]. Для сплавів заевтектичного складу характерні первинні виділення вуглецю у вигляді алмаза при 7,7 ГПа. Утворення алмаза візуально спостерігалося практично в усіх випадках.

Для зменшення тепловідводу в процесі вирощування алмаза за температури ~1800 °C було вдосконалено комірку високого тиску шляхом використання теплоізоляційних матеріалів з низькою теплопровідністю та екрануючими властивостями теплового випромінювання, що дозволило знизити параметри нагріву на ~50 %.

Використання різних марок графіту показало, що для графіту ГСМ характерне утворення максимальної кількості зародків алмазних кристалів, що обумовлює різке зниження струму нагріву.

Значні експериментальні труднощі виникли під час дослідження зразків, отриманих за високих тисків у системі магній – вуглець. Вони полягають в неможливості дослідження мікроструктури зразків внаслідок їх руйнації, що обумовлено хімічною взаємодією карбіду магнію з парами води в повітрі, в результаті чого карбіди магнію розпадаються на оксид магнію та ацетилен.



а *б* *в*

Рис. 2. Діаграми стану досліджених систем:
а – система Mg – C за 7,7 ГПа [4];
б – система Mg – Zn за атмосферного тиску [5];
в – система Zn – Mg – C за 7,7 ГПа [6].

На рис. 3 представлено зображення кристалів алмаза, отриманих у системі Mg – C. Середні розміри отриманих кристалів перебувають в межах 40 – 100 мкм.

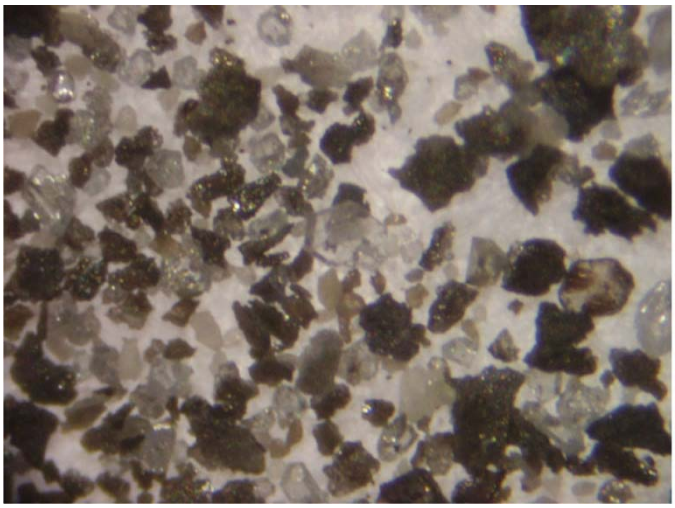


Рис. 3. Суміш двох фаз – алмаза і карбіду магнію MgC (HP), отриманих після хімічної обробки реакційної суміші, яка підлягла обробці за 7,7 ГПа, T~1800 ºC протягом 5 хв. Світла фаза – алмаз, темна фаза – карбід магнію.

Рентгеноструктурні дослідження сплавів магнію з вуглецем після хімічної обробки виконувались на дифрактометрі ДРОН-3 за кімнатної температури в мідному випромінені від плаского шліфа.

Фазовий аналіз зразків, отриманих нагрівом суміші магнію з графітом за температур ~ 1800 ºС з наступною витримкою за 7,7 ГПа показав, що основними фазовими складовими в них є вихідні компоненти. Однак, що до відображень, що належать до графіту та магнію, дифракційні картини зразків даної серії містять ряд досить слабких піків, що є, імовірно, продуктом взаємодії вихідних компонентів, а саме – сполукою системи Mg – C. І якщо в продуктах синтезу ця фаза присутня лише у вигляді малої домішки, то в сплавах, які підлягали хімічній обробці, вона (поряд з алмазом) є основною фазовою складовою. Дифракційні відображення фази індицируються в гранецентровану кубічну решітку з періодом a = 0,5120(2) нм. Симетрія і значення періоду решітки, а також співвідношення інтенсивностей відображень дають можливість припустити для синтезованого за високого тиску карбіду магнію решітку типу ZnS – сфалерит.

Розрахунок кристалічної структури в моделі структури типу ZnS – сфалерит дає добру відповідність між експериментальними та розрахованими значеннями інтенсивностей відображень (таблиця).

Розрахунок дифрактограми сплаву з 34 ат. % Mg и 66 ат. % C після хімічної обробки. Випромінення CuKα

d, A		*I*		*hkl*	*d, A*		*I*		*hkl*
Розр.	Експ.	Розр.	Експ.		Розр.	Експ.	Розр.	Експ.	
0,2956	0,2955	1000	1000	111	0,1280	0,1281	24	19	004
0,2560	0,2559	171	171	002	0,1175	0,1175	37	57	133
0,1810	0,1810	342	342	022	0,1145	0,1145	16	40	024
0,1544	0,1544	199	181	113	0,1045	0,1045	26	38	224
0,1478	0,1478	25	30	222					

Атоми компонентів у структурі розміщені по правильним системам точок просторової групи $F\bar{4}3m$ таким чином: 4Mg в 4(*a*) 0; 0; 0; 3,48 C в 4(*c*) 0,25; 0,25; 0,25. Ізотропна температурна поправка B = 4,35(2). Фактор розбіжності для 9 присутніх на дифрактограмі відображень дорівнює 0,045.

Таким чином, в результаті взаємодії графіту і магнію в умовах високих тисків та температур отримано новий карбід магнію складу ~MgC. На відміну від відомих в даній системі карбідів магнію цей карбід є стабільним і не розпадається під час взаємодії з водою в повітрі на $Mg(OH)_2$ та вуглеводні [7].

Проведені дослідження показали, що ці системи можуть бути використані для синтезу методом температурного градієнта.

Література

1. Патент 3890430, США. Method of producing diamond materials / В. Н. Бакуль, А. А. Шульженко, А. Ф. Гетьман. – Опубл. 28.01.74.
2. Патент 2226550, ФРГ. Способ синтеза алмазов / В. Н. Бакуль, А. А. Шульженко, А. Ф. Гетьман. – Опубл. 22.09.77.
3. Сверхтвердые материалы. Получение и применение: в 6 т./Под ред. А. А. Шульженко. К.:ИПЦ «Алкон» НАНУ, 2003. – Т.1 – 320с.
4. Шульженко А. А., Игнатьева И. Ю., Белявина Н. Н., Белоусов И. С. Диаграмма состояния системы Mg – C при давлении 7,7 ГПа // Сверхтв. материалы. - 1988. – № 4. – С. 17 – 21.
5. Хансен М., Андерко К. Структуры двойных сплавов: в 2 т. М.: Металлургия, 1962. – Т. 2. – 657с.
6. Шульженко А. А., Игнатьева И. Ю., Осипов А. С., Смирнова Т. И. и др.Особенности синтеза алмазов в ростовых системах, содержащих цинк и магний // Синтез, спекание и свойства сверхтвердых материалов. – К.: ИСМ НАН Украины, 2000. – С. 15 – 22.
7. Косолапова Т. Я. Карбиды. – М.: Металлургия, 1968. – 300 с.

Поступила 10.07.07.

УДК 548.5

М. А. Серга, инж.; **Т. В. Коваленко,** асп.; **С. Н. Шевчук,** канд. техн. наук;
В. В. Лысаковский, асп.

Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев, Украина

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ТЕПЛОСТОКОВ ДЛЯ СТИМУЛИРОВАНИЯ ГЕТЕРОГЕННОГО ЗАРОДЫШЕОБРАЗОВАНИЯ

The opportunity of use heat sink for creation melt supersaturation, which is necessary for stimulation heterogeneous nucleation is shown, that allows to provide formation and growth of diamond single crystals in the required points of a substrate.

При выращивании монокристаллов алмаза методом температурного градиента в качестве затравок обычно используются зерна алмазных шлифпорошков размером 0,3 – 0,5 мм, ориентированных к растворителю гранями {100} или {111}, от которых в дальнейшем происходит эпитаксиальный рост [1]. При большой плотности затравок (4.5 – 8 $см^{-2}$) возникает необходимость стимулирования зародышеобразования в заданных точках равномерно расположенных на поверхности подложки, так как размещение и ориентирование затравочных кристаллов на подложке трудоемко, занимает много времени и значительно увеличивает стоимость выращенных кристаллов. Использование стимулированного зародышеобразования позволяет значительно упростить технический процесс сборки ячеек, предназначенных

для выращивания одновременно большого количества образцов размером 0,1 – 0,3 ct, а также повысить качество кристаллов за счет отсутствия дефектного слоя на них в местах контакта с затравочной плоскостью.

В данной работе для стимулирования зародышеобразования алмаза нами были использованы материалы, теплопроводность которых значительно превышает величину теплопроводности материала подложки (табл.1), чем обеспечивается необходимый теплоотвод в заданных местах подложки и происходит зарождение и дальнейший рост монокристаллов алмаза [2]. Для обеспечения такого способа инициирования кристаллизации в рабочем объеме ячейки в местах контакта подложки со сплавом-растворителем располагались цилиндрические теплостоки, выполненные из никеля, карбида кремния, карбида бора и графита.

Таблица 1. **Теплопроводность материалов, применяемых в качестве теплостоков**

Используемые материалы	Теплопроводность при 1000 °С, λ [Вт/м·К]
графит	21
B_4C	13
Ni	60
SiC	16
Материал подложки	1,3

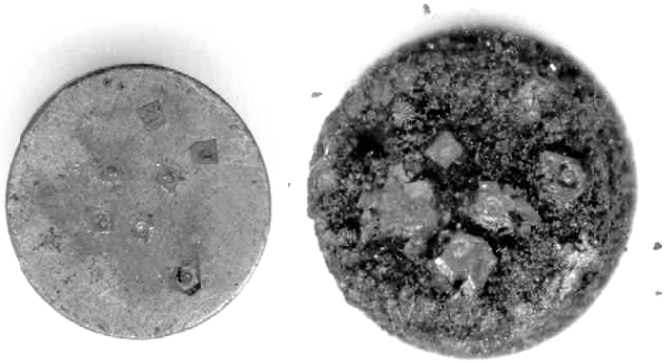
Материалы для изготовления теплостоков выбраны на основании экспериментальных данных, полученных в работах по стимулированию зародышеобразования, и на основе данных о теплопроводности материала. [3]

В подложке размещались теплостоки диаметром 0,5 – 1,5 мм, изготовленные из графита, карбида бора и карбида кремния. На подложке также располагались 2 – 3 затравочных кристалла алмаза, изолированные платиной от металла-растворителя (Fe-Ni 64/36 атомных процентов). Время выращивания варьировалось от 23 до 47 ч. Температура в ростовой ячейке 1390 – 1400°С. Результаты экспериментов по применению теплостоков различных типов приведены в табл. 2.

Таблица 2**. Результаты экспериментов по применению теплостоков различных типов**

Материал теплостока	Скорость алмазообразования, мг/ч	Скорость роста, мг/ч	Габитус полученных кристаллов
B_4C	6,5	1,18	Октаэдрический, кубооктаэдрический
SiC	8,7	1,75	Кубооктаэдрический
Графит	9	2,7	Кубооктаэдрический
Ni	9,5	2,8	Получены кристаллы цилиндрической формы
hBN	10,24	2,79	Кубооктаэдрический

На рис. 1, 2 показаны образцы до химической обработки и после частичной химической обработки (кратковременное травление, недостаточное для выпадения кристаллов) соответственно.



а *б*

Рис. 1. Образец № 9: а) без химической обработки;
б) после частичной химической обработки.

а *б*

Рис. 2. Образец № 18: а) без химической обработки;
б) после частичной химической обработки.

Для оценки эффективности роста алмазов применялись следующие характеристики: максимальная скорость роста отдельных монокристаллов и скорость алмазообразования – суммарная скорость роста всех кристаллов на подложке [4]. Максимальная скорость роста отдельных монокристаллов 1,3 мг/ч. Скорость алмазообразования 5 – 11 мг/ч. Обычно кристаллы имеют кубооктаэдрический габитус, однако форма кристаллов, выращенных при применении теплостоков, может отличаться от формы кристаллов, выращенных на алмазных затравках обычным способом. На рис. 3 представлены образцы монокристаллов, полученных путем стимулированного зародышеобразования с применением теплостоков.

Карбид бора B_4C

При использовании карбида бора в качестве теплостоков наблюдается снижение скорости алмазообразования и скорость роста отдельных монокристаллов алмаза по сравнению с синтезом на затравке. Скорость алмазообразования достигает 6,5 мг/ч, скорость роста отдельных монокристаллов достигает 1,18 мг/ч. Во всех экспериментах наблюдалось значительное паразитное спонтанное образование. Полученные отдельные монокристаллы имеют октаэдрический либо кубооктаэдрический габитус. Наблюдается частичное растворение карбида бора в металле. Кристаллы синтезированные с применением карбида бора для изготовления теплостоков, имеют зеленый оттенок. Это, возможно, обусловлено вхождением примеси бора в результате частичного растворения теплостоков.

Карбид кремния SiC

Использование карбида кремния в качестве материала для изготовления теплостоков позволило получить более высокие скорости роста монокристаллов алмаза – до 1,75 мг/ч, скорость алмазообразования также выше, до – 8,7 мг/ч, однако, как и в предыдущей серии экспериментов, значительное образование друз в большинстве экспериментов. Габитус полученных кристаллов преимущественно кубооктаэдрический, полученные монокристаллы хорошего качества, однако образование друз возможно на всех этапах роста.

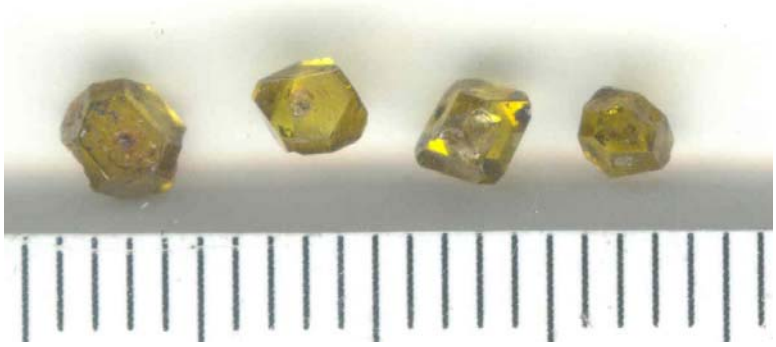


Рис. 3. Образцы монокристаллов, полученных путем стимулированного зародышеобразования с применением теплостоков.

Применение графитовых теплостоков для стимулирования зародышеобразования

В предыдущих экспериментах по зародышеобразованию на карбидных теплостоках рассматривалась возможность гетерогенной нуклеации [5] на инородных частицах карбидов. При применении графитовых теплостоков возможна реализация механизма зародышеобразования, описанного в коллоидной теории нуклеации алмаза [5]. Возможно также частичное растворение теплостоков в металле-растворителе.

Скорость алмазообразования при применении графитовых теплостоков составляет до 9 мг/ч, скорость роста отдельных монокристаллов возросла до 2,7 мг/ч. Полученные кристаллы преимущественно имеют кубооктаэдрический габитус. На графитовых теплостоках не наблюдалось двойникование. Это, возможно, связано с тем, что при частичном растворении теплостоков нуклеация происходит в ограниченном объеме, что значительно снижает вероятность двойникования, так как даже при образовании нескольких кристаллов на одном теплостоке происходит отбор и дальнейший рост того кристалла, для которого сложились наиболее благоприятные условия. Графитовые теплостоки оказались более подверженными растворению, чем карбидные, однако полученные результаты позволяют предположить перспективность использования графита в качестве материала для теплостоков.

Применение гексагонального нитрида бора для изготовления теплостоков

Проведена серия экспериментов, в которой в качестве материала для изготовления теплостоков был использован гексагональный нитрид бора, обладающий аналогичными графиту физическими свойствами. В этих экспериментах реализуется механизм стимулирования гетерогенного зародышеобразования в отличие от применения графитовых теплостоков, для которых, наряду с гетерогенной, также применима коллоидная теория зародышеобразоваия. Как и в предыдущих экспериментах, возможно частичное растворение теплостоков в сплаве-растворителе.

Применение металлических (никелевых) теплостоков для стимулирования зародышеобразования.

Следующая серия экспериментов по стимулированию гетерогенного образования алмаза в области термодинамической стабильности была проведена с использованием никелевых теплостоков диаметром 0,5 мм.

При использовании никелевых теплостоков скорость алмазообразования составляла до 9,5 мг/ч скорость роста отдельных монокристаллов до 2,8 мг/ч. В отличие от предыдущих экспериментов, где наблюдалось частичное растворение материалов теплостока в металле-растворителе, здесь имело место контактное плавление на границе раздела никель – металл-расворитель и попадание металла в систему нагрева ячейки АВД. Это оказывало крайне негативное влияние на процесс синтеза, так как приводило к алмазообразованию в системе нагрева, изменению электросопротивления и падению градиента температур. Для предотвращения этого явления нужно изолировать никелевые теплостоки от контакта с системой нагрева, но это, в свою очередь, значительно снижает теплоотвод и не обеспечивает необходимого снижения температуры в заданных местах подложки.

В этой серии экспериментов впервые были обнаружены монокристаллы алмаза цилиндрической формы, выросшие в объеме растворенных теплостоков. Один из кристаллов представлен на рис. 4.

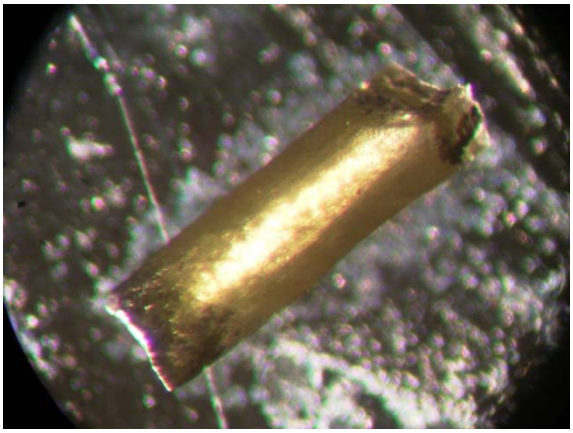


Рис. 4. Цилиндрический монокристалл алмаза, полученный при использовании теплостоков, изготовленных из никеля.

Выводы

Во всех проведенных экспериментах установлено, что зародышеобразование происходит на всех видах теплостоков. В некоторых случаях наблюдается также параллельный рост монокристаллов на затравке и на теплостоках

Стимулирование зародышеобразования, которое осуществляется за счет теплоотвода по теплостокам из SiC, B_4C, графита и никеля и часто приводит к последующему росту друз, состоящих из достаточно крупных кристаллов. Рост друз приводит к перераспределению углерода, поступающего от источника, что значительно снижает скорость роста единичных монокристаллов алмаза. Также наблюдался рост кристаллов с различной скоростью, в зависимости от расстояния от центра подложки до периферии – сказывается влияние радиального температурного градиента в растворителе при большой плотности растущих кристаллов.

Литература

1. Сверхтвердые материалы. Получение и применение. Монография в 6 т. / Под общей ред. Н. В. Новикова. Т. 1. – Синтез алмаза и подобных материалов/ Отв. ред. А. А. Шульженко. – К.: ИСМ им. В. М. Бакуля. ИПЦ «Алкон» НАНУ, 2003. – 320 с.
2. Wang Siqing, Lu Haibo, Ma Fukang, Mu Yufeng. Heterogeneous nucleation of diamond under high static pressure and high temperature // Journal of Crystal Growth. – 1996 – 162. p. 69-72.
3. Дульнев Г. Н., Заричняк Ю. П. Теплопроводность смесей и композиционных материалов: Справочник. – Л.: Энергия, 1974. – 264 с.
4. Strong H. M., Chrenko R. M. Further studies on diamond growth rates and physical properties of laboratory-made diamond // J. Phys. Chem. – 1971. –75, N 12 – P. 1838 – 1843.
5. Н. В. Новиков, Д. В. Федосеев, А. А. Шульженко, Г. П. Богатырева. Синтез алмазов. – К.: Наук. думка, 1987. – 160 с.

Поступила 10.07.07

УДК 666.3/7:621.931

В. И. Бугаков, докт. техн. наук; **А. А. Поздняков**; **В. В. Давыдов**, кандидаты техн. наук

Институт физики высоких давлений им. Л.Ф. Верещагина РАН, г.Троицк, Россия

ВЛИЯНИЕ БОРА НА ПРОЦЕСС СИНТЕЗА И СВОЙСТВА АЛМАЗА

Experimental data on the dependence of diamond yield, fraction composition and compression strength diamond powder on the concentration boron in the starting mixture has been obtained. It has been shown that there is the possibility of using Ni_2B stoichiometric composition as source boron.

Процесс кристаллизации алмаза в системе металл – графит достаточно хорошо изучен. Известно, что основными параметрами, влияющими на рост кристалла алмаза, являются давление и температура. Кроме того, на кинетику кристаллизации, средний размер кристаллов, габитус и их физико-механические свойства влияют различные добавки в шихту, но механизм данного влияния пока полностью не изучен [1]. Одной из таких легирующих добавок является бор, который может входить в решетку алмаза в ограниченном количестве. При этом концентрация бора в алмазе зависит от его концентрации в исходной шихте в определенном интервале [2]. Авторами работ [3, 4] установлено изменение степени и скорости превращения графита в алмаз, фракционного состава полученных порошков, а также прочности алмаза от количества бора в исходной шихте. В работе [5] рассмотрено влияние примеси бора (в интервале концентраций 0,05 – 4 %) на габитус кристаллов синтетического алмаза. Алмазы, выращенные в присутствии бора, имеют кубические и кубооктаэдрические формы. Такие кристаллы часто обладают идеальной формой, и искажения ее наблюдаются только при концентрациях, превышающих 2 %. При концентрации бора не более 1 % искажения минимальны.

Анализ приведенных выше работ показал, что небольшие до 1 % добавки бора в металл (сплав) – растворитель приводят к увеличению выхода кристаллов алмаза, обладающих минимальными искажениями формы. Введение такого небольшого количества легирующей добавки равномерно распределенной по всему объему металла (сплава) – растворителя связано с определенными трудностями. Поэтому применяется перемешивание компонентов шихты с легирующими добавками в среде поверхностно–активных жидкостей. При приготовлении шихты с добавками легирующих компонентов традиционным способом (перемешиванием в специальном смесителе) недостаточно полно разбиваются комочки легирующей примеси (аморфного бора), которые образуются вследствие высокой склонности мелких частиц к коагуляции [5]. Кроме того, при использовании аморфного бора в качестве легирующей добавки следует строго контролировать его чистоту, так как он может содержать до 10% примесей.

В связи с вышеизложенным, авторами данной работы проведены исследования процесса кристаллизации алмаза в системе графит–никель–марганец с использованием боридов металлов–растворителей в качестве источника бора.

В марганце при температуре 1000 °С растворяется до 20 % аморфного бора и образуются четыре боридные фазы – Mn_4B, Mn_2B, MnB, Mn_3B_4. Но бориды марганца легко разлагаются не только кислотами, но даже холодной и особенно горячей водой [6].

С никелем бор образует следующие бориды Ni_3B, Ni_2B, NiB и Ni_2B_3. На рис. 1, по данным П. Т. Коломыцева, показан современный вид участка диаграммы от Ni до Ni_2B [6].

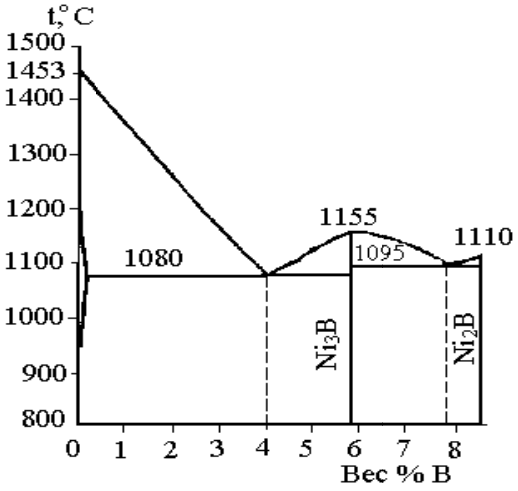


Рис. 1. Участок диаграммы от Ni до Ni_2B

В качестве источника бора нами был выбран полуборид никеля Ni_2B (8,4 % B), так как он обладает температурой плавления, близкой к минимальной температуре плавления Ni-Mn, и стехиометрическим составом, что позволяет точно контролировать количество вводимого бора.

Синтез порошков алмаза осуществлялся на многопуансонном аппарате высокого давления DS×800. Параметры процесса: $t_{синт}$ = 5 мин; *P*= 4,2–4,5 ГПа; *T* = 1200 – 1300 С. Нагрев послойной сборки осуществляли прямым пропусканием тока. В качестве растворителя использовали марганцево-никелевый сплав, легированный бором, полученный вакуумной плавкой. Исходные компоненты сплава растворителя Ni, Mn и Ni_2B подбирались с учетом соотношения Ni/Mn 40/60 % и содержанием бора 0,15 (1,8 % Ni_2B), 0,3 (3,6 % Ni_2B), 0,5 % (6 % Ni_2B). Источник углерода графит марки МГ–ОСЧ.

Анализ полученных алмазных порошков включал в себя исследование выхода алмаза, фракционного состава порошков, определение их прочности, а также исследование морфологии кристаллов.

На рис. 2 представлена зависимость выхода алмаза от содержания бора в исходной шихте.

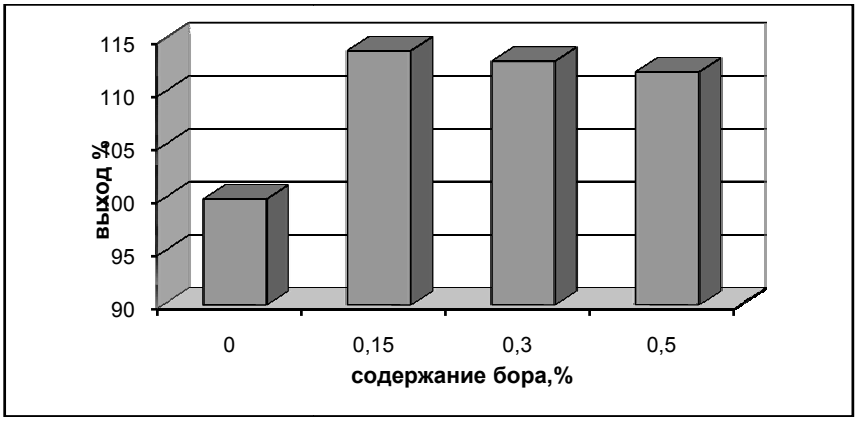


Рис. 2. Зависимость выхода алмаза от содержания бора в исходной шихте.

Обычно выход алмазов рассчитывается как отношение массы графита к массе полученных алмазов, в данном случае проценты выхода алмазов рассчитывались по отношению к выходу алмазов в аналогичных образцах без добавок.

Из рисунка видно, что добавление небольших количеств бора до 0,5 % по бору (или 6 % по Ni_2B) приводит к увеличению выхода алмаза.

Фракционный состав партий с содержанием бора в шихте: 0,15 % (1,8 % Ni_2B); 0,3 % (3,6 % Ni_2B); 0,5 % (6 % Ni_2B) и нелегированной представлен на рис. 3.

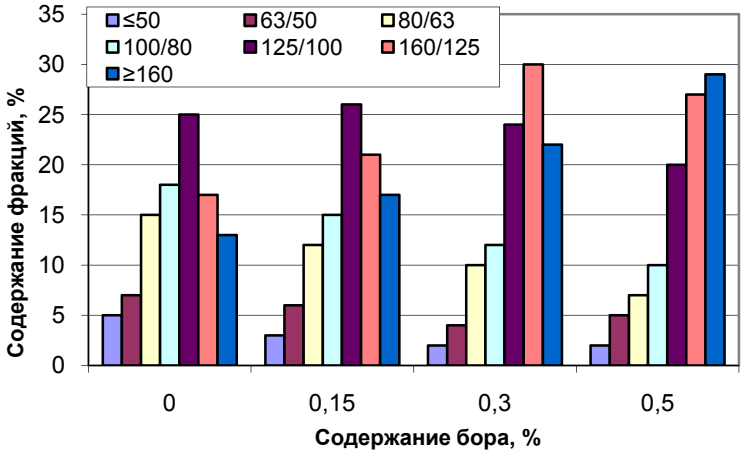


Рис. 3. Влияние содержания бора в шихте на фракционный состав порошков.

Исследования показали, что при увеличении концентрации бора в исходной шихте происходит смещение состава в сторону более крупных фракций. Если в контрольной нелегированной партии основной состав приходился на фракции 125/100 (25 %), 100/80 (18 %) и 160/125 (17 %), то уже при добавлении 0,15 % бора на фракции 125/100 (26 %), 160/125 (21 %) и ≥160 (17 %), а при 0,5 % максимум сместился на фракции ≥160 (29 %),160/125 (27 %) и 125/100 (20 %).

Процесс спонтанного алмазообразования при высоких давлениях может быть представлен двумя стадиями: зародышеобразованием и ростом. Количество центров кристаллизации зависит от состава растворителя, т.е. от соотношения карбидообразующих, графитизирующих и инертных к углероду компонентов и. т. д. Бор относится к веществам, уменьшающим количество центров кристаллизации и увеличивающим скорость их роста. Так как бор – карбидообразующий элемент, то в его присутствии на стадии зародышеобразования идет конкурирующий процесс карбидообразования, на который расходуется какая-то часть графита, т. е. уменьшается степень пересыщения расплава углеродом. Соответственно количество алмазных зародышей уменьшается. Исследования морфологии алмазных порошков проводили на оптических микроскопах МБС-10 и Jenavert, а также на электронном сканирующем микроскопе Stereoscan 150

В присутствии бора алмазы имеют преимущественно кубоктаэдрический габитус во всем исследованном интервале. На рис. 4 представлены фотографии кристаллов, а на рис. 5 – общий вид шлифпорошка.

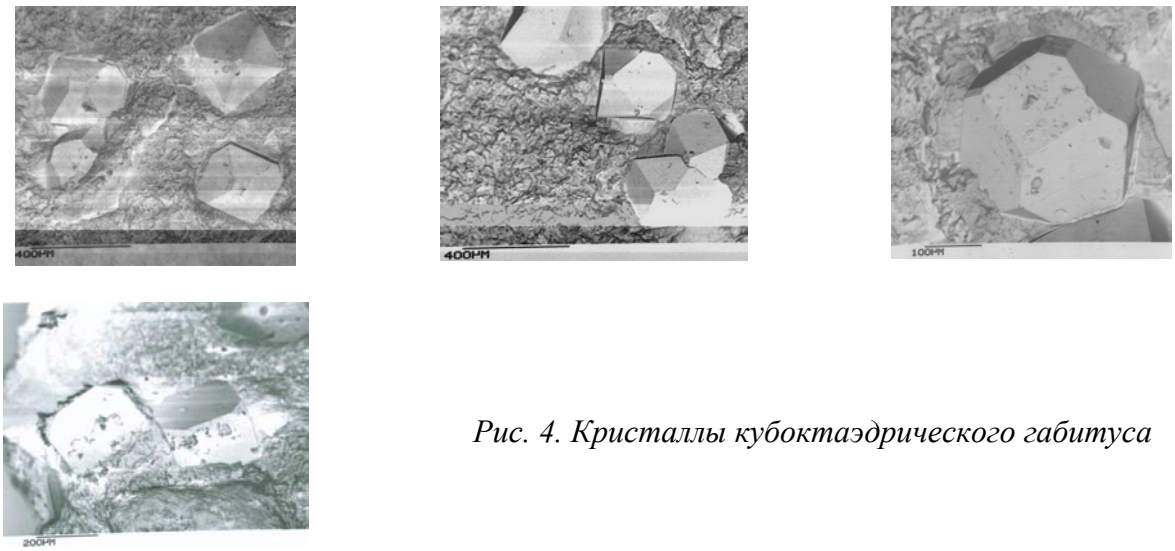


Рис. 4. Кристаллы кубоктаэдрического габитуса

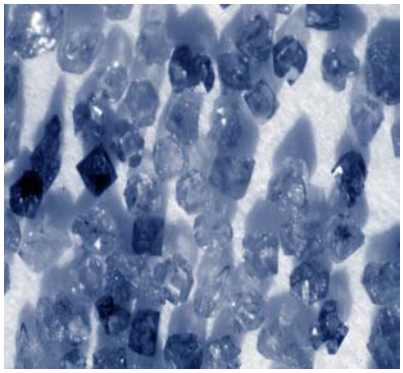


Рис. 5. Общий вид алмазного шлифпорошка

Цвет кристаллов с увеличением концентрации бора изменяется от полупрозрачного с фиолетовым оттенком до непрозрачного черного, и при превышении концентрации бора 0,3 % уже невозможно определить влияние бора на внутреннюю морфологию.

Испытания на прочность проводили для разных фракций порошка с различным количеством примеси бора на установке ДА-2МБЭМ методом определения статической нагрузки, разрушающей алмазные зерна, помещаемые между двумя параллельными пластинами. Результаты исследования представлены на рис. 6.

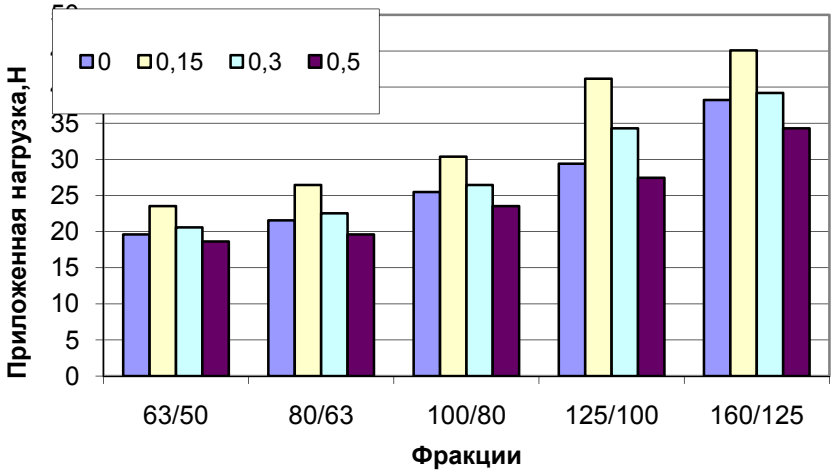


Рис. 6. Влияние концентрации бора в исходной шихте на прочность полученных фракций алмазных порошков

Анализ гистограммы показывает, что введение бора в количестве 0,15 % увеличивает прочность зерен алмазных порошков. Дальнейшее добавление бора приводит к ее снижению, а при 0,5 % прочность становится даже ниже, чем у нелегированных кристаллов. Бор увеличивает скорость роста кристаллов, что приводит к захвату металла-растворителя, и сам бор начинает входить в алмаз не только замещая атомы углерода в решетке, но и как включение. Поскольку прочностные характеристики зависят, в основном, от степени совершенства кристаллов, причиной снижения их прочности являются дефекты роста, отчетливо проявляющиеся в кристаллах, полученных в системе с исходной концентрацией бора 0,5 %.

Выводы

1. Исследован процесс получения алмазных порошков легированных бором в системе графит–никель–марганец с использование в качестве источника бора – полуборид никеля.

2. Установлено, что введение в исходную шихту полуборида никеля в количестве до 0,5% (по бору) приводит к увеличению выхода алмазов и смещению фракционного состава в сторону больших размеров зерна.

3. При концентрациях бора до 0,15 % в исходной шихте при данных параметрах синтеза прочность алмазных шлифпорошков возрастает. При дальнейшем увеличении концентрации бора прочность падает до состояния нелегированных порошков и ниже.

Литература

1. Костиков В. И., Шипков Н. Н., Калашников Я. А. и др. Гравитация и алмазообразование. – М.: Металлургия, 1991. – 224 с.
2. Безруков Г. Н., Кирова Н. Ф. Влияние примесей на механическую прочность синтетических алмазов // Алмазы.– 1973.– Вып. 5.– С. 1–3.
3. Кирова Н. Ф., Колчеманов Н. А., Рывкин Ю. М. Влияние примеси бора на термическую стойкость монокристаллов синтетических алмазов // Синтетические алмазы.– 1974.– Вып. 2. – С. 17–21.
4. Шипило В. Б., Дутов А. Г., Шипило Н. В., Комар В. А., Азарко И. И. Влияние бора на кристаллизацию алмаза в марганцево-никелевой системе // Сверхтв. материалы. – 2005. – № 2. – С.12–16.
5. Синтез минералов: В 3 т. Т. 3 / Под ред. Б. А. Дороговина. – Александров: ВНИИСИМС, 2000. – 416 с.
6. Самсонов Г. В. Бориды. – М.: Атомиздат, 1975. – 375 с.

Поступила 13.07.07.

УДК 678.747:541.18

А. М. Куцай, канд. техн. наук

Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев, Украина

СРАВНИТЕЛЬНОЕ ТЕСТИРОВАНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК НАНОАЛМАЗНЫХ ПЛЕНОК

The comparative testing of nanodiamond composite films produced by different synthesis techniques hot filament (HF) and microwave (MW) chemical vapour deposition (CVD) have been presented. The structural properties of nanodiamond film were analyzed with Renishaw Ramascope System 2000 operating at the 514.5 nm Ar laser excitation and at a resolution of 1 cm^{-1}. The hardness of the films was measured by a Nano Indenter XP system.

Наноалмазные пленки являются перспективными технологическими материалами широкого спектра применения ввиду комбинации исключительных свойств алмаза и наноразмерной кристаллической структуры. Прежде всего, интересной в практическом аспекте представляется возможность создания изотропных на макро- и микроуровне структур на основе анизотропных алмазных наноразмерных компонентов. Сегодня достаточно успешно развивается технология выращивания алмазных пленок с применением на этапе начального процесса кристаллообразования смещающих напряжений [1]. Применение данной технологии в методах химического осаждения из газовой фазы (CVD) позволяет реализовывать очень высокую плотность образующихся центров кристализации на подложке. При соответ-

ствующем подборе технологических режимов для выращивания наноалмазных пленок расстояние между центрами нуклеации составляет величины от 10 до 20 нм. Достоверно установлена и изучена очень важная роль инертных газов, которые добавляют в процессе синтеза к углеводородной рабочей газовой смеси [2]. Ионы инертных газов препятствуют увеличению размеров алмазных кристаллитов во время роста углеродного конденсата, таким образом позволяя получать нанокристаллические алмазные структуры. Особенно актуальным является выбор соответствующих технологических параметров, чтобы препятствовать образованию значительного количества тригональных углеродных связей в структуре пленки. Для глубокого изучения вопросов практического применения наноалмазных пленок необходимо всестороннее изучение особенностей процессов получения, структурных характеристик и физико-химических, а также технологических свойств углеродных нанокристаллических конденсатов.

Осаждение композитных наноалмазных пленок методом нагретой нити (HF CVD) производилось в водородноаргоновой атмосфере содержащей 7 об. % метана при давлении 3×10^3 Па при температуре вольфрамового активатора газовой фазы 2300 *K* и температуре подложки 1050 *K*. Наноалмазные пленки методом микроволнового стимулированного осаждения из газовой фазы (MW CVD) получали в плазмохимическом реакторе ASTeX ECR мощностью 1,5 кВт и рабочей частотой 2,45 ГГц. Синтез производился в рабочей газовой смеси, содержащей 80 % (по объему) аргона, 10 % (по объему) водорода и 10 % (по объему) метана. Температура подложки была 1100 *K*. Все пленки осаждались на подложки из полированного кремния. Природный окисел на поверхности подложек удалялся химическим травлением в плавиковой кислоте.

Структурная идентификация и характеризация пленок выполнялась по Рамановским спектрам, измеренным на спектрометре Renishaw Ramascope System 2000 при возбуждении на длине волны 514,5 нм аргоновым лазером и с разрешением 1 $см^{-1}$. Расчет твердости покрытий выполнялся по разгрузочно-нагрузочным кривым, полученным с применением индентора Берковича на измерительном комплексе Nano Indenter XP. Измерения проводимости пленочных покрытий выполнялись четырехзондовым методом.

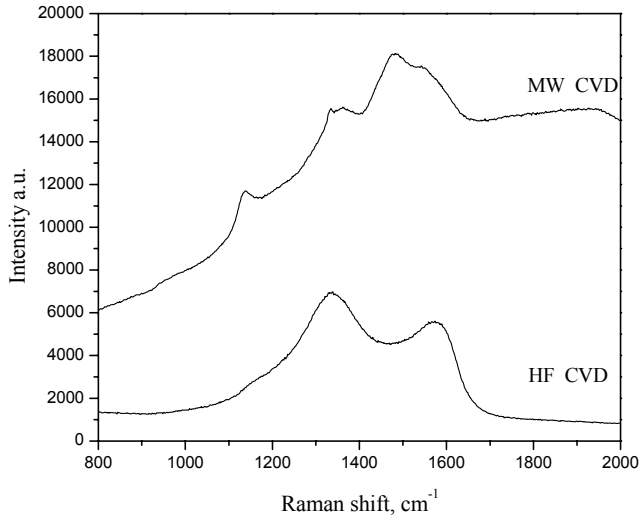


Рис. 1. Рамановские спектры наноалмазных пленок.

Анализ колебательных Рамановских спектров (рис. 1.) исследованных в данной работе пленок позволяет достаточно хорошо идентифицировать их как наноалмазные по наличию пика в области 1150 $см^{-1}$. Являясь характерным только для данного типа углеродных конденсатов, этот пик связан с трансполиацетиленовыми С–Н связями. Установить данную зависимость удалось путем замены в рабочей газовой смеси водорода на его стабильный изотоп дейтерий [2]. Характерным положением спектральных особенностей на склоне интенсивного люминесцентного крыла Рамановского спектра MW CVD наноалмазной пленки подтверждается наличие в ее

структуре аморфного гидрогенизированного углерода. Отсутствие люминесценции, значительная интенсивность характерной для многих углеродных конденсатов D полосы около 1350 $см^{-1}$ по отношению к графитной G полосе в области 1580 $см^{-1}$ указывают на наличие в составе HF CVD пленки значительного количества тригональных углеродных структурных элементов.

Сравнительный анализ зависимости твердости наноалмазных пленок от глубины проникновения индентора (рис. 2) показывает, что для них характерно одинаковое значение величины твердости около 30 ГПа. Для более тонкой пленки, полученной методом MW CVD, с увеличением глубины отпечатка больше 300 нм заметно влияние кремниевой подложки, обладающей меньшей твердостью по сравнению с наноалмазной пленкой.

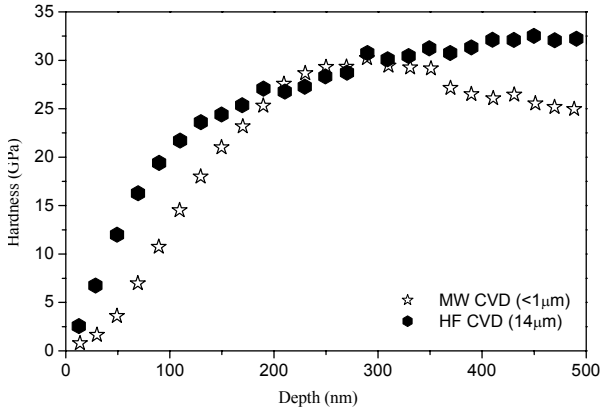


Рис. 2. Зависимость твердости наноалмазных пленок от глубины индентирования.

При этом величина измеренной твердости для наноалмазной MW CVD пленки начинает уменьшаться. Различный характер динамики увеличения твердости исследуемых пленок при малых глубинах проникновения индентора обусловлен различным структурным типом межзеренных границ. Для MW CVD границы алмазных зерен имеют структуру гидрогенизированных аморфных углеродных пленок. Одним из подтверждений этого факта является величина измеряемой проводимости для таких пленок, которая указывает на их диэлектрические свойства и составляла величины порядка 10^8 Ом×см. В случае HF CVD наноалмазных пленок измерения поверхностной проводимости демонстрировали величину 70 Ом, что с учетом толщины измеряемых покрытий давало величину удельной проводимости порядка 0,1 Ом×см. Такая проводимость, близкая к проводимости металлов, обуславливалась наличием в межзеренных границах графитных аллотропных модификаций углерода. Для этих пленок характерно наличие сфероподобных образований на поверхности пленок, типичных для графитоподобных углеродных конденсатов (рис. 3).

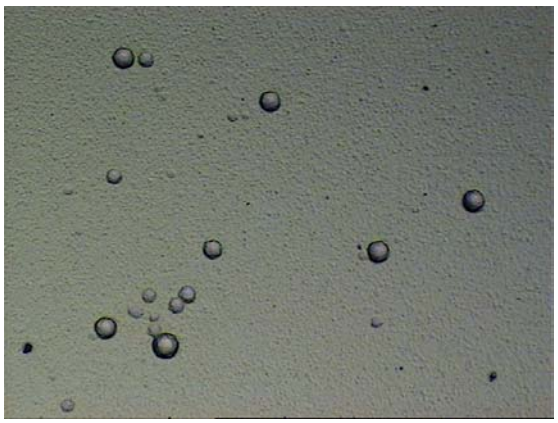


Рис. 3. Особенности морфологии поверхности HF CVD наноалмазных пленок.

Для исследуемых пленок выполнялось сравнительное тестирование на износостойкость при помощи скрайбирования стальной иглой. На поверхности наноалмазной пленки, полученной методом MW CVD, следов взаимодействия с иглой не наблюдалось. Проведенное в аналогичных условиях скрайбирование HF CVD наноалмазных пленок продемонстрировало следы значительных повреждений на поверхности.

Таким образом, разнотипные наноалмазные пленки, которые имеют различную структуру межзеренных границ, демонстрируют одинаковые значения твердости порядка 30 ГПа, кото-

рая обусловлена наличием в их структуре нанокристаллических алмазных зерен нанометровых размеров. Но, имея сравнимую твердость, наноалмазные пленки имеют значительное отличие в износостойкости. Многообразие возможных технологических запросов к свойствам конструкционных материалов позволяет предположить возможный интерес к различным типам наноалмазных пленок. Для износостойких диэлектрических покрытий с высокой твердостью применимы MW CVD наноалмазные пленки. В случае необходимости наличия у покрытия хорошей проводимости и высокой твердости возможно применение HF CVD наноалмазных пленок.

Литература

1. Lifshitz Y., Lee C. H., Wu Y. et al. Role of nucleation in nanodiamond film growth // Appl. Phys. Lett. – 88. – 2006. – P. 243114 – 243116.
2. Michaelson Sh., Ternyak O., Hoffman A., Lifshitz Y. Hydrogen incorporation processes in nanodiamond films studied by isotopic induced modifications of Raman spectra // Appl. Phys. Lett. – 89. – 2006. – P. 131918 – 131920.

Поступила 12.07.07.

УДК 62-987

В. В. Лысаковский, **Т. В. Коваленко**, аспиранты;
М. А. Серга, инж.; **С. А. Ивахненко**, докт. техн. наук

Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев, Украина

ЯЧЕЙКА АППАРАТА ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ ТИПА «БЕЛТ» ДЛЯ РАБОТЫ ПРИ ТЕМПЕРАТУРЕ ДО 2300 С

In this work the cell of high pressure apparatus of type «belt» has been elaborated, allowing to reach temperature ~2300 C in working volume 3,5 cm^3. Special composite materials, allows to work under high temperature, with high heat-insulated properties and plasticity, sufficient for obtaining quasihydrostatic weighting conditions of high pressure apparatus «belt» type in diameter 40 mm have been chosen.

Аппараты высокого давления (АВД) типа «белт» широко применяются для получения алмазных шлифпорошков и выращивания монокристаллов алмаза методом температурного градиента. При этом рабочие температуры в ячейке этого аппарата обычно не превышают 1500 С [1].

Главным достоинством АВД этого типа является их достаточно большой рабочий объем, достигающий десятков см^3, и поэтому применение этого аппарата для различных исследовательских целей является целесообразным. Методическое обеспечение работы при температурах до 2300 °С и выше могло бы позволить, например, использовать растворрасплавные системы на основе гидрокарбонатов кальция и магния для выращивания монокристаллов алмаза на затравке или проводить термобарическую обработку природных монокристаллов алмаза для изменения их дефектно-примесного состава и цвета.

Основной проблемой, которая не дает возможности использовать белт-аппарат при температурах ~ 2300 °С и более, является ограниченный выбор материалов ячейки, позволяющих применять их для передачи давления и надежной теплоизоляции реакционного объема. Пирофиллит и гексагональный нитрид бора, которые традиционно используются для этих целей при давлении ~ 6 ГПа и температурах до 1500 °С, непригодны по причине наличия в них фазовых превращений с уменьшением объема, что приводит к потере давления в ячейке.

Для создания давления в реакционном объеме использовались конические сжимаемые прокладки из блочного пирофиллита; запирание истечения рабочей среды (хлористый цезий и графит) осуществлялось стальными кольцами, изготовленными из стали марки Ст 3, схема ячейки представлена на рис. 1.

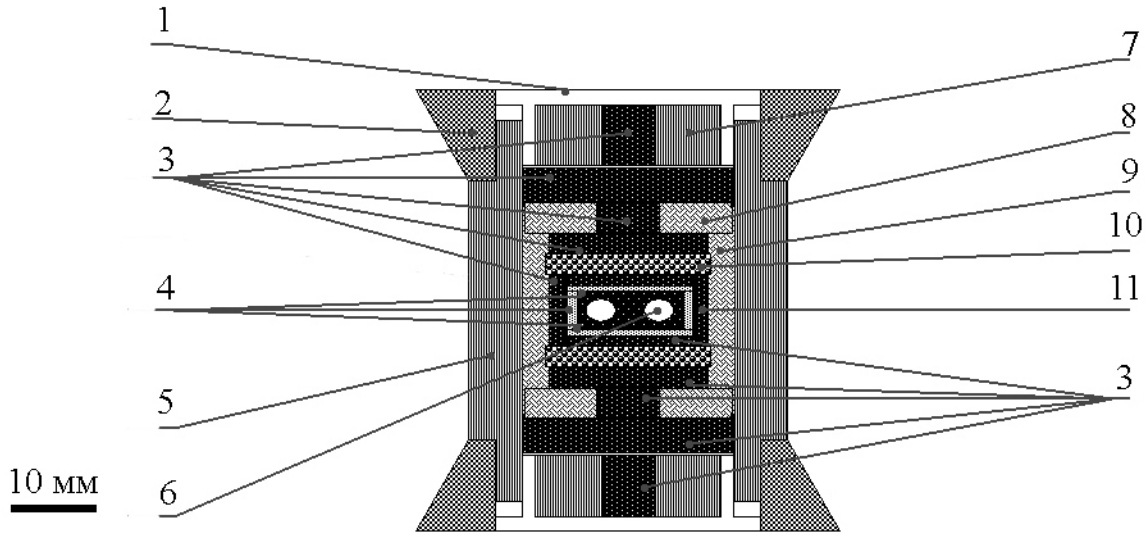


Рис. 1. Схема ячейки аппарата высокого давления типа «белт»:
1 – стальные кольца; 2 – пирофиллитовая сжимаемая прокладка; 3 – распределительные графитовые кольца; 4 – электроизоляция реакционного объема (CsCl); 5 – пирофиллитовая втулка; 6 – обрабатываемые образцы; 7 – пирофиллитовая теплоизолирующая шайба; 8 – экран инфракрасного излучения; 9 – втулка экран инфракрасного излучения; 10 – композиционные нагревательные элементы; 11 – трубчатый графитовый нагреватель.

В настоящей работе для теплоизоляции и передачи давления использован композиционный материал на основе хлористого цезия «Cs-C», что позволило достичь значения температуры приблизительно 2300 °С в рабочем объеме порядка 3,5 см^3. Исследования проводились в аппарате типа «белт» диаметром 40 мм; использовалось прессовое оборудование усилием 1800 МН.

Основным достоинством ячейки АВД является изоляция реакционного объема с помощью композиционного материала «Cs-C». Этот материал представляет собой смесь химически чистого хлористого цезия с небольшим количеством мелкодисперсного графита (размер частиц меньше 40 мкм), который равномерно распределен по всему объему композита. Такой композиционный материал достаточно пластичен и является хорошей средой для передачи давления, он обеспечивает квазигидростатические условия нагружения реакционной ячейки до 8 – 10 ГПа. Кроме этого, композиционный материал CsCl + C^{гр} имеет низкую теплопроводность и экранирует тепловое излучение от нагревательных элементов ячейки при нагреве реакционного объема выше 700 °С. За счет присутствия в объеме композита мелкодисперсного графита основная часть излучения экранируется. Высокий коэффициент термического расширения хлористого цезия позволяет компенсировать при высоких температурах значения потери давления, которые происходят за счет сжимаемости используемых материалов больше, чем в других квазигидростатических средах.

Система нагрева реакционной ячейки (рис. 1) состоит из трубчатого графитового нагревателя *11* и двух дисковых нагревателей – 10 изготовленных из композиционного материала (смесь диоксида циркония с 7 – 11 % (по массе) графита) [2]; трубчатый нагреватель и дисковые резистивные элементы имеют электрический контакт посредством графитовых дисков *3*. Электроввод от пуансонов АВД типа «белт» к дисковым нагревателям *10* осуществляется путем перераспределения электрического напряжения на стальных кольцах *1* через графитовые диски *3*.

На рис. 2 представлена зависимость сближения пуансонов АВД типа «белт» в зависимости от времени нагружения. Зависимость давления в цилиндре пресса, силы и мощности электрического тока нагрева при нагружении АВД типа «белт» диаметром 40 мм представлены на рис. 3.

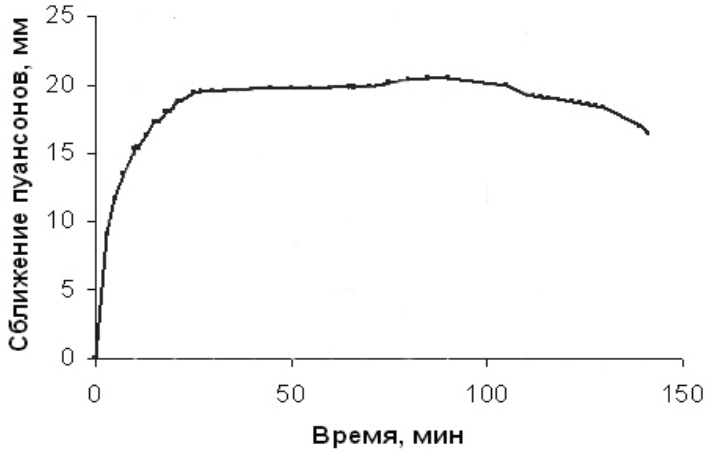


Рис. 2. Зависимость сближения пуансонов АВД типа «белт» диаметром 40 мм от времени проведения эксперимента.

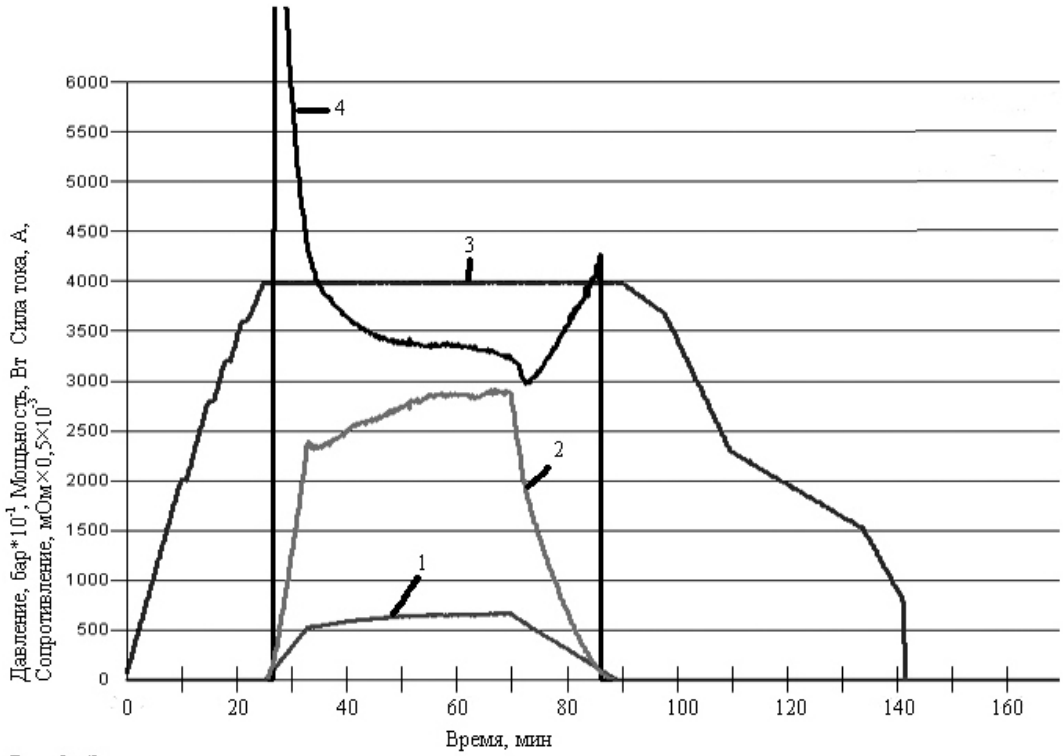


Рис. 3. Зависимость давления в цилиндре пресса, электрического сопротивления, силы тока и мощности при АВД типа «белт» от времени проведения эксперимента:
1 – сила электрического тока, А; 2 – мощность электрического тока, Вт; 3 – давление в цилиндре пресса, бар×10^{-1}; 4 – электросопротивление, мОм× 0,5×10^{-3}.

В табл. 1 приведены данные изменения давления и температуры в реакционном объеме в зависимости от времени и напряжения электрического тока нагрева ячейки.

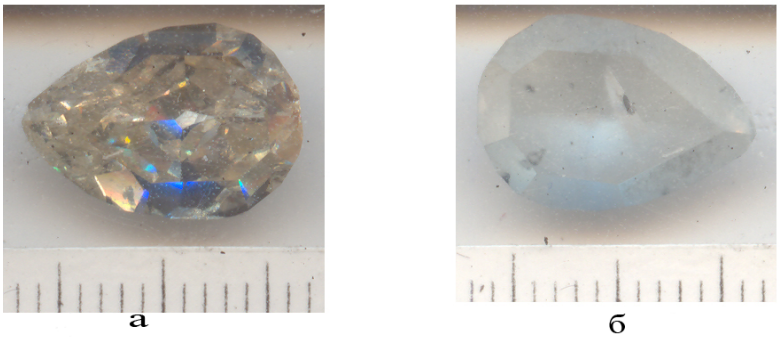
Таблица 1. **Давление и температура ячейки АВД типа «белт» в зависимости от текущего времени и напряжения электрического тока**

Время, мин	Давление, ГПа	Температура, °С	Мощность, Вт
0	0	0	0
3	0,84	0	0
25	5,00	0	0
30	5,00	680	873
33	5,00	1870	2377
40	5,00	1960	2489
45	5,00	2060	2613
50	5,00	2150	2728
55	5,00	2260	2867
60	5,00	2270	2877
65	5,00	2260	2863
66	5,00	2300	2919
70	5,00	2280	2887
90	5,00	0	0
141	1,12	0	0
0	0	0	0

При параметрах нагрева ячейки, представленных на рис. 3, в реакционном объеме температура достигает 2300 °С – помещенные в реакционном объеме ячейки образцы монокристаллов природного алмаза типа IIa коричневого цвета обесцвечивались (рис. 4). Ранее нами, а также другими исследователями, было определено, что обесцвечивание кристаллов такого типа, имеющих аналогичный дефектно-примесный состав (по данным ИК-спектроскопии), происходит при температуре 2300 ±50 °С [3, 4, 5].

Применение деталей из пирофиллита – *2, 5* и *7* дает возможность сохранить основную схему нагружения ячейки АВД типа «белт», позволяющую сформировать сжимаемые прокладки, их сжатие и необходимое перемещение пуансонов АВД типа «белт», обеспечивающего создание давления в рабочей полости.

Калибровка АВД по давлению была выполнена по известным фазовым переходам в селениде и теллуриде свинца, которые происходят при 4,23 и 5,1 ГПа и зафиксированы при давлении масла в цилиндре пресса 402 и 475 бар соответственно. Максимально достижимое давление в ячейке составляло приблизительно 5,5 ГПа при усилии пресса 180 МН. Температура в реакционном объеме определялась с помощью реперов плавления – циркония и никеля.



а б

Рис. 4. Результат термобарической обработки природного монокристалла алмаза массой 4,46 ct:а – монокристалл алмаза перед обработкой; б – обработанный монокристалл алмаза.

Таким образом, использование специальных композиционных материалов с высокими теплоизоляционными свойствами и обладающих достаточной пластичностью для обеспечения квазигидростатических условий нагружения АВД типа «белт» диаметром 40 мм позволяет работать при температурах до ~2300 °С.

Литература

1. Разработать и освоить випуск аппаратов высокого давления цилиндрического типа объемом более 25 см^3 для синтеза монокристаллов алмазов с использованием лицензии на производство твердого сплава // Отчет по теме 0170. – К: ИСМ АН УССР, 1986. – № гос. Регистрации 0186004708.
2. Лисаковський В. В. Шихта для виготовлення нагрівача пристрою високого тиску. Корисна модель № 20040604528 A, UA, МПК 7 B 01 J 3/06. – 27.11.2004.
3. Катруша А. Н., Заневский О. А., Ивахненко С. А., Vollstaedt H. Применение термобарической обработки (HPHT) для изменения цвета природных ювелирных алмазов // Ювелирный бизнес. – 2002. – № 2 – С. 42 – 47.
4. Патент WO01/72404 A1, МКИ B01 J 3/06. High pressure high temperature colour change of diamond / Burns Robert Charles, Fisher David – Заявл. 31.03.2000, Опубл. 04.10.2001.
5. Новиков Н. В., Катруша А. Н., Ивахненко С. А., Заневский О. А. Влияние высокотемпературной обработки на дефектно-примесную структуру и цвет монокристаллов алмаза (обзор) // Сверхтв. материалы. – 2003. – № 6. – С. 3 – 17.

Поступила 11.07.07.

УДК 622.24.051.55

В. М. Волкогон, докт. техн. наук; **С. К. Аврамчук**,
А. С. Климанов, кандидаты техн. наук; **А. В. Кравчук**, инж.

Институт проблем материаловедения им. И. Н. Францевича НАН Украины, г. Киев, Украина

ПЕРСПЕКТИВЫ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СВЕРХТВЕРДЫХ МАТЕРИАЛОВ В ОПОРАХ СКОЛЬЖЕНИЯ ТЯЖЕЛОНАГРУЖЕННЫХ ПАР ТРЕНИЯ

The experimental data of tribotechnical researches of pair friction «a firm alloy - polycrystalline super a hard material on a basis wBN» are given. The opportunity of use of such pair friction is shown as the axial bearing of sliding in cone bits.

Введение

Тяжелонагруженные пары трения в рабочих органах и узлах машин и механизмов подвержены интенсивному изнашиванию в процессе эксплуатации, особенно в условиях ограниченной смазки. К таким объектам можно отнести шарошечные долота, которые широко применяются в разведочном бурении, при проведении буровых работ на нефть и газ, а также для сплошного бурения скважин различного назначения в горнодобывающей промышленности и строительстве с очисткой забоя от шлама промывочной жидкостью или сжатым воздухом. Ресурс работы долота определяется многими факторами, важнейшими из которых являются горно-геологические условия (крепость, абразивность и блочность горных пород, степень однородности горного массива, его обводненность и т. п.) и связанные с этим усло-

вия эксплуатации (нагрузка на долото, частота вращения, смазочно-охлаждающая среда). Анализ работоспособности шарошечного долота типа 244,5 ОК-ПГВ различных производителей в условиях эксплуатации горнообогатительных комбинатов Криворожского бассейна показывают, что, в основном, отказы долота наблюдаются из-за выхода из строя опорного подшипника скольжения (60–70 %), поэтому работы, направленные на повышение срока службы деталей пар трения опоры долот, являются безусловно актуальными.

Пара трения осевого подшипника скольжения представляет контактирующие между собой торец цапфы на лапе корпуса долота и опорную шайбу (подпятник), запрессованную в полость корпуса шарошки, расположенной у вершины его конуса. В процессе работы долота его опора испытывает значительные динамические нагрузки, которые сопровождаются выделением тепла. Для снижения температуры в зоне контакта пары трения предусматривают в цапфе пяты продувочное отверстие соосное с опорой или же используют твердые смазки [1].

Рассмотрение процесса изнашивания контактирующей пары трения свидетельствует о его комплексном характере, включающем такие явления как взаимодействие при относительном перемещении поверхностей трения, изменения, происходящие в поверхностном слое материалов, разрушение поверхностей [2]. При этом механическое взаимодействие поверхностей выражается во взаимном внедрении и зацеплении микронеровностей в совокупности с их соударением в случае высокого уровня микрошероховатости, поэтому состояние поверхности пары трения имеет большое значение, а молекулярное взаимодействие проявляется в виде адгезии и схватывания. Следует отметить, что схватывание свойственно только металлическим поверхностям и отличается от адгезии более прочными связями. Изменение на поверхностях трения обусловлены пластической деформацией, повышением температуры и химическим взаимодействием окружающей среды. Пластические деформации приводят к изменению структуры поверхностного слоя материала, что при температуре ниже температуры рекристаллизации приводит к наклепу и его упрочнению на некоторую глубину, однако у самой поверхности микротвердость неизменна. Температура, превышающая порог рекристаллизации, способствует повышению пластичности, а на некоторых локальных участках, в условиях высоких нагрузок – формированию закалочных структур. Пластические деформации, возможные высокие температурные градиенты и структурные изменения вызывают напряжения в материале пары трения, которые могут повлиять на его износостойкость. Поэтому к материалам пары трения долота предъявляются высокие требования. Они должны обладать высокой прочностью, твердостью, теплостойкостью, износостойкостью. При изготовлении деталей осевой пары трения в шарошечном долоте нашли применение быстрорежущая сталь, твердые сплавы и наплавочные материалы типа стеллит. Например, по данным [3], пята и опорная шайба долота фирмы «Глиник» (Польша) изготавливаются из твердых сплавов, в то время как фирма «Бейкер Хьюз» (США) использует для этой цели быстрорежущие стали, как и Дрогобычский долотный завод (Украина), который применяет при изготовлении пяты сталь Р9М4К8, а для опорной шайбы – сталь Р6М5.

Подбор наиболее подходящих материалов для пар трения скольжения можно в каждом отдельном случае сделать только на основании тщательного сопоставления условий работы трущихся деталей, исходных свойств материалов и тех изменений, какие они претерпевают на поверхностях трения, а также при учете других существенных обстоятельств. Согласно [4], существуют следующие некоторые правила подбора материалов пары трения, согласно которым нужно:

сочетать твердый металл с твердым: такие пары трения обладают высокой износостойкостью вследствие малого взаимного внедрения их поверхностей. Нанесение приработочных покрытий повышает надежность пар в наиболее опасный период – во время приработки, при этом высокая точность изготовления и сборки, значительная жесткость конструкции, тщательная приработка, улучшение условий смазывания существенно повышают срок службы пары трения из твердых материалов;

применять в труднодоступных для смазывания конструкциях антифрикционные материалы;

применять режим избирательного переноса путем подбора материалов пары трения и антифрикционных присадок.

Подтверждением этому служит использование в качестве материала опорной шайбы твердого сплава ВН-20, что позволило повысить ресурс пары трения в 1,5–1,8 раза [3].

Целью настоящей работы являлось изучение возможности использования в паре трения осевого подшипника скольжения шарошечного долота материалов на основе плотных модификаций нитрида бора.

Экспериментальная часть

Выбор материалов. Исходя из приведенных рекомендаций по подбору пары трения, обладающей максимальной износостойкостью в качестве материала опорной шайбы долота, нами исследован поликристаллический сверхтвердый материал (ПСТМ) на основе плотных модификаций нитрида бора, получаемый спеканием порошка вюрцитоподобного нитрида бора в условиях высоких давлений и температур. Он может быть как в однофазном состоянии в виде сфалеритного нитрида бора (BNсф), так и содержать вюрцитоподобную и графитоподобную составляющие.

Основные сравнительные свойства материалов, применяемые в парах трения опоры долота и исследованные в данной работе, приведены в табл. 1.

Таблица 1**. Основные физико-механические свойства материалов пар трения в опорах долот**

Материал	Плотность ρ, г/см^3	Твердость,ГПа	Модуль Юнга Е, ГПа	Теплопроводность, Вт/(м·К)
Быстрорежущие стали	7,8	8,5–9,0 (290 *К*) 4,5–5,5 (870 *К*)	220	20–25
Твердый сплав группы ВК	14,5–14,6	86–88HRA	450–600	18–84
ПСТМ на основе w BN	3,41–3,45	40–54 (НК)	749,6–818	25–30(350 – 360 *К*) 40–60(900 _ _ 950 *К*)
Твердый сплав на основе TiC	3,14–3,45	40–54 (HRA)	370–410	15–18

Разработка универсального узла трения. Для триботехнических исследований в качестве базовых были выбраны машины трения TE 92 Micro-Processor Controlled Rotary Tribometer (позиция 5); TE 82HS High Speed Rolling 4-ball Mashine (информация предоставлена Институту проблем материаловедения НАН Украины фирмой «Plint Engineering», раздел Plint: Tribology), а также четырехшариковая машина трения ГОСТ 9490–75 [5].

Общими признаками выбранных схем являются:

компоновка контртела (вращающаяся деталь) и образца (неподвижная деталь);

нагрузка и скорость скольжения;

наличие рабочей смазочной среды.

Нами предложен универсальный узел трения, с помощью которого можно испытывать как материалы для тяжелонагруженных пар трения, так и выполнение подбора масла или смазки, воздушно-эмульсионной среды или смазывающей охлаждающей жидкости и т. п., поскольку в настоящее время подбор материалов для опор скольжения шарошечных долот проводится только при помощи стендовых и натурных испытаний, которые воспроизво-

дят натурные условия, относительно трудоемкие и дорогостоящие. Использование предложенного нами узла трения, обеспечивающего условия для получения достоверной информации по триботехническим характеристикам материалов в тяжелонагруженных опорах скольжения, дает возможность осуществить выбор новых материалов, применяемых для работы в этих механизмах.

Конструкция предлагаемого узла трения приведена на рис. 1.

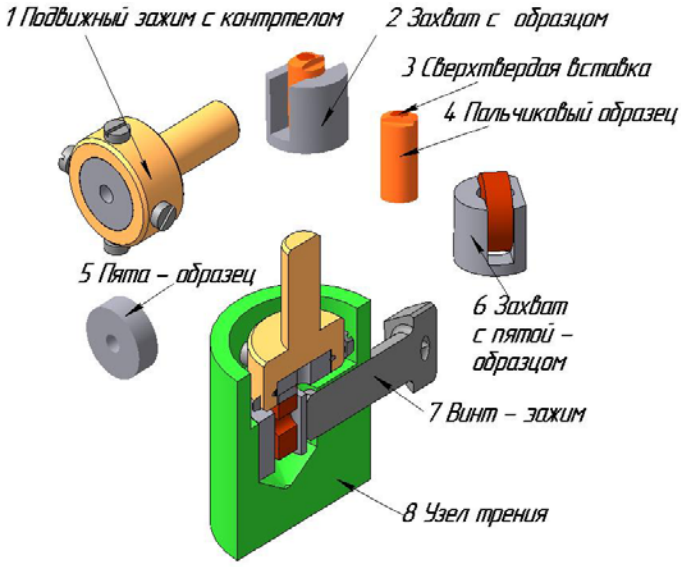


Рис.1. Узел трения для триботехничесских исследований.

Габариты узла трения подобраны таким образом, чтобы он мог рассеивать тепловую мощность порядка 100 ватт при температуре в зоне трения не более 120 ^{o}C. Размеры контртела и образцов были определены опытным путем и имели такие размеры: диск (контртело) диаметром $20^{-0,5}$ мм, высота $7^{-0,5}$ мм, образцы в виде диска одинаковы по размерам с контртелом, а те, что в виде цилиндра с размерами: диаметром $10^{-0,1}$ мм и высотой $20^{-0,5}$ мм. Шероховатость поверхности образцов и контртела после притирки на стальном круге на порошке карбида бора зернистостью 50 мкм составляла R_a 0,63–0,32 .

Узел трения состоит из корпуса (чашки), в котором выполнена ступенчатая полость: нижняя ступень для размещения захвата с образцом и верхняя – для смазки и подвижного зажима с контртелом. В захват *2* устанавливают образец *4* и затягивают зажимным винтом (зажимом) *7*. После заполнения маслом корпус устанавливают в центрирующее гнездо плиты, закрепленной шпанайзерами на столе настольного сверлильного станка. В патрон станка закрепляют зажим с контртелом, который имеет возможность перемещения за счет шпинделя станка, и осуществляют его контакт с образцом. При этом зона контакта «контртело *1* – образец» с зажимом *2* на 3–4 мм погружена в масло. На рукоять шпинделя подвешивают тарированный груз и включают станок. По истечении заданного времени испытаний станок выключают и разбирают узел трения в обратном порядке.

Для изучения триботехнических свойств пары «твердый сплав ВК10 – ПСТМ» (контртело ВК10, образец ПСТМ) были приняты следующие условия трения:

частота вращения 1410 об/мин;

средняя скорость скольжения 1 м/с;

смазка масло индустриальное И20;

длительность испытаний не менее 35 мин.

После испытаний определялись форма и размеры пятна контакта на образцах, состояние дорожки трения на контртелах. Проводились также расчеты коэффициента трения и интенсивности изнашивания. Для ведения технической документации была выбрана кадовская

оболочка КОМПАС. Принятые условия испытаний стали базой для разработки методики проведения триботехнических испытаний.

Обсуждение результатов

Основные результаты испытаний представлены в табл. 2.

Таблица 2. **Триботехнические характеристики исследованных пар трения**

Материалы пары трения: контртело – образец	Коэффициент трения	Интенсивность изнашивания образца	Контурное давление $A_к$, кг/см^2
КТНХ70 – ТНХ70	0,06	$2{,}3\times10^{-6}$	400
ВК10 – КТНХ70	0,055	$4{,}1\times10^{-6}$	450
КТНХ70 – ВК10 *	0,063	$3{,}5\times10^{-7}$	500
ВК10 – ВК10	0,058	$1{,}8\times10^{-7}$	570
ВК10 – ВК10 **	0,05	$1{,}7\times10^{-7}$	600
ВК10 – ПСТМ	0,04	$2{,}5\times10^{-8}$	800

* Заметный износ контртела.

** Контртело с бронзовым покрытием.

Полученные данные исследований свидетельствуют о том, что для всех пар трения характерно формирование устойчивой масляной пленки с несущей способностью от 400 до 800 кг/см^2, которая определяется видом контактирующей пары, поскольку условия испытаний одинаковы. Одноименные пары изнашиваются более интенсивно, но в случае наличия на них покрытий антифрикционного материала толщиной 50 мкм износ заметно уменьшается.

По иному происходит изнашивание пары трения «твердый сплав – ПСТМ». Пятно износа контртела и испытываемого образца из ПСТМ на основе вюрцитного нитрида бора приведены на рис. 2.

Рис. 2. Характер изнашивания пары трения «твердый сплав – ПСТМ»

Пятно износа после испытаний имеет зеркальную поверхность, шероховатость которой находится на уровне R_a 0,16–0,08. Несущая способность образующейся масляной пленки в паре трения «твердый сплав – ПСТМ» достигает 1000 кг/см^2, а коэффициент трения характеризуется наименьшей величиной, что, на наш взгляд, обусловлено следующим. ПСТМ на основе вюрцитоподобного нитрида бора представляет собой гетерогенный материал высокой плотности с однородной мелкокристаллической структурой, имеющей размер зерна 0,1–0,3 мкм [6]. Высокая прочность на сжатие (до 4 ГПа), модуль упругости, твердость и теплопроводность в сочетании с высокими значениями трещиностойкости могут обеспечить устойчивость к разрушению при высоких критических нагрузках, на что указывалось в работе [7].

Повышение антифрикционных характеристик пары трения «твердый сплав – ПСТМ» возможно как из-за формирования устойчивой масляной пленки, так и за счет образования на

поверхности тонкой пленки B_2O_3 или графитоподобного нитрида бора ($BN_г$), возникающего при обратном фазовом превращении плотных фаз (BN_{ca} + BNв) –>$BN_г$ в микрообъемах [8], при взаимодействии контактирующих поверхностей, когда в зоне микроконтактов происходят короткие вспышки (10^{-7}–10^{-8} с) со значительным выделением энергии. Проведенные нами исследования [9] методом электронной ОЖЕ – спектроскопии стальных образцов, обработанных резанием с наличием ударных нагрузок, показали присутствие на их поверхности кислорода, а также бора и азота. Это дает основание предполагать возможность образования на испытываемых образцах упомянутых тонких антифрикционных пленок. В пользу этого свидетельствуют и данные работы [10]. Изучение фрикционных характеристик ПСТМ из нитрида бора различного фазового состава в паре с термообработанной сталью марки ХВГ (HRC 58–62) на воздухе при сухом трении в условиях ступенчато-изменяемой скорости скольжения V = 6–14 м/с (величина ступени 2 м/с) при нагрузке 20 Н показали, что для всех материалов характерно плавное снижение коэффициента трения и интенсивности изнашивания, после чего происходит скачкообразное установление постоянного значения этих показателей, которые в сравнении с начальными f = 1,25–1,68 снижаются до f = 0,5–0,62, а I = 100–130 мкм/км до I = 25 мкм/км. При упомянутой критической скорости происходит качественное изменение процесса трения, сопровождающееся интенсивным пленкообразованием на поверхности контртела, что приводит к стабилизации фрикционных характеристик и установлению минимальных их значений.

Следует заметить, что для однофазного ПСТМ критическая скорость равняется 12 м/с, в то время как для двухфазных образцов ПСТМ она составляет 8 м/с. Данное обстоятельство хорошо согласуется с термической стабильностью различных модификаций нитрида бора и их теплопроводностью [7].

Выводы

Проведенные триботехнические исследования пары «твердый сплав – ПСТМ» показали перспективность использования в тяжелонагруженных парах трения поликристаллического сверхтвердого материала на основе вюрцитного нитрида бора в условиях граничного трения. Показано, что пара трения «твердый сплав – ПСТМ» обладает высокими триботехническими характеристиками и может быть использована в качестве осевого подшипника скольжения шарошечных долот. Предложены конструкция узла трения и методика испытаний триботехнических характеристик различных материалов, близкие по условиям к методам определения смазывающих свойств масел на машине трения ЧШМ.

Литература

1. Бондаренко В. П., Василенко Л. Е., Ганков А. В. и др. Новые пары трения для шарошечных долот // Породоразрушающий и металообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения. – К.: ИСМ им. В. М. Бакуля НАН Украины, 2005. – Вып. 8. – С. 262 – 265.
2. Крагельский И. В. Трение и износ. – М.: Машиностроение, 1968. – 480 с.
3. Бондаренко В. П., Гладков А. В., Гнатенко И. А. и др. Структура и свойства деталей пар трения опор шарошечных долот различных изготовителей // Породоразрушающий и металообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения. –К.: ИСМ им. В. М. Бакуля НАН Украины, 2004. – Вып. 7.– С. 225 – 232.
3. Гаркунов Д. Н. Триботехника. – М.: Машиностроение, 1989. – 328 с.
4. ГОСТ 9490–75. Материалы смазочные жидкие и пластичные. Метод определения смазывающих свойств на четырехшариковой машине. Изм. введ. 01.01.88 Метод определения трибологических характеристик на четырехшариковой машине.
5. Джамаров С. С., Курдюмов А. В., Олейник Г. С. и др. Особенности формирования микроструктуры спеков на основе вюрцитного BN (гексанита–Р) //Порошковая металлургия. – 1982. – № 8. – С. 32–37.
6. Бондаренко В. П. Триботехнические композиты с высокомодульными материалами. – К.: Наук. думка, 1987. – 232 с.

7. Курдюмов А. В., Пилянкевич А. Н. Фазовые превращения в углероде и нитриде бора. – К.: Наук. думка, 1979. – 188 с.
8. Бухштейн В. И., Тихонцов А. М., Волкогон В. М. и др. Исследование механизма износа двухслойных пластин К10Д при обработке закаленных хромистых сталей // Сверхтв. материалы. – 1989. – № 4. – С. 45–51.
9. Карюк Г. Г., Колесниченко Л. Ф., Юга А. И. и др. Фрикционные свойства материалов на основе плотных модификаций нитрида бора // Порошковая металлургия. – 1984. – № 9. – С. 82 – 87.
10. Примачук В. Л., Бочко А. В., Оветисян А. О. Теплофизические свойства разных модификаций нитрида бора // Порошковая металлургия.– 1983. – № 8. – С. 80 – 82.

Поступила 11.07.07.

УДК 621.921.34-492.2:536.421.5:539.89

С. Н. Назарчук, асп.; **А. А. Бочечка,** докт. техн. наук;
Л. А. Романко, канд. техн. наук; **В. Л. Гвяздовская**, инж.

Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев, Украина

СПЕКАНИЕ АЛМАЗНЫХ НАНОПОРОШКОВ РАЗЛИЧНОГО ГЕНЕЗИСА ПРИ ВЫСОКОМ ДАВЛЕНИИ

Formation of diamond polycrystals by high pressure – high temperatures action on diamond nanopowders of various genesis is described. It is shown, that polycrystals sintered from a powder synthesized by great dispatch-wave processing of graphite have the highest values of density and wear resistance.

Введение

В настоящее время значительное внимание уделяется вопросу создания поликристаллических материалов на основе алмазных нанопорошков с высоким уровнем физико-механических свойств [1–5]. Перспективной областью применения таких материалов является их использование в качестве рабочих элементов в лезвийном инструменте для чистовой обработки широкого класса материалов, для чего сейчас используется, в основном, инструмент из монокристаллов природного алмаза.

Во время спекания алмазных нанопорошков, как правило, наблюдается графитизация алмазных частиц, вызванная их взаимодействием с кислородсодержащими соединениями, находящимися в порах образующегося поликристалла и на поверхности спекаемых частиц. Этот процесс препятствует формированию прочного и твердого поликристалла [6]. Значительный вклад поверхностной энергии системы частиц в общую свободную энергию Гиббса изменяет соотношение между основными движущими силами процесса спекания – внешним давлением и давлением Лапласа, возникающим на искривленных внутренних поверхностях спекаемого поликристалла [7]. В отличие от классических систем [8] при спекании алмазных нанопорошков не наблюдается суммирования внешнего и капиллярного давлений [7]. Кроме того, увеличение удельной поверхности вызывает рост взаимного трения между частицами в процессе уплотнения порошка при комнатной температуре.

Настоящая работа посвящена исследованию влияния перечисленных факторов на процесс формирования поликристаллов при воздействии высоких давления и температуры на алмазные нанопорошки различного генезиса.

Методика исследования

Для исследования использовали алмазные нанопорошки динамического синтеза: ультрадисперсный порошок алмаза (УДА), полученный детонацией конденсированных взрывчатых веществ с отрицательным кислородным балансом, разлагающихся с выделением свободного углерода, из которого образуется алмазная фаза [1], а также алмазные нанопорошки, синтезированные путем ударно-волновой обработки графита (НА1) и сажи (НА2) [9, 10]. По данным электронно-микроскопичесих исследований в порошке УДА диапазон размеров единичных частиц составляет 1–6 нм, а в порошках НА1 и НА2 размеры субзерен могут изменяться от единиц до 20–30 нм и более [10]. В табл. 1 представлены данные по удельной поверхности $S_{уд}$ указанных порошков, полученные методом высокотемпературной адсорбции азота, и рассчитанные на их основе эффективные диаметры частиц D. Расчет проводили, предполагая, что частицы имеют сферическую форму, по формуле

$$D = \frac{6}{S_{уд}\text{с}},$$

где ρ – плотность частиц.

Таблица 1. **Характеристики алмазных нанопорошков**

Порошок	$S_{уд}$, м^2/г	ρ, г/см^3; ист. инф.	D, нм
УДА	143,36	3,35; [11]	12,5
НА1	5,93	3,49; [12]	290,0
НА2	7,08	3,14; [12]	270,0

Предварительное компактирование нанопорошков при комнатной температуре проводили в стальной пресс-форме диаметром 9 мм при давлении в гидросистеме пресса до 6 МПа.

Полученные компакты подвергали вакуумной обработке для удаления с поверхности алмазных наночастиц физически адсорбированных H_2O, O_2 и CO_2. Термообработку осуществляли в вакууме в течение 2-х ч при температуре 500 °С до давления остаточных газов 10^{-3} Па. Герметизацию рабочего объема перед спеканием осуществляли механически.

Спекание проводили в аппарате высокого давления (АВД) типа «тороид» при начальном давлении 8,0 ± 0,5 ГПа с заданной продолжительностью температурой. Температуру выдерживали с точностью ± 30 °С.

Плотность образцов определяли методом гидростатического взвешивания в дистиллированной воде [13]. Массу измеряли аналитическими весами с точностью 0,005 мг. Погрешность определения плотности составляла 0,01 г/см^3 при надежности 0,95.

Твердость образцов определяли на приборе ПМТ-3 методом индентирования с нагрузкой на индентор Кнупа 4,86 Н и 9,8 Н. Величину твердости вычисляли по Мейеру как отношение нагрузки к площади проекции отпечатка на плоскость, перпендикулярную направлению приложения нагрузки [14]. Погрешность определения твердости составляла 4 ГПа при надежности 0,95.

Плотность алмазных компактов, сформированных в стальной пресс-форме, вычисляли как отношение массы порошка к высоте полученных дисков (компактов) и их площади (коэффициент калибровки). Измерение высоты проводили непосредственно в пресс-форме с помощью ноль-индикатора с точностью 0,01 мм. Для пресс-формы, которая использовалась в работе, коэффициент калибровки составляет 0,615±0,004 см^2. Относительная погрешность определения плотности составляет около 4 %.

Испытание полученных поликристаллов на износостойкость проводили путем правки ими абразивного корундового круга. Величину износостойкости оценивали по высоте площадки износа. Поскольку не было осуществлено фиксации параметров обработки: скорости вращения круга, усилия прижима образца и времени правки, полученные данные имеют оценочный характер и нуждаются в уточнении на основе отработанных и тестированных методик.

Результаты и обсуждение

Прессование компактов из алмазных нанопорошков при комнатной температуре в стальных пресс-формах является начальным этапом процесса получения алмазных композиционных материалов в АВД. Было проведено исследование зависимости плотности компактов, сформированных из нанопорошков алмаза в стальной пресс-форме, от давления в гидросистеме пресса (рис. 1).

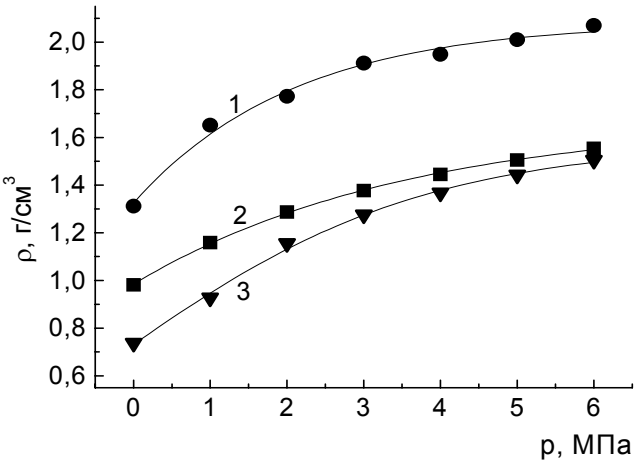


Рис. 1. Зависимость от давления в гидросистеме пресса плотности компактов, спрессованных в стальной пресс-форме из алмазных нанопорошков: 1 – НА1; 2 – НА2; 3 – УДА.

Как видно из рисунка, характер уплотнения для исследованных порошков существенно не отличается: плотность компактов увеличивается с увеличением давления прессования, ее существенное изменение происходит на начальном этапе, далее достигается максимальное значение, которое практически не изменяется при дальнейшем увеличении давления. Установлено, что полученные экспериментальные зависимости достаточно точно описываются сигмоидальной функцией

$$\rho = \frac{A_1}{1+e^{\frac{p-p_o}{d}}} + \frac{A_2}{1+e^{-\frac{p-p_o}{d}}}, \qquad (1)$$

где ρ– плотность компактов;

A_1, A_2, p_o, d – константы, значение которых для конкретных зависимостей приведены в табл. 2.

Таблица 2. **Значения констант в уравнении (1)**

Порошок	A_1, г/см^3	A_2, г/см^3	p_o, МПа	d, МПа
НА1	–19,89	2,084	–6,758	2,029
НА2	–31,338	1,672	–13,335	3,463
УДА	–0,305	1,576	–0,423	2,068

Отметим, что с увеличением размера частиц алмазного нанопорошка увеличивается граничное значение плотности компактов, сформированных при комнатной температуре. Очевидно, это связано с уменьшением трения между частицами, поскольку уплотнение алмазных порошков в данном случае может происходить только за счет взаимного проскаль-

зывания частиц, так как при действии давления 8 ГПа алмазные частицы размером меньше 2 мкм не разрушаются [15], а пластическая деформация алмаза при температуре 20 °С и давлении до 1 ГПа не происходит [16].

Таким образом, плотность стартовая для спекания в АВД определяется равновесием между силами, вызванными действием внешнего давления, и силами трения, противодействующими им. Исходя из этого, можно предположить, что для дальнейшего спекания лучше всего подходит синтезированный из графита нанопорошок алмаза (НА1), так как граничная плотность компакта, сформированного из него, достигает самого большего значения. Также отметим, что для УДА и нанопорошка алмаза синтезированного из сажи (НА2), граничная плотность компактов практически одинакова, хотя начальная плотность компактов из УДА меньше.

По своему характеру зависимость плотности от длительности спекания в АВД алмазных нанопорошков (рис. 2) практически не отличается от кинетических кривых для алмазных микропорошков [17].

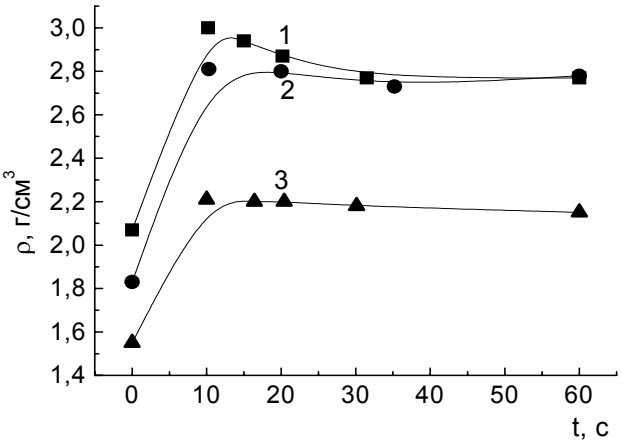


Рис. 2. Зависимость плотности поликристаллов, спеченных из алмазных нанопорошков, от длительности спекания: 1 – НА1, T = 1650 °С; 2 – УДА, T = 1550 °С; 3 – НА2, T = 1600 °С; начальное давление p = 8 ГПа.

Как и в указанных случаях, на первом этапе в течение 10 с происходит резкое увеличение плотности, вызванное, по-видимому, дальнейшим взаимным перемещением частиц порошка в сочетании с определенным изменением формы частиц за счет пластической деформации; на втором – при незначительном изменении плотности происходят процессы структурной перестройки.

Для исследованных нанопорошков на втором этапе характерно уменьшение плотности с увеличением времени спекания. В основном, это связано с процессами графитизации за счет газовой фазы [18]. С одной стороны, с уменьшением размера спекаемых алмазных частиц возрастает доля поверхностных атомов в общем количестве атомов, что увеличивает общее количество связанных с поверхностью гидроксил- и карбонилсодержащих групп [5], взаимодействие с которыми и вызывает графитизацию алмазного ядра. С другой стороны, в соответствии с гипотезой, которая высказана в работе [7], при спекании под действием давления порядка 8 ГПа и температуры 1400–1600 °С алмазных порошков с размером частиц меньше 100 нм давление на свободной поверхности пор соответствует термодинамической области стабильности алмаза. Это исключает графитизацию за счет перехода алмаза в графит деформационным путем.

Уменьшение плотности с ростом температуры спекания, очевидно, также связано с графитизацией поверхностного слоя частиц (рис. 3). Обращает на себя внимание то, что после прессования в стальной пресс-форме плотность компактов из УДА ниже плотности компактов из НА1 и НА2, в то время как после спекания в АВД плотность поликристаллов, полученных из УДА, выше плотности поликристаллов, спеченных из порошка, синтезированного из сажи.

По характеру температурной зависимости плотности полученных поликристаллов нанопорошки УДА и НА1, НА2 сильно отличаются. Резкое падение плотности в высокотемпературной области, характерное для поликристаллов на основе УДА, вызвано, вероятно, большей интенсивностью процессов, приводящих к графитизации алмазных частиц. Хотя механизм таких процессов заключается, в основном, в окислении алмазного ядра частиц указанных порошков при взаимодействии с O_2; H_2O; CO_2; =C=O и последующим выделением на поверхностях пор неалмазного углерода из продуктов окисления, количество кислородсодержащих соединений, которые остаются на поверхности алмазных наночастиц после вакуумной дегазации, в порошке УДА несомненно больше, так как величина его удельной поверхности на два порядка выше соответствующих величин порошков НА1 и НА2.

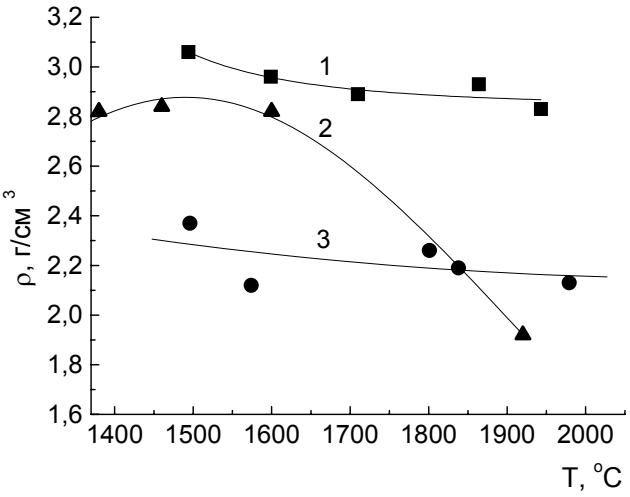


Рис. 3. Зависимость плотности поликристаллов, спеченных из алмазных нанопорошков, от температуры спекания: 1 – НА1; 2 – УДА; 3 – НА2; начальное давление p = 8 ГПа.

Таким образом, наиболее высокую плотность имеют поликристаллы, спеченные из нанопорошка, синтезированного из графита. Экспресс-испытания на износостойкость показали, что эти же поликристаллы обладают также лучшей износостойкостью. Несмотря на то, что и по плотности, и по износостойкости поликристаллы на основе НА1 превосходят поликристаллы из УДА, полученные значения твердости по Кнупу у них ниже (рис. 4). Однако следует заметить, что указанные поликристаллы отличаются не только значением твердости, но и характером отпечатков индентора. Если на образцах из УДА отпечаток представляет собой вершину пирамиды индентора с ровными гранями, то на образцах из НА1 в отпечатке, как правило, наблюдаются сколы, искажающие его форму. При этом индентор остается неповрежденным. Это свидетельствует об отличиях в механизмах формирования отпечатков и ставит под сомнение корректность сравнения полученных данных. Для установления механизма образования отпечатка на таких образцах нужны дальнейшие исследования – изучение структуры поликристаллов, температурной зависимости твердости, определение трещиностойкости.

Наиболее низкие значения плотности, твердости (5–6 ГПа) и износостойкости имеют поликристаллы на основе алмазного нанопорошка, синтезированного из сажи. Причины этого, вероятно, будут установлены после детального изучения примесного состава исходных порошков и структуры указанных поликристаллов.

Лучшие значения физико-механических свойств поликристаллов на основе порошка, синтезированного из графита, наблюдаются при наименьшей исследованной температуре спекания. Поэтому следует продолжить поиск ее оптимального значения в области 1200–1500 °C.

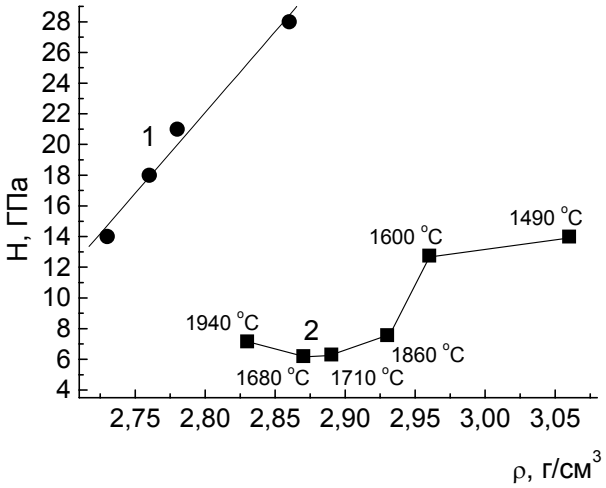


Рис. 4. Связь между плотностью и твердостью поликристаллов на основе алмазных нанопорошков: 1– УДА; 2 – НА1; для поликристаллов из НА1 указана температура спекания.

Выводы

1. Процесс уплотнения исследованных алмазных нанопорошков в стальной пресс-форме описывается сигмоидальной функцией: плотность компактов увеличивается с увеличением давления прессования, ее существенное изменение происходит на начальном этапе, далее достигается максимальное значение, которое практически не изменяется при дальнейшем увеличении давления.

2. С увеличением температуры спекания в интервале 1500–2000 °С уменьшается плотность и твердость поликристаллов, спеченных из исследованных алмазных нанопорошков.

3. За счет высокой удельной поверхности алмазного нанопорошка УДА процесс консолидации алмазных частиц и препятствующий ему процесс графитизации при воздействии высоких давления и температуры происходят более интенсивно по сравнению с алмазными нанопорошками, синтезированными из графита и сажи.

4. Наиболее высокие значения плотности и износостойкости имеют поликристаллы, спеченные из алмазного нанопорошка, синтезированного путем ударно-волновой обработки графита.

Литература

1. Даниленко В. В. Синтез и спекание алмаза взрывом. – М: Энергоатом, 2003. – 271 с.
2. Долматов В. Ю.Ультрадисперсные алмазы детонационного синтеза. – С-Пб: Изд-во СПбГПУ, 2003. – 343 с.
3. Новиков Н. В. , Богатырева Г. П., Волошин М. Н. и др. Наноструктурные пористые алмазные порошки и их поверхностные свойства // Сверхтв. материалы. – 2002. – № 6. – С. 4–9.
4. Олейник Г. С., Шульженко А. А., Бочечка А. А., Соколов А. Н., Быков А. И., Тимофеева И. И. Влияние дисперсности исходных порошков алмаза на особенности формирования микроструктуры материалов на их основе // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля, ИПЦ АЛКОН НАНУ, 2005 – С. 205–215.
5. Shulzhenko A. A, Bochechka O. O., Sokolov A. N., Gargin V. G. The Physiko-Mechanical Properties of Polycrystals Produced by HP – HT Sintering of Diamond Nanopowders // Deformation and Fracture in Structural PM Materials. Proceedings of the International Conference, Stará Lesná, Slovak Republic, September 27–30, 2005. – Košice: Emilena, 2005. – P. 124–130.

6. Бочечка А. А. Влияние дегазации на формирование поликристаллов из алмазных нанопорошков детонационного и статического синтеза // Физика твердого тела. – 2004. – 46, № 4. – С. 652–655.
7. Бочечка А. А., Романко Л. А., Гаврилова В. С., Коновал С. М., Назарчук С. Н. Особенности спекания алмазных порошков различной дисперсности в условиях высокого давления // Сверхтв. материалы. – 2007. – № 1. – С. 24–31.
8. Гегузин Я. Е. Физика спекания. - 2 изд. – М.: Наука, 1984. – 312 с.
9. De Carli P. S., Jamieson J. C. Formation of Diamond by Explosive Shock // Science. – 1961. – V. 133, № 3467. – P. 1821–1822.
10. Олейник Г. С., Быков А. И., Морозова Р. А., Морозов И. А., Тимофеева И. И., Томила Т. И., Верещака В. М. Роль предобработки в среде водорода порошка алмаза, полученного из графита, в его уплотнении при высоких давлении и температуре // Наноструктурное материаловедение. – 2005. – № 1. – С. 73–81.
11. Бочечка А. А., Романко Л. А., Гаврилова В. С. О плотности частиц алмазного нанопорошка динамического синтеза // Сверхтв. материалы. – 2001. – № 5. – С. 76–78.
12. Курдюмов А. В., Островская Н. Ф., Зелявский В. Б. и др. Структурные особенности нанодисперсных алмазов динамического синтеза // Сверхтв. материалы. – 1998. – № 4. – С. 23–29.
13. Кивилис С. С. Плотномеры. – М: Энергия, 1980. – 280 с.
14. Григорович В. К. Твердость и микротвердость металлов. – М.: Наука, 1976. – 230 с.
15. Бочечка А. А. Разрушение частиц алмазного порошка под воздействием высокого давления // Сверхтв. материалы. – 1993. – № 5. – С. 9–14.
16. De Vries R. C. Plastic deformation and «work-hardening» of diamond // Mat. Res. Bull. – 1975. – V. 10. – P. 1193–1200.
17. Бочечка А. А., Луценко А. Н. Кинетика уплотнения алмазного порошка при различных температурах под действием высокого давления // Сверхтв. материалы. – 2002. – № 1. – С. 67–81.
18. Шульженко А. А., Гаргин В. Г., Шишкин В. А., Бочечка А. А. Поликристаллические материалы на основе алмаза. – К.: Наук. думка, 1989. – 192 с.

Поступила 09.07. 07.

УДК 62-987

П. А. Балабанов, инж.; **А. И. Боримский, В. Г. Делеви,** кандидаты техн. наук;
Т. Ю. Чипенко, В. Н. Крикун, инженеры

Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины,г. Киев, Украина

ПОВЫШЕНИЕ ДОЛГОВЕЧНОСТИ АППАРАТОВ ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ СО СТАЛЬНЫМИ МАТРИЦАМИ ПРИ СИНТЕЗЕ СВЕРХТВЕРДЫХ МАТЕРИАЛОВ

The possibility of increasing the durability of high pressure apparatus with steel matrixes by manufacturing of matrix blanks by casting methods as well as application of preliminary cold plastic deformation of reinforcing rings blanks is shown.

Синтез сверхтвердых материалов (СТМ) – алмаза и кубического нитрида бора (КНБ) – осуществляют при высоких давлении и температуре в области их термодинамической стабильности [1], используя специальные аппараты высокого давления различных конструкций [2].

В Украине и странах СНГ синтез СТМ в условиях промышленного производства осуществляют в аппаратах высокого давления типа наковальни с углублениями (далее по

тексту – АВД), матрицы которых изготавливают как из твердых сплавов, так и из инструментальных сталей.

Для синтеза монокристаллических СТМ – порошков алмаза марок АС15–АС160 и КНБ марок КО, КР, КВ, КТ, ЛКВ и др., синтез которых осуществляют при давлении 4,5–5,5 ГПа и температуре 1200–1600 ^{o}С, эффективно применение АВД со стальными матрицами, которые изготавливают из быстрорежущей стали Р6М5 с реакционным объемом от 22 до 30 см^3 [2]. Для синтеза СТМ в указанных АВД применяются прессовые установки усилием 20 и 25 МН.

Крупногабаритные матрицы указанных АВД (наружный диаметр матриц составляет 95–105 мм, а высота – 45–50 мм) изготавливают из стали Р6М5 в виде проката, для которого характерно наличие крупных и неравномерно распределенных карбидов, а также инородных включений, которые являются концентраторами напряжений и служат одной из причин разрушения матриц при сравнительно небольшом количестве рабочих циклов. В результате значительно удорожается себестоимость производства СТМ.

Учитывая, что стоимость АВД в общих затратах на синтез СТМ достигает 30–40 %, основной путь снижения себестоимости их производства – повышение долговечности применяемых аппаратов.

В настоящей работе проведен анализ основных причин выхода из строя АВД при синтезе СТМ и даны рекомендации по повышению их долговечности.

При выполнении работы проводили исследования микроструктуры и изломов образцов методами металлографии, растровой электронной микроскопии и рентгеноструктурного анализа. Механические свойства стальных образцов при сжатии определяли используя стандартные методики. Давление и температуру в реакционной ячейке АВД определяли по специальным методикам, разработанным в ИСМ им. В. Н. Бакуля [3]. Напряженно-деформированное состояние АВД определяли путем решения уравнений равновесия, кинематических уравнений и физических соотношений, связывающих напряжения и деформации, методом конечных элементов [4].

Поскольку одной из наиболее распространенных причин выхода из строя АВД при синтезе СТМ является разрушения матриц в результате малоцикловой усталости [5], то становится очевидным, что для повышения долговечности АВД следует изменить традиционную технологию изготовления матриц из проката с тем, чтобы уменьшить количество дефектов структуры, которые являются очагами зарождения усталостных трещин.

Указанным требованиям, как показали проведенные нами исследования, в значительной степени удовлетворяет литая сталь Р6М5, получаемая методами специальной электрометаллургии [6].

Другая распространенная причина снижения долговечности АВД при синтезе СТМ – разрушение скрепляющих матрицу колец, для изготовления которых применяют преимущественно высокопрочную конструкционную сталь марки 35ХГСА. Разрушение колец происходит под воздействием высоких напряжений на фоне больших упругопластических деформаций.

Проведенные нами работы показали, что повышение срока службы скрепляющих колец АВД за счет повышения уровня их механических характеристик достигается в случае применения предварительной холодной пластической деформации (ПД) и промежуточной термической обработки, которые проводятся перед окончательной термической обработкой колец [7].

Расчеты и сравнительный анализ зависимости малоцикловой долговечности стальных матриц АВД, изготовленных из стали Р6М5, при рабочем давлении от значений их механических характеристик (пределов текучести и прочности при сжатии и относительного сужения) с использованием критерия Коффина–Мэнсона [8] показал (рис. 1), что наиболее сильное влияние на количество циклов нагружения матрицы АВД до появления в ней микротрещин оказывает предел прочности материала, из которого она изготовлена [5].

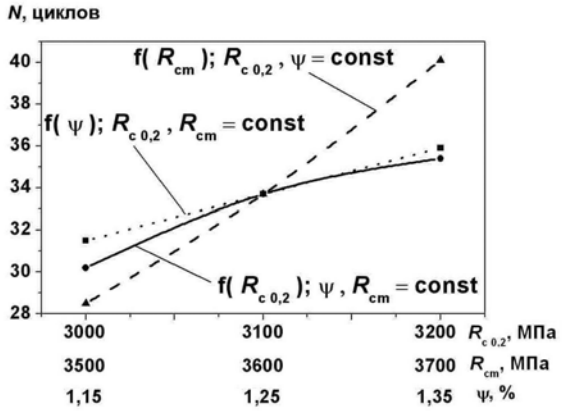
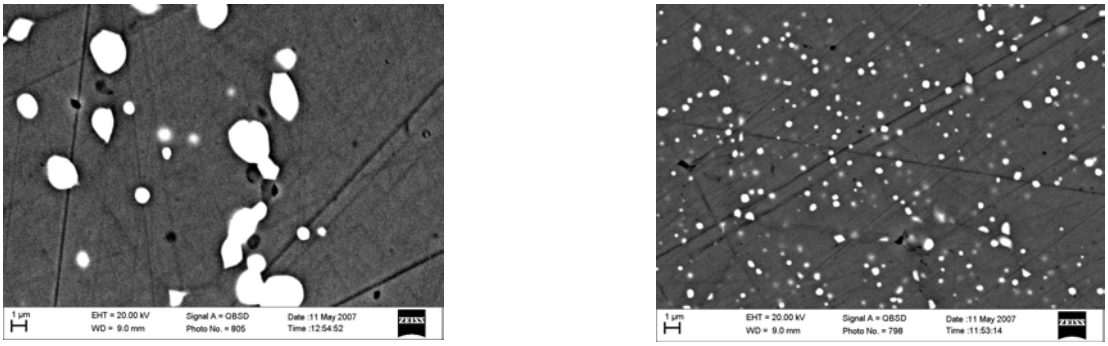


Рис. 1. Зависимость количества циклов нагружения матрицы из стали Р6М5 до появления в ней микротрещин от пределов текучести $R_{c0,2}$ и прочности R_{cm} при сжатии, а так же от относительного сужения ψ.

Реальная долговечность АВД зависит также и от способности матрицы сопротивляться развитию зародившейся в ней трещины, которая характеризуется удельной работой деформации до разрушения [9]. Такие зависимости, полученные нами для матриц из стали Р6М5, изготовленных из проката, слитков, полученных методами электрошлакового (ЭШП) и вакуумно-дугового (ВДП) переплавов, а также для матриц, полученных методом точного литья по выплавляемой модели, представлены ниже.

Сравнительный анализ микроструктуры заготовок показал, что средний размер вторичных карбидов в литых заготовках значительно меньше (0,3 мкм), чем в прокате (1,4 мкм), а их количество больше (в литых заготовках – 0,46 мкм$^{-2}$, в прокате – 0,04 мкм$^{-2}$) и распределены они по объему зерен более равномерно (рис. 2).



а *б*

Рис. 2. Распределение вторичных карбидов в прокате (а) и слитке ЭШП (б) стали Р6М5 после закалки от 1200–1240 °С и отпуска.

Наличие мелкого зерна аустенита и наследственность структуры, характерные для проката, определяют высокие значения его предела текучести и пластичности (рис. 3). Однако наличие более крупных и неравномерно распределенных вторичных карбидов в прокате по сравнению с литыми заготовками значительно снижают значения его коэффициента упрочнения и предела прочности при сжатии [10].

Таким образом, по сочетанию механических свойств слитки ЭШП и ВДП практически идентичны и превосходят остальные заготовки. Прокат, имея более высокие значения пластичности и предела текучести при сжатии, заметно уступает литым заготовкам по значению предела прочности при сжатии. Наихудшие показатели механических свойств выявлены у матриц, изготовленных методом точного литья, которые обусловлены наличием в них грубой карбидной сетки.

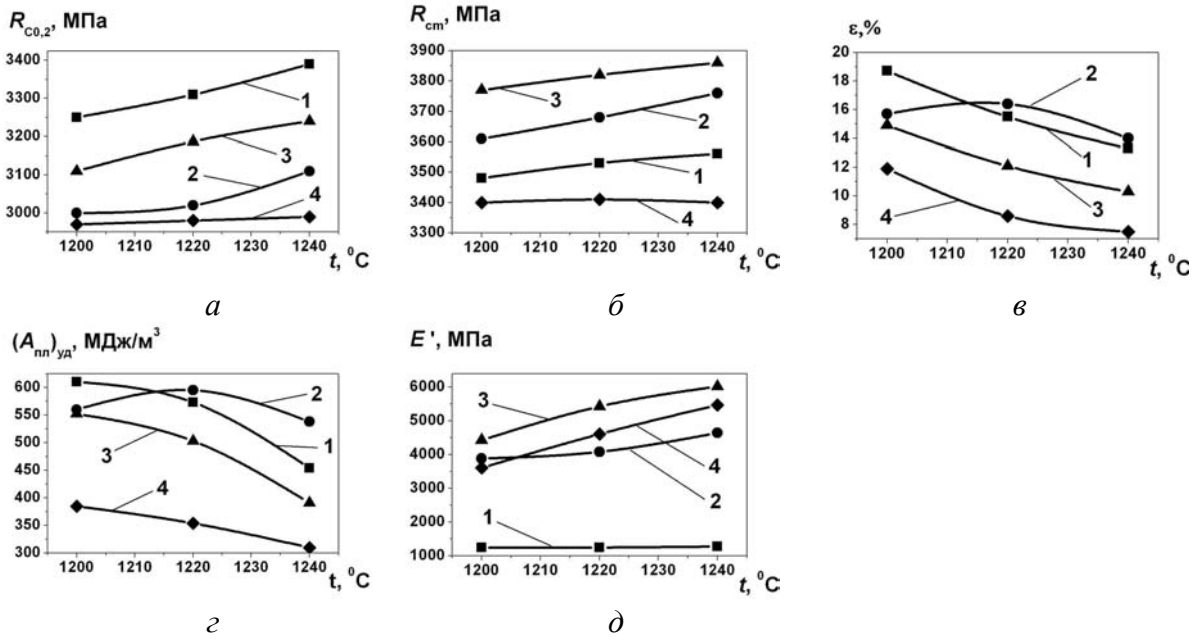


Рис. 3. Зависимость предела текучести $R_{c0,2}$ (а), предела прочности R_{cm} (б), относительной деформации ε (в), удельной работы пластической деформации $(A_{пл})_{уд}$ (г) и коэффициента упрочнения E′ (д) образцов из стали Р6М5, изготовленных из проката (1) и слитков, полученных методами ЭШП (2), ВДП (3) и точного литья (4), от температуры закалки.

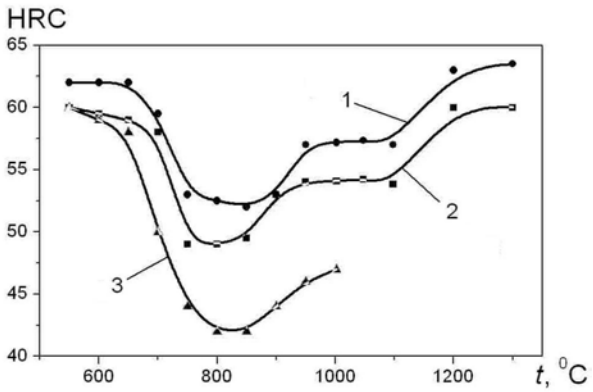


Рис. 4. Зависимость твердости закаленной стали Р6М5 от температуры нагрева в течение 1 ч при давлении 5 ГПа (1 – слиток ЭШП; 2 – прокат) и при атмосферном давлении (3).

Как показали проведенные нами работы, высокотемпературный отжиг слитков из стали Р6М5 при температуре 1220 °С приводил, с одной стороны, к заметному растворению ледебуритной сетки, а с другой – к существенному укрупнению карбидов. В результате получали микроструктуру, характерную для проката, при которой обеспечивались высокие значения пластичности и предела текучести при сжатии при низких значениях коэффициента упрочнения и предела прочности при сжатии [11]. С учетом изложенного, применять высокотемпературный отжиг для матриц АВД, изготовленных из слитков, не рекомендуется.

Учитывая, что при синтезе СТМ стальные матрицы АВД подвергаются воздействию высокотемпературного нагрева под высоким давлением, в результате чего изменяются их структура и механические свойства, изучено [12] влияние нагрева при температурах от 550 до 1250 °С (продолжительность нагрева при каждой фиксированной температуре составляла 1 ч) под давлением 5 ГПа на изменения структуры и твердости образцов из стали Р6М5, изготовленных из проката и слитков. Исследования проводились на образцах с высокой исходной твердостью. Скорость охлаждения образцов после нагрева составляла 20 – 40 °С/с.

Несмотря на существенные различия исходной структуры исследовавшихся образцов, исследования не выявили существенных различий между ними после высокотемпературного нагрева под давлением (рис. 4, 5).

Рассмотрим влияния предварительной радиальной холодной пластической деформации (далее по тексту – радиальная ПД) скрепляющих колец АВД, изготовленных из стали 35ХГСА, на их механические свойства. Исследования проводились на образцах в виде колец, изготовленных из стали 35ХГСА, которые подвергались радиальной ПД на установке, схема которой приведена на рис. 6. Перед радиальной ПД образцы подвергались либо отжигу, либо нормализации, а после радиальной ПД проходили окончательную термическую обработку.

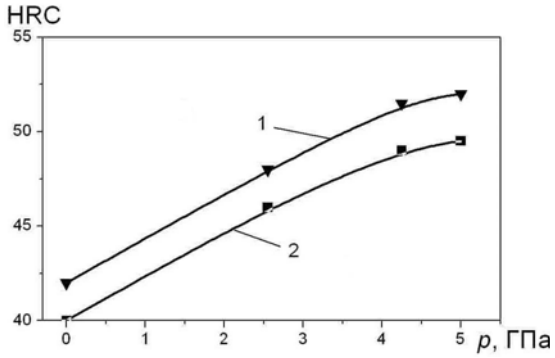


Рис. 5. Зависимость твердости закаленной стали Р6М5 от величины давления после нагрева при температуре 850 °С в течение 1 ч: 1 – слиток ЭШП; 2 – прокат.

Степень деформации каждого образца при радиальной ПД определяли как относительное увеличение его внутреннего диаметра по формуле $\delta = (d_2 - d_1)/d_1$, где d_1 и d_2 – внутренний диаметр образца до и после деформации соответственно.

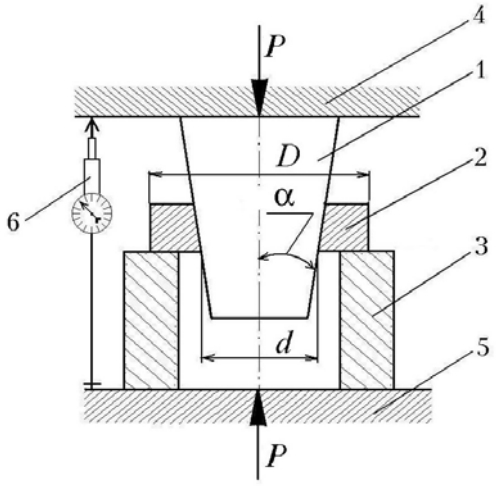


Рис. 6. Схема установки для радиальной ПД образцов: 1 – деформирующий пуансон; 2 – образец; 3 – гильза; 4, 5 – опорные плиты пресса; 6 – датчик перемещения.

Установлено [13], что наибольшую пластичность после окончательной термической обработки имели образцы, степень радиальной ПД которых составляла около 16 % (рис. 7). Для определения пластичности образцов после окончательной термической обработки их доводили до разрушения, используя ту же установку, на которой проводили радиальную ПД образцов.

Следует отметить, что разрушенные образцы, не подвергавшиеся радиальной ПД, имели излом, характерный для отрыва (рис. 8, *а*). Механизм разрушения таких образцов вязкий с элементами хрупкого. На изломах же образцов, прошедших радиальную ПД, кроме отрыва, присутствуют зоны пластической деформации сдвигом (рис. 8, *б*).

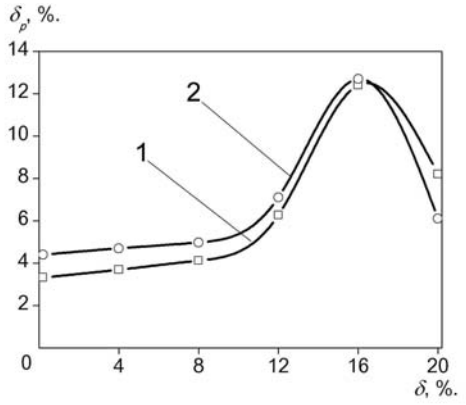
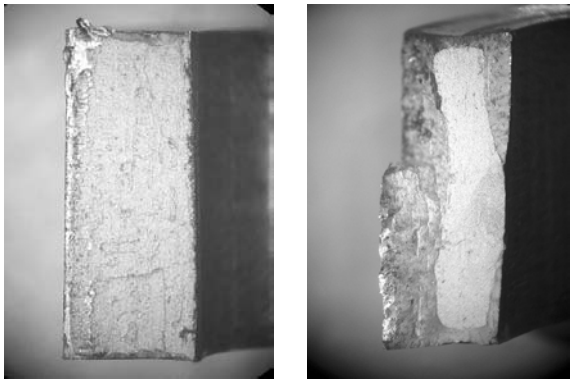


Рис. 7. Зависимость степени деформации до разрушения δ_p образцов из стали 35ХГСА от степени δ радиальной ПД: 1 – образцы, которые прошли отжиг перед радиальной ПД; 2 – образцы, которые прошли нормализацию перед радиальной ПД.



а *б*

Рис. 8. Изломы образцов, которые не подвергались радиальной ПД (а), и образцов, степень радиальной ПД которых составляла 16 % (б).

Дифракционные линии образцов, подвергнутых радиальной ПД, шире линий образцов, не подвергавшихся ПД (таблица). Анализ зависимости интегральной ширины линий от угла рассеяния показал, что их уширение происходит, в основном, за счет наличия в образцах микроискажений решетки.

Величины полуширин $K\alpha_1$-составляющей дифракционных дублетов мартенсита образцов из стали 35ХГСА, град

Состояние образца	Степень радиальной ПД, %	$K\alpha_1$ для номера дифракционной линии				
		110	200	211	220	310
До разрушения	0	0,484	0,728	0,988	1,314	1,805
	16	0,485	0,757	1,054	1,429	1,992
После разрушения	0	0,447	0,668	0,916	1,235	1,720
	16	0,387	0,564	0,748	0,977	1,321

Для разрушенных образцов характерно уменьшение ширины дифракционных линий ниже значений, наблюдаемых до разрушения. Это связано с тем, что холодная пластическая деформация снижает тетрагональность мартенсита в результате выхода части атомов углерода из октаэдрических пор мартенсита в примесные атмосферы дислокаций [14, 15]. При этом большее сужение дифракционных линий наблюдается в образцах, которые подвергались радиальной ПД. По-видимому, радиальная ПД снижает стабильность мартенсита после окончательной термической обработки. При пластической деформации происходит интенсивный распад мартенсита, что и приводит к повышению пластичности. Захват дислокациями атомов углерода в свои примесные атмосферы обеспечивает их сильное закрепление и соответственно высокий уровень прочности закаленной стали после радиальной ПД.

Как видно из представленных результатов, образцы, подвергавшиеся радиальной ПД, благодаря высокой пластичности разрушаются при более высоких уровнях контактного давления чем образцы, не подвергавшиеся радиальной ПД (рис. 9).

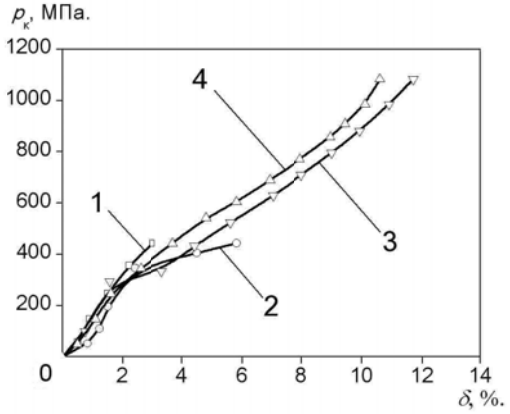


Рис. 9. Зависимость между степенью деформации δ и контактным давлением $p_к$ образцов после различных режимов радиальной ПД и термической обработки: 1 – отжиг; 2 – нормализация; 3 – отжиг и радиальная ПД со степенью, равной 16 %; 4 – нормализация и радиальная ПД со степенью, равной 16 %.

Значительная степень предварительной холодной деформации при изготовлении скрепляющих колец АВД с целью повышения их механических характеристик также может быть достигнута в случае использования холодной деформации осадкой (далее по тексту – ПД осадкой) заготовок колец. Кроме того, применение ПД осадкой позволяет использовать для изготовления колец заготовки, изготовленных из проката меньшего диаметра, имеющего лучшую структуру и механические свойства.

Учитывая это, исследовано влияние ПД осадкой заготовок скрепляющих колец АВД, изготовленных из стали 35ХГСА в виде проката, на их механические свойства [16].

Степень деформации заготовок при ПД осадкой определяли по формуле $\delta = (h_1 - h_2)/h_1$, где h_1 и h_2 – высота заготовки до и после ПД осадкой соответственно.

После ПД осадкой из заготовок изготавливались образцы в виде колец, которые проходили окончательную термическую обработку. Затем образцы подвергались разрушению путем радиальной пластической деформации на установке, представленной на рис. 6.

Зависимость между степенью ПД осадкой δ и контактным давлением $p_к$ образцов, подвергавшихся различным видам термической обработки, приведена на рис. 10. Как видно из представленных результатов, для всех испытанных образцов характерно наличие больших пластических деформаций, которые происходят без заметного увеличения контактного давления вплоть до разрушения образцов.

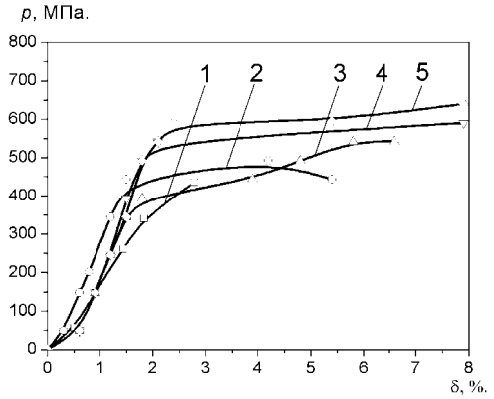


Рис. 10. Зависимости между степенью ПД осадкой δ и контактным давлением $p_к$ образцов после различных режимов ПД осадкой и термической обработки: 1 – отжиг; 2 – отжиг и ПД осадкой, равная 30 %; 3 – нормализация и ПД осадкой, равная 30 %;4 – отжиг и ПД осадкой, равная 50 %; 5 – нормализация и ПД осадкой, равная 50 %.

Результаты исследований, представленные выше, используются в ИСМ им. В. Н. Бакуля при изготовлении АВД для синтеза СТМ и спекания поликристаллов на их основе. Применение для изготовления матриц АВД стали Р6М5, полученной методами литья взамен применявшегося ранее проката, позволило повысить долговечность применяемых аппаратов и снизить производственные затраты на синтез СТМ.

Выводы

1. Определены значения коэффициента упрочнения при пластической деформации закаленной стали Р6М5, полученной методами литья, и показано, что их величина превышает значения коэффициента упрочнения проката стали Р6М5 благодаря наличию в литой стали в большем количестве более мелкодисперсных вторичных карбидов.

2. Установлено влияние высокотемпературного нагрева под давлением 5 ГПа на свойства закаленной стали Р6М5, полученной методом литья, и установлено, что высокое давление препятствует разупрочнению стали, что положительно сказывается на долговечности изготавливаемых из нее матриц АВД.

3. Методом конечных элементов проведен расчет долговечности стальных матриц АВД при *p, T*-параметрах синтеза СТМ и показано, что наибольше увеличение долговечности матриц связано с ростом предела прочности материала, из которого они изготовлены.

4. Установлено, что предварительная холодная радиальная пластическая деформация и деформация осадкой заготовок скрепляющих колец АВД из стали 35ХГСА повышают пластичность стали после окончательной термической обработки.

Литература

1. Синтетические сверхтвердые материалы: В 3 т. / Под ред. Н. В. Новикова. – К.: Наук. думка, 1986. – Т. 1: Синтез сверхтвердых материалов. – 280 с.
2. Сверхтвердые материалы. Получение и применение: В 6 т. / Под общ. ред. Н. В. Новикова. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля, ИПЦ «АЛКОН» НАНУ, 2003. – Т. 1: Синтез алмаза и подобных материалов / Отв. ред. А. А. Шульженко. – 320 с.
3. Герасимович А. В., Вишневский Э. Б., Ляшенко А. Ф. Ячейка для измерения сверхвысоких давлений // Синтетические алмазы. – 1973. – № 3. – С. 4–5.
4. Идесман А. В., Левитас В. И. Диалоговая система для расчета напряженно-деформированного состояния элементов конструкций с учетом термоупругопластических деформаций и контактного взаимодействия CONPLAS (КОНПЛАС) // Программные продукты Украины. – Киев: ТЕХНО, 1994. – С. 92.
5. Долговечность и характерные виды разрушения стальных матриц АВД при синтезе СТМ / П. А. Балабанов, А. И. Боримский, С. Б. Полотняк, Л. И. Александрова // Сверхтв. материалы. – 2003. – № 5. – С. 40–48.
6. Свойства и применение быстрорежущей стали, полученной методом ЭШП в кристаллизаторе, для изготовления матриц АВД /А. И. Боримский, П. А. Балабанов, В. Г. Делеви и др. // Синтез, спекание и свойства сверхтвердых материалов. – Сер. Материаловедение: Сб. науч. тр. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2000. – С. 197–203.
7. Упрочнение материалов методами гидропрессования / К. В. Волков, А. И. Капустин, В. З. Спусканюк, Ю. Ф Черный. – К.: Наук. думка, 1991. – 593 с.
8. Расчеты на прочность деталей машин: Справочник / И. А. Биргер, Б. Ф. Шорр, Г. Б. Иосилевич. – М.: Машиностроение, 1979. – С. 15–17.
9. Трощенко В. Т. Усталость и неупругость металлов. – К.: Наук. думка, 1971. – 267 с.
10. Структура і механічні властивості матриць апаратів високого тиску із сталі Р6М5, одержаної різними методами / П. А. Балабанов, О. І. Боримський, В. Г. Делєві та ін. // Металознавство та обробка металів. –2004. – № 1. – С. 7–12.
11. Повышение долговечности стальных матриц аппаратов высокого давления при синтезе сверхтвердых материалов / Балабанов П. А., Боримский А. И., Делеви В. Г. и др. // Межд. конф. «Современное материаловедение: достижения и проблемы» MMS–2005, К., Украина, 26–30 сентября 2005 г.: Тез. докл. – К.: Видавничий дім «Академперіодика» НАН України, 2005. – Т. 1. – С. 279–280.
12. Балабанов П. А. Влияние воздействия высокого давления и температуры на микроструктуру и механические свойства стальных матриц АВД // Сверхтв. материалы. –2004. – № 5. – С. 43–48.

13. Вплив холодної радіальної пластичної деформації на структуру та механічні властивості скріплюючих кілець апаратів високого тиску, виготовлених зі сталі 35ХГСА / П. А. Балабанов, О. І. Боримський, В. Г. Делєві та ін. // Вісн. ЖДТУ: Техн. науки. – 2005. – № 4 (35). – С. 7–13.
14. Курдюмов Г. В., Утевский Л. М., Энтин Р. И. Превращения в железе и стали. – М.: Наука, 1977. – 237 с.
15. Wilson D. V. Effects of plastic deformation on carbide precipitation in steel // Acta Met. – 1957. – Vol. 5, N 6. – P. 293–302.
16. Застосування холодної пластичної деформації осадкою для підвищення пластичності скріплюючих кілець апаратів високого тиску / П. А. Балабанов, О. І. Боримський, В. Г. Делеві, Т. Ю. Чіпенко // Міжн. конф. студентів і молодих вчених з теоретичної та експериментальної фізики «ЕВРИКА–2007». Львів, 22–24 травня 2007 р.: Збірник тез. – Львів: ЛНУ ім. Івана Франка, 2007. – С. D30.

Поступила 16.07.07.

УДК 536.42: 661.657.5

Т. О. Гарбуз, асп.[1]; **О. В. Кріштова**, інж.[1];
М. П. Беженар, докт. техн. наук[1]; **С. А. Божко**, канд. техн. наук[1];
Н. М. Білявина, канд. фіз.-мат. наук[2]

[1]*Інститут надтвердих матеріалів ім. В. Н. Бакуля НАН України, м. Київ, Україна*
[2]*Київський національний університет ім. Тараса Шевченка, м. Київ, Україна*

ФІЗИКО-ХІМІЧНА ВЗАЄМОДІЯ В СИСТЕМАХ *c*BN–TiB_2–Al, cBN–ZrN–Al ПІД ЧАС СПІКАННЯ ПІД ВИСОКИМ ТИСКОМ І ВЛАСТИВОСТІ ОДЕРЖАНИХ КОМПОЗИТІВ

The phase composition of the samples gained at a high pressure from an intermixture of two compositions (cBN–TiB_2–Al and cBN–ZrN–Al) is explored at change of temperature (1300–2300 K) and durations (5–300 s) sintering. Properties of samples (density, hardness, electroresistance) in connection with modes of a sintering are studied.

Вступ

В ІНМ НАН України створено науково-технологічні основи отримання надтвердих полікристалічних матеріалів кубічного нітриду бору, розроблені композити інструментального і конструкційного призначення, серед яких відомі в світі марки киборит-1, -2, -3, остання розробка – двошаровий електропровідний композит КНБ на твердосплавній підкладці для складнопрофільного інструменту. Для отримання майже всіх згаданих матеріалів використовують спосіб двостадійного реакційного спікання з алюмінієм [1]. Параметри спікання кибориту-2 (*c*BN–Al) і кибориту-3 (*c*BN–TiC–Al) нами детально досліджені, оптимізовані і адаптовані для апаратів високого тиску (АВТ) різного типу. Для отримання композитів КНБ інструментального призначення (PCBN) провідні світові фірми використовують в складі шихти з *c*BN метали Al, Co, а серед тугоплавких сполук практично обмежуються порошками TiC, TiN, TiCN [2].

Останнім часом наші дослідження спрямовані на отримання композитів КНБ, зміцнених боридами тугоплавких металів. Використання в складі шихти *c*BN–Al добавок TiB_2 [3] і ZrN [4] показало, що вони впливають на реакційну взаємодію між cBN і Al, а також на функціональні властивості отриманих композитів. Присутність у шихті TiB_2 – фази, ізоструктурної з AlB_2, – сприяло зсуву реакційної взаємодії між *c*BN і Al вбік утворення дибориду замість вищих боридів

алюмінію за рахунок епітаксіальної кристалізації зародків, що дає перспективу завершення реакційної взаємодії за нижчих *p,T*-параметрів спікання. Присутність у шихті ZrN ініціювало реакцію, яку можна уявити як наслідок одночасної взаємодії: Al+BN=AlN+B; Al+ZrN=AlN+Zr; Zr+2B=ZrB_2; при цьому ZrB_2 кристалізується з розплаву і за певних умов може забезпечити ефект дисперсійного зміцнення фази AlN. Подібний ефект ми спостерігали в процесі спікання кибориту-3, коли TiC у складі шихти *c*BN–TiC–Al брав участь у реакціях з утворенням TiB_2 [5].

В [3, 4] ми варіювали в складі шихти (співвідношення *c*BN і тугоплавкої сполуки), а спікання всіх зразків виконували за одним режимом (7,7 ГПа, 2300 *K*). У цій роботі склад шихти був обмежений 10 % (за масою) TiB_2 або 13 % (за масою) ZrN, варіювали температуру і тривалість процесу спікання.

Метою роботи було вивчення кінетики реакційної взаємодії в системах *c*BN–TiB_2–Al і *c*BN–ZrN–Al, її впливу на формування фазового складу і властивостей композитів для вибору оптимальних режимів їх спікання.

Методики дослідження

У складі шихти використовували порошки кубічного нітриду бору марки КМ 14/10, алюмінію марки АП і тугоплавких сполук – дибориду титану [3], нітриду цирконію [4]. Спікання виконували в АВТ тороїд з робочим об'ємом 1 $см^3$. Всі зразки просочували алюмінієм з шихти (p=2,5 ГПа, T=1300 *K*, 20 с), далі спікали під тиском 7,7 ГПа протягом 60 с за температур 1300, 1750, 2100 і 2300 *K*, а за T=1750 *K* тривалість спікання становила від 5 до 300 с. В кожному варіанті експериментів отримували 3–6 зразків.

Після спікання поверхню зразків піддавали механічній обробці, потрібній для структурних і фізико-механічних досліджень. Фазовий склад визначали за методом рентгендифрактометричного (XRD) аналізу з використанням автоматизованого дифрактометра ДРОН-3 і комплексу програм, укомплектованого базою даних дифрактограм еталонних сполук. Густину зразків визначали методом гідростатичного зважування в ацетоні з інструментальною похибкою 1,1 % та вимірюванням геометричних розмірів з інструментальною похибкою 0,7 %, середня статистична похибка вимірювань становила 0,3 %. Для розрахунку густини безпористих композитів використовували баланс маси в реакціях і табличні дані (г/$см^3$): 3,49 (*c*BN); 2,7 (Al); 3,12 (AlN); 4,53 (TiB_2); 7,35 (ZrN); 6,09 (ZrB_2). Твердість зразків вимірювали індентором Кнупа за навантаження 9,8 Н. Електричний опір вимірювали з використанням цифрового омметра Щ34, відносна інструментальна похибка в досліджуваному діапазоні вимірювань становила 5 %.

Результати

Фазовий склад зразків системи cBN–TiB_2–Al. Еволюцію зміни фазового складу зразків показано на рис. 1, *а*.

Вміст фаз в % (*) оцінювали за інтенсивністю відповідних відбиттів; тут і далі вміст *c*BN не показаний. Після просочення вміст фаз *c*BN, TiB_2 і Al у зразках відповідав їх вмісту в шихті, а продукти реакційної взаємодії ідентифіковані не були. Деяке зростання періоду кристалічної ґратки алюмінію (рис. 1, *б*) можна пояснити утворенням на її основі твердого розчину (бору і/або титану). Після спікання за 7,7 ГПа і 1300 *K* протягом 60 с фазовий склад практично не змінився, проте період ґратки алюмінію продовжував зростати.

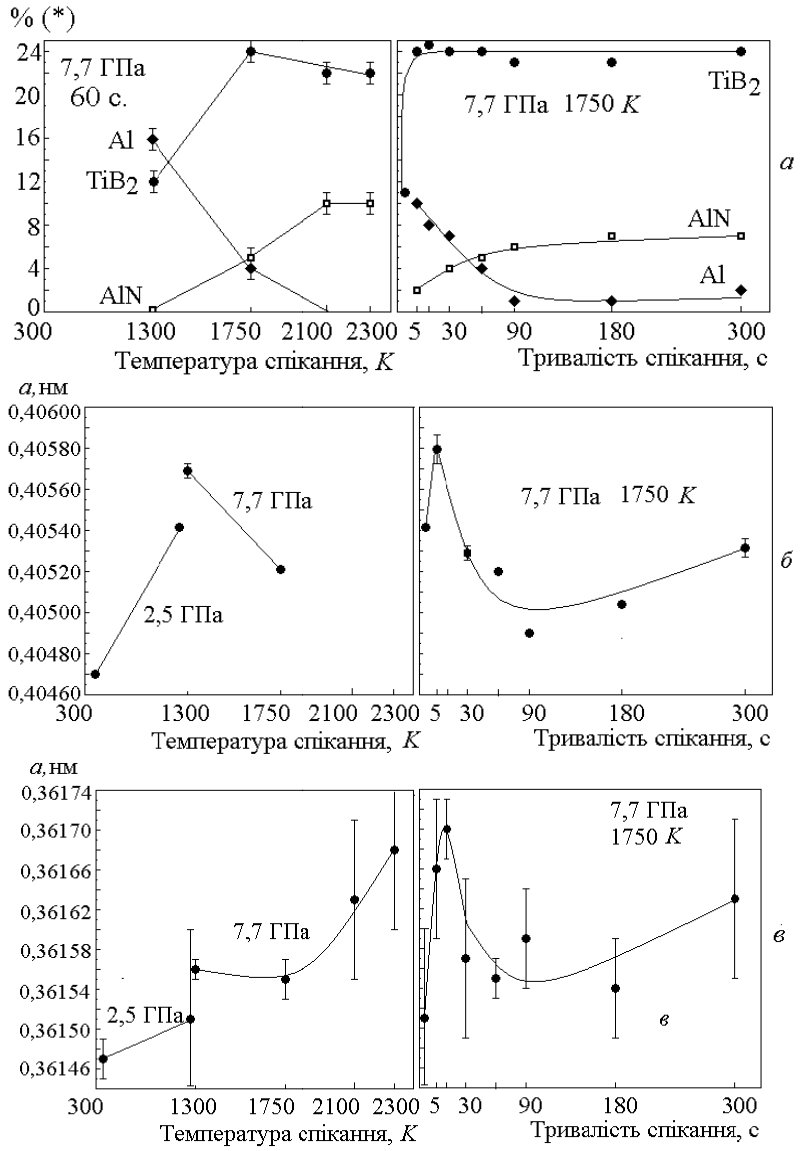


Рис. 1. Еволюція фазового складу (а), періодів кристалічних ґраток Al (б) і cBN (в) під час спікання в АВТ шихти cBN–10 % Al–10 % TiB_2.

Реакційна взаємодія в шихті починалася і майже цілком завершувалася за температури 1750 *K*. В результаті взаємодії утворювалися нітрид алюмінію та, найвірогідніше, твердий розчин на основі дибориду титану $Ti_xAl_{1-x}B_2$ [3] (близькі значення періодів кристалічних ґраток TiB_2 та AlB_2 (табл. 1) не дозволяють підтвердити або спростувати це припущення).

Еволюція періоду кристалічної ґратки Al в процесі спікання за 1750 *K* є наслідком кристалізації боридних фаз із розплаву. Повне завершення реакційної взаємодії спостерігалося в зразках, що спікали за 2100 і 2300 *K*.

Окремо слід сказати про еволюцію періоду ґратки *c*BN (рис. 1, *в*). Його зростання в процессі спікання за умов високого тиску ми спостерігали і раніше:

в інтервалі температур 2100–2300 *K* у зв'язку з процесами термічної деструкції кристалічної ґратки під час спікання порошків *c*BN без добавок у шихті [9];

в інтервалі температур 1000–1600 *K* в зв'язку з утворенням твердого розчину Al в кристалічній ґратці *c*BN при реакційному спіканні з Al, особливо в режимі з попереднім просоченням [10];

нарешті, в зв'язку з дифузією вуглецю в кристалічну ґратку *c*BN [11].

У цій роботі максимальні значення періодів ґраток *c*BN і Al в перші секунди ізотермічного (1750 *K*) спікання можуть бути пов'язані з розчиненням титану в розплаві алюмінію і його переносом з розплавом та дифузією в кристалічну ґратку *c*BN. Це може спричиняти також можливість кристалізації з розплаву фази $Ti_xAl_{1-x}B_2$.

Таблиця 1. **Періоди кристалічної ґратки фаз зі структурою типу AlB_2***

Фаза	Характеристика зразку	*a*=*b*, нм	*c*, нм	*c*/*a*	*V*, нм^3	Δ*V*/*V*, %
AlB_2	– [6]	0,30050	0,32537	1,0828	0,02543	–1,17
AlB_2	Al–cBN, 7,7 ГПа, 1750 К [7]	0,3016(3)	0,3268(2)	1,0835	0,02573(8)	0
TiB_2	– [8]	0,3028	0,3228	1,066	0,02563	–0,39
TiB_2	Вихідний порошок	0,30298(1)	0,32277(2)	1,065	0,02566(1)	–0,27
TiB_2	Ця робота	0,3031(1)	0,3231(1)	1,066	0,02571(3)	–0,07
ZrB_2	– [8]	0,3168	0,3528	1,114	0,03066	19,16
ZrB_2	Ця робота	0,3162 (1)	0,3519 (1)	1,113	0,03047	18,42

* В дужках дисперсія значень в останній цифрі.

Фазовий склад зразків системи cBN–ZrN–Al. Перш за все слід відзначити, що реакційна взаємодія в системі *c*BN–ZrN–Al починається дещо раніше, ніж у системі *c*BN–TiB_2–Al, але пізніше, ніж у системі *c*BN–Al. Це підтверджує ідентифікація продуктів взаємодії і ступінь завершеності реакцій з алюмінієм у зразках після просочення (табл. 2).

Таблиця 2. **Реакційна взаємодія при спіканні композитів КНБ на стадії просочення алюмінієм (*p*=2,5 ГПа, *T*=1300 *K*, 20 с)**

Шихта	Вміст фаз, долі від максимального				Література
	Al	AlN	ZrN	ZrB_2	
*c*BN+10 % TiB_2+10 % Al	1	0	–	–	Ця робота
*c*BN+13 % ZrN+10 % Al	0,99	0,01	0,99	0,01	Ця робота
*c*BN+10 % Al	0,5	0,5	–	–	[10]

Тиск 7,7 ГПа активує утворення продуктів реакційної взаємодії в системі *c*BN–ZrN–Al, в першу чергу AlN, реакційна взаємодія з алюмінієм тут практично завершується за 60 с за температури 2100 *K* або за тривалого (180–300 с) ізотермічного спікання за 1750 *K* (рис. 2,*а*). Реакції з утворенням ZrB_2 йдуть повільніше і не до кінця (рис. 2,*б*).

Середнє значення періоду кристалічної ґратки *c*BN після спікання в шихті з ZrN за температур 1300–1700 *K* становило 0,36142 (3) нм. Воно зростало до 0,36150–0,36155 нм тільки після спікання за 2100–2300 *K* у зв'язку з температурною деструкцією ґратки. Середнє значення періоду кристалічної ґратки залишкового алюмінію в зразках становило 0,40539 (4) нм, тобто залишалося стабільно вищим ніж у вихідному порошку Al (0,40470 нм). Можна припустити, що механізм реакційної взаємодії в системі *c*BN–ZrN–Al включає дисоціацію *c*BN і ZrN, розчинення та дифузію цирконію і бору в розплаві Al з одночасною кристалізацією ZrB_2 і AlN. Азот як продукт дисоціації *c*BN і ZrN взаємодіє з розплавом Al. Тому за однакового вмісту алюмінію в шихті в процесі його взаємодії з боридами та нітридом цирконію кількість AlN по завершенні спікання була більшою в зразках саме з ZrN (див. рис. 1,*а* і 2,*а*). На відміну від системи *c*BN–TiB_2–Al, де високі значення періоду ґратки *c*BN (див. рис. 1,*в*) ми пов'язували з дифузією титану з розплаву, в системі *c*BN–ZrN–Al за таких самих *p,T*-умов перенос цирконію до кристалічної ґратки *c*BN не відбувався. В цілому періоди ґратки *c*BN у зразках, отриманих у двох системах, істотно відрізнялися.

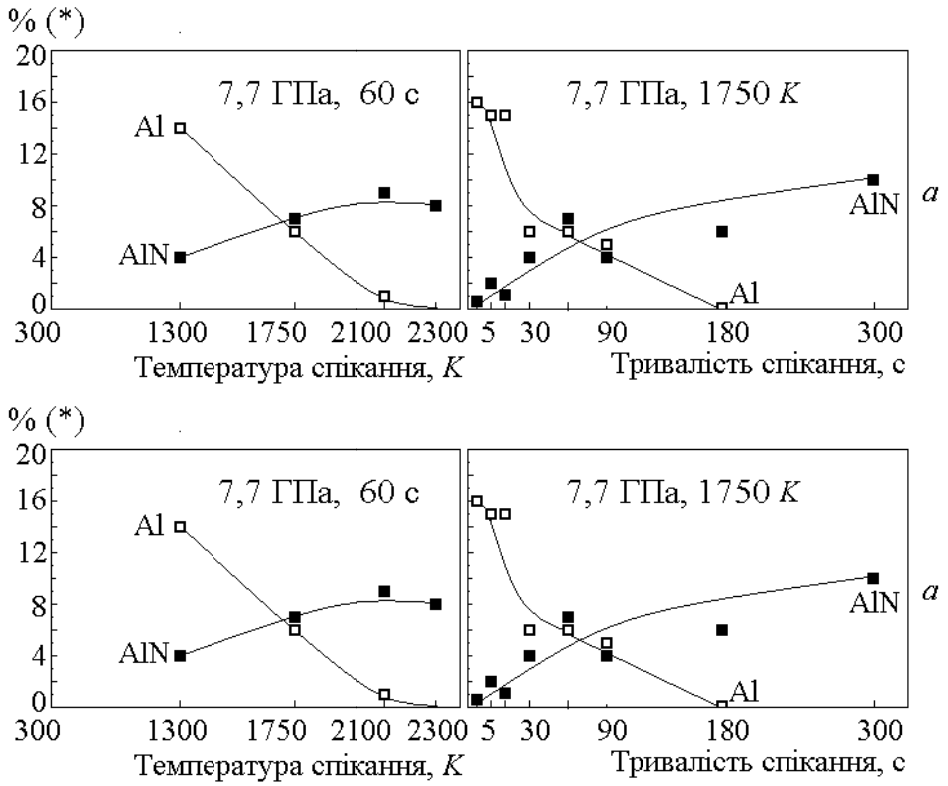


Рис. 2. Продукти реакційної взаємодії – AlN (а) і ZrB_2 (б) під час спікання в АВТ шихти cBN–13 % ZrN–10 % Al

Період кристалічної ґратки ZrN в усіх експериментах не змінювався, а його середнє значення (0,45714(4) нм) збігалося з таким у вихідному порошку (0,45715 нм). Зазначимо також, що в полікристалах ZrN, отриманих за таких самих *p,T*-умов, але без Al, який зв'язує адсорбований в шихті кисень, період ґратки зростав до 0,45750 нм у зв'язку з утворенням оксинітридів цирконію.

Фазу AlB_2 в цих експериментах ідентифіковано не було, натомість об'єм елементарної ячейки фази ZrB_2 в порівнянні з [8] (див. табл. 1) був істотно меншим. Тому можливо припустити утворення твердих розчинів $Zr_XAl_{1-X}B_2$ під час спікання за умов високого тиску сплавів у системі *c*BN–ZrN–Al.

Припускаючи лінійну залежність періодів ґратки взаємного твердого розчину $Zr_XAl_{1-X}B_2$, можна оцінити склад цієї фази в синтезованих зразках (табл. 3) (нестехіометрію складу дибориду алюмінію ($Al_{0,9}B_2$) [6, 7] не враховували).

Таблиця 3. **Склад фази $Zr_XAl_{1-X}B_2$ у зразках після різної тривалості спікання за *p*=7,7 ГПа, *T*=1750 *K***

Зразок	*a*, нм	*c*, нм	*x*(за *a*)	*x*(за *c*)	*x*	Формула
ZrB_2 [8]	0,3168	0,3528	1	1	1	ZrB_2
30 с	0,3157(2)	0,3517(4)	0,928	0,958	0,943	$Zr_{0,94}Al_{0,06}B_2$
60 с	0,31662(7)	0,35216(6)	0,988	0,975	0,981	$Zr_{0,98}Al_{0,02}B_2$
90 с	0,31639(7)	0,3512(1)	0,973	0,938	0,956	$Zr_{0,96}Al_{0,04}B_2$
AlB_2 [7]	0,3016(3)	0,3268(2)	0	0	0	AlB_2

Властивості зразків системи cBN–TiB₂–Al і cBN–ZrN–Al. У табл. 4 за даними довідників наведені мікротвердість і питомий електричний опір окремих фаз, в табл. 5 і 6 – властивості експериментальних зразків залежно від складу шихти, температури і тривалості спікання.

Таблиця 4. **Мікротвердість і питомий електричний опір деяких фаз [12]**

Фаза	Al	TiB_2	ZrB_2	ZrN	AlB_2	TiC	cBN	AlN
ρ, 10^{-7} Ом·м	0,29	0,9	0,97	2,0	3–8	6,0	10^{13}	10^{13}
Нμ, ГПа	–	33,7	22,5	16,7	9,6	31,7	42	12

Таблиця 5. **Властивості зразків після спікання за *p*=7,7 ГПа, τ=60 с**

Температура, *K*	Просочення	1300	1750	2100	2300
*c*BN–TiB_2–Al					
ρ, г/см^3	3,14	3,42	3,45	3,46	3,47
ρ, %	0,902	0,983	0,991	0,994	0,997
% Al (мас)	5,5	4,1	1,4	0	0
ρ, Ом·м	$3\cdot10^{-4}$	$7\cdot10^{-4}$	$2{,}3\cdot10^{-3}$	8,0	75,0
HKN, ГПа	15±1,5	23±1	31±1	34±1,5	35±1,5
*c*BN–ZrN–Al					
ρ, г/см^3	3,31	3,55	3,59	3,61	3,62
ρ, %	0,905	0,970	0,981	0,986	0,989
% Al (мас)	5,3	4,5	2,2	0,4	0
ρ, Ом·м	$4\cdot10^{-4}$	$1{,}1\cdot10^{-3}$	$7{,}1\cdot10^{-3}$	$0{,}9\cdot10^{5}$	$1{,}6\cdot10^{5}$
HKN, ГПа	10,6±0,5	12,1±0,2	23,5±0,2	23,8±0,5	24,3±0,5

Таблиця 6. **Властивості зразків після спікання за *p*=7,7 ГПа, T=1750 *K***

Тривалість, с	5	15	30	60	90	180	300
*c*BN–TiB_2–Al							
ρ, %	0,983	0,986	0,989	0,991	0,994	0,994	0,999
% Al (мас)	3,4	2,7	2,4	1,4	0,3	0,4	0,7
ρ, Ом·м	$4\cdot10^{-4}$	$1{,}6\cdot10^{-3}$	$2{,}1\cdot10^{-3}$	$2{,}4\cdot10^{-3}$	$5\cdot10^{-3}$	$7\cdot10^{-3}$	$1{,}9\cdot10^{-3}$
HKN, ГПа	24±1	27±1	29±1	31±1	33±1,5	33±1,5	32±1,5
*c*BN–ZrN–Al							
ρ, %	0,945	0,964	0,973	0,981	0,986	0,992	0,970
% Al (мас)	5,0	4,9	4,8	2,2	2,1	0	0
ρ, Ом·м	$5\cdot10^{-4}$	$1{,}6\cdot10^{-3}$	$1{,}7\cdot10^{-3}$	$7{,}1\cdot10^{-3}$	$1{,}3\cdot10^{-1}$	$2{,}1\cdot10^{3}$	$5\cdot10^{2}$
HKN, ГПа	12±1	12±0,4	15,9±1	23,5 ±0,5	25±1	23±0,5	21±0,5

У зразках із шихти *c*BN–TiB_2–Al максимальних значень твердості 34–35 ГПа досягали за температури спікання 2100–2300 *K*. Тривале спікання за *T*=1750 *K* дозволяло отримати дещо нижчі значення (33 ГПа) за майже однакової відносної густини зразків 0,994–0,997. Цьому могли сприяти сліди Al у структурі. За незначної різниці в твердості важливою перевагою режиму спікання за *T*=1750 *K* стає невисокий електричний опір зразків $(5–7)\cdot10^{-3}$ Ом·м. За порядком величини це наближається до рівня електропровідного композита кубічного нітриду бору системи *c*BN–TiC–Al (~10^{-4} Ом·м) за твердості останнього *HKN*=25 ГПа [12].

У зразках із шихти *c*BN–ZrN–Al твердості 24 ГПа і електричного опору ~10^{-3} Ом·м досягали спіканням за 1750 *K* тривалістю 60 с. Подальше спікання за 1750 *K* призводило до нестабільності електричного опору в зразках, а з підвищенням температури спікання до 2100–2300 *K* він зростав на декілька порядків. Твердість у цьому разі зберігала досягнуті значення.

Електропровідність композитів кубічного нітриду бору є важливою характеристикою, певний її рівень дозволяє під час виготовлення інструменту застосовувати методи електроіскрового різання, менш затратні в порівнянні з алмазним різанням. Отримані результати доводять перспективність використання добавок TiB_2 і ZrN у шихті в процесі реакційного спікання *c*BN з Al.

Висновки

1. Фізико-хімічна взаємодія під час спікання в АВТ шихти *c*BN–10 % TiB_2–10 % Al починалася і завершувалася за p=7,7 ГПа, T=1750 *K* з утворенням нітриду алюмінію та диборидів титану і алюмінію, найвірогідніше, складу $Ti_xAl_{1-x}B_2$. Фізико-хімічна взаємодія в шихті *c*BN – 13 % ZrN – 10 % Al починалася раніше, як і в шихті *c*BN–10 % Al, на стадії просочення за p=2,5 ГПа, T=1300 К. Але на відміну від систем *c*BN–Al і *c*BN–TiB_2–Al, де утворення нітриду алюмінію передувало кристалізації з розплаву боридних фаз, в системі *c*BN–ZrN–Al утворення фаз AlN і $Zr_xAl_{1-x}B_2$ відбувалося синхронно, а по завершенні спікання за p=7,7 ГПа, T=1750 *K* кількість AlN була більшою саме в зразках цієї системи.

2. Після спікання за p=7,7 ГПа, T=1750 *K* протягом 60–90 с у зразках залишався Al (0,3–2,0 %). За його участю разом з електропровідними тугоплавкими сполуками утворювалася структура, що забезпечувала питомий електричний опір ~10^{-3} Ом·м і твердість 33 та 24 ГПа в системах *c*BN–TiB_2–Al і *c*BN–ZrN–Al відповідно.

Література

1. Патент25281, Україна, МКИ C04B35/5831. Спосіб спікання композиційного матеріалу на основі кубічного нітриду бору / М. В. Новіков, О. О. Шульженко, М. П. Беженар, С. А. Божко. – Заявл. 21.07.97, Опубл. 25.12.98, Бюл. № 6.
2. Беженар М. П., Лошак М. Г., Шульженко О. О., Александрова Л. І., Божко С. А., Білявина Н. М., Заіка М. І. Фізико-механічні властивості та структура полікристалічних матеріалів, отриманих з порошків *c*BN різної дисперсності // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения / Сб. научн. тр. – Вып. 9. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля, 2006. – С. 168–174.
3. Гарбуз Т. О., Беженар Н. П., Божко С. А., Білявина Н. М. Спікання при високому тиску порошків *c*BN з добавками TiB_2 і Al та властивості одержаних полікристалів // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения / Сб. научн. тр. – Вып. 9. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля, 2006. – С. 271–277.
4. Кріштова О. В., Беженар Н. П., Божко С. А., Білявина Н. М. Структура та властивості полікристалів, одержаних при спіканні порошків *c*BN з добавками ZrN і Al в умовах високого тиску // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения / Сб. научн. тр. – Вып. 9. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля, 2006. – С. 263–270.
5. Шульженко А. А., Беженар М. 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. научн. тр. – Вып. 7. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля, 2004. – С. 173–176.
6. Burkhard U., Gurin V., Haarmann F., Borrmann H., Schelle W., Yaresko A., Grin Yu. On the electronic and structural properties of aluminium diboride $Al_{0.9}B_2$//Solid State Chemistry. – 2004. –177. P. –389 –394.
7. Беженар Н. П., Божко С. А., Белявина Н. Н., Маркив В. Я., Шульженко А. А. Кристаллическая структура диборида алюминия в композитах КНБ, полученных реакционным спеканием при высоких давлениях // Доповіді НАН України. – 2007.– № 9. – С. 112–118.
8. Серебрякова Т. И., Неронов В. А., Пешев П. Д. Высокотемпературные бориды. – М.: Металлургия, 1991. – 368 с.

9. Беженар Н. П., Божко С. А., Белявина Н. Н., Маркив В. Я. Период решетки и дефекты кристаллической структуры сфалеритного нитрида бора. Сообщение 1 // Сверхтв. материалы. – 1999. – № 4. – С. 15–25.
10. Новіков М. В., Беженар М. П., Божко С. А. Еволюція кристалічної структури сфалеритного нітриду бору при спіканні композитів $BN_{сф}$–AlN і $BN_{сф}$–TiC та її вплив на твердість // Доповіді НАН України. – 1997. – № 6. – С. 118–122.
11. Беженар М. П., Божко С. А., Нагорний П. А., Білявина Н. М., Марків В. Я. Взаємодія кубічного нітриду бору з алюмінієм в присутності вуглецю // Сверхтв. материалы. – 2000. – № 4. – С. 36–40.
12. Беженар Н. П., Божко С. А., Романко Л. А., Белявина Н. Н. Твердость и электрическое сопротивление композитов системы *c*BN–Al–TiC (TiN), полученных реакционным спеканием при высоком давлении // Сверхтв. материалы. – 2006. – № 3. –С. 34–43.

Поступила 12.07.07.

УДК [544.171+544.14]: 546.26-162

А. П. Дементьев, канд. хим. наук**; К. И. Маслаков,** канд. физ.-мат. наук

Российский научный центр «Курчатовский институт», г. Москва, Россия

ХИМИЧЕСКОЕ СОСТОЯНИЕ АТОМОВ УГЛЕРОДА В ПРОДУКТАХ ДЕТОНАЦИОННОГО СИНТЕЗА АЛМАЗА ДО И ПОСЛЕ ХИМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ

Definition of a chemical condition of atoms of carbon in nanodiamond particles, especially on their surfaces, is obviously necessary for understanding of the mechanism of formation of nanodiamond particles, and also for carrying out of various reactions on purpose of functionalization to their surface.

Установление химического состояния атомов углерода в наноалмазных частицах (НАЧ) особенно на их поверхностях представляется необходимым для понимания механизма их образования, а также для проведения различных реакций с целью функционализации поверхности НАЧ.

Согласно данным спектров потерь [1] и края поглощения [2, 3], в НАЧ атомы углерода находятся в двух состояниях: sp^2 и sp^3-гибридизованном. Но эти методы дают информацию только о свободных состояниях в валентной зоне. Корреляция свободных состояний с занятыми состояниями, которые и определяют действительное химическое взаимодействие, в данных работах не обсуждается.

Как показано в работе Клусека [4], структура занятых и свободных состояний в валентной зоне графита значительно отличается, т. е. на основе данных потерь и поглощения можно лишь качественно судить о наличии sp^2-гибридизованного состояния атомов углерода, но реальное состояние в валентной зоне эти методы не показывают.

Кроме того, детальный сравнительный анализ спектров края поглощения алмаза и высокоориентированного пиролитического графита (ВОПГ) со спектрами НАЧ размером 4 нм показал значительное их различие [5].

Малоугловое рентгеновское рассеяние (МУРР) [6] дает информацию о структуре частиц в продуктах детонационного синтеза, на основе которых, по-видимому, также нельзя однозначно делать заключение о структуре валентной зоны.

Для того чтобы идентифицировать реальное химическое состояние атомов углерода на поверхности НАЧ следует использовать поверхностно чувствительный метод с возможностью получения данных о занятых состояниях в валентной зоне. Этим требованиям соответствуют два метода: ультрафиолетовая фотоэлектронная спектроскопия и Оже-электронная спектроскопия атомов углерода.

Наиболее предпочтительным в данном случае является C KVV Оже-спектроскопия углерода с рентгеновским возбуждением Оже-эмиссии. В этом случае в Оже-процессе участвуют электроны занятых состояний валентной зоны [7]. Использование рентгеновского возбуждения позволяет одновременно получать информацию о валентной зоне (ВЗ) и C 1s фотоэлектронной энергии потерь (ФЭПС), которые имеют характерные спектральные особенности для sp^2 и sp^3-гибридизованных состояний атомов углерода [8].

Использование AlKa рентгеновского источника позволяет получить характеристические электроны углерода с различными кинетическими энергиями: 260 эВ, 1200 эВ и 1450 эВ для Оже, ФЭПС и ВЗ соответственно. Так как информационная глубина зависит от кинетической энергии электронов [9], то эта комбинация методов позволяет получать информацию по всей глубине НАЧ.

Исследование структуры Оже-спектров стандартных образцов показало возможность идентификации sp^2, sp^3 и смеси sp^2/sp^3-гибридизованных состояний атомов углерода [10].

Данная работа проведена с целью исследования методами рентгеновской фотоэлектронной (РФЭС) и Оже-спектроскопии состояний атомов углерода в НАЧ до и после их очистки.

Эксперимент

РФЭС и Оже-спектры были получены с использованием спектрометра MK II VG Scientific с немонохроматизированным Al Kα источником рентгеновского излучения (1486.6 эВ). Базовое давление в аналитической и препарционной камерах спектрометра составляло $5*10^{-7}$ Па. Энергетическое положение Оже-спектров калибровалось по C1s РФЭС пику принятому равным 284.8 эВ. Такое положение было установлено по $Ar2p_{3/2}$ РФЭС пику (241.3 эВ) путем имплантации малой дозы Ar^+ в НАЧ. Порошок НАЧ наносился на держатель образцов посредством прессования на двухстороннюю клейкую ленту.

Информационная глубина используемых методов, оцененная по [9], достаточно мала, так что применяемые методы анализа позволяли анализировать поверхность НАЧ, расположенных в верхнем слое (рис. 1).

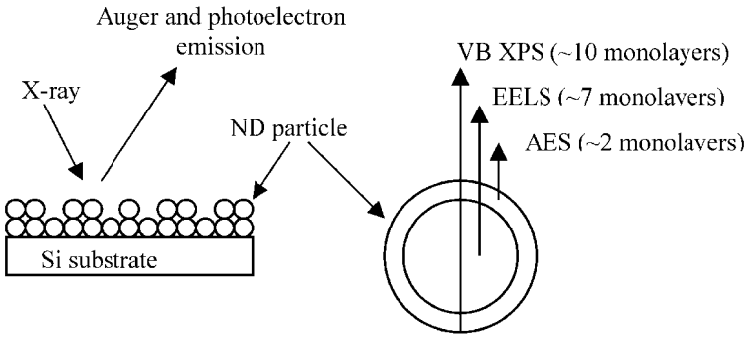


Рис. 1. Схема анализа НАЧ методами Оже- и фотоэлектронной спектроскопии (в скобках даны информационные глубины методов).

В работе были исследованы следующие образцы:

№1, г. Киев, ПС УДА: продукт после синтеза; содержит металл и углерод различной модификации, т.е. алмаз и "графит";

№2, г.Киев, УДАГ: продукт после растворения металлической составляющей; содержит углерод различной модификации; содержание алмазной фазы около 80%;

№3, г.Киев, УДА: чистые алмазы около 98%, остальное – примеси металлов и различных функциональных групп;

г. Минск, шихта до и после очистки;

г. Санкт-Петербург, шихта до и после очистки.

Результаты

Хорошо известно, что на поверхностях оксидов, солей и металлов, приготовленных ex-situ, присутствуют углеродсодержащие загрязнения (УСЗ). Идентификация их осуществляется по спектру C1s РФЭС, который используется для калибровки зарядки в случае диэлектриков и солей. При исследовании углеродных материалов идентификация УСЗ по C1s РФЭС невозможна. Поэтому все результаты при исследовании поверхностей углеродных материалов, приготовленных ex-situ, всегда будут подвергаться сомнению. В случае НАЧ приготовление их поверхностей in-situ невозможно, нужно использовать необходим метод идентификации УСЗ.

Проведено исследование структуры C KVV Оже-спектров УСЗ на поверхностях оксидов и солей. Установлено, что эти спектры имеют структуру, характерную для sp^3-гибридизованного состояния атомов углерода и не зависят от материала подложки (рис. 2).

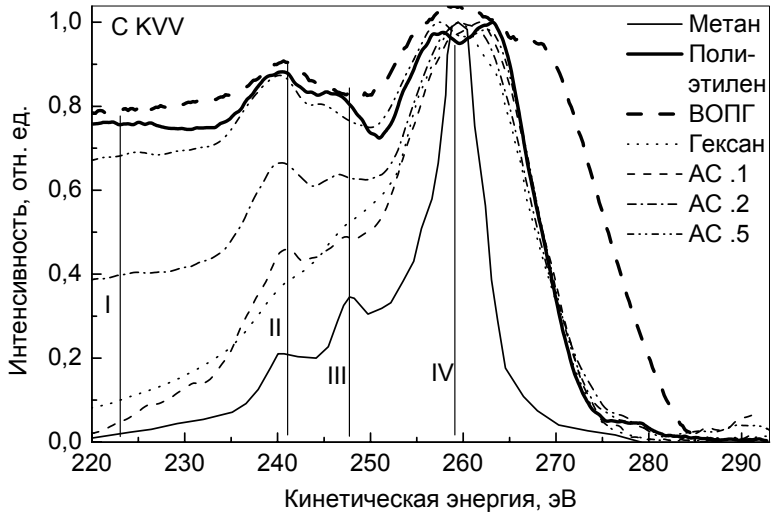


Рис. 2. C KVV Оже-спектры углеродных материалов, а также адсорбированного углерода (АС) на поверхности оксида кремния с различной концентрацией: АС .1< АС .2 < АС .5.

Таким образом, мы имеем возможность идентифицировать УСЗ на углеродных материалах с не sp^3-гибридизованными связями.

На рис. 3 приведены характерные обзорные спектры НАЧ, которые дают общее представление об элементном составе.

На рис. 4 показаны спектры C1s электронов различных образцов. НАЧ представляют собой дисперсную структуру с различными контактами между собой, что приводит к большой ширине спектра по сравнению со спектром алмаза, т. е. имеет место неоднородность по зарядке каждой из НАЧ при фотоэмиссии. В работе [11] этот спектр использован для идентификации sp^2 и sp^3-гибридизованных состояний атомов углерода. С учетом большой ширины C 1s спектра НАЧ и недостаточности данных об энергетическом положении этой спектральной линии для sp^2 и sp^3-гибридизованных связей мы не сочли возможным использовать этот подход. Наиболее информативными относительно sp^2 и sp^3-гибридизованных состояний атомов углерода являются спектры потерь от C 1s фотоэмиссии.

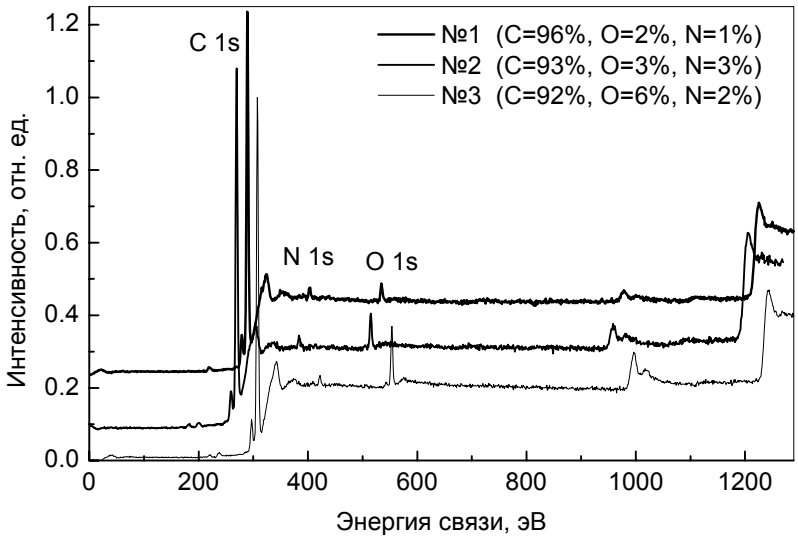


Рис. 3. Типичные обзорные РФЭС спектры НАЧ, в которых присутствуют C 1s, N 1s и O 1s фотоэлектронные линии и C KVV, N KLL O KLL Оже-линии.

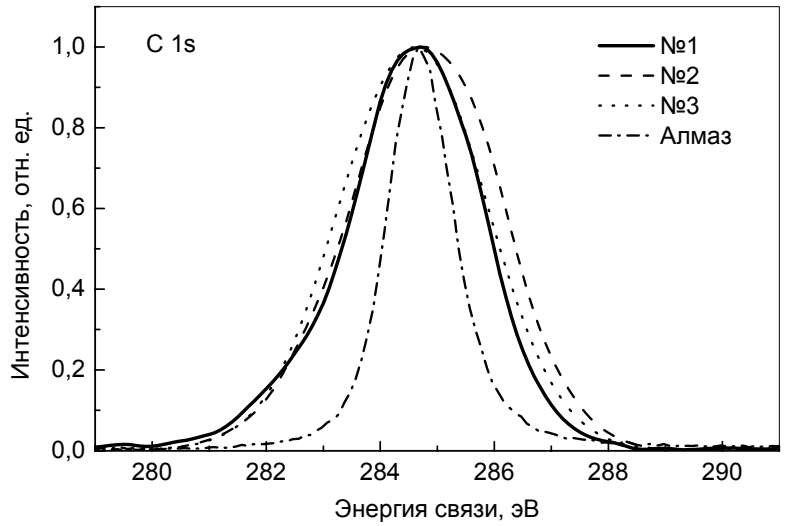


Рис. 4. Сравнение C 1s фотоэлектронных спектров образцов НАЧ и алмаза.

На рис. 5 приведены спектры потерь C 1s электронов для исследуемых образцов до и после очистки. Структура спектров НАЧ совпадает со структурой спектра алмаза и принципиально отличается от спектра графита. Эти спектры свидетельствуют об отсутствии графита как после очистки, так и до нее.

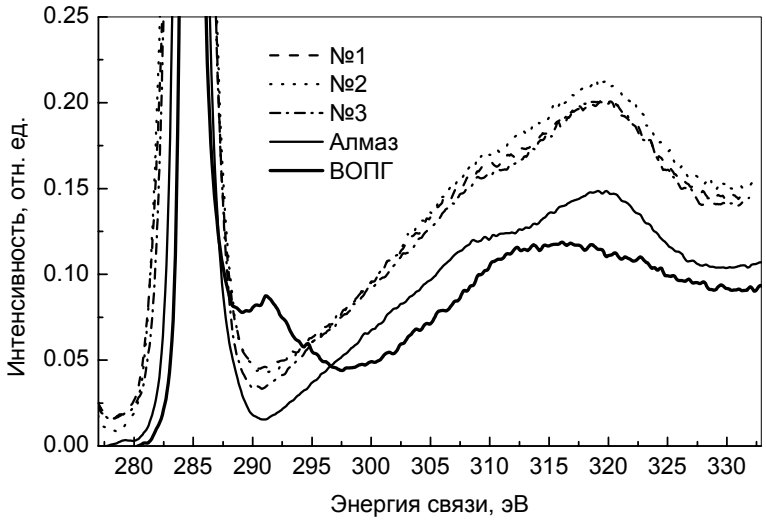


Рис. 5. Спектры потерь С 1s фотоэлектронов НАЧ и графита.

Спектры валентной зоны НАЧ (рис. 6) близки к спектру алмаза. Данные по потерям от С 1s и спектры ВЗ свидетельствуют об идентичности состояния атомов углерода до и после очистки. Как видно из схемы на рис. 1, данные этих методов относятся к внутренней области НАЧ. Для исследования поверхности НАЧ, как следует из схемы, нужно использовать Оже-спектры.

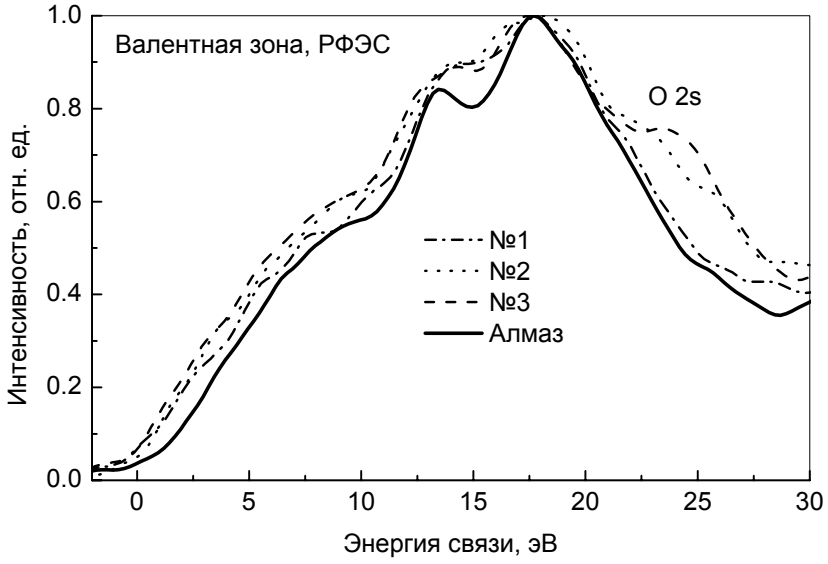


Рис. 6. Спектры валентных электронов НАЧ и алмаза.

На рис. 7 представлены Оже-спектры НАЧ до и после химической очистки в сравнении с графитом и полиэтиленом. Видно принципиальное отличие этих спектров, что свидетельствует об отсутствии как графита, так и УСЗ на поверхности НАЧ.

Отличие Оже-спектров НАЧ от спектров атомов углерода с sp^2- и sp^3-гибридизованными связями свидетельствует о том, что в данном случае мы имеем дело с неизвестным химическим состоянием атомов углерода. Правая часть спектра НАЧ параллельна правой части спектра полиэтилена. Валентная зона полиэтилена имеет два уровня σ_s(1e) и σ_p(3e), в скобках даны эффективные заселенности. Как следует из теории Оже-спектров [7] наклон правой части определяется заселенностью верхнего уровня в валентной зоне. В случае полиэтилена она равна 3e. Равенство наклонов правых частей спектров полиэтилена и НАЧ позволяет полагать, что заселенность верхней части валентной зоны НАЧ также равна 3e, только в отличие от полиэтилена правая часть валентной зоны НАЧ значительно смещена к E_F.

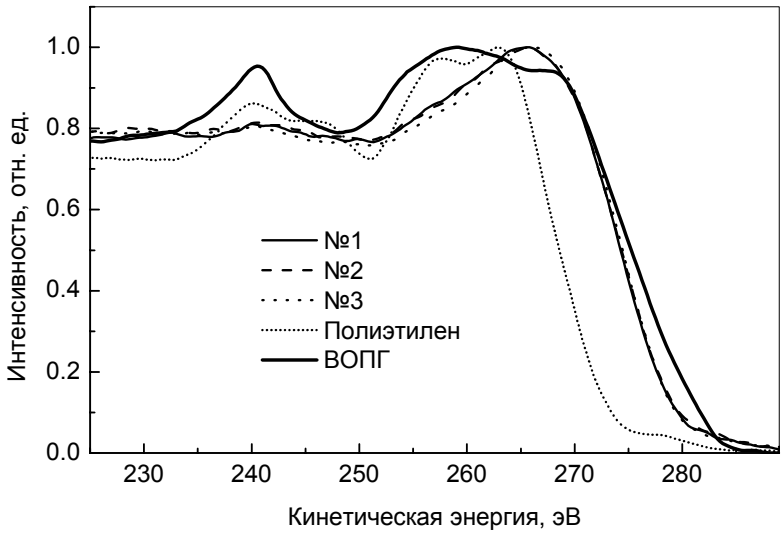


Рис. 7. Сравнение Оже-спектров НАЧ с графитом и полиэтиленом.

Спектры потерь и валентной зоны показывают, что внутренняя часть НАЧ состоит из углерода с sp^3-гибридизованными связями. Эти результаты совпадают с данными [3, 6]. На поверхности НАЧ установлено состояние, которое можно отнести к некоторому модифицированному sp^2-гибридизованному состоянию. Последнее не совпадает с [3, 6]. Это можно объяснить тем, что методы анализа, используемые в этих работах, в принципе не могут дать информацию о занятых состояниях валентной зоны.

На образцах НАЧ из Минска и Санкт-Петербурга до и после химической обработки регистрировались такие же спектры, что и для образцов № 1–3 из г. Киева. Кроме того, та же самая структура Оже-спектра наблюдалась на поверхности природного алмаза после обработки in-situ или ex-situ атомами водорода и при взаимодействии атомов углерода с чистой поверхностью кремния, т. е. при нуклеации [12].

Выводы

1. Химическая обработка наноалмазной шихты не приводит к изменению химического состояния на поверхности и внутри НАЧ.

2. Поверхность НАЧ инертна по отношению к углеродсодержащим загрязнениям из окружающей среды. Это позволяет использовать для анализа приготовленные ex-situ НАЧ.

3. Оже-спектры показывают, что в процессе детонационного синтеза на поверхности НАЧ образуются оригинальное sp^2-гибридизованное состояние атомов углерода такое же, как и на поверхности природного алмаза после обработки in-situ или ex-situ атомами водорода и при взаимодействии атомов углерода с чистой поверхностью кремния в процессе нуклеации.

Литература

1. Tomita S., Fujii M., Hayashi S. and Yamamoto K. Electron energy-loss spectroscopy of carbon onions // Chem. Phys. Lett. – 1999. – 305, № 3–4. – P. 225–229.
2. Tang Y.H., Zhou X. T., Huc Y. F., Lee C. S., Lee S. T. and Shamet T. K. A soft X-ray absorption study of nanodiamond films prepared by hot-filament chemical vapor deposition // Chem. Phys. Lett. – 2003. – 372, № 3–4. – P. 320–324.
3. Osswald S., Yushin G., Mochalin V., Kucheyev S. O., Gogotsi Y. Control of sp^2/sp^3 Carbon Ratio and Surface Chemistry of Nanodiamond Powders by Selective Oxidation in Air // J. Am. Chem. Soc. – 2006. – 128, № 35. – P. 11635–11642.
4. Klusek Z. Investigations of splitting of the π bands in graphite by scanning tunneling spectroscopy // Appl. Surf. Sci. – 1999. – 151, № 3–4. – P. 251–261.

5. Raty J.-Y., Galli G., Bostedt C., van Buuren T. W. and Terminello L. J. Quantum Confinement and Fullerenelike Surface Reconstructions in Nanodiamonds // Phys. Rev. Lett. – 2003. – 90, N 3. – P. 037401-1–4.
6. Алексенский А. Е., Байдакова М.В., Вуль А. Я., Сиклицкий В. И. Структура алмазного нанокластера // Физика твердого тела. – 1999. – 41, № 4. – С. 740–743.
7. Ramaker D. E. Bonding information from Auger spectroscopy // Appl. Surf. Sci. – 1985. – 21. – P. 247–267.
8. Schafer J., Ristein J., Graupner R., Ley L., Stephan U., Frauenheim Th., Veerasamy V. S., Amaratunga G. A. J., Weiler M., Ehrhardt H. Photoemission study of amorphous carbon modifications and comparison with calculated densities of states // Phys. Rev. B. – 1996. – 53, № 12. – P. 7762–7774.
9. Powell C. J., Jablonski A. NIST Electron Inelastic-Mean-Free-Path Database, Version 1.1 / NIST Standard Reference Database 71, Standard Reference Data Program. – Gaithersburg, MD: National Institute of Standards and Technology, 1991.
10. Dementjev A. Electron Spectroscopy Characterization of Carbon Surfaces // New Diamond and Frontier Carbon Technology. – 2001. – 11, № 11. – P. 37–51.
11. Butenko Yu. V., Krishnamurthy S., Chakraborty A. K., Kuznetsov V. L., Dhanak V. R., Hunt M. R. C. and Siller L. Photoemission study of onionlike carbons produced by annealing nanodiamonds // Phys. Rev. B. – 2005. – 71, № 7. – P. 075420-1–10.
12. Dementjev A., Maslakov K. Possibilities of C 1s XPS and N(E) C KVV Auger spectroscopy for identification of inherent peculiarities of diamond growth // Appl. Surf. Sci. – 2006. – 253, № 3. – P. 1095–1100.

Поступила 11.07.07.

УДК 621.921.343

Г. П. Богатирьова, докт. техн. наук[1]; **В. Я. Забуга**, канд. хім. наук[2];
А. М. Панова, аспірант[1]; **Г. Г. Цапюк**, канд. хім. наук[2];
С. О. Лисовенко, аспірант[1]; **О. В. Панов**, інж.[1]; **О. А. Бєда**, інж.[2]

[1]Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, м. Київ, Україна
[2]Національний університет ім.. Тараса Шевченка, м. Київ, Україна

ТЕРМОСТІЙКІСТЬ НАНОПОРОШКІВ СИНТЕТИЧНОГО АЛМАЗУ ДЕТОНАЦІЙНОГО СИНТЕЗУ РІЗНИХ МЕТОДІВ ВИЛУЧЕННЯ

In the given work influence of methods of reception nanopowder synthetic diamond of detonation synthesis on their thermostability is considered. It is determined, that the method of reception influences only an initial stage of oxidation. During oxidation of samples the quantity of little co-ordination atoms of carbon are decreases that results in reduction of a ratio CO_2/CO/.

Термостійкість нанопорошків синтетичного алмазу, яка визначається їх взаємодією з киснем повітря, є однією з найважливіших їх фізико-хімічних властивостей. В попередніх роботах [1, 2] було встановлено, що на термостійкість алмазних порошків на початковій стадії має вплив стан поверхні (функціональні групи), в подальшому впливають металічні домішки, які є каталізаторами реакції та кількість активних центрів поверхні.

Метою даної роботи було встановлення впливу методів вилучення на термостійкість нанопорошків алмазу, синтезованих українською фірмою «АЛІТ» (м. Житомир) шляхом детонації вибухових речовин з від'ємним кисневим балансом.

Методи та методики дослідження

За неізотермічних умов дослідження термостійкості нанопорошків алмазу проводили із застосуванням дериватографічного методу зі швидкістю нагрівання 10 град/хв.

Дослідження за ізотермічних умов проводили у кварцовому реакторі U-подібного вигляду, який розміщувався вертикально в печі. Зразок поміщали до реактора в кварцовому кошику на паличці з того ж матеріалу. Кожне дослідження тривало 60 хв.

Окиснювальна суміш складалася з 20 % кисню та 80 % аргону, витрати газу становили 0,2 л/хв. До початку реакції (до досягнення необхідної температури та впуском до реактора газової реакційної суміші) через реактор із зразком пропускали аргон з витратою 0,16 л/хв.

Як нагрівальний прилад використовували трубчату піч із застосуванням ПІД–регулювання, що дозволило досягти високої точності витримки температури (з відхиленням ± 2 град).

Контроль за продуктами реакції окиснення здійснювали хроматографічним методом.

Якісний та кількісний склад домішок у зразках визначали за мікрорентгеноспектральним аналізом. Оцінку величин питомих поверхонь, середнього розміру агрегатів, які утворюються при злипанні часточок алмазу, та їх розподілу за розмірами проводили на приладі «SEISHIN LMS-30».

Фазовий склад порошків визначали за рентгенофазовим аналізом [3].

Оцінку стану функціонального покрову здійснювали методом програмованої термодесорбції. Термодесорбційні спектри нанопорошків алмазу отримували на мас-спектрометрі МИ 1201 при нагріванні зі швидкістю 30 град/хв у вакуумі 1.10^{-6} в інтервалі температур 20 – 800 ºС.

Результати і їх обговорення

Досліджуваним зразком був продукт детонаційного синтезу нанопорошку алмазу (в подальшому зразок № 1), отриманий динамічним методом синтезу, оброблений розчином соляної кислоти для часткового видалення металевих домішок.

Даний зразок було розділено на дві частини.

Обробка першої частини нанопорошку алмазу відбувалася за методом, прийнятим в ІНМ ім. В. М. Бакуля НАН України, який полягає у послідовній обробці зразка сумішами $Cr_2O_3 + H_2SO_{4(конц)}$; $NaOH + H_2O_2$ та $HNO_{3(конц)} + HCl_{(конц)}$ при нагріванні (зразок № 2). Кінцевий вихід продукту при цьому становив 86 %.

Обробку другої частини нанопорошку алмазу було проведено в ЗАТ «Алмазный центр» (м. Санкт-Петербург, Росія) концентрованою азотною кислотою протягом 30 хв. за температури 220 ºС та тиску 100 атм (зразок № 3). Вихід продукту із застосуванням даного методу становив 64 %.

Обидва зразки піддавали кінцевому промиванню дистильованою водою до pH ≈ 6 і висушували до постійної маси протягом 36 год за однакових умов.

В табл. 1 наведено фізико-хімічні характеристики зразків. Як видно, кількість домішок металів та кремнію у зразку № 2 істотно менша, ніж у зразку № 3. Зміна величини поверхні, тобто її невелике зменшення, спостерігається лише у зразку № 3.

На рис. 1 показано розподіл агрегативних частинок порошків за розмірами. Видно, що діапазон розмірів частинок зразків № 2 та 3 дещо ширший, ніж вихідного зразку № 1. Обидва методи вилучення сприяють зменшенню вмісту основної (малої) фракції за рахунок її окиснення або втрати. З метою дослідження фазового складу порошків проведено якісний рентгенофазовий аналіз.

Таблиця 1. **Результати мікрорентгеноспектрального аналізу та аналізу агрегативних часточок зразків**

Характеристика		Зразок № 1	Зразок № 2	Зразок № 3
Зольність, %		0,75 – 0,85	0,4 – 0,5	0,7 – 0,85
Питома поверхня, $м^2/г$		218,3	221,8	195,1
Середній розмір агрегатів, мкм		2,9	2,9	3,4
Вміст домішок елементів, %	Si	0,393	0,000	0,368
	Ti	0,014	0,035	0,110
	Mn	0,095	0,000	0,000
	Cr	0,000	0,002	0,073
	Fe	0,015	0,000	0,023
	W	0,138	0,000	0,000
	Al	0,020	0,000	0,000

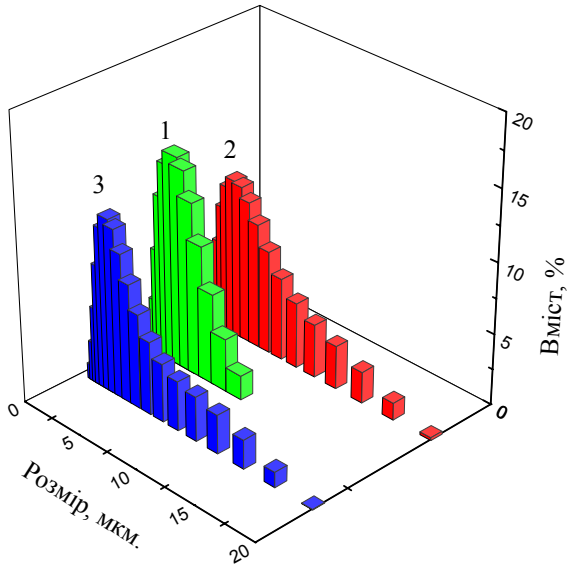


Рис. 1. Розподіл агрегативних частинок за розмірами у зразках нанопорошків алмазу № 1 (1), № 2 (2), № 3 (3).

На рис. 2 наведено рентгенограми зразків, що фіксують наявність у всіх зразках фази алмазу. Причому спостерігається однакова ширина ліній, що свідчить про практично однакові середні розміри частинок. Наявності інших фаз не виявлено.

Для визначення температур початку окиснення зразків, а також теплових ефектів, що виникають під час цієї реакції, проведено дериватографічні дослідження. Диференційні криві втрати маси зразків наведено на рис. 3.

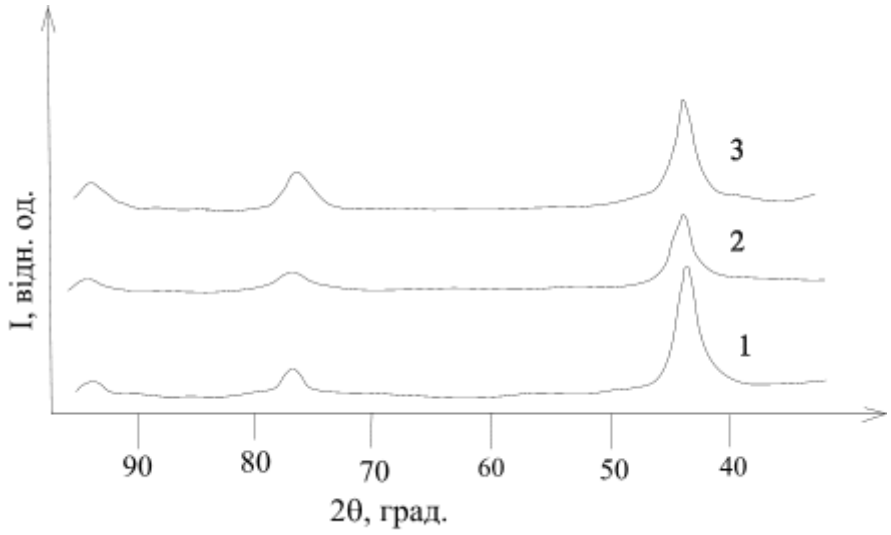


Рис. 2. Рентгенограми зразків нанопорошків алмазу № 1 (1), № 2 (2), № 3 (3).

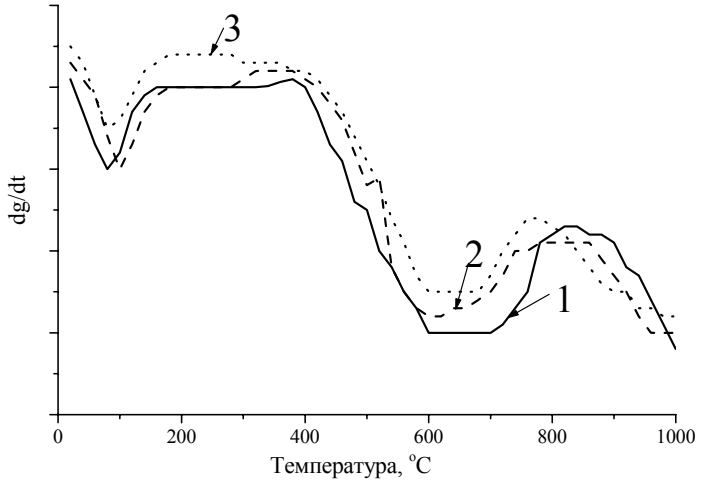
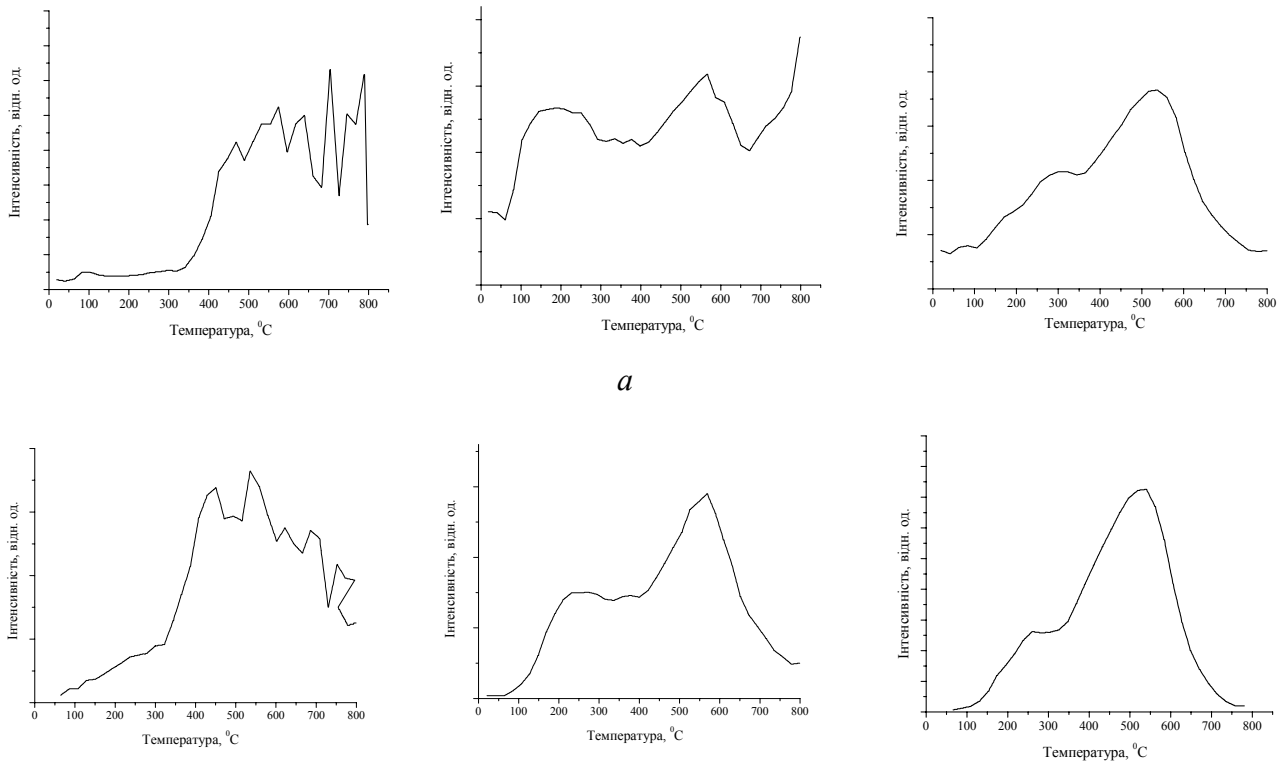


Рис. 3. Диференційні криві втрати маси зразків нанопорошків алмазу № 1 (1), № 2 (2), № 3 (3).

Встановлено, що температури початку окиснення досліджуваних зразків такі: № 1 – 400 ºС; № 2 – 420 ºС; № 3 – 430 ºС.

Враховуючи, що на процес окиснення алмазу, окрім металічних домішок може впливати склад кисневмісних активних груп, аналіз стану поверхні проводили за термодесорбційними спектрами зразків, які наведено на рис. 4.

У спектрах зразка № 2 спостерігаються низькотемпературні (100 – 300 ºС) піки десорбції [O] та CO_2. У спектрах зразка № 3 відповідні піки значно меншої інтенсивності. Якщо припустити, що і [O], і CO_2 в низькотемпературній області утворюються із поверхневих функціональних груп, то можна вважати, що обробка, проведена в ІНМ ім. В. М. Бакуля НАН України, призводить до утворення на поверхні нанопорошку алмазу функціональних кисневмісних груп з слабким зв'язком, які при нагріванні в інтервалі температур 100 – 300 ºС розпадаються з утворенням диоксиду вуглецю та атомарного кисню. У разі обробки методом, прийнятим у ЗАТ «Алмазный центр», таких груп утворюється значно менше. Це і призводить до більш високої температури початку окиснення зразка № 3.



а

б

Зразок № 1 *Зразок № 2* *Зразок № 3*

Рис. 4. Термодесорбційні спектри атомарного кисню [O](а) та диоксиду вуглецю CO_2 (б) з поверхні зразків № 1, 2 та 3.

При детальному вивченні процесу окиснення нанопорошків синтетичного алмазу необхідно враховувати співвідношення продуктів реакції, яке характеризує стадії процесу. Для отримання даної інформації використали метод газової хроматографії.

Зв'язок між кількістю вуглецю в зразку (n) і вмістом продуктів реакції в газі, що виходить з реактора, визначається залежністю

$$n = n_0 - u\int_0^t \frac{C_{CO_2}}{x}dt\ , \qquad (1)$$

де n_0 і n – початкова кількість алмазного порошку і в момент часу t відповідно, моль;

C_{CO_2} – концентрація диоксиду вуглецю фазі, моль/см^3;

x – мольна частка вуглецю, що перетворюється на диоксид вуглецю.

Для ілюстрації на рис. 5 наведено залежність маси зразка № 2 та об'єму продуктів реакції його окиснення, що виділяються, від часу за температури 420 ºС.

Співвідношення продуктів реакції окиснення нанопорошків алмазу є одним з важливих показників, який характеризує стадії даного процесу. Відомо, що продуктами первинної реакції вуглецевих матеріалів з киснем є CO та CO_2 в приблизно рівних кількостях [4]. У зразках нанопорошків алмазу атоми карбону відрізняються ступенем координації, тобто кількістю зв'язків із сусідніми атомами, і тим самим вони відрізняються за хімічною активністю. Найбільш координовані атоми карбону найменш активні. Це призводить до того, що у них може відрізнятися механізм та швидкість реакції з киснем. Зокрема від координації атомів карбону може залежати співвідношення CO_2/CO, що утворюються в первинних реакціях.

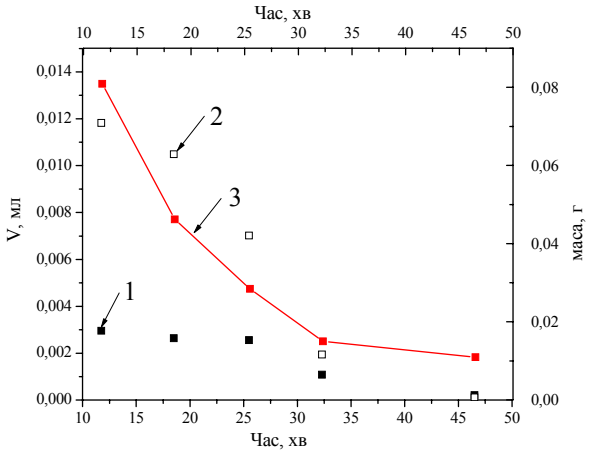
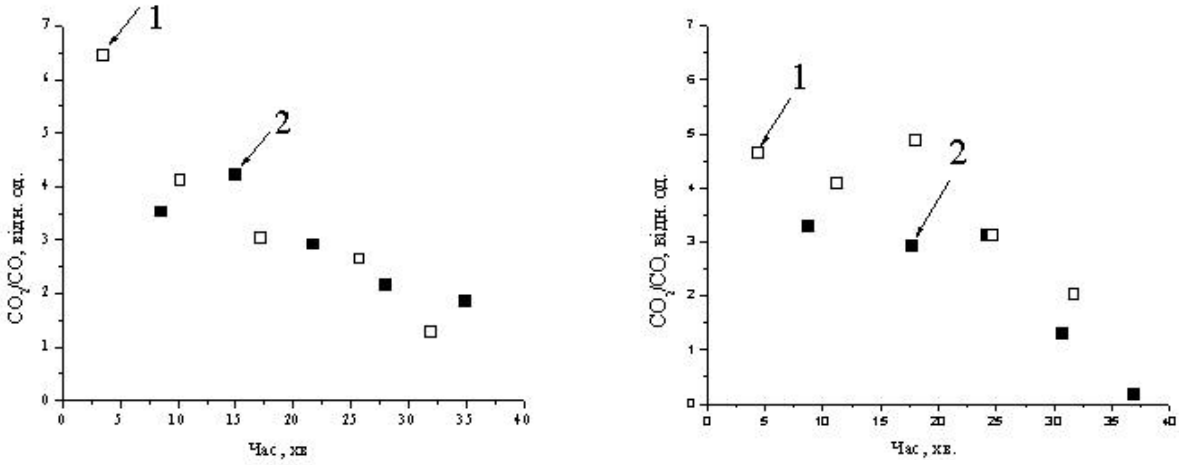


Рис. 5. Об'єми продуктів реакції окиснення зразка № 2, що виділяються(CO(1) і CO_2(2)) та маси (3) від часу за температури 420 ºС.

На рис. 6 наведено співвідношення продуктів реакції окиснення зразків № 2 та 3.



а *б*

Рис. 6. Співвідношення продуктів реакції окиснення зразків № 2 та 3, що виділяються залежно від часу за температур: а – 440; б – 450 °С; 1 – зразка № 2; 2 – зразка № 3.

Видно, що процеси окиснення обох зразків за даних температур істотно не відрізняються. На початку реакції вміст CO_2 значно більший, ніж CO – вигорають малокоординовані атоми карбону, які, реагуючи з киснем, утворюють CO_2 як первинний продукт реакції. А більш координовані атоми карбону, які, реагуючи з киснем, утворюють CO_2 як первинний продукт реакції. А більш координовані атоми карбону утворюють в рівних кількостях CO та CO_2. Оскільки в процесі окиснення зразків зменшується кількість малокоординованих атомів карбону, то це і призводить до зменшення співвідношення CO_2/CO.

Висновки

Метод вилучення не впливає на фазовий склад, але призводить до різної кількості домішок і впливає на розмір частинок та стан поверхонь нанопорошків алмазу.

Метод обробки впливає лише на початкову стадію окиснення. Температура початку окиснення зразка, отриманого в ЗАТ «Алмазный центр», на 10 град вища за рахунок утворення меншої кількості слабозв'язаних функціональних груп на поверхні.

До зменшення співвідношення CO_2/CO призводить зменшення кількості малокоординованих атомів карбону в процесі окиснення зразків.

Література

1. Bogatyreva G. P., Marinich M. A., Panova A. N., Bazaliy G. A. and Tsapyuk G. G. Influence of Surface Modification of Nanodispersed Diamond on its Termostability // Тезисы докладов Межд. конф. «NanoCarbon & NanoDiamond 2006», St.Petersburg, September 11 – 15, 2006. – С. 77.
2. Богатырева Г. П., Забуга В. Я., Цапюк Г. Г., Кузьмич А. Н. Влияние микроколичеств примесей ультрадисперсного алмаза на кинетику его окисления // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения / Сб. научн. тр. – Вып. 7. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля, 2004. – С. 107–110.
3. Рентгеноструктурный анализ. Справочное руководство. Получение и измерение рентгенограмм. – М: Наука, – 1976. – 326 с.
4. Н. В. Лавров Физико-химические основы горения твердого топлива. – М: Наука, 1971. – 272 с.

Поступила 16.07.07.

УДК 666.233

И. В. Шугалей докт.хим.наук[1]; **В.В. Тофтунова**[1], **Н.П. Дубяго**[1], **В.В. Гусейнова**[1], **А.А. Иванова**[1], **А.М. Иванов**, докт.мед.наук[2]; **В.Ю. Долматов**, канд.хим.наук[3]

[1]Санкт-Петербургский государственный технологический институт (Технический университет), г. Санкт-Петербург, Россия
[2]Санкт-Петербургская государственная военно-медицинская академия, г. Санкт-Петербург, Россия
[3]Федеральное государственное унитарное предприятия СКТБ «Технолог», г. Санкт-Петербург, Россия

НОВЫЙ ИММУНОХИМИЧЕСКИЙ ДИАГНОСТИКУМ ДЛЯ ВЫЯВЛЕНИЯ ОПАСНЫХ ИНФЕКЦИЙ НА ОСНОВЕ УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ АЛМАЗОВ ДЕТОНАЦИОННОГО СИНТЕЗА

Ultradisperse diamonds of detonation synthesis (NDs) being possible firmly to adsorb specific antigenes on the surface of the grain were chosen as the basic core of immunochemical diagnosticum. It was shown that only specially treated sample of NDs – TAN does not agglomerate in physiological conditions.

One of the first constructed diagnosticums of such type is the test-system for exposing syphilis infection. Several antigenes of Treponema pallidium being the pathogenic organism and provoking syphilis infection in humans were tested for binding with NDs particles. The protein antigene with M = 41000 was chosen as the preferable one. The complex of NDs with this antigene is the base of the created diagnosticum. Currently the composition of the diagnosticum has been optimized, the ratio of NDs:antigene has been chosen and the reaction conditions have been selected. The constructed diagnosticum is stable for 30 days. It shows high sensivity (95 %). The diagnosticum also displays very high specificity (up to 100 %).

В последнее десятилетие выявлен широкий круг различных необычных биологических свойств наноалмазов детонационного синтеза (НА) и данный продукт находит широкое применение в различных областях биологии и медицины: онкологии, дерматологии, гастро-

нэтерологии. Применение наноалмазов в биологической сфере основывается как на разнообразных химических свойствах водных суспензий НА, так и на их высокой сорбционной емкости. При этом сочетание химической активности и высокой сорбционной способности придает материалу уникальные свойства.

Наноалмазы проявляют очень высокую активность по отношению к патогенным вирусам, микробам и бактериям, интенсивно поглощая их благодаря высокой адсорбционной способности и иным специфическим свойствам. Ультрадисперсные алмазы (УДА) являются сверхактивными сорбентами, иммобилизаторами биологически активных веществ, способны резко усиливать действие лекарственных препаратов.

Было установлено, что УДА наиболее полно проявляют свои свойства в жидкой среде (водной, спиртовой), а сухой порошок очищенных УДА малоэффективен.

Присутствующие на поверхности наноалмазов функциональные группы придают частицам НА в водном растворе заряд, знак и величина которого зависят от числа и константы диссоциации этих групп, а также pH раствора.

Свойства НА, позволяющие использовать их в медицине:

высокая адсорбционная способность;

большая удельная поверхность;

обилие свободных электронов на поверхности (множественный радикал – донор);

нанометрические размеры;

большое количество кислородсодержащих функциональных групп на поверхности кристаллов;

гидрофильный характер поверхности;

отсутствие токсического действия.

В настоящей работе представлены некоторые аспекты нового направления использования НА в медицинской практике, а именно в качестве гидрозольных препаратов для иммунодиагностики.

В этом случае водный раствор УДА может применяться в реакции гидрозольной иммунохимической агглютинации в качестве твердой фазы.

Иммунохимический диагностикум создается путем адсорбционного связывания специфического биолиганда наночастицами УДА. В качестве одного из вариантов такого диагностикума был разработан экспресс-тест для детекции специфических антител к бледной трепонеме для выявления заболевания сифилисом.

Последние годы в России и других странах СНГ характеризуются значительным ростом заболеваемости сифилисом. За последние 10 лет заболеваемость возросла в 100 раз. В Санкт-Петербурге показатели болезни превышают среднероссийские в 2–2,5 раза [1]. Кроме того, в последние десятилетия во всем мире отмечается увеличение доли бессимптомного сифилиса [2, 3] и сифилиса со стертой клинической картиной.

В таких условиях большое значение приобретает эффективная диагностика данного заболевания [4, 5]. Особая роль при этом должна отводиться методам массового профилактического обследования (скрининга) с целью выявления инфекции, что диктует необходимость повышения требований к показателям диагностической эффективности скрининговых тестов [3].

При развитии заболевания в биологических жидкостях: крови, моче, слюне появляются определенные маркеры (антитела) – специфические вещества сложной, как правило, белковой природы. При обнаружении тех или иных специфических маркеров врач может судить о факте заболевания. Следовательно, следует внедрять в практическую деятельность врача новые экспрессные методы ранней диагностики, позволяющие осуществить хотя бы качественную диагностику (по принципу «да» – «нет») с последующим более полным исследованием при наличии патологии, соответствующей его специальности.

Разрабатываемые экспресс-тесты должны отвечать следующим требованиям:

низкая стоимость;

экспрессность – постановка реакции и считывание результатов не более 30 минут;

для проведения теста не нужны дополнительные приборы (возможность проводить реакции непосредственно на рабочем месте);

возможность ставить реакции с малыми объемами препарата и биоматериала, взятого от больного (10–20 мкл);

стабильность и воспроизводимость иммунохимических свойств, т.е. способность выявлять маркеры того или иного заболевания в самом широком спектре биологических жидкостей (в моче, слюне, сыворотке крови и т.д.) в минимальных концентрациях.

Традиционные классические методы диагностики, используемые в настоящее время для скрининга, к сожалению, далеки от сформулированных выше требований [5].

Именно поэтому основным предметом нашего исследования стали разработка и создание экспрессного иммунохимического препарата, который соответствовал бы вышеперечисленным требованиям.

Для создания диагностикума следует правильно подобрать носитель. Исходя из требований нетоксичности, химической инертности, большой удельной поверхности нами были выбраны наноалмазы в качестве основы для создания диагностикума.

Принцип работы диагностикума основан на укрупнении частиц активного носителя (в данном случае НА), на поверхности которого связаны вещества (антигены), обладающие высокой специфичностью и сродством к маркерам, присутствующим в исследуемом биоматериале, полученном от больного.

Находящиеся на поверхности частиц НА вещества, способствующие такому укрупнению, рассматриваются как биолиганды.

Для выявления заболевания сифилисом в качестве биолигандов использованы специфические для возбудителя сифилиса *Treponema pallidum* соединения.

Бледные трепонемы *T.pallidum* имеют сложную антигенную структуру, обусловленную наличием в их составе полисахаридных, липидных и белковых комплексов. В работе были использованы 2 антигена – трепонемный, соответствующий природному антигену возбудителя сифилиса с молекулярной массой 41000, и кардиолипиновый, представляющий собой смесь трех высокоочищенных липидов: кардиолипина, лецитина и холестерина в спирте этиловом абсолютированном.

На основе тестирования был отобран антиген белковой природы, который хорошо связывается частицами НА, не удаляется при промывках, что обеспечивает стабильную работу диагностикума.

Далее нужно было выбрать наиболее подходящий образец наноалмазов.

В ходе работы исследованию подвергались 2 вида наноалмазов:

окисленная форма ультрадисперсных алмазов - водная суспензия наноалмазов темно-серого цвета;

наноалмазы, обработанные соляной кислотой.

Так как реакция на положительный образец сыворотки предполагает образование агломератов (реакция агглютинации), то первым этапом работы стала проверка исследуемых носителей (НА) на способность к аутоагглютинации в физиологических условиях.

Визуальная оценка результатов реакции агглютинации осуществлялась по следующей шкале:

4+ – положительная реакция алмаз-агглютинации (РАА). Агломераты равномерно расположены по всей поверхности капли;

3+ – положительная РАА. Агломераты равномерно расположены по поверхности капли, но агломераты менее ярко выражены;

2+ – слабоположительная РАА. Агломераты с трудом различимы в общем сером облаке частиц суспензии;

1+ – отрицательная РАА. Агломераты неразличимы;

– – отрицательная РАА. Сплошное серое облако, нет следов образования агломератов;

Установлено, что НА, не подвергнувшиеся обработке соляной кислотой, способны к аутоагглютинации в физиологических условиях, а, следовательно, не могут использоваться нами как основа для создания диагностикума, во избежание заведомо ложных результатов. Таким образом, все последующие исследования осуществляли с НА, обработанными кислотой.

Работа была условно разделена на 2 этапа: этап приготовления диагностикума и этап постановки реакции.

Основные этапы приготовления диагностикума включали:

Приготовление ультрасуспензии УДА заданной концентрации.

Интенсивную гомогенизацию полученной суспензии и формирование полуколлоидного раствора.

Приготовление рабочего раствора биолиганда – трепонемного антигена (М=41000),

Собственно адсорбцию биолиганда на поверхности наночастиц УДА.

Удаление несорбированного избытка антигена.

Нами подобраны оптимальные условия приготовления диагностикума: соотношение НА:антиген, процесс ведется в дистиллированной воде, в динамических условиях (центрифугирование).

Так как полнота сорбции антигена на носитель во многом определяет конечный результат эксперимента, то подбор оптимальных условий сорбции являлся одним из важнейших факторов в создании диагностикума

Постановка реакции с готовым диагностикумом проводилась следующим образом. К подготовленной суспензии диагностикума в количестве 50 мкл, внесенной в лунку стандартной планшетки или нанесенной на стекло, добавляли тестируемую сыворотку в количестве 20 мкл. В положительных образцах сыворотки (т. е. сыворотки больного с диагнозом, подтвержденным другим независимым методом) наблюдалась четко видимая агглютинация, в отрицательных образцах сыворотки агглютинации не было. Время наступления наглядного результата составляло 8–10 мин. Результаты оптимизации диагностикума по концентрации антигена представлены в табл. 1.

Таблица 1. **Зависимость течения реакции алмазагглютинации от концентрации белкового антигена в дистиллированной воде при тестировании сывороток больных сифилисом с независимо подтвержденным диагнозом**

Концентрация трепонемного АГ, мкг/мг	Тип сыворотки	
	положительная	отрицательная
10	–	–
50	+	–
100	++	–
150	+++	–
200	++++	–

Было протестировано 20 положительных и 20 отрицательных сывороток, предварительно охарактеризованных в стандартных дигностических тестах.

В случае заведомо положительных образцов сывороток – РАА дала 19 положительных ответов.

Из 20 заведомо отрицательных образцов сывороток – РАА дала все 20 отрицательных ответов.

Таким образом, можно говорить о 95 % чувствительности и 100 % специфичности РАА.

Выводы

1. В результате проведенной работы был разработан принципиально новый диагностикум на основе ультрадисперсных алмазов детонационного синтеза. Основой данного диагностикума стала реакция алмаз-агглютинации (РАА).

2. Были определены оптимальные условия проведения РАА, такие как:
использование определенной формы наноалмазов как основы диагностикума;
использование трепонемного антигена в качестве тестируемого объекта;
концентрация трепонемного антигена лежит в пределах 150–200 мкг/мл;
использование дистиллированной воды как среды для проведения реакции;
центрифугирование образцов для наиболее полного связывания ТР-АГ с поверхностью УДА;

3. Были определены показатели чувствительности (95 %) и специфичности (100 %) данного диагностикума, что позволяет говорить о РАА как об альтернативном варианте в подгруппе трепонемных непрямых серологических тестов в диагностике сифилиса.

4 Таким образом, наноалмазы детонационного синтеза можно рассматривать как перспективный новый материал для конструирования бесприборных диагностикумов для выявления опасных инфекций.

Литература

1. Долматов В. Ю. Ультрадисперсные алмазы детонационного синтеза. – С-Пб.: СПбГПУ, 2003. – 344 с.
2. Долматов В. Ю., Кострова Л. Н. Наноалмазы детонационного синтеза и возможность создания нового поколения лекарственных средств// Сверхтв. материалы. – 2000. – № 3. – С. 82–85.
3. Родионов А. Н. Сифилис: руководство для врачей. – СПб.: Питер, 2000. – 288 с.
4. Брико Н. И., Иваненко И. П., Громыко А. И., Тихонова Л. И. Современная ситуация по болезням, передающимся половым путем, в России и тенденции ее развития. // Эпидемиология и инфекционные болезни. – 1999. – Вып. 1. – С. 4–7.
5. Шувалова Т. М., Туманян А. Г., Юдакова В. М., Соколова И. М. Современные проблемы врожденного сифилиса // Иммунологические проблемы практической педиатрии. – 1999. – № 4. – С. 13–18.

Поступила 04.07.07.

УДК 666.233

А. В. Ножкина, докт. техн. наук[1]; **А.А. Ермолаев, А.И. Лаптев**, кандидаты техн. наук[2]

[1]ОАО «Научно-исследовательский институт природных, синтетических алмазов и инструмента» («ВНИИАЛМАЗ»), г. Москва, Россия
[2]Московский государственный институт стали и сплавов, г. Москва, Россия

СИНТЕЗ АЛМАЗНЫХ ПОЛИКРИСТАЛЛОВ КАРБОНАДО В СИСТЕМЕ НИКЕЛЬ–КОБАЛЬТ–УГЛЕРОД

Synthesis and properties polycrystalline diamond carbonado with alloy Ni–Co as catalysts have been studied. Optimal compound of alloy catalysts system Ni-Co have been fined. It is established that strength polycrystalline are depended from mechanical properties and compound metal binder.

Известно, что синтетические поликристаллические алмазы карбонадо, синтезируемые из графита в присутствии расплава-катализатора, представляют собой композиционный ма-

териал, состоящий из алмазной матрицы и металлокарбидной связки. Синтетический карбонадо обладает экстремально высокой для алмазных композитов твердостью. Однако недостаточно высокая прочность существенно ограничивает применение карбонадо в различных видах алмазного инструмента, в первую очередь, работающего с ударными нагрузками. Потому одним из путей повышения прочности карбонадо является подбор сплава-катализатора, состав которого и определяет состав его межкристаллитной связки и прочность. Ранее мы исследовали процесс синтеза карбонадо в системе никель–хром–углерод [1] и различных металлических системах на основе никеля, кобальта, марганца и железа [2]. Наиболее высокими прочностными свойствами обладали карбонадо, синтезированные с катализаторами на основе никеля или кобальта. Было отмечено, что введение хрома более 10 % в никель приводит к снижению прочностных свойств из-за образования карбидов хрома, аналогично действует введение железа и марганца. Интересно отметить – несмотря на то, что свойства чистых никеля и кобальта существенно различны (табл. 1), прочности карбонадо примерно равны.

Таблица 1. **Механические свойства никеля и кобальта [3]**

Металл	Модуль Юнга, ГПа	Прочность, МПа		Твердость, (НВ), МПа	Относительное растяжение δ, %
		$\sigma_{0,2}$	σ_B		
Никель	193–210	78–205	340–450	600–1000	30–40
Кобальт	196–215	–	235–255	1200–3000	5

Поэтому целью настоящей работы являлось определение состава сплава-катализатора на основе системы никель–кобальт, приводящего к синтезу карбонадо наибольшей прочности.

Сплав-катализатор для синтеза карбонадо представляет собой стержень определенных размеров. В данной работе для получения стержней катализатора был использован метод холодного формования–спекания, с последующей допрессовкой. Этот метод позволяет получать стержни катализатора заданного химического состава, а также нужной геометрической формы. В качестве компонентов смеси были выбраны порошок никеля ПНЭ-1 и порошок кобальта ПК-1у, обладающие хорошей прессуемостью. Были приготовлены смеси с содержанием кобальта 0; 20; 40; 60; 80; 100 %. Полученные смеси порошков формовали при давлении 600 МПа в стержни диаметром 2,6 мм и высотой около 3 мм. Далее отформованные образцы цилиндрической формы подвергали спеканию, которое осуществлялось в вакууме не менее 10^{-2} Па при температуре 1500 *K* в течение 3 ч. После этого осуществлялась допрессовка стержней катализатора на гидравлическом прессе при давлении 800 МПа. После каждой из операций по изготовлению катализатора проводили определение их плотности; полученные данные представлены на рис. 1.

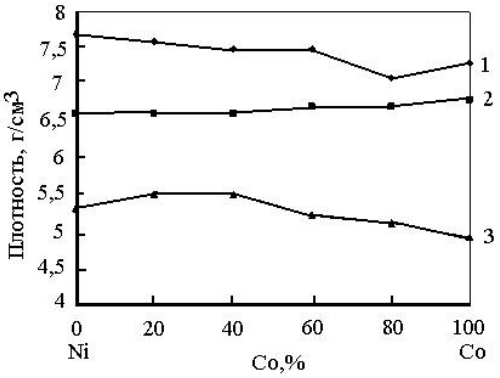


Рис. 1. Зависимости плотности стержней сплава-катализатора от их состава: 1 – спеченные, допрессованные стержни; 2 – спеченные стержни; 3 – исходные формованные стержни.

Никель обладает большей пластичностью, чем кобальт. Поэтому образцы с повышенным содержанием никеля формуются лучше. Наличие максимума на кривой *3* вызвано различием в зернистости исходных порошков никеля и кобальта.

С технологической точки зрения заслуживает внимания линейная усадка стержней металла-катализатора при спекании. График зависимости линейной усадки от состава стержней представлен на рис. 2.

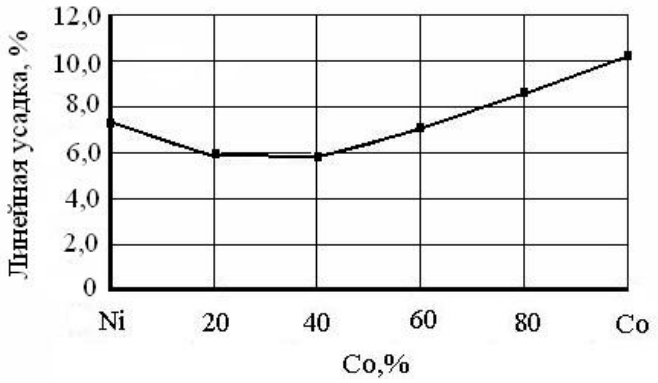


Рис. 2. Влияние состава на усадку образцов в системе Co–Ni *при спекании (T = 1500 K, τ = 1 ч).*

Максимальной линейной усадкой при спекании обладает чистый кобальт, при содержании 40 % Co в шихте усадка минимальна.

Расчетные значения пористости стержней сплавов-катализаторов приведены в табл. 2. При расчете пористости плотность кобальта и никеля принимали равной 8,9 г/см^3.

Анализ полученных результатов позволяет сделать вывод, что наибольшей плотностью и минимальной пористостью обладают образцы, подвергнутые спеканию с последующим прессованием. Пористость таких стержней лежит в пределах от 13,6 до 20,2 %, что приблизительно в 3 раза меньше пористости исходных формованных стержней (37,9–44,5 %), а также в 2 раза меньше пористости формованных и спеченных стержней сплава-катализатора (23,3–25,9 %).

Таблица 2. **Пористость стержней металла-катализатора**

Вид стержней металла-катализатора	Значение средней пористости стержней металла-катализатора, %					
	Состав стержней металла-катализатора					
	100 % Co	80 % Co – 20 % Ni	60 % Co – 40 % Ni	40 % Co – 60 % Ni	20 % Co – 80 % Ni	100 % Ni
Спеченные, прессованные	17,9	20,2	16,1	15,3	14,5	13,6
Спеченные	23,3	25,1	25,1	25,7	25,9	25,9
Формованные	44,5	42,8	41,8	37,9	38,3	41,0

Таким образом, для синтеза алмазных поликристаллов в качестве металла-катализатора лучше использовать стержни, подвергшиеся спеканию и повторной прессовке, из-за их высокой плотности, а, следовательно, и большего содержания металла-катализатора в объеме стержня.

Синтез поликристаллов проводили в камере типа тороид при давлении 9,0 ГПа из графита МГОСЧ. Масса образующегося поликристалла составляла 0,8–1,0 карат. После синтеза поликристаллы дробили, отсеивали фракцию 500/400 для определения прочности согласно ГОСТ 9206–80.

Измерение прочности алмазных зерен производили на установке ДА-2М. Результаты определения прочности поликристаллов карбонадо приведены на рис. 3. Анализ представленных данных показал наличие максимума на кривой прочности для поликристаллов, синтезированных с катализатором, содержащим 60 %. Со.

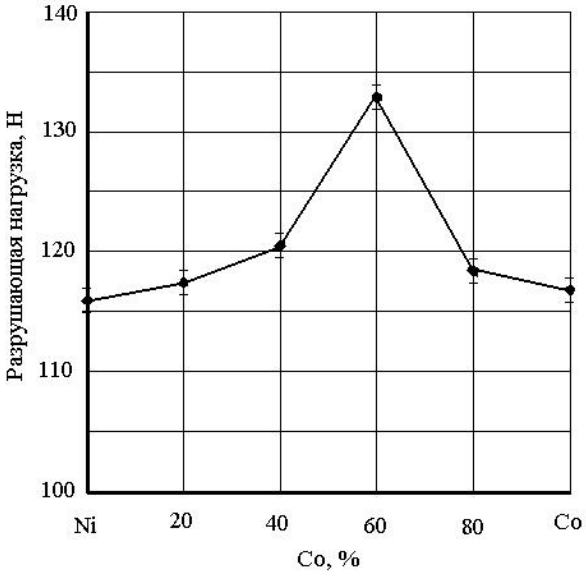


Рис. 3. Зависимость прочности кабонадо (АРК4, фракция 500/400) от состава сплава-катализатора

Для выяснения процессов, влияющих на прочность поликристаллов, мы исследовали их фазовый состав и определили параметры решеток исследуемых фаз. Изучение фазового состава образцов карбонадо проводили на рентгеновской установке ДРОН-3М. Съемку проводили на Cu-K_α излучении с применением графитового монохроматора. Количественный рентгенофазовый анализ проводили с помощью программы «PHAN%», разработанной на кафедре рентгенографии МИСиС. На рис. 4 представлены данные по расчету параметра решетки алмаза (*3*), межкристаллитной связки поликристалла (*2*) и остаточного сплава-катализатора, не участвовавшего в синтезе алмаза (*1*).

Анализ данных по фазовому и структурному анализу, представленному на рис. 4, показывает, что как для катализатора, не участвовавшего в синтезе, так и для межкристаллитной связки наблюдается закономерное линейное увеличение периода решетки ГЦК фазы.

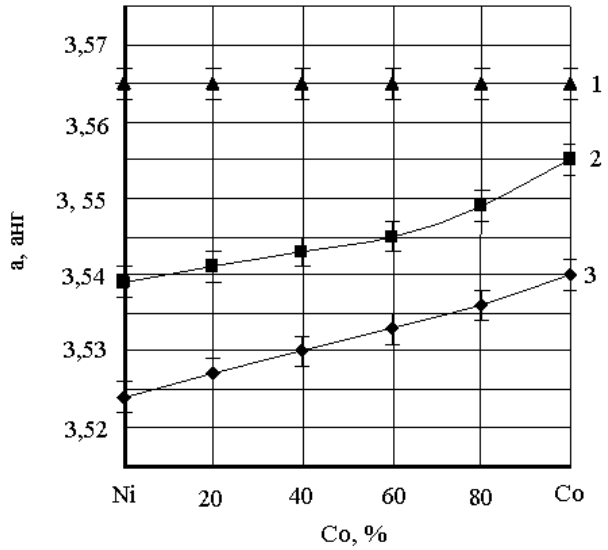


Рис. 4. Зависимость периода решетки алмаза (3), межкристаллитной связки (2) и сплава-катализатора, не участвовавшего в синтезе (1) от химического состава сплавов-катализаторов.

Например, для сплава-катализатора, не участвовавшего в синтезе, его значение составляет от 3,524 Å для чистого Ni до 3,540 Å для чистого Co; для межкристаллитной связки период решетки изменялся от 3,535 Å для 100 % Ni до 3,551 Å для 100 % Co. При этом значения периода решетки существенно больше, чем в исходных катализаторах. Например, для

чистого Ni период решетки увеличивается с 3,524 до 3,535 Å, а для чистого Co – с 3,54 до 3,551 Å. Это может быть связано с межфазными упругими напряжениями в системе алмаз–металл, с внедрением примесей в решетку катализатора.

При содержании в исходном сплаве-катализаторе 80 % Co и более в синтезируемом поликристалле фиксируется наличие двухфазной межкристаллитной связки на основе α-Co (гексагональная, плотноупакованная структура) и β-Co (гранецентрированная, кубическая структура). Причем даже при использовании в качестве катализатора чистого Co, α фаза обнаруживается в незначительном количестве (1,5 %). В связи с этим следует отметить, что в процессе синтеза карбонадо α-Co практически полностью переходит в β-Co (ГЦК фаза), что, по нашему мнению, определяется условиями охлаждения после синтеза и наличием межфазной ориентации алмаз – металл в процессе синтеза.

Выводы

Методами порошковой металлургии изготовлены катализаторы состава Ni-Co для синтеза поликристаллов карбонадо с заданными геометрическими размерами и пористостью от 13,6 до 20,2 %. При изучении влияния состава катализатора на прочность синтезируемых карбонадо установлено наличие максимума на прочностной зависимости при 60 % Co.

Проведен фазовый и структурный анализ исследуемых карбонадо и межкристаллитной связки. Установлено увеличение параметров кристаллической решетки сплавов-катализаторов, содержащихся в карбонадо, по сравнению с исходными.

Литература

1. Ермолаев А. А., Лаптев А. И., Санников Д. С. Синтез алмазных поликристаллов карбонадо в системе никель–хром–углерод // Изв. ВУЗов. Цветная металлургия. – 2000. – № 4. – С. 43–46.
2. Лаптев А. И., Манухин А. В., Санников Д. С., Ермолаев А. А. Механические свойства и фазовый состав «карбонадо», синтезированных в различных металлических системах // Изв. ВУЗов. Цветная металлургия. – 2002. – № 2. – С. 51–54.
3. Тихонов Л. В., Кононенко В. А., Прокопенко Г. И. и др. Механические свойства металлов и сплавов: Справочник. – К.: Наук. думка. – 1986. – 568 с.

Поступила 15.07.07.

УДК 621.921:661.652

И. А. Боримский, инж**; В. Н. Квасница, А. Н. Соколов,** кандидаты техн. наук;
А. А. Шульженко, член-кор. НАН Украины

Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев, Украина

СИНТЕЗ И МОРФОЛОГИЯ КРИСТАЛЛОВ КУБИЧЕСКОГО НИТРИДА БОРА, ВЫРАЩЕННЫХ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ДОПОЛНИТЕЛЬНЫХ ЦЕНТРОВ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ

The influence of the additional crystallization centers, which were entered into reactional (furnace) charge, grain distribution and synthesized cBN crystals morphology are examined. Thanks to contents increase in the cBN crystals in the synthesis product, which were presented as twins and also the surface area is increasing by irregular and parallel joints without physical and mechanical properties reduction were shown. As the result of cBN crystals application in cutting wheels during hardened steel machining the efficiency increases thanks to the better holding of crystals in the bond.

Кубический нитрид бора (КНБ) – синтетический сверхтвердый материал, не имеющий природного аналога. Занимая второе место по твердости после алмаза и превосходя его по термостойкости, КНБ в виде кристаллов различных марок и зернистостей [1] широко применяется в качестве абразивного материала при шлифовании трудно обрабатываемых и закаленных сталей, чугунов и других материалов на основе железа, с которым КНБ, в отличие от алмаза, не взаимодействует при нагреве до высоких температур.

Синтез кристаллов кубического нитрида бора осуществляют при высоких давлениях и температурах в области его термодинамической стабильности [2]. Физико-механические свойства, зерновой состав и габитус кристаллов КНБ зависят от давления, температуры (*p,T*-параметры), времени синтеза и состава применяемой для синтеза реакционной шихты.

Обычно в условиях промышленного производства получают кристаллы КНБ в виде шлифпорошков зернистостью от 250/200 до 50/40 и микропорошков с размерами кристаллов менее 40 мкм. Введение в ростовую среду дополнительных центров кристаллизации (д.ц.к.) [3], в качестве которых могут использоваться порошки того же КНБ определенного диапазона зернистостей, позволяет направленно влиять на фракционный состав продукта синтеза [4], увеличивая в нем содержание кристаллов требуемого диапазона зернистостей (рис. 1).

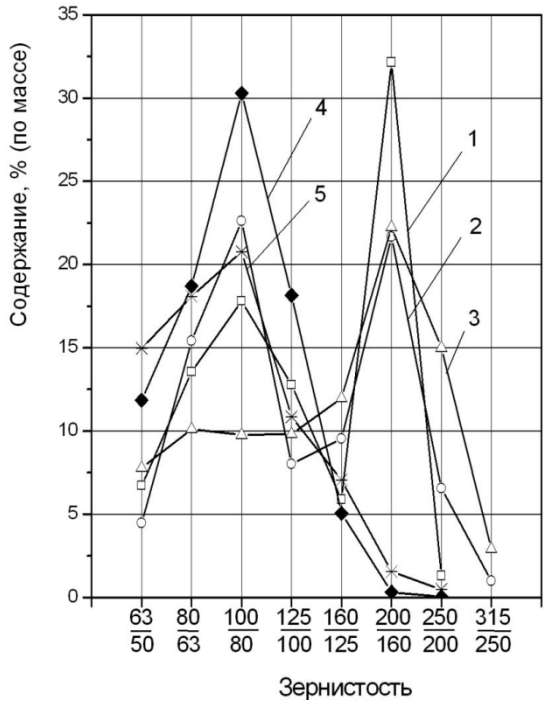


Рис. 1. Зерновой состав порошков КНБ, полученных при использовании д.ц.к. зернистостью 80/63 (1); 100/80 (2); 125/100 (3) и 50/40 (4), содержание которых в реакционной шихте составляло 6 % (по массе), и без применения д.ц.к. (5).

Введение в ростовую среду д.ц.к. приводит к тому, что при синтезе КНБ одновременно идет два процесса – спонтанная кристаллизация и рост кристаллов на д.ц.к. Имеются отдельные данные о том, что кристаллы, выращенные на д.ц.к., отличаются по габитусу от кристаллов, полученных при спонтанной кристаллизации [4–6].

Учитывая, что габитус кристаллов оказывает существенное влияние на их свойства, целью настоящей работы являлось более детальное исследование морфологии кристаллов КНБ, получаемых при синтезе с применением д.ц.к. в условиях, когда, в отличие от [6], одновременно протекают два процесса – спонтанная кристаллизация и рост кристаллов на д.ц.к.

Синтез КНБ осуществляли в аппаратах высокого давления (АВД) типа наковальни с углублениями [7], используя реакционную шихту, содержащую в качестве компонентов гомогенную смесь порошков hBN и магния, покрытого слоем его гидроокиси [8]. Синтез КНБ осуществляли при *p,T*-параметрах (время синтеза в экспериментах составляло 240 с), при которых обеспечивалась степень превращения *h*BN→*c*BN, составляющая 30–40 % (по массе).

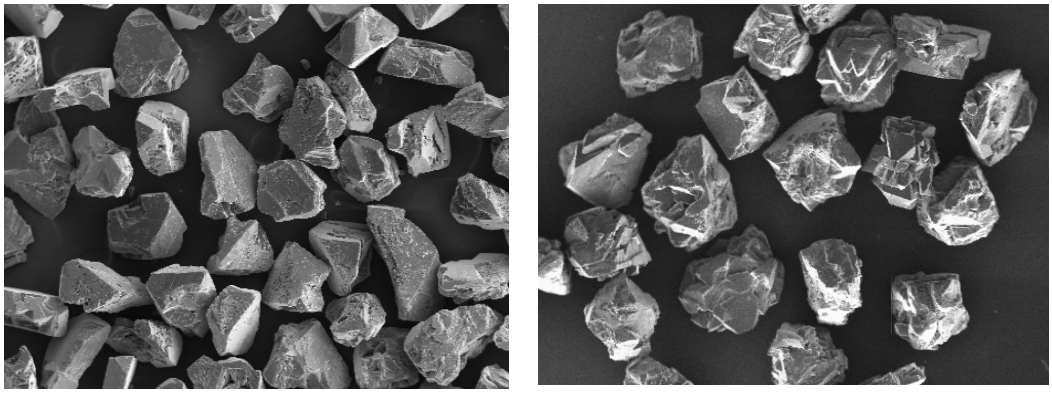
Морфологию кристаллов КНБ изучали, используя гониометр ГД-1, а зерновой состав продукта синтеза и физико-механические свойства кристаллов – используя методики, приведенные в [1].

Как известно [6, 9], в зависимости от условий роста, состава и свойств среды кристаллизации зерна КНБ представляют собой агрегаты, друзы нарастания, перекристаллизации, сростки, двойники или монокристаллы различной степени кристаллического совершенства.

Огранка кристаллов КНБ чутко реагирует на изменения условий роста. Изменение ростовой системы ведет к существенному изменению морфологических особенностей кристаллов, что открывает перспективы для целевого получения кристаллов КНБ с заданной огранкой, например, введением в ростовую среду д.ц.к.

Рассмотрим результаты исследования морфологии кристаллов КНБ зернистостью 315/250, которые были получены с использованием в качестве д.ц.к. кристаллов КНБ зернистостью 125/100. Все указанные кристаллы были выращены на д.ц.к. (при синтезе КНБ без применения д.ц.к. при прочих равных условиях образуются кристаллы зернистостью не более 250/200). Указанные кристаллы имели огранку, характерную для кристаллов других зернистостей, которые получали с применением д.ц.к.

Простое наблюдение под микроскопом кристаллов КНБ, полученных при использовании д.ц.к. и без их применения, позволяет однозначно определить различия в их морфологии (рис. 2).



а *б*

Рис. 2. Кристаллы КНБ зернистостью 200/160 (а), полученные по традиционной технологии, и кристаллы зернистостью 315/250 (б), полученные с применением в качестве д.ц.к. кристаллов КНБ зернистостью 160/125.

Для кристаллов КНБ, полученных с применением д.ц.к., установлено лишь две простые формы их огранки: положительный {111} и отрицательный $\{1\ \bar{1}1\}$ тетраэдры. При больших увеличениях на растровом электронном микроскопе заметны узкие полоски граней тригон-тритетраэдров и тетрагон-тритетраэдров, которые невозможно измерить на гониометре.

Эти две простые формы определяют два типа габитуса кристаллов: тетраэдрический {111} в комбинации с $\{1\ \bar{1}1\}$ и тетраэдрический $\{1\ \bar{1}1\}$ в комбинации с {111}. Степень развития граней этих простых форм по площади и степень искажения кристаллов в объеме определяют несколько морфологических типов кристаллов нитрида бора (рис. 3): тетраэдрический изометрический, тетраэдрический уплощенный по (111), псевдооктаэдрический с более или менее одинаковым развитием граней обоих тетраэдров и псевдогексагональный с более или менее одинаковым развитием граней обоих тетраэдров и сильным уплощением кристаллов вдоль [111]. Значительная часть кристаллов КНБ представлена незакономерными сростками его тетраэдрических форм (рис. 4), а также параллельными сростками, как правило, разновеликих тетраэдров (рис. 5).

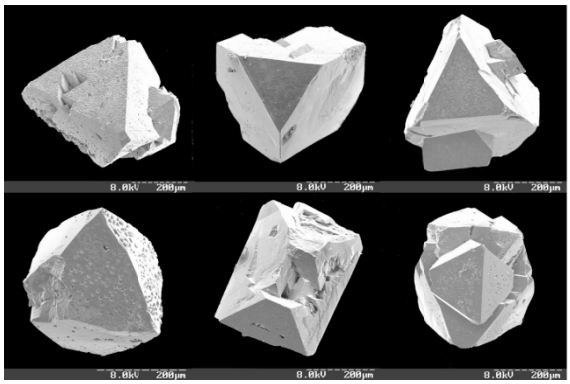


Рис. 3. Тетраэдрические и псевдо-октаэдрические кристаллы.

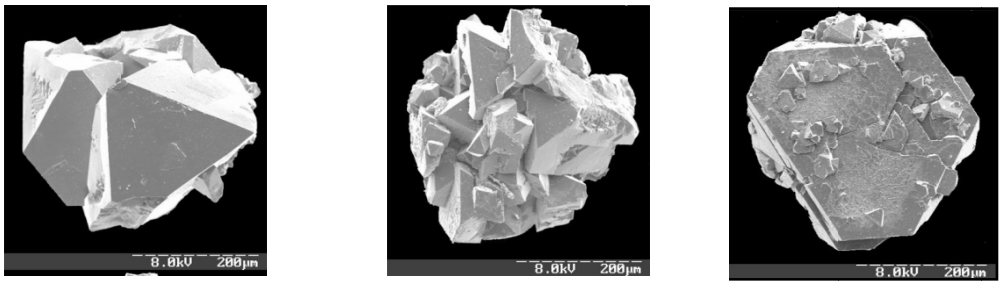


Рис. 4. Незакономерные сростки и наросты.

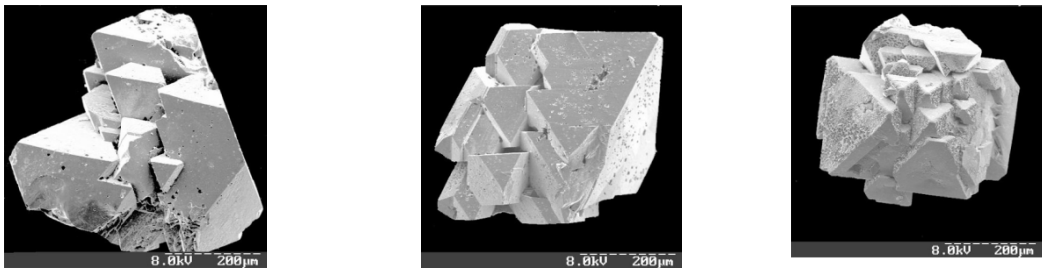


Рис. 5. Параллельные сростки.

Имеются также в большом количестве двойники тетраэдрических кристаллов с плоскостью двойникования (111) (рис. 6), что указывает на перенасыщение среды кристаллизации. При этом среди двойников много искаженных сростков, которые образуют пластинчатые формы. Сростки также различаются между собой по степени развития индивидов, образующих двойники.

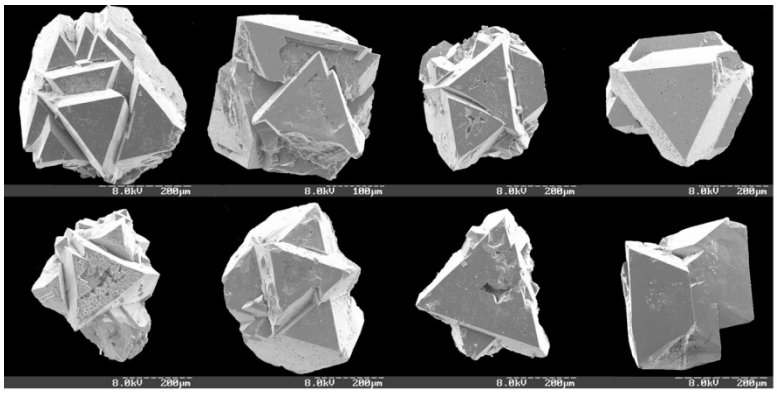
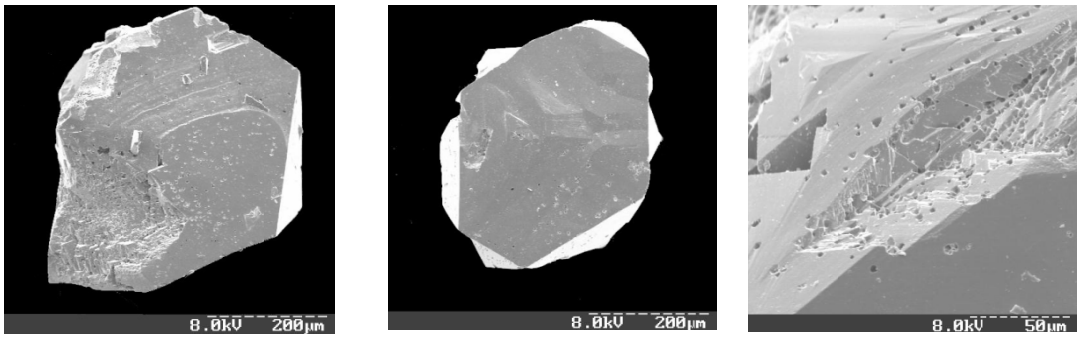
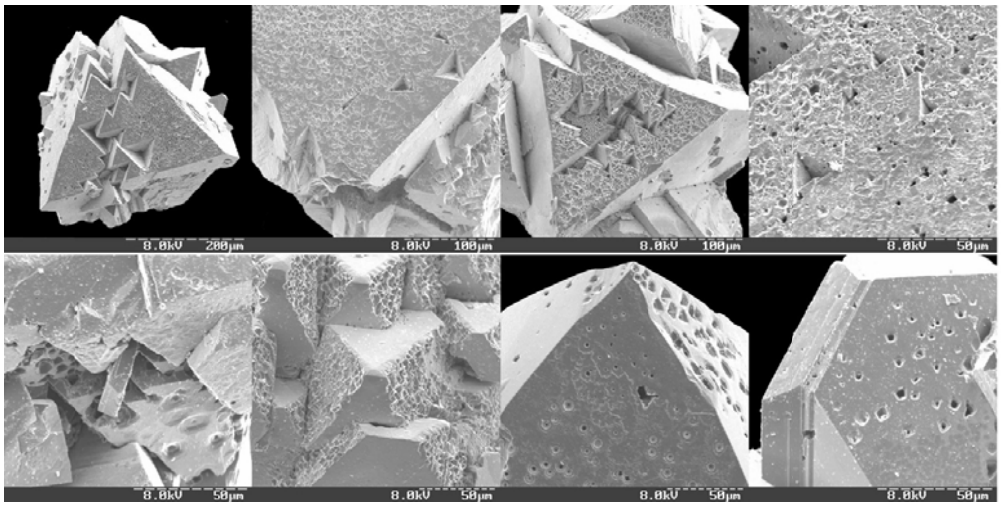


Рис. 6. Двойники.

Граням тетраэдров свойственны разные скульптуры роста и растворения. На гранях положительного тетраэдра развиты округлые и треугольные пирамидальные образования (рис. 7, *а*), на гранях отрицательного тетраэдра – разные коррозионные впадины (рис. 7, *б*). Очень часто кристаллы пронизаны мелкими порами.



а



б

Рис. 7. Фигуры роста.

Часть кристаллов представлена скелетными образованиями (рис. 8).

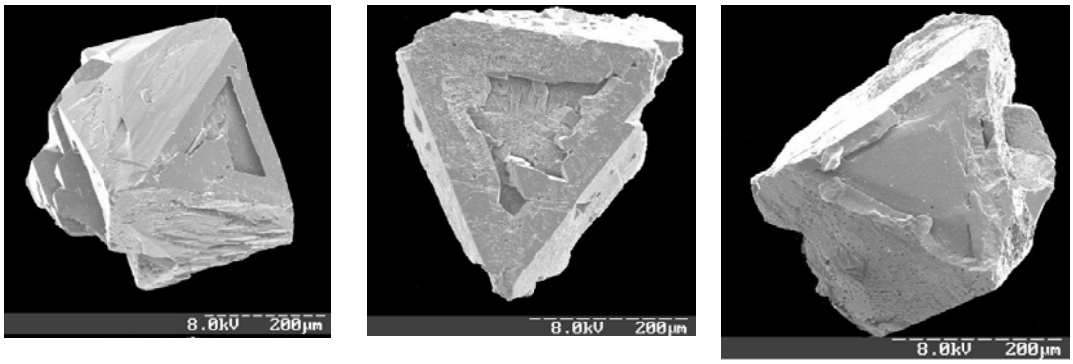


Рис. 8. Скелетные образования.

Таким образом, для кристаллов КНБ, полученных при синтезе с применением д.ц.к., зафиксирована простая их огранка – два тетраэдра.

Условно более гладкогранный тетраэдр по аналогии с данными предыдущих исследований [6, 9] принят за положительную форму, а тетраэдр с шероховатой поверхностью – за отрицательную форму.

Грани отрицательного тетраэдра $\{1\ \bar{1}1\}$ подвергнуты более интенсивному растворению (коррозии). Коррозионные впадины имеют разную морфологию: округлые ямки с плоским дном или порами в центре впадины, округлые концентрически-ступенчатые, округло-треугольные и неправильные четырехугольные, не соответствующие симметрии грани. При этом интенсивное развитие рельефа из узоров неправильных многочисленных впадин на гранях тетраэдров напоминает элементы дендритной кристаллизации, то есть строго идентифицировать это явление (рост или растворение) сложно.

Более четко определяются скульптуры роста на гранях положительного тетраэдра – это вицинальные образования в виде округлых наплывов или округлых треугольных пирамидок.

К фигурам роста следует относить и глубокие обратнопараллельные отрицательные треугольные пирамидки, возникающие на гранях обоих тетраэдров вследствие полицентризма роста.

Грубослоистые наплывы и параллельная штриховка на гранях положительного тетраэдра свидетельствуют о значительных скоростях роста кристаллов. Об этом говорит также полицентризм (многочисленные зародыши на гранях) кристаллов, весьма частое двойникование по (111) и образование агрегатов кристаллов (незакономерные сростки).

Следует отметить, что практически все кристаллы КНБ, выращенные на д.ц.к., представляют собой либо двойники, либо незакономерные и параллельные сростки, в то время как доля таких кристаллов, полученных при синтезе без применения д.ц.к., незначительна (см. рис. 1).

При этом кристаллы КНБ с развитой поверхностью по своим характеристикам, таким как разрушающая нагрузка при статическом сжатии, динамическая прочность и термостойкость, не уступают, а в некоторых случаях превосходят кристаллы, полученные при прочих равных условиях по традиционным технологиям [4].

Как показали исследования, проведенные в ИСМ им. В. Н. Бакуля (Шепелев А. А., Дуброва А. Е., Боримский И. А.), применение кристаллов (порошков) КНБ различных зернистостей в шлифовальных кругах при обработке закаленных сталей повышает эффективность их использования благодаря лучшему удержанию кристаллов в связке.

Выводы

Применение д.ц.к. при синтезе кристаллов КНБ позволяет направленно влиять на зерновой состав продукта синтеза, обеспечивая возможность увеличения содержания в продукте порошков требуемого диапазона зернистостей.

Кристаллы КНБ, полученные с применением д.ц.к., представлены преимущественно двойниками, а также незакономерными и параллельными сростками, что приводит к увеличению площади их поверхности без снижения физико-мехинических характеристик.

Применение кристаллов КНБ в связи с их особой морфологией в шлифовальных кругах при обработке закаленных сталей повышает их работоспособность благодаря лучшему удержанию кристаллов в связке.

Литература

1. ТУ У 88.090.018–98. Порошки кубического нитрида бора. Технические условия. – Введ. 09.03.1999.
2. Corrigan F. R., Bandy F. P. Direct transitions among the allotropic forms of boron nitride at high pressure and temperatures // J. Chem. Phys. – 1975. – V. 63, N 9. – P. 3812–3820.
3. Патент 65367 А Україна, C10B21/06, C01B31/06. Спосіб отримання кубічного нітриду бору / О. І. Боримський, М. В. Новіков, І. О. Боримський. – Опубл. 15.03.2004, Бюл. № 3.
4. Синтез и свойства крупнозернистого кубического нитрида бора, полученного с использованием дополнительных центров кристаллизации / И. А. Боримский, Н. Н. Белявина, В. Я. Маркив // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – Вып. 9. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2006. – С. 286–292.

5. К выбору конструкции реакционной ячейки аппарата высокого давления и состава ростовой среды, содержащей дополнительные центры кристаллизации, для синтеза кубического нитрида бора / И. А. Боримский // Международная конференция «Современное материаловедение: достижения и проблемы» MMS–2005, Киев, Украина, 26–30 сентября 2005 г.: Тез. докл. – К.: Видавничий дім «Академперіодика» НАН України, 2005. – Т. 1. – С. 281–282.
6. Крочук В. М., Петруша И. А., Соколов А. Н., Соложенко В. Л. Морфология кристаллов сфалеритного нитрида бора, выращенных в различных системах // Сверхтв. материалы. – 1990. – № 5.– С. 28–33.
7. Патент 5087 Україна, МПК[2] B 01 J 3/06. Пристрій для створення високого тиску і високої температури / О. Й. Пріхна, О. І. Боримський, П. А. Нагорний. – Опубл. 28.12.94, Бюл. № 7–1.
8. Патент 4580 Україна, C01B21/064. Спосіб приготування шихти для одержання порошків кубічного нітриду бору / О. І. Боримський, В. М. Давиденко, В. С. Лисанов та ін. – Опубл. 28.12.1994, Бюл. № 7–1.
9. Шульженко А. А., Вишневский А. С., Соколов А. Н., Петруша И. А. Полиэдрические формы роста кристаллов кубического нитрида бора // Сверхтв. материалы. – 1981.– № 6.– с. 6–11.

Поступила 04.07. 07.

УДК 536.421.1:620.187:661.057.5

И. А. Петруша, докт. техн. наук[1]; **В .З. Туркевич,** докт. хим. наук[1]; **В. Е. Пальчиков**, канд. физ.-мат. наук[2]; **А. С. Осипов**, **Т. И. Смирнова, Л. А. Романко,** кандидаты. техн. наук[1]; **И. П. Фесенко**, докт. техн. наук[1]; **Г. П. Гажа**, инж[1].

[1]Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев, Украина
[2]Институт ядерной физики им. Г. И. Будкера СО РАН, г. Новосибирск, Россия

ФУНКЦИОНАЛЬНЫЙ ЭЛЕКТРОПРОВОДНЫЙ КОМПОЗИТ С КЕРАМИЧЕСКОЙ МАТРИЦЕЙ НА ОСНОВЕ *c*BN, СОДЕРЖАЩИЙ НИТРИД ТИТАНА

Cubic BN–TiN ceramic composite of 25 vol. % TiN content was fabricated at high pressure (7,7 GPa) and its physical properties of density, specific electric resistance, thermal conductivity, bulk modulus, strength and hardness were evaluated to examine the potential of these ceramics as new functional material (windows for liquid-metal target) and wear-resistant tool material.

Введение

Кубический нитрид бора (*c*BN) – важнейшее алмазоподобное соединение, порошки которого используются при получении сверхтвердых керамических и композиционных материалов спеканием в условиях высоких давлений и температур. Получаемые материалы широко используются для оснащения режущего инструмента взамен твердосплавного и абразивного при токарной обработке деталей из высокопрочных износостойких материалов (закаленные стали, отбеленный и износостойкий высокохромистый чугуны, электродуговые наплавки, напыленные покрытия и др.). По своим электрофизическим свойствам *c*BN относят к высокотемпературным электроизоляторам. Удельное электросопротивление поликристаллических материалов *c*BN, полученных спеканием при высоких давлениях и температурах без применения активирующих добавок, существенно зависит от чистоты исходных порошков и может изменяться в широких пределах от 10^9 до 10^{13} Ом·см [1].

Электрическая проводимость композиционных материалов на основе cBN может регулироваться введением в их структуру электропроводных добавок, например, нитридов, боридов и карбидов переходных металлов IV группы (титана, циркония и гафния), которые сами по себе являются сверхтвердыми соединениями, устойчивыми при высоких температурах. Так, нитрид TiN_{1-x} при давлении 0,1 МПа в атмосфере азота сохраняет устойчивость почти до температуры 3300 *K* [2]. По данным [3], удельное электрическое сопротивление TiN при 300 *K* составляет $2{,}5\cdot10^{-2}$ Ом·см, т.е. более чем на 10 порядков ниже этого показателя для *c*BN.

О получении композитов в системе BN–TiN с применением техники высоких давлений и температур сообщалось в ряде работ, например [4, 5]. Исследовались составы для спекания с 35 и 62 % (по объему) TiN (H. C. Starck, размер частиц 1,3–1,9 мкм) в смеси с *c*BN (ABN-300, Element Six, размер частиц 3–5 мкм). Порошки, смешанные в этаноле и просушенные после гомогенизации, спекали при давлении 7,5 ГПа при различных температурах из интервала 1400–2000 °C. Из полученных спеков подготавливали образцы диаметром 12,7 мм и высотой 3,2 мм для изучения структуры, механических свойств и режущей способности материалов. Электрофизические характеристики композитов не исследовались.

В данной работе выполнялась целевая разработка функционального электропроводного композита *c*BN–TiN для применения в качестве окон жидкометаллических мишеней для электрон-позитронной конверсии в программе встречных e^-e^+ пучков на энергию в сотни ГэВ. Среди технических требований к композиту наиболее важным было обеспечить уровень удельного электросопротивления материала $\rho \sim 10^4$ Ом·см, коэффициент теплопроводности $\lambda \sim 100$ Вт/(м·К) при 300 *K*, а также возможность получения изделий из спеченных заготовок композита в виде дисков диаметром 10 мм, толщиной 4 мм, с полированными торцами.

Методика проведения экспериментов и измерений

В качестве исходных порошков для изготовления шихты с различным содержанием компонентов использовали микропорошок cBN марки Кубонит КМ 12/8 (ГП «АЛКОН-Диамант», средний размер частиц около 10 мкм) и порошок TiN ООО «Реактив» (ДЗХР), предварительно измельченный в течение 3 мин в планетарной мельнице до размера частиц менее 10 мкм. Смешивание компонентов шихты выполняли сухим способом 6-кратным пропусканием порошков через сито с размером ячеек 63х63 мкм. Первоначально использовали два состава исходной шихты с 10 и 30 % (по объему) TiN, а также чистый микропорошок cBN, не содержащий добавки.

Спекание композитов осуществляли при 7,7 ГПа в течение 70 с в аппарате высокого давления тороидального типа с диаметром центрального углубления 30 мм (АВДТ-30). Использовался высокотемпературный вариант конструкции ячейки высокого давления, аналогичный описанному в [6].

Температуру процесса спекания предварительно оптимизировали по признаку максимальной стойкости к абразивному износу материала образцов, полученных из микропорошка *c*BN без добавки TiN при различной мощности электрического тока, пропускаемого через нагреватель ячейки высокого давления. Поскольку, как предполагалось, спекание порошков с добавками TiN протекает без участия жидкой фазы, температура процесса получения композита должна оставаться достаточно высокой, но не превышать оптимальную для чистого *c*BN. При более высоких температурах рекристаллизационные процессы в преобладающей по объему керамической матрице будут приводить к ее разупрочнению, так же как и в чистом поликристаллическом материале cBN.

Размер получаемых заготовок композитов при использовании АВДТ-30 составляет около 13,8 мм в диаметре и около 5,5 мм по высоте, что позволяет путем алмазно-абразивного шлифования получать из них изделия цилиндрической формы требуемых размеров (∅10 х 4 мм). Плотность изделий рассчитывали по результатам точного определения их объема и массы.

Фазовый рентгеновский анализ полученных композитов выполняли по методике кафедры физики металлов Киевского национального университета им. Тараса Шевченко.

При определении электросопротивления образцов использовали стенд, предназначенный для измерения электропроводности композитов из сверхтвердых материалов на основе алмаза и кубического нитрида бора. Электрическая схема стенда, смонтированная на базе электрометра В7-49, дает возможность проводить измерения как в режиме стабилизации тока, так и в режиме стабилизации напряжения. Определение величины удельного сопротивления образцов проводили методом измерения вольтамперных характеристик (ВАХ) на постоянном токе при комнатной температуре. Величина сопротивления устанавливалась на омическом участке ВАХ. Удельное сопротивление рассчитывалось с учетом геометрических размеров и формы образцов.

Коэффициент теплопроводности образцов при 300 *K* измеряли нестационарным методом с помощью измерителя для высокотеплопроводных материалов ИТ3-МХТИ (МХТИ, РФ) [7]. Принцип действия измерителя основывается на импульсном (10–30 с) нагревании образца с последующим охлаждением его до исходной температуры. При этом тепловой поток направлен вдоль образца от нагревателя к теплоприемнику. В процессе измерения определяется интеграл по времени от разности температур в период нагревания и охлаждения образца, величина которого обратно пропорциональна коэффициенту теплопроводности. Относительная ошибка определения составляет 5 %.

Упругие модули образцов исследовали методами ультразвуковой диагностики совместно с ИМФ НАН Украины с использованием уникальной импульсной УЗ установки [8, 9]. Измерения продольной и поперечной скоростей ультразвука осуществляли при $T = 20 \pm 2$ °С в частотном диапазоне 10–30 МГц с инструментальной ошибкой 0,01 % на временной базе 10 мкс. При уменьшении последней ошибка пропорционально возрастала. При расчете упругих параметров – модуль Юнга (*E*), сдвига (*G*), всестороннего сжатия (*B*) и коэффициент Пуассона (η) – использовали хорошо известные формулы [10].

Для определения прочности композита использовали метод импульсного диаметрального сжатия дискового образца, при котором фиксировали предельное растягивающее напряжение ($\sigma_{\text{р}}^{\text{д.с.}}$) [11]. При обработке экспериментальных данных $\sigma_{\text{р}}^{\text{д.с.}}$ определяли, используя выражение $\sigma_{\text{р}}^{\text{д.с.}} = 2P/\pi Dh$, где *P* – сосредоточенная нагрузка на образец, которая приводит к его разрушению; *D* и *h* – диаметр и толщина диска.

Твердость композита по Виккерсу при нагрузке 9,8 Н определяли по стандартной методике [11].

Результаты и их обсуждение

При спекании порошков *c*BN без добавок TiN при различной мощности электрического тока, пропускаемого через нагреватель ячейки высокого давления, получена серия образцов примерно одинаковой массы и высоты. Стойкость к абразивному износу различных образцов определяли по их изменению массы при шлифовании в идентичных условиях алмазным порошком АСМ 100/80 в течение 10 и 20 мин при нагрузке на каждый образец около 10 Н (рис. 1). Как видно из полученных данных, максимальной стойкостью к абразивному износу обладают образцы, полученные при мощности около 13 отн. ед. (максимум кривых при 12,87 отн. ед.). Исходное давление в ячейке – 7,7 ГПа, мощность электрического тока в нагревателе ячейки – 12,87 отн. ед. и длительность высокотемпературного воздействия – 70 с приняты в качестве оптимальных параметров получения композитов на основе керамической матрицы *c*BN, содержащей добавки нитрида титана.

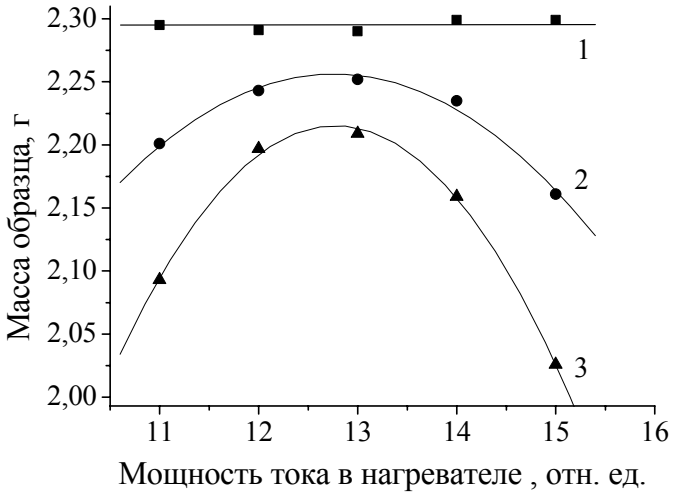


Рис. 1. Изменение массы образцов cBN, спеченных при различной мощности тока в нагревателе, в результате износа при плоском шлифовании свободным алмазным абразивом: 1 – исходная масса; 2 – после 10 мин шлифования; 3 – после 20 мин шлифования.

При оптимизации состава композита по величине электропроводности измерено электросопротивление образцов, полученных из исходной шихты трех составов:

100 % *c*BN;

*c*BN с 10 % (по объему) TiN (по отношению к общему объему);

*c*BN с 30 % TiN (по объему) (рис. 2).

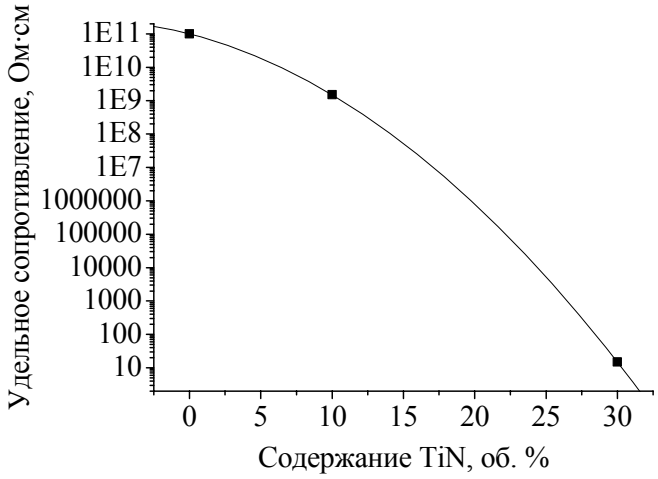


Рис. 2. Зависимость удельного электросопротивления композитов системы cBN–TiN от объемного содержания в них нитрида титана.

Как следует из полученной зависимости, введение в *c*BN 30 % (по объему) TiN приводит к снижению удельного электросопротивления материала на 10 порядков, а состав с 25 % (по объему) TiN (по отношению к общему объему) является оптимальным для получения композита с требуемым удельным электросопротивлением (~ 10^4 Ом·см).

При оптимальных условиях спекания получена партия заготовок композита оптимального состава, из которой отобраны образцы для комплексного исследования свойств материала и изготовлены окна жидкометаллических мишеней (рис. 3).

Результаты рентгенофазового анализа указывают на низкий уровень микроискажений в структуре композита, о чем свидетельствует отсутствие физического уширения линий *c*BN и TiN на дифрактограммах. Наличие каких-либо новых фаз в композите не зафиксировано.

Периоды решетки *c*BN (пространственная группа $F\bar{4}3m$): 0,36147(0) нм; периоды решетки TiN (пространственная группа *Fm*3*m*): $a = b = c = 0{,}42464(1)$ нм.

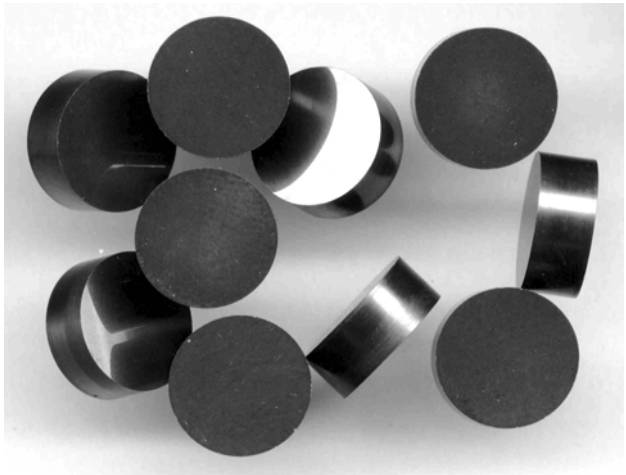


Рис. 3. Окна жидкометаллических мишеней из композита cBN–25 % (по объему) TiN.

Результаты комплексного исследования свойств композита оптимального состава приведены в таблице.

Физические и физико-механические свойства композита *c*BN–25 % (по объему) TiN

Свойство при 300 *K*	Значение
Плотность, г/см^3 :	
рассчитанная	3,975
измеренная	3,951–3,954
Удельное электросопротивление, Ом·см	$(8{,}1–10{,}9)\cdot10^3$
Коэффициент теплопроводности, Вт/(м·*K*)	101 ± 10
Коэффициент термического расширения, K^{-1}	$\approx 3\cdot10^{-6}$
Модуль Юнга, ГПа	656–659
Модуль сдвига, ГПа	283–284
Модуль всестороннего сжатия, ГПа	323
Коэффициент Пуассона	0,16
Предельное растягивающие напряжение при динамическом диаметральном сжатии, ГПа	≈ 0,54
Твердость по Виккерсу при нагрузке 9,8 Н	24–31

Отметим, что при определении предельного растягивающего напряжения при динамическом диаметральном сжатии использовали образец диаметром 12,7 мм и толщиной 3,8 мм. Растягивающие напряжения достигали предельного значения при нагрузке на образец, равной 40,8 кН, что соответствует значению $\sigma_{\text{р}}^{\text{д.с.}} \cong 0{,}54$ ГПа. О достоверности полученного значения прочности дискового образца в условиях диаметрального сжатия свидетельствует характер его разрушения – образование двух магистральных трещин, проходящих через весь образец в направлении действия нагрузки (рис. 4). Это обстоятельство указывает на то, что разрушение материала происходит именно от растягивающих предельных напряжений.

Рис. 4. Характер разрушения дискового образца композита cBN-25 об. % TiN при динамическом диаметральном сжатии.

Высокая прочность и твердость композита свидетельствуют о возможном применении его также в качестве инструментального режущего материала. О тенденции улучшения режущей способности композитов на основе керамической матрицы cBN с уменьшением содержания TiN (от 62 до 35 об. %) сообщалось в [4, 5]. Положительным фактором в возможных практических применениях полученного композита является возможность относительно легкой механической обработки изделий с достижением эффекта полировки поверхности.

Благодарности

Работа выполнялась при поддержке НАН Украины в рамках проекта 0105U008270. Авторы благодарны за участие в совместных работах к.ф.-м.н. О. И. Запорожцу (ИМФ НАН Украины, ультразвуковая диагностика); к.ф.-м.н. Н. Н. Белявиной (КНУ, рентгеновские исследования); А. Г. Сулеме (ИСМ НАН Украины, динамические испытания на прочность); к.т.н. С. Н. Дубу (ИСМ НАН Украины, определение твердости композита); В. Н. Боженку (ИСМ НАН Украины, механическая обработка изделий из композита).

Литература

1. Петруша І. А., Осіпов О. С., Смірнова Т. І., Стратійчук Д. А., Олєйник Г. С., Фесенко І. П., Романко Л. О. Розробка полікристалічних матеріалів на основі кубічного нітриду бору з спеціальними електрофізичними властивостями для застосування в якості пасивних та активних елементів приладів сучасної електроніки // Пріоритети наукової співпраці ДФФД і БРФФД: Матеріали спільних конкурсних проектів ДФФД-БРФФД–2005.– К.: ДІА, 2007.– С. 218–230.
2. Холлек Х. Двойные и тройные карбидные и нитридные системы переходных металлов: Справочник. – М.: Металлургия, 1988. – 319 с.
3. Самсонов Г. В., Эпик А. П. Тугоплавкие покрытия / Изд. 2-е.– М.: Металлургия, 1973. – 400 с.
4. Klimczyk P., Benko E., Gorczynska-Zawislan W. Mechanical properties and cutting performance of cBN–TiN composites sintered using HPHT technique // Joint 20th AIRAPT – 43th EHPRG Conf., Karlsruhe, Germany, June 27 – July 1, 2005.
5. Klimczyk P., Benko E., Lawniczak-Jablonska K., Piskorska E., Heinonen M., Ormaniec A., Gorczynska-Zawislan W., Urbanovich V. S. Cubic boron nitride–Ti/TiN composites: hardness and phase equilibrium as function of temperature // Journal of Alloys and Comounds.– 2004.– N 382.– P. 195–205.
6. Патент 70815 Україна, МПК B 01 J 03/06. Пристрій для створення високого тиску та температури / А. Г. Гаран, І. А. Петруша, А. С. Осіпов. Заявл. 30.12.03, Опубл. 15.10.04, Бюл. № 10.

7. 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.
8. Bochko A. V., Zaporozhets O. I. Elastic Constants and Elasticity Moduli of Cubic and Wurcite Boron Nitride Powdet Met. Met. Cer. – 1995. –34, 7/8. – P. 417–423.
9. Balan V. Z., Bochko A. V., Zholud' V. V., Zaporozhets E. O., Zaporozhets O. I., Kuz'mischev V. A. Ultrasonic Study of Tungsten Single Crystals of Various Purity // Russian Metallurgy (Metally). – 2001. – N 1. – P. 69–73.
10. Бергман Л. Ультразвук и его применение в науке и технике. – М.: Иностранная литература, 1956. – 726 с.
11. Синтетические сверхтвердые материалы: В 3-х т. / Редкол.: Новиков Н. В. (отв. ред.) и др. – К.: Наук. думка, 1986. – Т. 1. – 280 с.

Поступила 15.07. 07 г.

УДК 658.012.122 - 621.921.34

П. И. Кравец, канд. техн. наук

Национальный технический университет Украины «КПИ», г. Киев,Украина

ПЕРСПЕКТИВЫ СОВЕРШЕНСТВОВАНИЯ СИСТЕМЫ УПРАВЛЕНИЯ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИМИ ПРОЦЕССАМИ ПРОИЗВОДСТВА И ОБРАБОТКИ СВЕРХТВЕРДЫХ МАТЕРИАЛОВ

The paper deals with the method of implementation of automatic control system to manufacture and process superhard materials.

Производство синтетических сверхтвердых материалов (ССМ) насчитывает уже более чем полувековую историю. Однако и в настоящее время технология производства ССМ не гарантирует высокий процент выхода изделий с заданными количественными и качественными характеристиками, отличается высокой энергоемкостью и практически полностью зависит от квалификации оператора. Такое состояние технологии производства ССМ связано в первую очередь с ее некоторыми особенностями, а именно:

ненаблюдаемостью процесса преобразования материалов в процессе производства;

ненаблюдаемостью состояния основных технологических параметров – температуры и давления – в зоне преобразования материалов;

ненаблюдаемостью технического состояния технологического оборудования;

разбросом качественных показателей исходных материалов и технологических заготовок подготовки производства и др.

Перечисленные информационные особенности в своем комплексе сводят процесс принятия управленческих решений к проблемам, которые известны в теории систем автоматического управления как проблемы управляемости процессом производства в условиях неопределенности. В таких условиях найти более менее правильное управленческое решение может лишь опытный квалифицированный оператор, однако найти решение, оптимизирующее выход годных изделий и минимизирующее энергозатраты, ему не под силу.

Одним, и единственным, путем решения проблемы управляемости технологическим процессом производства ССМ есть совершенствование системы управления – создание автома-

тизированной системы управления процессом производства на основе интеллектуальных информационных технологий, способных решать задачи управления в условиях неопределенности.

Что же мы имеем в области автоматизации процесса производства ССМ сегодня? Технологическое оборудование лучших мировых производителей оснащено т.н. автоматизированными системами управления, основной задачей которых является контроль, управление, визуализация и протоколирование некоторых технологических параметров (температуры, тока, напряжения, мощности, проводимости, электрического сопротивления, давления), косвенно и неоднозначно связанных с основными технологическими параметрами, существующими в зоне обработки и преобразования материалов (например, системы управления на основе контроллеров КС-4, КС-5 разработки Института физики твердого тела НАН Белоруссии, обновленные разработки России и др. зарубежные разработки). Такие системы создают видимость автоматизации процесса производства и по существу ничем не отличаются от простых систем управления, реализованных на большинстве единиц технологического оборудования. Основные их возможности – это программное управление мощностью (током, напряжением) нагрева, усилием прессового оборудования и информационные удобства для оператора, а все остальные задачи по выбору стратегии управления технологическим процессом по-прежнему возлагаются на оператора. А это значит, что поставленные выше проблемы и задачи такими системами по-прежнему не решаются. Для обоснования выбора нужной структуры автоматизированной системы управления проанализируем перечисленные выше основные особенности технологии производства ССМ.

Ненаблюдаемость технологии преобразования исходных материалов в готовые изделия связана, в основном, с отсутствием технологических средств и технологий прямого контроля процесса преобразования материалов в готовые изделия. В то же время сам процесс преобразования материалов хорошо изучен как физико-химическое явление, построены диаграммы термобарических и термомеханических состояний температурных полей, изучены процессы электро- и массопереноса и др. [1], что дает возможность построить целый ряд моделей процесса преобразования материалов, на которых можно строить системы управления. Сам факт, что процессом может управлять оператор, уже говорит о том, что существует модель процесса в виде знаний оператора, основанная на статистических данных. Все эти модели могут служить основанием для реализации системы управления процессом производства ССМ без текущего контроля самого процесса.

Ненаблюдаемость основных технологических параметров связана с отсутствием промышленных технологий их прямого контроля (лабораторные технологии существуют, но они достаточно трудоемкие, ненадежны и дорогостоящие), поэтому даже в лабораторных условиях обходятся контролем более доступных параметров, косвенно характеризующих основные технологические параметры – электрической мощности нагрева, тока, напряжения, электрической проводимости или электрического сопротивления рабочей камеры, давления в гидросистеме технологического пресса. Эти параметры в совокупности дают общее представление о ходе технологического процесса и ориентируясь на них, можно с какой-то долей вероятности судить о ходе технологического процесса, т.е можно построить некоторую модель управления процессом производства ССМ как функционал от этих параметров. Эти же параметры могут служить основой для построения модели технического состояния технологического оборудования.

Что касается влияния разброса показателей исходных технологических заготовок и материалов, то следует соблюдать условие, что их показатели всегда находятся в некоторых допустимых значениях, определяемых технологией производства, выход за которые не гарантирует результата технологического процесса.

Таким образом, из проведенного анализа следует, что ненаблюдаемость текущих состояний объекта и управляющих параметров не позволяет реализовать управление процессом производства ССМ в реальном времени, несмотря на наличие всех моделей, необходимых для управления технологическим процессом.

Однако если оценивать результаты технологического процесса и на их основе вычислять по оговоренным выше моделям прогноз управляющих воздействия для последующего технологического цикла, то таким образом можно управлять процессом производства, что, собственно, и делает оператор, опираясь на свой опыт и знания. Основной проблемой при таком управлении есть отсутствие технических средств оперативной оценки результатов проведенного технологического процесса, поэтому на данном этапе оценку результатов должен выполнять оператор, хотя это опять же вводит в систему управления субъективный фактор опыта и знаний оператора. Однако этот подход существенно сужает роль оператора в выборе управляющих решений, концентрируя его знания и умение лишь на оценке результатов технологического процесса.

Исходя из проведенного анализа, можно предложить структуру автоматизированной системы управления, решающей поставленные выше задачи. Система содержит три уровня: исполнительский уровень, уровень решения оптимизационных задач (тактический уровень) и уровень решения стратегических задач – стратегический уровень. На исполнительском уровне решаются задачи точного дозирования управляющих параметров – мощности нагрева и давления в гидросистеме пресса. На тактическом уровне решаются задачи точного управления температурным полем внутри рабочей камеры и оптимального расхода энергетических ресурсов. На стратегическом уровне решаются задачи оптимизации результатов производства ССМ путем определения оптимальных значений управляющих параметров для последующего технологического процесса по результатам текущего технологического процесса, а также оценка состояния технологического оборудования.

Информационными величинами для исполнительского уровня есть напряжение и ток нагрева рабочей зоны технологического оборудования, на основе которых формируется управление мощностью нагрева, и давление в гидросистеме технологического пресса. В качестве регуляторов используются прецизионные регуляторы мощности, они описаны в [2], а в качестве регулятора давления – классические двухпозиционные регуляторы.

Информационными величинами тактического уровня являются:

мощность нагрева рабочей зоны объекта;

температура в ряде точек (2–4 точки) технологического оборудования и оснастки;

температура охлаждающей среды на входе и выходе системы охлаждения технологического оборудования;

расход охлаждающей жидкости.

На основе получаемой информации, используя модели динамики температурных полей, определяются управляющие воздействия для систем нагрева и охлаждения технологической оснастки и пресса. Результатом управления должно быть требуемое состояние температурного поля в рабочей зоне технологического оборудования. На этом же уровне решается оптимизационная задача по минимизации энергозатрат на создание этого температурного поля путем совместной оптимизации управлений для систем нагрева и охлаждения оборудования.

Основой тактического уровня является прямая и обратная математические модели динамики температурного поля технологической оснастки оборудования, посредством которых косвенным путем можно оценить состояние температурного поля в рабочей зоне по данным контроля температуры поля в других точках технологического оборудования [3]. Поскольку рассмотренные модели относятся к классу сложных нелинейных моделей со многими входами и многими выходами, то для решения задач оценки состояний поля и оптимизационных задач предлагается использовать синергетический подход, развиваемый в работах [4], с применением интеллектуальных технологий решения задач управления, например, на основе нейронных сетей.

Информационными величинами для стратегического уровня является качественная и количественная характеристики результатов проведенного технологического процесса, мощность, ток и напряжение нагрева, а также давление в гидросистеме пресса. Стратегический уровень решает задачу расчета прогноза программы управлений температурой и давлением в рабочей зоне и задачу оценки технического состояния технологического оборудования. Поскольку ос-

новные исходные данные, характеризующие результаты предыдущего техпроцесса, оцениваются и передаются в систему оператором в виде лингвистических представлений, то технология поиска управлений должна строиться на основе интеллектуальных технологий реализации процедуры динамического программирования. Пример интеллектуальной технологии поиска прогноза управлений для технологического процесса синтеза алмазов рассмотрен в [5].

Исходя из сказанного, структуру автоматизированной системы управления производством ССМ можно представить, как показано на рис. 1, в которой и стратегический, и тактический уровни системы управления реализуются на основе технологий интеллектуальных систем управления, современная теория которых предлагает целый ряд информационных технологий для решения задач управления в условиях неопределенности: это экспертные системы управления, системы управления на основе лингвистических «нечетких» моделей, нейросетевые системы управления, системы управления на основе ассоциативной памяти [6].

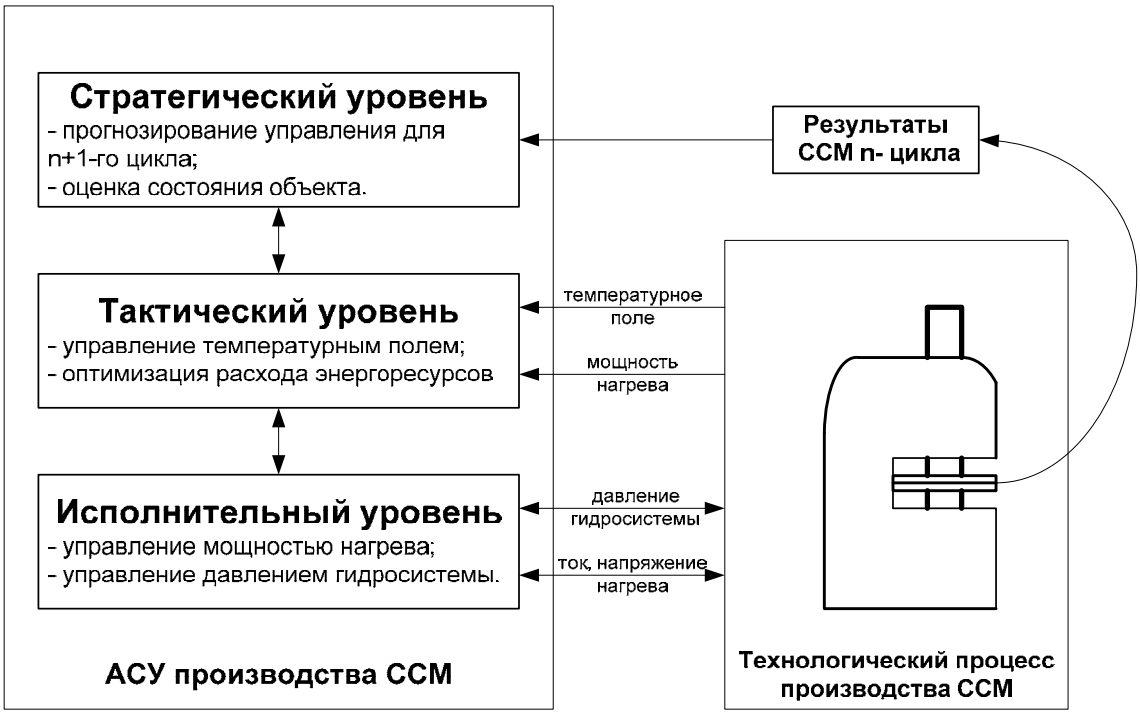


Рис. 1. Структура автоматизированной системы управления.

Основой всех этих технологий является база знаний об управляемом объекте – в данном случае технологическом процессе производства ССМ.

Экспертные системы это, по существу, дискретные системы с разной степенью дискретизации, содержащие знания (базу знаний) в виде высказываний типа «ЕСЛИ … ТО».

Лингвистические знания на основе «нечетких» множеств также содержат знания в виде высказываний типа «ЕСЛИ … ТО», но позволяют вычислять любые промежуточные значения знания.

Знания в нейросетевой системе распределены в неявном виде по коэффициентам элементов нейросетевой структуры, настраиваемым путем обучения на множестве данных. Система позволяет находить любые знания в рамках обучаемой выборки.

Знания в системах ассоциативной памяти представлены в дискретном виде и могут очень быстро быть получены по некоторым достаточно отрывочным исходным данным – ассоциациям. Система обладает высоким быстродействием в быстроизменяющихся ситуациях.

Исходя из этой весьма краткой характеристики, наиболее предпочтительным для построения автоматизированной системы управления производства ССМ является использование на стратегическом уровне технологии с лингвистическими знаниями на основе «нечетких» мно-

жеств, база знаний которых содержит знания о ходе технологического процесса и его параметрах, полученных из справочных материалов, от технологов-разработчиков и квалифицированных операторов, а на тактическом уровне – из технологий нейросетевых систем управления.

Выводы

Современное состояние теоретической базы, изученность технологических процессов и накопленный опыт производства ССМ совместно с современными информационными технологиями интеллектуальных систем управления позволяют реализовать АСУ производства ССМ в полном объеме, значительно уменьшить интеллектуальную нагрузку на оператора и уберечь его от возможных ошибок. Пока единой проблемой есть отсутствие системы оперативной оценки полученных результатов в конкретном технологическом цикле, хотя создание такого устройства не вызывает особых технических проблем. Такое устройство может быть реализовано, например, как распознающее устройство на основе системы технического зрения [7].

Литература

1. Сверхтвердые материалы. Получение и применение. Монография в 6-и т. / Под общ. ред. Н. В. Новикова. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля, ИПЦ «АЛКОН» НАНУ, 2003.
2. Краснопрошина А. А., Скаржепа В. А. Кравец П. И. Электроника и микросхемотехника. Ч. 2. Электронные устройства промышленной автоматики: Учебник / Под общ. ред. А. А. Краснопрошиной. – К.: Вища школа, 1989. – 301 с.
3. Кравец П. И. Математические модели теплообменных процессов в аппаратах высокого давления. // Сверхтв. материалы. – 1997. – № 2, –С. 13–22; – № 4. – С. 24–32; – № 5, С. 12–21.
4. Современная прикладная теория управления: Новые классы регуляторов технических систем. Ч. 3. / Под ред. А. А. Колесникова. – Таганрог: Изд-во ТРТУ, 2000. – 656 с.
5. Кравец П. И. Интеллектуальные модели и нечеткие алгоритмы и их применение для оптимизации процессов синтеза сверхтвердых материалов // Сверхтв. материалы. – 2001. – № 3. – С. 15–24; № 4. – С. 29–38.
6. Интеллектуальные системы автоматического управления / Под ред. И. М. Макарова, В. М. Лохина. – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2001. – 576 с.
7. Писаревский А. Н., Чернявский А. Ф. и др. Системы технического зрения / Под общ. ред. А. Н. Писаревского. –Л.: Машиностроение, 1988. – 424 с.

Поступила 10.07.07.

УДК 541.183

А. П. Возняковский, докт. хим. наук

Федеральное унитарное государственное предприятие «НИИ синтетического каучука им. акад. С. В. Лебедева». г. Санкт-Петербург, Россия

КОМПОЗИЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ НА ОСНОВЕ ПОЛИУРЕТАНОВ И НАНОУГЛЕРОДОВ

It was shown, that the modification of polyurethane resin with nanocarbons result in a growth of strain – stress parameters that not predicted by the classical reinforcement theory.

В настоящее время задача получения полимерных материалов с новыми свойствами решается, как правило, не путем синтеза, а созданием композиций из уже промышленно выпускаемых компонентов (наполнителя и матрицы). В результате наполнения получают материалы,

основные физические и механические свойства которых существенно отличаются от свойств матрицы [1]. Классическая теория усиления предполагает, что причиной этому служат межфазные и поверхностные явления на границе раздела фаз. Можно утверждать, что межфазная граница в значительной степени обусловливает проявление (зачастую трудно интуитивно предсказуемого и практически неподдающегося теоретическим расчетам) нового комплекса свойств наполненного полимера по сравнению с исходным полимером. Таким образом, не только протяженность границы раздела фаз в композитах, но также ее поверхностная активность являются факторами, определяющими свойства композита. Многофакторность влияния наполнителя на свойства полимера-матрицы делает затруднительным прямой прогноз его влияния на конечные свойства покрытия. В данном случае немаловажна интуиция исследователя.

Химическая и физико-химическая природа наиболее широко используемых в качестве наполнителя высокодисперсных марок технического углерода и силикатов была тщательно изучена в течение последних десятилетий. Однако большинство попыток связать усиление с химической активностью поверхности или поверхностной прививкой функциональных групп не дали какого-либо значительного результата, а имели лишь вторичный эффект. Следующим логическим шагом были попытки повысить дисперсность наполнителя с целью повышения общей поверхности раздела и увеличения доли граничных слоев. Так, в работе [2] теоретически было показано, что снижение размера дисперсных частиц с $1 \cdot 10^{-6}$ м до $(1–5)\ 10^{-8}$ м (при условии обеспечения полного смачивания эластомером частиц наполнителя) может обеспечить необходимый для усиления эластомеров уровень граничных слоев полимера при низких концентрациях наполнителя. Таким образом, была определена задача по созданию промышленности синтеза ультрадисперсных (или согласно современной терминологии нанодисперсных) веществ.

В конце 70-х – начале 80-х годов уже прошлого XX века был сделан переворот в промышленности получения синтетических высокодисперсных (ультрадисперсных) алмазов – УДА. Отказавшись от получения УДА при ударном обжатии конденсированных углеводородов, группа российских ученых разработала синтез УДА при детонационном разложении мощных взрывчатых веществ (ДНА – в современной нотации). Технология синтеза ДНА была настолько удачной, что оказалось возможным получать вещество в ультрадисперсном состоянии в количестве, необходимом для реального промышленного производства. Естественно, это обстоятельство привело к резкому всплеску как научных публикаций, так и технических решений по использованию нового вида материала. Однако в процессе исследований оказалось, что широкое практическое использование ДНА невозможно без предварительного глубокого изучения комплекса их физико-химических свойств. В связи с этим реальная потребность промышленности в производстве ДНА оказалась незначительной, и большинство установок по их производству было законсервировано. Этот период совпал с общим тяжелым положением российской науки, когда полномасштабные теоретические работы стали практически нереальными.

Накопленный потенциал был вновь востребован в результате бурного развития нанотехнологий и интереса к наноматериалам. Существующие на территории России установки позволяют в кратчайшие сроки выйти на тоннажный объем производства, что выгодно отличает ДНА от других типов наноуглерода (фуллеренов, нанотрубок).

Технология получения наноалмазов включает две стадии. На первой стадии проводят собственно детонационный синтез, продуктом которого является так называемая алмазосодержащая шихта (АШ). Последняя представляет собой сложную смесь наноуглеродов с содержанием алмазной аллотропии до 50 %. На второй стадии происходит собственно выделение наноалмазов. С этой целью аморфную компоненту наноуглерода окисляют и переводят, таким образом, в растворимую форму. В общем случае следует учитывать, что поверхностные свойства ДНА зависят от конкретного способа выделения наноалмазов [3].

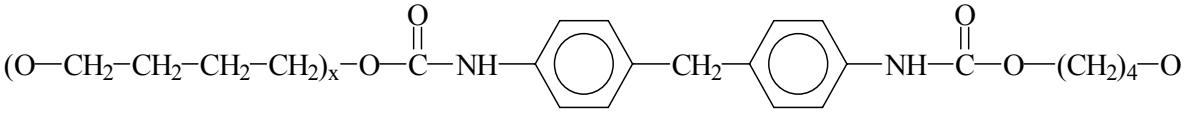
В полимерном материаловедении вопрос о технологии выделения ДНА так остро не стоит. Это связано с тем, что самостоятельную нишу использования нашел продукт собст-

венно детонационного синтеза, получивший в полимерном материаловедении название технического алмазосодержащего углерода – ТАУ [4].

Полиуретаны находят широкое применение в инструментальной технике как матрица для режущего инструмента. Таким образом, улучшения комплекса упруго-прочностных параметров полиуретанов имеет не только научный, но и явный практический интерес.

Экспериментальная часть

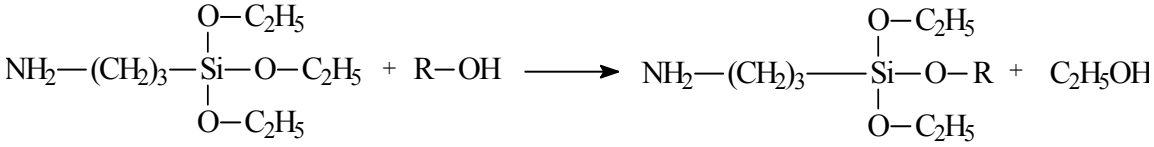
Полимеры. В качестве полимерной матрицы использовали полиуретан марки CARBOTHANE (производство США), а также синтезированный нами в качестве модели полиуретан, отвечающий формуле



Предварительная подготовка поверхности наноалмазов. Как и всякое вещество в нанодисперсном состоянии, наноалмазы обладают высокой адсорбционной активностью. Состав адсорбционного слоя, в основном, определяется химическим составом окружающей среды, имеющейся на момент формирования кластеров ДНА**,** т. е. продуктами взрыва. Весьма вероятно также наличие в составе адсорбционного слоя веществ из среды, окружающей частицы при хранении. Таким образом, важным этапом приготовления ДНА является очистка их поверхности от адсорбированных веществ.

С целью обеспечения стандартной степени подготовки поверхности сухие порошки наноалмазов подвергали воздействию высокого вакуума и повышенных температур (250 ºС) в течение 2,5 ч.

Равномерности распределения сверхмалых добавок наноалмазов в матрице полиуретана добивались модификацией их поверхности аминогруппами. Для того, чтобы получить поверхность наноалмазов с аминными функциональными группами, в качестве активного реагента был использован триэтоксиаминопропилсилан. Реакцию можно представить в следующем виде:



В ходе реакции к суспензии 1 г наноалмазов в 20 мл этилацетата при интенсивном перемешивании добавляли 0,4 г триэтоксиаминопропилсилана, 0,05 г H_2O и 5 мкл водного NH_3. Реакционную смесь выдерживали при температуре кипения дисперсионной среды ~ 5 ч. Полученная суспензия выдерживалась ~ 5 ч при температуре кипения жидкой фазы. Из суспензии отгонялся растворитель; твердый остаток окончательно досушивался до постоянного веса в вакууме при 250 °С. Об эффективности силилирования судили по достижению устойчивости суспензий гидрофобизированных частиц в неполярных средах (не менее 4 ч).

Приготовление образцов для исследования

Изготовление пленок полимеров методом полива. На первом этапе приготавливается раствор полимера в органическом растворителе, в случае с полиуретанами – это тетрагидрофуран. Растворение производится при перемешивании в закрытой колбе при температуре 45–50 ºС. Количество растворяемого полимера составляет 10–18 % от массы растворителя. Модифицирующие добавки вводятся в раствор в сухом виде (ТАУ) или в виде раствора (60 фуллерен) с последующим перемешиванием в течение 3–5 мин без нагрева. Далее раствор выливается на предварительно выставленную по горизонтальному уровню фторопластовую подложку или натянутую целлофановую пленку и высушивается в течение суток без нагрева. После холодной сушки пленки отделяются от подложки, укладываются на лист фильтровальной бумаги. Для удаления остатков растворителя образцы выдерживаются в течение 5–10 ч при нагреве

ИК-лампой или в термошкафу при температуре 40–50 °С. После данной операции пленка считается готовой для определения физико-механических характеристик**.**

Модификация на стадии синтеза. Ввод наномодификаторов в раствор полимера не всегда возможен. Для рассмотрения альтернативных способов модификации полиуретанов нами был синтезирован модельный сополимер, обозначенный как СКУ-60мд. Структурная формула приведена выше. Синтез полимера проведен таким образом, чтобы по свойствам он соответствовал типичному термопласту. Модификацию полимера проводили на стадии форполимера. Модифицированный форполимер далее передавали на синтез. Этот способ весьма удобен для получения нанокомпозитов даже из малорастворимых полиуретанов с высокими температурами плавления.

Результаты и их обсуждения

Композиты и нанокомпозиты на основе детонационных наноалмазов. Для получения наиболее полной информации о комплексе упруго-деформационных параметров был получен расширенный массив данных в рамках исследования деформация – напряжение. Данные по нанокомпозитам с использованием наноалмазов сведены в табл. 1.

Таблица 1. **Физико-механические свойства нанокомпозитов полиуретанов**

	Carbothane				
Показатели	1	2	3	4	5
НАДС, % (по массе)	0	0,025	0,05	0,1	0,2
σ_{50}, МПа	2,0	1,6	1,1	2,1	2,9
σ_{100}, МПа	–	–	–	–	7
σ_{200}, МПа	4,5	5,5	3,2	5,9	-
σ_{300}, МПа	10,0	10,0	5,4	8,9	12,3
σ, МПа	19,5	42,8	28	23,9	59,6
L, %	400	450	410	410	625
l, %	10	10	15	10	29

Данные табл. 1 демонстрируют, что даже минимальные модифицирующие добавки наноалмазов обеспечивают значительный эффект усиления, который тем значительней, чем больше деформация. Следует также отметить, что эффект усиления является нелинейной функцией от величины модифицирующей добавки (рис. 1).

Максимальный эффект, полученный в этой серии экспериментов, отмечается при величине модифицирующей добавки 0,2 % (по массе) Следует отметить, что, несмотря на значительное увеличение значения условной прочности (практически в 3 раза), эластичность полимера также значительно увеличилась (значение *L* изменились от 400 до 600 %). Такой характер усиления характерен для нанокомпозитов.

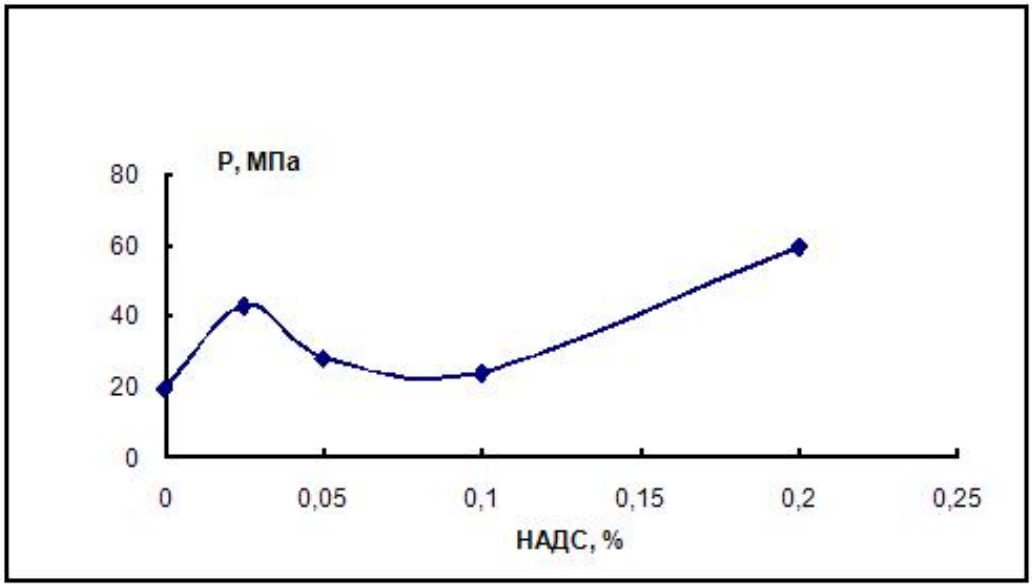


Рис. 1. Зависимость прочности (Р) Carbotane от содержания модифицирующей добавки наноалмазов.

Деформационная кривая для этого вида нанокомпозитов (рис. 2) имеет типичный вид кривой с ориентационным эффектом. Ориентационный эффект отражает особенности супрамолекулярной организации нанокомпозитов на основе полиуретанов.

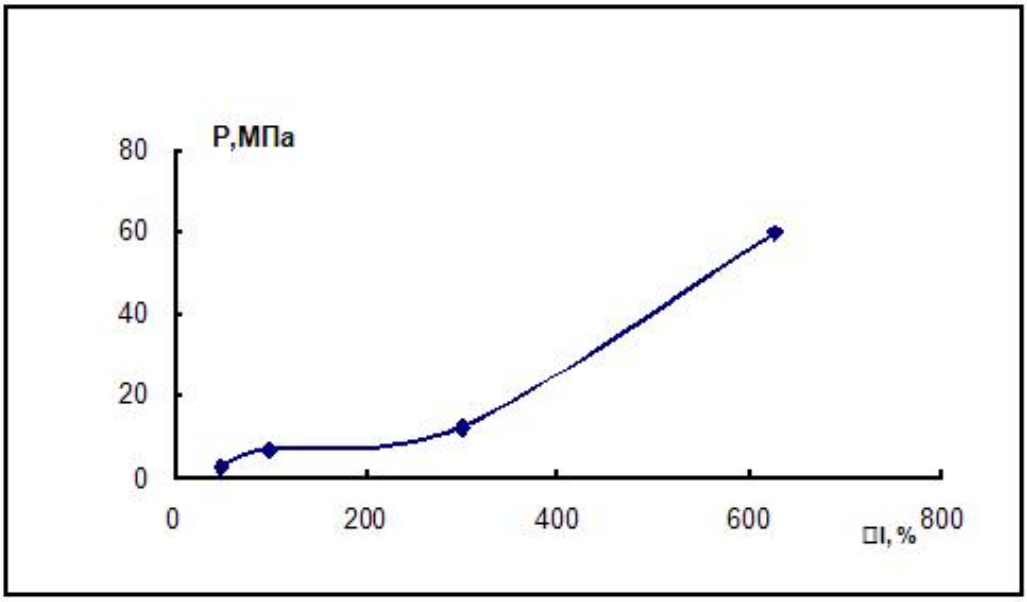


Рис. 2. Деформационная кривая для нанокомпозита Carbotane.

Данные по комплексу упруго-прочностных параметров приведены в табл. 2.

Аналогично ранее приведенным данным можно констатировать достижение значительного эффекта усиления при введении модифицирующих добавок наноалмазов. Таким образом, вариант ввода модифицирующих добавок наноструктурированных веществ на стадии форполимера показал перспективность его использования для получения нанокомпозитов.

Таблица 2. **Физико-механические свойства нанокомпозитов синтезированного полиуретана СКУ-60мд**

Показатели	СКУ-60мд				
	1	3	4	7	8
НАДС, % (по массе)	–	0,025	0,05	0,1	1
σ_{50}, МПа	0,9	0,7	0,9	0,7	1,3
σ_{100}, МПа	1,1	1,2	1,3	1,5	1,8
σ_{200}, МПа	1,4	1,5	1,6	2	2,1
σ_{300}, МПа	1,7	2	1,9	3,1	3,3
σ, МПа	6,4	10,5	6,1	15,6	16
L, %	610	560	540	430	520
l, %	14	10	11	7	6
Твердость по Шору, А, усл.ед.	58	60	61	58	57
Эластичность, %	10	10	10	10	9

Деформационная кривая нанокомпозита приведена на рис. 3 и является, как уже можно говорить, типичной для рассматриваемой серии нанокомпозитов.

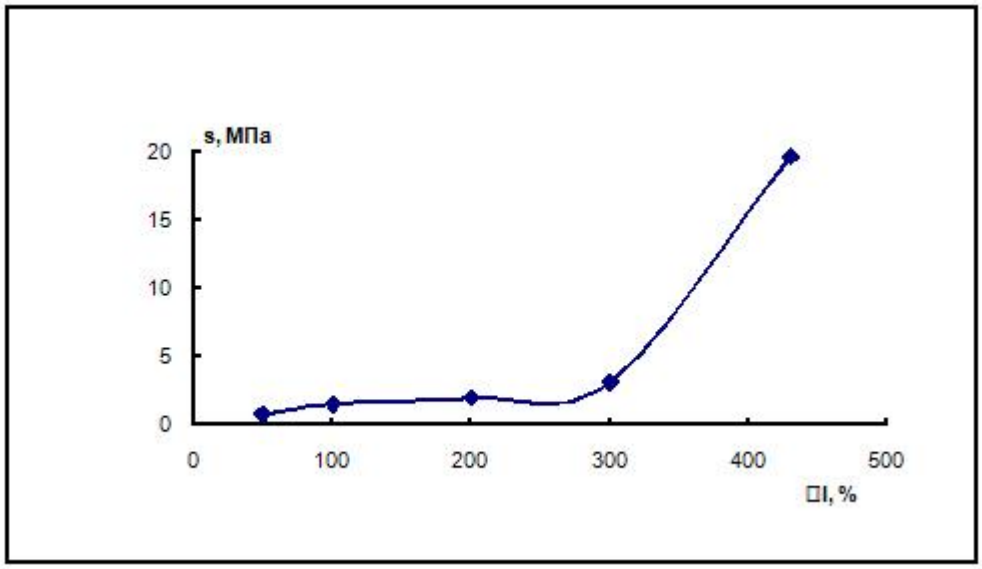


Рис. 3. Деформационная кривая для нанокомпозита СКУ-60мд.

Фуллерены. Фуллерены, строго говоря, не относятся к наноструктурированным веществам. Однако особенности их молекулярной структуры делают их весьма перспективными для получения композиционных материалов нового поколения. В данной работе получен комплекс упруго-деформационных параметров для полиуретана марки Carbothane и фуллеренов C_{60}. Полученные данные сведены в табл. 3. Они также демонстрируют достижения значительного эффекта усиления уже при введении 0,01 % (по массе) модифицирующей добавки фуллеренов. Вероятно, это связано с тем, что при вводе молекул фуллерена в матрицу полимера происходит их агрегация с формированием наноразмерных агрегатов, обладающих свойствами наноструктур.

Таблица 3. **Физико-механические свойства нанокомпозитов полиуретанов**.

Показатели	Carbothane		
Фуллерены C_{60}, % (по массе)	0	0,01	0,1
σ_{50}, МПа	2	2,6	2
σ_{200}, МПа	4,5	5,7	5
σ_{300}, МПа	10	9,6	7,5
σ, МПа	19,5	68,8	60,0
L, %	400	610	600
l, %	10	18	20

В случае фуллеренов зависимость эффекта усиления от величины модифицирующей добавки более гладкая (рис. 4).

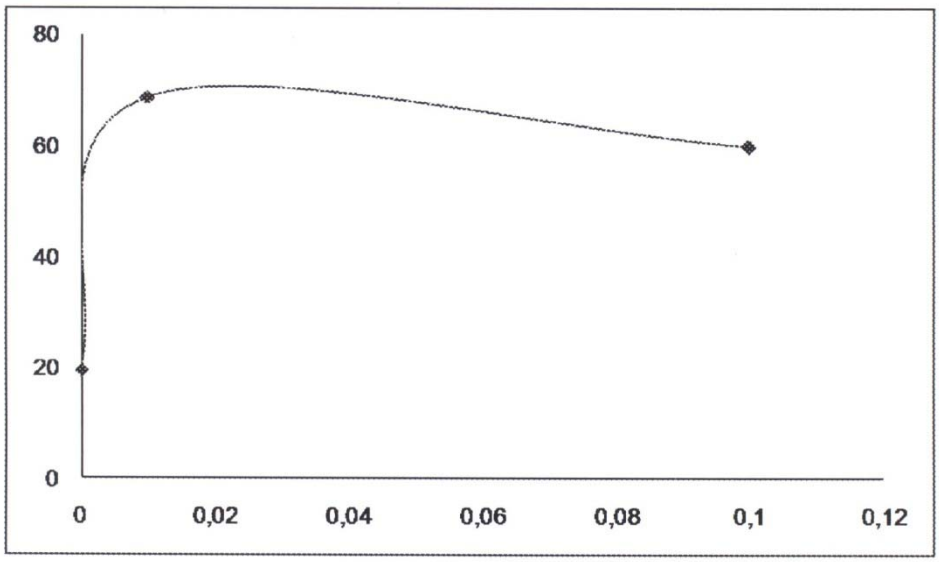


Рис. 4. Зависимость прочности нанокомпозита от содержания модифицирующей добавки фуллеренов.

Анализ данных табл. 1–3 показывает, что значительный эффект усиления отмечается уже при модификации полимерной матрицы долями процента наноуглерода. Эти экспериментальные наблюдения не могут быть адекватно объяснены классической теорией усиления наполненных полимеров. В настоящее время мы не можем предложить иной механизм усиления. В качестве первого приближения можно предположить, что введение наноразмерных веществ в матрицу полимера увеличивает информационную насыщенность системы. Иначе говоря, увеличивается упорядоченность системы за счет формирования новых супрамолекулярных структур при соответственном снижении общей энтропии системы.

Выводы.

Данная работа позволяет сделать вывод о несомненной перспективности использования наномодификаторов для улучшения потребительских свойств полиуретанов.

Классическая теория усиления наполненных полимеров не может адекватно описать свойства полимерных нанокомпозитов.

Можно предположить, что эффект усиления при введении модифицирующих добавок наноуглеродов обусловлен ростом упорядоченности системы за счет формирования новых супрамолекулярных структур при соответственном снижении общей энтропии системы.

Литература

1. Нанотехнология в ближайшем десятилетии / Под ред. Рокко М. К., Уильямс Р. С., Аливисатос П. – М.: Мир, 2002. – 292 с.
2. Помогайло А. Д., Розенберг А. С., Уфлянд И. Е. Наночастицы металлов в полимерах. – М.: Химия, 2000. – 672 с.
3. Долматов В. Ю. Ультрадисперсные алмазы детонационного синтеза. – С.-Пб: СПбГПУ, 2003. – 344 с.
4. Возняковский А. П. Самоорганизация в нанокомпозитах на основе наноналмазов детонационного синтеза // Физика твердого тела. – 2004. – № 4. – С. 629–632.

Поступила 19.07.07.

УДК 681.324.06

А. А. ЛебедеваТ. З. Фидаров, кандидаты техн. наук; **И. В. Скворцов,** инж.

Институт сверхтвердых материалов им. В. Н.Бакуля НАН Украины, г.Киев, Украина

ПОДХОД К ПОСТРОЕНИЮ ПРЕДМЕТНОЙ ОНТОЛОГИИ ДЛЯ ЭКСПЕРТНОЙ СИСТЕМЫ «СВЕРХТВЕРДЫЕ МАТЕРИАЛЫ»

The article outlines a new approach to the subject ontology design used to develop the expert system «Superhard materials». The ontology is being built as a program hierarchic structure of basic concepts and knowledge used by developers of this subject area and selected through the computer-expert systematization process.

В настоящее время перед Украиной стоит одна из наиболее важных проблем, которую нужно решить на пути евроинтеграции, – осуществить переход к общественному развитию на основе инновационно-инвестиционной политики. Участие отечественных ученых в этом важнейшем процессе требует практического воплощения новых подходов к управлению научно-практической деятельностью на основе таких междисциплинарных методологий, как системный анализ, информационная, классификационная и терминологическая деятельность, планирование, прогнозирование, верификация и др., без которых работа на теоретико-интеграционном уровне является невозможной.

Как показывает практика, ныне наиболее актуальным средством получения научными сотрудниками новых знаний в различных проблемно-ориентированных областях стали современные программные системы класса информационно-интеллектуальных технологий (ИИТ).

Обычно выбор необходимой научно-практической информации осуществляется разработчиками вручную, путем проведения многочисленных сеансов связи с различными информационными источниками и материалами, что является трудоемкой и длительной процедурой. Затем, как правило, осуществляется рубрикация и сохранение полученной совокупности знаний, что также является довольно трудоемким ручным процессом.

Следовательно, автоматизация проведения подобных работ на основе современных ИИТ для научных работников – это актуальная задача, решив которую можно существенно снизить

трудозатраты на поиск, упорядочение, освоение и практическое использование нужной интегральной информации. Работы в этом направлении проводятся в ИСМ с 2002 г. (создаются материаловедческие базы знаний (БЗ), информационные и экспертные системы (ЭС) [1]).

Сейчас для всестороннего информационно-интеллектуального анализа информационных потоков возникла необходимость интеграции имеющихся информационных и поисковых систем, а также баз данных и знаний в единую информационно-интеллектуальную ЭС.

Сегодня сеть Интернет располагает большим объемом знаний и информационных ресурсов по сверхтвердым материалам (СТМ). Однако эти ресурсы достаточно хаотично распределены по каталогам и электронным архивам или размещены на отдельных сайтах, что значительно затрудняет их поиск и использование.

Кроме того, неструктурированные форматы отображения информации (предназначенные для чтения только людьми), не позволяют осуществлять программный поиск новой информации [2]. Являясь ни чем иным, как практической реализацией единой модели знаний организации, онтология способствует интеграции разнородных информационных ресурсов в рамках системы на концептуальном уровне, обеспечивая единый подход к описанию их семантики.

Для достижения поставленной цели следует разработать иерархическую модель знаний проблемной области ИСМ. Она будет основой создания многоуровневой программной системы онтологий, позволяющей оперативно осуществлять интеграцию, выборку и управление знаниями в области современных сверхтвердых материалов.

Модель знаний ИСМ должна содержать базовые структуры системы многоуровневых онтологий как материаловедческих понятий, так и проблемно-ориентированных знаний, соответствующих научным направлениям, разрабатываемых в ИСМ.

В данной работе предлагается подход к построению многоуровневой онтологии для системы знаний по СТМ, аналогичный описанному в [3]. Онтология системы включает предметную онтологию, а также онтологии научной деятельности и научного знания. Предметная онтология строится на основе онтологии научного знания и включает иерархии направлений области СТМ, научных результатов, объектов и методов исследования.

Информационную основу системы составляет онтология, подразделяющаяся на универсальную онтологию науки, служащую для представления понятий, необходимых для описания научной деятельности и научного знания в целом, и онтологию предметной области, представляющую свойства и характеристики СТМ как научную дисциплину. Последняя онтология предполагает осуществление компьютерно-экспертной систематизации знаний и размещение их на информационных ресурсах, предусматривающих удобство доступа к ним наших разработчиков.

В качестве информационной (концептуальной) основы для построения ЭС «СТМ» была выбрана система онтологий знаний и понятий в области СТМ. Вводя формальные описания понятий (в виде классов объектов) и отношений между ними, онтология задает структуры для представления реальных объектов и событий, существующих в некоторой предметной или проблемной области, и обеспечивает их взаимосвязи.

В процессе разработки онтологии выделяются и формально описываются классы понятий, связанные в иерархию с помощью отношения наследования. Различные свойства каждого понятия описываются с помощью атрибутов понятий и ограничений, наложенных на область их значений. Механизм наследования определен таким образом, что наследующему понятию от родительского понятия передаются не только все атрибуты, но и отношения.

Чтобы обеспечить интеграцию знаний и информационных ресурсов конкретной прикладной области в единое информационное пространство, онтология должна не только представлять формальное описание системы понятий проблемной и предметной областей, но на ее основе также должны описываться типы информационных ресурсов и их связи с другими понятиями онтологии.

Онтология должна обеспечить такое представление свойств понятий и отношений между ними, на основе которого можно было бы автоматически строить внутренние

хранилища данных системы, включающие экземпляры классов понятий и отношений, определенных в онтологии, осуществлять навигацию по информационному пространству системы и организовывать содержательный поиск требуемой информации.

Онтология должна быть хорошо структурирована и адекватно отражать проблемную и предметную область. Поэтому в онтологии системы выделяются предметно-независимые (базовые) онтологии и онтология предметной области.

В качестве базовых выбраны разработанные ранее онтологии научной деятельности и научного знания [4], которые не зависят от предметной области (ПО) системы. Для описания предметной области системы служит онтология ПО или предметная онтология.

Рассмотрим более детально структуру онтологии научной деятельности и научного знания (рис. 1).

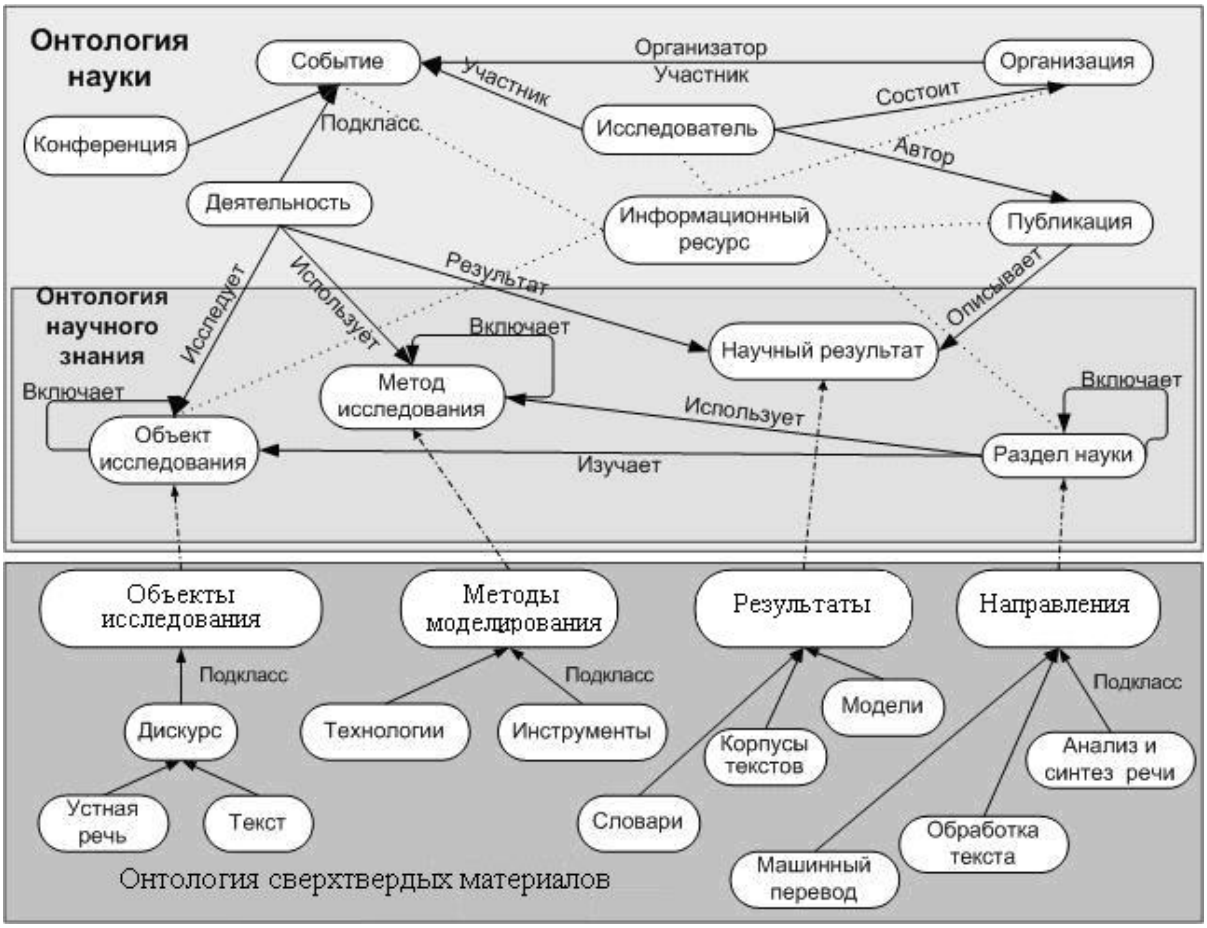


Рис. 1. Онтология системы.

Онтология научной деятельности включает базовые классы понятий, относящиеся к организации научной и исследовательской деятельности, такие как Персона, Организация, Событие, Публикация, Информационный ресурс.

Класс *Персона* служит для представления субъектов научной деятельности: исследователей, сотрудников, членов организаций и т.п.

Класс *Организация* включает понятия, которые описывают различные организации, научные сообщества, институты, исследовательские группы и другие объединения.

В класс *Событие* входят понятия, описывающие научно-организационную или научно-исследовательскую деятельность. В этом классе выделяются подклассы *Научное мероприятие* и *Деятельность*. Первый подкласс служит для описания таких научных мероприятий как семинары, конференции, выставки и т.п. Понятия класса *Деятельность* являются связующим

звеном между методом и объектом исследования, а так же полученным научным результатом. Класс описывает такие понятия, как *Проект*, *Программа исследований* и т.п.

Класс *Публикация* служит для описания различных типов публикаций и материалов, представленных в печатном или электронном формате (монографии, статьи, отчеты, труды конференций, периодические издания, фото- и видеоматериалы и др.).

Класс *Информационный ресурс* служит для описания различных информационных ресурсов, представленных в сети Интернет.

Онтология научного знания по своей сути является метаонтологией. Она содержит метапонятия и отношения, задающие структуры для описания рассматриваемой предметной области, такие как *Раздел науки*, *Метод исследования*, *Объект исследования*, *Научный результат*, позволяющие выделить в данной науке значимые разделы и подразделы, задать типизацию методов и объектов исследования, описать результаты научной деятельности.

Понятия онтологии научного знания связаны между собой и понятиями онтологии научной деятельности следующими ассоциативными отношениями:

«научное направление» – позволяет связывать события, публикации, организации, исследователей, информационные ресурсы с разделами науки;

«описывает» – задает связь публикации с научным результатом, объектом или методом исследования;

«использует» – связывает метод исследования с деятельностью или разделом науки;

«исследует» и *«изучает»* – сопоставляет соответственно деятельность и раздел науки с объектом исследования;

«результат деятельности» – связывает научный результат с деятельностью;

«ресурс» – связывает информационный ресурс с методами и объектами исследования.

Предметная онтология строится на основе базовых онтологий и отражает общие знания о предметной области, такие как иерархия классов понятий, семантические отношения на этих классах. Рассмотрим более подробно структуру и процесс построения предметной онтологии.

Онтология предметной области рассматриваемой системы знаний описывает СТМ в целом как раздел науки. Она строится для организации эффективного доступа к знаниям и информационным ресурсам по данной тематике и, следовательно, должна соответствовать требованиям, приведенным выше.

Важным моментом при разработке онтологии предметной области является построение иерархий понятий. При построении иерархии учитывается, что на ее основе:

автоматически строится схема базы данных (БД) системы;

создаются формы для заполнения БД;

определяется схема навигации по информационному пространству системы;

генерируются формы поисковых запросов.

Предложенная нами структура онтологии области СТМ включает четыре базовых иерархии:

иерархия научных направлений в области СТМ;

иерархия объектов разработки и/или производства;

иерархия методов исследования;

иерархия научных результатов.

Иерархия научных направлений определяет значимые разделы и подразделы в области СТМ. Она служит для описания выделенного в объекте исследования предмета интереса, определяющего действия, которые можно совершать с объектом в зависимости от целей исследователя. К таким разделам, например, можно отнести следующие направления:

технологии получения и использования синтетических алмазов, кубического нитрида бора и других СТМ, высокоплотной технической керамики, твердых сплавов;

технологии изготовления конструкционных материалов и изделий из них;

технологии обработки материалов различной природы с использованием этих изделий.

Эти общие направления подразделяются на более частные.

Иерархия методов исследования служит для систематизированного описания инструментов исследования, применяемых в области СТМ. Здесь выделяются такие подразделы, как *Методы*, *Технологии*, *Системы*.

Иерархия объектов исследования задает типизацию объектов исследования и структуры для их описания.

Иерархия научных результатов служит для типизации и описания результатов научной деятельности.

Все иерархии онтологии СТМ связаны между собой посредством ассоциативных отношений, семантика которых определяется при описании базовых онтологий.

При построении онтологии в области сверхтвердых материалов будут использоваться научные отчеты и обзоры, материалы сайтов, Интернет-каталогов, электронных журналов и энциклопедий [4–6], труды конференций по СТМ, а также знания и опыт авторов доклада и их коллег.

Литература.

1. Лебедева А. А., Скворцов И. В., Фидаров Т. З. Формы представления знаний и алгоритмы принятия решений в информационных экспертных системах в производстве и применении сверхтвердых материалов и инструментов из них // Материалы 7 ежегодной междун. Пром. конф., 12–16.02.2007, п. Славское, Карпаты. – К.: Укр. инф. Центр «НАУКА. ТЕХНИКА. ТЕХНОЛОГИЯ», 2007. – С. 125–128.
2. Зацман И. М. Концептуальный поиск и качество информации.–М.: Наука, 2003. – 271 с.
3. Захаров В. П., Булдакова Е. В. Научно-информационные ресурсы сети Интернет (на примере предметной области «Компьютерная лингвистика») / Межд. форум по информатике. –2001. – 26. – № 1. – С. 30–36.
4. Боровикова О. И., Загорулько Ю. А. Организация систем знаний на основе онтологий // Труды межд. сем. Диалог 2002 «Компьютерная лингвистика и интеллектуальные технологии». – Протвино, 2002. – Т. 2. – С. 76–82.
5. Uschold M., Gruninger M. Ontologies: Principles, Methods and Applications // Knowledge Engineering Review 11 (2), 1996.
6. Gruninger M., Fox M. S. Methodology for the Design and Evaluation of Ontologies // Proceedings of IJCAI 1995 Workshop on Basic Ontological Issues in Knowledge Sharing, 1995.

Поступила 20.07.07.

Раздел 3

ТЕХНИКА И ТЕХНОЛОГИЯ ПРОИЗВОДСТВА ТВЕРДЫХ СПЛАВОВ И ИХ ПРИМЕНЕНИЕ В ИНСТРУМЕНТЕ ДЛЯ РАЗЛИЧНЫХ ОТРАСЛЕЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

УДК 669.018.25

В. П. Бондаренко, чл.-кор. НАН Украины,

Институт сверхтыердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев, Украина

СТАНОВЛЕНИЕ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОГО ЦЕНТРА ТВЕРДЫХ СПЛАВОВ КОНЦЕРНА «АЛКОН» НАН УКРАИНЫ

The development process of the ALCON Hard Alloy Science and Technology Center of NAS of Ukraine is described. It was shown that during 1952 – 2007 years from the very small productive area a well equipped and with highly skilled personnel the science and technology center was grown. It solves complicated scientific problems and productive tasks in the range of the powders producing to bulky hard metal products (the diameter and the lenth is up to 500 mm) with the potential productive possibility up to 80 tons of hard alloys a year.

Зародышем научно-технического центра твердых сплавов концерна «Алкон» НАН Украины явился созданный в 1952 г. В. Н. Бакулем на Опытном заводе твердосплавного инструмента небольшой участок твердых сплавов, состоящий из печи Таммана с трубой диаметром 70 мм, ручным прессом усилием 37 т и лабораторных сушильных шкафов «Электродело».

На этом участке производили до 1,5 кг твердосплавных изделий в смену, которые использовались здесь же для оснащения разнообразных видов камнеобрабатывающего и бурового инструмента (скарпели, закольники, бучарды, коронки, резцы для угольных комбайнов и т.п.). Для обеспечения научного руководства этим заводом было создано ЦКТБ твердосплавного инструмента.

В январе 1960 г. в ЦКТБ твердосплавного инструмента был приглашен известный специалист в области твердых сплавов М. М. Бабич. Он возглавил в ЦКТБ лабораторию твердых сплавов, которая вела научно-технологические исследования, внедряла новые разработки на участке твердых сплавов и осуществляла научно-организационное руководство работой этого участка. Таким образом, можно сказать, что уже в 1960 г. был создан научно-технический центр твердых сплавов ЦКТБ твердосплавного инструмента. В то же время сформировалось научно–производственное ядро нынешнего научно-технического центра концерна «Алкон». В лабораторию и на участок пришли молодые специалисты Э. Г. Павлоцкая, М. А. Калия, В. П. Бондаренко, А. Ф. Лисовский и др.

Под руководством М. М. Бабича было выполнено ряд научных исследований, направленных на повышение качества твердых сплавов. Его как разработчика тройных диаграмм W–C–Co и W–C–Ni, знающего, что ширина двухфазной области WC–Co очень узкая, всю жизнь волновала проблема неоднородности твердых сплавов по содержанию углерода, т.к. при том состоянии оборудования и технологии в изделиях очень часто присутствовали третьи фазы: углерод или η_1-фаза. Этому вопросу была посвящена его кандидатская диссертация, разработки новых конструкций печей, смесителей, реактора для приготовления раствора каучука в бензине, изучение содержания углерода в смесях различных поставщиков, влияние содержания углерода на усадку спекаемых изделий и т.п. Вершиной его деятельности в этом направлении явилось создание двухстадийного способа, в котором первой стадией являлось нормализующее по углероду твердофазное спекание в графитовой крупке, при котором в соответствии с диаграммой равновесия можно было стабильно доводить содержание углерода до верхней границы двухфазной области WC–Co и термодинамически принципиально не получать в составе изделия свободный углерод. Все эти его исследования были обобщены в монографии «Неоднородность твердых сплавов по содержанию углерода и ее устранение», вышедшей уже после его преждевременной смерти.

После смерти М. М. Бабича это направление исследований продолжили В. П. Бондаренко, Э. Г. Павлоцкая, В. Ф. Мошкун, Е. А. Барановская, но уже на новом уровне. Вместо твердофазного карбюризатора (графитовой крупки) в 1971 г. было начато использование газового карбюризатора – метановодородной среды. По этому вопросу было опубликовано много статей, а обобщение исследований осуществлено в монографии В. П. Бондаренко и Э. Г. Павлоцкой «Спекание вольфрамовых твердых сплавов в прецизионно контролируемой газовой среде», вышедшей в 1995 г.

Переход от твердофазного карбюризатора к газофазному позволил совместить нормализующее и окончательное спекание в одной печи с переменным по ее длине составом газовой среды и снова вернуться к одностадийному спеканию, но уже на совершенно другом научно-техническом уровне. Сейчас на твердосплавном производстве не выходит из печей ни одного изделия с η_1-фазой. К сожалению, из-за отсутствия средств нам не удалось создать печь, в которой после газофазного науглероживания осуществлялось бы окончательное жидкофазное спекание в нейтральной среде или вакууме. Поэтому на имеющемся оборудовании в концерне «Алкон» производятся твердые сплавы, содержащие свободный углерод от 0 до 0,2 %, что разрешено ГОСТ 3882–74.

Кроме этого направления, М. М. Бабичем было заложено еще несколько направлений: изготовление матриц АВД, стыковая сварка твердосплавных пластин длиной до 1,5 м, прессование пластин для штампов, высадочных матриц, мундштучное прессование стержней большой длины, гидростатическое прессование крупногабаритных изделий в гидростате с рабочим объемом Ø400 и h=600 мм, вибропрессование крупногабаритных изделий, спекание таких изделий в вертикальных и колпаковой печах диаметром до 500 мм. Все они, кроме вибропрессования, были реализованы на Опытном заводе ИСМ и действуют до сих пор на выделенном в 1997 г. из Опытного завода ИСМ Государственном научно-производственном предприятии концерна «Алкон».

После смерти М. М. Бабича в научно-техническом центре твердых сплавов ИСМ были разработаны и реализованы принципиально новые направления: упрочнение спеченных твердосплавных изделий обработкой расплавами металлов (А. Ф. Лисовский), закалкой твердосплавных изделий (М. Г. Лошак, Л. И. Александрова), вибро-, термообработками, шлифованием, дробеструйной обработкой (М. Г. Лошак), изготовление крупногабаритных изделий методом капиллярной сварки (А. Ф. Лисовский, В. П. Бондаренко, А. М. Барановский), прессования в крупногабаритных круглых и плоских пресс-формах (В. П. Бондаренко, И. Я. Аронин, Л. Е. Василенко), получение изделий с градиентной структурой и др.

Все эти работы опубликованы в сотнях статей, трудов отечественных и международных научных конференций, авторских свидетельств и патентов, а также обобщены в монографиях «Прессование заготовок из твердосплавных смесей» (В. П. Бондаренко, Г. Ю. Фредин и В. С. Мендельсон 1974 г.), «Проектирование пресс-форм для изделий из твердых сплавов» (В. П. Бондаренко, И. Я. Аронин, В. С. Менельсон, 1983 г.), «Триботехнические композиты с высокомодульными наполнителями» (В. П. Бондаренко, 1987 г.), «Прочность твердых сплавов» (М. Г. Лошак, 1984 г.), «Миграция расплавов металлов в спеченных композиционных телах» (А. Ф. Лисовский 1984 г.).

С приходом в 1980 г. в ИСМ Н. В. Новикова по твердосплавному направлению активно начали развиваться расчетные методы оценки физико–механических свойств твердых сплавов с позиций физики твердого тела и механики разрушения. Под его руководством созданы новые методы испытаний, опубликовано много статей, получено значительное количество авторских свидетельств. Он подготовил целую когорту видных ученых (А. Л. Майстренко, М. Г. Лошак, Л. Н. Девин, А. А. Лещук, С. Б. Полотняк и др.). В области теории прочности твердых сплавов работают проф. В. Т. Головчан, к.т.н. Н. В. Литошенко.

Все эти теоретические работы открывают новые перспективы для научных исследований в области технологии производства твердых сплавов.

Большие успехи сулят научно-техническому центру концерна «Алкон» исследования, проводимые В. П. Бондаренко, Н. М. Прокопивым, Н. А. Юрчуком, по силовому воздействию на твердосплавные заготовки при их спекании. Применение компрессионного спекания и термокомпрессионной обработки заготовок при давлении нейтральной газовой среды >1,2 МПа позволяет исключить из структуры твердых сплавов как мелкие (< 50 мкм), так и крупные (>50 мкм) поры и увеличить стойкость режущих пластин до 8 раз в условиях ударных нагрузок.

Применение спекания под осевой нагрузкой при давлении выше 0,2 МПа за счет появления в объеме заготовки касательных напряжений позволяет ликвидировать и мелкую, и крупную пористость. Это давление в 5,0 раз меньше, чем в печи компрессионного спекания.

Разработка коллективом авторов (В. П. Бондаренко, Э. Г. Павлоцкая, Л. М. Мартынова, В. Ф. Мошкун, В. П. Ботвинко, Л. Л. Сотникова) способов очистки скрапа от примесей и загрязнений и регенерации твердых сплавов из скрапа, содержащего и не содержащего припой, позволило решить проблему сырья для научно-технического центра и обеспечить объем годового производства твердосплавных изделий на уровне ГОСТ 3882–74 до 15 т. Дальнейшее увеличение объемов производства регенерированных твердых сплавов лимитируется только отсутствием в Украине системы сбора отходов твердых сплавов.

Дальнейшим значительным шагом в становлении научно-технического центра твердых сплавов в концерне «Алкон» явилось создание отделения получения порошков вольфрама, карбида WC и твердого раствора TiC–WC из вольфрамсодержащих соединений и отечественного TiO_2, используемого для приготовления красок. Эти задачи удалось успешно решить только благодаря глубокому изучению газофазных процессов, осуществляющихся при получении вышеуказанных порошков.

Так, за последние годы в научно-техническом центре концерна «Алкон» были изучены термодинамика и кинетика процессов восстановления вольфрама из его соединений с кислородом (WO_3, H_2WO_4, паравольфрамат аммония) и смесей этих соединений друг с другом и с оксидами Cu, Co, Ni, карбидизации в метановодородной среде особокрупнозернистых (d_W=50–700 мкм) порошков вольфрама и твердого раствора (Ti, W)C с использованием разрыхлителей и разбавителей шихты, а также совмещенного процесса восстановления–карбидизации в метановодородной среде оксида вольфрама и его смесей со шпинелями Co WO_4; $NiWO_4$, (Co, Ni)WO_4 с использованием графитовых подкладок и без них в открытых и закрытых реакторах.

В результате установлены механизмы новых процессов, оптимизированы условия применения открытых и закрытых реакторов, разрыхлителей и разбавителей шихты, графитовых подкладок – твердотельных источников углерода, температурно-временные параметры процессов.

Установлено, что с увеличением содержания кислорода в восстанавливаемом вольфрамосодержащем соединении в закрытом реакторе и соотношения масс WO_3 и H_2, находящихся в реакторе, скорость восстановления проходит через максимум, возрастает скорость роста быстрорастущих граней кристаллов вольфрама, уменьшаются энергия, активации и предэкспоненциальный множитель в уравнении Аррениуса, форма частиц W переходит от полиэдрической с высокими ступеньками роста до кубической с гладкими гранями {110}, гетерогенный механизм восстановления сменяется на гомогенный. Это позволило значительно расширить возможности регулирования размеров и формы частиц порошков вольфрама.

Показано, что карбидизацию особокрупнозернистого порошка вольфрама целесообразно осуществлять в проточном реакторе в метановодородной среде с концентрацией метана в 1,5 раза выше равновесной при температурах 2200–2300 ºС и выдержках до 3-х ч. Разработаны техпроцессы получения порошков карбида WC с размером частиц до 300 мкм, а слоистых частиц W_2C–WC с размером до 700 мкм.

Установлено, что при использовании в качестве карбюризатора метановодородной среды и разбавителей в виде порошков Ti и TiC можно получить твердый раствор (Ti, W)C с максимальным содержанием связанного углерода и минимальным содержанием свободного

углерода и примесей O_2 и N_2, что позволяет получать более высококачественные твердые сплавы группы ТК.

Обосновано, что для осуществления совмещенного процесса восстановления–карбидизации следует применять открытый реактор, метановодородную среду равновесного состава и твердотельный источник углерода, т.к. науглероживание восстановленного из WO_3 или смеси WO_3 со шпинелями вольфрама на 50 % осуществляется за счет твердотельного источника. Это позволило усовершенствовать процесс регенерации твердого сплава из его скрапа и уменьшить на 30 % расход графитовых пластин.

Все эти новые задачи решены молодежным коллективом: И. В. Андреевым, И. В. Савчук, А. А. Матвийчуком, А. Е. Бабенко под руководством чл.-кор. НАНУ В. П. Бондаренко.

Значительные успехи достигнуты и в области легирования твердых сплавов.

Ранее (1987 г.) в работе В. П. Бондаренко теоретически было показано, что для обеспечения высокой прочности и пластичности твердых сплавов группы КХН следует уменьшить размер зерна Cr_3C_2 до 1,2 мкм. Легирование этих сплавов бором или борсодержащими соединениями удалось снизить размер зерна Cr_3C_2 с 12 до 4 мкм и повысить одновременно прочность. Это открыло широкие возможности для изготовления крупногабаритных пар трения из новых сплавов КХНПР для работы в коррозионно–активных средах.

Продолжением этих работ явилось изучение влияния легирующих добавок карбидов переходных металлов IV–V групп таблицы Менделеева и интерметаллидов иттрия и лантанидов на физико-механические свойства твердых расплавов с 6–12 % связки, распределения легирующих компонентов между структурными составляющими, механизма влияния легирующих добавок на эксплуатационную стойкость аппаратов высокого давления массой от 200 до 400 г. Установлено, что наиболее эффективными добавками являются карбиды ванадия и тантала, которые концентрируются в карбидном скелете, упрочняя его. Карбид хрома, растворяющийся в значительном количестве в связке, охрупчивает ее и сплав в целом. В результате, хотя в среднем эксплуатационная стойкость возрастает, но меньше чем в первом случае, а АВД работают нестабильно. Интерметаллиды иттрия и лантанидов наименее технологичны, трудно растворяются в связке, что приводит к повышенной пористости сплава и нестабильной работе АВД.

В результате оптимизированы составы добавок и их содержание в сплавах с разным количеством связки, установлен механизм влияния добавок, расширены марки легированных сплавов, которые целесообразно использовать в АВД, повышена эксплуатационная стойкость матриц АВД из сплавов ВК6 до 1,6 раза и доказана более высокая эффективность работы матриц АВД из сплава ВК8, легированного карбидами тантала или ванадия.

Для своих исследований научно-технологический центр твердых сплавов концерна «Алкон» привлекает различные отделы ИСМ, ИПМ, инженерно-физического факультета КПИ, что расширяет его возможности в использовании современных научно-исследовательских приборов и методов.

Перечисленные основные этапы становления научно-технического центра концерна «Алкон» свидетельствуют о том, что в настоящее время он является крупным научно-производственным объединением, которое может решать самые сложные научные проблемы в области производства твердых сплавов от восстановления W до упрочнения окончательно спеченных изделий).

Практическая реализация научных разработок центра осуществляется на входящем в него Государственном научно-производственном предприятии «Алкон-твердосплав», на котором работает 70 человек.

Потенциальные возможности этого предприятия составляют 80 т. в год. Но пока реализуется только 20 % его возможностей. Основными причинами такой ситуации является отсутствие возможности значительного увеличения оборотных средств, а также отсутствие современных менеджеров и опыта работы в рыночных условиях. В связи с этим ближайшими научно-техническими и производственными задачами, которые мы ставим перед собой, являются:

организация производства для собственных нужд и на продажу высококачественных смесей групп ВК, ТК и ТТК) из серийного сырья;

организация производства высококачественных пластин и вставок для металлорежущего, бурового и камнеобрабатывающего инструмента, в том числе с покрытиями в содружестве с профессором Сагаловичем;

создание отделения твердосплавного бурового и камнеобрабатывающего инструментов, оснащенных новыми марками твердых сплавов;

организация производства новых видов крупногабаритных твердосплавных изделий (прокатных валков, втулок подшипников, плунжеров, направляющих и т.п.);

создание и организация активной деятельности испытательно-внедренческих бригад;

оснащение ГНПП «Алкон-твердосплав» современным высокопроизводительным оборудованием;

увеличение объемов производства твердых сплавов и твердосплавного инструмента в 3–5 раз.

Решение этих финансовых и кадровых проблем позволит научно-техническому центру твердых сплавов концерна «Алкон» подняться до уровня современного европейского центра и устойчиво работать в условиях рыночной экономики не только в Украине, но и в мире.

Поступила 18.07.07.

УДК621.762.5

Н. В. Новиков, академик НАН Украины[1]**; Н. М . Прокопив,** канд. техн. наук[1]**;**
В. Н. Ткач, канд. физ.-мат. наук[1]**; О. В. Харченко**, инж. [1];
А. Д. Чепурной, докт. техн. наук[2]; **П. А. Терехов**, инж. [2]

[1] *Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев, Украина*
[2] *ОАО «Головной специализированный конструкторско-технологический институт», г. Мариуполь, Украина*

СТРУКТУРА И СВОЙСТВА РЕЖУЩИХ ПЛАСТИН ИЗ СПЛАВА Т15К6 ПОСЛЕ ТЕРМОКОМПРЕССИОННОЙ ОБРАБОТКИ ПОД ДАВЛЕНИЕМ ГАЗА

The effect of thermal-compression treatment at a gas pressure of 3,0 MPa on the structure, physico-mechanical and cutting properties of replaceable inserts of T15K6 alloy has been studied.

Машиностроительные предприятия Украины в больших объемах используют импортные сменные твердосплавные пластины для чистовой и получистовой лезвийной обработки деталей из сплавов на основе железа.

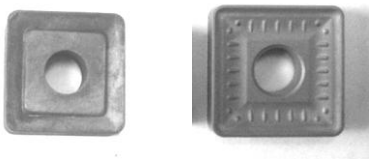
С одной стороны, это дешевый инструмент российских компаний, а с другой – дорогой с более высокими техническими характеристиками инструмент фирм Швеции, США, Японии, Южной Кореи, Израиля. Отметим, что пластины для получистового и чистового точения углеродистых сталей изготавливаются, в основном, из сплавов Т14К8 и Т15К6 без покрытия, а пластины – из сплавов группы ТТК с износостойким покрытием. И хотя преимущество сплавов ТК перед сплавами ТТК, как известно, проявляется в их более высоком сопротивлении износу, особенно при увеличении температуры в зоне резания, что характерно для скоростного точения с небольшим съемом металла. Однако на сегодня ТТК сплавам необоснованно дается преимущество перед ТК сплавами.

Но производители импортной продукции для получения высокоэффективных инструментов из твердых сплавов используют компрессионное спекание под давлением газа до 10 МПа [1], российские пластины спекают в вакууме, который не позволяет получать высокую плотность и структуры без крупных (>50 мкм) пор. Рассмотрим возможность повышения физико-механических режущих свойств отечественного инструмента. Существующие методы воздействия на поверхность инструмента, как, например, поверхностная закалка [2], термоциклирование [3] и облучение различного рода и различной интенсивности [4–6] хотя и повышают их режущие свойства, но пока не применяются в промышленных масштабах.

В ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины (далее по тексту – ИСМ) разработана технология упрочнения твердосплавных изделий после их спекания по традиционной технологии в среде водорода с помощью термокомпрессионной обработки (ТКО) под давлением газа до 5,0 МПа [7]. В результате такой обработки в структуре сплава отсутствуют поры размером >25 мкм, что приводит к определенному повышению его механической прочности, но дополнительный нагрев изделий при температуре жидкофазного спекания несколько снижает их твердость. Эффективность такого упрочнения в большей степени сказывается на эксплуатационных свойствах инструмента. Так, например, стойкость упрочненных тангенциальных пластин формы LNUX 301940TN02 из сплава МС221 производства Кировградского завода твердых сплавов (Россия) при черновой обработке колесных пар увеличилась в два-три раза по сравнению с пластинами в исходном состоянии [8]. Рассмотрим влияние термокомпрессионной обработки на структуру, физико-механические и режущие свойства сплава Т15К6 без покрытия при получистовом и чистовом точении углеродистых сталей.

Материалы и методы исследования

Для исследования из ОАО «Головной специализированный конструкторско-технологический институт» (г. Мариуполь) были взяты сменные режущие пластины производства комбината «Победит» (г. Орджоникидзе, Россия) из сплава Т15К6 формы SNMM 250724, которые применяются для получистового точения средней части осей, а формы SNMM190624 (рис. 1, *а*) – для точения подступичной части. Для сравнения использовали пластины формы SNMM 190616-GH NC 330 (рис. 1, *б*) производства фирмы «KORLOY» (Ю. Корея), которые используются на операции получистового точения подступичной части.



а *б*

Рис. 1. Режущие пластины для получистового точения вагонных осей: SNMM190624 (а) и SNMM 190616 – GH NC 330 (б).

Следует отметить, что форма пластины «Победит» является универсальной и, согласно каталогу предприятия-производителя, используется по назначению, в то время как форма пластины «KORLOY» предназначена только для чернового точения [9].

Термокомпрессионную обработку пластины осуществляли в созданной в ИСМ установке [7] при температуре 1450 ºС, давлении 3,0 МПа и изотермической выдержке 20 мин.

У пластин в исходном состоянии и после их ТКО по стандартным методикам определяли характеристики плотности, коэрцитивной силы, твердости по Роквеллу *HRA*, Виккерсу *HV*30 и коэффициент интенсивности разрушения по Палквисту при нагрузке *HV*30.

Структуру пластин исследовали, используя полированные шлифы на оптических микроскопах МИМ-8М, Метам Р-1 (ЛОМО) и растрового электронного ZEISS EVO 50 XVP. Количественный элементный состав фаз определяли с помощью системы микроанализа INCA 450 (точность анализа 0,1 % (по массе)). Мелкую (до 50 мкм) пористость, скопления связующей и WC-фаз оценивали в соответствии с ГОСТ 9391–80 на оптическом микроскопе МИМ-6 при увеличении ×100, распределение зерен по фракциям – по методу Глаголева при увеличении ×1350 на оптическом микроскопе МИМ-8М.

Стойкость пластин при резании оценивали количеством обработанных вагонных осей на операции получистового точения в производственных условиях ОАО «Азовмаш». Вид износа пластин, причины их выхода их из строя – при исследовании режущих кромок после их полного износа. Механизм износа устанавливали в результате анализа эксплуатационных данных.

Результаты исследования

Результаты исследования физико-механических свойств и особенностей структуры сплава пластины SNMM 190624 в исходном состоянии и после термокомпрессионной обработки представлены в табл. 1, 2. Нужно отметить, что характеристики свойств исходных пластин имеют большой разброс.

Как видно из таблиц, ТКО, как и ожидалось, уменьшает остаточную пористость, нет крупных пор в структуре сплава. Обработка не повлияла на размер карбидных зерен и зерен кобальтовой фазы, плотность, характеристики коэрцитивной силы. Несколько увеличив твердость и коэффициент вязкости разрушения сплава.

Таблица 1. **Свойства сплава пластины Т15К6**

Состояние пластины	Коэрцитивная сила H_C, кА/м	Плотность γ, г/см^3	Твердость		Коэффициент интенсивности разрушения K_{1C}, МПа·м$^{1/2}$
			HRA	*HV 30*	
Исходные	10,5	11,33	91,7	14,8	8,3
После ТКО	10,4	11,32	92,1	15,3	8,7

Примечание. Структура и свойства пластины SNMM 250724 аналогичны.

Таблица 2. **Характеристики структуры пластины Т15К6**

Состояние пластины	Пористость			Включения графита, % по об.	Ширина прослоек кобальта, мкм
	Количество пор < 50 мкм, % по об.	Количество пор > 50 мкм, шт.			
		50–100	> 100		
Исходная	Д-2 0,1	54	–	0,1–0,2	0,5
После ТКО	А-2 0,1	–	–	0,1–0,2	0,5

Обнаруженный эффект, как следует из результатов табл. 2, а также из анализа микроструктуры (см. рис. 3), связан с уменьшением пористости образцов, с одной стороны, а с другой – обусловлен отсутствием изменения размеров карбидных зерен после ТКО.

Микроструктура сплава пластин с видом отпечатка после индентирования пирамидой Викерса до и после ТКО приведена на рис. 2. Темная фаза в электронном изображении структуры представляет как включения Со, так и поры, а в контрастном (см. рис. 2, *в, г*) – только структура сплава Т15К6 представляет собой каркас, состоящий из зерен твердого раствора (W,Ti)C (темно-серая фаза) размером от 1 до 10 мкм, в котором размещены как отдельные зерна WC (до 5 мкм), так и их скопления (до 10–15 мкм). При этом в структуре исходной пластины имеются участки скелета, состоящего из мелких зерен с большой внутризеренной пористостью (см. рис. 2, *д*). В образцах, подвергшихся ТКО, уменьшилось количество и размер включений темной фазы, что свидетельствует об уменьшении остаточной микропористости и хорошо коррелирует с результатами табл. 2.

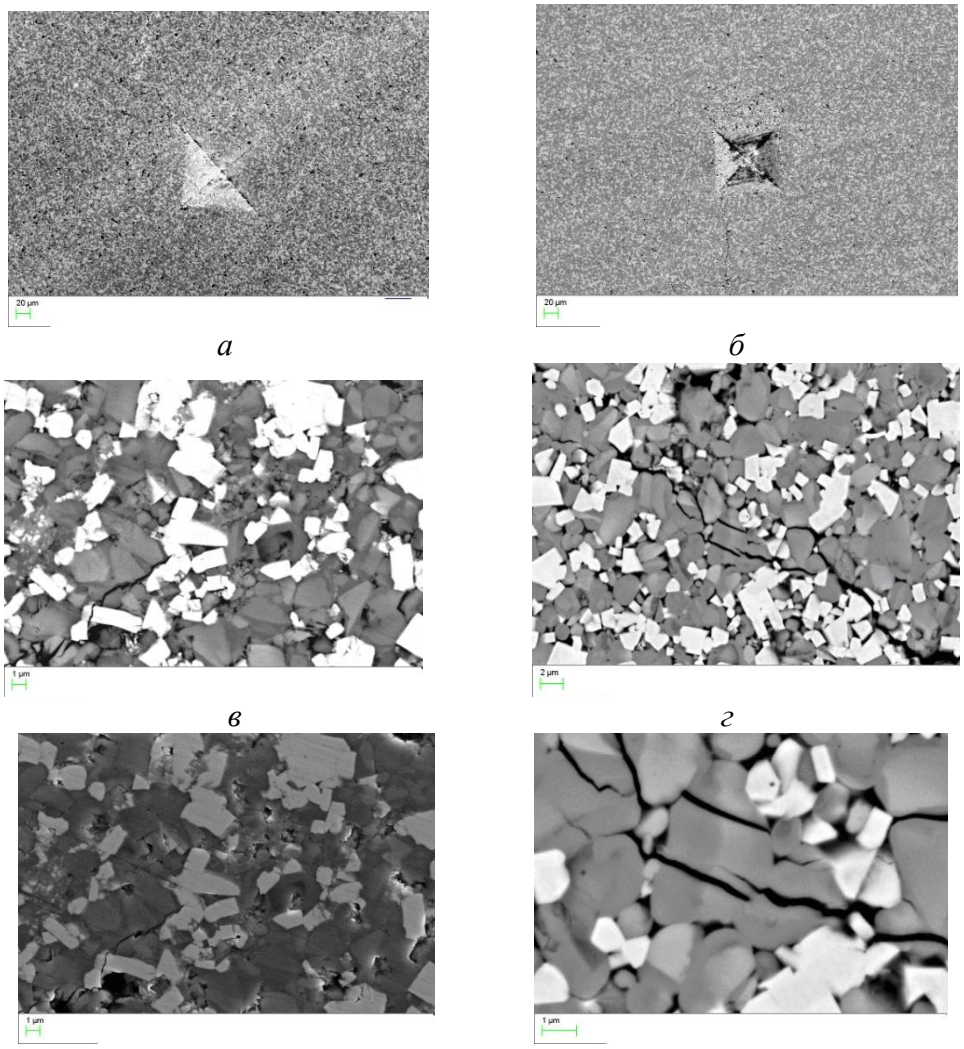


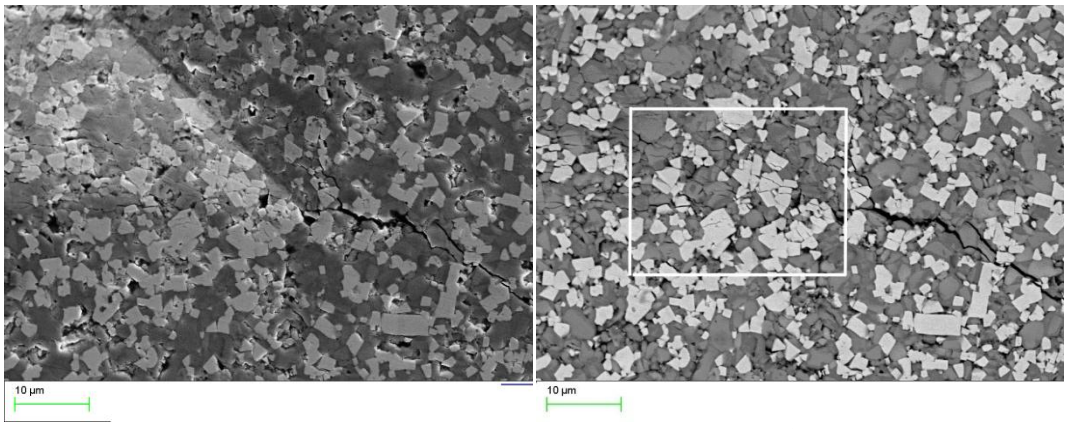
Рис. 2. Микроструктура сплава Т15К6: а, в, д, – в исходном состоянии; б, г, е – после ТКО; а, б, д – электронное изображение; г, е, – контрастное.

Структурным количественным анализом в характерных точках установлено, что в центральной части зерен твердого раствора больших 2–3 мкм концентрация вольфрама составляет в % (по массе) 68–70, а в периферийной – 62–64, концентрация титана в этих точках соответственно равна 21 и 25. Таким образом, в процессе ТКО под давлением газа 3,0 МПа при температуре жидкофазного спекания произошла дальнейшая рекристаллизация зерен твердого раствора (W,Ti)C в результате диффузионного перераспределения вольфрама и титана с образованием градиентной структуры – центральной части, обогащенной вольфрамом, а периферийной – титаном. Увеличение концентрации карбида титана в оболочке зерен твердого раствора привело к ее охрупчиванию с одной стороны, а с другой – к повышению твердости. Форма, размер зерен карбида вольфрама и их расположение в структуре сплава после ТКО остались неизменными.

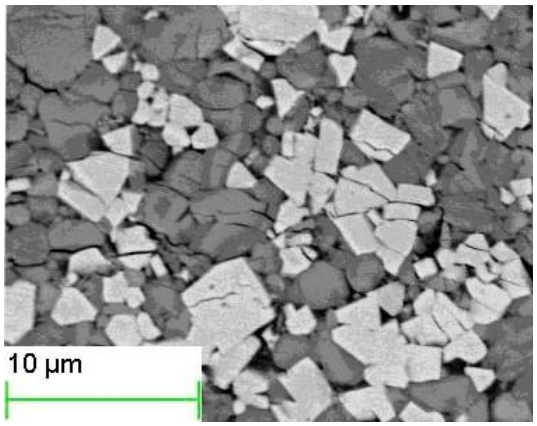
Распространение трещины в исходных образцах при вдавливании пирамиды Виккерса происходит по межзеренным границам конгломератов твердого раствора (W,Ti)C, а также по оболочке в крупных градиентных зернах (см. рис. 2).

Дробление зерен твердого раствора, а также крупных зерен WC на отдельные мелкие блоки, которые обнаружили в структуре на участке сдвига под воздействием пирамиды Виккерса (см. рис. 3, *а, б, в*), аналогично случаю распространения трещины от вершины отпечат-

ка под воздействием растягивающих напряжений, указывает на независимость механизма разрушения сплава Т15К6 от условий нагружения.



а *б*



в

Рис. 3. Микроструктура пластины сплава Т15К6 в исходном состоянии в зоне отпечатка после индентирования пирамидой Виккерса: а – электронное изображение; б, в –контрастное; в – фрагмент микроструктуры в зоне действия пирамиды.

Исследование режущих свойств пластин проводили на специальном токарном станке с ЧПУ мод. 1А740РФ392 при получистовой обработке средней части вагонных осей пластинами формы SNMM 250724, а подступичной – пластинами формы SNMM 190624.

Таблица 3. **Результаты промышленных испытаний режущих свойств пластин из сплавов Т15К6 и NC 330**

№ п/п	Форма пластины	Получистовое точение	Количество осей, обработанных одной пластиной (четырьмя кромками)	Коэффициент стойкости, $К_{ст}$
1	SNMM 250724 в исходном состоянии	Средней части оси	34	1
2	То же, после ТКО		48	1,4
3	SNMM 190624, в исходном сотоянии	Подступичной части оси	40	1,0
4	То же, после ТКО		64	1,6
5	SNMM 190616-GH NC 330		120	3,8

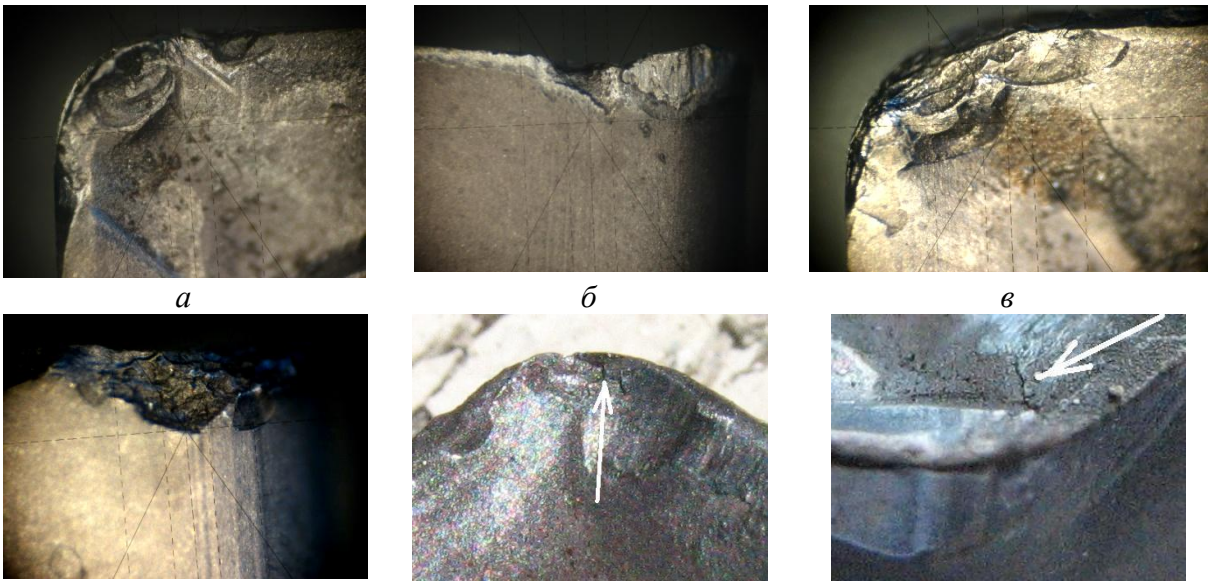
Примечание. $К_{ст}$ – отношение количества осей, обработанных пластинами 2, 4, 5, к количеству осей, обработанных исходными пластинами 1, 3.

Для сравнения на операции получистового точения подступичной части оси испытывали пластины SNMM 190624-GH NC 330 с износостойким покрытием. Условия и параметры резания: без СОТС, скорость резания V– 150 м/мин; подача S – 0,18 мм/об; глубина резания t – 1,5 мм.

Из табл. 3 следует, что стойкость пластин при получистовом точении средней части вагонной оси после ТКО увеличивается в 1,4 раза, а подступичной части – в 1,6 раз.

Стойкость пластин 5 в 3,8 раз выше стойкости пластины 1 и в 1,85 – стойкости пластины 4 на операции получистового точения подступичной части вагонной оси. В результате анализа экспериментальных данных установили, что исходные пластины при обработке как средней, так и подступичной частей оси изнашиваются одинаково – с образованием лунки на передней (рис. 4, *а*) и ленточки на задней (рис. 4, *б*) поверхностям режущей кромки.

Доминирующим механизмом является микроскалывание режущей кромки. Потеря работоспособности происходит в результате макроразрушения (см. рис. 4, *в, г*), которое в отдельных случаях приводит к преждевременному выходу инструмента из строя, т.е. к нестабильности его работы. Такой характер износа режущей кромки свидетельствует о недостаточной механической и усталостной прочности сплава пластины Т15К6 в исходном состоянии.



а *б* *в*

г *д* *е*

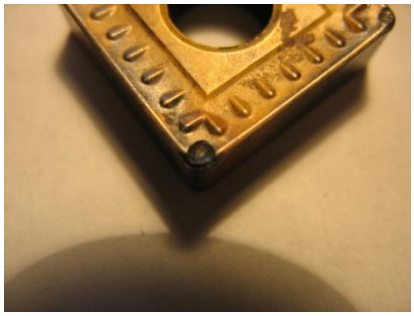
Рис. 4. Износ исходной пластины (а–г) и подвергнутой ТКО (д, е) после точения вагонных осей: а, в, д – на передней поверхности; б, г, е – по задней.

Величина полоски износа по задней поверхности $h_з$ превышает 1,0 мм, что значительно превосходит допустимое (0,7–0,8 мм) значение, регламентируемое требованиями получистового процесса точения. Такая величина износа по задней поверхности вызывает заметное увеличение сил резания и температуры в зоне контакта инструмента с обрабатываемой поверхностью, вследствие чего изменяется интенсивность процесса износа. В общем, пластины в исходном состоянии после эксплуатации имеют нехарактерные для получистового точения сильно разрушенные режущие кромки.

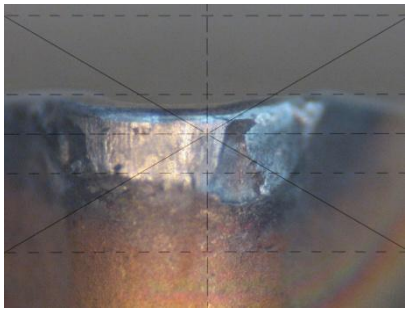
Анализ показывает, что у пластин после ТКО износ происходит по тому же механизму, что и у пластин в исходном состоянии, но с меньшей скоростью. Кроме того, уменьшается вероятность разрушения пластин макроскалыванием (см. рис. 4, *д*, е). На этих же снимках четко зафиксированы усталостные трещины (обозначены стрелками) на передних поверхностях режущих пластин даже после достижения закритической величины износа $h_з$. Повыше-

ние средней стойкости пластин достигается как за счет уменьшения скорости износа, так и за счет уменьшения внезапных отказов из-за преждевременного разрушения режущих кромок.

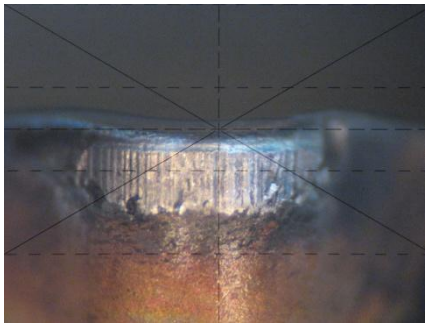
Анализ показал, что износ пластины 5 (см. табл. 3) происходит по передней поверхности с образованием лунки (рис. 5, *а*) и по задней – с образованием полоски износа размером 0,3–0,4 мм (рис. 5, *б–г*) без наличия микроскалывания режущей кромки, но при этом по задней поверхности происходят сдвиги больших фрагментов материала (см. рис. 5, *в, г*) как с остатком покрытия, так и без него, т. е. по пограничному слою. Причиной такого разрушения могут быть большие силы резания, возникшие из – за сильного изменения формы режущей кромки в результате образования глубокой лунки на передней поверхности, а также из-за высокой хрупкости материала в пограничном слое по сравнению с материалом основного объема пластины.



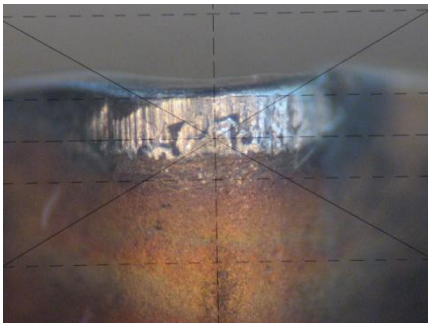
а ×2,5



б



в



г

Рис. 5. Вид пластин «KORLOY» после использования: а – общий вид передней части; б–г – износ по задней поверхности, ×50.

Различные виды износа по задней поверхности пластины – более гладкой (см. рис. 5, *б*) на поверхности прилегающей к покрытию, и наличие канавок (рис. 5, *в, г*) после сдвига части материала, непосредственно прилегающего к покрытию, подтверждают наше предположение о нерациональном использовании сплава NC 330 для работы в этих условиях.

В общем, такой вид износа характерен для условий получистового процесса точения, и, как известно, обеспечивает его стабильность и точность обработки. Анализируя расположение лунки износа на передней поверхности, можно утверждать, что специальные ребра, которые предназначены для дробления стружки при черновом точении, не выполняют такой функции на операции получистового точения, т.е. следует использовать пластину с другой формой стружколома.

Таким образом, из анализа вышеприведенных результатов следует, что увеличение сопротивления износу сплава Т15К6, подвергнутого ТКО, при получистовой обработке вагонных осей происходит в результате увеличения его твердости и роста усталостной прочности за счет уменьшения микропористости и устранения крупных пор в структуре.

Выводы

Сплав Т15К6 режущих пластин «Победит», использующихся для получистовой обработки вагонных осей, имеет в исходном состоянии неоднородную структуру с высокой микропористостью и крупными порами, снижающими режущие свойства пластин на операциях получистовой обработки вагонных осей.

Термокомпрессионная обработка режущих пластин под давлением 3,0 МПа не влияет на отдельные физико-механические свойства сплава – коэрцитивную силу, плотность, коэффициент вязкости разрушения, увеличивает твердость в результате уменьшения остаточной пористости и устранения крупных пор, не влияет на форму и размер WC зерен, но при этом увеличивает количество крупных зерен твердого раствора (W,Ti)C с градиентной структурой – центральной зоной, обогащенной вольфрамом, а периферийной – титаном.

Стойкость пластин после ТКО на операциях получистового точения средней и подступичной частей вагонных осей увеличивается соответственно в 1,4 и 1,6 раза за счет увеличения сопротивления материала усталостному разрушению, хрупкому микро- и макроскалыванию режущей кромки.

Литература

1. Missol W., Karwata T., Krajzel J., Bujok J. Comparison of the properties of ultrafine and conventional hardmetals // Proc. Of the 1998 PM World Congress, V 4, Spain, October 18 – 22, 1998. – P. 152 – 157.
2. Клочко Н. А., Херсонский А. К. Исследование влияния термической обработки на напряженное состояние и свойства изделий из спеченных твёрдых сплавов WC–Co // Основы технологии пайки и термообработки твердосплавного инструмента: Сб. науч. трудов. – М.: Металлургия, 1981.– С. 56–60.
3. Чеховой А.Н. Эволюция структуры металлокерамического материала при термоциклировании // 4 Собр. металловедов России. Пенза, 23–25 сент., 1998 г. Сб. матер. 4.1. – Пенза, 1998. – С. 50–52.
4. Яресько С. И. Повышение эксплуатационных характеристик твердосплавного инструмента при лазерной обработке // Физика и химия обработки материалов. – 2003. № 5. – С. 18 – 22.
5. Петренко П. В., Грабовский Ю. Е., Грицкевич А. Л., и др. Структурно-фазовые превращения в твердых сплавах WC–Co при облучении низкопотоковым электронным пучком // Физика и химия обработки материалов. – 2003. – № 3. – С. 29 – 39.
6. Тарбоков В. А., Ремнев Г. Е., Кузнецов П. В. Модифицирование твердосплавных пластин на основе карбида вольфрама мощным импульсным пучком // Физика и химия обработки материалов. – 2004. – № 3. – С. 11 – 17.
7. Бондаренко В. П., Прокопив Н. М., Харченко О. В. Термокомпрессионная обработка твердых сплавов // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – Киев: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2004. – Вып. 7. – С. 252–256.
8. Прокопив Н. М., Харченко О. В., Романюха Н. А., Моючий А. Ф. Перспективы разработки в Украине тангенциальных пластин для обработки колесных пар // Інструментальний світ. – 2004. – № 2. – С. 9–12.
9. Каталог фирмы «KORLOY». – 2001 г.

Поступила 13.07.07.

УДК 669.018.25.002.8

В. П. Бондаренко, член-кор. НАН Украины; **Л. М. Мартынова**, канд. хим. наук;
А. В. Галков, инж.

Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев, Украина

ПЕРЕРАБОТКА СКРАПА ТВЕРДЫХ СПЛАВОВ ГРУППЫ ВК (ОБЗОР)

The review of publications on WC–Co cemented carbide scrap recycling methods is presented. The advantages and disadvantages of different recycling methods, the requirements to scrap and the quality of the resulting products are analyzed.

Переработка твердосплавного скрапа является альтернативой импорту готовых смесей и других полупродуктов производства твердых сплавов для таких стран, как Украина, которые не имеют собственной первичной сырьевой базы [1]. Но и в странах, имеющих крупнейшие в мире месторождения вольфрамовых и кобальтовых руд, таких, как Китай, все больше осознается актуальность переработки скрапа в плане экономии природных ресурсов и снижения техногенной нагрузки на окружающую среду [2]. В развитых индустриальных странах рынок использования вторичного сырья уже достиг высокого уровня – так, в 2000 г. в США 46 % произведенного вольфрама было получено из вольфрамсодержащего скрапа [3]. Экономическая целесообразность переработки скрапа связана с тем, что в различных его видах содержится от 15 до ≥ 99 % W, тогда как в вольфрамовых рудах обычно содержится < 1 % WO_3, а, кроме того, скрап содержит и другие ценные компоненты, в частности, более дорогой кобальт [4].

К настоящему времени в мире разработано и применяется множество разнообразных методов переработки вольфрамсодержащего скрапа и их вариантов, в связи с чем представляет большой практический интерес анализ достоинств и недостатков этих методов, ограничений по видам перерабатываемого скрапа и качеству получаемых регенерированных продуктов, а также распространенности методов переработки и возможности их дальнейшего совершенствования. Перечисленные аспекты составляют предмет настоящего обзора применительно к переработке скрапа твердых сплавов группы ВК.

Различные виды скрапа, образующиеся при изготовлении и эксплуатации вольфрамсодержащей продукции, за рубежом принято делить на две группы:

1) рыхлый (*англ.* soft) скрап, к которому относят порошки, стружку, шлифовальный шлам, пылевидные отходы;

2) плотный (*англ*. hard) скрап, к которому относят цельные детали и их куски.

Организация и эффективное функционирование системы сбора скрапа, его сортировки и очистки от примесей является важнейшей предпосылкой высокого качества регенерации твердых сплавов и выбора оптимального метода переработки скрапа.

Согласно Лясснеру и Шуберту [4], все методы переработки вольфрамсодержащего скрапа можно разделить на четыре группы: металлургия расплавов, гидрометаллургия, полупрямая и прямая переработки.

Скрап, переработанный методами металлургии расплавов, служит источником вольфрама при производстве литого карбида вольфрама, ферровольфрама, плавленого вольфрама, а также суперсплавов, стеллитов и инструментальных сталей, причем полученный таким образом вольфрам в дальнейшем не может быть регенерирован никакими иными методами, кроме переплава [4]. Методы металлургии расплавов непригодны для регенерации спеченных твердых сплавов, в т.ч. сплавов группы ВК.

Гидрометаллургические методы позволяют преобразовывать содержащийся в скрапе вольфрам в «первичный» паравольфрамат аммония, служащий исходным сырьем для получения любых продуктов на основе вольфрама. При этих методах переработки скрап сначала подвергают окислению с помощью нагрева на воздухе или в присутствии химикатов для перевода вольфрама в шестивалентное состояние, в котором он хорошо растворяется в щелочной среде. Все последующие технологические операции совпадают с операциями переработки рудных концентратов [4].

Методы гидрометаллургии весьма универсальны – сырьем для них может служить как рыхлый, так и твердый скрап, к тому же содержащий примеси и неоднородный по химическому составу. Существенным ограничением является высокая стоимость переработки, большой расход электроэнергии и химических реагентов, образование химических отходов, сложность оборудования и технологии. Тем не менее, гидрометаллургическая переработка скрапа обладает высокой конкурентоспособностью, о чем говорят статистические данные Международной ассоциации вольфрамовой промышленности (ITIA). Согласно данным, полученным от компаний в США, Японии и Европе, в 2001 г. 70 % паравольфрамата аммония (*англ.* APT) было получено из вольфрамсодержащего скрапа и только 30 % – из рудных концентратов [3].

Методы гидрометаллургии пригодны для регенерации любых спеченных твердых сплавов, но с учетом экономических соображений предпочтительно подвергать такой переработке скрап многокомпонентных сплавов: группы ВК с легирующими добавками, групп ТК и ТТК, а также скрап, не рассортированный по маркам сплавов. В процессе выщелачивания вольфрам переходит в раствор, а другие компоненты, в т.ч. и такие ценные, как кобальт, никель, тантал, образуют нерастворимые оксиды. Важно отметить, что вольфрам и его соединения, получаемые методами гидрометаллургии из скрапа и из рудных концентратов, практически неотличимы друг от друга [3], а побочные продукты переработки скрапа такие, как оксиды, сами являются ценным сырьем для получения содержащихся в них металлов. Продуктами гидрометаллургической переработки скрапа твердых сплавов ВК являются паравольфрамат аммония и оксид кобальта.

Наряду с классическим и модернизированным химическими процессами [4], применяющимися в гидрометаллургии для получения паравольфрамата аммония, предложено множество химических методов регенерации твердых сплавов, наиболее известные из них – хлорирование, нитратный, метод фирмы «Metek Metal Technology Ltd.» (Израиль) и др. [3]. Общим достоинством химических методов является то, что они могут применяться для обработки различных видов скрапа и существенно снижать содержание примесей, а общим недостатком – высокие капитальные и эксплуатационные затраты, экологические проблемы.

Полупрямой переработке обычно подвергают скрап двух- и трехфазных твердых сплавов и тяжелых сплавов (типа ВНЖ). В результате химического растворения одного из компонентов сплава резко снижается целостность и, соответственно, прочность сплава, после чего измельчение скрапа в порошок не представляет затруднений. Избирательное извлечение в раствор связки может осуществляться либо воздействием кислотой (фосфорной, серной, азотной, соляной и пр.), либо одновременным воздействием химического (кислота) и механического (мокрый размол) факторов, либо электролизом.

Недавно [5] был предложен усовершенствованный метод растворения кобальтовой связки твердосплавного скрапа в подогретом водном растворе уксусной кислоты с одновременным введением кислорода под давлением. По мнению авторов, метод является экологически и экономически выгодным, поскольку: 1) реагенты – кислород и органическая уксусная кислота – являются приемлемыми с экологической точки зрения в отличие от применяющихся с той же целью неорганических кислот; 2) скрап размером в несколько см может обрабатываться без предварительного дробления, что исключает загрязнение Fe; 3) карбиды W, Ti, Ta, Nb и их твердые растворы, такие, как (W, Ti, Ta, Nb)C, сохраняются в своем пер-

вичном составе, что обеспечивает высокое качество регенерированного порошка (остаточное содержание Co составляет ~ 0,63 %); 4) кобальт и уксусная кислота регенерируются одновременно в процессе осаждения из раствора ацетата кобальта нанокристаллического Co_3O_4, восстановливаемого водородом (при этом следует учитывать, что если в кобальтовой фазе содержатся W, Cr, V, Fe, то они переходят в раствор). Скорость экстракции кобальта зависит от состава сплава – чем более мелкозернистый сплав, тем более затрудненным является проникновение растворителя и кислорода внутрь скрапа и тем длительней процесс. Для полного извлечения Co обычно требуется несколько суток.

Прямая переработка, как следует из самого названия, обеспечивает преобразование скрапа в порошок такого же химического состава, как у исходного скрапа, причем это может достигаться как химическим, так и физическим воздействием или комбинацией того и другого. Методы прямой переработки предназначены, главным образом, для регенерации спеченных твердых сплавов и тяжелых сплавов на основе вольфрама. Основным условием получения качественных регенерированных сплавов является высокая чистота исходного скрапа, как в отношении примесей, так и состава (не допускается смешивание различных марок сплавов или сплавов одной марки, но с различным размерным диапазоном зерен WC), а также отсутствие дополнительного загрязнения в ходе самого процесса переработки. По сравнению со всеми другими (непрямыми) методами прямая переработка выгодно отличается низким потреблением энергии и химических реагентов, минимальными потерями продукта и отходами, наименьшей стоимостью переработки скрапа [4].

Наибольшее распространение получили такие методы прямой переработки, как цинковый, холодноструйный, виброразмол, окисление–восстановление.

Цинковый метод впервые описан в патенте США [6], авторы которого идею «разрушения» твердого сплава расплавленным цинком вследствие его реакции с кобальтом, предложенную в Британском патенте [7], дополнили идеей последующей отгонки цинка при повышенной температуре и пониженном давлении. Остающийся после отгонки цинка хрупкий спек карбидных зерен и кобальта легко измельчается в мельнице, а сконденсированный цинк может повторно использоваться. Таким образом, данный процесс переработки является безотходным. В США цинковым методом перерабатывается до 25 % скрапа твердых сплавов [3].

В [4] отмечается, что состав конечного продукта, полученного цинковым методом, почти идентичен составу исходного материала и отличается лишь тем, что в нем дополнительно содержится не более 50 ppm Zn и примерно 0,1 % Fe (натирается при размоле), а, кроме того, уменьшается количество углерода на 0,12–0,15 %. Технологическое оборудование завода «Победит» (г. Владикавказ, Россия) обеспечивает содержание остаточного цинка ~ 0,02 % [8]. Сравнение образцов, изготовленных по технологическим режимам принятым для сплава ВК8, показало, что регенерированный сплав обладает по сравнению с исходным несколько пониженной прочностью $\sigma_в$ (1800 МПа против 1810 МПа) и повышенной твердостью HRA (89,5 против 89,0), большей однородностью и мелкозернистостью и, как следствие, закономерно возросшей износостойкостью [9].

В [10] перечисляется целый ряд ограничений, присущих цинковому методу, а именно:

1) крупные куски твердосплавного скрапа должны обрабатываться более чем один раз;

2) надлежащее удаление цинка достигается лишь при двух дистилляциях;

3) процесс не обладает рафинирующей способностью;

4) цинк должен быть химически чистым и не содержать нелетучих примесей, которые остаются в регенерированном порошке;

5) при повторных циклах переработки происходит прогрессирующее накопление примесей;

6) проблемной является регенерация твердых сплавов с модифицированными связками и покрытиями, такими, как оксид алюминия.

В [9] также указывается, что цинковый метод наиболее подходит для регенерации WC–Co сплавов.

Холодноструйный метод представляет собой механическое измельчение частиц скрапа (–6 меш) при помощи сильной струи воздуха, которая разгоняет частицы до скорости, равной почти 2M (M – число Маха, равное скорости звука), при которой энергия удара частиц о твердосплавную неподвижную преграду оказывается достаточной для разрушения частиц на мелкие осколки размером вплоть до 1,5–2,0 мкм [11]. При ударе имеющаяся окисная пленка слущивается и уносится с отработанным воздухом, при этом струя воздуха, сильно охладившаяся на выходе из диффузора вследствие расширения, защищает измельченный скрап от окисления. После просева полученного порошка остатки на сите возвращаются на повторную переработку. Выход продукта составляет 90–92 %. Как отмечается в [10], основным ограничением для данного процесса является невозможность измельчения твердых сплавов с высоким содержанием кобальта вследствие их повышенной вязкости, а также наличие в регенерированном порошке некоторого количества кислорода и элементов (в основном Fe), из которых изготовлена помольная камера. Метод «холодной струи» (*англ.* coldstream process) может сочетаться с цинковым методом, при этом после инфильтрации цинка в твердый сплав производится измельчение скрапа при помощи воздушной струи с последующей дистилляцией цинка [4]. На наш взгляд, этот метод имеет следующие недостатки: весьма сложное аппаратурное оформление; полученный порошок будет содержать крупные частицы (≈ 40 мкм) твердого сплава, т.к. применять сита с размером ячеек < 40 мкм нет возможности; увеличенный унос с потоком воздуха мелких частиц порошка.

Более простым в исполнении является метод механического истирания и дробления кусков скрапа в вибрационных мельницах [12]. Процесс виброразмола характеризуется достаточно высокой энергонасыщенностью и скоростью, а получаемые регенерированные сплавы группы ВК имеют показатели близкие к стандартным – более высокие по твердости и несколько меньшие по прочности. При увеличении времени размола сверх оптимального, определяемого экспериментально, в структуре появляются дефекты в виде повышенной пористости и фазы η_1 (последнее свидетельствует о некоторой потере углерода) и, как следствие, физико-механические свойства регенерированных сплавов снижаются. Недостатком метода является накопление промежуточной фракции, которую следует отсевать от более крупных для поддержания необходимой интенсивности дробления, но которая не может быть использована как стандартная смесь.

Метод окисления–восстановления применяется для регенерации тяжелых сплавов. Будучи дополнен операцией карбидизации, метод может успешно применяться для регенерации и твердых сплавов. Такой многостадийный процесс, описанный в патенте США [13], был реализован в различных вариантах в лабораторном и в промышленном масштабах, а также получил дальнейшее развитие, в частности, в Украине (см. далее). Для переработки скрапа по этому методу дополнительно требуется только печь для окисления, при этом остальное оборудование может быть тем же, что и для обычного производства твердых сплавов. По мнению авторов патента, регенерированные этим методом сплавы соответствуют тем же техническим требованиям, что и исходные сплавы, но цена их изготовления ниже более чем наполовину.

В Институте сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины (г. Киев) был предложен термохимический способ регенерации твердых сплавов, в основу которого положен совмещенный процесс восстановления–карбидизации окисленных продуктов в одной печи в метано-водородной среде строго контролируемого состава [14–17]. В качестве сырья для переработки этим методом может использоваться скрап как с припоем, так и без него. Скрап сначала проходит обязательный этап очистки растворами солей, которые при гидролизе образуют щелочь, например, водным раствором кальцинированной соды, подогретым до 40–50 °C, после чего он подвергается окислению, в процессе которого происходит выгорание углерода и превращение кускового материала в легкоизмельчаемую пористую смесь продуктов окисления: триоксида вольфрама (WO_3) и вольфрамата кобальта ($CoWO_4$). Процесс восстановления

совмещают с процессом карбидизации, проводя их в метано-водородной среде, в которой содержание метана превышает его равновесную концентрацию над WC, но не превышает его равновесную концентрацию над графитом, поскольку только при таких условиях науглероживание W и W_2C до WC происходит без угрозы выделения свободного углерода [17]. Регенерированные таким образом порошки содержат только две фазы (WC и Co) и имеют стехиометрическое содержание углерода. Данный метод является экологически чистым, простым, не требующим больших затрат. Производственные испытания деталей АВД, резцов, штампов и др., изготовленных из регенерированных по данной технологии твердых сплавов ВК6, ВК8, ВК15, показали, что их эксплуатационная стойкость составляет 85–100 % от стойкости аналогичных деталей, изготовленных из стандартных сплавов.

Данный метод хорошо дополняется высокопроизводительным методом электрофизического диспергирования лома твердых сплавов в жидкой среде [18], также разработанным в Украине в НИК «Микропорошковые технологии» (г. Киев). Производительность небольшого реактора составляет сотни кг порошка в сутки с размерами частиц 1–5 мкм. Проблемой является значительное окисление мелких частиц, выделение свободного углерода и продуктов гидролиза спирта вследствие высоких температур, возникающих при проскакивании искр между кусками лома. Применение процесса восстановления–карбидизации в газовой среде обеспечивает доводку полученных в реакторе порошков до нужной кондиции.

Оба метода внедрены на ГНПП «АЛКОН-ТВЕРДОСПЛАВ» концерна АЛКОН НАН Украины. Здесь же освоен способ компактирования пылевидных твердосплавных отходов в крупные куски для последующей их переработки. В настоящее время в Украине переработка скрапа твердых сплавов производится преимущественно прямыми методами. Цинковый метод применяют фирма «Карма» (г. Светловодск»), ООО «Технокор» (г. Харьков); метод механического дробления лома применяет ООО «Инструмент» (г. Светловодск); окислительно-восстановительный метод применяет СКТС и ТМ (г. Светловодск). Методы химической переработки скрапа пока не нашли широкого применения в Украине. Разработанный ГИЦТС «Светкермет» проект создания мощного перерабатывающего производства гидрометаллургическим методом до сих пор не реализован из-за отсутствия необходимых крупных инвестиций. В ограниченных объемах химический метод применяют фирмы «Горизонт» (г. Днепропетровск) и «Синтез» (г. Днепродзержинск), выпускающие триоксид вольфрама. Вместе с тем потенциальные возможности украинских предприятий позволяют полностью обеспечить потребности Украины в твердосплавном сырье при условии надлежащим образом организованного сбора вольфрамсодержащего скрапа и переработки импортных паравольфрамата аммония, оксидов вольфрама и кобальта.

Выводы

1. С течением времени значение переработки скрапа твердых сплавов будет все более возрастать, и в будущем регенерированные сплавы станут доминирующими на мировом рынке, что вытекает из экономических, экологических и ресурсосберегающих соображений.

2. Необходимым условием достижения высокого качества регенерированных продуктов, в особенности для методов прямой регенерации, является организация системы тщательного предварительного сбора, сортировки по маркам и очистки скрапа от посторонних примесей.

3. Наиболее универсальным, но и наименее экономичным является гидрометаллургический метод.

4. Методы прямой регенерации твердых сплавов являются самыми экономичными и экологически чистыми. Они могут осуществляться даже в условиях мелкосерийного производства, тогда как гидрометаллургический метод рационален в условиях крупносерийного производства.

5. Полупрямые методы смогут найти широкое применение только после разработки высокопроизводительного и экологически чистого способа извлечения связки из твердого сплава и химически стойкой аппаратуры для размола.

Литература

1. Коломоєць В. Т., Шаповал О. М., Ситник О. О., Золотарьов Г.Р., Федотьєв М. О. Сировинна база твердосплавної промисловості України // Інструментальний світ. – 1998. – № 3. – С. 49–50.
2. Liu Sha, Liu Gang, Yang Gui-bin, Huang Ze-lan. A new environmental-acceptable process for regeneration of cemented carbide scraps // Rare Metals and Cemented Carbides. – 2004. – Vol. 32 – N. 2. – P. 21–23, 32 (in Chinese).
3. Kim B. Shedd. Tungsten recycling in the United States in 2000, Open-file report 2005-1028, published 2005 online only, assessed at // URL: http://pubs.usgs.gov/of/ 2005/1028 /index.html.
4. Lassner E., Schubert W.-D. Tungsten: properties, chemistry, technology of the element, alloys, and chemical compounds. – New York: Kluwer Academic / Plenum Publishers, 1999. – 422 p.
5. Edtmaier C., Schiesser R., Meissi C., Shubert W. D., Bock A., Schoen A., Zeiler B. Selective removal of the cobalt binder in WC/Co based hardmetal scraps by acetic acid leaching // Hydrometallurgy. – 2005. – 76 – N. 1–2. – P. 63–71.
6. Patent 3595484 USA, IPC B 02 C 19/12. Reclamation of refractory carbides from carbide materials / P. G. Barnard, A. G. Starliper, H. Kenworthy. – Publ. July 27, 1971.
7. Patent 582921 Great Britain, IPC C 22 C 3/00. Process for separation and recovery of hard constituents from sintered hard metals / E. M. Trent. – Publ. Dec. 2, 1946.
8. Панов В. С., Чувилин А. М., Фальковский В. А. Технология и свойства спеченных твердых сплавов и изделий из них. – М.: МИСИС, 2004. – 464 с.
9. Биндер С. И., Каспарова Т. В., Зеликман А. Н. Регенерация твердых сплавов из кусковых отходов и неперетачиваемых пластин термоэкстракционным способом // Цветные металлы. – 1982. – № 3. – С. 92–94.
10. Upadhyaya G. S. Cemented tungsten carbide: production, properties, and testing. – Westwood, New Jersey: Noyes Publications, 1998. – 403 p.
11. Walraedt J. The cold stream process: a new powder production equipment // Powder Metall. Int. – 1970. – Vol. 2 – N. 3. – P. 24–27.
12. Федотьєв А. М. Працездатність різальних пластин із порошків твердого сплаву, регенерованих методом вібророзмелу: Автореф. дис. … канд. техн. наук. – Кіровоград, 2003. – 18 с.
13. Patent 3953194 USA, IPC B 22 F 1/00. Process for reclaming cemented metal carbide / A. G. Hartline, III; J. A. Campbell; T. T. Magel. – Publ. Apr. 27, 1976.
14. Термохимический способ регенерации отходов твердых сплавов с применением метановодородной газовой среды прецизионного состава / В. П. Бондаренко, Э. Г. Павлоцкая, Л. М. Мартынова, В. Ф. Мошкун // Прогрессивные методы и средства обеспечения качества изготовления деталей машин: Сб. тез. докл. науч.-техн. конф. – Н. Новгород, 1992. – С. 108 – 109.
15. Патент 2624 Україна, МПК^5 B 22 F 9/16, C 22 B 7/00. Спосіб переробки відходів вольфрамо-кобальтових твердих сплавів / В. П. Бондаренко, Е. Г. Павлоцька, Л. М. Мартинова та ін. – Опубл. 26.12.94, Бюл. № 5-І. – С. 3.85.
16. Бондаренко В. П., Павлоцкая Э. Г. Спекание вольфрамовых твердых сплавов в прецизионно контролируемой газовой среде. – К.: Наук. думка, 1995. – 204 с.
17. Бондаренко В. П., Мартынова Л. М., Павлоцкая Э. Г. Переработка сортированных кусковых отходов вольфрамовых твердых сплавов и изготовление элементов аппаратов высокого давления из переработанных отходов // Інструментальний світ. – 1998. – № 3. – С. 52–56.
18. Патент 70117А Україна, МПК^7 B 22 F 9/00, C 22 B 7/00. Спосіб переробки відходів металокерамічних твердих сплавів, що містять карбіди тугоплавких металів / В. Г. Каплуненко, О. В. Мірошніченко, М. К. Монастирьов, В. П. Бондаренко. – Опубл. 15.09.2004, Бюл. № 9. – С. 4.71.

Поступила 11.07.07.

УДК 669.017.16

В. П. Бондаренко, член-кор. НАН України; **М. О. Юрчук,** канд. техн. наук

Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАНУ, м. Київ, Україна

СТРУКТУРНИЙ СТАН ТА ВЛАСТИВОСТІ ТВЕРДИХ СПЛАВІВ ВК6 І ВК15, СПЕЧЕНИХ ПІД ЗОВНІШНІМ ОДНООСЬОВИМ ТИСКОМ

In systematic studies we have determined the effect of external uniaxial static pressure in sintering ВК6 and ВК15 cemented carbides on changes of their structural and some physico-mechanical properties.

У практиці твердосплавного виробництва найбільш розповсюдженим методом спікання сплавів під дією зовнішнього навантаження можна вважати метод гарячого пресування за статичного та динамічного прикладання тиску. Основною особливістю згаданого методу є те, що твердосплавна заготовка спікається під тиском в графітовій формі, яка і надає заготовці відповідної форми та розмірів. Але використання графітової прес-форми призводить до надлишкового навуглецювання заготовки, погіршує умови праці, збільшує собівартість виробів. Більш прогресивним є спікання під тиском в робочому обсязі печі, коли тиск прикладається тільки до торця заготовки. Але дослідження такого способу спікання твердих сплавів не проводилося. Тому метою даної роботи було дослідити вплив одноосьового тиску на структуру і властивості твердого сплаву за його спікання без графітової прес-форми. За такої схеми спікання заготовка не була обмежена з бокових сторін і могла вільно розповзатися в різні боки під дією тиску, що прикладався до верхнього торця заготовки. Дослідження проводили на сплавах ВК6 і ВК15.

Методика проведення досліджень

Для проведення експериментів використали твердосплавні суміші ВК6 та ВК15 серійного виробництва. Для визначення середнього розміру зерна карбіду вольфраму в суміші застосували метод ртутної порометрії [1]. Значення середнього розміру зерна карбіду вольфраму ($\bar{d}_{WC}$) у суміші твердого сплаву ВК6 склало 1,5±0,1 мкм, кількість зерен із середнім значенням зерна від 0,5 до 4 мкм склала 85 %, а значення питомої поверхні–2,1±0,1 м^2/г. У суміші твердого сплаву ВК15 середній розмір зерна карбіду вольфраму склав 1,6±0,1 мкм, кількість зерен із середнім значенням зерна від 0,6 до 4 мкм склала 82 %, значення питомої поверхні–1,9±0,1 м^2/г. Тобто стан структурних складових в обох сумішах був близький.

Перед замішуванням на пластифікаторі суміші було просіяно через сито з розміром отвору 0,1 мм. Просіяні суміші замішували на 5 % розчині синтетичного каучуку в бензині, додаючи до 1 кг суміші 150 мл розчину.

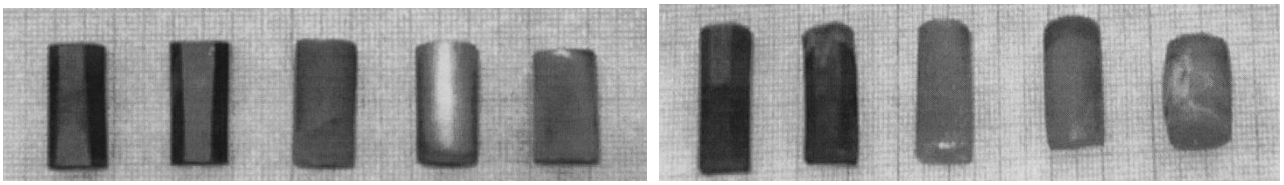
Кількість загального вуглецю ($C_{заг}$) у вихідній суміші та в складі спечених сплавів визначили абсорбційно-газооб'ємним методом [2]. Для визначення загального вуглецю в експериментальних зразках спечених сплавів (шліфованих штабиків) останні подрібнювалися в твердосплавній ступці штабиків після визначення на них потрібних властивостей. Одержану крупку просівали крізь сито з розміром отвору 0,1 мм. Дані по вмісту загального вуглецю в сумішах і сплавах наведено в табл. 1.

Для проведення досліджень було використано заготовки у вигляді циліндрів Ø10–11 мм і висотою Н=17–19 мм. Заготовки спікалися за температур 1350; 1400 та 1460 ^{o}С під дією осьового стискаючого напруження величиною 0,025; 0,05; 0,1 та 0,2 МПа. Для коректного порівняння та встановлення структурних особливостей згадані сплави було спечено за тих самих умов, але без навантаження, тобто спікалися вільно. Максимальна величина осьового напруження становила 0,2 МПа.

Таблиця 1. **Кількість загального вуглецю у вихідній суміші та в складі спечених сплавів ВК6, ВК15**

Марка сплаву	Кількість загального вуглецю ($C_{заг}$), % мас.		
	при стехіометричному складі суміші	фактично в порошковій суміші	фактично в експериментальних зразках сплавів
ВК6	5,75	5,65–5,85	5,44–5,90
ВК15	5,20	5,10–5,30	5,00–5,35

За збільшення осьового напруження зразки проникали в алундові прокладки, які використовувалися з метою виключення контакту зразка з графітовим оснащенням в процесі спікання. Зовнішній вигляд спечених зразків наведено на рис. 1, з яких видно, що 6 % (по масі) кобальтової зв'язки недостатньо для того, щоб одержати таким методом зразок у вигляді «бочки», в той час як із сплаву ВК15 за напруження стиску 0,20 МПа вдалося одержати зразок такої форми.



а *б*

Рис.1. Зовнішній вигляд зразків твердих сплавів ВК6 (а), ВК15 (б), спечених при Т=1460 °С під стискаючими осьовими напруженнями 0,025; 0,05; 0,1 та 0,2 МПа.

Для порівняння на обох рисунках (крайній зліва) наведено зразок, спечений без напруження (вільне спікання).

Процес спікання проводили в електричній вакуумній печі мод. ОКБ-8086, ТУ 16-531.302–75. Залишковий тиск у камері спікання печі становив 0,13 Па. Вимірювання температури нагріву проводили за допомогою вольфрам-ренієвої термопари. Час витримки становив 60 хв.

Усадку заготовок визначали шляхом виміру лінійних розмірів за діаметром і висотою. Значення коерцитивної сили $H_{см}$ (кА/м), густина спечених заготовок ρ (г/см^3), твердості за Роквеллом (шкала А) HRA визначили за стандартною методикою. Вміст вільного вуглецю у структурі сплавів, значення пористості, характер розподілу кобальтової фази, наявність η_1–фази та величину зерен карбіду вольфраму визначели згідно з стандартними вимогами.

Стереологічні параметри структури сплавів визначали по шліфах зразків, травлених насиченим солянокислим розчином хлорного заліза. Обстеженню піддавали не менше 500 зерен карбіду вольфраму на шліфу зразка кожного сплаву. Фотографування структури сплавів проводили на електронному растровому мікроскопі «CamScan–4DV» (Велика Британія) зі збільшеннями у 5000 і 6000 разів.

Розрахунок параметрів структури проводили на комп'ютері. Зерна карбіду вольфраму попередньо обводили на комп'ютері вручну. В результаті розрахунків з точністю в середньому до 2 % було отримано значення: середнього розміру зерна карбіду вольфраму ($\overline{d}_{WC}$), об'ємної частки карбідної складової (WC–фази) (Vv_{wc}), об'ємної частки зв'язки (Co–фази) (Vv_{Co}), питомої поверхні міжфазних границь ($\sum S_{WC\text{-}Co}$), питомої поверхні міжкарбідних границь ($\sum S_{WC\text{-}WC}$), середнього умовного розміру товщини прошарку кобальтової фази ($\overline{L}_{Co}$) і відносної частки контактної поверхні ($C_{WC\text{-}WC}$) – коефіцієнта суміжності.

Властивості твердих сплавів

Значення коефіцієнта усадки по висоті зразка сплавів ВК6 і ВК15 монотонно зростає за підвищення як температури спікання, так і за збільшення величини осьового стискаючого напруження (табл. 2). В той же час значення коефіцієнта усадки по діаметру зразків обох сплавів монотонно падає за аналогічної зміни параметрів спікання (табл. 3).

Таблиця 2. **Значення коефіцієнта усадки по висоті зразка твердих сплавів ВК6 і ВК15, спечених у вакуумі при різних значеннях температури нагріву і стискаючого осьового напруження**

Температура спікання, °С	Вільне спікання		Спікання під осьовим напруженням, МПа							
	0		0,025		0,05		0,1		0,2	
	ВК6	ВК15	ВК6	ВК15	ВК6	ВК15	ВК6	ВК15	ВК6	ВК15
1350	1,25	1,24	1,28	1,28	1,29	1,33	1,34	1,48	1,37	1,79
1400	1,28	1,25	1,30	1,32	1,31	1,34	1,35	1,52	1,38	1,79
1460	1,28	1,25	1,31	1,34	1,33	1,38	1,39	1,47	1,43	1,87

Таблиця 3. **Значення коефіцієнта усадки по діаметру зразка твердих сплавів ВК6 і ВК15, спечених у вакуумі при різних значеннях температури нагріву і стискаючого осьового напруження**

Температура спікання, °С	Вільне спікання		Спікання під осьовим напруженням, МПа							
	0		0,025		0,05		0,1		0,2	
	ВК6	ВК15	ВК6	ВК15	ВК6	ВК15	ВК6	ВК15	ВК6	ВК15
1350	1,29	1,24	1,29	1,23	1,26	1,19	1,25	1,09	1,24	1,01
1400	1,29	1,25	1,28	1,21	1,26	1,18	1,25	1,07	1,24	1,01
1460	1,30	1,25	1,27	1,19	1,25	1,16	1,23	1,05	1,19	0,97

Значення густини та твердість за Роквеллом HRA сплавів за зміни температури спікання та величини осьового стискаючого напруження практично не змінились. Незначні зміни повністю вписуються в межі довірчої межі випадкової похибки вимірювання.

Коерцитивна сила сплаву ВК6 з підвищенням температури спікання та величини осьового напруження зменшується. Особливо значне зменшення спостерігається після підвищення температури від 1400 до 1460 °С. У сплаві ВК15 із підвищенням температури спікання за малих напружень (0–0,025 МПа) коерцитивна сила має тенденцію до зменшення, а за більш високих напружень має тенденцію до підвищення (табл. 4). Причому за підвищення напруження за тією самою температурою спостерігається явна тенденція до зменшення коерцитивної сили.

Хімічний склад сплавів у процесі спікання під дією осьового стискаючого напруження практично не змінився. Кількість загального вуглецю в порошках, отриманих подрібненням експериментальних зразків, перебувало в межах, характерних для сплавів, що випускають серійно: у сплаві ВК6 від 5,65 до 5,85 % мас., у сплаві ВК15 від 5,1 до 5,3 % (по масі). Вміст включень вільного вуглецю у структурі сплавів, визначений на нетравлених шліфах зразків, також не змінився і перебуває в межах, характерних для сплавів, що випускаються серійно (0,2 %). В експериментальних зразках сплавів η_1–фази не виявлено.

Таблиця 4. **Значення коерцитивної сили (*Н*см) зразків твердих сплавів ВК6 і ВК15, спечених у вакуумі при різних значеннях температур нагріву і стискаючого осьового напруження, кА/м**

Температура спікання, °С	Вільне спікання		Спікання під осьовим напруженням, МПа							
	0		0,025		0,05		0,1		0,2	
	ВК6	ВК15	ВК6	ВК15	ВК6	ВК15	ВК6	ВК15	ВК6	ВК15
1350	16,9	6,6	16,6	6,3	16,4	6,1	16,0	5,9	15,6	5,7
1400	16,4	6,6	16,3	6,3	16,2	6,1	15,6	6,0	15,0	5,9
1460	12,9	6,1	12,8	6,2	12,3	6,2	12,0	6,2	12,0	6,2

Характеристики структури сплавів, визначені по шліфу, наведено в табл. 5. Вміст пор розмірами до 50 мкм, а також кількість пор із розмірами від 50 до 100 мкм після вільного спікання перебувають в межах, характерних для сплавів, що випускаються серійно (0,2 % і по одній порі розміром 100–104 мкм відповідно). Після ж спікання сплавів під дією осьового стискаючого навантаження пори на шліфах експериментальних зразків розмірами до 50 мкм і від 50 до 100 мкм у сплавах зникають.

Таблиця 5. **Структурні характеристики твердих сплавів ВК6 і ВК15 після вільного спікання та після спікання під дією осьового стискаючого напруження**

Температура спікання сплавів, °С	Стискаюче осьове напруження, МПа	Марка сплаву	Кількість пор за розмірами		Розподілення перерізів зерен карбіду вольфраму за розмірами, %						Ширина прошарку в 10 полях зору кобальтової фази, мкм
			до 50 мкм, %	від 50 до 100 мкм, шт.	0,5 мкм	1,0 мкм	2,0 мкм	3,0 мкм	4,0–5,0 мкм	6,0–7,0 мкм	
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
1350	0	ВК6	–	1 пора 102 мкм	–	50	22	16	11	1	0,5–1,0
		ВК15	–	1 пора 102 мкм	–	45	25	19	10	1	0,5–1,0–2,0
	0,025	ВК6	–	–	–	49	22	16	12	1	0,5
		ВК15	–	–	–	45	24	18	12	1	0,5–1,0
	0,05	ВК6	–	–	–	48	23	16	12	1	0,5
		ВК15	–	–	–	44	23	17	14	2	0,5–1,0
	0,1	ВК6	–	–	–	47	23	15	13	2	0,5
		ВК15	–	–	–	42	23	17	16	2	0,5–1,0
	0,2	ВК6	–	–	–	47	23	15	13	2	0,5
		ВК15	-	-	-	42	23	15	16	4	0,5–1,0
1400	0	ВК6	0,2	1 пора 104 мкм	–	50	23	18	8	1	0,5–1,0
		ВК15	0,2	1 пора 100 мкм	–	45	24	18	12	1	0,5–1,0–2,0
	0,025	ВК6	–	–	–	50	23	17	9	1	0,5
		ВК15	–	–	–	44	23	17	14	2	0,5–1,0

Закінчення табл. 5.

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
	0,05	ВК6	–	–	–	49	22	16	12	1	0,5
		ВК15	–	–	–	43	22	17	15	3	0,5–1,0
	0,1	ВК6	–	–	–	47	22	16	13	2	0,5
		ВК15	–	–	–	42	22	17	15	4	0,5–1,0
	0,2	ВК6	–	–	–	47	21	15	14	3	0,5
		ВК15	–	–	–	41	22	17	16	4	0,5–1,0
1460	0	ВК6	0,2	1 пора 100 мкм	–	52	23	18	6	1	0,5–1,0
		ВК15	0,2	1 пора 100 мкм	–	42	23	18	14	3	0,5–1,0–2,0
	0,025	ВК6	–	–	–	51	23	17	8	1	0,5
		ВК15	–	–	–	41	23	17	15	4	0,5–1,0
	0,05	ВК6	–	–	–	50	22	17	10	1	0,5
		ВК15	–	–	–	41	22	17	16	4	0,5–1,0
	0,1	ВК6	–	–	–	48	21	16	14	1	0,5
		ВК15	–	–	–	40	22	17	16	5	0,5–1,0
	0,2	ВК6	–	–	–	48	21	15	14	2	0,5
		ВК15	–	–	–	40	22	17	16	5	0,5–1,0

Розподілення перерізів зерен тугоплавкої складової по розмірах в сплавах після вільного спікання перебуває в межах, характерних для промислових середньозернистих твердих сплавів. Після спікання зразків з різною величиною стискаючого напруження сплави стають більш крупнозернистими, причому в основному за рахунок збільшення фракцій 4–5 мкм (табл. 5). У структурі сплавів зникають ширші прошарки кобальтової зв'язки за рахунок передавлення розплаву кобальту в тонкі прошарки–прошарки стають більш рівномірними.

Найбільшою мірою стереологічні характеристики твердих сплавів змінилися за температури T=1460 °С, тому їх значення наведено в табл. 6.

Таблиця 6. **Стереологічні характеристики твердих сплавів ВК6 і ВК15, спечених за температури T=1460 °С за різного значення осьового стискаючого напруження**

Стереологічні характеристики	Марка сплаву	Значення осьового напруження за спікання сплаву, МПа				
		0 (вільне спікання)	0,025	0,05	0,1	0,2
Середній розмір зерна WC $\overline{d}_{WC}$, мкм	ВК6	2,10±0,1	2,15±0,1	2,24±0,1	2,32±0,1	2,47±0,1
	ВК15	2,18±0,1	2,44±0,1	2,74±0,1	2,84±0,1	2,90±0,1
Питома поверхня міжфазних границь $\sum S_{WC\text{-}Co}$, мкм^2/мкм^3	ВК6	0,64±0,1	0,56±0,1	0,49±0,1	0,40±0,1	0,34±0,1
	ВК15	1,99±0,1	1,78±0,1	1,75±0,1	1,67±0,1	1,61±0,1
Питома поверхня між карбідних границь $\sum S_{WC\text{-}WC}$, мкм^2/мкм^3	ВК6	0,42±0,1	0,53±0,1	0,57±0,1	0,67±0,1	0,72±0,1
	ВК15	0,40±0,1	0,47±0,1	0,50±0,1	0,53±0,1	0,57±0,1
Середній умовний розмір товщини Со – фази $\overline{L}_{Co}$, мкм	ВК6	0,49±0,1	0,65±0,1	1,73±0,1	1,87±0,1	1,98±0,1
	ВК15	1,27±0,1	1,70±0,1	1,86±0,1	2,04±0,1	2,17±0,1
Відносна частка контактної поверхні $C_{WC–WC}$, %	ВК6	49±2	53±2	57±2	63±2	65±2
	ВК15	33±2	38±2	46±2	49±2	54±2

Встановлено, що в структурі обох сплавів під дією стискаючого навантаження проходить текстуризація, яка виражається в тому, що в першу чергу в сплаві ВК15 крупні зерна карбіду пластинчатої форми (беручи до уваги форму, зображену на шліфі зразка) розмірами 8×2; 12×3; 15×6 мкм розвертаються вздовж напрямку переміщення маси сплаву (рис. 2).

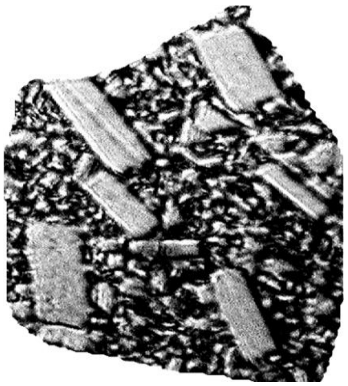


Рис. 2. Крупні зерна карбіду вольфраму пластинчатої форми розвертаються вздовж напрямку переміщення маси сплаву.

Обговорення результатів дослідження

В результаті проведених досліджень установлено, що усадка по висоті в сплавах за підвищення температури спікання і за збільшення величини осьового стискаючого напруження зростає, однак інтенсивність зростання усадки в сплаві ВК15 є більшою і ця відмінність зростає як за підвищення температури спікання, так і за збільшення величини осьового стискаючого напруження. Усадка по діаметру зразка в сплавах зменшується, і інтенсивність зменшення її в сплаві ВК15 аналогічна. Це досить логічно, якщо враховувати кількість кобальтової зв'язки в сплаві. Більша кількість зв'язки в сплаві забезпечила утворення форми «бочка» зразка сплаву ВК15 за осьового стискаючого напруження 0,2 МПа і температури спікання 1460 ^{o}C, тобто коефіцієнт усадки набув значення меншого за одиницю (0,97).

Зникнення залишкової пористості та збільшення зернистості сплавів, спечених під осьовим навантаженням, практично не вплинули на зміну значень їх густини та твердості. Не вплинуло на зміну значення твердості в сплавах і збільшення ширини прошарків кобальтової зв'язки вірогідно за рахунок утворення в них текстури.

Під дією тиску під час спікання в сплавах зникла менша кількість ширших прошарків зв'язки і утворилася переважна кількість прошарків із середнім значенням товщини за рахунок передавлення розплаву кобальту в тонкі прошарки, тобто прошарки стали рівномірнішими, зменшився інтервал розкиду значень ширини. Одночасно такий перерозподіл кобальтової зв'язки привів до збільшення середнього значення її ширини. Природно, це привело до зменшення коерцитивної сили в сплавах. В той же час підвищення коерцитивної сили в сплаві ВК15 за більш вищих напружень здійснилося за рахунок збільшення питомої поверхні міжкарбідних границь та відносної частки контактної поверхні.

Зміна стереологічних характеристик сплавів також підвищується з підвищенням температури нагріву і тиску, і знову збільшення кількості зв'язки забезпечує зміну характеристик за менших значень температури нагріву і тиску. Можна стверджувати, що збільшення середнього розміру зерна карбіду вольфраму, середньої умовної товщини кобальтової фази забезпечать підвищення міцності сплавів у разі згину та пластичності, а збільшення відносної частки контактної поверхні карбідних зерен забезпечить підвищення міцності сплавів під час стиску.

Висновки

1. Використання способу спікання твердих сплавів під дією зовнішнього осьового статичного тиску надає можливість отримувати безпористі як малокобальтові, так і сплави з середнім вмістом зв'язки. Причому після появи рідкої фази одержання безпористих сплавів забезпечується вже за навантаження 0,025 МПа.

2. Значно змінюються стереологічні характеристики структури сплавів, але їх вплив на твердість не відчутна. Значення твердості сплавів не виходять за межі похибки експерименту. Можливо зміна стереологічних параметрів вплине на характеристики міцності сплавів, але для цього слід провести додаткові дослідження.

3. Зміна властивостей в сплаві ВК15 проходить інтенсивніше в порівнянні із сплавом ВК6, і це пов'язано з більшою кількістю в ньому зв'язки.

4. Кількість вуглецю в сплавах за використання способу спікання твердих сплавів під дією зовнішнього осьового статичного тиску практично не змінюється.

Література

1. Ермоленко Н. Ф., Эфрос М. Д. Регулирование пористой структуры оксидных адсорбентов и катализаторов. – Минск: Наука и техника, 1971. – 285 с.
2. Дымов А. М. Технический анализ //Методы определения содержания элементов. – М.: Металлургия, 1964.–С. 31–51.

Поступила 04.07.07.

УДК 669.018.025

В. П. Бондаренко, член-кор. НАН України[1]; **М. О. Юрчук,** канд. техн. наук[1]; **Л. Л. Сотникова**, інж. [2]

[1]*Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАНУ, м .Київ, Україна*
[2]*ДНВП «Алкон-твердосплав», м. Київ, Україна*

ДЕЯКІ ВЛАСТИВОСТІ СПЕЧЕНИХ ТВЕРДОСПЛАВНИХ ВИРОБІВ У ВИГЛЯДІ КІЛЕЦЬ ІЗ РІЗНОЮ ВЕЛИЧИНОЮ ОБМЕЖЕННЯ ПРОЦЕСУ УСАДКИ

The possibility to prepare high-quality cemented carbide products by the method which assures 100 % degree of limitation on shrinkage in sintering is shown. The alloys so prepared are more fine-grained. Possibilities of widening the ranges of using available molds in the cemented carbide production are opened up.

Не дивлячись на те, що в практиці твердосплавного виробництва метод спікання з обмеженням процесу усадки використовується давно [1,2] і особливо широко–в дрібносерійному виробництві, коли невигідно виготовляти нову прес-форму, систематизованих досліджень впливу ступеня заневолювання на властивості сплавів не проводилось. Тому метою даної роботи було встановити ступінь впливу ступеню заневолювання усадки на властивості твердих сплавів.

Методика проведення досліджень

Для проведення експериментів використали твердосплавні суміші ВК6 та ВК15 серійного виробництва. Для визначення середнього розміру зерна карбіду вольфраму в суміші застосували метод ртутної порометрії [3]. Значення середнього розміру зерна карбіду вольфраму ($\bar{d}_{WC}$) у суміші твердого сплаву ВК6 склало 1,5±0,1 мкм, кількість зерен із середнім значенням зерна від 0,5 до 4 мкм склала 85 %, а значення питомої поверхні – 2,1±0,1 м^2/г. У суміші твердого сплаву ВК15 середній розмір зерна карбіду вольфраму склав 1,6±0,1 мкм, кількість зерен із середнім значенням зерна від 0,6 до 4 мкм склала 82 %, значення питомої поверхні – 1,9±0,1 м^2/г. Тобто стан структурних складових в обох сумішах був близький.

Перед замішуванням на пластифікаторі суміші було просіяно через сито з розміром отвору 0,1 мм. Просіяні суміші замішували на 5 % розчині синтетичного каучуку в бензині, додаючи до 1 кг суміші 150 мл розчину.

Кількість загального вуглецю ($C_{заг}$) у вихідній суміші та в складі спечених сплавів визначили абсорбційно-газооб'ємним методом [4]. Для визначення загального вуглецю в експериментальних зразках спечених сплавів останні подрібнювалися в твердосплавній ступці шліфованих штабиків після визначення на них потрібних властивостей. Одержану крупку просівали крізь сито з розміром отвору 0,1 мм. Дані по вмісту загального вуглецю в сумішах і сплавах наведено в табл. 1.

Для проведення досліджень впливу ступеня заневолювання усадки спікали вироби у вигляді кілець із розрахунковими кінцевими розмірами $Ø_{зовн}$=31,2 мм; $Ø_{внутр}$=21,2 мм; висотою Н=10 мм із твердих сплавів ВК6 та ВК15. Величину обмеження усадки розрахували за формулою:

($Ø_{внутрішній\ сирої\ заготовки} - Ø_{внутрішній\ спеченої\ заготовки}$) × ступінь заневолювання усадки.

Таблиця 1. **Кількість загального вуглецю у вихідній суміші та в складі спечених сплавів ВК6, ВК15**

Марка сплаву	Кількість загального вуглецю ($C_{заг}$), % (по масі)		
	при стехіометричному складі суміші	фактично в порошковій суміші	фактично в експериментальних зразках сплавів
ВК6	5,75	5,65–5,85	5,44–5,90
ВК15	5,20	5,10–5,30	5,00–5,35

В наших дослідах вона становила 0; 5; 15; 30; 50; 80 і 100 %. Обмеження усадки забезпечували графітовими оправками з відповідно підрахованими зовнішніми діаметрами, встановленими всередині спресованого кільця. З метою ліквідації можливості захвату частинок графітової підсипки кільцем під час його усадки, які можуть скупчуватись між кільцем та графітовою оправкою і спотворити чистоту експерименту, в нижній частині кільця (що лежить на графітовій підкладці) по внутрішньому діаметру було виконано фаску радіусом близько 1 мм. З такою самою фаскою було виготовлено нижню частину графітової оправки. Для мінімізації коефіцієнта тертя під час усадки кільця поверхню графітової підкладки, на якій проходило спікання, було попередньо відшліфовано і натерто дрібним пластинчатим графітом.

Процес спікання проводився в промисловій прохідній печі в контрольованому метановодневому середовищі. Температура спікання сплаву ВК6 становила 1440 ^{o}C, сплаву ВК15 – 1380 ^{o}C. Вимірювання температури нагріву проводили за допомогою вольфрам-ренієвої термопари, час спікання сиановив 120 хв. Усі заготовки з різним ступенем обмеження усадки спікались одночасно.

Значення коерцитивної сили $H_{см}$ (кА/м), густини спечених заготовок ρ (г/см^3), твердості за Роквеллом (шкала А) HRA визначили за стандартною методикою. Вміст вільного вуглецю у структурі сплавів, значення пористості, характер розподілу кобальтової фази, наявність η_1–фази та величину зерен карбіду вольфраму визначили згідно з стандартними вимогами.

Стереологічні параметри структури сплавів визначали по шліфах зразків, травлених насиченим солянокислим розчином хлорного заліза. Обстеженню піддавали не менше 500 зерен карбіду вольфраму на шліфі зразка кожного сплаву. Фотографування структури сплавів проводили на електронному растровому мікроскопі «CamScan-4DV» (Велика Британія) зі збільшеннями у 5000 і 6000 разів.

Розрахунок параметрів структури проводили на комп'ютері. Зерна карбіду вольфраму попередньо обводили на комп'ютері вручну. В результаті розрахунків з точністю в середньому до 2 % було отримано значення: середнього розміру зерна карбіду вольфраму ($\overline{d}_{WC}$), об'ємної частки карбідної складової (WC–фази) (Vv_{wc}), об'ємної частки зв'язки (Co–фази) (Vv_{Co}), питомої поверхні міжфазних границь ($\sum S_{WC-Co}$), питомої поверхні міжкарбідних границь ($\sum S_{WC-WC}$), середнього умовного розміру товщини прошарку кобальтової фази ($\overline{L}_{Co}$) і відносної частки контактної поверхні (C_{WC-WC})–коефіцієнта суміжності.

Властивості твердосплавних кілець, спечених з різною величиною обмеження процесу усадки

100 % заневолювання під час спікання твердосплавних кілець призвело до зменшення площі поперечного перерізу кілець із сплаву ВК6 на 9 % і на 12 % кілець із сплаву ВК15.

Значення густини твердосплавних кілець із твердих сплавів ВК6 і ВК15 із збільшенням ступеня обмеження усадки мають тенденцію до зменшення, а коерцитивної сили – до збільшення (табл. 2).

Таблиця 2. **Значення густини (ρ, г/см^3), коерцитивної сили (*Н*см, кА/м) і твердості за Роквеллом (HRA) твердосплавних кілець із твердих сплавів ВК6, ВК15 після спікання з різною величиною обмеження усадки сплаву**

Марка сплаву і температура його спікання	Величина обмеження усадки сплаву, %	Густина ρ, г/см^3	Коерцитивна сила *Н*см, кА/м	Твердість за Роквеллом HRA (шкала А)
ВК6, Тсп= 1440 °С	0	14,83±0,2	11,5±0,1	89,6±0,6
	5	14,82±0,2	11,6±0,1	89,5±0,6
	15	14,82±0,2	11,6± 0,1	89,4±0,6
	30	14,81±0,2	11,7±0,1	89,4±0,6
	50	14,81±0,2	11,7±0,1	89,1±0,6
	80	14,80±0,2	11,9±0,1	88,9±0,6
	100	14,79±0,2	11,9±0,1	88,9±0,6
ВК15, Тсп= 1360 °С	0	14,01±0,2	8,3±0,1	86,3±0,6
	5	14,00±0,2	8,5±0,1	86,5±0,6
	15	13,97±0,2	8,7±0,1	86,7±0,6
	30	13,96±0,2	9,0±0,1	86,9±0,6
	50	13,90±0,2	9,1±0,1	86,9±0,6
	80	13,89±0,2	9,2±0,1	87,0±0,6
	100	13,87±0,2	9,4±0,1	87,1±0,6

Значення твердості за Роквеллом (HRA) твердосплавного кільця із сплаву ВК6 із збільшенням величини обмеження процесу усадки має тенденцію до зменшення, а із сплаву ВК15 до збільшення (табл. 2), хоча значення твердості завше перебувають у межах довірчої границі випадкової похибки вимірювання.

Хімічний склад сплавів після спікання з різною величиною обмеження усадки практично не змінився. Кількість загального вуглецю в порошках, отриманих подрібненням експериментальних зразків, перебувала в межах, характерних для сплавів, що випускаються серійно: у сплаві ВК6 від 5, 65 до 5,85 % (по масі), у сплаві ВК15 від 5,1 до 5,3 % (по масі). Вміст включень вільного вуглецю у структурі сплавів, визначений по нетравлених шліфах, після спікання з різною величиною обмеження процесу усадки також не змінився й перебуває в межах, характерних для сплавів, що випускаються серійно (0,2 %). В експериментальних зразках сплавів η_1–фази не виявлено.

Характеристики структури сплавів, визначені по шліфу, наведено в табл. 3.

Вміст пор розмірами до 50 мкм, а також пори з розмірами від 50 до 100 мкм після вільного спікання перебуває в межах, характерних для сплавів, що випускаються серійно (0,2 % і по одній порі розміром 100–104 мкм відповідно). Після спікання твердосплавних кілець з різною величиною обмеження усадки пори на шліфах розмірами до 50 мкм та від 50 до 100 мкм зникають.

Розподілення перерізів зерен тугоплавкої складової по розмірах в сплавах після вільного спікання перебуває в межах, характерних для промислових середньозернистих твердих сплавів. Після спікання твердосплавних кілець із різною величиною обмеження сплави стають більш дрібнозернистими (табл. 3), але незначно. Тому значення ширини прошарку зв'язки практично не змінюється (табл. 3).

Таблиця 3. **Структурні характеристики твердосплавних кілець із твердих сплавів ВК6, ВК15 після спікання з різною величиною обмеження усадки сплаву**

Марка сплаву і температура його спікання	Обмеження усадки сплаву, %	Кількість пор розмірами		Розподілення перерізів зерен карбіду вольфраму по розмірах в %						Ширина прошарку в 10 полях зору кобальтової фази, мкм
		до 50 мкм, %	від 50 до 100 мкм, шт.	0,5 мкм	1,0 мкм	2,0 мкм	3,0 мкм	4,0–5,0 мкм	6,0–7,0 мкм	
ВК6, $T_{сп}$=1440 °С	0	0,2	1 пора 104 мкм	–	48	21	15	14	2	0,5–1,0
ВК6, $T_{сп}$=1440 °С	5	–	–	–	48	21	16	14	1	0,5–1,0
	15	–	–	–	50	23	17	9	1	0,5–1,0
	30	–	–	–	50	23	18	8	1	0,5–1,0
	50	–	–	–	50	22	17	10	1	0,5–1,0
	80	–	–	–	51	23	17	8	1	0,5–1,0
	100	–	–	–	52	23	18	6	1	0,5–1,0
ВК15, $T_{сп}$=1360 °С	0	0,2	1 пора 100 мкм	–	41	22	17	16	4	0,5–1,0–2,0
	5	–	–	–	41	23	17	15	4	0,5–1,0–2,0
	15	–	–	–	42	23	18	14	3	0,5–1,0–2,0
	30	–	–	–	42	22	17	15	4	0,5–1,0–2,0
	50	–	–	–	43	22	17	15	3	0,5–1,0–2,0
	80	–	–	–	44	23	17	14	2	0,5–1,0–2,0
	100	–		–	45	24	18	12	1	0,5–1,0–2,0

Стереологічні характеристики структури матеріалу кілець наведено в табл. 4. З метою розширення уявлень про зміни стереологічних характеристик структури матеріалу кілець, що сталися після спікання, дослідження проводили на перерізі кільця в трьох точках (рис. 1).

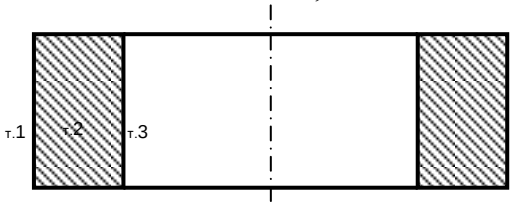


Рис. 1. Схема розміщення точок, в яких проводилось дослідження структури твердосплавних кілець.

Точка 1 розташована біля зовнішньої поверхні кільця (по зовнішньому діаметру); точка 2 посередині перерізу кільця і точка 3– біля внутрішньої поверхні кільця (по зовнішньому діаметру).

Значення середнього розміру перерізу зерен тугоплавкої складової сплавів, питомих поверхонь міжфазних та міжкарбідних границь, середнього умовного розміру товщини про-

шарку зв'язки та відносної частки контактної поверхні зерен тугоплавкої складової сплавів наведено в табл. 4.

Таблиця 4. **Стереологічні характеристики твердосплавних кілець із твердих сплавів ВК6, ВК15 після спікання з різною величиною обмеження усадки сплаву**

Марка сплаву і температура його спікан-ня	Обмеження усадки сплаву, %	Середній розмір зерна WC $\overline{d}_{WC}$, мкм	Питома поверхня між фазних границь $\sum S_{WC\text{-}Co}$, мкм^2/мкм^3	Питома поверхня між карбідних границь $\sum S_{WC\text{-}WC}$, мкм^2/мкм^3	Середній умовний розмір товщини прошарків Со-фази $\overline{L}_{Co}$, мкм	Відносна частка контактної поверхні $C_{WC\text{-}WC}$, %
ВК6, $T_{сп}$= 1440 °С	0	2,41±0,1	0,19±0,1	0,91±0,1	1,80±0,1	63±1
	5	2,40±0,1	0,20±0,1	0,88±0,1	1,76±0,1	62±1
	15	2,39±0,1	0,21±0,1	0,84±0,1	1,73±0,1	61±1
	30	2,38±0,1	0,22±0,1	0,79±0,1	1,50±0,1	58±1
	50	2,37±0,1	0,25±0,1	0,73±0,1	1,37±0,1	55±1
	80	2,35±0,1	0,26±0,1	0,88±0,1	1,30±0,1	53±1
	100	2,33±0,1	0,27±0,1	0,65±0,1	1,20±0,1	51±1
ВК15, $T_{сп}$= 1360 °С	0	2,20±0,1	0,83±0,1	0,82±0,1	2,34±0,1	51±1
	5	2,15±0,1	0,85±0,1	0,79±0,1	2,30±0,1	51±1
	15	2,10±0,1	0,87±0,1	0,71±0,1	2,22±0,1	49±1
	30	1,89±0,1	0,93±0,1	0,65±0,1	2,16±0,1	47±1
	50	1,63±0,1	1,10±0,1	0,59±0,1	2,10±0,1	45±1
	80	1,55±0,1	1,20±0,1	0,53±0,1	2,02±0,1	43±1
	100	1,38±0,1	1,30±0,1	0,47±0,1	1,96±0,1	41±1

Обговорення результатів дослідження

В результаті проведених досліджень встановлено, що навіть 100 % обмеження усадки в процесі спікання не приводить до руйнування виробів із твердих сплавів марок ВК6 і ВК15 у вигляді кілець.

При цьому із збільшенням ступеня обмеження усадки в обох сплавах уже при 5,0 % обмеження зникала як дрібна, так і крупна пористість, але густина сплавів зменшувалась. Хоча зменшення густини сплавів перебуває в межах похибки вимірювання, але і ця тенденція чітко виявляється для обох досліджуваних сплавів, причому для сплаву ВК15 вона більш виражена, ніж для сплаву ВК6. На наш погляд, така тенденція обумовлена тим, що дрібна і крупна пористість у сплаві не зникає зовсім, а лише трансформується в дрібнішу субмікропористість, яка при збільшенні в 100–200 крат не спостерігається. Ця трансформація пористості відбувається за рахунок того, що в разі обмеження усадки в кільці виникають значні тангенціальні напруження, які за температури існування рідкої фази в сплаві приводять до зміщення частин пори одна відносно другої і пора подрібнюється на кілька пор меншого розміру. Тому можна вважати, що базова щільність сплаву в процесі спікання з обмеженням усадки не зменшується. Крім того, за зменшення середнього розміру зерен карбіду вольфраму, питомої поверхні міжкарбідних границь та відносної частки контактної поверхні в сплавах теж можуть виникати субмікропори, яких за стандартного методу дослідження пористості не видно, але вони є і приводять в цілому до зменшення густини за збільшення ступеня обмеження усадки.

На відміну від густини значення коерцитивної сили в сплавах збільшилось. Таке підвищення добре корелює зі зменшенням середнього розміру зерна карбіду вольфраму і відповідно з товщиною прошарків кобальтової складової.

Певне відхилення від загальної закономірності має встановлена тенденція до зниження значення твердості (HRA) сплаву ВК6, в той час як у сплаві ВК15 значення твердості підвищується. Слід відзначити, що зміна значення твердості сплавів також перебуває в межах похибки вимірювання. Проте підвищення твердості в сплаві ВК15 можна пояснити зменшенням середнього розміру зерна карбіду вольфраму, яке досягає 37 %, а в сплаві ВК6 це зменшення становить лише 3,3 %. Вірогідно субмікропористість сплаву ВК6 має більший вплив на твердість ніж зменшення середнього розміру зерна карбіду вольфраму і ці обставини призводять до тенденції зниження значення твердості.

Висновки

1. Використання способу обмеження усадки твердосплавних кілець від 5 до 100 % дозволяє отримати безпористі тверді сплави ВК6 і ВК15 з більш дрібнозернистою структурою.
2. Кількість вуглецю в сплавах за використання описаного способу обмеження усадки практично не змінюється.
3. Зміна фізико-механічних властивостей сплавів перебуває в межах похибки експерименту.
4. Значно змінюються стереологічні характеристики структури сплавів, але їх вплив на твердість не виходить за межі похибки експерименту. Можливо, це вплине на характеристики міцності, але для цього треба провести додаткові експерименти.
5. Результати досліджень дають можливість значно розширити межі використання існуючих прес-форм у твердосплавному виробництві.

Література

1. Бондаренко В. П., Сирота К. И., Яремчук А. А. и др. Особенности технологии изготовления и вопросы организации производства твердосплавных колец большого диаметра // Твердосплавная штамповая оснастка в электротехнической промышленности. – Таллин: ЭстНИИ ПТИ, 1975. – С. 42–43.
2. Артюхов В. П., Бондаренко В. П., Семенченко Н. И., Яремчук А. А. Изготовление твердосплавных колец больших диаметров с ограничением усадки при спекании // Технология изготовления твердосплавных изделий. – К.: ИСМ АН УССР, 1978. – С. 102–107.
3. Ермоленко Н. Ф., Эфрос М. Д. Регулирование пористой структуры оксидных адсорбентов и катализаторов. – Минск: Наука и техника, 1971. – 285 с.
4. Дымов А. М. Технический анализ // Методы определения содержания элементов. – М.; Металлургия, 1964. – С. 31–51.

Поступила 04.07.07.

УДК 620.22:669.018.25

А. Ф. Лисовский, докт. техн. наук

Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев, Украина

РОЛЬ МЕЖФАЗНЫХ ГРАНИЦ В ФОРМИРОВАНИИ ГРАДИЕНТНЫХ СТРУКТУР В СПЕЧЕННЫХ ТВЕРДЫХ СПЛАВАХ

The paper present the results of investigations into influence of interface boundaries on the formation of gradient structures into cemented carbide articles. It is the theoretical basis for formation of different forms of gradient structures. The gradient structures are formed by using a treatment of an article with metal melts.

Структура спеченных твердых сплавов формируется в период жидкофазного спекания, после завершения которого образуются высокоразвитые контактные карбид–карбид и межфазные карбид–связки поверхности. Острая дискуссия об отсутствии или существовании в твердых сплавах WC–Co карбидного скелета завершилось в пользу последней трактовки [1]. Достигнув на электронном микроскопе разрешающей способности 0,2 нм, авторы [2] обнаружили, что в твердых сплавах WC–Co существуют границы WC/WC, на которых кобальт отсутствует, а также контактные зоны, содержащие прослойки из атомов кобальта толщиной 1, 5, 10 нм и более. Применив высокоразрешающий Atom-Probe анализ в сочетании с STEM/EDS анализом, авторы [3] установили, что все исследованные границы WC/WC имели, по крайней мере, один атомный слой кобальта. После введения в твердые сплавы WC–Co карбида хрома на всех границах WC/WC также был обнаружен хром и кобальт. Вышеизложенная структура контактной WC/WC границы укладывается в классические представления о межфазной поверхности как о зоне определенной толщины, содержащей атомы объемных фаз, высокую плотность дефектов и обладающей повышенной энергией по сравнению с объемными фазами. В теории поверхностных явлений эта зона рассматривается как самостоятельная фаза, имеющая свойства, отличные от свойств объемных фаз, и к которой применимы все термодинамические функции состояния. Одной из отличительных особенностей этой зоны является существование в ней поверхностного натяжения [4].

В связи с вышеизложенным для твердых сплавов WC–Co актуальным становится определение толщины δ контактной зоны WC/WC. Мы будем считать, что частицы карбида WC разделены прослойками кобальтовой фазы в том случае, если прослойки сохраняют свойства объемной кобальтовой фазы. Это возможно при условии, что прослойка кобальта имеет такую же кристаллическую структуру, как объемная кобальтовая фаза. Очевидно, что прослойки кобальта, стесненные частицами WC до толщины 0,6 нм, не имеют кристаллической структуры и все они могут быть отнесены к контактной зоне WC/WC, а прослойки толщиной более 0,6 нм способны создать кристаллическую структуру объемной фазы. В этом случае следует рассматривать частицы WC как разделенные кобальтовой фазой. Аналогичную структуру имеют межфазные поверхности WC/Co, а также контактные и межфазные поверхности в спеченных твердых сплавах WC–Ni, WC–Fe, WC–Co,Ni, WC–Co,Re, (Ti,W)C–WC–Co и др.

Для описания процессов, протекающих с участием межфазных поверхностей, важной характеристикой является поверхностная энергия и натяжение. В настоящее время хорошо разработаны методы экспериментального определения только поверхностной энергии и натяжения на границе раздела жидкость – газ, методы определения этих величин на других межфазных границах далеки от совершенства. В связи с этим при анализе влияния значений межфазных энергий и натяжений на протекание различных процессов пользуются безраз-

мерными комплексами – косинусом краевого угла смачивание θ и косинусом двугранного угла φ [5, 6]

$$\cos\theta = (\gamma_{14} - \gamma_{13}) / \gamma_{34};$$
$$\cos\varphi/2 = \gamma_{11}/2\gamma_{13}.$$

где γ_{14}, γ_{13}, γ_{34}, γ_{11} – поверхностные натяжения соответственно на межфазных поверхностях твердое тело – газ, твердое тело – жидкость, жидкость – газ и твердое тело – твердое тело.

В дальнейшем мы будем обозначать твердые фазы индексами 1 и 2, жидкую – 3, газообразную – 4, а межфазные поверхности сочетанием индексов контактирующих фаз. С физической точки зрения краевой угол смачивания определяет способность жидкой фазы проникать в капилляры, а двугранный угол – способность проникать по контактным границам частиц.

В зависимости от соотношения поверхностных натяжений все композиционные материалы разделены на два класса [7]. К первому классу отнесены материалы, у которых $\gamma_{11} / 2\ \gamma_{13} > 1$. В этих композиционных материалах в процессе жидкофазного спекания образуются неравновесные двугранные углы, контактные поверхности твердое тело – твердое тело являются неустойчивыми и в благоприятных условиях, например, при погружении композиционного тела в металлический расплав, они исчезают, а вместо них образуются менее энергоемкие межфазные поверхности твердое тело – жидкость. В результате этого процесса происходит поглощение жидкой фазы спеченным беспористым композиционным телом [8]. К композициям первого класса относятся спеченные твердые сплавы WC–Co; WC–Ni; WC–Co,Ni; WC–Co,Re; WC–Co,Ni,Fe; TiC–Co; TiC–Ni; TiC–Ni,Mo; Cr_3C_2–Ni; WC–TiC–Co.

Ко второму классу относятся композиции, у которых $\gamma_{11} / 2\ \gamma_{13} \leq 1$. В этих композициях образуются равновесные двугранные углы, и они не поглощают металлические расплавы. К таким композициям относятся WC–Cu; Cr_3C_2–Cu; W–Ag; Ni–Pb.

Следует отметить, что технологии создания градиентных структур в композициях I-го и II-го классов могут коренным образом отличаться. Под градиентной структурой в спеченных твердосплавных изделиях мы подразумеваем изменение в определенном направлении содержания карбидных частиц и связующей фазы, их размеров, состава, а также стереологических характеристик (удельных межфазных и контактных поверхностей, связности и т.п.), в результате чего возникают дифференцированные по объему физико-механические и эксплуатационные свойства изделия.

Одной из прогрессивных технологий создания градиентных структур в спеченных твердых сплавах, которые относятся к первому классу композиций, является высокотемпературная обработка металлическими расплавами окончательно спеченных изделий (технология ОМР). Технология ОМР основана на явлении поглощения металлических расплавов спеченными композиционными телами и позволяет получать градиентные структуры на микро- и наноуровне [9]. В процессе проникновения металлического расплава в твердосплавное изделие происходит разделение карбидных частиц жидкой фазой, увеличивается содержание связующей фазы, а также толщина ее прослоек, уменьшается связность карбидного скелета. Задавая различный состав металлического расплава, можно изменять состав связующей фазы и ее тонкую структуру, управлять полиморфными превращениями в кобальтовой фазе [8, 10].

Технология ОМР не применима для создания градиентных структур в композиционных материалах второго класса, потому что эти материалы не поглощают металлические расплавы. В композиционных материалах второго класса градиентные структуры, как правило, получают путем послойного прессования смесей с различным содержанием связки, тугоплавких частиц и их размеров. В период жидкофазного спекания такие слои представляют капиллярно-дисперсные системы, в которых жидкость движется в объём, имеющий более высокий капиллярный потенциал. В связи с тем, что при жидкофазном спекании протекает интенсивный процесс усадки брикета, перераспределение жидкости в объеме спекаемого изделия под дейст-

вием капиллярных сил протекает в незначительной степени и в спекаемом изделии формируется требуемая градиентная структура. При изготовлении крупногабаритных твердосплавных изделий градиентные структуры могут быть созданы в результате капиллярной сварки частей изделия, изготовленных из различных марок твердых сплавов [8]. При изготовлении таких изделий важной проблемой является заполнение жидкой фазой плоских капилляров, образуемых соединяемыми поверхностями. Этот процесс легко протекает при сварке композиций второго класса, так как в этих композициях устойчивыми являются жидкие прослойки практически любого размера [11]. В композициях первого класса существует критический размер (d_k) полости, которая может быть заполнена жидкой фазой. Размер этой полости определяется действием поверхностных натяжений на границах твердое тело – твердое тело γ_{11}, твердое тело – жидкость γ_{13} и жидкость – газ γ_{34} [11]

$$d_k = \frac{K}{S_v}\left(\frac{u}{1-u}\right)^{\frac{1}{3}} \frac{\gamma_{34}\cos\Theta}{(\gamma_{11} - 2\gamma_{13})},$$

где К – коэффициент, учитывающий геометрическую форму карбидных частиц;

S_v – удельная поверхность карбидных частиц;

u – объемная доля жидкой фазы в твердом сплаве при температуре сварки.

Все полости, размер которых превышает d_k , не заполняются жидкой фазой.

Исследованиями термодинамики миграции металлических расплавов в трехфазных спеченных композиционных материалах мы в работе [12] установили, что в зависимости от соотношения поверхностных натяжений на контактных и межфазных границах возможно образование шести типов структур (см. табл.).

Классификация композиционных материалов по способности поглощать жидкую фазу

Тип структуры	Условия проникновения жидкости	Конечная структура композиции
I	$\gamma_{11} > 2\gamma_{13}$ $\gamma_{22} > 2\gamma_{23}$ $\gamma_{12} > \gamma_{13} + \gamma_{23}$	Все частицы разделены жидкостью
II	$\gamma_{11} > 2\gamma_{13}$ $\gamma_{22} \le 2\gamma_{23}$ $\gamma_{12} > \gamma_{13} + \gamma_{23}$	В структуре сохраняются сростки и агрегаты частиц 22
III	$\gamma_{11} > 2\gamma_{13}$ $\gamma_{22} \le 2\gamma_{23}$ $\gamma_{12} \le \gamma_{13} + \gamma_{23}$	В структуре сохраняются сростки частиц 22 и 12
IV	$\gamma_{11} > 2\gamma_{13}$ $\gamma_{22} > 2\gamma_{23}$ $\gamma_{12} \le \gamma_{13} + \gamma_{23}$	В структуре сохраняются сростки частиц 12
V	$\gamma_{11} \le 2\gamma_{13}$ $\gamma_{22} \le 2\gamma_{23}$ $\gamma_{12} > \gamma_{13} + \gamma_{23}$	В структуре сохраняются сростки частиц 11 и 22
VI	$\gamma_{11} \le 2\gamma_{13}$ $\gamma_{22} \le 2\gamma_{23}$ $\gamma_{12} \le \gamma_{13} + \gamma_{23}$	Жидкость в композицию не проникает

Исследованиями установлено, что к композициям, образующим I тип структур, относятся материалы, созданные различным сочетанием карбидов переходных металлов TiC, ZrC, HfC, VC, NbC, TaC, Cr_3C_2, Mo_2C, WC и одним из металлов группы железа (Fe, Co, Ni), применяемым в качестве связки.

К композициям, образующим II тип структур, относятся преимущественно материалы, сочетающие карбиды и нитриды переходных металлов и неметаллов. В этих материалах металлические расплавы проникают по контактным границам карбидных частиц 11, межфазным границам карбид – нитрид 12 и не проникают по контактным границам нитридных частиц 22. Одним из примеров такой структуры является структура, полученная при взаимодействии в вакууме композиции WC–Si_3N_4–Co с расплавом кобальта при 1610 К. Расплав кобальта не проникал по границам Si_3N_4–Si_3N_4, в результате чего в структуре присутствовали агрегаты этих частиц.

Композиции на основе нитридов тугоплавких металлов, как правило, не взаимодействуют с химически равновесными металлическими расплавами, сохраняя исходную структуру (VI тип). Исследованиями установлено, что к таким композициям относятся материалы на основе нитридов металлов AlN–TiN–NiTi; TiN–Si_3N_4–NiTi, а также карбонитридов Ti(CN)–Zr(CN)–Ni.

В работе [12] впервые было предсказано формирование градиентных структур на мезоуровне в виде создания агрегатов частиц тугоплавкой фазы. Такая структура была реализована в спеченном твердом сплаве (Ti,W)C–WC–Co после его взаимодействия с расплавом никеля [13].

Проведенный анализ показал, что исследования формирования градиентных структур с позиций теории поверхностных явлений являются плодотворными как для понимания сущности протекающих процессов, прогнозирования новых структур, так и создания новых технологий.

Литература

1. Roebuck B. and Almond E. A. Deformation and Fracture Processes and the Physical Metallurgy of WC-Co Hard Metals. // Int. Materials Reviews. – 1988. – 33, N 2. – P. 90–110.
2. Jayaram V. Sinclar R. Defection of Thin Intergranular Cobalt Layers in WC–Co Composites by Lattice Imaging // J. Amer. Ceram. Soc. – 1983. – 66, N 8. – P. 131–139.
3. Henjered A., Hellsing M., Andres H. O., Norden H. The presence of cobalt at WC/WC interfaces. // Sci. Hard Mater. Proc. Int. Conf., Rhodes, 23–28 Sept. 1984. – Bristol: Boston, 1986. – P. 303–309.
4. Семченко В. К. Поверхностные явления в металлах и сплавах. – М.: Гостехиздат, 1957. – 491 с.
5. Найдич Ю. В. О корректности и экспериментальной проверке уравнения Юнга для краевого угла смачивания твердых тел жидкостями // В кн.: физическая химия поверхностных явлений при высоких температурах. К.: Наук. Думка, 1971. – С. 26–32.
6. Smith C. S. Grains, phases and interfaces: An interpretation of microstructure // Trans. Amer. Inst. Mining and Met. Eng. – 1948. – 175. – P. 15–51.
7. Lisovsky A. F. Formation of Nonequilibrum Dihedral Angeles in Composite Materials // Int. J. Powder Metallurgy, 1990. – 26, N 1. – P. 45–49.
8. Лисовский А. Ф. Миграция расплавов металлов в спеченных композиционных телах. – К.: Наук. Думка, 1984. – с. 256.
9. Лисовский А. Ф., Ткаченко Н. В. Создание градиентных структур в спеченных твердых сплавах // Сверхтв. материалы, 1995. – № 1. – С. 27–34.
10. Lisovsky A. F., Tkachenko N. V. Composition and Structure of Cemented Carbides Produced by MMI-process // Powder Met. Intern., 1991. – 23, N 3. – P. 157–161.
11. Лисовский А. Ф. Устойчивость жидких металлических прослоек в процессе спекания композиций // Порошковая металлургия, 1991. – № 1. – С. 11–17.
12. Лисовский А. Ф., Грачева Т. Э. Термодинамика миграции металлических расплавов в трехфазных спеченных композиционных материалах // ИФЖ. – 1990. – 59, № 2. – С. 243–247.
13. Lisovsky A. F., Gracheva T. E. Some peculiarities of structure formation of (Ti,W)C-WC-Co sintered carbides when interacting with metal melts // Int. J. of Refractory Metals and Hard Materials, 1992. – 11, N 2. – P .83–87.

Поступила 04.07.07.

УДК 621.923.6

А. А. Шепелев, докт. техн. наук; **В. Г. Сороченко,** канд. техн. наук;
А. Е. Дуброва, А. А. Шепелев мл., инженеры

Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев, Украина

ШЛИФОВАЛЬНЫЕ КРУГИ С ФУНКЦИОНАЛЬНО-ОРИЕНТИРОВАННЫМ РАБОЧИМ СЛОЕМ ИЗ СТМ

High-efficiency abrasive wheels with the is functional-focused working layer from SHM are considered in article. Laws of processes of grinding of hard alloys, hard alloys in common with steel on metal and organic bonds are presented. And also processes of cutting of composite and other building materials by disk tools from SHM on a metal bond.

В современном инструментальном производстве применение сверхтвердых абразивных материалов (СТМ) – синтетического алмаза и кубического нитрида бора (КНБ) – рассматривается как приоритетное направление увеличения производительности и повышения надежности режущих инструментов. С наибольшей эффективностью инструменты из СТМ применяются в технологических процессах алмазно-абразивной обработки, для которых важна их гарантированная стойкость, высокие режущие свойства и производительность. Однако необходимая в современных условиях эффективность обработки вольфрамовых сплавов, инструментальных сталей и керамики практически обеспечивается при производительности шлифования не более 1000–3000 мм^3/мин, в то время как станочные системы и промышленные технологии механообработки могут обеспечить производительность 3000–5000 мм^3/мин, а в недалеком будущем – 10000 мм^3/мин. Для интенсификации процессов шлифования необходимо создание нового поколения шлифовальных кругов из СТМ и прогрессивных технологических систем.

Эффективность шлифовальных кругов из СТМ обеспечивается оптимальным выбором функционально-ориентированного рабочего слоя, определяющего использование соответствующей связки и ее физико-механических свойств, оптимальной конструкции и характеристики кругов и соответствующих им режимов шлифования, применением эффективной смазки-охлаждения и целого ряда других факторов, обусловливающих обрабатываемость инструментальных материалов.

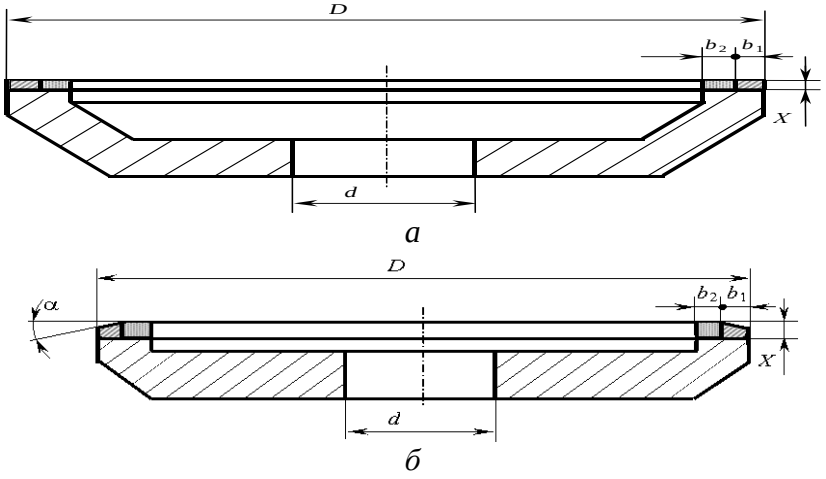


Рис. 1. Круги шлифовальные форм 12А2 (а) и 12М2 (б) с двухслойным рабочим слоем.

Нами исследованы [1] процессы шлифования твердых сплавов и твердых сплавов совместно со сталью 45 кругами формы 12А2-45º на металлических (М2-01, М1-04, М3–16, М1–05, М2–09, М1–01, М1–02, М5–22) и органических (В2-01, В1-11П, В2-07, В2–08, В1–13) связках. Изучено влияние вида покрытия (М, С, А1, А2) и характеристики (марка и зернистость) порошков алмаза и конструкции рабочего слоя кругов: с одно-, двух-,

трехслойным и стым (SS) рабочими слоями (рис. 1-3). Исследования проводили по схеме многопроходного и глубинного шлифования.

Установлено, что износостойкость кругов с двух- и трехслойным рабочими слоями равнозначна однослойным кругам – достигаются практически те же величины производительности и эффективной мощности шлифования. При этом наличие режущей поверхности с меньшей зернистостью алмаза при определенном значении общей ширины рабочего слоя не снижает работоспособность шлифовального круга в целом как режущего инструмента. В то же время такая конструкция режущей поверхности шлифовального круга обеспечивает уменьшение шероховатости обработанной поверхности.

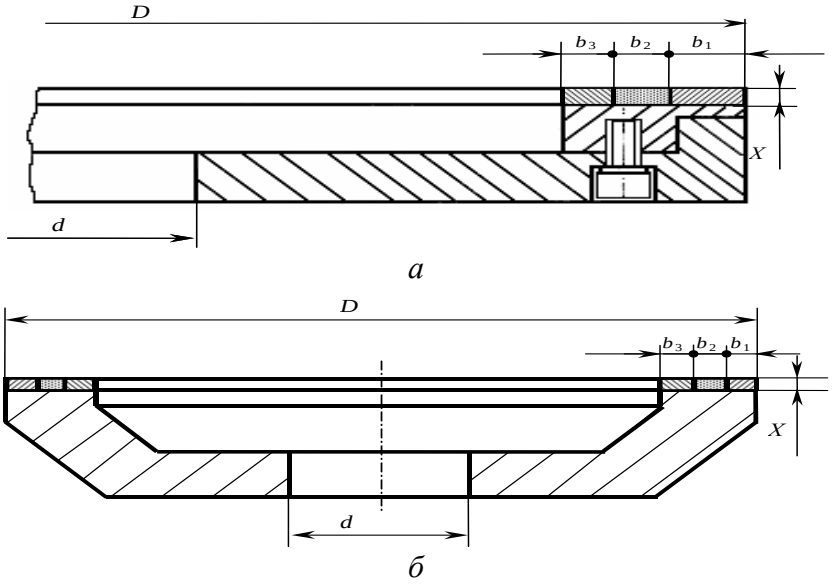


Рис. 2. Круги шлифовальные форм 9А3 (а) и 12А2 (б) с трехслойным рабочим слоем.

Так, для трехслойных кругов при поперечных подачах, равных 0,05–0,10 мм/дв. ход, *Ra* составляет 0,11–0,20 мкм, для однослойных – 0,20–0,26 мкм. Аналогичная зависимость наблюдается для кругов с двухслойным рабочим слоем.

Из количества исследованных металлических связок наибольшей работоспособностью отличаются шлифовальные круги на связке марки М1-04, что подтверждается данными [1]. Однако, если при обработке твердых сплавов при поперечной подаче не более 0,05 мм/дв. ход работоспособность кругов на всех исследуемых металлических связках примерно одинакова, то при обработке твердых сплавов совместно со сталью преимущество кругов на связке марки М1-04 весьма существенно, особенно при шлифовании с поперечными подачами более 0,05 мм/дв. ход. Если при $S_{поп}$ = 0,05 мм/дв. ход износостойкость кругов на связке марки М1–04 в 2,7 раза выше по сравнению с кругами на связках марок М1–01 и М2–02, то при $S_{поп}$ = 0,1 мм/дв. ход эта разница достигает 20 раз. Износостойкость кругов на связке марки М1–04 с увеличением поперечной подачи в 4 раза (с 0,05 до 0,2 мм/дв. ход) соответственно снижается в 3–4 раза (с 0,80 до 3,01 мг/г).

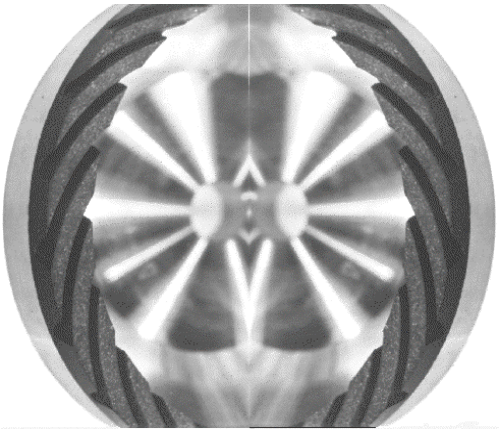


Рис. 3. Круг шлифовальный формы 12А2-45° SS с прерывистым рабочим слоем.

Изучена работоспособность кругов на металлических связках с различным покрытием алмаза. Сравнивали эффективность металлических (М, А1) связок и стеклопокрытий (С) алмазных порошков. Установлено, что износостойкость кругов на металлических связках с металлизированным (М) порошком алмаза, как правило, выше по сравнению с кругами, содержащими алмаз со стеклопокрытием (С). Этот вывод подтверждается исследованиями [2]. Для кругов на связке М1-04 с шириной алмазсодержащего слоя 20 мм износостойкость кругов, содержащих металлизиро-

ванный и покрытый стеклом алмаз, одинакова, и эта зависимость сохраняется при увеличении поперечной подачи до 0,2 мм/дв. ход. По сравнению с кругами с неметаллизированным алмазом износостойкость кругов с металлизированным алмазом на 20–40 % выше. Круги, содержащие алмаз со стеклопокрытием, обладают более высокой режущей способностью и производительностью по сравнению с кругами с неметаллизированным алмазом и характеризуются меньшей мощностью шлифования, а, следовательно, и менее напряженным температурно-силовым влиянием на процесс абразивной обработки [3].

Для резки широко используемых в промышленности композиционных, строительных, конструкционных и др. материалов применяют дисковый инструмент на базе синтетического алмаза и кубического нитрида бора. Основным требованием к процессу разрезания является обеспечение минимальной ширины реза при максимально возможной производительности обработки.

Для выполнения этого требования выдвинута гипотеза о том, что максимальную производительность резания можно обеспечить применением в дисковых кругах инструментальных однорядных многослойных композитов из СТМ зернистостью, равной толщине инструмента, определяющей ширину реза. Формирование таких каркасных композитов при изготовлении дискового инструмента с соотношением $b/z = 1–2$ реально может быть реализовано в условиях автоматизированного процесса локального спекания инструментального композита.

Анализ информационных данных по отрезным кругам из сверхтвердых материалов позволил выявить две наиболее существенные тенденции в их развитии:

1. Переход к комбинированным формам кругов типа «Турбо-Лазер» и специальным, совмещающим резание не только по периферии, но и по торцам круга, которые позволяют сделать процесс резки окончательным.

2. Использование потенциальных свойств корпусов в повышении прочности и жесткости кругов, а также снижении теплонапряженности процесса резки (формирование в корпусах кругов металлургических ребер жесткости, а также применение кругов с гофрированным корпусом).

Исследованы особенности формирования структуры композитов из СТМ, полученные в условиях локального термического спекания. Исследования проводили на тонкостенном дисковом инструменте в виде алмазных отрезных кругов формы 1А1R 125х0,7х7х20. Корпус кругов изготавливали из стали марки 13Х и предварительно меднили (толщина слоя меди ≈ 40 мкм). За основу был принят композит с алмазом на основе меди (*Sn* – 15 % (по массе), *Co* – 13 % (по массе), *Cu* – остальное). Для спекания кругов по режиму горячего прессования инструментов была разработана специальная технологическая установка, которая позволяла регулировать усилие спекания по заданному временно-температурному закону, оптимизировать и стабилизировать процесс изготовления кругов, а также увеличить повторяемость технических характеристик кругов.

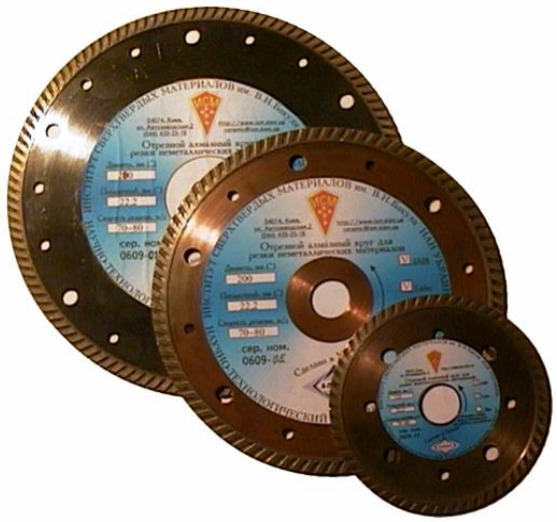
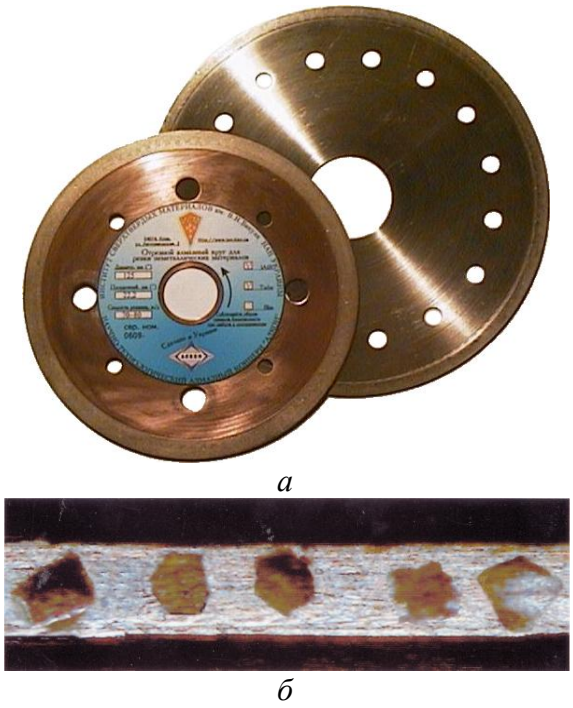


Рис. 4. Отрезные алмазные круги формы 1А1 RSS «Турбо».

Показано, что алмазные круги 1А1R «Корона» и 1А1RSS «Турбо» (рис. 4 и 5), изготовленные по описанной выше технологии программированного прессования и спекания, по сравнению со стандартными отрезными кругами имеют повышенный срок службы, позволяют увеличить производительность обработки в 2,5–3,0 раза,

снизить энергозатраты на обработку в 1,7–2,0 раза и обеспечить экономию материалов, которые подвергались обработке, на 35–50 %.

Проведены производственные испытания дискового инструмента при резании гранитов средней твердости марки «Покостовский карьер» и высокой твердости марки «Янцевский карьер». При режимах резания $v_к$ = 45 м/с; t = 5–8 мм; $S_{прод}$ = 0,25–0,35 м/мин определяли общую длину резов за испытание и соответствующую величину износа алмазных кругов. Результаты испытаний показали, что разработанные ИСМ им. В. Н. Бакуля НАНУ отрезные круги формы 1A1RSS «Турбо» по работоспособности отвечают кругам фирм «BOSCH» и «DISTAR». Испытания подтвердили, что разработанные дисковые инструменты из СТМ на основе композита марки МХ конкурируют с кругами таких фирм, как «BOSCH» (Германия), «MAKITA» (Япония), «TOYA» (Великая Британия, Германия, Польша) и «DISTAR» (Украина).



а

б

Рис. 5. Общий вид (а) и структура рабочего слоя (б) отрезных алмазных кругов формы 1A1R «Корона».

Таким образом, выполненные экспериментально-аналитические исследования на основе системного научного подхода и оптимизации системы «процесс шлифования – шлифовальные круги – режимы шлифования» позволяют решать научно-техническую проблему механообработки, включающую интенсификацию процессов шлифования инструментальных и других материалов, разработку высокопроизводительных технологий и конкурентоспособных инструментов из СТМ со специальным функционально-ориентированным рабочим слоем, что для инструментального производства является ключевой задачей и имеет приоритетное значение в машиностроении и других направлениях производства.

Литература

1. Шепелев А. А. Исследование работоспособности алмазных шлифовальных кругов с функциональными конструкторско–технологическим рабочим слоем // Сучасні процеси механічної обробки інструментами з НТМ та якість поверхні деталей машин: Зб. наук. праць (сер. Г) НАН України. – К.: ІНМ НАН України, 2001. – С. 161–175.
2. Шепелєв А. О., Лавриненко В. І., Гонтар О. Г. та ін. Встановлення закономірностей формування двокаркасних метало-полімерних композитів з КНБ за умов їх програмованого спікання та пресування // Резание и инструмент в технологических системах. – 2001. – Вып. 60. – С. 258–261.
3. А. с. 545457 СССР, МКИ2 B 24 D 3/34, B 24 D 3/06. Связка абразивного инструмента / В. Н. Галицкий, В. А. Муровский, С. И. Лищинский, И. П. Захаренко, А. А. Шепелев. – Заявл. 13.12.74, Опубл. 05.02.77, Бюл. № 5.

Поступила 12.06.07.

УДК 621.763:546.26:621.9.048.4

Е. А. Левашов, **В. С. Панов**, доктора техн. наук;
А. Е. Кудряшов, **Ю. С. Погожев**, кандидаты техн. наук

Московский государственный институт стали и сплавов (технологический университет), г. Москва, Россия

СВС–ТВЕРДОСПЛАВНЫЕ МАТЕРИАЛЫ ИНСТРУМЕНТАЛЬНОГО НАЗНАЧЕНИЯ

Hard alloys based on titanium-chromium carbide ($TiC–Cr_3C_2–Ni$) were produced by high-temperature self-propagating synthesis method and sintered hard alloy BA8 ($WC–Ni_3Al$) was produced by powder metallurgy technique.

Application availability of hard alloy BA8 as a material for production cutting tools and SHS-materials as electrodes for strengthening of cutting tools, die blocks and forming rolls using Electro Spark Alloying (Deposition) technology was demonstrated.

Обеспечение стабильных эксплуатационных характеристик различных инструментов является важнейшей научно-технической задачей и может быть достигнуто как путем создания новых материалов, так и путем нанесения на инструмент защитных (износо-, жаростойких и т.д.) покрытий.

В настоящее время для нанесения защитных покрытий на режущий инструмент широко применяют вакуумные методы (термическое испарение, ионное распыление, ионное осаждение, электронно-лучевое плазменное напыление и т.д.). Для повышения стойкости штампового инструмента используют химико-термическую обработку (цементация, азотирование, нитроцементация (цианирование).

Однако покрытия, нанесенные вакуумными технологиями, характеризуются низкой адгезией и невысокой толщиной, а химико-термическая обработка наносит вред окружающей среде.

В то же время одними из преимуществ технологии электроискрового легирования (ЭИЛ) являются высокая адгезия наносимых покрытий к подложке и ее экологичность. К достоинствам технологии также относятся возможность локальной обработки поверхности, относительная простота, не требующая применения труда высококвалифицированного персонала, отсутствие предварительной подготовки обрабатываемой поверхности, высокая надежность оборудования.

Традиционно в качестве электродных материалов (ЭМ) используют металлы и их сплавы, графит, а также твердые сплавы, в основном на основе карбидов вольфрама, получаемые по технологии порошковой металлургии [1].

Однако такие твердые сплавы не всегда удовлетворяют требованиям, предъявляемым к электродным материалам, в связи с их высокой эрозионной стойкостью, низкой жаростойкостью карбида вольфрама (WC) и высокой стоимостью компонентов (W и Co).

В связи с этим возникла идея использования более прогрессивных твердосплавных электродных материалов на безвольфрамовой основе, которая должна решаться на принципиально новой технологической основе, чем производство твердых сплавов по традиционной технологии порошковой металлургии.

Принципиально новый подход в технологическом процессе получения электродов для ЭИЛ открывается с применением технологии самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС).

Целью данной работы является демонстрация возможности получения новых составов твердосплавных материалов технологиями классической порошковой металлургии (спека-

ния) и СВС, применение новых материалов в качестве электродов для технологии ЭИЛ и апробирование разработанных материалов в промышленности.

Методика

Все твердосплавные материалы на основе карбидов вольфрама и титана были получены по технологиям СВС-компактирования и спекания. Составы твердых сплавов приведены в табл. 1.

Таблица 1. **Составы твердых сплавов и технологии их получения**

Марка сплава	Система	Технология изготовления	Примечание
СТИМ-3Б*	TiC−Cr_3C_2−Ni (базовый состав); TiC−Cr_3C_2−Ni + нанокомпонент	СВС-компактирование	ТУ1984-012-301236–01
СТИМ-3Б**	TiC−Cr_3C_2−Ni + УДА	СВС-компактирование	ТУ1984-1-11301236−93
СТИМ-3В**	TiC−Cr_3C_2−Fe (базовый состав) TiC−Cr_3C_2−Fe + УДА	СВС-компактирование	ТУ1984-1-11301236−93
ВК8	WC−Co	Спекание	ТУ 6.09-03-360−74
ВА8	WC−Ni_3Al	Спекание	ТУ 14.1-3282−85

* Материал, содержащий нанодисперсный компонент (ZrO_2, Al_2O_3, NbC, W, WC, WC−Co).

** Материал, содержащий ультрадисперсный алмаз (УДА)

В качестве модельного для исследований был выбран хорошо изученный в части механизмов горения, структуро- и фазообразования синтетический твердый инструментальный материал (СТИМ) в системе TiC–Cr_3C_2–Ni (сплав СТИМ-3Б) [2].

В качестве модифицирующих добавок использовали различные нанодисперсные порошки, полученные золь−гель и плазмохимическим методами. Основным критерием выбора материала наноразмерной добавки была ее высокая температура плавления. Добавки нанодисперсных порошков вводили в исходную СВС-шихту из расчета 7 об. % ZrO_2, Al_2O_3, NbC и 3,5 об. % W, WC, WC−Co.

Для удаления влаги исходные порошки перед их смешением подвергали сушке при температуре 90 °С в сушильных шкафах в течение 8−10 ч. Затем проводили рассев порошков с выделением необходимой фракции.

Приготовление СВС-шихты, содержащей нанокомпонент, осуществляли с использованием шаровой вращающейся и планетарной мельниц, а также с использованием ультразвуковой обработки.

Предварительное прессование исходного шихтового брикета проводили в цилиндрической пресс-форме диаметром 78 мм. Давление прессования подбиралось так, чтобы относительная плотность брикета составляла 55−60 %. Для получения компактных продуктов синтез проводили в реакционной пресс-форме на гидравлическом прессе марки ДА-1932Б с максимальным усилием прессования 160 т. При этом в качестве среды передающей давление использовался просушенный песок. Силовое воздействие в 35 т прикладывалось на горячие продукты синтеза сразу после завершения процесса безгазового горения. Время задержки прессования после окончания горения для всех материалов варьировалось от 0,5 до 1 с; время выдержки горячих продуктов синтеза под давлением составляло 6 с. После этого пресс-форма разгружалась, и продукты синтеза охлаждались в песке на воздухе.

Полученную заготовку шлифовали и разрезали на образцы для исследования физико-механических свойств и электроды для электроискрового легирования.

Скорость горения ($U_г$) смесей контролировалась с помощью фотодиодов, установленных непосредственно в песчаной реакционной пресс-форме с противоположной стороны от инициирующей горение вольфрамовой спирали. Адиабатическая температура горения шихтовых брикетов ($T_г$) рассчитывалась с использованием специальной программы «THERMO», разработанной в Институте структурной макрокинетики и проблем материаловедения РАН [3]. Экспериментальные значения температуры горения определялись по микротермопарной методике [4]. Термопары подводились к шихтовой заготовке, размещенной непосредственно в песчаной реакционной прессформе. Сплавы ВК8 (WC−Co) и ВА8 (WC−Ni_3Al) получали по методике, описанной в работе [5].

Для нанесения покрытий применяли установки для электроискрового легирования марок «Элитрон-22А», «Элитрон-27», «Элитрон-52Б», а также «Корона-1101» («Импульс-1101»).

Электроискровое легирование проводили на воздухе с частотой вибрации электрода 50 Гц, при варьировании энергетических режимов обработки (энергии импульсных разрядов).

Определение структуры, состава и физико-механических свойств материалов и полученных электроискровых покрытий проводились по методикам, приведенных в работах [5–7].

Испытания режущих свойств пластин из быстрорежущей стали Р6М5Ф3, упрочненных технологией электроискрового легирования, проводились при точении стали 12Х2Н4А. Испытания проводили на универсальном станке 1К625 с вариатором для бесступенчатого регулирования количества оборотов шпинделя. Испытаниям подвергали неперетачиваемые 4-гранные пластины, которые после закрепления в державку имели следующие геометрические параметры: γ= 10°; $\alpha=\alpha_1$=10°; $\varphi=\varphi_1$=45°; r =0,8 мм. Точение проводили на режимах V=30 м/мин; S=0,2 мм/об; t=0,5 мм. В качестве критерия затупления инструмента был принят износ по задней поверхности – hз=0,25 мм.

Результаты и их обсуждение

Адиабатические температуры $T_{ад}$ и скорости горения $U_г$ исходных шихтовых брикетов представлены в табл. 2.

Таблица 2. **Параметры СВС-процесса**

Система	$U_г$, см/с	$T_{ад}$, К
TiC−Cr_3C_2−Ni	2,5	2796
TiC−Cr_3C_2−Ni + ZrO_2 золь – гель	0,8	2468
TiC−Cr_3C_2−Ni + Al_2O_3 золь – гель	0,7	2331
TiC−Cr_3C_2−Ni + W плазмохимический	2,0	2718
TiC−Cr_3C_2−Ni + WC плазмохимический	1,8	2693
TiC−Cr_3C_2−Ni + WC−Co плазмохимический		
TiC−Cr_3C_2−Ni + NbC плазмохимический	1,8	2674
	1,0	2629

Видно, что скорость горения при разбавлении различными нанодисперсными порошками уменьшается в 1,5–3,5 раза. Также введение нанодисперсных порошков в исходную шихту способствует снижению температуры горения по сравнению с базовым материалом. Это позволяет сделать вывод об относительной инертности добавок нанодисперсных порошков тугоплавких соединений и термодинамический характере их влияния на процесс горения, выступая в роли теплового балласта. В тоже время нельзя исключать и кинетический характер влияния, который состоит в том, что нанопорошки, равномерно распределяясь между частицами реагентов, частично блокируют реакционную поверхность. Причем это влияние тем

сильнее, чем больше удельная поверхность вводимой добавки. Это можно проследить на примере ZrO_2, Al_2O_3 и W. Порошок вольфрама обладая теплопроводностью 118 Вт/(м×К) при 1000 К [8] и удельной поверхностью 0,9 $м^2$/г при 5 %-м объемном содержании, слабо влияет на процесс горения: скорость горения составляет 2,0 см/с, а порошок оксида алюминия, имея развитую удельную поверхность 180 $м^2$/г и низкую теплопроводностью 7 Вт/(м×К) при 1500 К [8], снижает скорость горения до 0,7 см/с. Аналогичным образом влияет и нанокристаллический диоксид циркония, скорость горения данного образца составляет 0,8 см/с.

Результаты рентгеноструктурного фазового анализа (РФА) СВС-материалов на основе СТИМ-3Б показаны в табл. 3.

Таблица 3. **Результаты РФА**

Марка сплава (система)	Фаза	Объемная доля, %	Весовая доля, %	Периоды решеток, Å
СТИМ-3Б ($TiC-Cr_3C_2-Ni$)	(Ti,Cr)C	84	76	a = 4,306
	Cr_3C_2	11	18	a = 5,522; b = 2,839; c = 11,49
	Ni	5	6	a = 3,558
СТИМ-3БОКн ($TiC-Cr_3C_2-Ni+ ZrO_2$)	(Ti,Cr)C	86	81	a = 4,332
	Cr_3C_2	8	10	a = 5,530; b = 2,843; c = 11,49
	Ni	5	8	a = 3,546
	Ti,Zr(C,O)	1	1	a = 4,580
СТИМ-3БОАн ($TiC-Cr_3C_2-Ni+Al_2O_3$)	(Ti,Cr)C	91	86	a = 4,293
	Cr_3C_2	4	5	a = 5,524; b = 2,843; c = 11,49
	Ni	5	9	a = 3,549
СТИМ-3ББВн ($TiC-Cr_3C_2-Ni+ W$)	(Ti,Cr)C	93	89	a = 4,309
	Cr_7C_3	3	4	a = 4,489; b = 7,160; c = 12,08
	Ni	4	7	a = 3,543
СТИМ-3БКВн ($TiC-Cr_3C_2-Ni+WC$)	(Ti,Cr)C	90	86	a = 4,303
	Cr_3C_2	5	6	a = 5,533; b = 2,842; c = 11,50
	Ni	5	8	a = 3,542
СТИМ-3ББВК8н ($TiC-Cr_3C_2-Ni+(WC-Co)$)	(Ti,Cr)C	92	89	a = 4,301
	Cr_3C_2	4	5	a = 5,529; b = 2,842; c = 11,46
	Ni	4	6	a = 3,546
СТИМ-3БКНн ($TiC-Cr_3C_2-Ni+NbC$)	(Ti,Cr)C	88	83	a = 4,327
	Cr_3C_2	7	9	a = 5,540; b=2,845; c=11,49
	Ni	5	8	a = 3,556

Фазовый состав базового сплава без добавок включает в себя сложный титано-хромовый карбид (Ti, Cr)C, который образуется за счет растворения карбида хрома в решет-

ке TiC в процессе горения, карбид хрома Cr_3C_2 и фазу никеля со смещенными линиями за счет растворения в нем хрома и титана. Отдельных линий нанодисперсных добавок РФА не зафиксировал. Оксид циркония образует с карбидом титана соединение типа (Ti, Zr)C,O, которое выпадает в виде отдельной фазы с ГЦК решеткой типа NaCl с периодом 4,58 Å.

На рис. 1 представлены фотографии микроструктуры полученных СВС-материалов на основе сплава СТИМ-3Б с добавками нанодисперсных порошков. Микроструктура базового сплава (рис. 1, *а*) включает в себя ограненные зерна титано-хромового карбида, карбида хрома (Cr_3C_2) и прослойку связующей фазы никеля. Средний размер зерен основной фазы составляет 3,5 мкм.

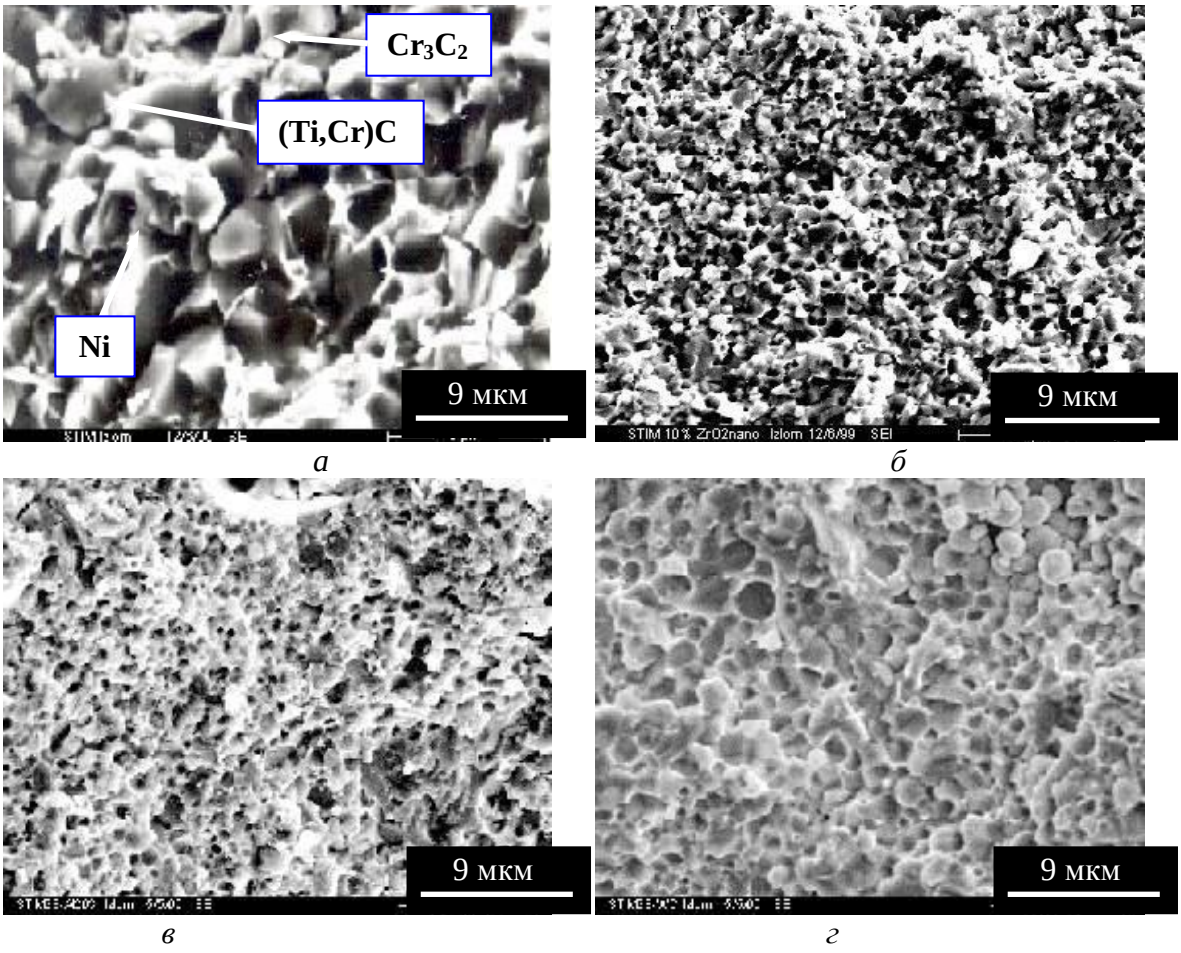


Рис. 1. Фотографии микроструктуры СВС-материалов (выборочно). Увеличение ×3000: а – СТИМ-3Б; б – СТИМ-3БОКн; в – СТИМ-3БОАн; г – СТИМ-3БКВн.

Видно, что введение нанодисперсных компонентов в состав смеси приводит к уменьшению среднего размера зерна сложного титано-хромового карбида (рис. 1, табл. 4). К причинам данного влияния на структуру сплава можно отнести следующее. Во-первых, добавки нанодисперсных порошков являются относительно инертными компонентами смеси и, следовательно, они снижают скорость и температуру горения. При этом уменьшается скорость роста карбидных зерен в волне горения.

Вторая возможная причина − это увеличение количества центров кристаллизации на ранней стадии структурообразования, что способствует процессу гетерогенного зародышеобразования. Наибольший эффект модифицирования структуры сплава выявлен при введении нанопорошков ZrO_2 и Al_2O_3.

В табл. 4 представлены физико-механические характеристики исследуемых СВС-материалов в системе TiC–Cr_3C_2–Ni, а также приведены значения плотности и среднего размера зерна основной карбидной фазы. Видно, что добавки нанодисперсных порошков оказывают неоднозначное влияние на свойства СВС-сплава (прочность при изгибе, трещиностойкость, твердость).

Таблица 4. **Физико-механические свойства сплавов на основе СТИМ-3Б**

Марка сплава	Физико-механические свойства					
	Средний размер зерен, мкм	ρ, г/см^3	$П_{ост}$,	$\sigma_{изг}$, МПа*	K_{IC}, МПа×м$^{1/2}$	Твердость *HV*, ГПа
СТИМ-3Б	3,5	5,3	1,3	800	14,0	16,8
СТИМ-3БОКн	0,5	5,4	0,2	1200	20,0	20,5
СТИМ-3БОАн	1,0	4,7	10,3	700	9,3	20,0
СТИМ-3ББВн	2,3	5,5	0,2	1080	16,4	19,5
СТИМ-3БКВн	2,0	5,4	1,8	770	14,8	18,1
СТИМ-3БВК8н	1,7	5,3	3,5	800	17,4	21,7
СТИМ-3БКНн	1,5	5,3	3,6	775	16,7	19,6

* Определено на шлифованных образцах.

Так, введение нанодисперсных порошков вольфрама W и диоксида циркония ZrO_2 повышает прочность материала при изгибе с 800 до 1080 и 1200 МПа, в то время как другие добавки не оказывают существенного влияния на данную характеристику сплава. За исключением оксида алюминия, все добавки повышают трещиностойкость исследуемого материала в интервале от 14 до 20 МПа×м$^{1/2}$. Однако наряду с этим добавка Al_2O_3 существенно увеличивает твердость сплава TiC–Cr_3C_2–Ni, что, по-видимому, связано с уменьшением размера зерна основной карбидной фазы.

По комплексу изученных свойств можно считать, что легирование сплава СТИМ-3Б на основе системы TiC–Cr_3C_2–Ni нанодисперсными порошками ZrO_2 и W наиболее предпочтительно для достижения одновременно высоких значений твердости, прочности и трещиностойкости.

В табл. 5 приведены физико-механические свойства сплавов на основе карбида вольфрама. Применение интерметаллидной связки (Ni_3Al) вместо кобальта (Co) способствует уменьшению плотности материала, снижению предела прочности при изгибе и при сжатии, а также повышению твердости.

Наибольшей прочностью и трещиностойкостью обладает сплав ВА8, подвергнутый баротермической обработке.

По сравнению с СВС-материалами, материалы на основе карбида вольфрама имеют большую плотность, больший предел прочности при изгибе, но уступают по твердости и трещиностойкости.

Таблица 5. **Физико-механические свойства сплавов на основе карбида вольфрама**

Марка сплава	Плотность ρ, г/см^3	Предел прочности при изгибе ($\sigma_{изг}$), МПА*	Твердость		Предел прочности на сжатие, МПа	Предел прочности при сжатии $\sigma_р$, МПа**	$К_{IC}$, МПа·м^{½}	Работа разрушения, А, Дж
			HRA	HV, ГПа				
ВК6Г***	14,8	1650	89,5	14,0	4900	50,2	6,8	0,38
ВК8	14,50	1700	87,0	11,5	4100	-	6,0	0,42
ВА8***	13,95	1400	88,5	13,1	4000	43,0	5,8	0,40
ВА8В	14,0	1400	88,5	13,0	4000	43,5	7,8	0,51
ВА8К	14,1	1400	88,5	12,9	4200	44,8	8,2	0,65
ВА8Б	14,1	1450	89,0	13,5	4200	50,2	9,5	0,75

* Определено на шлифованных образцах.

** Определено на образцах в форме диска Ø 8–10 мм, толщиной 2,5–3 мм по методике, описанной в [9].

*** Технология получения сплавов ВА8 и ВК6:

Г – горячее прессование;

В – вакуумное спекание,

К – компрессионное спекание,

Б – баротермическое воздействие;

ВА8 – вакуумное спекание.

В табл. 6 приведены результаты металлографического анализа электроискровых покрытий на быстрорежущей стали Р6М5. Полученные покрытия характеризуются сплошностью до 80 % и толщиной до 30 мкм. Микротвердость покрытий составляет 14,7–17,3 ГПа, что в 3,6–4,8 раза превышает микротвердость стали Р6М5.

Таблица 6. **Установка «Элитрон-22А» 2 режим (I раб=1,0-1,2 А). Подложка Р6М5**

Марка сплава	Сплошность, %	Толщина, мкм	Микротвердость, ГПа	
			подложка	покрытие
СТИМ-3Б	60	30	3,7	16,3
СТИМ-3Б5У	80	10	3,9	17,3
СТИМ-3В	60	3	3,22	15,5
СТИМ-3В5У	70	7	3,5	17,0

Покрытия, сформированные на штамповой стали 5ХНМ, характеризуются сплошностью 65–95 %, толщиной 12-40 мкм и микротвердостью 8,0 – 13,4 ГПа. Применение модифицированного нанодисперсным компонентом электродного материала способствует повышению износостойкости (уменьшению скорости износа) ЭИЛ-покрытий (табл. 7).

Рентгеноструктурным фазовым анализом обнаружено, что в покрытии из СВС-электродного материала СТИМ-3Б, присутствует двойной титано-хромовый карбид (Ti, Cr)C, железо (Fe) и интерметаллид Fe–Ni–Cr. Введение ZrO_2 в электродный материал приводит к появлению на рентгенограммах разделенных линий карбида титана TiC и карбида хрома Cr_3C_2.

Также на рентгенограммах присутствуют железо (Fe) и следы оксида циркония ZrO_2.

Таблица 7. **Установка «Элитрон-52Б». Подложка 5ХНМ**

Режим	Е имп., Дж	Марка сплава	Микротвердость, ГПа		Сплошность, %	Толщина, мкм	Скорость износа, мкм/м $\times 10^{-2}$
			подложка	покрытие			
2	0,06	СТИМ-3Б	2,3	8,0	65	12	60*
3	0,13		2,1	8,4	70	20	15
6	0,42		2,4	9,0	75	40	7
2	0,06	СТИМ-3Б10ОКн	2,2	10,8	90	10	25
3	0,13		2,3	11,1	95	20	8
6	0,42		2,3	13,4	85	30	3

* Скорость износа образца без покрытия (сталь Р6М5) составляла 100 мкм/м $\times 10^{-2}$.

Промышленное применение материалов и покрытий

Испытания резцов из сплава ВА8 при точении стали 30Х и чугуна С430 при скоростях резания 500 м/мин (сталь) и 110 м/мин (чугун) показали, что по износостойкости он превосходит в 2,0 – 2,2 раза стандартный сплав ВК8 и не уступает сплаву Т5К10 [5].

Электроискровая обработка позволяет повысить стойкость режущих пластин из быстрорежущей стали Р6М5Ф3 в 2 раза (табл. 8). Следует отметить, что покрытия из СВС- материалов более износостойкие по сравнению с покрытиями, нанесенными твердыми сплавами ВК8 и Т15К6.

Таблица 8. **Результаты испытания режущих пластин (сталь Р6М5Ф3) с ЭИЛ-покрытиями**

Марка сплава (Система)	Время точения, мин
Пластина без обработки	32
Т15К6 (TiC–WC–Co)	24
ВК8 (WC–Co)	42
СТИМ-3В5У (TiC–Cr_3C_2–Fe+УДА)	38
СТИМ-2/30НМ (TiC–Ni–Mo)	61
СТИМ-6/30стб5У (TiC–TaC–Р6М5+УДА)	48
СТИМ-6/30стн5У СТИМ(TiC–TaC–Х18Н9Т+УДА)	46
СТИМ-3Б (TiC–Cr_3C_2–Ni)	63
СТИМ-3Б5У(TiC–Cr_3C_2–Ni+УДА)	44
СТИМ-3Б10Ок (TiC–Cr_3C_2–Ni+ZrO_2)	58

Испытания штампов, упрочненных СВС-электродными материалами, показали увеличение стойкости штампов: ковочных – до 2,5 раз; вырубных – в 1,5 раза; вытяжных – более чем в 12 раз; обрезных – в 1,5 раза; гибочных – в 3–3,5 раза; выдавливания – в 3,75–5 раз; для изотермической штамповки – в 2,4 раза.

Разработанные технологии упрочнения штампов и СВС-электродные материалы были внедрены на ОАО «Уфимское моторопроизводственное объединение» и на ОАО «Подоль-

ский машиностроительный завод им. Орджоникидзе». На Подольском заводе также проводят упрочнение СВС-материалами режущего инструмента (сверла, метчики, развертки).

Электроискровая обработка СВС-электродными материалами прокатных валков для производства медной проволоки позволила повысить стойкость прокатных валков между переточками до 4 раз, а также восстанавливать размеры отработанных прокатных валков после последней переточки. Технология упрочнения прокатных валков внедрена на предприятии «ЭЛКАТ» (г. Москва).

Выводы

1. Разработаны, изготовлены и зарегистрированы в ГОССТАНДАРТ РФ СВС-материалы с модифицированной структурой.
2. Разработан и изготовлен технологией порошковой металлургии твердый сплав на основе карбида вольфрама ВА8, имеющий лучшие режущие свойства по сравнению со сплавом ВК8.
3. Установлено, что применение модифицированных электродных материалов способствует повышению свойств покрытий (сплошность, микротвердость, износостойкость).
4. Проведены промышленные испытания новых материалов и электроискровых покрытий. Разработаны и внедрены в производство технологии ЭИЛ-обработки режущего, штампового и прокатного инструментов с применением СВС-электродных материалов.

Литература

1. Верхотуров А. Д., Подчерняева И. А., Прядко Л. Ф. Егоров Ф. Ф. Электродные материалы для электроискрового легирования. – М.: Наука, 1988. – 224 с.
2. Левашов Е. А., Богатов Ю. В., Питюлин А. Н. и др. Влияние углеродного материала на процесс получения и свойства сплава СТИМ 3Б. // Препринт ИСМ АН СССР. – Черноголовка, 1988. – 20 с.
3. Puszynski J. A. Kinetics and Thermodynamics of SHS Reactions // International Journal of Self-Propagating High-Temperature Synthesis, 2001. – 10, N 3. P. 265–293.
4. Маслов В. М., Боровинская И. П., Мержанов А. Г. Экспериментальное определение максимальных температур процессов самораспространяющегося высокотемпературного синтеза // Физика горения и взрыва. – 1978. – № 6. С. 73–82.
5. Панов В. С., Чувилин А. М. Технология и свойства спеченных твердых сплавов и изделий из них. – М.: МИСиС, 2001. – 428 с.
6. Малочкин О. В. Физико-химические и технологические основы синтеза УДП ZrO_2 и получение из них композиционных материалов и покрытий // Канд. дисс., – М.: МИСиС, 2000. – 180 с.
7. Погожев Ю. С. СВС-материалы и ЭИЛ-покрытия на основе карбида титана, упрочненные наночастицами // Канд. дисс., М.: МИСиС, 2006. – 185 с.
8. Самсонов Г. В., Виницкий И. М. Тугоплавкие соединения. – М.: Металлургия, 1976. – 560 с.
9. Новиков Н. В., Девин Л. Н., Иванов С. А. Силоизмерительное устройство для динамических испытаний материалов // Заводская лаборатория. – 1980. – 46, № 7. – 665–667 с.

Поступила 10.07.07.

УДК 621.923

Ю. Д. Філатов, докт. техн. наук[1]; **В. Г. Крамар,** канд. техн. наук[1];
В. І. Сідорко, докт. техн. наук[1]; **С. В. Ковальов,** інж.[2]

[1]*Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, м. Київ, Україна*
[2]*Національний технічний університет України «КПІ», м. Київ, Україна*

ІНСТРУМЕНТ З АЛМАЗНОГО І АБРАЗИВНОГО ВОЛОКНА ДЛЯ ФІНІШНОЇ ОБРОБКИ НЕМЕТАЛЕВИХ МАТЕРІАЛІВ

Experienced technology of the fabrication diamond-abrasive fiber to production working element of the tool is described. The results of the estimation to capacity of the processing and quality of the processed surfaces product from non-metallic materials are presented.

Вступ

Деталі з неметалевих матеріалів (НМ) характеризуються наявністю на їх полірованих поверхнях подряпин і виколов, що залишились з попередніх операцій обробки, дефектів, нанесених безпосередньо полірувальним інструментом (подряпини, сітка дрібних подряпин тощо), пор та інших дефектів техногенного або природного походження. Це пояснюється недосконалістю технології фінішної обробки деталей з НМ, відсутністю інструментів, здатних забезпечувати необхідну якість обробки протягом тривалого часу та стабільну продуктивність знімання оброблюваного матеріалу, а також неможливістю повного контролю їх якості, особливо в умовах масового виробництва, та складністю її автоматичного забезпечення і регулювання.

За допомогою новітніх алмазно-абразивних інструментів [1] з алмазних мікропорошків, порошків оксиду алюмінію й ультрадисперсних алмазів на основі полімерного зв'язуючого (ПЕТФ після вторинної переробки; кремнійорганічних сполук) забезпечуються висока ефективність і потрібна якість обробки деталей з НМ різних за хімічним складом та призначенням. Для підвищення зносостійкості і міцності робочого шару інструменту як зв'язуючий матеріал використовується ПЕТФ, армований базальтовими волокнами [1, 2] (рис. 1). Проблеми, пов'язані з підвищенням якості обробки деталей з НМ, особливо прецизійних оптичних, ще не вирішені остаточно. Саме тому дослідження закономірностей формування високоякісних поверхонь деталей з НМ і розробка інструменту для їх фінішної обробки є актуальними з наукової і практичної точок зору. Високої якості оброблених поверхонь деталей з НМ можна досягти лише за умови відсутності на поверхні робочого шару інструменту конгломератів абразивних зерен, що зумовлюють наявність подряпин. Для виключення цього негативного явища запропоновано формувати робочий шар інструменту з окремих алмазних чи абразивних волокон, які запобігатимуть контактуванню окремих зерен (рис. 2).

Це принципове технічне рішення ґрунтується на використанні нових інструментальних матеріалів – алмазного і абразивного волокна, з яких можна виготовляти робочий шар інструментів будь-якої конфігурації для фінішної обробки деталей з різноманітних матеріалів самого широкого застосування і призначення.

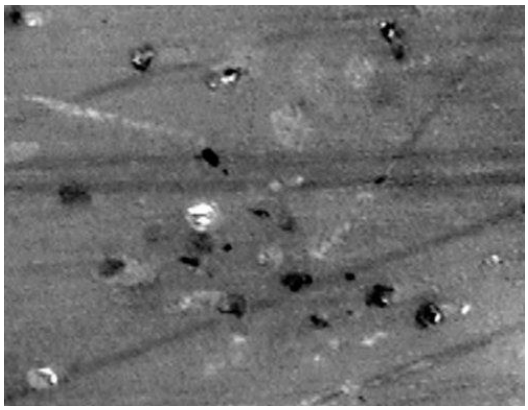


Рис. 1. Робочий шар інструмента, армований базальтовими волокнами.

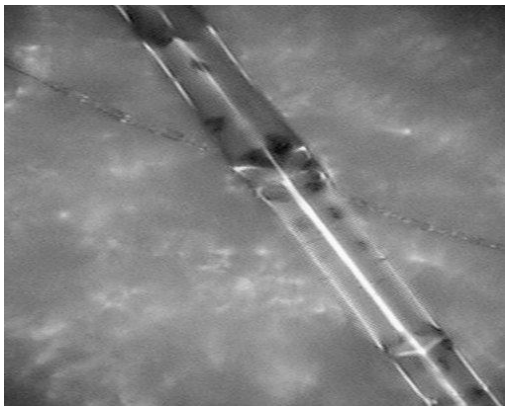


Рис. 2. Алмазне волокно.

Закономірності витягування алмазного і абразивного волокна з розплаву

На основі теоретичного аналізу процесу витягування алмазних і абразивних волокон з розплаву полімерного композита через фільєру установлені закономірності впливу технологічних параметрів – діаметра фільєри, швидкості витягування, висоти рівня роз-плаву, його густини, в'язкості та поверхневого натягу на дебіт розплаву і діаметр волокна. Закономірності течії розплаву через фільєру вивчались на основі рівняння Нав'є–Стокса й нерозривності [3]:

$$\frac{dU}{dt} = F - \frac{1}{\rho}\,\mathrm{grad}P + \nu\Delta U; \qquad (1)$$

$$div\ U = 0\,,$$

де ρ – густина розплаву;

F – масові сили;

Δ – оператор Лапласа;

ν – кінематичний коефіцієнт в'язкості;

U – швидкість;

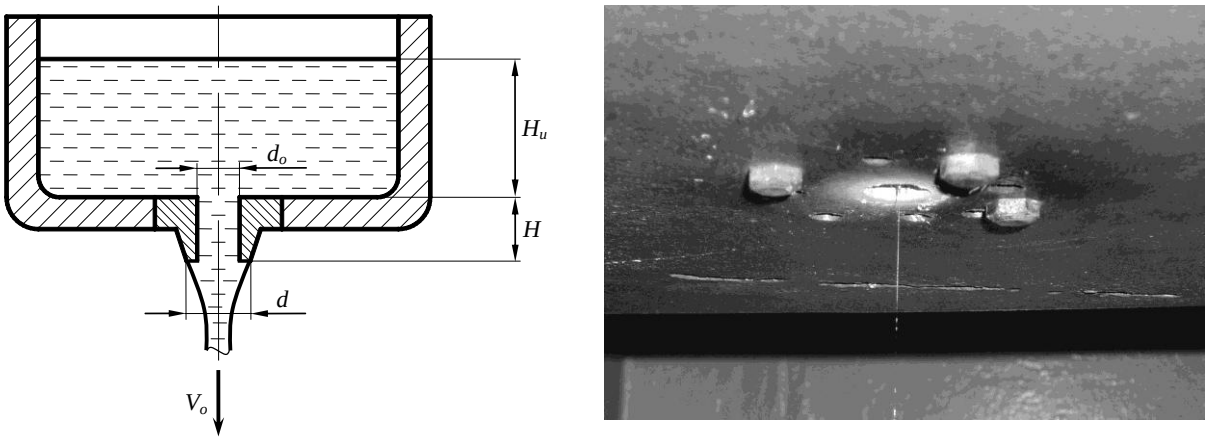
P – тиск;

t – час.

Аналіз швидкості течії розплаву в каналі фільєри здійснювався з урахуванням стаціонарних умов

$$[\frac{dU}{dt} = 0\,;\ \frac{dU}{dz} = 0\,;\ \mathrm{grad}P = \frac{\partial P}{\partial z} \neq f(r)]$$

і величини масових сил, що виникають за рахунок поверхневого натягу, $F_1 = -\dfrac{6\,\sigma\,d_0\,\cos\vartheta}{\rho\,d^3}$ (σ – коефіцієнт поверхневого натягу; ϑ – кут змочування розплавом поверхні фільєри; d і d_0 – діаметр фільєри й діаметр її каналу відповідно).



а *б*

Рис. 3. Схема та вигляд робочої зони установки для витягування алмазного волокна.

Залежність швидкості течії розплаву від координати *r* (вздовж радіуса фільєри) визначається формулою

$$U(r)=\frac{\rho g}{4\eta}\left(\frac{d_o^2}{4}-r^2\right)\left[\frac{H_u}{H}+\frac{6\sigma d_0\cos\vartheta}{\rho g d^3}\right], \qquad (2)$$

де: $\eta = \rho\nu$ – динамічний коефіцієнт в'язкості;

H_u – висота рівня розплаву;

H – довжина каналу фільєри;

g – прискорення вільного падіння.

Об'ємні витрати розплаву визначаються при цьому формулою [3–4]

$$Q=2\pi\int_0^{\frac{d_o}{2}}U(r)\,r\,dr=\frac{\pi\rho g d_o^4}{128\eta}\left[\frac{H_u}{H}+\frac{6\sigma d_o\cos\vartheta}{\rho g d^3}\right], \qquad (3)$$

яка відрізняється від відомої формули Пуазейля–Гагена [3] наявністю другого доданку, що залежить від поверхневого натягу розплаву й змочування розплавом поверхні фільєри.

Діаметр волокна залежить від швидкості V витягування волокна і визначається у відповідності до формули

$$d_f=\frac{\rho g d_o^2}{8\eta V}\left[\frac{H_u}{H}+\frac{6\sigma d_o\cos\vartheta}{\rho g d^3}\right]^{\frac{1}{2}}. \qquad (4)$$

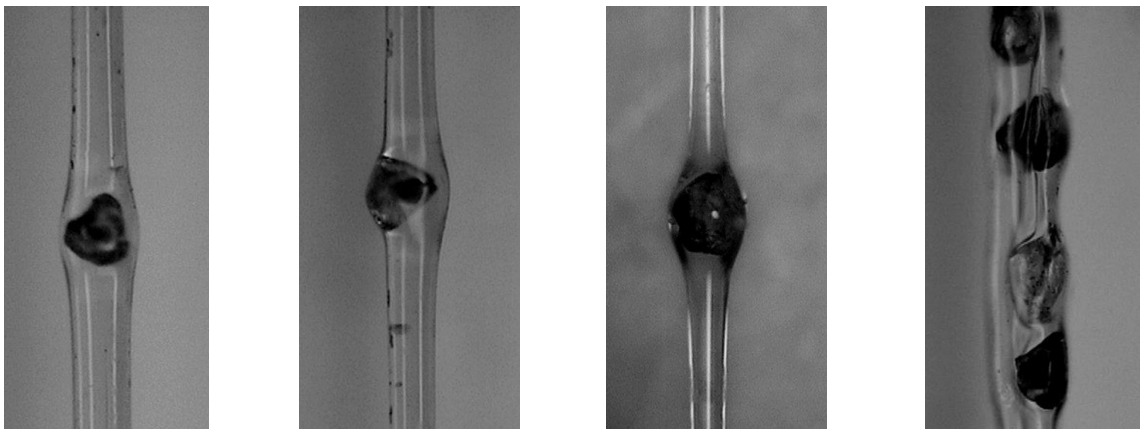
Виходячи з результатів теоретичних розрахунків витрат розплаву і діаметра волокна, оптимізовано значення технологічних параметрів процесу формування алмазних волокон. В таблиці наведено експериментально визначені значення технологічних параметрів процесу витягування алмазного волокна, що складається із полімерного зв'язуючого та алмазного порошку. Там же наведені розраховані за формулами (3)–(4) значення технологічних параметрів (витрати розплаву і діаметр волокна) і похибки розрахунків.

Розрахунки за формулою Пуазейля–Гагена дають дещо занижені результати: витрати розплаву – $6{,}9\cdot10^{-10}$ м^3/с, менші в 1,8 раза, ніж розраховані за формулою (3) (відхилення даних розрахунку від експерименту – 37 %); діаметр – 74,0 мкм, значення якого в 1,2 раза менше, ніж розраховане за формулою (4) (похибка розрахунку – 24,4 %).

На рис. 4 наведено зображення алмазних волокон з центральним (*а, в*) і периферійним (*б*) розташуванням алмазних зерен та у вигляді ланцюга, що ілюструє неможливість утворення конгломератів (*г*).

Технологічні параметри процесу виготовлення алмазного волокна

Технологічний параметр		Дані розрахунку	Експериментальні дані			Похибка розрахунку, %
			Час витягування, хв	Маса волокна, кг	Величина параметра	
Витрати розплаву	Q, $м^3/с$	$1{,}2\cdot10^{-9}$	15,5±0,1	$(1{,}4\pm0{,}1)\cdot10^{-3}$	$(1{,}1\pm0{,}1)\cdot10^{-9}$	12,2
Діаметр волокна	d_f, мкм	87,3			98,0±8,0	10,9

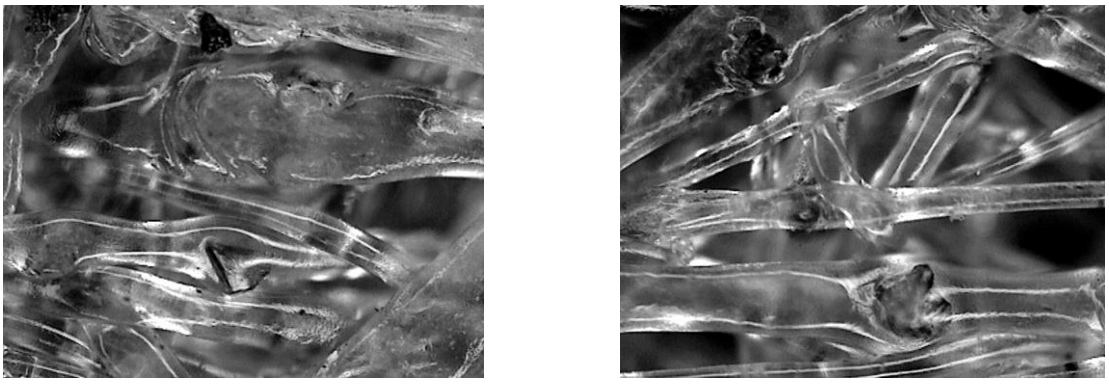


а *б* *в* *г*

Рис. 4. Алмазні волокна.

Формування робочого шару інструменту з алмазного волокна

При виготовленні інструменту і формуванні робочого шару з алмазних або абразивних синтетичних волокон, які не уможливлюють контактування окремих зерен, забезпечується повне виключення конгломератів абразивних зерен, що дозволяє стабільно забезпечувати необхідну якість обробки деталей з НМ. На рис. 5 наведено зображення робочого шару інструменту, що сформовано з неперервного алмазного волокна (*а* – діаметром 100 мкм, *б* – діаметром 60 мкм).



а *б*

Рис. 5. Робочий шар інструмента з алмазного волокна.

Продуктивність обробки деталей зі скла марки ТФ102 (25 мкм/хв) інструментом з алмазного волокна майже не відрізняється від продуктивності інструменту з аналогічною характеристикою робочого шару (23 мкм/хв). Відсутність подряпин на обробленій поверхні приводить до покращення якості фінішної обробки НМ.

Висновки

Завдяки розробленій технології виготовлення робочого шару інструменту з алмазного волокна, а також певному співвідношенню розмірів зерен і діаметру волокна унеможливлюється утворення їх конгломератів. Після проходження розплавом з алмазними або абразивними зернами фільєрного каналу в процесі формування (витягування) волокна окремі зерна шикуються в ланцюги, не контактуючи між собою. Інструменти з алмазних і абразивних волокон завдяки цьому забезпечують можливість бездефектної фінішної обробки деталей електронної техніки і оптичних систем, виробів з природного та синтетичного каменю, а також конструкційних матеріалів спеціального призначення, до яких висуваються високі вимоги щодо якості оброблених поверхонь.

Література

1. Сідорко В. І. Наукові основи процесів фінішної алмазно-абразивної обробки природного та синтетичного каменю: Автореф. дис...д.т.н: 05.03.01. – К., 2006. – 36 с.
2. Деклараційний патент 10751 Україна, МПК 7 B24D3/34. Спосіб виготовлення абразивного інструмента / Новіков М. В., Філатов Ю. Д., Сідорко В. І., Скрябін В. В., Крамар В. Г.; ІНМ НАН України. – № 200505762; Заявл. 13.06.2005, Опубл. 15.11.2005, Бюл. № 11. – 4 с.
3. Лойцянский Л. Г. Механика жидкости и газа. – М.: Наука, 1970. – 904 с.
4. Філатов Ю. Д., Сідорко В. І., Крамар В. Г. Інструменти з алмазних і абразивних волокон для фінішної обробки природного та синтетичного каменю / Матер. 7-го Междунар. научн.-техн. сем. «Современные проблемы подготовки производства, заготовительного производства, обработки, сборки и ремонта в промышленности и на транспорте», 20–22 февр. 2007, г. Свалява. – К.: АТМ Украины, 2007. – С. 227–229.

Поступила 28.06.07.

УДК.621.919

О. А. Розенберг, докт. техн. наук; **С. Е. Шейкин,** канд. техн. наук;
И. Ю. Ростоцкий, инж.

Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев, Украина

НЕКОТОРЫЕ ОСОБЕННОСТИ КОНТАКТНОГО ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ИНСТРУМЕНТА С ЗАГОТОВКОЙ ПРИ ДЕФОРМИРУЮЩЕМ ПРОТЯГИВАНИИ С ВРАЩЕНИЕМ ИНСТРУМЕНТА

The article is devoted to research of features of contact interaction of the tool with detail, at deforming broaching with rotation of the tool. Results of researches of interaction of the tool are brought with processable by a product: axial forces, a roughness, extent of contact, microhardness.

Известно, что применение деформирующего протягивания взамен операций, связанных с удалением металла в стружку, позволяет за счет деформационного упрочнения, сжи-

мающих остаточных напряжений, низкой шероховатости и большой относительной опорной длины профиля микрорельефа существенно повысить эксплуатационные характеристики деталей машин. При этом снижается трудоемкость изготовления детали, повышается коэффициент использования обрабатываемого материала [1].

Вследствие этого исследования, направленные на повышение эффективности и расширения технологических возможностей процесса деформирующего протягивания, изучение контактных явлений и силовых характеристик процесса деформирующего протягивания (прошивания) с вращением инструмента является актуальной задачей.

Исследованиями, проведенными ранее, выявлены основные закономерности контактных явлений при взаимодействии инструмента с обрабатываемым изделием, а также исследовано влияние технологических режимов процесса на состояние обработанной поверхности и поверхностного слоя [1, 2]. Данные исследования выполнены для различных схем процесса, однако при их реализации инструменту сообщалось лишь поступательное движение. Вместе с тем, как показывают предварительные исследования [3], в случае, когда инструменту наряду с поступательным движением сообщается еще и вращательное (рис. 1), происходит существенное снижение осевых сил протягивания и в некоторых случаях более интенсивное снижение шероховатости. Таким образом, реализация схемы деформирующего протягивания (прошивания) с вращением инструмента позволило бы существенно расширить технологические возможности процесса деформирующего протягивания, например, в случае обработки тонкостенных деталей, когда потеря устойчивости заготовки ограничивает применение больших натягов и существует необходимость получения низких значений высоты микронеровностей малым количеством циклов деформирования.

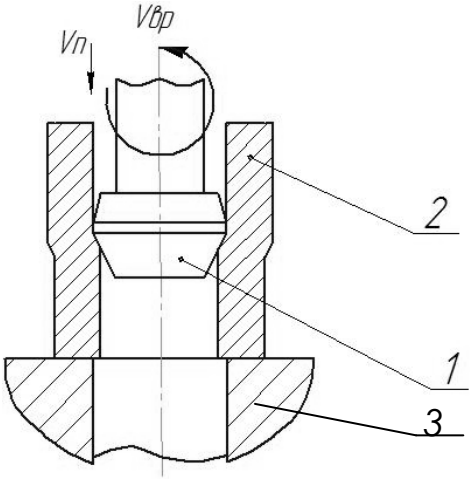


Рис. 1. Схема деформирующего протягивания с вращением инструмента:
1 – деформирующий элемент;
2 – обрабатываемая деталь;
3 – опора.

Протяженность контакта – одна из наиболее важных характеристик процесса деформирующего протягивания. Ее следует учитывать при расчете рабочих элементов инструмента на прочность, разработке конструкции деформирующих протяжек, для прогнозирования состояния поверхностного слоя обработанной детали на этапе проектирования технологической операции [4].

В экспериментах использовали сборные деформирующие прошивки, состоящие из рабочей части, изготовленной из твердого сплава ВК15 и стального хвостовика (рис. 2).

В [1] установлено, что протяженность контакта не зависит от обрабатываемого материала. Вследствие этого для исследования зависимости протяженности контакта от технологических режимов деформирующего протягивания использовали втулки из одной стали 40Х (НВ 217) с отверстием диаметрами d_0 = 19 и 35 мм, со стенками толщиной t = 3; 5; 7; 10 мм. При обработке деталей с d_0=19 мм обработка производилась с натягом 0,1 мм, при d_0 = 35 мм – с натягами a=0,1; 0,2; 0,3 мм.

При исследовании осевых сил и шероховатости обработанной поверхности использовали детали из сталей 40Х и 35ХГСА. Для сравнения параллельно обрабатывали детали без вращения инструмента.

Эксперименты проводились на специальном стенде, оснащенном приводом вращения и бесступенчатым регулятором скорости. Измерение осевой силы протягивания производилось тензометрическим динамометром, подключенным через усилитель к персональному компьютеру.

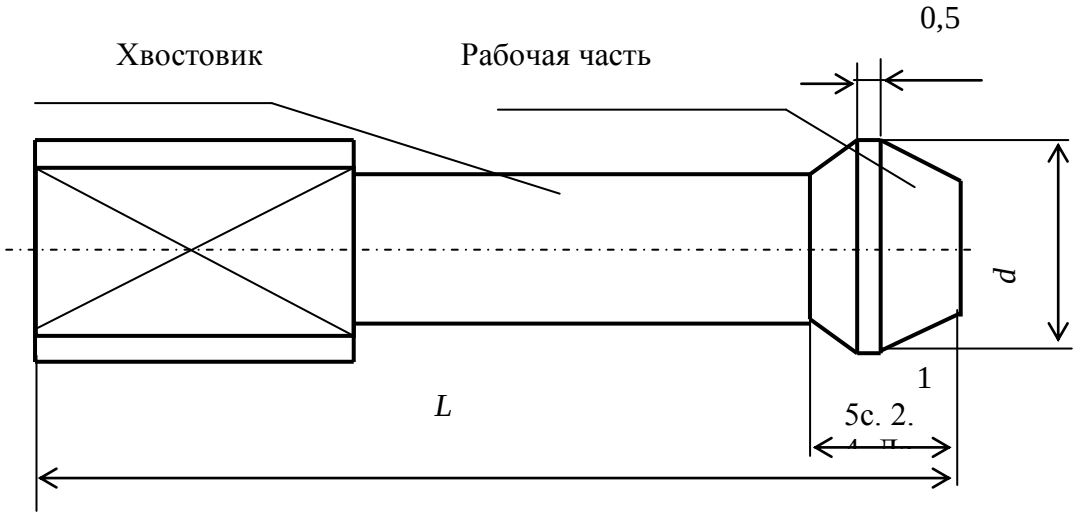
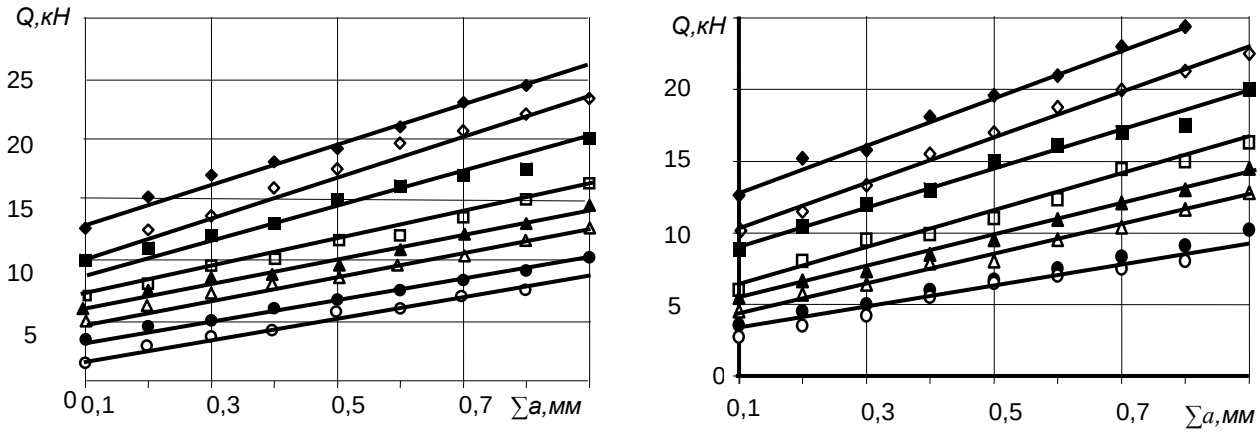


Рис. 2. Деформирующая прошивка.

Измерение протяженности контакта производилось по методике, состоящей в измерении длины царапин на рабочей поверхности инструмента от нанесенных на внутреннюю поверхность втулок алмазосодержащих пятен. Два пятна из алмазного микропорошка АСН 28/20 располагали диаметрально противоположно на обрабатываемой поверхности за пределами краевых эффектов и закрепляли клеем БФ 2. Подробно методика описана в [1].

В качестве технологической смазки использовался «Формол» (ТУ 38.301-4830–93).



а *б*

Рис. 3 Зависимость осевых сил от суммарного натяга:
а – сталь 35ХГСА; б – сталь 40Х; ● – t=3 мм без вращения; ◊ – t=3 мм с вращением; ▲ – t=5 мм без вращения; Δ – t=5 мм свращением; ■ – t=7 мм без вращения; □ – t=7 мм с вращением; ♦ – t=10 мм без вращения; ◊ – t=10 мм с вращением.

Для исследования контактной зоны профилографированием использовали специальное приспособление, позволяющее производить мгновенную остановку инструмента. После

остановки инструмент выпрессовывали в обратном направлении. Профилографирование производили на приборе «Talysurf 5-120».

На рис. 3 приведены зависимости осевой силы протягивания от суммарного натяга при обработке деталей с различной толщиной стенки из сталей 40Х и 35ХГСА с различными натягами в случае прошивания с вращением инструмента и без.

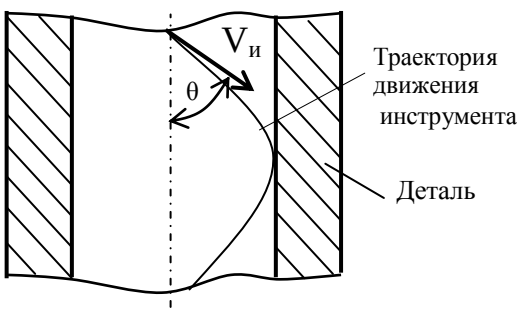


Рис. 4. Схема перемещения инструмента в заготовке при протягивании (прошивании) с вращением.

В случае обработки с вращением угол наклона вектора скорости относительного перемещения к оси детали (рис. 4) составлял $\theta = 15°$.

Как видно из приведенных данных, при реализации схемы с вращением инструмента осевая сила протягивания во всех случаях меньше, чем в случае обработки без вращения.

Объясняется это следующим образом. При деформирующем протягивании сила взаимодействия инструмента с заготовкой R раскладывается на две физические составляющие: силу нормального давления N и силу трения F, действующую в направлении вектора скорости перемещения деформируемого металла по рабочей поверхности инструмента (рис. 5, *а*). Сумма проекций этих сил на ось равняется осевой силе прошивания

$$Q = F \cdot \cos \alpha + N \cdot \sin \alpha.$$

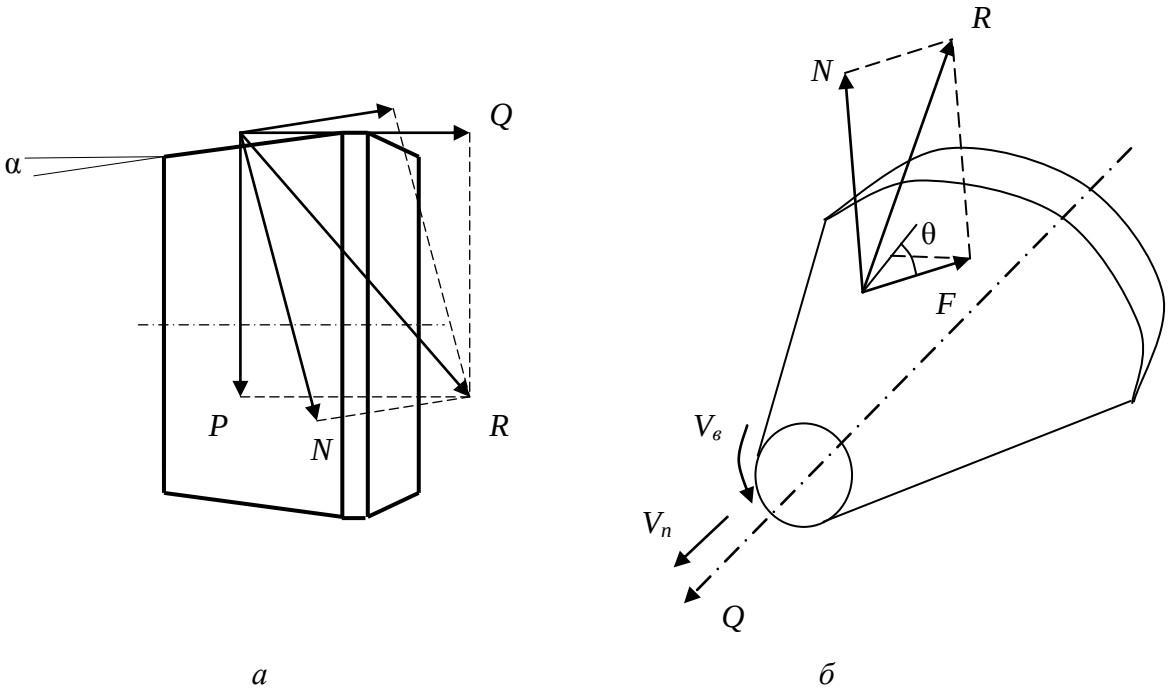


Рис. 5. Схема сил, приложенных к деформирующему элементу: а – при обработке без вращения; б – при обработке с вращением.

Радиальная сила зависит лишь от физико-мханических характеристик обрабатываемого материала и от величины пластической деформации (раздачи). Поскольку величина раздачи при обработке с вращением инструмента и без одинакова, можно сделать вывод, что в

обоих случаях радиальная сила одинакова. При обработке вращающимся инструментом происходит поворот силы трения на величину угла наклона винтовой траектории относительного перемещения инструмента в заготовке (рис. 5, *б*). В этом случае осевая сила равна

$$Q = F \cdot \cos\alpha \cdot \cos\theta + N \cdot \sin\alpha,$$

т.е. при обработке с вращением осевая сила протягивания уменьшается за счет поворота силы трения на угол θ.

На рис. 6 приведены зависимости протяженности контакта от толщины стенки при обработке с вращением и без вращения инструмента деталей с отверстием d_0 = 35 мм с натягом a=0,1 и 0,2 мм при θ=15°. Видно, что протяженность контакта с вращением инструмента больше, чем без вращения. При этом в обоих случаях протяженность контакта увеличивается с увеличением толщины стенки.

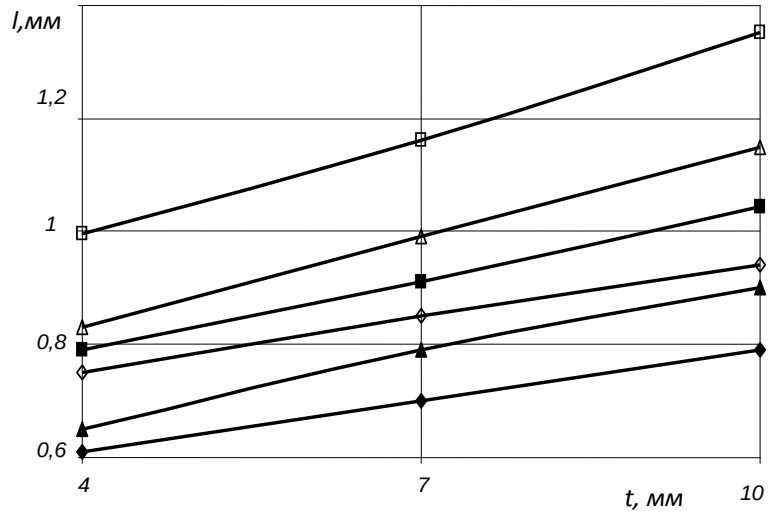


Рис. 6. Зависимость протяженности контакта от толщины стенки 35 ХГСА, d_0=35 мм:♦ – a=0,1 без вращения; ◊ – a=0,1 с вращением;▲ – a=0,2 без вращения; Δ – a=0,2 с вращением;■ – a=0,3 без вращения; □ – a=0,3 с вращением.

На рис. 7 приведена зависимость протяженности контакта от угла θ при деформирующем протягивании деталей с отверстием d_0 = 35 мм со стенкой толщиной t = 7 мм с натягами a = 0,1; 0,2 и 0,3 мм. Как видно, угол θ существенно влияет на протяженность контакта. Так при увеличении θ от 0 до 70° протяженность контакта увеличивается более чем в 2 раза.

Для подтверждения полученных результатов было выполнено профилографирование внутренней поверхности обрабатываемой детали в районе зоны контакта при протягивании втулок с отверстием d_0= 35мм, толщиной стенки t=5 и натягами a=0,2 и 0,3 мм (рис. 8).

Видно, что в обоих случаях при обработке с вращением инструмента протяженность контакта больше, чем при обработке без вращения. Видимо это связано с особенностями формирования очага локальной деформации при деформирующем протягивании с вращением инструмента, поэтому этот вопрос требует более детального изучения.

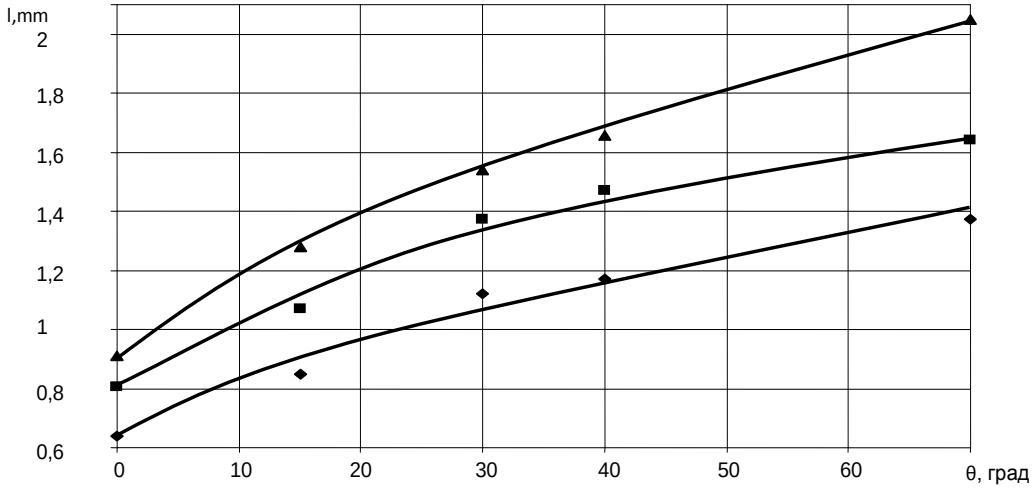
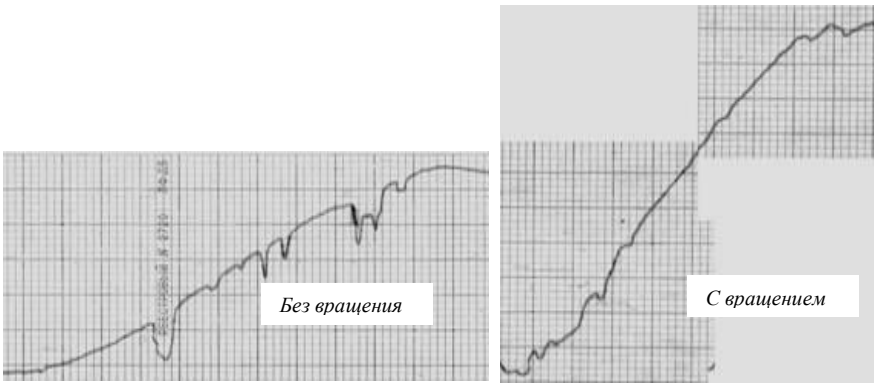
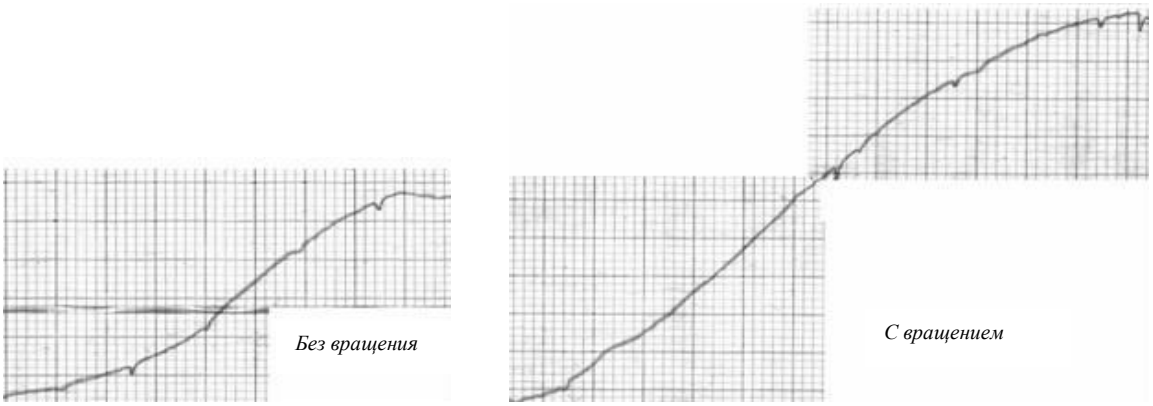


Рис. 7. Зависимость протяженности контакта от угла наклона траектории инструмента θ сталь 40Х:
♦ – a = 0,1 мм; ■ – a = 0,2 мм; ▲ – a = 0,3 мм.



а



б

Рис. 8. Профилограмма контактной зоны: d_0 =35 мм; θ=15°:
а – t=5 мм; a=0,2 мм; б – t=5 мм; a=0,3 мм.

Известно, что степень деформирования обрабатываемого материала хорошо коррелирует с таким технологическим показателем, как его твердость [5, 6].

При обработке с вращением микротвердость в поверхностном слое детали составила H_v 3,8 ГПа, без вращения – H_v 3,5 ГПа, т.е. приблизительно на 10 % выше. Это говорит о том, что

деформация обрабатываемого металла в поверхностном слое детали, обработанной с вращением инструмента, выше, чем при обработке без вращения.

Полученные результаты открывают возможности управления параметрами деформационного упрочнения поверхностного слоя, что является чрезвычайно важным. Вследствие этого данный вопрос требует более глубокого изучения.

В [5] определен обобщающий критерий подобия, отражающий влияние наиболее важных технологических параметров процесса деформирующего протягивания на высоту формируемых микронеровностей:

$$\xi' = \frac{\sum f(q_i) q_i l_k}{d_0 \cdot HB} \times 10^3,$$

где $f(q_i)$ – коэффициент трения по Кулону, являющийся функцией нормального контактного давления;

q_i – нормальное контактное давление;

$l_к$ – протяженность контакта инструмента и обрабатываемой детали;

d_0 – исходный диаметр отверстия обрабатываемой детали;

HB – твердость обрабатываемого материала по Бринеллю.

При обработке многоэлементными деформирующими протяжками числитель данного выражения рассчитывают для каждого деформирующего элемента, затем суммируют. Зависимость относительной высоты микронеровностей от значений данного критерия при обработке деталей из различных материалов [сталь 10 (HB 110); 45 (HB 229); У8 (HB 240); Х18Н10Т (HB 160)] инструментами из различных инструментальных материалов (ВК 15; с покрытиями *TiN; CrN*) при использовании различных технологических смазок (формол, сульфофрезол) приведена на рис. 9 (R_z и R_0 – текущее и исходное значение высоты микронеровностей соответственно). Как видно из графика (рис. 9), при $\xi'>3$ изменение технологических режимов на величину относительной шероховатости практически не влияет. Последнее подтверждено результатами экспериментов.

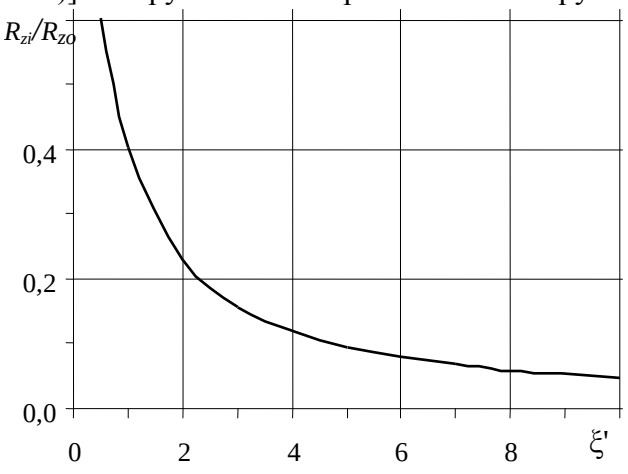


Рис. 9. Зависимость относительной шероховатости от значения критерия подобия.

На рис. 10, *а* приведены зависимости шероховатости и ξ' от суммарного натяга при протягивании деталей со стенкой толщиной t=1 мм при θ = 0°; 15°; 30°; 40° и 70° с натягом a=0,1 мм. Видно, что при $\xi' \le 3$ во всех случаях интенсивность снижения шероховатости увеличивается при увеличении θ, различия уменьшаются при $\xi' > 3$.

На рис. 10, *б* приведены зависимости шероховатости и ξ' от суммарного натяга при различной толщине стенки обрабатываемых деталей, без вращения и с вращением инструмента (θ = 15°). В экспериментах использовали втулки из сталей 35ХГСА и 40Х со стенками толщиной t = 3; 5; 7; 10 мм, диаметром отверстия 19 мм с натягом a = 0,1. Видно, что значения относительной шероховатости при обработке с вращением и без вращения инструмента практически совпадают, что объясняется тем, что при данных технологических режимах $\xi' > 3$.

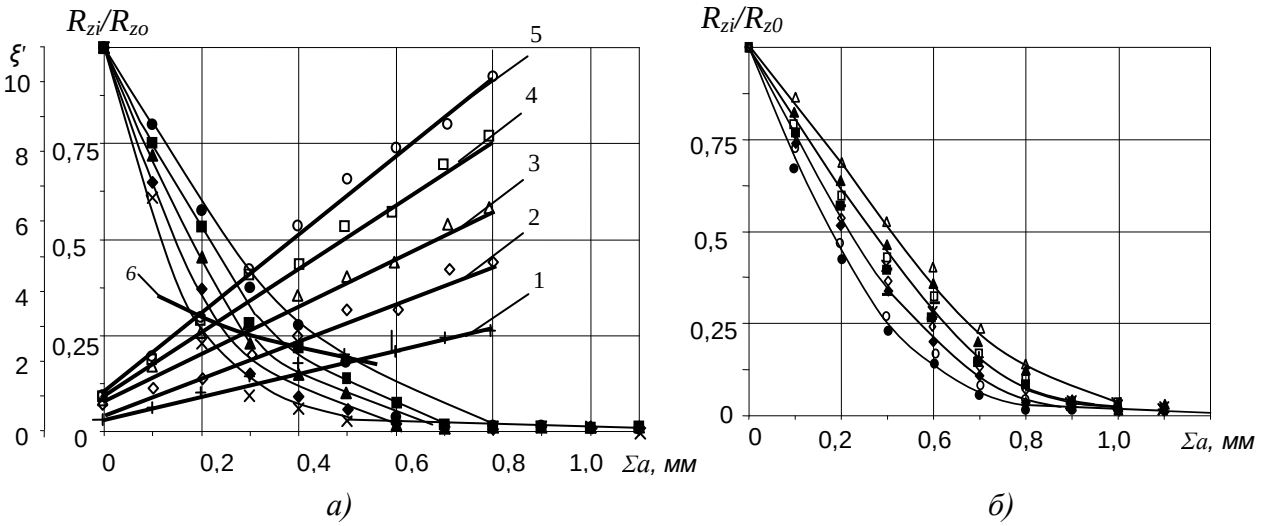


Рис. 10. Зависимость относительной высоты микронеровностей от суммарного натяга:а – t=1; θ ● – 0°;■ – 15°;▲ – 30°; ♦ – 40°;× – 70°; 1;2;3;4;5 – зависимости ξ' от суммарного натяга для углов 0; 15; 30; 40; 70° соответственно;6 – значения R_z/R_{zo}, соответствующее ξ' = 3; б – t=3: Δ – без вращения; ▲ – с вращением; t=5 □ – без вращения ; ■ – с вращением; t=7 ◊ – без вращения; ♦ – с вращением; t =10 ○ –без вращения; ● – с вращением.

Таким образом, можно отметить следующие особенности деформирующего протягивания с вращением инструмента:

при протягивании (прошивании) с вращением инструмента осевая сила всегда меньше, чем при обработке без вращения за счет поворота силы трения на угол θ;

протяженность контакта при обработке с вращением инструмента всегда больше, чем без вращения; объясняется это, по-видимому, особенностями формирования очага локальной деформации, имеющим место при деформирующем протягивании с вращением инструмента;

при увеличении угла наклона траектории относительного перемещения инструмента и заготовки протяженность контакта увеличивается;

микротвердость поверхностного слоя детали, обработанной по схеме с вращением инструмента выше, чем при обработке без вращения;

изменение шероховатости при обработке с вращением подчиняется тем же закономерностям, что и без вращения.

Выводы

Применение деформирующего протягивания с вращением инструмента позволяет существенно расширить технологические возможности процесса деформирующего протягивания и может быть рекомендовано для следующих случаев:

при обработке тонкостенных деталей, когда под воздействием осевой силы обрабатываемая деталь может потерять устойчивость;

при обработке тонкостенных деталей когда необходимо получение низких значений шероховатости малым числом циклов деформирования;

для получения бóльших значений твердости поверхностного слоя тем же количеством циклов деформирования.

Литература

1. Розенберг О. А. Механика взаимодействия инструмента с изделием при деформирующем протягивании. – К.: Наук. думка, 1981. – 288 с.
2. Качество поверхности, обработанной деформирующим протягиванием / А. М. Розенберг, О. А. Розенберг, Э. И. Гриценко, Э. К. Посвятенко. – К.: Наук. думка, 1977. – 187 с.
3. А.с. 1478102 СССР, МКИ[4] G 01 N 19/02. Способ определения коэффициента трения материала при пластическом деформировании / О. А. Розенберг, А. Д. Крицкий, С. А. Родюков, С. Е. Шейкин. – № 4240175/25-28; Заявл. 05.05.87, Опубл. 07.05.89, Бюл. № 17. – С. 165.
4. Розенберг О. А., Цеханов Ю. А., Шейкин С. Е. О некоторых закономерностях упрочнения поверхностного слоя при деформирующем протягивании // Сверхтв. материалы. – 2005. – № 4. – С. 56 – 68.
5. Розенберг О. А., Цеханов Ю. А., Шейкин С. Е. Технологическая механика деформирующего протягивания. – Воронеж: Воронеж. гос. технол. акад., 2001 – 196 с.
6. Дель Г. Д. Определение напряжений в пластической области по распределению твердости. – М.: Машиностроение, 1971. – 199 с.

Поступила 25.06.07.

УДК /621.923:621.921.34/:666

О. Л. Пузирьов, інж.

Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, м. Київ, Україна

ПІДВИЩЕННЯ ЕФЕКТИВНОСТІ ПРОЦЕСУ АЛМАЗНОГО ДОВЕДЕННЯ СФЕРИЧНОЇ ПОВЕРХНІ ДЕТАЛІ З КЕРАМІКИ МЕДИЧНОГО ПРИЗНАЧЕННЯ

The problem of effectiveness increase of process of diamond lapping of a precision spherical surface of a ceramic detail is surveyed on an instance of the head of hip joint prosthesis. This increase happens at the expense of use of the new way of machining to twirl of a detail around of two axes intersected in center of an orb, and equation of loading of a cutting region.

Ендопротезування тазостегнових суглобів є одним з найперспективніших методів у лікуванні травматичних та дегенеративно-дистрофічних захворювань суглобів [1–2]. Ендопротез суглоба є складною конструкцією із шарнірним з'єднанням, одним з основних елементів якого є ортопедична головка, що має зовнішню сферичну поверхню і виготовляється з металевих сплавів або кераміки. Найбільше розповсюдження отримали біоінертні кераміки на основі диоксиду цирконію (ZrO_2), які у порівнянні з металами мають більшу твердість, зносостійкість, корозійну стійкість і менший коефіцієнт тертя.

До прецизійної сферичної поверхні головки ендопротеза суглоба ставляться високі вимоги щодо точності форми та шорсткості поверхні. Так російський стандарт ГОСТ Р ИСО 7206-2–2005 висуває такі вимоги: шорсткість сферичної поверхні $Ra \leq 0{,}02$ мкм; відхилення від сферичності не більше 10 мкм. При цьому допуск на номінальній діаметр становить 0,02 мм. В той же час світові лідери виробництва головок ендопротезів суглобів – японська фірма «Kyocera» та французька фірма «FrancBall» – забезпечують точність форми сферичної поверхні на рівні 0,1 – 0,4 мкм і шорсткість сферичної поверхні 0,02 – 0,01 мкм.

В Інституті надтвердих матеріалів НАН України розроблено технологію алмазного доведення головок ендопротезів [3], яка ґрунтується на методі вільного притирання (рис. 1, *а*) та забезпечує відхилення форми сферичної поверхні на рівні 0,5 – 1,0 мкм і Ra 0,03 – 0,01 мкм. Ця технологія реалізується на універсальному обладнанні і є відносно дешевою, але вона не забезпечує показників якості сферичної поверхні, що відповідають показникам світових виробників. До того ж технологія має недоліки: нерівномірність зняття припуску по профілю деталі та нерівномірність показників шорсткості та некруглості у різних перетинах сферичної поверхні. Тому проблема розробки нової схеми обробки сферичної поверхні ортопедичної головки ендопротеза суглоба, що забезпечує шорсткість поверхні та сферичність, наближену до показників світових виробників, є актуальною.

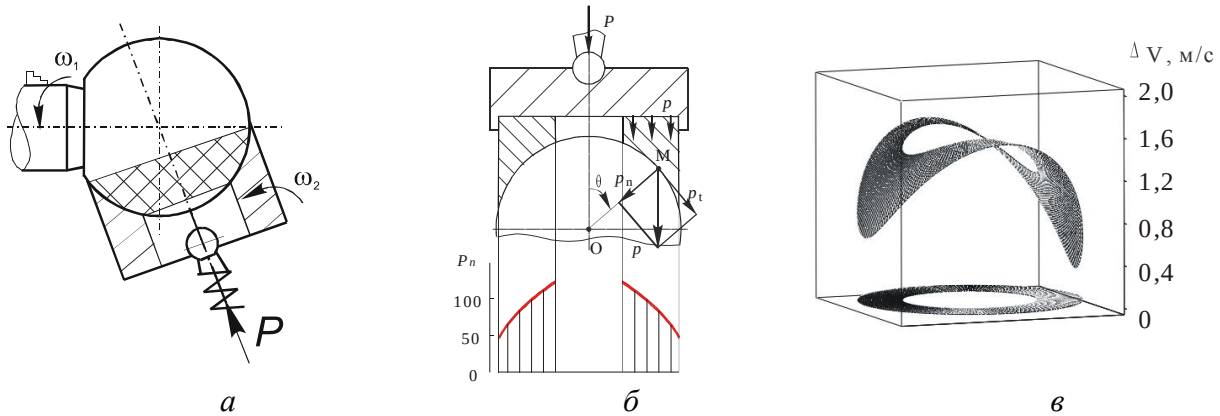
В основі більшості відомих методик розрахунку зняття матеріалу з оброблюваної деталі або зносу інструменту лежить висунута в 1927 році Ф. Престоном гіпотеза про пропорційність швидкості зношування будь-якої ділянки кожного з взаємодіючих тіл витраченій роботі, тобто добутку тиску на швидкість відносного руху [4]. В подальшому ця гіпотеза знаходила неодноразове підтвердження. Так, згідно з Семибратовим і Проніковим об'єм матеріалу, що видаляється з поверхні заготовки, пропорційний роботі зовнішніх сил, які витрачаються на знос матеріалу, та залежить від добутку швидкості ковзання тіл, що контактують, й нормального контактного тиску, з урахуванням поправочних коефіцієнтів [5, 6].

Таким чином, основними параметрами, що впливають на швидкість зняття матеріалу, є нормальний тиск, швидкість ковзання поверхонь та час контакту поверхні деталі і притиру.

Тому можливо припустити, що нерівномірність зняття припуску по профілю деталі і нерівномірність показників шорсткості та некруглості у різних перетинах сферичної поверхні обумовлені такими факторами: стабільність положення зони обробки відносно профілю деталі (рис. 1, *а*), нерівномірність нормального тиску (рис. 1 *б*), та нерівномірність швидкості ковзання поверхонь (рис. 1, *в*) в зоні обробки [3].

Внаслідок нерівномірності зняття припуску по профілю деталі виникає необхідність збільшення припуску і, як наслідок, загального часу на обробку сферичної поверхні. Вирівняти швидкість зняття матеріалу на різних ділянках можливо за рахунок вирівнювання нормального тиску, швидкості ковзання поверхонь та часу контакту поверхонь деталі і притиру в зоні обробки як окремо кожного, так і їх комбінуванням.

На основі аналізу недоліків та переваг існуючих схем формоутворення сферичних поверхонь та патентних матеріалів запропоновано новий спосіб алмазного доведення керамічних головок ендопротезів суглобів методом «вільного притирання». Цей спосіб спрямований на вирівнювання швидкості зняття матеріалу по профілю деталі за рахунок вирівнювання нормального тиску в зоні обробки та вирівнювання добутку швидкості ковзання і часу контакту поверхонь.



а *б* *в*

Рис. 1. Особливості технології алмазного доведення головок ендопротезів: положення зони обробки (а); розподілення нормального тиску (б) та швидкості ковзання (в) в зоні обробки.

Для вирівнювання нормального тиску в зоні обробки, обумовленого кривизною оброблюваної деталі, створено нову конструкцію розрізного притиру – цанги, за допомогою якого нормальний тиск у порівнянні з використанням базового притира (рис. 1, *б*) в зоні обробки вирівнюється в 1,8 раза [7]. Для усунення нерівномірності швидкостей ковзання поверхонь в зоні обробки та стабільного положення зони обробки відносно профілю деталі (рис. 1, *а* і 1, *в*), запропоновано схему алмазного доведення [8–9] з обертанням деталі навколо двох осей, що перетинаються в центрі деталі. Це дозволить змінювати під час обробки положення зони контакту притиру відносно оброблюваної сферичної поверхні, що сприятиме зміні швидкостей ковзання поверхонь у різні фази обробки та зміні часу контакту робочої зони притиру з окремими ділянками сферичної поверхні деталі. Нова схема алмазного доведення реалізується спеціальним при строєм (рис. 2), який складається з таких елементів: *1* – оправка; *2* – додаткова вісь обертання деталі; *3* – головка ендопротеза; *4* – притир; *5* – шарнір; *6* – передатний механізм; ω_0, ω_1, ω_2 – кутові швидкості обертання відповідно оправки, деталі й притира; α та β – кути розташування осей обертання притира і деталі.

Для визначення значень кутів α та β і передатного відношення між швидкістю обертання осі оправки і швидкістю обертання осі деталі запропоновано математичну модель процесу алмазного доведення сферичної поверхні, яка дозволяє визначити швидкість зняття матеріалу по профілю деталі. При розробці математичної моделі враховували такі фактори: швидкість ковзання поверхонь та нормальний тиск у зоні контакту; час контакту притира і деталі.

В основу математичної моделі лягла емпірична залежність швидкості зняття матеріалу від нормального тиску та швидкості ковзання поверхонь. Для визначення цієї залежності проведено експерименти з використанням рототабельного планування другого порядку на керамічних зразках циліндричної форми з ZrO_2 за методикою тертя торця диску зразка об торець диска притира з СЧ–25 [9]. При цьому параметри змінювались у таких межах: швидкість ковзання поверхонь ΔV = 0,08 – 1,92 м/с та нормальний тиск у зоні контакту P = 9,8 – 250 кПа, а як параметр, що вимірюється, використали лінійний знос керамічного зразка. На основі розрахунку експериментальних даних визначено емпіричну залежність швидкості зняття матеріалу від нормального тиску та швидкості ковзання, а також побудовано графік (рис. 3).

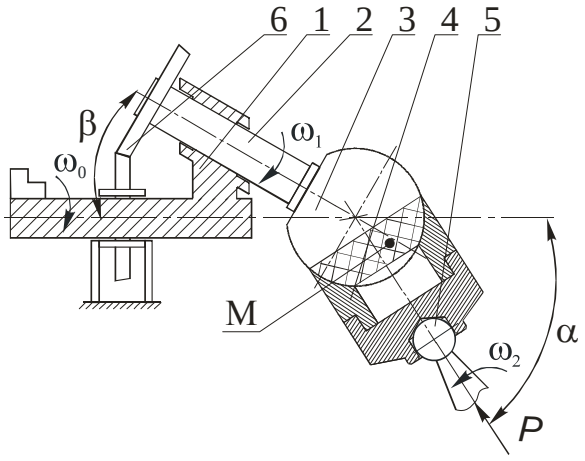


Рис. 2. Схема алмазного доведення з обертанням деталі навколо двох осей.

$$Qv = b_0 + b_1 \cdot \frac{\text{P - 130}}{85} + b_2 \cdot \frac{\Delta\text{V - 1,0}}{0{,}65} - b_{12} \cdot \frac{\text{P - 130}}{85} \cdot \frac{\Delta\text{V - 1,0}}{0{,}65} + b_{11} \cdot \left(\frac{\text{P - 130}}{85}\right)^2 - b_{22} \cdot \left(\frac{\Delta\text{V - 1,0}}{0{,}65}\right)^2 \frac{м}{хв}, \text{ де}$$

b_0 = 0,0000238002;
b_1 = 0,00000822349;
b_2 = 0,000000523834;
b_{12} = 0,0000006;
b_{11} = 0,00000182531;
b_{22} = 0,00000107557.

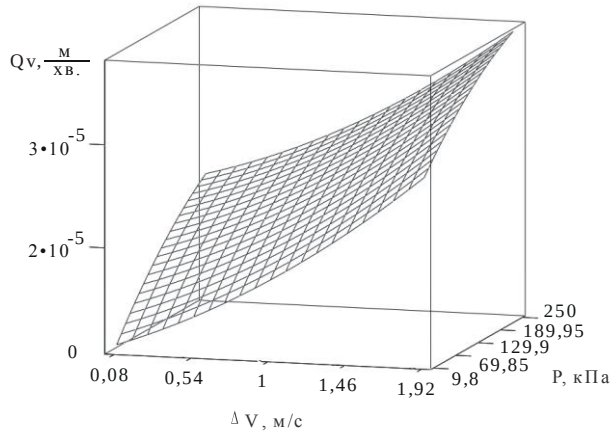
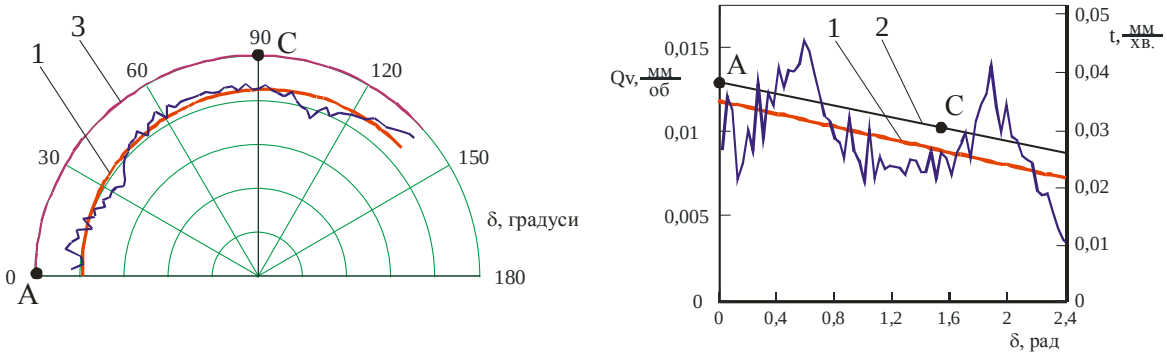


Рис. 3. Графік залежності швидкості зняття матеріалу від нормального тиску та швидкості ковзання.

Дана емпірична залежність лягла в основу математичної моделі, з її допомогою розраховано швидкість зняття матеріалу для кожної ділянки зони обробки. За результатами математичного моделювання було побудовано графік швидкості зношування матеріалу по профілю деталі (рис. 4) у разі обробки головки ендопротеза за базовою технологією (рис. 1, *а*).



а *б*

Рис. 4. Швидкість зняття матеріалу деталі при алмазному доведення для базового варіанту: в полярних (а) та лінійних (б) координатах.

Графік представлений на рис. 4, *б* представляє розгортку сферичного профілю деталі в лінію.

Лінія 2 відображає зняття матеріалу *t* головки ендопротеза по профілю деталі та побудована на основі експериментальних вимірів зняття матеріалу в точці А, що лежить на вершині, та точці С, що лежить на найбільшому радіусі, перпендикулярному до осі обертання сферичної поверхні. Лінія 1 представляє апроксимацію 1-го порядку теоретично розрахованої кривої зносу матеріалу головки ендопротеза по профілю деталі. Як видно, в обох випадках спостерігається однакова тенденція зняття припуску.

Лінія 3 на рис. 4, *а* представляє переріз ідеальної сферичної поверхні. Якщо порівняти відстань між лінією 1 і лінією 3 у точках А та С, то видно явну тенденцію до переважного зняття припуску на вершині деталі.

Для визначення оптимальних значень факторів, q, α, β, за яких вирівнюється швидкість зношування матеріалу по профілю деталі, проведено теоретичне дослідження математичної моделі.

Спочатку було визначено значення передатного відношення частоти обертання оправки та деталі q. Виходячи з умови, щоб під час обробки не з’являлися ділянки на сферичній поверхні деталі, які не були в контакті з притиром, встановлено значення q = 1,7.

Далі було визначено зону 1 – можливих значень кутів α та β (рис. 5), – зону, в якій можливе взаємне розташування осей деталі і притира. Якщо значення кутів α та β знаходяться вище зони 1, то в процесі обертання оправки край притиру буде перетинатися з віссю деталі; коли значення кутів α та β знаходяться нижче зони 1, на сферичній поверхні деталі з'являються зони, в яких немає контакту з притиром і тому вони не обробляються.

Для визначення оптимальних значень кутів α та β, зону 1 розбито сіткою таким чином, щоб крок кута β становив 4°, а значення кута α встановлювали, виходячи з умови, щоб крайні значення знаходилися на верхній й нижній лініях, а всередині зони вони були рівномірно розподілені і наближені до 4°. Далі в вузлових точках сітки було проведено експерименти за допомогою математичної моделі. При цьому визначали два параметри: коефіцієнт швидкості зняття матеріалу по профілю деталі K_Q, що характеризує відношення мінімальної швидкості зняття припуску до максимальної, та коефіцієнт рівномірності швидкості зняття матеріалу по профілю деталі Kr_Q, що характеризує відношення швидкості зняття матеріалу на вершині і периферії сферичної поверхні деталі. При цьому значення коефіцієнта Kr_Q має прямувати до 1, а значення коефіцієнта K_Q бути по можливості максимальним.

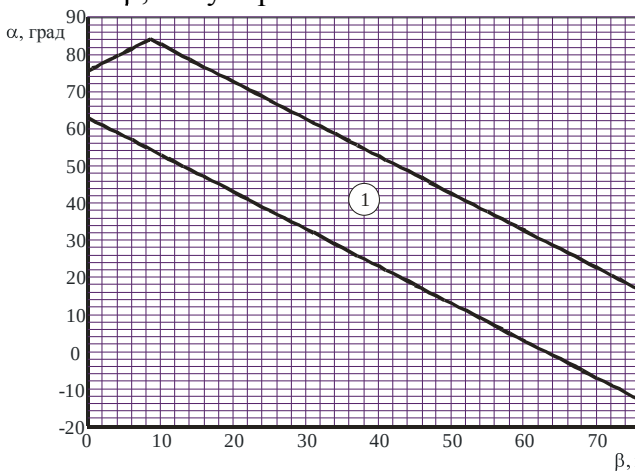


Рис. 5. Зона можливих значень кутів α та β

Результати дослідження, проведеного за допомогою математичної моделі, представлені на рис. 6, де пряма лінія відображає ізолінії значень коефіцієнта Kr_Q, а пунктирна лінія – значення коефіцієнта K_Q.

З рис. 6 видно, що для забезпечення еквідистантного зняття припуску, тоді коли оброблювана заготовка має форму, наближену до сферичної, або виражену яйцеподібну форму в напрямку, перпендикулярному осі обертання деталі, значення кутів α та β має відповідати лінії, при якій $Kr_Q = 1$. Щоб забезпечити переважне зняття припуску на периферії деталі, треба, щоб значення кутів α та β знаходилось правіше лінії 1, тобто значення $Kr_Q < 1$. А для забезпечення зняття припуску переважно на вершині деталі треба, щоб значення кутів α та β перебували лівіше цієї лінії, тобто $Kr_Q > 1$, причому чим далі від лінії, тим інтенсивніше зняття припуску на вершині деталі.

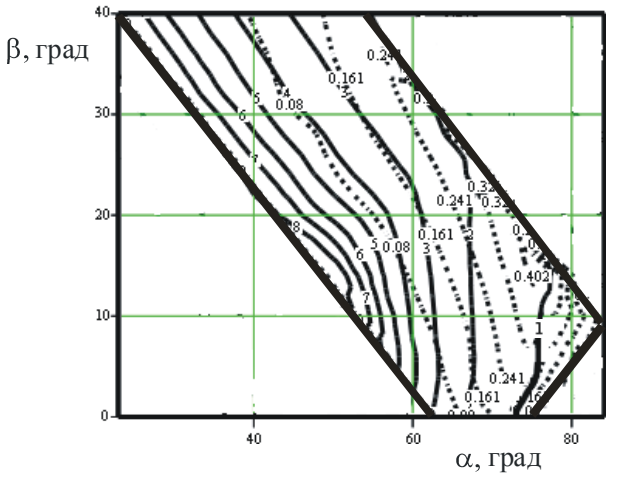


Рис. 6. Вплив розташування кутів α та β на характер зняття припуску.

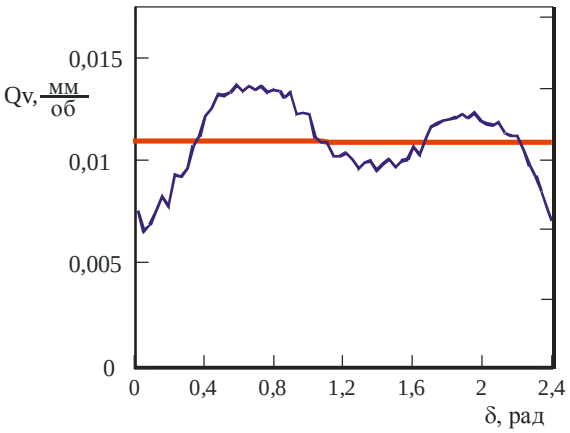


Рис. 7. Швидкість зняття матеріалу деталі при алмазному доведенні з обертанням деталі навколо двох осей.

За допомогою рис. 6 після зіставлення ізолінії коефіцієнтів Kr_Q та K_Q визначено значення $\alpha = 76{,}8°$ та $\beta = 18{,}6°$, за яких спостерігається тенденція вирівнювання швидкості зношування матеріалу по профілю деталі (рис. 7), а значення коефіцієнтів відповідно дорівнюють: $Kr_Q = 1$ і $K_Q = 0{,}482$. З рисунка видно, що в порівнянні з базовою технологією (рис. 4) має місце тенденція вирівнювання швидкості зняття матеріалу по профілю деталі. Це ми пов'язуємо з вирівнюванням контактного тиску в зоні обробки і перерозподілом швидкостей ковзання в зоні обробки по сферичній поверхні деталі.

Розподіл модуля швидкості ковзання поверхонь залежно від кута β змінюється в процесі обертання оправки. На рис. 8 представлені найхарактерніші їх значення через 1/8 оберту оправки (один цикл).

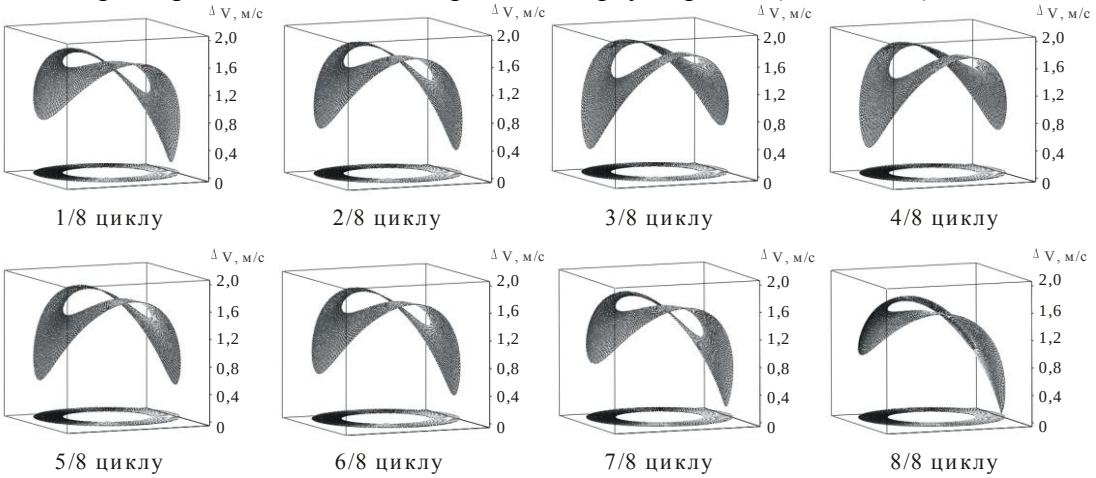


Рис. 8. Розподілення швидкості ковзання поверхонь в зоні обробки за один оберт оправки.

Як видно (рис. 1, *в* та рис. 8), має місце перерозподіл швидкостей ковзання по сферичній поверхні головки за рахунок як зміни положення мінімального значення швидкості ковзання відносно осі обертання деталі, так і зміни абсолютних значень.

У зв'язку з виготовленням ортопедичних головок ендопротезів з нових керамічних матеріалів медичного призначення виникає необхідність вивчення впливу матеріалу притиру і алмазної пасти на шорсткість обробленої поверхні та продуктивність обробки.

Дослідження залежності продуктивності доводки кераміки ZrO_2 від контактного тиску показало, що за низького тиску (27 кПа) продуктивність доводки цирконієвої кераміки практично не залежить від твердості притиру. Проте за збільшення тиску з 27 до 270 кПа продуктивність доводки зростає пропорційно твердості притира, причому чим вище нормальний тиск, тим вище продуктивність. В діапазоні тисків 180–270 кПа, що відповідає рівню тисків при доведенні керамічних головок ендопротезів, найвищу продуктивність доведення кераміки ZrO_2 показав притир із сірого чавуну марки СЧ–25 твердістю НВ 241.

В результаті дослідження залежності продуктивності обробки від швидкості ковзання поверхонь виявлено, що швидкість зношування матеріалу деталі має лінійну залежність від швидкості ковзання поверхонь. Зі збільшенням швидкості різання швидкість зношування матеріалу зростає. Причому для притирів, виготовлених із різних марок сірого чавуну, ця залеж-

ність різна. Для сірого чавуну СЧ–25 спостерігається найбільша тенденція зростання швидкості зношування матеріалу, а для сірого чавуну СЧ–10 – мінімальна. Також слід зазначити, що при швидкості різання близько 0,5 м/с різниці в продуктивності обробки деталі притирами із сірого чавуну різної твердості не спостерігається.

Вимірювання шорсткості обробленої поверхні показало, що найнижчу шорсткість обробленої поверхні забезпечує притир із сірого чавуну марки СЧ–10, причому спостерігається пропорційна тенденція збільшення шорсткості поверхні зі збільшенням твердості притиру. Експериментальні дані впливу зернистості алмазної пасти на шорсткість поверхні свідчать, що обробку слід закінчувати алмазною пастою зернистістю АСМ 2/1.

Таким чином встановлено, що мінімальна шорсткість обробленої поверхні забезпечується при використанні притиру з сірого чавуну СЧ–10 та алмазної пасти зернистості АСМ 2/1 [10].

Для дослідження можливості практичного застосування результатів роботи було оброблено пробну партію керамічних головок ендопротезів тазостегнового суглоба, для якої виміряні показники Ra шорсткості поверхні та сферичність.

Результати вимірів показали, що головки, оброблені з обертанням деталі навколо однієї осі, мають параметр Ra шорсткості поверхні, виміряний в напрямку, перпендикулярному до осі обертання деталі в межах 0,021 – 0,024 мкм, на вершині – у межах 0,037 – 0,059 мкм. Сферичність перебуває в межах 0,6 – 0,8 мкм для перетину, перпендикулярно осі обертання, і в межах 1,7 – 2,8 мкм, під кутом 45° до осі обертання головки.

Головки, оброблені за новим способом алмазного доведення з обертанням деталі навколо двох осей, мають наступні показники: параметр Ra шорсткості виміряний в напрямку перпендикулярному до осі обертання деталі перебуває в межах 0,013 – 0,020 мкм і в межах 0,014 – 0,019 мкм на вершині головки. Сферичність перебуває в межах 0,4 – 0,8 мкм для перетину, перпендикулярно до осі обертання, і в межах 0,7 – 0,9 мкм під кутом 45° до осі обертання головки.

Таким чином, у порівнянні з базовою технологією, новий спосіб обробки керамічних головок ендопротезів забезпечує підвищення якості обробки сферичної поверхні на 20 – 30 % і більш високу стабільність показників шорсткості й сферичності на всій сферичній поверхні головки ендопротеза.

Література

1. Эндопротезирование при заболеваниях и последствиях повреждений тазобедренного сустава / А. А. Лобенко, А. Н. Поливода, А. М. Игнатьев и др. // Вісн. ортопед., травматол. та протезув. – 2000. – № 2. – С. 10 – 12.
2. Герасименко С. І. Ортопедичне лікування ревматоїдного артрита при ураженнях нижніх кінцівок. – К.: – Преса України, 2000. – 159 с.
3. Сохань С. В. О поле скорости резания при абразивной обработке деталей шарообразной формы // Сверхтв. материалы. – 1999. – № 5. – С. 49 – 56.
4. Цеснек Л. С. Механика и микрофизика истирания поверхностей. – М.: Машиностроение, 1979. – 263 с.
5. Орлов П. Н. Технологическое обеспечение качества деталей методами доводки. – М.: Машиностроение, 1988. – 383 с.
6. Зубаков В. Г. Технология оптических деталей: Учебник / В. Г. Зубаков, М. Н. Семибратов, С. К. Штандель: Под ред. М. Н. Семибратова. – 2-е изд. – М.: Машиностроение, 1985. – 368 с.
7. Розенберг О. А., Сохань С. В., Пузырёв А. Л. Выравнивание съема припуска при алмазной доводке деталей типа усеченный шар из керамики // Вісник Сумського держ. унів. – 2005. – № 11 (83) – С. 136 – 141.
8. Деклараційний патент на корисну модель UA 11151 U, B24B11/10. Спосіб обробки сферичних поверхонь/ Розенберг О. О., Сохань С. В., Возний В. В., Пузирьов О. Л.; Ін–т надтв. матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України. – Заявл. 30.05.5005, Опубл. 15.12.2005, Бюл. № 12.

9. Деклараційний патент на корисну модель UA 11738 U, B24B11/10. Спосіб обробки сферичних поверхонь/ Розенберг О. О., Сохань С. В., Пузирьов О. Л.; Ін–т надтв. матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України. – Заявл. 30.05.5005; Опубл. 16.01.2006, Бюл. № 1.
10. Розенберг О. А., Сохань С. В., Пузырёв А. Л. Влияние материала притира на производительность алмазной доводки керамических материалов медицинского назначения // Сверхтв. материалы.– 2005. – № 5. – С. 71 – 78.

Поступила 25.06.07.

УДК 621.923

Ю. Д. Филатов, докт. техн. наук

Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев, Украина

ФОРМООБРАЗОВАНИЕ ПРЕЦИЗИОННЫХ ПЛОСКИХ ОПТИЧЕСКИХ ПОВЕРХНОСТЕЙ ПРИ ПОЛИРОВАНИИ

Regularities of forming surface of the article and wear of working layer of the tool depending on process and kinematical parameters of polishing, coefficients of wear of tool material for existent technological schemes of machining have been reveale . Methods of calculations of production capacity of polishing flat precise of optical articles and filling coefficients of surface of the tool by working layer, which insure its regular wear.

Введение

Повышение точности формообразования прецизионных поверхностей оптических деталей при полировании за счет управления кинематическими и режимными параметрами процесса и выбора конструкции и характеристики рабочего слоя полировального инструмента традиционно является актуальной задачей оптического производства. Существующие методики расчета интенсивности съема обрабатываемого материала при полировании, как правило, базируются на законе Престона [1–2]. Они могут применяться, если есть возможность учета распределения давления прижима обрабатываемой детали к поверхности инструмента и теоретико-экспериментального определения «технологической константы», которая по существу ею не является и зависит от конкретных условий процесса обработки. Закономерности процесса диспергирования частиц обрабатываемого материала, а также влияние технологических и конструктивных параметров, физико-химических свойств детали, инструмента и смазывающе-охлаждающей технологической среды (СОТС) на эффективность обработки неметаллических материалов при полировании рассмотрены в [3–5]. Вместе с тем, попытки исследования закономерностей формообразования взаимодействующих поверхностей детали и инструмента в процессе полирования на основе анализа процесса образования частиц шлама, их взаимодействия в контактной зоне и удаления обрабатываемого материала, несмотря на очевидные перспективы, не привели еще к изучению координатных зависимостей их износа (то есть формы взаимно притирающихся поверхностей).

Закономерности формообразования плоских оптических поверхностей при полировании

Объем V_1 удаленного при полировании материала в зависимости от координат ρ, z и времени τ определяется в соответствии с общей формулой [6]

$$V_1(\rho,\tau) = \sum_i V_{0i}\ c_i(z,\rho,\tau)\big|_{z=R\max}\ , \qquad (1)$$

где $R\max$ – максимальная высота микронеровностей обработанной поверхности;

$c_i(z,\rho,\tau)$ – концентрация частиц шлама, которая зависит от коэффициента объемного износа $\eta_i(\rho)$, размеров d_i частиц шлама, времени $\tau_c(\rho)$ их контакта с поверхностью инструмента и концентрации n_{0i} i-x частиц на поверхности детали;

V_{0i} – объем частиц шлама.

Коэффициенты объемного износа $\eta_i(\rho) = d_i^2 \big/ 4\,\beta_i^2(\rho)\,\tau_c(\rho)$ определяются величинами $\beta_i(\rho)$, которые являются решениями уравнений

$$\frac{e^{-\beta_i(\rho)^2}}{\sqrt{\pi}\ erf\ (\beta_i(\rho))} = \frac{L_t}{n_{0i}(\rho)\ S_i}\sqrt{\frac{\lambda\ T\ \tau_c(\rho)}{p_a(\rho)}}\ , \qquad (2)$$

где $p_a(\rho)$ – распределение номинального давления прижима инструмента к детали по круговым зонам радиуса ρ;

L_t – длина пути трения элемента обрабатываемой поверхности по поверхности рабочего слоя инструмента;

λ – коэффициент теплопроводности;

T – температура;

S_i – площадь поверхности i-й частицы шлама.

Интенсивность съема обрабатываемого материала при полировании неметаллических материалов в зависимости от времени обработки и радиуса круговых зон определяет форму обработанной поверхности и ее изменение во время обработки. При рассмотрении процесса формообразования оптических поверхностей воспользуемся параметрами кластерной модели [5], значениями технологических параметров настройки станка для двух вариантов взаимного расположения инструмента и обрабатываемых деталей, конструкции инструмента и известными значениями физико-химических характеристик материала детали, инструмента и СОТС.

При взаимном расположении инструмента (верхнее звено) и детали (нижнее звено) полирование плоских поверхностей деталей из стекла осуществляется на шлифовально-полировальном станке мод. 3ШП-350 по методу притира. Плотность стекла марки К8 ρ_1 = $2{,}52\cdot10^3$ кг/м^3; коэффициент теплопроводности – 0,95 Вт/(м·К); энергия связи – 3,9 эВ (90 ккал/моль); энергия кластера – 5,3 эВ; количество фрагментов O=Si=O в кластере – 96; значение константы Лифшица $\omega_{123} = 1{,}36\cdot10^{13}$ с$^{-1}$; параметр распределения частиц шлама по размерам (распределения Пуассона) – 0,74; наиболее вероятный размер частиц шлама a_v = 3,2 нм; концентрация частиц шлама – $1{,}1\cdot10^{23}$ (м$^{-2}$·с$^{-1}$). Длина пути трения элемента обрабатываемой поверхности по поверхности рабочего слоя инструмента $L_t = d_t$; скорость его относительного перемещения $u(\rho) = \omega_1\rho$; время контакта с поверхностью зерна полировального порошка (CeO_2, d_g = 1 мкм) $\tau_c(\rho) = d_g / u(\rho)$; температура в зоне контакта инст-

румента и детали T = 300 K; максимальная высота микронеровностей профиля обработанной поверхности $R\max$ = 0,1 мкм.

Распределение давления прижима по круговым зонам детали определяется формулой [7, 8]

$$p_a(\rho) = \frac{2P_0 F[\varphi_k(\rho), k_1]}{\pi D_t(\rho + e_0)\varphi_k(\rho)}, \tag{3}$$

где $F(\varphi_k(\rho), k_1)$ – неполный эллиптический интеграл 1-го рода;

$k_1 = \dfrac{2\sqrt{\rho e_0}}{\rho + e_0}$ – модуль интеграла;

функция покрытия –

$$\varphi_k(\rho) = \begin{cases} \pi, & \rho \le D_t/2 - e_0 \\ \arccos\left(\dfrac{\rho^2 + e_0^2 - (D_t/2)^2}{2\rho e_0}\right), & \dfrac{D_t}{2} - e_0 < \rho < \dfrac{D_t}{2} + e_0 \\ 0, & \rho \ge D_t/2 + e_0 \end{cases}. \tag{4}$$

Путем решения численными методами уравнения (2) и определяя коэффициент объемного износа $\eta_i(\rho)$, рассчитаны объемы V_1 материала, удаленного при полировании за 1 с, в зависимости от радиуса круговых зон ρ.

Средняя величина объема снятого за 1 с материала $Q_s = \dfrac{2}{D_s}\int_0^{D_s/2} V_1(\rho, \tau = 1)d\rho = 1{,}9\cdot10^{-10}$ м^3/с незначительно отличается (погрешность расчета δ_1 = 13 %) от экспериментального значения производительности съема стекла $Q_e = 1{,}7\cdot10^{-10}$ м^3/с (линейный съем Δh = 0,4 мкм/мин) при полировании (табл., п. 1).

Форма, которую приобретает обрабатываемая поверхность детали за время полирования t_0 = 15 мин при такой зависимости съема $V_1(\rho, t_0)$, является вогнутой сферической («яма»). Общее отклонение от плоскостности, которое формируется за единицу времени, оценивается величиной $\delta h_1 = \dfrac{V_1(D_s/2) - V_1(0)}{S}$ = – 0,73 мкм/мин (S – суммарная площадь обрабатываемых поверхностей), а неплоскостность обработанной поверхности одной детали за время полирования t_0 составляет 4–5 интерференционных колец ($\delta N_1 = \delta h_1\left(\dfrac{d_l}{D_s}\right)^2 t_0$ = 1,2 мкм или N = 4,86 интерференционных кольца).

Для определения скорости износа рабочего слоя инструмента в зависимости от координат его круговых зон r использовалось уравнение, полученное в рамках физико-статистической модели образования и удаления частиц износа [15, 16]:

$$V_2(r) = \frac{\xi_W}{\rho_2 S_k} p_a(r) L_2(r), \tag{5}$$

где: $\xi_W = \dfrac{\xi}{p_a}$, $\xi = \rho_2 \cdot \eta_2$ – коэффициенты удельного и массового износа соответственно;

ρ_2 – плотность полировального инструмента (CeO_2);

$L_2(r) = L_2$ – длина пути трения элемента рабочего слоя інструмента по обрабатываемой поверхности (длина дуги на среднем радиусе детали).

Уравнение (5) можно представить в виде

$$V_2(r) = \frac{L_2 \eta_2(r) p_a(r)}{S_k \overline{p_a} k_i(r)}, \qquad (6)$$

где: $\eta_2(r)$ – коэффициент объемного износа инструмента;

S_k – номинальная площадь контакта поверхностей инструмента и детали (площадь рабочего слоя инструмента);

$k_i(r)$ – коэффициент заполнения поверхности инструмента рабочим слоем (элементами ЭП1-АКВАПОЛ).

Распределение номинального давления прижима инструмента к детали по круговым зонам радиуса r и его среднее значение определяются формулами [7, 8]:

$$p_a(r) = \frac{P_0}{\pi D_t r}; \quad \overline{p_a} = \frac{2}{D_t - d_0} \int_{d_0/2}^{D_t/2} p_a(r) dr . \qquad (7)$$

Коэффициент объемного износа инструмента определялся, исходя из решения уравнений (2), с учетом известных значений плотности полировального порошка (полирита) – $6{,}7 \cdot 10^3$ кг/м^3; коэффициента теплопроводности – 0,1 Вт/(м·К); энергии кластера – 6,7 эВ; количества фрагментов CeO_2 в кластере – 117; наиболее вероятного размера частиц износа 3,1 нм и площади их поверхности $S_i = 29{,}4 \cdot 10^{-18}$ м^2. Длина пути трения элемента поверхности рабочего слоя инструмента по обрабатываемой поверхности $L_{t2} = a_v$; скорость его относительного перемещения $u_2(r) = \frac{2\omega_1 r E(r, k_2)}{\pi}$; ($E(r,k_2)$ – полный эллиптический интеграл 2-го рода; $k_2 = \frac{e_0}{r}$ – модуль интеграла) и время контакта $t_c(r) = a_v / u_2(r)$. Коэффициент заполнения поверхности инструмента рабочим слоем, при котором достигается его равномерный износ, в соответствии с [7] определяется формулой

$$k_i(r) = \left[E(r, k_2)\right]^{-1},$$

которая для рассматриваемого случая может быть выражена следующей приближенной зависимостью ([r] – м):

$$k_i(r) = \begin{cases} 0, & r < 0{,}01 \\ 0{,}8, & 0{,}01 \le r \le 0{,}02 \\ 0{,}66, & r > 0{,}02 \end{cases}.$$

В результате расчета показано, что усредненная величина скорости износа рабочего слоя инструмента $V_{2s} = \frac{2}{D_t} \int_0^{D_t/2} V_2(r) dr = 2{,}0 \cdot 10^{-9}$ м/с удовлетворительно согласуется с экспериментальными данными, полученными при полировании оптических деталей в описанных выше условиях ($2{,}5 \cdot 10^{-9}$ м/с; линейный износ $\Delta s = 0{,}15$ мкм/мин; погрешность расчета $\delta_2 = 20$ %). При этом форма рабочей поверхности инструмента является выпуклой («бугор»), общее отклонение от плоскостности за время полирования t_0 составляет

$$\delta N_2 = \left[V_2(D_t/2) - V_2(0)\right] \cdot t_0 = 0{,}9 \text{ мкм}.$$

Коэффициент относительного износа $f = \Delta s / \Delta h = 0{,}38$. Коэффициент равномерности износа инструмента [7] $\sigma = \left| 1 - \frac{V_2(0)}{V_2(D_t/2)} \right| = 0{,}5$ (табл., п. 1).

При расположении инструмента в нижнем положении и детали – в верхнем характер износа поверхности рабочего слоя инструмента и форма обрабатываемой плоской поверхности детали в процессе полирования по методу притира противоположны приведенным выше. Анализ точности формообразования плоских оптических поверхностей и характера износа рабочего слоя полировального инструмента, как и в предыдущем случае, выполняется на основе кластерной модели износа [5] взаимопритирающихся поверхностей инструмента и детали и физико-статистической модели образования и удаления частиц износа [6].

При решении уравнений (1)–(2) учитывалось, что скорость относительного перемещения инструмента и детали выражается формулой $u(\rho) = \dfrac{2\omega_2 \rho E(\rho, k_3)}{\pi}$ ($E(\rho, k_3)$ – полный эллиптический интеграл 2-го рода; $k_3 = \dfrac{e_0}{\rho}$ – модуль интеграла; ω_2 – угловая скорость вращения инструмента), а распределение давления прижима по круговым зонам детали определяется формулой (7) при замене $\rho \to r$ и $D_t \to D_s$.

Для определения скорости износа рабочего слоя инструмента в зависимости от координаты r – радиуса круговых зон в соответствии с формулой (6) и расчета коэффициента объемного износа инструмента $\eta_2(r)$ учитывались зависимости относительной скорости перемещения инструмента и детали $u_2 = \omega_2 r$, распределение давления прижима детали к инструменту:

$$p_a(r) = \frac{2P_0 F(\psi_k(r), k_4)}{\pi D_s (r + e_0)\psi_k(r)}, \tag{8}$$

где $F(\psi_k(r), k_4)$ – неполный эллиптический интеграл 1-го рода;

$k_4 = \dfrac{2\sqrt{re_0}}{r + e_0}$ – модуль интеграла;

$\psi_k(r)$ – функция покрытия, совпадающая с $\varphi_k(\rho)$ (формула (4)) при замене $\rho \to r$ и $D_t \to D_s$.

Коэффициент заполнения поверхности инструмента рабочим слоем, при котором достигается его равномерный износ, в соответствии с [7–8] определяется уравнением

$$k_i(r) = \frac{4\psi_k(r)}{5\pi F(\psi_k(r), k_4)} \cdot \frac{r + e_0}{r},$$

которое может быть выражено приближенной формулой ([r] – м):

$$k_i(r) = \begin{cases} 0{,}43, & r < 0{,}03 \\ 0{,}25, & 0{,}03 \le r \le D_t/2 \\ 0, & r > D_t/2 \end{cases}.$$

Результаты расчета параметров точности формообразования поверхностей оптических деталей и характеристик износа полировального инструмента в зависимости от конструктивных параметров инструментов и деталей, а также режимных и кинематических параметров настройки станка при обработке плоских поверхностей по методу притира, когда деталь расположена сверху, а инструмент – снизу, представлены в табл. (п.п. 2–4).

Параметры точности формообразования обработанных поверхностей оптических деталей из стекла и характеристики износостойкости полировального инструмента

№ пп	Конструктивные параметры инструмента и деталей	Технологические параметры настройки оборудования	Параметры точности формообразования обработанных поверхностей	Характеристики износостойкости инструмента
1	*Деталь* (внизу): Стекло К8, D_s = 180 мм, d_l = 60 мм. *Инструмент*: D_t = 150 мм, d_t = 10 мм, N_t = 66-ЭП1.	P_0 = 250 Н, ω_1 =20,9 $с^{-1}$, ω_2=18,9 $с^{-1}$, L= 30 мм, e_0 = 10 мм, t_0 = 15 мин, СОТС – вода.	Q_s =1,9·10^{-10} $м^3$/с, Δh =0,4 мкм/мин, δ_1 = 13 %, N = – 4,86, $N_{эксп}$ = 4–5 интерференционных колец.	V_{2s}=2,0·10^{-9} м/с, Δs = 0,15 мкм/мин, δ_2 = 20 %, f = 0,38, δN_2 =0,9 мкм, σ = 0,5.
2	*Деталь* (вверху): Стекло К8, ТК14, D_s = 350 мм, d_l = 17 мм. *Инструмент*: D_t = 350 мм, d_t = 10 мм, N_t = 135-ЭП1.	P_0 = 350 Н, ω_1=8,4 $с^{-1}$, ω_2=10,5 $с^{-1}$, L= 100 мм, e_0 = 20 мм, t_0 = 60 мин, СОТС – вода.	Q_s =3,9·10^{-10} $м^3$/с, Δh =0,3 мкм/мин, δ_1 = 19 %, N = – 0,55, $N_{эксп}$ = 1–3 интерференционных кольца.	V_{2s}=4,7·10^{-9} м/с, Δs = 0,25 мкм/мин, δ_2 = 12 %, f = 0,8, δN_2 =1,6 мкм, σ = 0,3.
3	*Деталь* (вверху): Стекло К8, К14, D_s = 320 мм, d_l = 15 мм. *Инструмент*: D_t = 350 мм, d_t = 10 мм, N_t = 200-ЭП1.	P_0 = 450 Н, ω_1=8,4 $с^{-1}$, ω_2=10,5 $с^{-1}$, L = 125 мм, e_0 = 20 мм, t_0 = 60 мин, СОТС – вода.	Q_s =5,6·10^{-10} $м^3$/с, Δh =0,4 мкм/мин, δ_1 = 5 %, N = – 0,9, $N_{эксп}$ = 1–2 интерференционных кольца.	V_{2s}=2,2·10^{-9} м/с, Δs = 0,15 мкм/мин, δ_2 = 15 %, f = 0,38, δN_2 =1,5 мкм, σ = 0,22.
4	*Деталь* (вверху): Стекло К108, К14 D_s = 150 мм, d_l = 17 мм. *Инструмент*: D_t = 170 мм, d_t = 10 мм, N_t = 36-ЭП1.	P_0 = 200 Н, ω_1=18,9 $с^{-1}$, ω_2=20,9 $с^{-1}$, L = 25 мм, e_0 = 10 мм, t_0 = 30 мин, СОТС – вода.	Q_s =1,1·10^{-10} $м^3$/с, Δh =0,3 мкм/мин, δ_1 = 18 %, N = – 3,56, $N_{эксп}$ = 3–5 интерференционных колец.	V_{2s}=7,0·10^{-9} м/с, Δs = 0,35 мкм/мин, δ_2 = 18 %, f = 1,2, δN_2 =1,1 мкм, σ = 0,09.

При полировании плоских поверхностей оптических деталей различного назначения и конструкции инструментами со связанным полировальным порошком производительность съема стекла Q_s = (1,1-5,6)·10^{-10} $м^3$/с (величина линейного съема Δh =0,3–0,4 мкм/мин) линейно возрастает, а скорость износа рабочего слоя инструмента V_{2s}=(2,2–7,0)·10^{-9} м/с (величина линейного износа Δs = 0,15–0,35 мкм/мин; коэффициент относительного износа f = 0,38–1,10) линейно уменьшается при увеличении площади контакта взаимопритирающихся поверхностей инструмента и детали, то есть количества полировальных элементов ЭП1-АКВАПОЛ.

Зависимости производительности полирования оптических деталей из стекла марки К8 (в $м^3$/с), скорости износа рабочего слоя инструмента (в м/с) и коэффициента относитель-

ного износа от количества полировальных элементов на рабочей поверхности инструмента аппроксимированы следующими функциями:

$$\begin{pmatrix} Q_s \\ V_{2s} \\ f \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 2{,}75 \cdot 10^{-12} \\ -\,0{,}3 \cdot 10^{-10} \\ -\,4{,}9 \cdot 10^{-3} \end{pmatrix} N_t + \begin{pmatrix} 13 \cdot 10^{-12} \\ 82 \cdot 10^{-10} \\ 1{,}4 \end{pmatrix}.$$

Точность формы полированных поверхностей оптических деталей оценивается величиной отклонения от плоскостности N = 3–5 интерференционных колец, а коэффициент равномерности износа рабочего слоя инструмента при этом составляет σ = 0,09 – 0,30.

Выводы

В результате исследования закономерностей прецизионного формообразования плоских поверхностей оптических деталей показано, что для описания координатных зависимостей интенсивности съема обрабатываемого материала с поверхности детали и скорости износа рабочего слоя инструмента, которые определяют их форму и ее изменение во время процесса обработки, вместо традиционного решения уравнения Престона целесообразно использовать физико-статистическую модель образования и удаления частиц шлама обрабатываемого материала и частиц износа рабочего слоя инструмента, а также основные положения кластерной модели.

Расчеты количества частиц шлама и частиц износа инструмента, определение их размеров, исследование функции распределения по площадям поверхности и коэффициентов объемного износа обрабатываемого материала и инструмента в зависимости от кинематических и режимных параметров процесса полирования позволили с достаточной степенью точности (погрешности не более 20 %) рассчитать координатную зависимость съема обрабатываемого материала и форму обработанной поверхности. Представленная методика расчета показателей формообразования поверхностей оптических деталей может быть использована как для прогнозирования точности формы плоских поверхностей, так и для разработки технологических процессов их полирования и оптимизации конструкции рабочего слоя инструментов со связанными полировальными порошками.

Литература

1. Komanduri R., Lucca D. A., Tani Y. Technological Advances in Fine Abrasive Processes / Annals of the CIRP.– 1997. – N 46/2. – P. 545–596.
2. ITIRM as a tool for qualifying polishing processes / Oliver W. Fahnle, Torsten Wons, Evelyn Koch, Sebastien Debruyne, Mark Meeder, Silvia M. Booij and Joseph J. M. Braat // Applied Optics.– 41**,** N 19/1, July 2002. – P. 4036–4038.
3. Filatov Yu. D. Mechanism of formation of surface microrelief in machining glass // Soviet Journal of superhard materials.– 13, N 5, 1991. – P. 63–67.
4. Rogov V. V., Filatov Yu. D., Kottler W., Sobol V. P. New technology of precision polishing of glass optic // Optical Engineering. – 40, August 2001. – P. 1641–1645.
5. Filatov Yu. D. Polishing of aluminosilicate materials with bound abrasive tools // Journal of superhard materials (Allerton Press, New York). – 23, N 3. – 2001 – P. 32–42.
6. Filatov Yu. D. and Sidorko V. I. Statistical approach to wear of nonmetallic workpiece surfaces in polishing // Journal of superhard materials.– 27, N 1.– 2005. – P. 53–60.
7. Filatov Yu. D. Ensuring the accuracy of profiling flat optical surface in lapping // Soviet Journal of superhard materials.– 13, N 4.– 1991.– P. 62–66.
8. Филатов Ю. Д. Определение оптимальной формы инструмента при полировании плоских оптических поверхностей / Трение и износ.– 12, N 3.– 1991.– С. 452–458.

Поступила 12.06.07.

УДК 004.942:621.785:621.9.025.7

В. А. Дутка, канд. техн. наук; **А. Л. Майстренко,** докт. техн. наук;
В. М. Колодніцький, канд. фіз.-мат. наук; **В. А. Лукаш,** канд. техн. наук;
Л. М. Вировець, інж.

Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, м. Київ, Україна

АНАЛІЗ ТЕМПЕРАТУРНОГО ПОЛЯ У ТВЕРДОСПЛАВНОМУ РІЗЦІ В ПРОЦЕСІ ЙОГО ІНДУКЦІЙНОГО ПАЯННЯ ТА НЕІЗОТЕРМІЧНОГО ГАРТУВАННЯ

The results of numerical investigation of temperature field in cutters with the hard-alloy inserts during three stages of thermal treatment – induction soldering, cooling in air and hardening in liquid medium are presented. The inductor configuration for induction soldering and creation temperature field for hardening is obtained. The numerical simulation of temperature field in cutter body during hardening-process for two cases of choice of the hardening compound is considered: 1 case – water solution of salt and alkali, and 2 case – liquid nitre. It is shown, that in two cases the temperature fields in steel cutter body are analogous in the same time moments in begin of hardening-process. It follows that in two cases in the same time moments in begin of hardening-process the analogous structural transformation will occur. Bat with time the analogy of temperature fields in steel cutter body in two cases of hardening disappears.

На заключному етапі виготовлення твердосплавних різців (рис. 1) для дорожньо-фрезерних машин є важливою їх термічна обробка, яка складається із трьох послідовних стадій. На першій стадії здійснюється індукційне паяння різця [1], на другій стадії відбувається остигання різця на повітрі при перенесенні його від індуктора в рідку охолоджувальну суміш для загартовування і на третій стадії проводиться різке охолодження різця в процесі його ізотермічного гартування в розчині солей і/або основ.

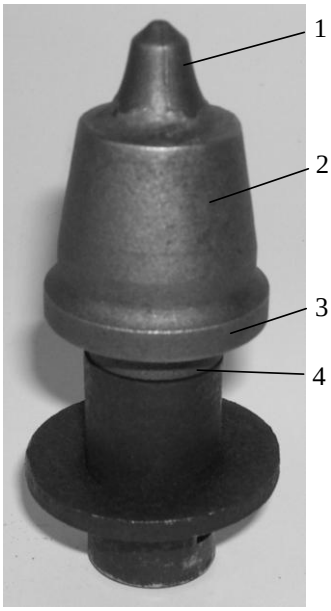


Рис. 1. Різець для оснащення дорожньо-фрезерних машин: 1 – твердосплавна вставка; 2 – державка; 3 – буртик; 4 – зона за буртиком різця.

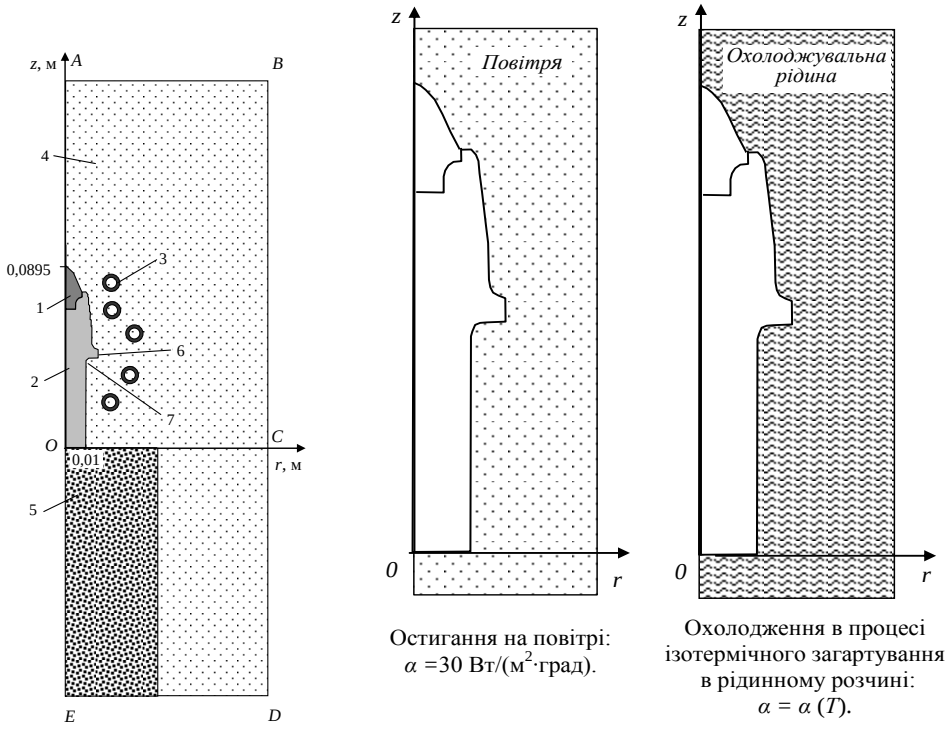
На першій стадії процес індукційного нагрівання різця проводять таким чином, щоб, по-перше, за відносно короткий час (≈ 60 с) забезпечити якісне припаювання твердосплавної вставки *1* до сталевої державки *2* різця (див. рис. 1) і, по-друге, в кінці другої стадії забезпечити в зоні закріплення різця на ріжучому барабані дорожньо-фрезерної машини – в зоні *4* за буртиком *3* різця – температуру для загартовування близько 870 ºС [2]. Якщо для припаювання вставки використовують припій МНМц 68-4-2-ТУ-48-21-674–80, то в кінці першої стадії на всій поверхні контакту вставки з державкою слід забезпечити рівень температури його плавлення не менше 930 ºС [3, 4].

Крім того, на першій стадії треба провести індукційне нагрівання таким чином, а тривалість другої стадії вибрати такою, щоб в кінці другої стадії рівень температури в зоні припаювання вставки до державки різця був нижчим на 15–20 градусів від температури плавлення припою. Тривалість другої стадії вибирається по можливості якнайкоротшою (з точки зору досягнення високої продуктивності праці), однак з таким розрахунком, щоб реалізувати вказані вище умови, а також щоб не перевищити допустимої швидкості нагрівання твердосплавної

вставки, про що відзначено в [1]. Реалізація процесу термообробки різця на перших двох стадіях здійснюється шляхом вибору конфігурації індуктора (кількість витків обмотки індуктора, їх розміри та розміщення відносно різця) і параметрів режиму нагрівання (частота електромагнітного поля індуктора, сила струму в індукторі).

Тривалість третьої стадії термообробки залежить від теплофізичних властивостей охолоджувальної суміші, її температури, способу охолодження і т. п. Оскільки від структурних перетворень в державці різця, що відбуваються на третій стадії, прямо залежать характеристики його міцності, а структурні перетворення визначаються переважно характером температурного поля та швидкістю його зміни, то з метою забезпечення високої міцності готового різця є важливим дослідження його температурного поля в процесі термічної обробки.

В [1] представлено результати попередніх чисельних досліджень температурного поля твердосплавного різця під час його індукційного паяння. Нижче наведено результати комп'ютерного дослідження температурного поля твердосплавного різця на всіх трьох стадіях його термічної обробки. Розрахункові просторові області для кожної із стадій термообробки наведені на рис. 2.



а *б* *в*

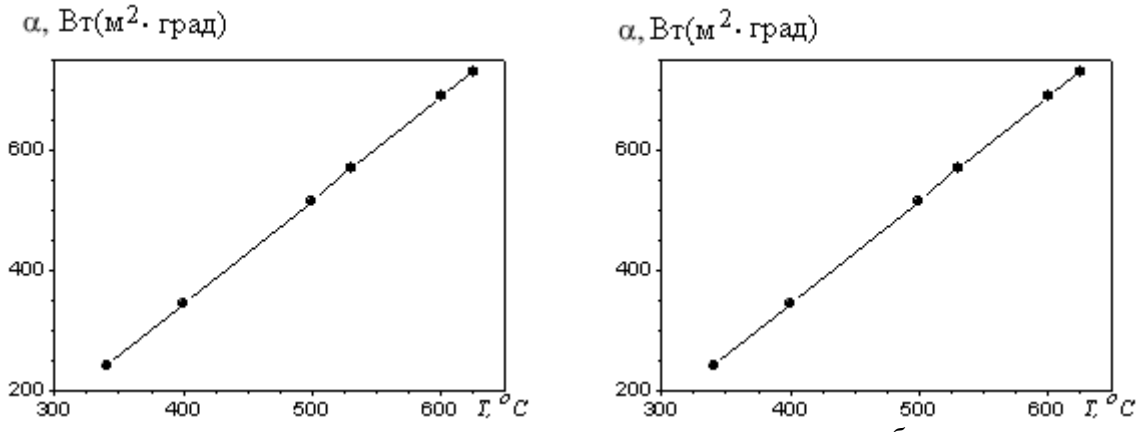
Рис. 2. Розрахункові схеми (половина осьового перерізу): а – індукційного нагрівання різця; б – остигання різця на повітрі; в – охолодження різця в процесі гартування в розчині солей і/або основ: 1 – вставка різця (твердий сплав марки ВК); 2 – державка різця (сталь 35ХГСА); 3 – витки індуктора (мідь); 4 – навколишній повітряний простір; 5 – підставка; 6 – буртик державки різця; 7 – зона поверхні різця біля буртика.

Схему *а* використовували для розрахунків характеристик електромагнітного та теплового полів в тілі різця на першій стадії його термічної обробки, при цьому розглядалась осесиметрична чисельна модель [1]. В процесі індукційного нагрівання різець знаходиться на підставці *5* із термостійкого матеріалу (вогнетривка цегла). В обчисленнях межу *ABCDE* розрахункової області було вибрано на такій відстані від індуктора *3* і різця, що в точках цієї межі електромагнітне поле практично зникає (величини його характеристик майже на два порядки менші, ніж в області джерела електромагнітного поля – індуктора).

В обчисленнях геометричні параметри трубки індуктора, частоту електромагнітного поля в індукторі, значення теплофізичних властивостей матеріалів та величину коефіцієнта конвективного теплообміну на бічній поверхні різця і поверхнях вогнетривкої цегли було вибрано такими ж, як і в [1]. З метою забезпечення вказаних вище умов для загартування твердосплавного різця було проведено серію числових експериментів по вибору конфігурації індуктора та режиму нагрівання. Одна із таких конфігурацій наведена на рис. 2,*а*: п'ять витків обмотки індуктора та координати їх центрів (у метрах): першого (верхнього) витка – (0,023; 0,08), другого – (0,023; 0,068), третього – (0,033; 0,056), четвертого – (0,032; 0,034), п'ятого – (0,022; 0,022). Діюча величина електричного струму в індукторі становила 450 А.

Для чисельного дослідження теплового стану різця на другій стадії термообробки – в процесі перенесення його від індуктора у ємність з охолоджувальною рідиною – використовували розрахункову схему *б* (рис. 2). При цьому враховували, що конвективний теплообмін відбувається на всій поверхні різця, а величину коефіцієнта конвективного теплообміну вибирали такою ж, як і на першій стадії.

Аналогічну схему обчислень розподілу температури в різці використовували і для третьої стадії – процесу загартування в охолоджувальній рідині (у водяному розчині солей і основ, у рідкій селітрі) з температурою, близькою до 300 ºС. У цьому разі, як показує аналіз літературних джерел [5, 6], величина коефіцієнта конвективного теплообміну α істотно залежить від температури поверхні тіла, що охолоджується, від хімічного складу охолоджувальної рідини, її температури і т. п. Для числових експериментів було вибрано два випадки застосування охолоджувальних рідин, коефіцієнти конвективного теплообміну α металевих тіл в яких мають діаметрально протилежний характер температурної залежності. В першому випадку було вибрано водяний розчин солей і основ, а в другому – рідку селітру. Для обох випадків температурну залежність коефіцієнта α [6] зображено графічно на рис. 3.



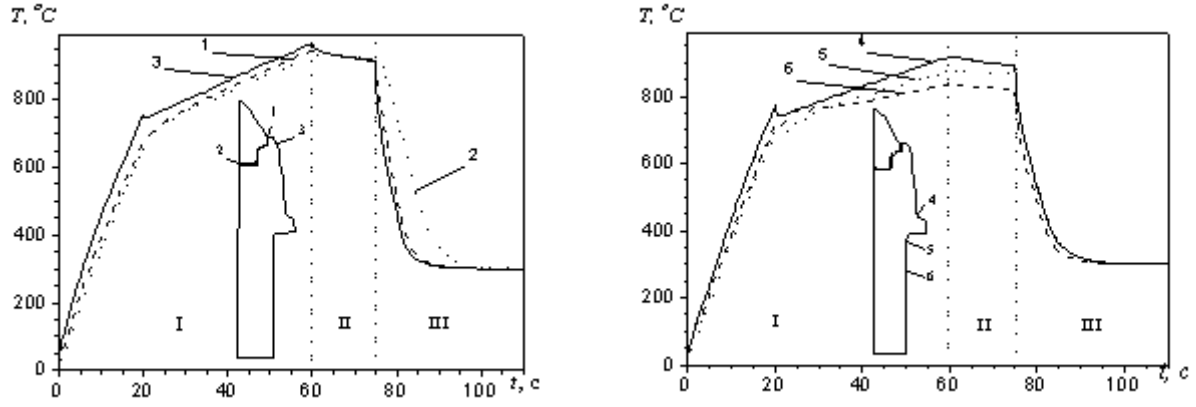
а *б*

Рис. 3. Залежність коефіцієнта конвективного теплообміну від температури поверхні металевого зразка під час охолодження його у водяному розчині солей і основ (а) та в розплавленій селітрі (б).

За зменшення температури до 300 ºС величина коефіцієнта конвективного теплообміну у водяному розчині зростає. Це пояснюється тим, що за температур 200–300 ºС відбувається кипіння води з утворенням плівки біля охолоджуваної поверхні, яке переходить у кипіння з утворенням бульбашок, що приводить до перемішування рідини та відповідно інтенсифікації теплообміну [5]. Цілком протилежною за характером є температурна залежність коефіцієнта теплообміну в розчині селітри за температур, що перевищують 300 ºС (рис. 3, *б*): зі збільшенням температури коефіцієнт α зростає згідно з лінійною залежністю: $\alpha(T) = -395 + 1{,}98T$.

На рис. 4 наведено графіки зміни в часі температури в характерних точках тіла різця в тому разі, коли на стадії гартування різця процес охолодження відбувається в водяному роз-

чині солей і основ. Римськими цифрами I, II і III позначено відповідно першу, другу і третю стадії термічної обробки. Видно, що як було відзначено в [1], на першій стадії можна виділити два часових проміжки: один проміжок триває від початку індукційного нагрівання $t = 0$ до моменту $t_{мп}$ досягнення на поверхні державки різця температури магнітних перетворень, а другий – практично від моменту $t_{мп}$ до кінця нагрівання t_1. На цих проміжках швидкість нагрівання має суттєво різні величини: швидкість нагрівання на першому проміжку майже вп'ятеро більша, ніж в другому.



а *б*

Рис. 4. Температурний режим контрольних точок 1, 2, 3 (а) та 4, 5, 6 (б) тіла різця в процесі його індукційного нагрівання (0–60 с), охолодження на повітрі (60–75 с) та під час охолодження у водяному розчині солей і основ (75–105 с).

На II-й стадії – стадії остигання різця на повітрі – відбувається, по-перше, вирівнювання температури в різці і, по-друге, плавне зниження температури із бігом часу (див. рис. 4). Причому температура в точках поверхні припаювання твердосплавної вставки до державки різця практично стає однаковою (точки *1* і *2*, рис. 4,*а*) і знижується в процесі остигання на 20–30 °С (рис. 5, *а, б*).

Температура в зоні за буртиком різця (точка 5, рис. 4,*б*) зменшується незначно (на 5–7 ºС) і досягає в кінці другої стадії рівня, близького до 870 ºС, який рекомендується для загартування сталі 35ХГСА [2]. Слід зазначити, що характер температурного поля на першій і другій стадіях для першого випадку такий саме, як і для другого.

На III-й стадії – у разі охолодження різця у водяному розчині солей і основ – відбувається за короткий час (≈ 8 с, див. рис. 4, рис. 5, *г*) різке зниження (майже на 500 ºС) температури поверхні твердосплавної вставки та частини поверхні державки різця, яка простягається від буртика державки різця до вставки. Менш повільно відбувається зниження температури у внутрішніх точках об'єму різця. Як показують результати розрахунків, вже за 15 с після початку загартування майже на всій поверхні різця температура дорівнює температурі охолоджувальної рідини, а вже через 30 с остигання практично завершується (рис. 5,*г*). Швидкоплинність процесу остигання різця пояснюється тим, що в цьому разі за зменшення температури поверхні до 300 ºС суттєво збільшується інтенсивність конвективного теплообміну (майже в шість разів).

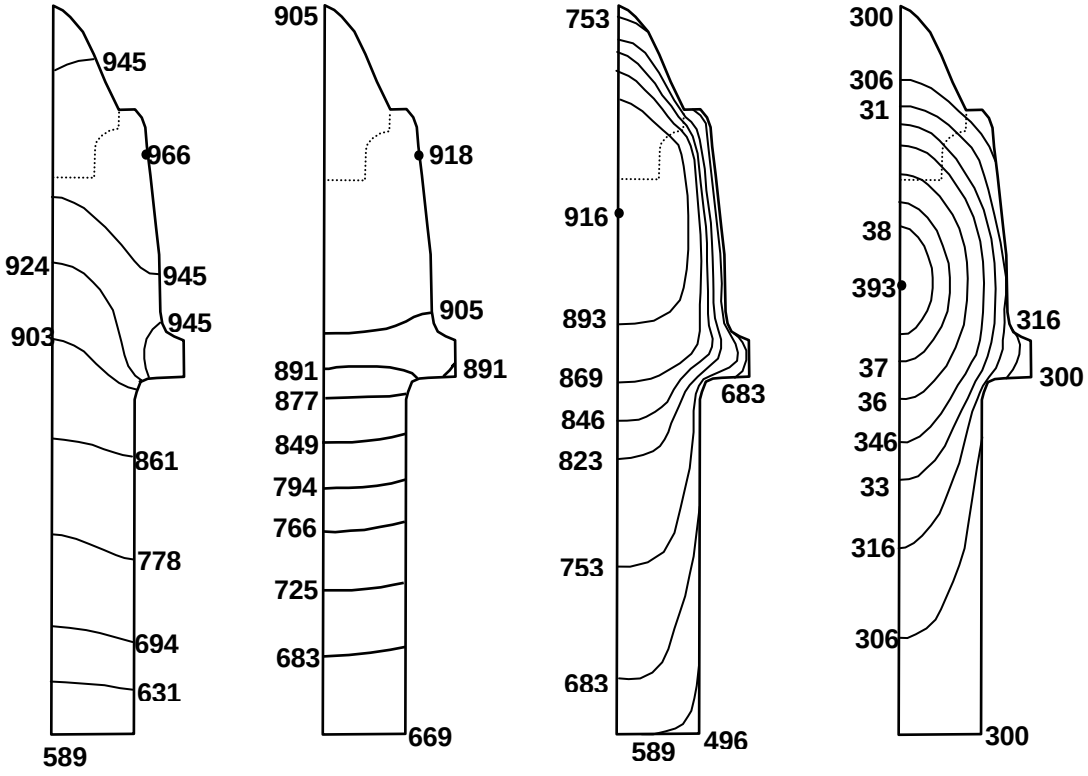
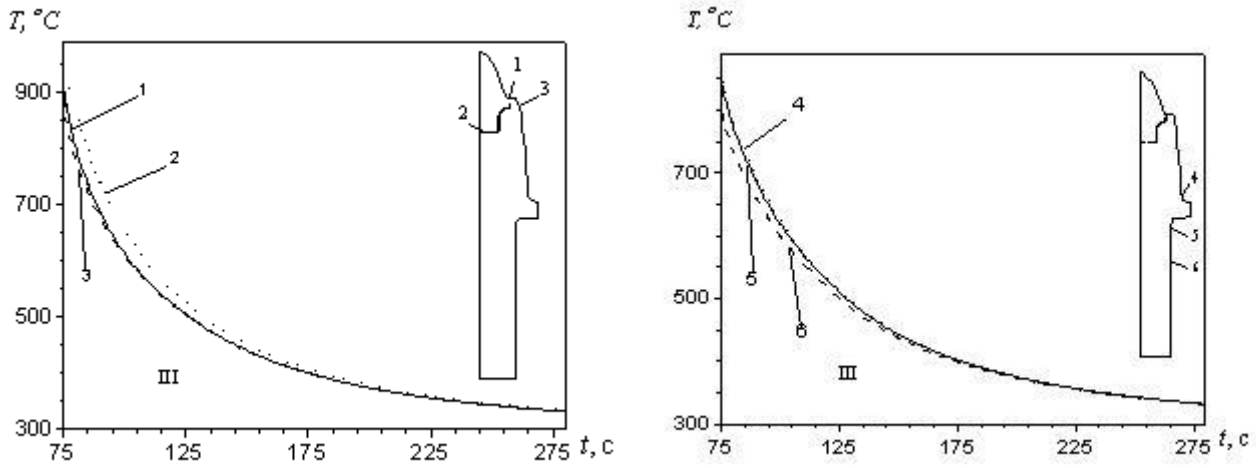


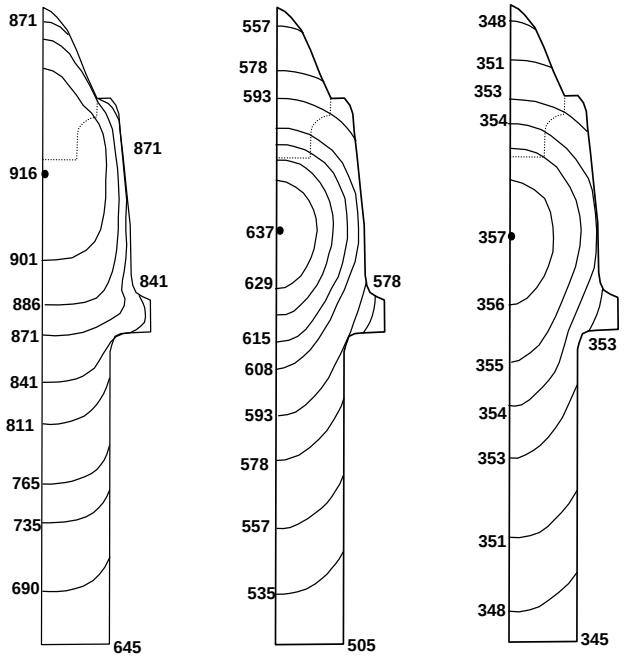
Рис. 5. Розподіл температури у вставці та в державці різця в різні моменти часу: а, б –стадія остигання на повітрі в моменти часу 60 і 75 с та в, г – стадія гартування у водяному розчині солей і основ у моменти часу 76 і 90 с відповідно.

У разі гартування різця у рідкій селітрі в початкові моменти (75–77 с) спостерігається також різке зниження температури поверхні твердосплавної вставки та частини поверхні державки різця, котра знаходиться між буртиком та вставкою (рис. 6 та рис. 7,*а*). Причому, як видно із рис. 5,*в* і рис. 7,*а*, у разі охолодження у водяному розчині солей і основ та охолодження в розчині селітри спостерігаються подібні картини розподілу температури в тілі твердосплавної вставки і частині об'єму державки різця від буртика до вставки в однакові початкові моменти загартування.



а *б*

Рис. 6. Зміна в часі температури контрольних точок різця у разі застосування рідкої селітри з температурою 300 ºС.



а *б* *в*

Рис. 7. Розподіл температури у вставці та в державці різця в різні моменти часу t (с) під час гартування у розчині селітри (стадія III (75–260 с), див. рис. 6): а – 75,8; б – 105; в – 230 с.

Це пов’язано з тим, що в початкові моменти загартування на вказаній частині поверхні різця (котра нагріта до температур 850–900 ºС) значення коефіцієнтів конвективного теплообміну для двох випадків вибору гартувальної рідини, що розглядаються, є близькими між собою. Тобто протягом декількох секунд на початку гартування швидкості зміни температури в об’ємі різця від буртика до вставки для обох розглянутих випадків охолодження є практично однаковими. Як відомо [6], рівень температури та швидкість її зміни визначальним чином впливають на структурні перетворення в металі. Тому на основі отриманих результатів обчислень можна зробити висновок, що у обох випадках гартування, що розглядаються, – як у разі застосування водяного розчину солей і основ, так само й рідкої селітри, – на початку процесу загартування різця в державці відбуватимуться практично однакові структурні перетворення.

Таким чином, із бігом часу в тілі державки різця у двох розглянутих випадках гартування в однакові моменти спостерігаються різні картини як значень температурного поля, так і швидкості його зміни. Тому можна зробити висновок, що з часом в державці різця у вказаних двох випадках використання гартувальних рідин відбуватимуться вже різні структурні перетворення.

Отримані результати обчислень можуть бути використані для оптимізації процесу термічної обробки твердосплавних інструментів дорожньо-фрезерних машин та для подальших досліджень структурних перетворень у них в процесі гартування.

Висновки

В результаті проведення обчислень отримано конфігурацію індуктора для створення в процесі індукційного паяння на поверхні та в тілі різця розподілу температури, потрібного для його наступного загартування. Виконано чисельний аналіз температурного поля твердосплавного різця на трьох стадіях його термічної обробки в процесі індукційного паяння та загартування для двох випадків вибору рідинних середовищ (в першому випадку – водяний розчин солей і основ, у другому – рідка селітра), котрі характеризуються діаметрально протилежною температурною залежністю коефіцієнта конвективного теплообміну.

Показано, що як у разі гартування різця у водяному розчині солей і основ, так і під час гартування його в рідкій селітрі, на початку процесу (декілька секунд) в однакові моменти часу в тілі сталевої державки різця спостерігаються майже однакові картини температурного поля та швидкості його зміни. Звідси випливає, що в обох випадках на початку процесу гартування в однакові моменти часу в тілі різця відбуватимуться практично однакові структурні перетворення. Однак із бігом часу такої аналогії характеру температурного поля державки різця для розглянутих випадків не спостерігається.

Література

1. Майстренко А. Л., Дутка В. А., Колодніцький В. М. та ін. Забезпечення високої міцності різців з твердосплавними вставками на основі комп'ютерного моделювання індукційного паяння // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – Вып. 9. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2006. – С. 333–337.
2. Общетехнический справочник / Е. А. Скороходов, В. П. Законников, А. Б. Пакнис и др., под ред Е. А. Скороходова. – 4-е изд. – М.: Машиностроение, 1989. – 512 с.
3. РТМ 8–80. Основные конструкторские нормы. – К.: ИСМ НАН Украины, 1980. – 277 с.
4. Крапивин М. Г., Раков И. Я., Сысоев Н. И. Горные инструменты. – М.: Недра, 1990. – 256 с.
5. Казакявичюс К. А., Нарбутене Д. В., Часовской Е. Н. и др. Сопротивление нитридкремниевой керамики термоудару // Пробл. прочности. – 1988. – № 11. – С. 57–60.
6. Шмыков А. А. Справочник термиста. – М.: Машгиз, 1961. – 392 с.

Поступила 03.07.2007.

УДК 621.893 : 539.62

В. П. Бондаренко, член.-кор. НАН Украины; **И. В. Андреев,** асп.;
В. И. Бондарь, инж.

Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев, Украина

ПЕРСПЕКТИВЫ ПОВЫШЕНИЯ ПОВЕРХНОСТНОЙ ПРОЧНОСТИ И ПРОТИВОЗАДИРНОЙ СТОЙКОСТИ ТРИБОТЕХНИЧЕСКИХ КОМПОЗИТОВ

Fracturing behaviors of the surface stratums of materials for abrasion with weighing materials of the high module at their dray friction and perspectives directions of a heightening of their surface strength and durability to a score are observed.

Объёмное разрушение материала протекает путём возникновения, развития, накопления до критической величины, переплетения и пересечения микродефектов в структуре исходного материала, приводящих к акту макроразрушения детали или конструкции. При этом химический состав материала в местах микро- и макроразрушений остаётся практически неизменным. Относительная простота этих явлений способствовала тому, что проблема объёмной прочности материалов является чётко очерченной и в теоретическом плане получила значительное развитие.

Понятие поверхностного разрушения материалов при трении не является столь однозначным. Здесь нет чёткого представления об объекте разрушения, затруднено прямое наблюдение процессов, происходящих в нём. Кроме того, наблюдается существенное влияние внеш-

ней среды на всех этапах протекания процессов деформирования и разрушения. В связи с этим в ранних работах при описании процессов трения разрабатывались упрощённые модели, в которых сложный процесс трения представлялся одним из возможных элементарных актов взаимодействия трущихся поверхностей. Предложенные модели базировались на упругопластической деформации [1], микрорезании [2], сваривании [3], отрыве атомов, плавлении [1], пластическом оттеснении [4], образовании плазмы, действии сил Ван-дер-Ваальса и т.п.

Дальнейшее развитие науки о трении было сконцентрировано на глубоком изучении взаимодействия поверхностей на отдельных стадиях процесса: статическом контакте, начале движения, приработке, стационарном режиме, повреждаемости.

Молекулярно-механической природе трения посвящены работы школы И. В. Крагельского, в основу которых положены различные модели шероховатых поверхностей (сферическая, стержневая, коническая, эллипсоидальная и др.). Это позволило количественно оценить фактическую площадь контакта при упругом и пластическом деформировании неровностей контактирующих поверхностей, условия перехода от одного вида деформирования неровностей к другому, условия возникновения и развития подповерхностных дефектов, а также развить представления о процессе схватывания трущихся поверхностей и задире.

В работах Б. И. Костецкого и его учеников основное внимание уделялось процессам структурного преобразования поверхностей контактирующих материалов при трении. Ими показано, что во многих случаях в поверхностных слоях в процессе трения формируются новые фазы, которые и становятся объектом поверхностного разрушения. На основе этого они утверждали, что поверхностная прочность материала не может быть прямо связана со свойствами исходного материала. Она зависит от свойств вторичных структур, образующихся из исходного материала путём его структурной перестройки и взаимодействия со средой [5].

Оба эти подхода позволяют решать ограниченный круг задач, поскольку они абсолютизируют только один или два из множества фундаментальных трибологических принципов, систематизированных в работе [6]. В ней было предложено, что при выборе материала для пар трения следует учитывать все фундаментальные трибологические принципы, поскольку в современных условиях предъявляются всё более высокие требования к триботехническим материалам: способность работать при высоких скоростях трения-скольжения, контактных давлениях, температурах, воздействии агрессивных сред. Применение в таких условиях традиционных высокопластичных антифрикционных материалов является бесперспективным. Для работы в таких условиях требуются новые материалы. Особенно остро потребность в таких материалах испытывают ракето- и авиастроение, энергетическое, химическое, нефтяное машиностроение и другие отрасли промышленности.

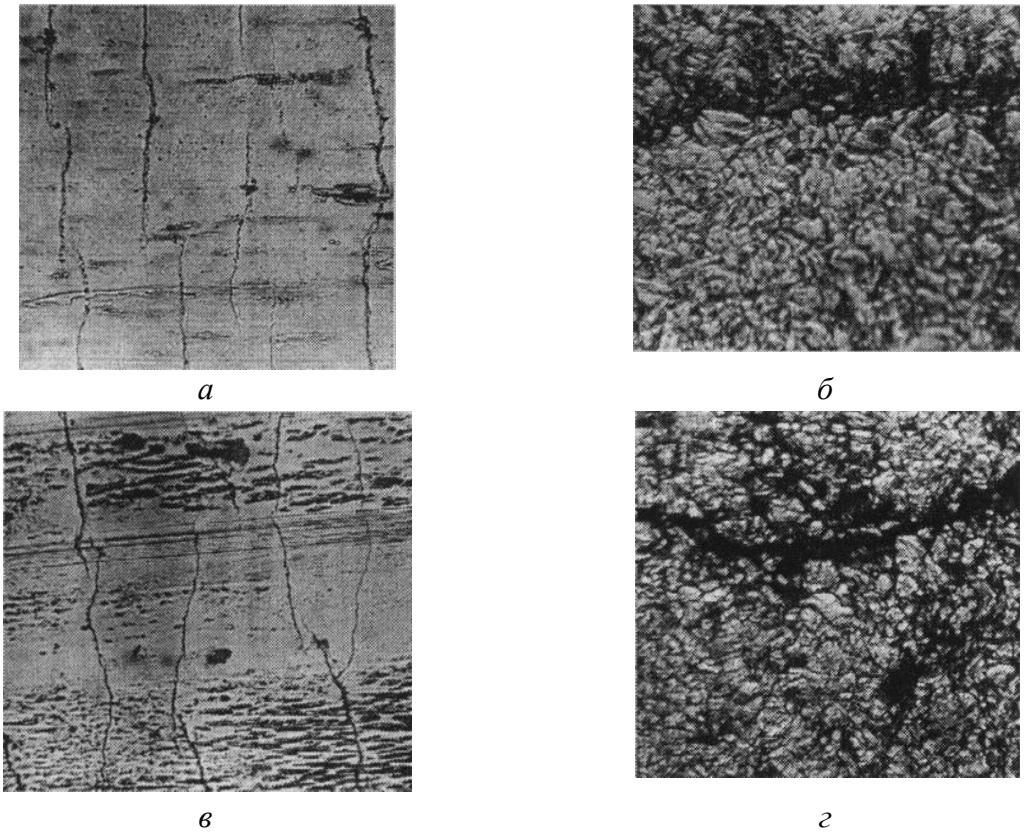
К высокоскоростным узлам трения относятся торцовые уплотнения, подшипники авиационных систем, турбомеханизмов, ряда агрегатов атомных реакторов, гироскопов, центрифуг, компрессоров и насосов, перекачивающих воду, бензин, керосин и другие маловязкие агрессивные жидкости.

К высоконагруженным парам трения относятся осевые подшипники шарошечных долот, валки холодной и горячей прокатки, торцевые уплотнения химических реакторов и др. В количественном отношении высокоскоростных пар трения значительно больше, чем высоконагруженных. Поэтому основное внимание уделим перспективам повышения работоспособности высокоскоростных пар трения.

Высокоскоростное трение характеризуется интенсивным воздействием на материал в пятнах фактического контакта, в результате которого возникает большой температурный градиент, интенсифицируется пластическая деформация локальных участков на поверхности трения, возможно даже образование поверхностных микротрещин. При этом активизируются процессы массопереноса, взаимодействия с активными элементами рабочей среды, рекристаллизации, термического размягчения и даже оплавления поверхностных слоев. Вследствие развития адгезионных процессов будет возрастать коэффициент трения, а соответственно и растягивающие напряжения, приводящие к возникновению и развитию микротрещин,

перпендикулярных вектору скорости. Появлению таких микротрещин будет способствовать снижение прочности поверхностных слоев трущихся материалов из-за их разогрева до высоких температур. Многообразие процессов, происходящих в поверхностных слоях деталей высокоскоростных пар трения, очень затрудняет выбор таких пар.

Много внимания исследованию поведения материалов при высокоскоростном (до 40 м/с) трении в условиях смазки маловязкими жидкостями уделено в работе [6]. Проведённые исследования показали, что в таких условиях высокоэффективными материалами являются композиты микрогетерофазного типа с наполнителями, имеющими высокий модуль упругости и энергию активации движения дислокаций. Они в большей степени относятся к полухрупким и хрупким материалам, чем традиционные, относительно пластичные антифрикционные материалы. Поэтому при их применении, кроме положительных, могут проявляться и отрицательные моменты. Эти материалы менее стойки при ударных нагрузках, требуют использования при их изготовлении дорогостоящих инструментов, компоненты, входящие в их состав, имеют высокую цену. Детали из таких материалов выходят из строя не из-за пластической деформации или микрорезания, а из-за появления и развития на поверхностях трения микротрещин. Роль вторичных структур при этом проявляется в существенно меньшей степени. Особенно это проявляется при экстремальных условиях работы. Так, в результате испытаний было установлено, что материалы ВН и ВНГр позволяют в условиях сухого трения обеспечивать выбег ротора из 12000 об/мин до остановки при торможении насоса на протяжении 180 с.



а *б* *в* *г*

Рис. 1. Состояние поверхности образцов из композитов ВН15 (а, б) и ВН20 (в, г) после трения на протяжении 180 с без смазки по кольцу из композита ВН20 в нетравленом виде (а, в) (× 100) и после травления (б, г) (× 1500).

Однако, как видно из рис. 1, после трёх минут работы пары трения без смазки на поверхности трибоэлемента образуются микротрещины и появляются следы схватывания. При этом увеличение количества пластичной связки приводит к активизации процесса схватыва-

ния и мало влияет на развитие микротрещин. Из рис. 1 также видно, что микротрещины располагаются перпендикулярно вектору скорости и возникают они даже в условиях незначительного схватывания. Это свидетельствует о том, что силовой фактор при этом воздействует в меньшей степени, чем термический. Силы, действующие в направлении вектора скорости, способствуют только ориентации микротрещин, но не их возникновению.

Вторичные структуры при этом практически отсутствуют. Поэтому пути повышения эффективности работы таких материалов должны быть совершенно другими, чем при использовании традиционных антифрикционных материалов. Здесь основное внимание следует уделить предотвращению возникновения и развития микротрещин без активизации процессов схватывания. В работе [7] отмечено, что для повышения трещиностойкости материалов нужно увеличить размер частиц высокомодульных наполнителей. Однако предельные размеры этих частиц пока не установлены. Поэтому следует изучить поведение при трении микрогетерофазных композитов с увеличенным до нескольких десятков микрометров размером частиц.

При увеличении размера частиц высокомодульного наполнителя будет увеличиваться толщина прослоек пластичной связки и способность к высокой предельной пластической деформации [8]. А это будет способствовать торможению микротрещин как за счёт более полного развития процесса релаксации напряжений, концентрирующихся у вершин микротрещин, так и за счёт увеличения работы деформации при обходе микротрещиной крупной частицы наполнителя. Оптимальный размер частиц наполнителя будет тогда, когда микротрещине станет энергетически выгоднее пройти через тело крупной частицы, чем обойти её по связующей фазе. Такой размер в настоящее время можно определить только экспериментально. Имеющиеся на сегодняшний день данные по зависимости коэффициента K_{1C} от d_{wc} (рис. 2) свидетельствуют о том, что этот размер должен быть существенно больше 10 мкм. О перспективности этого направления свидетельствуют и работы Г. С. Креймера [9], в которых для объяснения повышенной прочности крупнозернистых твёрдых сплавов предложено в уравнении прочности Грифитса–Орвала ввести слагаемое *K*, возрастающее с увеличением размеров частиц карбида вольфрама. К сожалению, предельная величина *K* Креймером не была установлена. Всё же можно утверждать, что с увеличением размера частиц WC будет возрастать не только объёмная, но и поверхностная прочность.

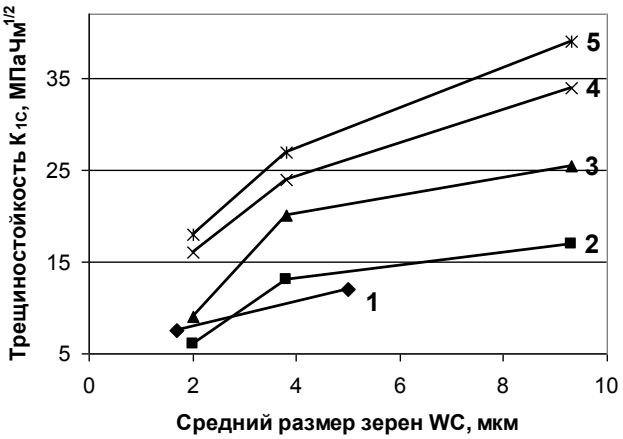


Рис. 2. Зависимость трещиностойкости разрушения от величины зерна WC*: 1 – 1-я серия,* $V_{V_{Co}}$ = 10 % *; 2, 3, 4, 5 – 2-я серия соответственно 5, 10, 15, 20 % (по массе) [10].*

Однако при увеличении размера частиц WC одновременно с увеличением поверхностной прочности и трещиностойкости, по всей вероятности, в местах выхода на поверхность толстых прослоек связки будут более активно развиваться процессы схватывания, что в пределе может привести к образованию задира и значительному повреждению поверхности тре-

ния. Для уменьшения вероятности схватывания, по нашёму мнению, наряду с увеличением размера частиц WC можно использовать еще два приёма: упрочнение толстых прослоек связки особомелкозернистыми или наночастицами высокомодульного наполнителя и замена части поверхностного слоя связки на высокоэффективную твёрдую смазку (графит, дисульфид молибдена, серебро и его сплавы, бронзу, бабиты и др.). Количественно и качественно степень этих преобразований поверхности триботехнического композита будут зависеть от условий его эксплуатации необходимую и степень их осуществления можно будет определить только после проведения целого комплекса экспериментальных работ.

Практическая реализация этих приёмов связана со значительными трудностями. Однако преодоление их позволит создать новый класс триботехнических материалов с комбинированной микроструктурой, более эффективно работающих в экстремальных условиях трения. Это позволит полнее удовлетворить потребности современного машиностроения.

Для решения этих задач в ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины имеются все возможности, так как разработаны технологии получения особомелкозернистых и особокрупнозернистых порошков W, WC, (Ti, W)C, а также имеются устройства для ионного травления и нанесения любых покрытий на поверхности деталей пар трения [8–14].

Литература

1. Крагельский И. В. Трение и износ. – М.: Машиностроение, 1968. – 478 с.
2. Кузнецов В. Д. Физика твердого тела. Т. 4. – Томск.: Красное знамя, 1948. – 539 с.
3. Боуден Ф. П., Тейбор Д. Трение и смазка твердых тел. – М.: Машиностроение, 1968. – 543 с.
4. Епифанов Г.И. О двучленном законе трения // Исследования по физике твердого тела. – М.: Изд-во АН СССР, 1957. – 246 с.
5. Поверхностная прочность материалов при трении // Под ред. Б. И. Костецкого. – К.: Техника, 1976. – 296 с.
6. Бондаренко В. П. Композиты для пар трения, смазываемых маловязкими жидкостями. – Дисерт. на соиск. уч. степ. докт. техн. наук. – Киев, 1987. – 543 с.
7. Бондаренко В. П. Перспективы развития твердых сплавов в Украине // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. научн. тр. – Вып. 9. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2006. – С. 298–305.
8. Бондаренко В. П. Спечені тверді сплави – високоефективні інструментальні та композиційні матеріали // Зб. Прогресивні матеріали і технології. Т. 2 – К.: Наук. думка, 2003. – С. 219–250.
9. Креймер Г. С. Прочность твердых сплавов. – М.: Металлургия, 1971. – 248 с.
10. Лошак М. Г. Прочность и долговечность твёрдых сплавов. – К.: Наук. думка, 1984. – 328 с.
11. Бондаренко В. П., Андреев И. В., Савчук И. В. и др. Особенности восстановления вольфрама из его оксида WO_3 в закрытом реакторе // Сверхтв. материалы. – 2005. – № 2. – С. 35 – 44.
12. Бондаренко В. П., Андреев И. В., Ващенко А. Н. Влияние состава исходных вольфрамсодержащих соединений на процесс восстановления вольфрама в реакторах разных типов // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. научн. тр. – Вып. 8. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2005. – С. 226–230.
13. Бондаренко В. П., Кораблёв С. Ф., Епик И. В. Синтез твердого раствора TiC–WC в водороде, содержащем равновесное количество метана // Огнеупоры и техническая керамика. – 1999. – № 7. – С. 14–16.

Поступила 16.07.07.

УДК 621.762

В. В. Ивженко, канд. техн. наук

Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев, Украина

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ПАРАМЕТРОВ ИНЖЕКЦИОННОГО ЛИТЬЯ НА ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ТВЕРДЫХ СПЛАВОВ WC–Co

The results are given of technological studies of the injection molding of products from metal-ceramic powders-based thermoplastic mixtures. The results are given of influence of the injection molding parameters on the mechanical properties of WC–Co alloys.

Получение изделий из твердых сплавов сложной формы наиболее перспективно с использованием технологии инжекционного формования (ИФ). Метод ИФ изделий из керамических и металлокерамических материалов заключается в структурообразовании монолитного изделия определенной геометрической формы из порошковых смесей и состоит из 5 этапов [1].

Первый этап – подготовка порошков с необходимыми гранулометрическим составом частиц и морфологией.

Второй этап – получение гомогенных смесей порошков со связующими веществами.

Третий этап – выдавливание через инжектор пластифицированной порошковой массы в пресс-форму, рабочая полость которой соответствует конфигурации формуемого изделия.

Четвертый этап – удаление связующего.

Пятый этап – уплотнение заготовок при температурах спекания порошков.

При инжекционном литье керамических и металлокерамических порошков в качестве связующего обычно применяются термопластичные органические связки. К ним относятся органические вещества, которые способны переходить из твердого состояния в жидкое, из жидкого в твердое в результате нагрева и охлаждения. Выбор состава связки производят исходя из основных требований, предъявляемых к термопластичным массам: минимальная концентрация связующего, необходимая для образования литейной системы; максимальный коэффициент упаковки частиц в системе; минимальная вязкость системы; минимальная объемная усадка; максимальная механическая прочность материала после инжекционного литья. В качестве основы термопластичных связующих для керамических и металлокерамических порошков наиболее приемлемыми являются парафиновые связки [2, 3]. Парафин обладает низкими температурами плавления (51 °С) и кристаллизации (54–55 °С), низкой вязкостью (0,73 Па·с при 70 °С), небольшой величиной объемной усадки при охлаждении (10 %). Для улучшения литейной способности в состав термопластичних связующих вводят поверхностно-активные вещества (ПАВ). В качестве ПАВ в состав парафиновой связки вводятся органические вещества: олеиновая и стеариновая кислоты, животные жиры, пчелиный воск и др. [2].

В наших исследованиях использовался парафин и пчелиный воск. Температура плавления пчелиного воска – 59 ºС, температура кристаллизации – 61–63 ºС. Соотношение компонентов термопластичной связки составляло: 94 % (по массе) парафина, 6 % (по массе) пчелиного воска. Подготовку термопластичных масс проводили на трехскоростном смесительном устройстве объемом 2 л установки для горячего шликерного литья. При исследовании процесса инжекционного литья использовали установку для инжекционного литья термопластичных масс, имеющую систему вакуумирования рабочего объема [4]. Отгонка связующего осуществлялась в вакуумных шкафах СНВС-4,5 в засыпке из оксида алюминия. Спекание изделий проводилось в трубчатой четырехзонной печи модели 12.092. Для прове-

дения исследований использовался порошок марки ВК15 со средним размером частиц 1,1 мкм. Фазовый состав порошка составлял 86 % (по массе) WC, 14 % (по массе) Co.

Инжекционное литье осуществляется путем заполнения металлической формы термопластичной массой, разогретой до заданной температуры, и выдержки под давлением на протяжении времени, необходимого для охлаждения массы в форме. В наших исследованиях использовались пресс-формы для получения изделий размером 32×45×6,3 мм (объем 9,1 см^3) и 6×6×40 мм (объем 1,4 см^3). Эксперименты при давлении инжектирования 2÷9,5 МПа проводили на установке для инжекционного литья. Эксперименты при давлении 0,5 МПа проводили на установке для шликерного литья. Время выдержки под давлением после инжектирования массы в пресс-форму составляло 8–10 с [4]. При исследовании процесса проводилась оценка изделий на наличие таких типичных для технологии горячего шликерного литья дефектов, как недолив и неслитины [2]. Недолив – это дефект, вызванный отвердением литейной системы до полного заполнения объема формы. Неслитины – это результат неполноценного слияния нескольких потоков шликера из-за их сильного охлаждения и затвердения поверхностных слоев вещества литейной системы. Плотность и пористость материалов определяли по методике, регламентированной ГОСТ 20018–74. Определение характеристик прочности материалов проводили на универсальной испытательной машине UTS-100 методом трехточечного изгиба на призматических образцах размером 5×5×35 мм при расстоянии между опорами 30 мм. Скорость нагружения составляла $6{,}5\cdot10^{-5}$ м/с.

Установлено, что при температуре в рабочем цилиндре ($T_ц$) ниже 60 ºС и исследуемых давлениях формования (0,5–9,5 МПа) впрыскивание термопластичной массы в пресс-форму не происходит. При $T_ц$>82ºС наблюдается значительное вспучивание термопластичной массы в питателе установки. В таблице приведены результаты исследования влияния температуры и давления на характер дефектов в модельных изделиях из термопластичных материалов на основе порошка WC–Co.

Для сравнения в таблице представлены также результаты аналогичного исследования модельных изделий из термопластичного материала на основе керамического порошка AlN–Y_2O_3. Исследования показали, что инжектирование термопластичной массы на основе керамического порошка происходит без видимых дефектов при температурах процесса 68–82 ºС. При меньших температурах наблюдаются такие дефекты, как недолив и неслитины. Инжектирование термопластичной массы на основе карбида вольфрама происходит при более низких температурах процесса, а именно – при 62–74 ºС. При температуре процесса 76 ºС инжектирование массы в пресс-форму невозможно из-за ее расслоения в объеме рабочего цилиндра на парафин и порошок. Очевидно, такое отличие эффективного интервала температуры инжектирования термопластичных масс на основе керамических и металлокерамических порошков связано с большой разностью в удельном весе порошков: с повышением температуры значительно уменьшается вязкость литейной системы, тяжелые частицы карбида вольфрама не удерживаются молекулярными связями со связующим и оседают под действием силы тяжести.

На рис. 1 представлены результаты исследования зависимости плотности термопластичного материала на основе карбида вольфрама от давления инжектирования при температурах процесса 62; 68; 74 ºС. Плотность материала увеличивается на ~3,5 % с увеличением давления от 0,5 до 7–9,5 МПа при температуре 68 ºС. При этом в 3–4 раза уменьшается разброс значений плотности образцов. С увеличением температуры процесса с 68 до 74 ºС плотность уменьшается и разброс значений плотности увеличивается.

Влияние режимов инжекционного литья на характер дефектов в модельных изделиях из термопластичных материалов

Характеристика термопластичной массы	Температура формования, ºС	Давление формования,МПа	Дефект
Состав шихты: 95 % AlN–5 % Y_2O_3 Средний размер частиц порошка 1,2 мкм Весовое содержание связующего 11,6 % Объемное содержание связующего 32,4 % Вязкость 26 Н·с/м^2	60	0,5	Нет заполнения
		2,0	Недолив
		9,5	Недолив
	62	0,5	Нет заполнения
		2,0	Неслитины
		9,5	Неслитины
	68	0,5	Нет дефектов
		2,0	Нет дефектов
	82	0,5	Нет дефектов
		2,0	Нет дефектов
Состав шихты: 85 % WC–15 % Co Средний размер частиц порошка 1,1 мкм Весовое содержание связующего 5,5 % Объемное содержание связующего 47,5 % Вязкость 24 Н·с/м^2	60	0,5	Нет заполнения
		2,0	Неслитины
		9,5	Неслитины
	62	0,5	Нет дефектов
		2,0	Нет дефектов
	74	0,5	Нет дефектов
		2,0	Нет дефектов
	76	0,5	Расслоение массы
		9,5	Расслоение массы

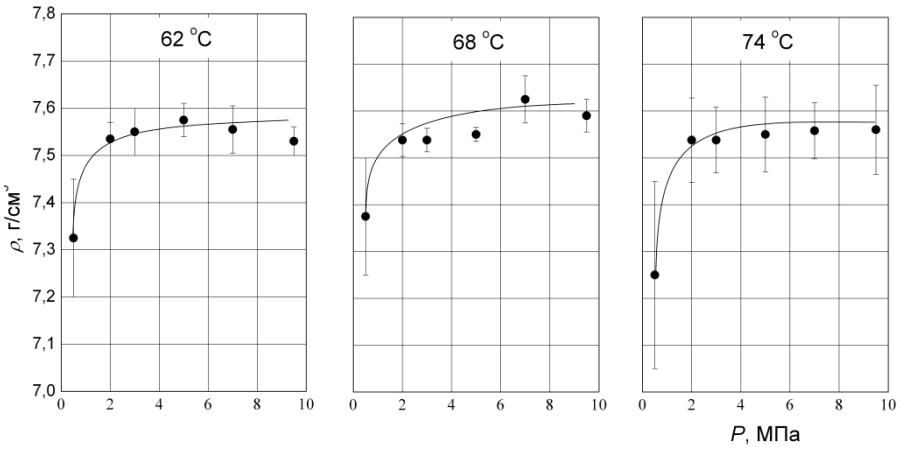


Рис. 1. Зависимость плотности (ρ) термопластичных материалов 52,5 % (по объему) (WC–Co) – 47,5 % (по объему) парафина от давления инжектирования (Р) при температурах процесса 62 ºС; 68 ºС; 74 ºС.

На рис. 2 представлены результаты исследования зависимости предела прочности при изгибе термопластичного материала на основе карбида вольфрама от давления инжектирования при различных температурах процесса. Прочность материала, полученного при 62 ºС, увеличивается на ~ 11 % с увеличением давления от 0,5 до 3–9,5 МПа. Более высокие значения прочности материала получены при температуре 68 ºС и давлениях 3–5 МПа. При давлениях формования 5–9,5 МПа наблюдается падение прочности термопластичного материала. Прочность материала, полученного при 74 ºС, уменьшается на ~ 12 % с увеличением давления от 0,5 до 9,5 МПа.

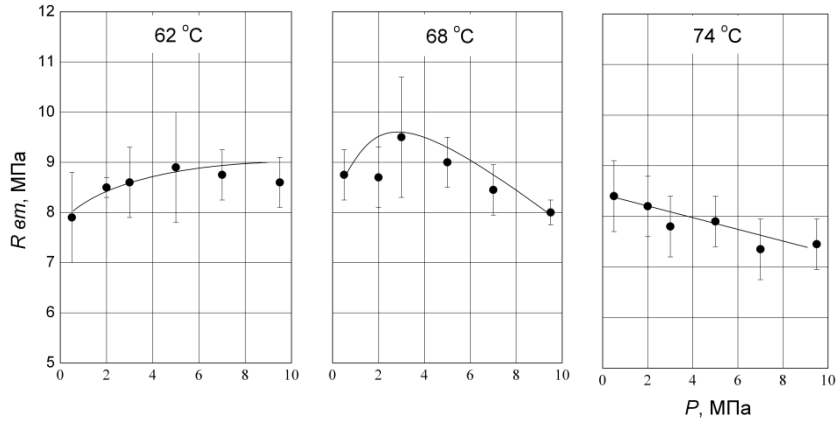


Рис. 2. Зависимость предела прочности при изгибе (R_{bm}) термопластичных материалов 52,5 об. % (WC–Co) – 47,5 % (по объему) парафина от давления инжектирования (P) при температурах процесса 62 ºС; 68 ºС; 74 ºС.

Такой характер зависимости предела прочности при изгибе от давления формования материала при температурах процесса 68 и 74 ºС связан с явлением упругого последействия [6].

На рис. 3 представлена зависимость изменения размеров модельных изделий из термопластичного материала на основе карбида вольфрама от давления инжектирования. С увеличением давления усадка уменьшается, а при давлениях 7–9,5 МПа и температуре процесса 74 ºС она уменьшается более чем в два раза. В результате упругого последействия напряжения, которые возникают в термопластичном материале, приводят к микрорастрескиванию и снижению прочности материала.

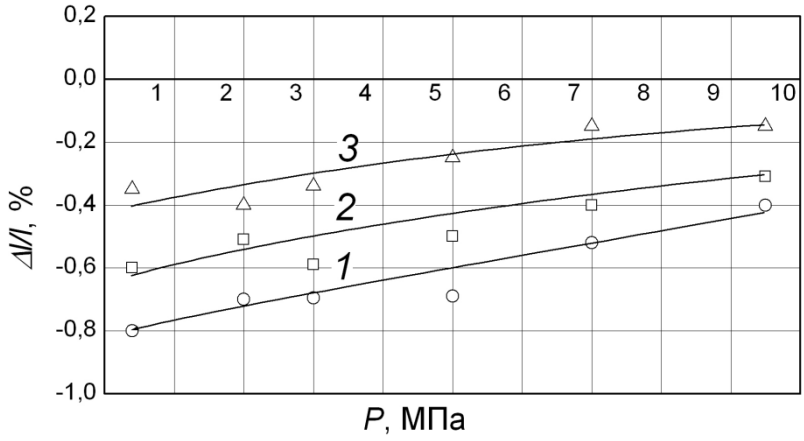


Рис. 3. Зависимость изменения размеров модельных изделий (Δl/l) из термопластичного материала 52,5 % (по объему) (WC–Co) – 47,5 % (по объему) парафина при охлаждении пресс-форм от давления инжектирования (P) при температурах процесса: 1 – $T_ц$ = 62 ºС; 2 – $T_ц$ = 68 ºС; 3 – $T_ц$ = 74 ºС.

В результате проведенных исследований можно сделать вывод, что основными параметрами, которые определяют эффективность инжектирования, является уровень температуры в рабочем тракте. Определен эффективный градиент температуры для получения термопластичных материалов на основе металлокерамических порошков (62–76 ºС). При более низких температурах процесс инжектирования не реализуется или проходит с технологическими дефектами (недолив, неслитины). При более высоких температурах в связи с расслоением термопластичной массы процесс невозможен. Установлено, что при увеличении давления инжектирования уменьшается усадка модельных изделий. Этот эффект является следствием упругого последействия материала после снятия давления. Определено, что упругое последействие снижает механические свойства термопластичного материала из-за микрорастрескивания. Исследования зависимостей плотности и предела прочности при изгибе от давления инжектирования показали, что на формирование механических свойств термопластичного материала влияют два фактора, которые действуют в противоположных направлениях: увеличение плотности и увеличение упругого последействия при увеличении давления инжектирования.

На рис. 4 представлены результаты исследования зависимости плотности твердого сплава 85 % (по массе) WC–15 % (по массе) Co от давления формования при инжекционном литье. При увеличении давления от 0,5 до 2–9,5 МПа плотность материала увеличивается на 2,5–4,5 %. Разброс значений уменьшается в 3–5 раз. При этом наиболее высокие значения плотности получены на образцах, инжектированных при температуре 68 ºС и давлении 3–9,5 МПа: плотность материала образцов составляет 13,58–13,84 г/см^3. При температуре инжектирования 74 ºС получены наиболее низкие значения плотности во всем исследуемом диапазоне давлений, однако при этом рост плотности при увеличении давления от 0,5 до 9,5 МПа составляет 4,5 %.

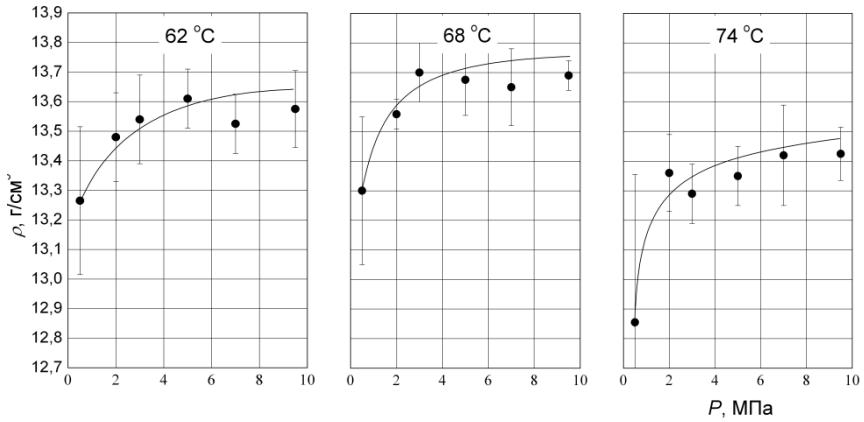


Рис. 4. Зависимость плотности материалов (ρ) 85 % (по массе) WC–15 % (по массе) Co от давления формования (P) при температурах процесса 62 ºС; 68 ºС; 74 ºС.

На рис. 5 представлены результаты исследования зависимости предела прочности при изгибе твердого сплава 85 мас. % WC–15 % (по массе) Co от давления формования при инжекционном литье.

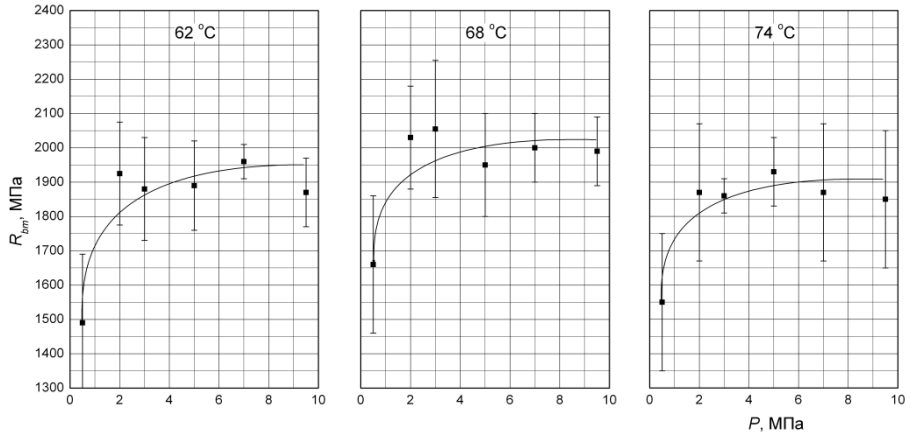


Рис. 5. Зависимость предела прочности при изгибе (R_{bm}) материала 85 % (по массе) WC–15 % (по массе) Co от давления формования (P) при температурах процесса 62 ºC; 68 ºC; 74 ºC.

При увеличении давления от 0,5 до 2–9,5 МПа прочность материала увеличивается на 24–33 %. При этом наиболее высокие результаты (1900–2300 МПа) получены на образцах, инжектированных при температуре 68 ºC (согласно ГОСТ 3882–74 «Спеченные твердые сплавы», предел прочности при изгибе для марки твердого сплава ВК15 должен составлять 1900 МПа). При повышении температуры с 68 до 74 ºC предел прочности при изгибе уменьшается на 5–10 % (плотность твердых сплавов уменьшается на 1–2 %). Таким образом, с увеличением температуры инжектирования механические свойства твердых сплавов возрастают до определенной величины температуры процесса.

На рис. 6 представлены результаты исследования зависимости твердости по Виккерсу твердого сплава 85 % (по массе) WC–15 % (по массе) Co от давления формования при инжекционном литье.

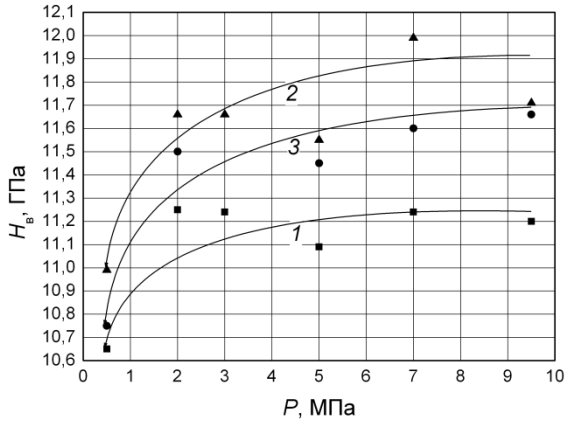


Рис. 6. Зависимость твердости ($H_в$) материала 85 % (по массе) WC – 15 % (по массе) Co от давления формования (P) при температурах процесса: 62 ºC (1); 68 ºC (2); 74 ºC (3).

При увеличении давления от 0,5 до 2–9,5 МПа твердость материала увеличивается на 8–12 %. При этом более высокие значения твердости наблюдаются в образцах, полученных при температурах инжектирования 68 ºC и 74 ºC. Исследование твердости материалов по Роквеллу показали, что эта характеристика для всех образцов, полученных при давлении 2–9,5 МПа, практически одинакова и составляет 86–87 HRA (согласно ГОСТ 3882–74 «Спеченные твердые сплавы», твердость твердого сплава ВК15 должна составлять 86,0 HRA).

Таким образом, наиболее оптимальной температурой процесса инжекционного литья термопластичных масс на основе порошка карбида вольфрама является 68 ºС. При более высоких температурах происходит изменение в литейных свойствах термопластичной массы из-за расслоения частиц порошка WC и парафина. Это приводит к неоднородности термопластичного материала, неравномерной усадке при спекании и, в результате, к неоднородности спеченного твердого сплава.

На основании проведенных исследований можно сделать заключение, что основными параметрами технологии ИФ твердых сплавов являются температура и давление при инжекционном литье, которые определяют коэффициент упаковки, однородность структуры термопластичного материала и механические свойства твердого сплава.

Литература

1. Powder injection molding / German r. m. // Metal Powd. Industr. Fed. (MPIF), Princeton, USA. – 1990. – 521 p.
2. Грибовский П. О. Керамические твердые схемы. – М.: Энергия, 1971. – 448 с.
3. Li Y., Huang B., Qu X. Viscosity and melt rheology of metal injection moulding feedstocks // Powder Metallurgy. – 1999. – 42, N. 1. – P. 86–90.
4. Новиков Н. В., Ивженко В. В., Попов В. А. и др. Оборудование для инжекционного литья термопластичных масс на основе керамических и металлокерамических порошков // Порошковая металлургия. – 2004. – № 9–10. – С. 119–127.
5. Новиков Н. В., Ивженко В. В., Лещук А. А. и др. Экспериментальные исследования и моделирование инжекционного литья изделий сложных форм из технической керамики // Сверхтв. материалы. – 2004. – № 5. – С. 3–19.
6. Технологическое исследование закономерностей инжекционного формования изделий сложной формы из технической керамики и компьютерная оптимизация процесса: Отчет о НИР / ИСМ НАН Украины. – № ГР 0101U006189. – К., 2005. – 153 с.

Поступила 05.07.07.

УДК 621.9.047.7.

В. И. Лавриненко[1], докт. техн. наук; **О. О. Пасичный**[1], канд. техн. наук;
А. М. Бровченко[1], инж.; **В. В. Смоквина**[2], магистр

[1]*Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев, Украина*
[2]*Кировоградский национальный технический университет, г. Кировоград, Украина*

РАЗРАБОТКА СПОСОБОВ ЛОКАЛИЗОВАНОГО ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКОГО И ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ ДЛЯ ФОРМИРОВАНИЯ НЕОБХОДИМОГО РЕЖУЩЕГО РЕЛЬЕФА КРУГА

In a paper new, modern systems program and an adaptive control are presented by process of creation of a cutting relief. Systems are developed on new element base taking into account scientific and engineering reachings

Вопросам воздействия на рабочую поверхность кругов из сверхтвердых материалов с целью обеспечения их необходимой режущей способности, в особенности для кругов на металлических связках, в последние годы уделяется все большее внимание исследователей во

всем мире, поскольку возрастают требования к режущей способности круга и изменяется структура рабочего слоя кругов, становясь более упорядоченной. Об этом свидетельствуют материалы 2-й Международной конференции в Риме (19–20 апреля 2007 г.) по промышленным алмазам («Алмаз в работе») [1].

Так, значительно, по сравнению с предыдущей Барселонской конференцией увеличилось количество статей, где обработка шлифования является комбинированной с дополнительным электрическим воздействием. Например, доклад *K. Suzuki* с соавторами из *Nippon Institute of Technology, Miyashiro, Japan* «*The use of a floating graphite nozzle for supplying coolant during in-process electrodischarge dressing of metal bond diamond wheels*», а также еще два доклада – *Precise Profile Forming by Combining EDM and Grinding with a Same PCD Tool K. Suzuki1, S. Sano, W. Pan, M. Iwai, S. Ninomiya, T. Uematsu* и *Controlling coolant flow with a flexible metal sheet during in-process electrolytic dressing of metal bond diamond wheels.* В целом это направление становится все более актуальным, о чем свидетельствует, например, доклад *«Intelligent Monitoring Of ELID Grinding Process» I. D. Marinescu University of Toledo, Ohio, USA и др.*, доклад «*Development of a new metal bond wheel named MB SPARK for the double disk grinding process» M. Tanaka, K. Fukushima, H. Ohshita A.L.M.T. DIAMOND Corp, 1816–174, Kotaka–Kuroishi, Kato City HYOGO, JAPAN*, а также доклад *Session C – A New Application of PCD as a Very Low Wear Electrode Material for EDM* колектива авторов ВР главе с *K. Suzuki* из *Nippon Institute of Technology, Miyashiro, Japan.*

Что интересно нам из указанных докладов в направлении целей данной статьи? Во-первых, использование *PCD* как электродного материала, во-вторых, использование электроправки кругов для шлифования керамики кругами на металлических связках с привлечением электрохимического растворения, в-третьих, использование графитовых насадок для электроразрядного шлифования. Все эти методы, за исключением первого, который требует новых разработок, и были использованы нами для формирования необходимого режущего рельефа круга.

В процессе осуществления алмазно-абразивной обработки различных сплавов, а в особенности твердых и магнитных, кругами на металлической связке происходит «засаливание» рабочей поверхности, вследствие чего резко снижается их режущая способность, появляется вероятность образования на обработанной поверхности прижогов, сколов и микротрещин. «Засаливание» рабочей поверхности алмазных кругов происходит не только при осуществлении алмазного, но и алмазно-электрохимического шлифования (АЭХШ). Продолжительность высокоэффективной работы инструмента по данным результатов исследований, проведенных в НТУ «ХПИ» (г. Харьков), составляет всего несколько минут. Это является основной мотивацией осуществления непрерывной правки алмазных кругов. В КНТУ и ИСМ НАН Украины разработаны системы, позволяющие осуществлять как непрерывную правку инструмента, так и периодическую (циклическую) [2–5]. Например, схема алмазно-электрохимического циклического шлифования (АЭХЦШ), совмещенного с правкой круга током обратной полярности. Основанием для осуществления такого варианта являются данные о накоплении тепла на границах обрабатываемых деталей [6]. Возникновение высокого градиента температур на рабочих кромках пуансонов и матриц штампов, армированных твердым сплавом, существенно снижает их стойкость. Для предотвращения этого предложено детали шлифовать совместно с материалом, обладающим высокой теплопроводностью. Правка круга в этом случае производится в тот период, когда осуществляется обработка детали, исполняющей функцию теплоприемника. Технология АЭХШ, совмещенная с непрерывной правкой круга, предназначена для осуществления АЭХШ торцом круга на плоскошлифовальных станках. Правка в этом случае осуществляется как за счет электрохимического, так и механического воздействия на алмазный круг с помощью комбинированного электрода, который состоит из различных участков: участка с металлической составляющей, участка с абразивной составляющей и участка с гибкими электродами.

Итогом совместной работы ИСМ НАНУ и КНТУ явилась разработка технологии циклического алмазно-электрохимического шлифования [2]. Сравнительные испытания показали высокую эффективность АЭХЦШ (табл. 1).

Таблица 1. **Показатели работоспособности алмазных кругов 12А2-45 150х10х3х32 АС6 125/100 М2-01 100 при различных методах алмазного электрошлифования твердого сплава ВК8**

Процесс (источник технологического тока)	Производительность шлифования, $мм^3$/мин	Относительный расход алмазов, мг/г	Эффективная мощность шлифования, кВт
АЭХШ – алмазно-электрохимический (ВАКГ 12/630)	700	3,7	1,1
АЭЭШ – алмазно-электроэрозионный (ШГИ–440)	700	1,8	1,1
АЭХЦШ – алмазно-электрохимический циклический (ВАКГ 12/630)	700	0,8	1,2
АЭЭШ – алмазно-электроэрозионный (ВАК 48/630)	700	1,8	1,9
Алмазное шлифование с электрохимической правкой в автономной зоне	700	1,4	1,6

Существуют как программные (с жесткой и гибкой программами), так и адаптивные схемы управления процессом шлифования. Принято считать [7], что управление по жесткой программе не может быть осуществлено при шлифовании, так как изменяющиеся параметры процесса соизмеримы по величине с припусками на шлифование. Основанием для такой точки зрения является то, что шлифование является финишной операцией, и в пределах этого цикла совмещается чистовое и черновое шлифование с высокими требованиями к точности и качеству обработки, а периодическая правка не может обеспечить стабильность процесса. Полагают, что трудность создания адаптивных систем связана с тем, что на процесс обработки влияет большое количество взаимосвязанных факторов: параметры заготовки, параметры режима резания, правка круга, обрабатываемый материал, режущая способность круга, СОЖ, характеристика технологической системы.

Наиболее часто при постоянной мощности шлифования автоматическое управление осуществляется путем регулирования подачи. При этом обеспечивается быстрый выход на номинальный режим. Однако регулирование мощности за счет увеличения скорости детали не обеспечивает, с одной стороны, отсутствия трещин, с другой стороны, – стабилизации глубины структурно-измененного слоя.

Часто в качестве исходного параметра для регулирования применяют радиальную составляющую силы резания, которая в процессе обработки регистрируется чувствительным прибором. Сила резания не может быть достаточно точным критерием, характеризующим истинное состояние режущего рельефа. Несмотря на то, что средние значения силы практически не изменяются, при биениях порядка 10–60 мкм амплитуда колебаний возрастает в 3–4 раза. Известен метод определения момента правки по величине амплитуды переменной составляющей резания.

Однако этот способ не обеспечивает высокую точность определения момента правки шлифовального круга в связи с существенным различием сил резания на различных этапах обработки. Определение момента для осуществления правки по амплитуде колебаний в системе СПИД не обеспечивает высокой точности в связи с различием интенсивности колебаний на различных этапах цикла шлифования при одной и той же степени снижения режущей способности круга.

В КНТУ разработана и опробована схема управления процессом правки круга током обратной полярности в зависимости от критической величины температуры на поверхности круга [3]. Схема управления процессом шлифования по величине критической температуры на поверхности круга представлена на рис 1.

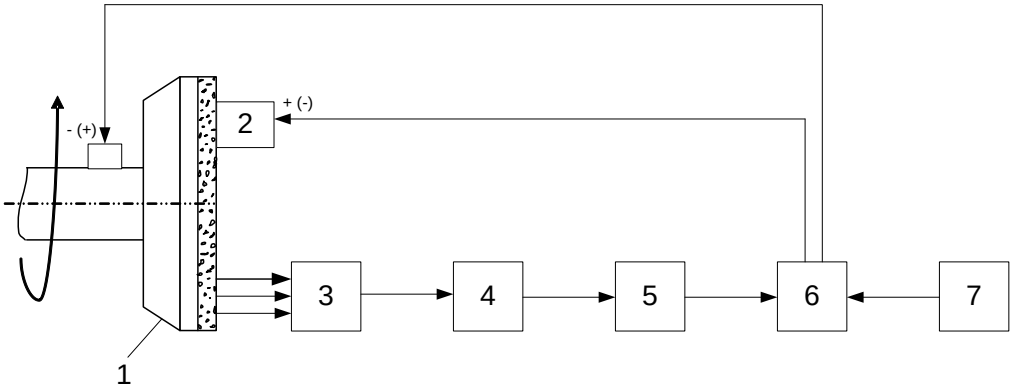


Рис. 1. Схема управления режущей способностью круга по величине критической температуры на поверхности круга : 1 – алмазный круг на металлической связке; 2 – деталь; 3- пирометр; 4 – усилитель; 5 – блок сравнения; 6 – блок переключения полярности; 7 – блок питания.

Схема устройства правки круга, которая осуществляется по сигналу индукционного датчика, представлена на рис. 2.

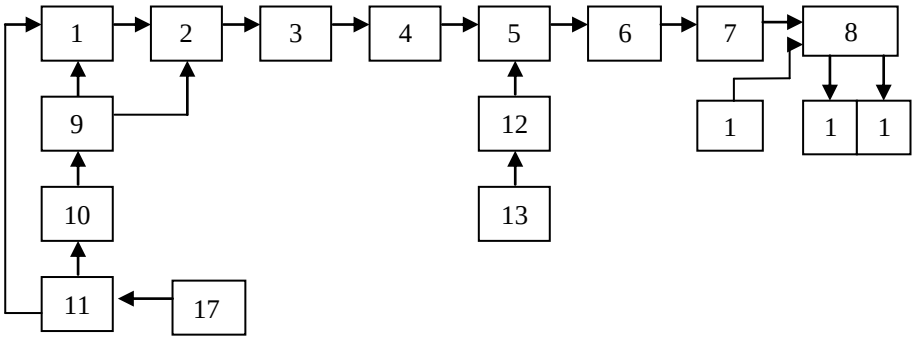


Рис. 2. Структурная схема устройства для контроля состояния режущей поверхности алмазных кругов: 1 – контур суммарный, 2 – сумматор, 3 – усилитель, 4 – детектор каскад, 5 – пороговое устройство, 6 – устройство управления, 7 – управляющее реле, 8 – блок исполнительного реле, 9 – контур круга, 10 – буферный каскад, 11 – генератор, 12 – задатчик вида материала, 13 – задатчик класса шероховатости, 15 – деталь, 17 – круг.

Устройство состоит из индукционного датчика, обмотка которого является составной частью колебательного контура с узкой полосой пропускания сигналов и высокой добротностью. Работа производится следующим образом. На колебательный контур подается сигнал радиочастоты высокой амплитуды, причем среднее значение частоты рабочего диапазона таково, что даже незначительное «засаливание» поверхности круга вызывает изменение индуктивности дат-

чика и соответственно изменение резонансной частоты колебательного контура. Питание колебательного контура, в цепь которого включена обмотка индуктивного датчика, производится от генератора спектра, который в данном случае используется как генератор тока. Чтобы максимально приблизить спектральную характеристику генератора к равномерной, на его выходе установлен ограничитель амплитуды, порог ограничения которого выбран равным максимальному значению амплитуды рабочего участка генератора спектра. Введение в схему ограничителя позволит использовать в качестве генератора спектра генератор большой мощности. Поскольку стабильность амплитуды входного сигнала генератора зависит не только от рабочей частоты, но и от изменения нагрузки, а в качестве нагрузки служит колебательный контур, то для предотвращения обратной паразитной связи вводится развязывающий каскад, выполненный по схеме эмиттерного повторителя с широкой полосой пропускания.

Для случая обработки высококоэрцитивных магнитных сплавов типа АЛНИКО и ТИКОНАЛЬ, имеющих склонность к трещинообразованию, разработана схема, позволяющая править круг по сигналу индукционного сигнала, характеризующего о начале интенсивного трещинообразования [5]. Сущность нового подхода состоит в том, что определение момента для осуществления правки по оценке состояния режущего рельефа устанавливается основании комплекса таких геометрических характеристик: закона распределения высоты выступания зерен над уровнем связки, фактического количество работающих зерен, количество участков связки в дисперсии профиля; сечение выступающей части зерна над уровнем связки.

С учетом состояния режущей поверхности алмазных кругов разработаны различные системы как программного, так и адаптивного управления [4, 5]. Схема программного управления процессом формирования режущего профиля представлена на рис. 3.

Переключение полярности осуществляется при поступлении управляющего сигнала с мультивибратора, который генерирует прямоугольные импульсы. Выбор момента для осуществления правки осуществляется на основании данных статистического моделирования, полученных в результате профилирования режущего рельефа. Разработана структурная схема приспособления управления процессом АЭХШ, позволяющая реализовать 16 управляющих программ. Исключается инерционность работы за счет исключения контактной схемы переключения. Большой объем памяти позволяет более гибко варьировать параметрами задающих программ в зависимости от условий обработки; предусмотрена возможность использования различного вида датчиков (например, технического зрения) для перехода на адаптивное управление.

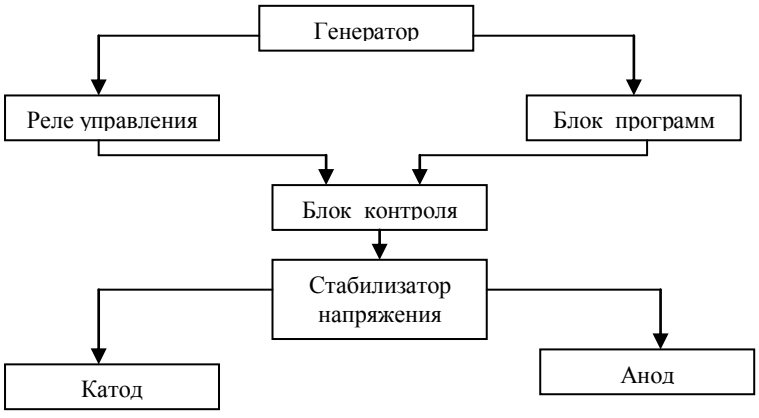


Рис. 3. Схема коммутационного приспособления для программного управления процессом цикличного алмазно-электрохимического шлифования.

Приведенные выше способы воздействия на режущую поверхность круга и схемы их реализации важны для использования их при обработке кругами с упорядоченным режущим

слоем, когда может возникать необходимость в быстром и одновременном обновлении режущей поверхности круга для введения в работу нового ряда режущих зерен [9].

Литература

1. 2nd International Industrial Diamond Conference: 19–20th April 2007, Rome, Italy // http:// www.diamondatwork.com.
2. Бровченко А. М., Смоквина В. В. Анализ эффективности использования технических средств для оценки состояния абразивной поверхности круга // Збірка наукових праць КНТУ «Техніка в сільськогосподарському виробництві, галузеве машинобудування, автоматизація». – 2005. – Вип. 16. – С. 180–183.
3. Лавриненко В. І. Наукові основи шліфування інструментальних матеріалів із спрямованою зміною характеристик контактних поверхонь. – Автореф. дис. ... докт. техн. наук. – К.: ІНМ НАНУ, 2000. – 23 с.
4. Патент України на корисну модель № 19942 В24В 49/00. Пристрій для керування правкою шліфувального круга / А. М. Бровченко, В. І. Лавріненко, В. В. Смоквина. – Опубл. 15.01.2007, Бюл. № 1.
5. Бровченко А. М., Шалимов В. А., Прохватилов С. Г. Управление режущей способностью алмазных кругов при алмазно-электрохимическом шлифовании // Збірка наук. праць КНТУ «Техніка в сільськогосподарському виробництві, галузеве машинобудування, автоматизація». – 2003. – Вип. 13. – С. 236–241.
6. Деклараційний патент України на корисну модель № 3811 В 24В 47/00. Пристрій для керування різальною здатністю круга / А. М. Бровченко, С. І. Осадчий, І. П. Пономаренко, В. О. Шалімов, С. Г. Прохватілов, В. В. Смоквина. – Опубл. 15.12.2004, Бюл. № 12.
7. Адаптивное управление станками / Под редакцией Б. С. Балакшина. – М.: Машиностроение, 1973. – 688 с.
8. Семко М. Ф., Узунян М. Д., Сизый Ю. А., Пивоваров М. С. Работоспособность алмазных кругов. – К.: Техніка, 1983. – 95 с.
9. Лавриненко В. И., Пасичный О. О., Сытник Б. В. К вопросу шлифования спеченным композитом с упорядоченными зернами алмаза // Эффективность реализации научного, ресурсного и промышленного потенциала в современных условиях. Матер. VII Промышл. конф. с межд. Участием, п. Славское, Карпаты, 12–16 февраля 2007 г. – Киев: УИЦ «НТТ», 2007. – С. 440 – 442.

Поступила 05.07.07.

УДК 669.017.112:669.27

В. П. Бондаренко, член-кор. НАН Украины;
И. В. Савчук, А. Г. Беляева, инженеры

Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев, Украина

СИНТЕЗ ВЫСОКОУГЛЕРОДИСТОГО ТВЕРДОГО РАСТВОРА (Ti, W)C

A solid solution of tungsten carbide in titanium carbide (Ti,W)C by environmental friendly method (without carbon black) by gas-phase carbonizing in medium with precisely controlled carbon potential are synthesized. This provided stability of production of solid solutions with combined

carbon content up to 98 – 99 mass. % from stoichiometrical, the content of free carbon being in the range of hundredths of a percent.

Твердый раствор карбида вольфрама в карбиде титана (Ti,W)C наряду с монокарбидом вольфрама WC и кобальтом используют в производстве твердых сплавов TiC–WC–Co. Изготовление титановольфрамового карбида (Ti,W)C является одной из важных самостоятельных операций.

Традиционно твердый раствор (Ti,W)C с соотношением TiC : WC = 32 : 68 (по массе) в производстве титановольфрамовых твердых сплавов получают из шихты TiO_2 + WC + сажа при температуре 2200 – 2300 ºС в токе водорода. Однако в результате реакции карбидизации не происходит полного насыщения твердого раствора углеродом до теоретического содержания (10,56 (по массе)). При этом отклонение от теоретического содержания углерода может достигать 1 % (по массе) или 5 мол. %.

Для указанного соотношения карбидов титана и вольфрама, как видно из работы [1], однофазная область твердого раствора (Ti,W)C граничит с двухфазной областью (Ti,W)C + W. Следовательно, в процессе спекания сплавов TiC–WC–Co взаимодействие бедноуглеродистого твердого раствора (Ti,W)C с кобальтом при малейшем его обезуглероживании может привести к образованию фазы типа η_1 (по аналогии с системой WC–Co), из-за наличия которой резко снижается прочность сплавов. Твердый раствор, полученный в атмосфере водорода из шихты, содержащей сажу, может содержать до 1 % (по массе) свободного углерода, что при спекании приводит к появлению в структуре сплава свободного углерода и снижению как прочности, так и износостойкости сплавов.

Физико-механические и эксплуатационные свойства сплавов снижаются не только при таких колебаниях содержания углерода, которые приводят к появлению дополнительных фаз (η_1 или графит), но и при небольших изменениях содержания углерода, не приводящих к изменению фазового состава сплава, но отражающихся на составе связующей фазы [2]. Оптимальным сочетанием прочности и износостойкости обладают сплавы TiC–WC–Co, находящиеся на высокоуглеродистой стороне трехфазной области [3]. В связи с этим использование высокоуглеродистого твердого раствора (Ti,W)C с минимальным содержанием в нем свободного углерода даст возможность получать титановольфрамовые твердые сплавы с высокими эксплуатационными характеристиками.

Приготовление высокоуглеродистого твердого раствора (Ti,W)C, не содержащего структурно несвязанный углерод, является сложной задачей из-за широкой области гомогенности карбида титана [4], высокой химической прочности окислов титана и высокого химического сродства титана как к кислороду, так и к азоту [5]. Сложный раствор (Ti,W)C, полученный в печах в атмосфере водорода, как правило, имеет недостаток углерода и содержит примеси азота, кислорода и структурно свободного углерода. В работах [6, 7] нам удалось избавиться от свободного углерода, снизив его содержание в твердом растворе (Ti,W)C до ничтожно малых значений (сотых долей процента). Это стало возможным благодаря использованию газофазного карбюризатора (метановодородной смеси с прецизионно контролируемым углеродным потенциалом). При этом твердый раствор (Ti,W)C, полученный методом газофазной карбидизации, содержал связанного углерода на 4–5 % больше, чем при использовании сажи. Такого результата удалось добиться при замене в шихте (TiO_2 + WC) 50 % (по массе) и более TiO_2 на металлический порошок титана. Кроме того, бессажевая карбидизация позволила получать более чистые порошки твердого раствора карбида вольфрама в карбиде титана без вредных примесей, содержащихся в саже, упростила и удешевила процесс, улучшила условия труда и экологическую обстановку в цехах. Учитывая такие преимущества газофазной карбидизации, целесообразно было продолжить изучение этого метода для синтеза высокоуглеродистого титановольфрамового карбида.

Настоящая работа посвящена оптимизации условий синтеза высокотемпературного насыщенного по углероду твердого раствора (Ti,W)C с минимальным содержанием приме-

сей кислорода, азота и структурно свободного углерода при карбидизации в газовой среде с прецизионно контролируемым углеродным потенциалом.

Синтез твердого раствора проводили при температуре 2200 ºС в трубчатой горизонтальной печи с графитовым нагревателем в метановодородной газовой среде и непрерывной продвижке через печь контейнеров с шихтой. Для исключения появления свободного углерода в готовом продукте задавали такую концентрацию метана в водороде, которая ниже равновесной над углеродом, но достаточна для образования твердого раствора (Ti,W)C. Из-за отсутствия данных по равновесной концентрации метана над твердым раствором (Ti,W)C нижнюю границу концентрации метана над водородом принимали равной равновесной концентрации метана над карбидом вольфрама при выбранной температуре карбидизации [8, 9]. Заданная концентрация метана в метановодородной смеси обеспечивалась с помощью специального газового блока печи и непрерывно контролировалась с помощью газоанализатора ГИАМ-15 с точностью до 0,1 % (по объему). Содержание общего углерода с точностью до 0,01 % (по массе) и свободного углерода с точностью до 0,005 % (по массе) определяли химическим анализом, используя объемный метод. Полученный твердый раствор исследовали с использованием рентгенофазового метода.

Состав шихты подбирали в расчёте на соотношение в готовом продукте TiC : WC = 32 : 68. При таком соотношении компонентов твердый раствор (Ti,W)C должен содержать равновесную концентрацию WC, соответствующую температуре спекания сплавов группы ТК (1500 – 1550 ºС) [3]. В качестве компонентов шихты использовали следующие порошки: карбидов WC и TiC, металлический электролитический Ti и TiO_2 (рутил). Для оценки влияния типа карбюризатора (твердофазного и газофазного) на качество твердого раствора (Ti,W)C были получены твердые растворы в среде водорода из шихты TiO_2 + WC + сажа при тех же временных и температурных режимах.

На рис. 1 и 2 показана зависимость содержания углерода (общего, связанного и свободного) в твердых растворах (Ti,W)C от состава исходной шихты (по содержанию сажи). Для сравнения на рис. 1 приведено теоретическое содержание углерода в твердом растворе при указанном соотношении TiC : WC.

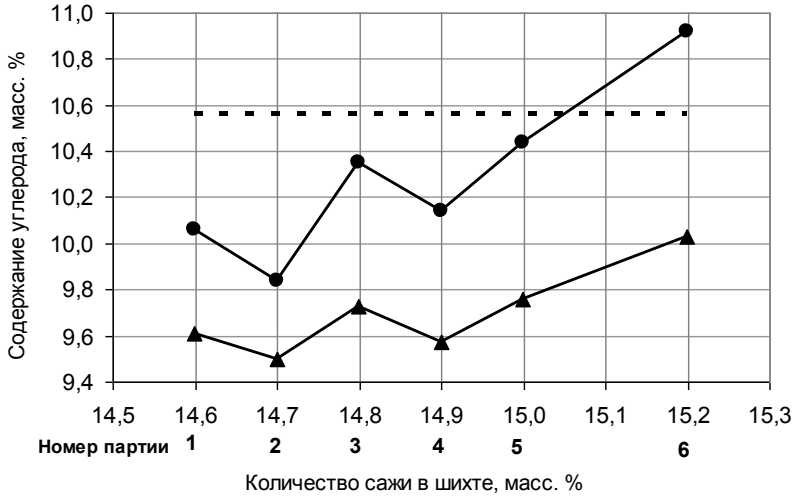


Рис. 1. Содержание углерода в образцах твердого раствора (Ti,W)C, полученных методом твердофазной карбидизации, в зависимости от количества сажи в исходной шихте: ● – общее содержание углерода; ▲ – содержание связанного углерода; - - – теоретическое содержание углерода в твердом растворе.

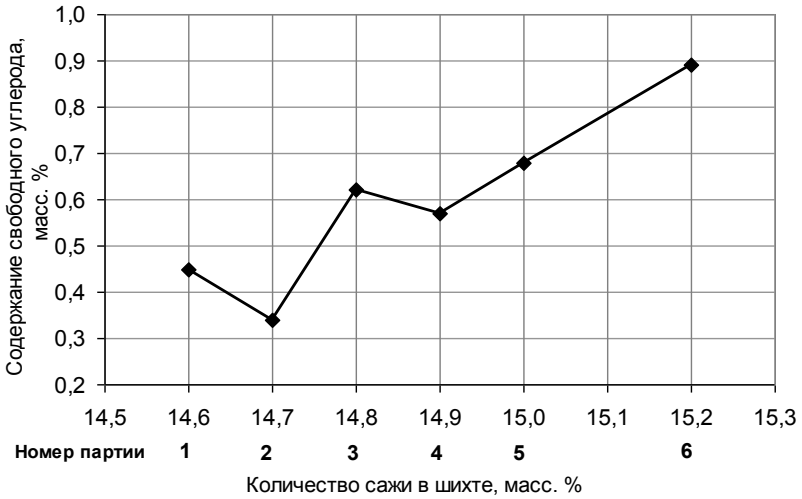


Рис. 2. Содержание свободного углерода в образцах твердого раствора (Ti,W)C, полученных методом твердофазной карбидизации, в зависимости от количества сажи в исходных шихтах.

Из рис. 1 видно, что в случае карбидизации в токе водорода шихты с различным количеством сажи (с некоторым недостатком сажи – партии 1 и 2, различным избытком сажи – партии 4 – 6 и со стехиометрическим содержанием углерода в твердом растворе (Ti,W)C для выбранного соотношения TiC : WC – партия 3), содержание связанного углерода в твердом растворе колебалось в пределах 9,5 – 9,8 % (по массе), что соответствует 90 – 93 % (по массе) от стехиометрического.

При этом значительное количество углерода 0,3 – 0,7 % (по массе) находилось в продукте в свободном состоянии (рис. 2). Максимальное содержание связанного углерода, которое удалось получить (партия 6), составило чуть более 10 % (по массе), при этом в продукте имелось до 0,9 % свободного углерода.

Следует отметить, что при повышении содержания сажи в шихте выше 14,8 % (по массе), что соответствует получению (Ti,W)C, содержащего 10,56 % (по массе) углерода, всё большее количество углерода в порошке твердого раствора оставалось в свободном состоянии в виде графита. Следовательно, как показали опыты, твердый раствор, полученный методом твердофазной карбидизации (сажей) имеет дефицит связанного углерода от 0,6 до 1,0 % (по массе) независимо от избытка сажи в исходной шихте. Кроме того, от партии к партии наблюдается значительное колебание содержания углерода в (Ti,W)C, что, вероятно, обусловлено выгоранием ее в процессе карбидизации в среде водорода, всегда содержащего примеси влаги и кислорода, а также из-за ошибок, допускаемых при взвешивании сажи и компонентов шихты.

Как было отмечено в работах [6, 7], твердый раствор (Ti,W)C, полученный из шихты TiO_2 + WC в метановодородной среде, представлял собой плотный спек и имел значительный дефицит связанного углерода (до 2 % (по массе)). Уплотнение исследуемого материала было обусловлено тем, что в процессе карбидизации TiO_2 плавился ($T_{пл}$ = 1870 ºС), вследствие чего продукт превращался в газонепроницаемый спек, что и тормозило процесс газофазной карбидизации. В связи с этим было принято решение вводить в шихту разбавители для облегчения процесса газофазной карбидизации, для чего часть TiO_2 заменяли на порошок металлического электролитического Ti, или порошок TiC, или на смесь этих порошков.

На рис. 3 показана зависимость содержания связанного углерода в образцах твердого раствора (Ti,W)C, полученных методом газофазной карбидизации, в зависимости от соотношения титансодержащих компонентов шихты TiO_2/Ti или TiO_2/TiC.

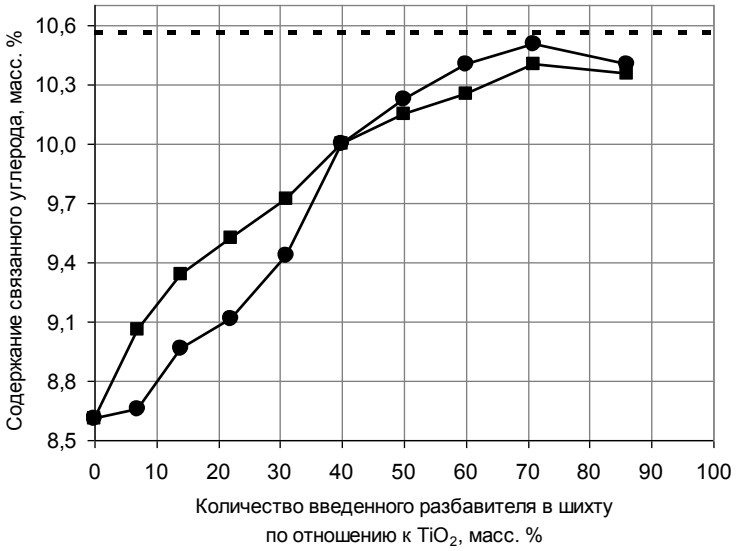


Рис. 3. Содержание связанного углерода в образцах твердого раствора (Ti,W)C, полученных методом газофазной карбидизации, в зависимости от количества введенного разбавителя в шихту по отношению к TiO_2: ● – Ti; ■ – TiC; - - - – теоретическое содержание углерода в твердом растворе.

Из рис. 3 видно, что при увеличении количества Ti и TiC в исходной смеси содержание связанного углерода в конечном продукте возрастало и достигало максимального значения при замене 65–75 % (по массе) TiO_2 на Ti или TiC. Достаточно высокоуглеродистый твердый раствор (Ti,W)C, содержащий не менее 10 % (по массе) свободного углерода, можно получить уже при замене чуть более 40 % (по массе) TiO_2 на Ti или TiC. При таком соотношении компонентов шихты продукт карбидизации представлял собой пористый порошок и легко перетирался. Содержание свободного углерода во всех случаях при использовании равновесной метановодородной среды в качестве карбюризатора не превышало 0,04 % (по массе).

Следует отметить, что при соотношении компонентов шихты TiO_2 к Ti или к TiC, равном 60/40, не удавалось стабильно получать качественный твердый раствор с высоким содержанием связанного углерода (не менее 10 % (по массе)). В этих случаях незначительное изменение исходных параметров процесса карбидизации (повышение влажности метановодородной среды, снижение температуры более чем на 50 ºС) может оказывать негативное влияние на качество твердого раствора (Ti,W)C, снижая в конечном продукте содержание связанного углерода.

В то же время введение в шихту более 75 % (по массе) Ti или TiC по отношению к TiO_2 не приводило к дальнейшему повышению содержания связанного углерода в твердом растворе. Кроме того, порошок сложного карбида (Ti,W)C растирался значительно хуже, что требовало дополнительного размола. Разница в содержании углерода в твердом растворе при использовании в качестве разбавителей Ti и TiC небольшая и при содержании более 40 % (по массе) разбавителя в исходной шихте по отношению к TiO_2 практически не выходит за пределы погрешности эксперимента.

В связи с этим в качестве оптимального состава можно рекомендовать шихты WC + (TiO_2 + Ti) или WC + (TiO_2 + TiC), в которых 65 – 75 % (по массе) TiO_2 заменено на Ti или TiC соответственно. Такое соотношение исходных компонентов шихты позволяет синтезировать (при стандартных технологических условиях) в метановодородной среде, содержащей равновесное количество метана, высокоуглеродистый твердый раствор (Ti,W)C, в котором содержание связанного углерода составляет 98–99 % (по массе) от стехиометрического, а количество свободного ничтожно мало (не более 0,04 % (по массе)).

В настоящей работе также были проведены исследования по выяснению влияния исходных характеристик разбавителей на качество синтезируемого титановольфрамового карбида. Для этого в качестве компонентов шихты использовали TiC с относительно высоким содержанием углерода ($C_{общ}$ = 20,2 % (по массе)) и TiC* со значительным недостатком углерода ($C_{общ}$ = 17,17 % (по массе)), а также их смесь Ti + TiC или Ti + TiC* в равном соотношении в пересчете на карбид титана в конечном продукте. Исследования проводили при тех же режимах. Разбавители вводили в рекомендуемых выше количествах для получения высокоуглеродистых твердых растворов (Ti,W)C.

В табл. 1 приведены данные по влиянию состава и соотношения титансодержащих компонентов исходных шихт на содержание углерода в конечном продукте. Присутствие свободного углерода во всех полученных образцах твердого раствора (Ti,W)C не превышало 0,05 % (по массе).

Из табл. 1 видно, что даже использование ненасыщенного углеродом карбида титана TiC* (партии 7 – 9) позволяет получать насыщенные углеродом твердые растворы (Ti,W)C. Кроме того, газофазный карбюризатор позволяет повысить содержание углерода в карбиде титана TiC* с 17,17 до 19,80 % (по массе).

Использование смеси Ti и TiC или Ti и TiC* в качестве компонентов шихты в определенной степени облегчало процесс синтеза (Ti,W)C и позволяло стабильно получать твердые растворы с содержанием связанного углерода до 97 % от стехиометрического уже при введении 50 % (Ti + TiC) по отношению к TiO_2 в шихту для карбидизации (партия 10).

Таблица 1. **Влияние состава и соотношения титансодержащих компонентов исходных шихт на насыщенность конечного продукта углеродом**

№ п/п	Состав шихты	Содержание углерода в конечном продукте, % (по массе)
1	WC+(50 % TiO_2+50 % Ti)	10,17
2	WC+(40 % TiO_2+60 % Ti)	10,30
3	WC+(30 % TiO_2+70 % Ti)	10,40
4	WC+(50 % TiO_2+50 % TiC)	10,10
5	WC+(40 % TiO_2+60 % TiC)	10,25
6	WC+(30 % TiO_2+70 % TiC)	10,31
7	WC+(50 % TiO_2+50 % TiC*)	9,98
8	WC+(40 % TiO_2+60 % TiC*)	10,17
9	WC+(30 % TiO_2+70 % TiC*)	10,36
10	WC+(50 % TiO_2+(50 % (Ti+TiC))	10,25
11	WC+(40 % TiO_2+(60 % (Ti+TiC))	10,31
12	WC+(30 % TiO_2+(70 % (Ti+TiC))	10,40
13	WC+(50 % TiO_2+(50 % (Ti+TiC*))	10,02
14	WC+(40 % TiO_2+(60 % (Ti+TiC*))	10,20
15	WC+(30 % TiO_2+(70 % (Ti+TiC*))	10,37
16	WC+TiC до прокаливания $C_{общ}$=10,46 % (по массе)	10,44
17	WC+TiC* до прокаливания $C_{общ}$=9,75 % (по массе)	10,17
18	TiC до прокаливания $C_{общ}$=20,2 % (по массе)	20,26

Примечание. TiC* – карбид титана с недостатком углерода.

При прокаливании механической смеси WC + TiC* со значительным недостатком углерода (9,75 % (по массе), партия 17) его содержание в конечном продукте возросло за счет метана газовой среды более чем на 0,4 % (по массе) и составило 10,17 % (по массе).

Сравнительная характеристика твердых растворов по содержанию в них углерода, полученных при использовании газофазного карбюризатора с прецизионно контролируемым углеродным потенциалом, и твердофазного карбюризатора, показана на рис. 4. Видно, что применение газофазного карбюризатора и разбавителей шихты позволяет с высокой точностью обеспечить получение твердого раствора (Ti,W)C, насыщенного по углероду, и снизить наличие связанного углерода в нем в десятки раз.

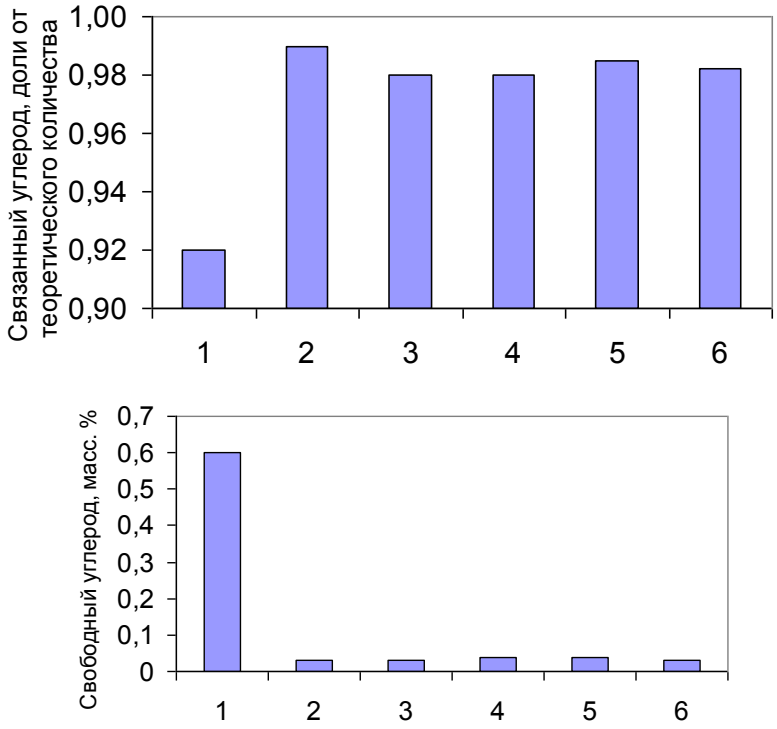


Рис. 4. Содержание углерода в образцах твердого раствора (Ti,W)C при разных способах карбидизации: 1 – сажей в среде водорода; 2 – 6 – в метановодородной среде, при замене в шихте 70 – 80 масс. % TiO_2 на: 2 – Ti; 3 – TiC; 4 – TiC; 5 – (Ti + TiC); 6 – (Ti + TiC*). (В случае 5 и 6 – в равном соотношении в пересчете на карбид титана в конечном продукте).*

Выводы

Учитывая, что недостаток связанного углерода в твердом растворе (Ti,W)C, полученном методом карбидизации сажей, восполняется кислородом и азотом [10], что ухудшает качество сплавов группы ТК, следует отметить, что новая технология получения твердого раствора (Ti,W)C имеет значительные преимущества перед существующими, которые предусматривают использование сажи. Заменив сажу на метановодородную газовую среду, мы исключили не только загрязнение окружающей среды, улучшили условия труда и повысили производительность, но и обеспечили с высокой точностью содержание углерода в (Ti,W)C, достигающее 98 – 99 % от стехиометрического, и снизили присутствие свободного углерода в десятки раз.

Таким образом, на основании проведенных исследований можно сделать вывод, что правильный подбор состава метановодородной среды, технологии приготовления шихты и режимов синтеза твердого раствора (Ti,W)C позволяют кардинально изменить производственный процесс твердых сплавов.

Литература

1. Nowotny H., Parthe E., Kieffer R., Benesowsky F. Das Dreistoffsystem Titan – Wolfram – Kohlenstoff // Z. Metallkunde. – 1954. – Bd. 45. – P. 97–101.
2. Технология и свойства спеченных твердых сплавов и изделий из них. Уч. пособ. для вузов. – 2-е изд. доп. и перераб. / Панов В. С., Чувилин А. М., Фальковский А. В. – М.: «МИСИС», 2004. – 464 с.
3. Третьяков В. И. Основы металловедения и технологии производства спеченных твердых сплавов. – М.: Металлургия, 1976. – 527 с.
4. Кипарисов С. С., Левинский Ю. В., Петров А. П. Карбид титана: получение, свойства, применение. – М.: Металлургия, 1987. – 216 с.
5. Меерсон Г.А., Зеликман А.Н. Металлургия редких металлов. – М.: Металлургиздат, 1955. – 608 с.
6. Бондаренко В. П., Кораблёв С. Ф., Епик И. В. Получение твердого раствора (Ti,W)C в прецизионно контролируемой газовой среде // Сверхтв. материалы. – 1999. – № 2. – С. 43–46.
7. Бондаренко В. П., Кораблёв С. Ф., Епик И. В. Синтез твердого раствора TiC–WC в водороде, содержащем равновесное количество метана // Огнеупоры и техническая керамика. – 1999. – № 7. – С. 14–16.
8. Бондаренко В. П., Павлоцкая Э. Г. Высокотемпературный синтез карбида вольфрама // Порошковая металлургия. – 1995. – № 5. – С. 21 – 26.
9. Петухов А. С., Уварова И. В., Бондаренко В. П. и др. Закономерности низкотемпературного синтеза карбида вольфрама и смеси WC–Co в метано-водородной газовой среде // Порошковая металлургия. – 1992. – № 10. – С. 31–35.
10. Рыбальченко Р. В., Нечаева Н. П. Сопоставление способов и выбор оптимального варианта изготовления высокоуглеродистого твердого раствора (Ti,W)C для производства твердых сплавов // Сб. науч. тр. ВНИИТС № 15. – М.: Металлургия, 1975. – С. 190–200.

Поступила 16.07.07.

УДК 669.018.25

В. П. Бондаренко, член-кор. НАН Украины; **М. Г. Лошак**, докт. техн. наук;
Л. И. Александрова, **В.П. Ботвинко**, кандидаты техн. наук;
В. М. Гомеляко, **Н. И. Заика**, инженеры

Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев, Украина

ВЛИЯНИЕ ЛЕГИРУЮЩИХ МИКРОДОБАВОК НА ДОЛГОВЕЧНОСТЬ ВОЛЬФРАМОВЫХ ТВЕРДЫХ СПЛАВОВ

The effect of alloying microadditions of VC, Cr_3C_2 and TaC to the WC–8Co alloy on the cyclic durability in impact bending load has been studied.

В современном материаловедении твердых сплавов достаточно полно изучены вопросы повышения физико-механических характеристик изделий из вольфрамовых твердых сплавов путем введения различных легирующих добавок [1–6]. Хорошо известно, что легирование карбидами тугоплавких металлов (TiC, TaC, Cr_3C_2, NbC, VC и др.) способствует снижению скорости роста карбидных зерен при спекании, повышает сопротивление окислению сплавов,

их твердость и жаропрочность. Эффективность введения карбидов тугоплавких металлов зависит от многих факторов, таких как условия работы пластин твердых сплавов, содержания в них углерода и т.п. Этим обусловлен многофакторный механизм изменения механических характеристик сплавов, легированных микродобавками [5]. Естественно, что основным фактором является уменьшение размера зерен карбида вольфрама, что подтверждено в работе [7]. С другой стороны, дополнительное растворение карбидов в связующей фазе приводит к упрочнению последней. В частности, растворение 0,1–0,5 % (по массе) Cr_3C_2 обеспечивает повышение твердости сплавов, в том числе и при повышенных температурах. Аналогичный эффект имеет место в твердых сплавах при введении 0,05–0,25 % TaC.

Образцы твердого сплава ВК8 были изготовлены путем спекания в контролируемой газовой среде, при этом часть из них имела добавку карбида тантала в количестве 0,05 и 0,25 % (по массе). Микротвердость этих образцов определяли на установке, позволяющей проводить измерения в вакууме $2{,}6\cdot10^{-3}$Па в температурном интервале 20–1000 ºС [8].

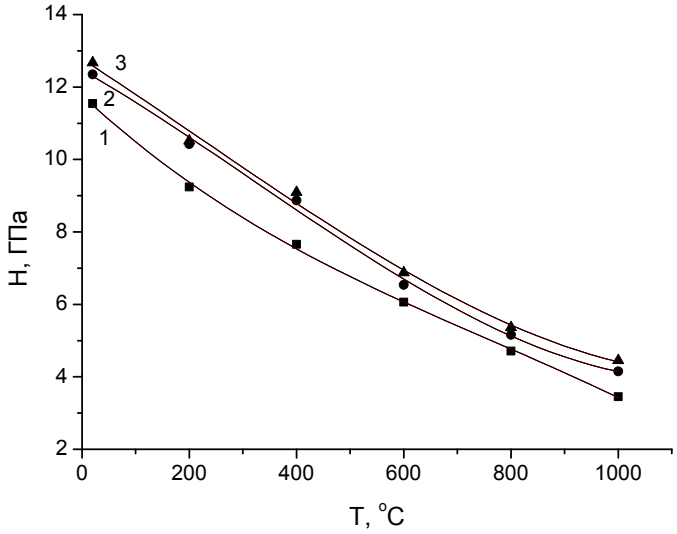


Рис. 1. Зависимость твердости сплава ВК8, легированного микродобавками карбида тантала, от температуры: 1 – без добавок; 2 – с добавкой 0,05 % (по массе) TaC; 3 – с добавкой 0,25 % (по массе) TaC.

Представленные на рис. 1 результаты определения микротвердости говорят о существенном ее повышении во всем исследованном температурном диапазоне. В случаях легирования микродобавками Cr_3C_2 и TaC механизм изменения твердости различен. Если Cr_3C_2 обычно растворяется в кобальтовой связующей фазе до 1 % (по массе), то тантал в связке не обнаруживается, а сосредоточен по межфазным и межзеренным границам [7].

С учетом изложенного большой интерес представлял вопрос о характере влияния микродобавок карбидов тугоплавких металлов в твердый сплав на его поведение при циклическом ударном нагружении, близком к реальным условиям эксплуатации инструмента.

Для эксперимента были изготовлены 4 партии образцов по 15 шт. в каждой из твердого сплава ВК8, отличающиеся составом (см. табл.).

Для проведения эксперимента была использована установка «Удар», предназначенная для испытаний циклическим ударным нагружением на изгиб твердосплавных образцов призматической формы [9]. Установка. «Удар» позволяет выполнять циклическое нагружение ударом с частотой 40–80 Гц. Сила единичного удара при испытаниях в этой установке может составлять до 5000 Н. Количество ударов в минуту определяется резонансной частотой установки и твердосплавного образца. На каждый образец наклеивается датчик, разме-

щенный в схеме измерения деформации, которая включает в себя еще и осциллограф, на котором оператор фиксирует силу единичного удара. В комплекс приборов, обслуживающих установку «Удар», входит генератор частоты, который позволяет достигать резонанса испытательной системы и фиксировать эту частоту. Усилитель комплекса приборов служит для регулирования силы удара.

Состав и свойства экспериментальных партий из твердого сплава ВК8

Состав сплава, %					Плотность	Коэрцитивная	Твердость
WC	Co	Cr_3C_2	TaC	VC	ρ, г/см^3	сила H_{CM}, кА/м	HRA
92	8	–	–	–	14,55	8,8	88,6
92	8	0,15	–	–	14,65	11,3	89,5
92	8	–	0,15	–	14,65	9,0	89,3
92	8	–	–	0,15	14,65	9,2	89,1

При обработке результатов испытаний на усталость твердых сплавов с микродобавками учитывали статистический характер разрушения образцов. Предполагается, что для получения нужной степени достоверности результата экспериментальные данные испытаний отдельных образцов следует нанести на график «вероятность разрушения – долговечность», соответствующий тому виду функции распределения, который отвечает при ударном циклическом нагружении данному материалу. Доказательством соответствия результатам испытаний того или иного вида функции распределения является то, что экспериментальные точки располагаются близко к прямой линии на графике, построенном для данной функции распределения. Ранее [9] установлено, что для сплава ВК8 лучшим совпадением является нанесение экспериментальных данных на график, соответствующий функции распределения Вейбулла. Однако в настоящей работе наилучшее совпадение экспериментальных точек с прямыми линиями, особенно для образцов с легирующими добавками, получено на графике, соответствующем функции нормального закона распределения логарифмов долговечности (рис. 2).

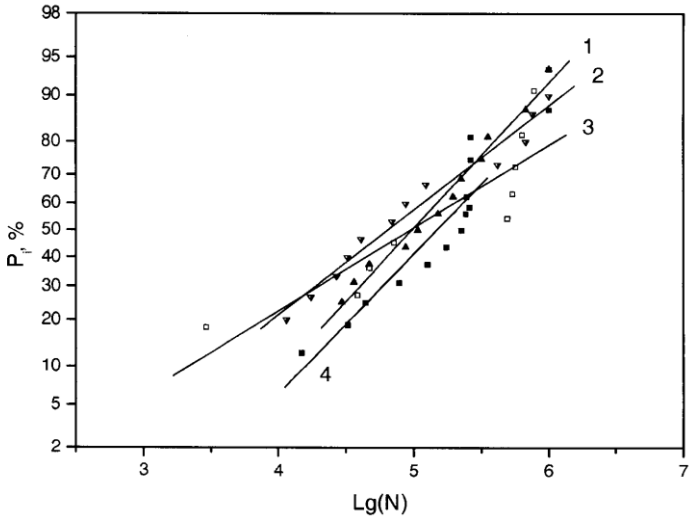


Рис. 2. Долговечность при циклическом ударном нагружении сплава ВК8 с легирующими микродобавками карбидов тугоплавких металлов: 1 – без добавок; 2– с 0,15 % (по массе) VC; 3 – с 0,15 % (по массе) Cr_3C_2; 4 – с 0,15 % (по массе) TaC.

Нормальный закон справедлив тогда, когда случайная величина зависит от большого количества различных факторов, каждый из которых, взятый в отдельности, влияет на эту величину сравнительно мало. Очевидно, такому факту способствовало введение в твердый

сплав ВК8 легирующих добавок. На графике прямые, полученные для образцов без легирующих добавок и с добавкой 0,15 % (по массе) TaC расположены почти параллельно между собой. Хорошо видно, что долговечность образцов добавкой TaC ($151 \cdot 10^3$ циклов) более чем в 1,5 раза превосходит долговечность образцов без добавок ($95 \cdot 10^3$ циклов). Образцы с добавками 0,15 % (по массе) VC и 0,15 % (по массе) Cr_3C_2 при испытаниях показали большой разброс значений долговечности, что отразилось на положении прямых на графике. Для этих образцов характерным является разрушение значительной их части в начальный период нагружения. В то же время видно, что для вероятности разрушения 50 % значения долговечности этих образцов и образцов без добавок близки между собой: $88 \cdot 10^3$ циклов – для образцов с 0,15 % (по массе) VC; $95 \cdot 10^3$ циклов – для образцов с 0,15 % (по массе) Cr_3C_2;

В соответствии с полученными результатами можно предположить, что упрочнение связующей фазы за счет растворения в ней некоторого количества Cr_3C_2 и VC не способствует повышению пластических характеристик твердого сплава, в результате чего его долговечность не увеличивается. В противоположность этому карбид тантала при спекании сплавов располагается только по межфазным и межзеренным границам, упрочняя их и этим позволяя материалу выдерживать большее количество циклов нагружения до возникновения в нем магистральной трещины. В том случае, когда в образце количество микродефектов минимальное, упрочняющее действие Cr_3C_2 и VC на связку может оказать положительное влияние, и такие образцы будут иметь повышенную долговечность, как это видно на рис. 2.

Таким образом, можно заключить, что введение ингибиторных добавок в виде карбидов TaC, Cr_3C_2, VC в количествах, не превышающих 0,15 % (по массе) по крайней мере не снизит долговечности твердосплавных изделий, а в ряде случаев повысит ее за счет увеличения твердости и жаростойкости.

Литература

1. Функе И. Ф., Туманов В. И., Труханова З. С. Влияние легирования на структуру и свойства сплавов карбид вольфрама–кобальт // Изв. АН СССР. ОТН. Металлургия и топливо. – 1961. – № 4. – С. 101–108.
2. Aronsson B. Influence of processing on properties of cemented carbide // Powder Metal. – 1977. – 30, № 3. – P. 175–181.
3. Penrice T. W. Alternative binders for hard metals // J. Mater. Chap. Technol. / Fermely J. Appl. Metalwoking. – 1987. – 5, № 1. – P. 35–39.
4. Кислый П. С., Боднарук Н. И., Боровикова М. С. и др. Керметы. – К: Наук. думка, 1988. – 272 с.
5. Ostberg G., Buss K., Christensen M. at all. Effect of TaC on plastic deformation on WC–Co and Ti(C,N) –WC–Co // Int. J. Refract. Metals& Hard Mater. – 2006. – 24. – P. 145–154.
6. Фальковский В. А., Клячко Л. И. Твердые сплавы. – М.: Изд. дом «Руда и металл», 2005. – 415 с.
7. Бондаренко В. П., Лошак М.Г., Александрова Л. И. и др. О характере распределения хрома и тантала в вольфрамовых твердых сплавах с микродобавками их карбидов // Сверхтв. материалы. – 2006. – № 6. – С. 23–29.
8. Заика Н. И., Гомеляко В. М. Применение установки для определения твердости при высоких температурах для оценки твердости твердых сплавов и сверхтвердых композиционных материалов // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения / Сб. научн. трудов. – К.: Институт сверхтвердых материалов НАН Украины. – 2006. – С. 392–393.
9. Лошак М. Г. Прочность и долговечность твердых сплавов. – К.: Наук. думка, 1984. – 327 с.

Поступила 17.07.07.

УДК.679.8.

В. И. Сидорко, докт. техн. наук; **В. В. Пегловский,** канд. техн. наук;
В. Н Ляхов, Е. М. Поталыко, инженеры

Научно-технологический алмазный концерн «Алкон» НАН Украины, г. Киев, Украина

ИЗУЧЕНИЕ ВЛИЯНИЯ МИНЕРАЛОГИЧЕСКИХ СОСТАВЛЯЮЩИХ ПРИРОДНОГО КАМНЯ НА ЕГО ПРОЧНОСТНЫЕ СВОЙСТВА

The effect of silicon, aluminum and iron oxides on the Mohs hardness of some types of natural stones has been discussed.

При изготовлении изделий из природного камня [1] практически всегда возникает задача определения трудоемкости, особенно на стадии проектирования при рассмотрении различных вариантов технологического процесса.

Трудоемкость изготовления изделий из природного камня определяется прежде всего высокими прочностными свойствами обрабатываемого материала. Известен случай, когда процесс изготовления вазы из ревневской яшмы продолжался более 14 лет [2].

Вопросы определения трудоемкости изготовления изделий из природных камней в литературе описаны недостаточно.

В общем случае при классификации горных пород, например, по буримости, все природные горные породы распределены на 5 классов и 25 категорий. Известна также классификация пород по трудности разрушения (по В. В. Ржевскому) [3], согласно которой различные виды горных пород также разделены на 25 категорий.

Известны попытки объединить природные камни в группы по обрабатываемости, например, при изготовлении резных изделий [4], а также соизмерить обрабатываемость природных камней, сравнивая трудоемкость обработки одних камней с другими и пользуясь этим принципом, корректировать технологические режимы шлифования [5]. За образец природного камня, относительно которого приводятся данные по трудоемкости обработки других видов камня, принята калканская (техническая) яшма.

Трудоемкость изготовления является нормативным показателем качества изделий из природного камня [6], а при определении их стоимости, кроме известной методики [7] определения цены изделия в зависимости от общего веса камня в готовом изделии, следует учитывать трудозатраты, а также затраты, связанные с эксплуатацией специализированного оборудования и использованием дорогостоящего алмазно-абразивного инструмента.

Известно, что на трудоемкость изготовления изделий из природного камня оказывают влияние его прочностные свойства.

На прочностные свойства природных камней влияют несколько основных групп факторов:

условия образования природного камня (температура, давление, время образования, взаимодействие образовавшегося камня с внешней средой);

вид камня (минерал или горная порода);

вид минерала (монокристалл или поликристалл);

вид кристаллической решетки, присущей тому или иному минералу;

минералогический состав природного камня и некоторые другие.

Влияние прочностных свойств природного камня на трудоемкость его обработки в общем виде можно представить по аналогии с общим выражением для процесса шлифования [8]

$$T_o = f(П),$$

где T_o – трудоемкость обработки определенного вида природного камня;

П – фактор, учитывающий прочностные свойства природного камня.

Под прочностными свойствами нами понимается способность природного камня оказывать сопротивление механической обработке.

Прочностные свойства природных камей характеризуются комплексом физико-механических свойств:

$$П_{On} = f\ (П_1, П_2, \ldots, П_n, n),$$

где $П_{On}$ – прочностные свойства, определенные с учетом комплекса различных физико-механических свойств;

$П_1, П_2, \ldots, П_n$, – исследуемые свойства; n – количество исследуемых свойств природного камня.

На прочностные свойства оказывают влияние вид, количество и процентное содержание минералогических элементов, входящих в состав природных камней

$$П_1 = f\ (\sum_1^m p_m, c_m),$$

где p_m – процентное содержание всех минералогических составляющих в определенном виде камня;

c_m – виды минералогических составляющих;

m – количество минералогических составляющих, учитываемое при проведении исследования;

$П_1$ – твердость по Моосу.

В данной статье нами рассматривается один показатель $П_1$, характеризующий прочностные свойства природного камня, а именно, твердость по Моосу.

Для изготовления декоративно-художественных изделий применяется около 60 наименований природных камней, составляющих 2 большие группы: декоративные и полудрагоценные.

Известно, что в зависимости от минералогических составляющих природные камни делятся на 3 больших класса: кремнийсодержащие (кремень, халцедон и др.); кальцийсодержащие (оникс, мрамор и др.), а также их комбинации (лиственит, серпентенит и др.).

Из минералогических составляющих, входящих в состав натуральных камней, можно выделить 2 их основные группы. Оксиды (кремния, алюминия, железа и др.) и карбонаты (в основном, кальция и магния). Именно эти составляющие, доля которых в процентном отношении преобладает в минералогическом составе природных камней, оказывают наибольшее влияние на формирование прочностных свойств камня.

В данной работе рассматривалось влияние содержания оксидов кремния, алюминия и железа на прочностные свойства природных камней.

В зависимости от содержания указанных составляющих все разновидности природных камней, используемые в производстве декоративно-художественных изделий, были условно объединены в группы.

В табл. 1 приведено ориентировочное содержание рассматриваемых минералогических составляющих для выбранных групп природных камней (отмечено шрифтом).

Для изучения зависимостей влияния вида и процентного содержания минералогических элементов на прочностные свойства природных камней из рассматриваемых групп были выбраны некоторые виды природных камней по мере возрастания содержания выбранных минералогических элементов.

Данные о прочностных свойствах природных камней и содержании рассматриваемых минералогических составляющих являются усредненными значениями, полученными в результате анализа опубликованных данных [9–17].

Следует отметить, что кроме рассмотренных минералогических составляющих в составе природного камня (породах) могут присутствовать и некоторые другие, например: ок-

сиды титана (TiO_2–рутил, анатаз, брукит), железа ($FeO(OH)$–гётит), марганца (MnO–псиломелан, MnO_2–пиролюзит, $MnO(OH)$–манганит), оксиды калия (K_2O), натрия (Na_2O), фосфора (P_2O_5) и т. д.

Таблица 1. **Особенности минералогического состава природного камня**

Группа	Химическая формула или характеристика	SiO_2 [%]	Al_2O_3 [%]	Fe_2O_3 [%]	CaO [%]	MgO [%]	Прочие [%]
Мраморный оникс	$CaCo_3$	–	–	–	56	–	44
Мрамор	$CaCo_3$, $CaMg(Co_3)_2$	27	–	1	22	16	34
Обсидиан	SiO_2	74	14	–	1	2	9
Серпентеит	$Mg_6(OH)_8[Si_4O_{10}]$	44	25	5	1	14	11
Гранит	Кислые интрузивные породы	68	15	2,0	2,0	1,0	12
Яшма	SiO_2	88	5	1	4	1	1
Халцедон	SiO_2	95	2	–	2	1	–
Кремний и кварцитит	SiO_2	97	1	1	–	1	–
Нефрит	$Ca_2Fe_5[Si_4O_{11}]_2(OH)_2$	51	6	2	17	21	3
Жадеит	$Na(Al,Fe)Si_2O_6$	57	28	2	6	7	–

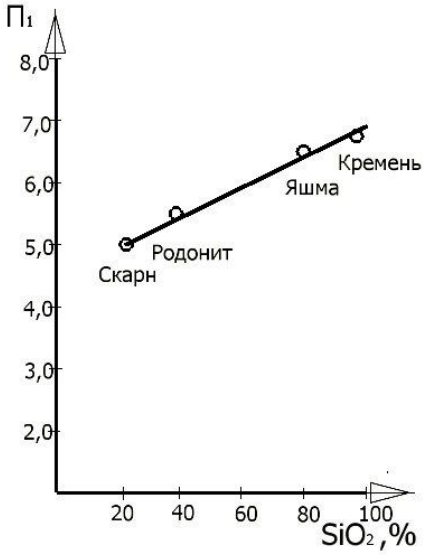


Рис. 1. Зависимость твердости по Моосу ($П_1$) некоторых видов минералов и горных пород в зависимости от наличия в их составе оксида кремния.

Содержание оксидов титана и магния в тех случаях, когда они присутствуют, как правило, не превышает 1 %. Поэтому в данной работе их влияние нами специально не рассматривается. Аналогичный вывод можно сделать по оксидам фосфора.

Влияние гидрооксидов железа ($FeO(OH)$) аналогично оксидам железа (Fe_2O_3) однако, вероятно оно слабее, поскольку прочностные свойства чистого элемента гётита ниже, чем гематита.

Влияние оксидов калия (K_2O) и натрия (Na_2O) сопоставимо с влиянием оксидов кремния, но, очевидно, ниже, так как указанные составляющие являются основными составляющими полевого шпата, прочность которого ниже прочности кварца.

На рис. 1–3 представлены зависимости значений твердости по Моосу от содержания оксидов кремния, алюминия и железа, аппроксимированные линейными зависимостями с использованием методом наименьших квадратов [18].

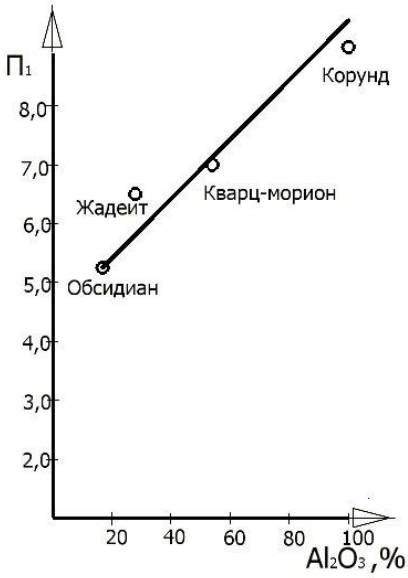


Рис. 2. Зависимость твердости по Моосу ($П_1$) некоторых видов минералов и горных пород в зависимости от наличия в их составе оксида алюминия.

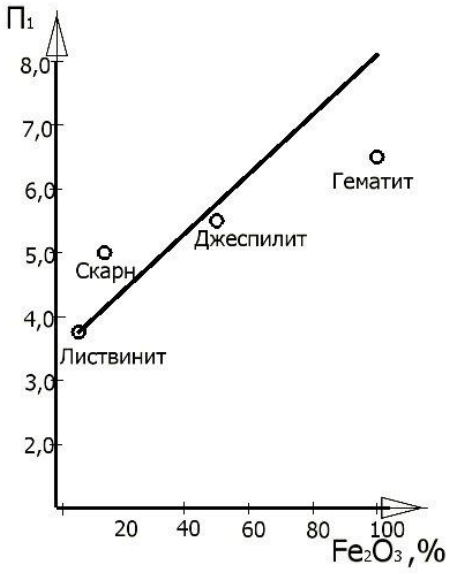


Рис. 3. Зависимость твердости по Моосу ($П_1$) некоторых видов минералов и горных пород в зависимости от наличия в их составе оксида железа.

Зависимости, показанные на рис 1–3, не определяют конкретных количественных соотношений, а лишь показывают тенденции изменения прочностных свойств природных камней в зависимости от процентного содержания выбранных минералогических элементов.

Рассмотрим зависимости твердости по Моосу от содержания в минералогическом составе природного камня оксида кремния (рис. 1), оксида алюминия (рис. 2) и оксида железа (рис. 3).

Таким образом, для выбранных видов природных камней твердость по Моосу возрастает с увеличением содержания оксидов кремния, алюминия и железа.

Возрастание прочностных свойств с увеличением содержания оксидов кремния, алюминия и железа ограничивается стопроцентным содержанием указанных элементов, достигая максимальных значений у химически чистых элементов: кварца, корунда и гематита.

Таблица 2. **Таблица сравнительного влияния содержания минералогических составляющих и их твердости по Моосу на прочностные свойства природных камней**

Минералогические составляющие	Значения α [Ед.]	Значения $П_{1ср}$ [Ед.]	$К=\alpha \times П_{1ср}$ [Ед.]	К [%]
Оксиды алюминия	0,0626	7,125	0,446	100,0
Оксиды железа	0,0463	5,125	0,237	53,1
Оксиды кремния	0,0259	5,875	0,152	34,1

Из анализа зависимостей установлена различная степень влияния на прочностные свойства природного камня содержания выбранных минералогических элементов, которое может быть оценено по тангенсу угла наклона α соответствующих графических зависимостей (табл. 2, столбец 2).

Однако на прочностные свойства природных камней, кроме процентного содержания минеральных элементов, оказывает влияние и прочность каждого из минералогических со-

ставляющих. Так как прочностные характеристики каждого из минералогических составляющих различны, то степень их влияния на общие прочностные свойства можно представить в виде обобщенного критерия влияния $К_в$

$$К_в = \alpha \times П_{1ср},$$

где $К_в$ – обобщенный критерий влияния содержания минералогического составляющего и его средней прочности на общие прочностные свойства природного камня;

α – тангенс угла наклона графической зависимости $П_1 = f\left(\sum_1^m p_m, c_m\right)$ для каждого из рассматриваемых минералогических элементов;

$П_{1ср}$ – средние значения твердости для каждого из рассматриваемых минералогических составляющих в исследуемом интервале.

Как видно из табл. 2 (столбец 4) влияние рассматриваемых оксидов на общие прочностные свойства природного камня можно расположить по убыванию следующим образом: оксиды алюминия, железа, кремния. В процентном отношении это влияние показано в табл. 2 (столбец 5).

Следует отметить, что не все из полудрагоценных и декоративных камней могут быть полностью ранжированы в зависимости от выбранных принципов ввиду пересечения различных влияний составляющих элементов на прочностные свойства природных камней. Например, оксид железа является составляющей увеличивающей прочностные свойства кальцийсодержащих элементов и снижающий прочностные свойства кремнийсодержащих элементов. Это связано с тем, что в первом случае основной составляющей являются кальцийсодержащие элементы, прочность которых в чистом виде ниже оксида железа, а во втором – кремнийсодержащие элементы, прочность которых в чистом виде выше, чем прочность оксида железа.

Выводы

1. На трудоемкость обработки природных камней оказывают влияние их прочностные свойства, которые зависят от вида и процентного содержания минералогических составляющих.
2. Минералогическими составляющими, повышающими прочностные свойства природных камней, являются оксиды алюминия, кремния и железа.
3. Наибольшее влияние на возрастание прочностных свойств природных камней оказывает содержание оксидов алюминия.
4. При сопоставлении степени влияния на возрастание прочностных свойств содержания оксидов железа и кремния выявлено большее влияние оксидов железа.

Литература

1. Изделия камнерезные ТУ У 26.7. – 23504418 – 001: 2007.
2. Самсонов Я. П., Туринге А. П. Самоцветы СССР. – М.: Недра, 1984. – 335 с.
3. Добыча и обработка природного камня: Справочник / Под. ред. А. Г. Смирнова. – М. Недра, 1990. – 445 с.
4. Синкенкес Дж. Руководство по обработке драгоценных и поделочных камней. Пер. с англ. Л. В. Булгака. – М.: Мир, 1989. – 422 с.
5. Белицкая Э. И. Художественная обработка цветного камня // Учебник для средн. проф.-техн. училищ. – М.: Легкая и пищевая промышленность, 1983. – 200 с.
6. ДСТУ Б В.2.7-16–95. Строительные материалы. Материалы стеновые каменные. Номенклатура показаний качества.
7. Напівдорогоцінне каміння та вироби з нього // Коштовне та декоративне каміння. Інформ.-довідк. вид. – К.: Вид. ДГЦ МФУ, 2005. – 4, № 42. – С. 29–39.
8. Маслов Е. Н. Теория шлифования материалов. – М. Машиностроение, 1974. – 318 с.

9. Индутная Т. В. Полудрагоценные камни // Метод. руководство по диагностике и экспертизе. – К.: ГГЦ МФУ, 1997. – 43 с.
10. Минералы и самоцветы: знатокам, любителям и коллекционерам всех направлений о минералах и самоцветах: Справочник / Пер. с ит. Н. П. Григорьева. – М.: АСТ Астрель, 2006. – 320 с.
11. Стоялов С. П. Методические указания по поиску и перспективной оценке месторождений цветных камней. – Вып. 5. – Родонит / Под. ред. Е. А. Киевленко. – М.: ЦСПХП Мингеологии СССР ВГФ, 1975. – 51 с.
12. Сенкевич Н. Н. Методические указания по поиску и перспективной оценке месторождений цветных камней. – Вып. 6. – Жадеит / Под. ред. Е. А. Киевленко. – М.: ЦСПХП Мингеологии СССР ВГФ, 1975. – 56 с.
13. Лузина В. Р. и др. Методические указания по поиску и перспективной оценке месторождений цветных камней. – Вып. 10. – Изумруд / Под. ред. Е. А. Киевленко. – М.: ЦСПХП Мингеологии СССР ВГФ, 1975. – 54 с.
14. Григорович М. Е. Методические указания по поиску и перспективной оценке месторождений цветных камней. – Вып. 12. – Декоративно-облицовочные камни / Под. Ред. Е. А. Киевленко. – М.: ЦСПХП Мингеологии СССР ВГФ, 1977. – 90 с.
15. Григорович М. Е. и др. Методические указания по поиску и перспективной оценке месторождений цветных камней. – Вып. 14. – Окаменелое дерево и рисунчатый кремень / Под. ред. Е. А. Киевленко. – М.: ЦСПХП Мингеологии СССР ВГФ, 1976. – 60 с.
16. Морозова Н. И. и др. Методические указания по поиску и перспективной оценке месторождений цветных камней. – Вып. 15. – Гематит / Под. ред. Е. А. Киевленко. – М.: ЦСПХП Мингеологии СССР ВГФ, 1976. – 43 с.
17. Григорович М. Б. и др. Методические указания по поиску и перспективной оценке месторождений цветных камней. – Вып. 23. – Яшмы и роговики / Под. ред. Е. А. Киевленко. – М.: ЦСПХП Мингеологии СССР ВГФ, 1978. – 64 с.
18. Виноградов Ю. С. Математическая статистика и ее применение к исследованиям в текстильной и легкой промышленности. – М.: Легкая индустрия, 1964. – 320 с.

Поступление 13.07.07.

УДК 621.762.242: 669.27

В. П. Бондаренко, член.-кор. НАН Украины; **И. В. Андреев,** асп.; **А. Е. Бабенко**, инж.

Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев, Украина

КИНЕТИКА ПРОЦЕССА ВОССТАНОВЛЕНИЯ ВОЛЬФРАМА ИЗ ВОЛЬФРАМОВОЙ КИСЛОТЫ H_2WO_4 В ЗАКРЫТОМ РЕАКТОРЕ

The kinetic analysis of process of reduction of tungsten from H_2WO_4 in the closed reactor is carried out. It is shown, that application H_2WO_4 allows to raise homogeneity of process that speaks reduction E-activation.

В современной практике производства порошков вольфрама наряду с оксидом вольфрама WO_3, использующимся в качестве исходного сырья для восстановления порошка вольфрама, также широко применяется и вольфрамовая кислота H_2WO_4. Причем порошок вольфрама, получаемый восстановлением из H_2WO_4, является более мелкозернистым по-

рошком и используется преимущественно для производства мелкозернистых вольфрамовых твердых сплавов [1]. Для получения более крупнозернистых порошков W (размер частиц порядка 5–10 мкм) применяют оксид вольфрама WO_3, получаемый прокалкой паравольфрамата аммония. В то же время получить более крупнозернистый порошок вольфрама в печах с непрерывным потоком водорода весьма затруднительно.

Для получения особокрупнозернистых порошков вольфрама авторами работ [2–4] была применена установка, работающая в режиме закрытого по водороду реактора, благодаря чему удалось повысить концентрацию паров воды в рабочей зоне реактора и интенсифицировать процессы переноса через газовую фазу летучего вольфрамсодержащего вещества, образующегося в результате реакций восстановления вольфрама. Это позволило получить порошки W с размером частиц до 1000 мкм.

Следует отметить, что в работах [2, 4] для исследования особенностей получения особокрупнозернистых порошков вольфрама и кинетических аспектов восстановления вольфрама в качестве исходного сырья применялся оксид вольфрама WO_3, полученный прокалкой паравольфрамата аммония. Использование этого сырья приводило к получению порошков вольфрама достаточно неравновесной полиэдрической формы с множеством ступенек роста. В вольфрамовой кислоте связанного кислорода значительно больше, чем в порошке WO_3, поэтому можно было ожидать, что при восстановлении вольфрама из H_2WO_4 процесс восстановления будет претерпевать существенные изменения.

Эта гипотеза была подтверждена в работе [3]. Применение в качестве исходного сырья вольфрамовой кислоты позволило получить в закрытом реакторе весьма крупные частицы вольфрама, но с гладкими гранями без ступенек роста, что, вероятно, обусловлено повышением уровня гомогенности процесса восстановления W из H_2WO_4 по сравнению с восстановлением W из WO_3. Для проверки этого предположения нами был проведен кинетический анализ процесса восстановления W из H_2WO_4 по методике, аналогичной описанной в работе [4].

Для изучения механизма восстановления вольфрама из H_2WO_4 проводили серию экспериментов восстановления W при температурах 800 – 1100 ºС и выдержках от 0 до 8 ч. Навеска порошка H_2WO_4 составляла 7 г.

Результаты экспериментов приведены в табл. 1. По этим результатам построены кинетические зависимости восстановления W при различных температурах (рис. 1).

Таблица 1. **Потеря массы образца Δm (%) при восстановлении W из H_2WO_4 в закрытом реакторе**

	Время выдержки τ, ч							
T, °C	0	0,25	0,5	1	2	4	6	8
800	10,05	11,47	12,86	14,23	14,90	15,00	17,93	21,55
900	10,33	12,79	14,33	15,19	16,00	17,20	20,60	24,80
1000	11,00	13,78	14,99	16,00	16,90	21,97	25,36	26,30
1100	12,50	14,70	15,47	16,36	18,07	24,50	29,18	29,27

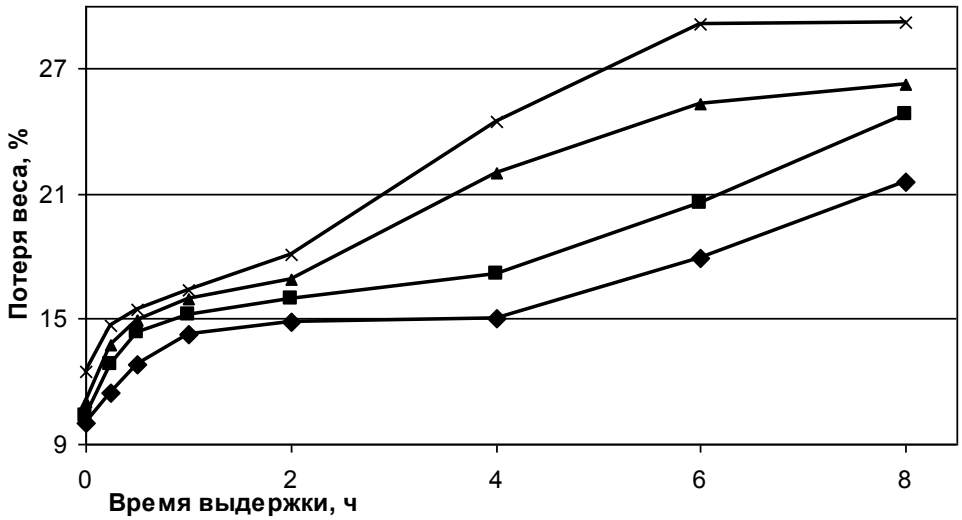


Рис. 1. Кинетические кривые восстановления вольфрама из H_2WO_4 в зависимости от времени выдержки и температуры: 800 (◆); 900 (■); 1000 (▲); 1100 (×) ºС.

Известно, что в процессе восстановления W из H_2WO_4 при температурах выше 200 ºС вольфрамовая кислота разлагается на WO_3 и H_2O по реакции

$$H_2WO_4 = WO_3 + H_2O . \quad (1)$$

При этом потеря массы навеской теоретически должна составлять 7,2 %, а прокалка H_2WO_4 в нейтральной среде составила 8,6 %. Далее процесс восстановления должен проходить по суммарной реакции

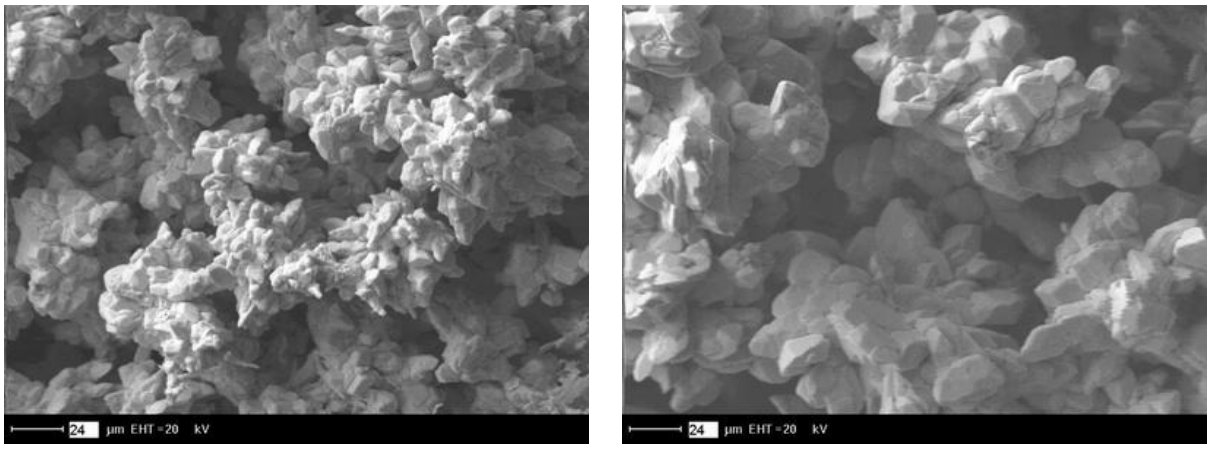
$$WO_3 + 3H_2 = W + 3H_2O \quad (2)$$

через образование промежуточных оксидов $WO_{2,90}$; $WO_{2,72}$; WO_2.

В связи с этим анализ кинетических параметров восстановления W из H_2WO_4 целесообразно проводить с учетом реакции разложения вольфрамовой кислоты по формуле (1), т.е. практически процесс восстановления идет от WO_3 до W при повышенной влажности газовой среды ($H_2 + H_2O_{пар}$) в результате дегидратации вольфрамовой кислоты.

Из рис. 1 достаточно четко видна стадийность процесса восстановления W из H_2WO_4. На первой стадии происходит стремительная дегидратация H_2WO_4 и восстановление WO_3 до коричневого оксида WO_2. Это подтверждается соответствующей потерей массы образца.

Уже при нулевой выдержке при 800 ºС потеря массы за счет дегидратации составляет 10,05 %. С повышением температуры восстановления до 1100 ºС потеря массы увеличивается до 12, 5 %. Суммарная потеря массы за счет дегидратации и восстановления WO_3 до WO_2 составляет 15,5 %. Поэтому можно считать, что первый этап процесса, состоящий из стадий дегидратации и восстановления $WO_3 \rightarrow WO_{2,90} \rightarrow WO_{2,72} \rightarrow WO_2$ полностью заканчивается при 800 ºС за 4 – 5 ч; 900 ºС за 1,5 ч; 1000 ºС за 0,45 ч; 1100 ºС за 0,5 ч. Это подтверждается исследованием на РЭМ продукта восстановления, полученного при разных температурах и выдержках. Различие имеется только в размере частиц получаемого WO_2 (рис. 2).



а *б*

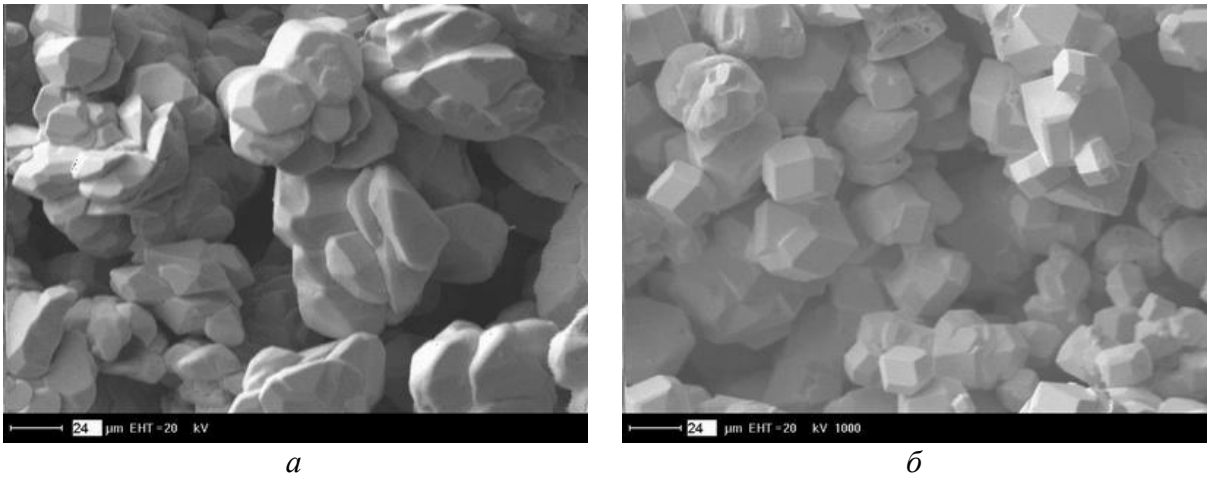
Рис. 2. Порошок WO_2, полученный при 800 ºС, выдержке 4 ч (а) и 900 ºС, 2 ч (б).

Второй этап характеризуется небольшой скоростью и протекает до тех пор, пока не появятся первые кристаллы вольфрама. Такое замедление реакции практически не наблюдалось при использовании в качестве сырья WO_3. Уменьшение скорости восстановления на этом этапе можно пояснить следующим образом. После завершения первого этапа в системе находятся WO_2 и H_2, обогащенный паром H_2O. Молекулы H_2O, взаимодействуя с WO_2, образуют гидрооксид $WO_2(OH)_2$. Образование гидрооксида идет до тех пор, пока не установится равновесная концентрация его над WO_2. Поэтому скорость восстановления W из WO_2 уменьшается, и мы видим на рис. 1 замедление восстановления при всех исследуемых температурах на втором этапе. При достижении концентрации $WO_2(OH)_2$ достаточной для протекания реакции

$$WO_2(OH)_2 + 3H_2 = W + 4H_2O, \qquad (3)$$

в системе начинается выделение кристалликов W. Это приводит к уменьшению концентрации $WO_2(OH)_2$ над WO_2, и реакция образования гидрооксида возобновляется. Постепенно весь WO_2 будет восстановлен до W (рис. 3).

Из рис. 3 следует, что процесс восстановления W из H_2WO_4 в закрытом реакторе за 8 ч завершается полностью только при температурах 1000 и 1100 ºС. Дальнейшая перекристаллизация частиц вольфрама, которая проявляется при этих температурах, в увеличении их размеров обусловлена тем, что равновесное давление над маленькими частицами W больше чем над большими. Поэтому после завершения восстановления WO_2 процесс роста частиц W идет практически без потери массы.



а *б*

Рис. 3. Образование первых кристаллов W, τ – 2 ч (а) и практически полное восстановление WO_2 до W, τ – 6 ч (б) при Т – 1000 ºС.

Обработка приведенных выше экспериментальных данных показала, что кинетика восстановления W из H_2WO_4, как и в работе [4], хорошо описывается уравнением первого порядка (рис. 4), но в данном случае процесс восстановления имеет четко выраженную стадийность. При всех температурах восстановления, использованных в настоящей работе, четко видно замедление процесса восстановления на стадии образования WO_2.

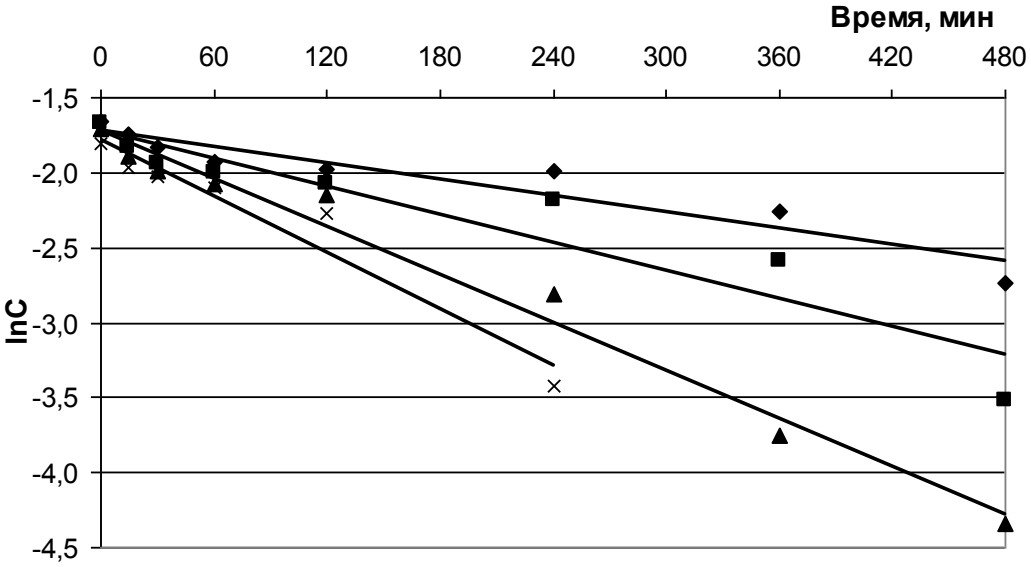


Рис. 4. Зависимость логарифма текущей концентрации кислорода в образце от времени выдержки при температурах 800 (◆), 900 (■), 1000 (▲), 1100 (×) ºС. (Экспериментальные данные обработаны по методу наименьших квадратов).

Этого при прочих равных условиях практически не наблюдалось в случае использования в качестве исходного сырья WO_3. Анализируя кинетические кривые восстановления W из H_2WO_4, можно определить интервалы прохождения этапов реакции при всех исследуемых температурах восстановления (табл. 2), а также определить порядок реакции для каждого этапа. Первый и второй этапы подчиняются преимущественно первому порядку реакции (размерность $мин^{-1}$), третья стадия относится к нулевому порядку (размерность $\frac{моль}{м^3 \cdot мин}$). Значения константы скорости К для суммарной реакции определили из рис. 2, а для отдельных этапов – путем выделения и обработки соответствующих частей кривых восстановления (рис. 1), учитывая при этом порядок реакции. Значения К для разных стадий приведены в табл. 3.

Таблица 2. **Интервалы прохождения этапов реакций восстановления W из H_2WO_4**

Т, °С	Интервал этапов реакции, ч		
	1-й	2-й	3-й
800	0–1	1–4	4–8
900	0–0,5	0,5–4	4–8
1000	0–0,5	0,5–2	2–8
1100	0–0,25	0,25–2	2–6

Таблица 3. **Константы скорости реакции восстановления W из H_2WO_4**

Константа скорости реакции, К				*T*, °С
Этапы реакции			Суммарная реакция	
1	2	3		
$4{,}54\cdot10^{-03}$	$2{,}94\cdot10^{-04}$	$2{,}99\cdot10^{-04}$	$1{,}82\cdot10^{-03}$	800
$8{,}84\cdot10^{-03}$	$1{,}11\cdot10^{-03}$	$3{,}46\cdot10^{-04}$	$3{,}11\cdot10^{-03}$	900
$9{,}23\cdot10^{-03}$	$1{,}77\cdot10^{-03}$	$2{,}88\cdot10^{-04}$	$5{,}35\cdot10^{-03}$	1000
$1{,}06\cdot10^{-02}$	$2{,}84\cdot10^{-03}$	$5{,}86\cdot10^{-04}$	$6{,}29\cdot10^{-03}$	1100

Графическим методом (рис. 5) из зависимости $\ln K = f(\frac{1}{T})$ определили эффективную энергию активации *E* для каждого этапа реакции восстановления, а также суммарную эффективную энергию активации процесса восстановления W из H_2WO_4. Значения соответствующих энергий активации приведены в табл. 4.

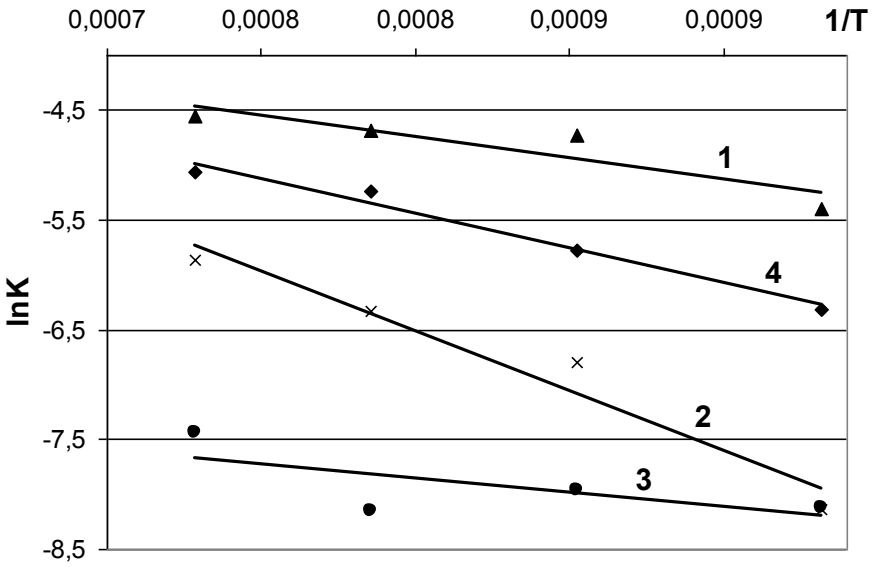


Рис. 5. Зависимость логарифма константы скорости реакции от обратной величины температуры.

Таблица 4. **Энергия активации этапов процесса восстановления W из H_2WO_4 в закрытом реакторе**

E, кДж/моль (ккал/моль)			
Этапы реакции			4 (Суммарная реакция)
1	2	3	
32,5 (7,8)	90,4 (21,6)	21,3 (5,1)	52,8 (12,6)

Примечание. 1–4 – кривые на рис. 5.

Из табл. 4 видно, что при восстановлении W из H_2WO_4 имеет место еще большее уменьшение суммарной энергии активации процесса восстановления по сравнению с данными работы [4], полученными при восстановлении W из WO_3.

Это может быть обусловлено повышением уровня гомогенности процесса восстановления, что объясняет также изменения и в морфологии кристаллов вольфрама при восстановлении W из H_2WO_4 в закрытом реакторе, наблюдавшихся в работе [3]. Особенно низкое значение *E* наблюдается для этапа восстановления W из WO_2. Это указывает на то, что увеличение концентрации паров H_2O в H_2, обусловленное дегидратацией H_2WO_4, действительно повышает степень гомогенности реакции восстановления W из WO_2. Относительно небольшое значение *E* для первого этапа вероятно обусловлено небольшой теплотой образования оксидов $WO_{2,90}$ и $WO_{2,72}$.

Высокая энергия активации для второго этапа, близкая к E процесса восстановления в проточном реакторе, свидетельствует о том, что процесс образования $WO_2(OH)_2$ за счет реакции $WO_2 + 2H_2O = WO_2(OH)_2 + H_2$ лимитируется какой-то стадией (диффузия H_2O к поверхности, абсорбция H_2O на поверхности WO_2, образование соединения $WO_2(OH)_2$ с выделением H_2, десорбция H_2 и $WO_2(OH)_2$ и т.п.).

В целом же *E* для всего процесса ниже, чем при восстановлении W из WO_3.

Выводы

Кинетика реакции восстановления W из H_2WO_4 в закрытом реакторе существенно отличается от кинетики восстановления W из WO_3.

Торможение реакции на втором этапе является лимитирующей стадией в данном процессе.

Повышение температуры восстановления от 800 до 1100 ºС существенно (в несколько раз) уменьшает продолжительность лимитирующей стадии.

Уменьшение продолжительности лимитирующей стадии не приводит к изменению морфологии кристаллов W, т.к. рост кристаллов W идет за счет гомогенного процесса на третьей стадии.

Литература

1. Третьяков В. И. Основы металловедения и технологии производства спеченных твёрдых сплавов. – М.: Металлургия, 1976. – 528 с.
2. Бондаренко В. П., Андреев И. В., Савчук И. В. и др. Особенности восстановления вольфрама из его оксида WO_3 в закрытом реакторе // Сверхтв. материалы. – 2005. – № 2. – С. 35–44.
3. Бондаренко В. П., Андреев И. В., Ващенко А. Н. Влияние состава исходных вольфрамсодержащих соединений на процесс восстановления вольфрама в реакторах разных типов // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. научн. тр. – Вып. 8. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2005. – С. 226–230.
4. Бондаренко В. П., Андреев И. В. Кинетический анализ реакций восстановления WO_3 водородом в закрытом реакторе // Сверхтв. материалы. – 2006. – № 2. – С. 43–51.

Поступила 19.07.07.

УДК 666.789.2: 666.762.55

Н. М. Прокопив, канд. техн. наук; **С. И. Джелялов**, инж.

Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев, Украина

МЕТАЛЛОГРАФИЧЕСКИЕ И РЕНТГЕНОСТРУКТУРНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ МАТЕРИАЛОВ, ПОЛУЧЕННЫХ ПРИ ГОРЯЧЕМ ПРЕССОВАНИИ СМЕСИ $ZrO_{2\,(м)}$–Al–C С РАЗЛИЧНЫМ СОДЕРЖАНИЕМ УГЛЕРОДА

The results of research of structure and phase formation of materials, received by hot pressing of mixes $ZrO_{2(m)}$–21Al–(5,5; 2,5; 4; 0,5)–C (% on mass) by methods of metallography and X-ray diffraction, are presented.

Одним из наиболее эффективных направлений получения новых инструментальных керамических материалов являются реакционные технологии синтеза [1].

В работе [2] была показана перспективность использования реакционной смеси $ZrO_{2(м)}$–Al–C стехиометрического состава, между компонентами которой, согласно термодинамическим расчетам и экспериментальным исследованиям, в процессе горячего прессования (ГП) происходит химическое взаимодействие с образованием ZrC и α-Al_2O_3. В то же время, независимо от условий ГП, плотный материал, полученный из данной смеси, имеет неоднородную структуру с включениями пор и свободного углерода. Целью данной работы является изучение структуры и горячепрессованных материалов, полученных из смеси ZrO_2–Al–C с недостатком углерода по отношению к его стехиометрическому составу.

Методика исследований

В качестве исходных порошков использовали диоксид циркония моноклинный ($ZrO_{2\,(м)}$, ТУ-6-09-248–77), алюминиевый порошок марки ПА-4 и ламповую сажу, дисперсность которых составляла соответственно 14/2; 60/5 и 20/2 мкм.

Состав смеси выбирался с недостатком углерода по отношению к стехиометрическому и имел соотношение (в % по массе) $ZrO_{2\,(м)}$ – 21Al–(5,5; 4; 2,5; 0,5)C.

Размол шихты проводили в течение 72 ч в шаровой мельнице, с объемом барабана 1 л и частотой вращения 50 об/мин, в среде спирта, твердосплавными шарами с массовым соотношением размольных тел к массе шихты 1:8. Средний размер зерен шихты после размола составлял 2–3 мкм. Горячее прессование образцов диаметром 20 мм проводили в цилиндрических графитовых пресс-формах, нагрев которых осуществляли с помощью индуктора ТПЧТ-120 с частотой электротока 2,4 кГц.

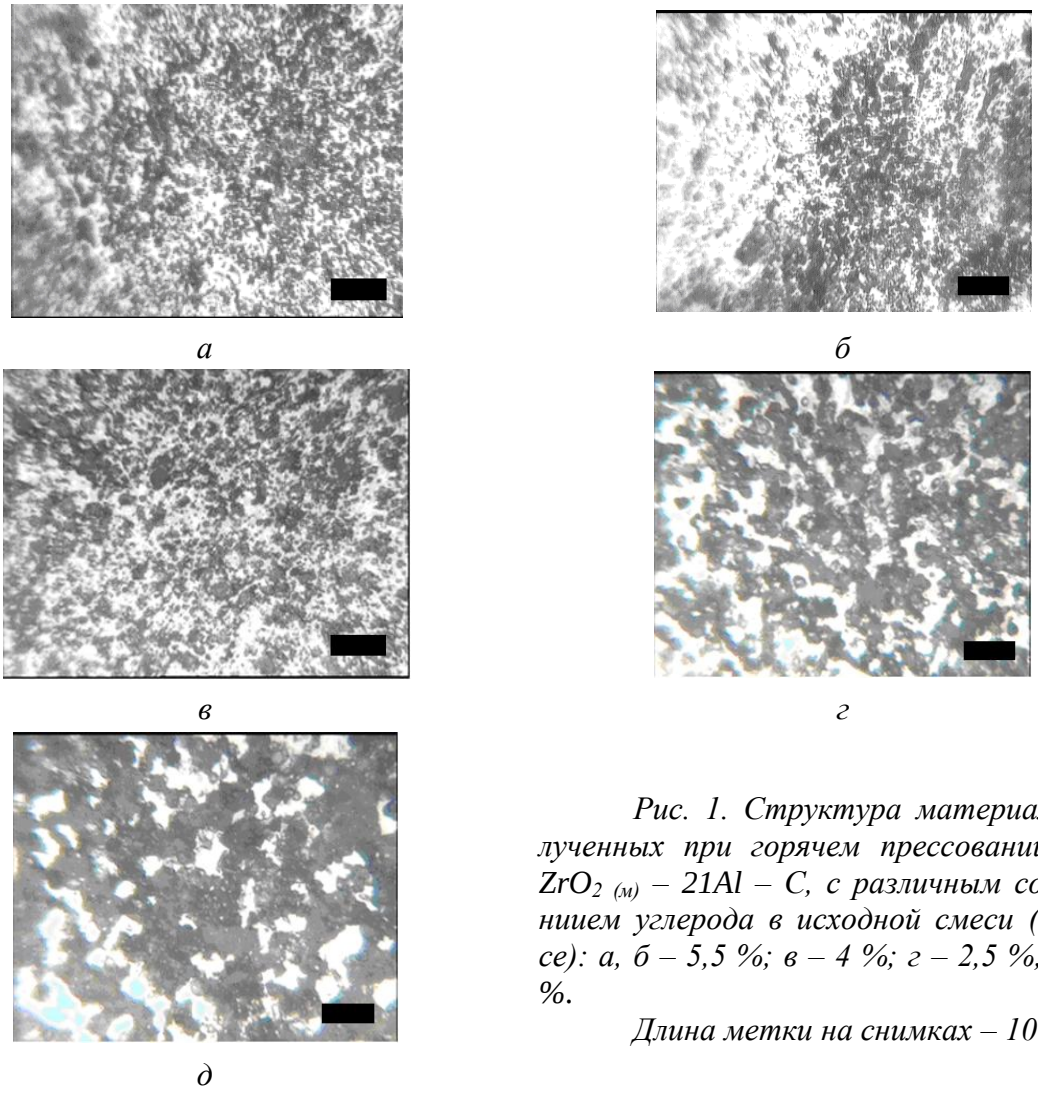
Температура нагрева, при которой происходило взаимодействие компонентов исходной шихты с образованием карбидной и оксидной составляющих, была выбрана, исходя из результатов работ [2], в соответствии с которыми образование плотного материала в указанной системе происходит при 1500 ºС. Время изотермической выдержки при давлении 24 МПа составляло 10 мин после достижения полной усадки.

Структуру и свойства полученных материалов изучали на полированных шлифах плотных образцов. Металлографические исследования выполняли с помощью микроскопа производства «ЛОМО» марки МЕТАМ Р-1 (г. Санкт-Петербург) со встроенной цифровой камерой.

Для рентгеноструктурных исследований применялся дифрактометр марки ДРОН-2 с Cu-K_α излучением.

Обсуждение результатов

Структуры полученных в результате горячего прессования образцов представлены на рис. 1.



а *б* *в* *г* *д*

Рис. 1. Структура материалов, полученных при горячем прессовании смеси $ZrO_{2\ (м)}$ – 21Al – C, с различным содержанием углерода в исходной смеси (по массе): а, б – 5,5 %; в – 4 %; г – 2,5 %; д – 0,5 %.

Длина метки на снимках – 10 мкм.

Исследования показали, что материал, полученный из смеси ZrO_2–21Al–5,5C (% по массе) (в дальнейшем все указанные концентрации будут предполагать содержание по массе), имеет неравномерную структуру, которая от более мелкозернистого края (рис. 1, *а*) к сердцевине (рис. 1, *б*) приобретает большую неравномерность и содержит скопления темной и светлой фаз величиной 10–20 мкм.

Согласно проведенному рентгеноструктурному анализу, рентгенограммы вышеуказанных образцов содержат два вида пиков ZrC и α-Al_2O_3 (рис. 2, *а*). Линии интенсивности других соединений на них отсутствуют. Отсутствие пиков ZrO_2 на рентгенограммах указанного типа может свидетельствовать о малом содержании (менее 5 %) или отсутствии остатка оксида в структуре плотного материала. Согласно [2, 3], это может быть вызвано появлением в структуре материала интерметаллидов на основе Zr и Al и (или) оксикарбида типа $ZrC_{0,7}O_{0,08}$, образование которого, согласно [4], свойственно для систем, содержащих диоксид циркония и углерод при высоких температурах. Однако наличие указанных соединений не фиксируется на рентгенограмме, что также может быть связано с недостаточным для распознания дифрактометром их содержаниием.

Структура ГП-образцов, полученных из смесей ZrO_2–21Al–(4; 2,5; 0,5)C, в отличие от предыдущего типа материала, имеет равномерное строение по всему объему образца.

Величина фаз, составляющих материал, полученный из смеси ZrO_2–21Al–4C (рис. 1, *в*), несколько крупнее, чем у образцов с содержанием углерода 5,5 %.

Уменьшение содержания углерода (до 4 %) в составе исходной смеси ведет к появлению на рентгенограммах, снятых с данных образцов, линий интенсивности моноклинного ZrO_2 (рис. 2, *б*) Фазы, составляющие структуру образцов, полученных из шихты ZrO_2–21Al–2,5C, по величине значительно превышают размеры фаз предыдущих материалов и имеют взаимопереплетенный вид (рис. 1, *г*). К тому же, в указанной структуре, кроме темной и светлой, можно также выделить наличие серой фазы.

По результатам проведенного анализа рентгенограмм, снятых с данных образцов, такой материал, кроме ZrC, α-Al_2O_3 и остатка ZrO_2, содержит также интерметаллид, представленный соединением Al_2Zr (рис. 2, *в*). Появление на рентгенограмме пиков данного соединения свидетельствует об относительно высоком содержании его в составе конечного материала в результате повышения недостатка углерода.

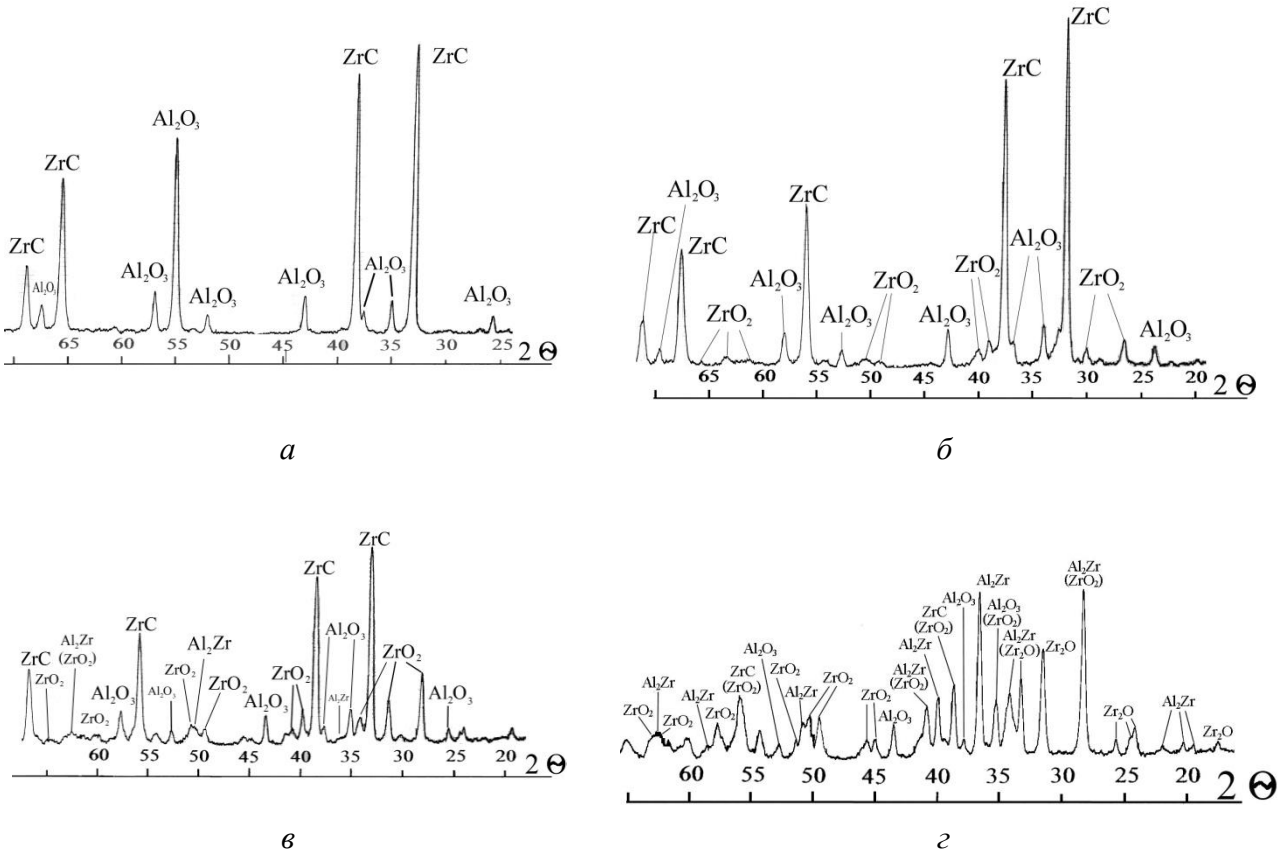


Рис. 2. Рентгенограммы, снятые с образцов, полученных при горячем прессовании смеси ZrO_2–21Al–C, с различным содержанием углерода в исходной смеси (по массе): а – 5,5 %; б – 4 %; в – 2,5 %; г – 0,5 %.

Структура материала, содержащего 0,5 % углерода, представлена на рис. 1, *ж*. Видно, что при данной концентрации компонентов смеси, фазы, образующие материал, имеют еще более крупный размер, по сравнению с рассмотренными ранее. На рентгенограммах, снятых с данных образцов, наиболее четко выделяются три вида линий интенсивности: α-Al_2O_3; ZrO_2; Al_2Zr. Учитывая то, что некоторые пики ZrC совпадают с пиками диоксида циркония (см. рис. 2, *г*), однозначно определить присутствие карбида в данном материале не удается.

Выводы

Проведенные исследования показывают, что при концентрации углерода в смеси 5,5 % структура полученных из нее ГП-материалов имеет неравномерное строение и по результатам рентгеноструктурного анализа их основной фазовый состав сходен со структурой материала, имеющего стехиометрическое содержание углерода, рассмотренного в [2]. Металлографические исследования свидетельствуют о том, что, начиная от концентрации углерода в смеси – 4 %, структуры ГП-материалов становятся более однородными. При этом на рентгенограммах, снятых с образцов, появляются пики $ZrO_{2(м)}$, а в составе материала с содержаниием углерода 2,5 % появляется интерметаллид, количество которого растет с дальнейшим уменьшением концентрации С до 0,5 %.

Для более точного определения характера фазо- и структурообразования рассмотренных материалов в процессе ГП и определения их физико-механических характеристик дальнейшее изучение следует проводить с использованием дополнительных методов исследования.

Литература

1. Геворкян Э. С. Разработка композиционного материала на основе оксида хрома для лезвийного инструмента // Дис. канд. техн. наук – К., 1989, 226 с.
2. Прокопив Н. М., Джелялов С. И., Якубов Ф. Я. Взаимодействие в смеси $ZrO_{2\,(м)}$–Al–C при горячем прессовании // Високі технології в машинобудуванні. – Харьков: НТУ «ХПИ». – 2006. – С. 397–404.
3. Прокопив Н. М., Джелялов С. И., Харченко О. В. Исследование взаимодействия $ZrO_{2\,(м)}$ и Al в процессе горячего прессования // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2005. – С. 266 –271.
4. Косолапова Т. Я. Карбиды – М.: Металлургия. – 1968. – 300 с.

Поступила 16.07.07.

СОДЕРЖАНИЕ

Раздел 1

ПОРОДОРАЗРУШАЮЩИЙ ИНСТРУМЕНТ ИЗ СВЕРХТВЕРДЫХ МАТЕРИАЛОВ И ТЕХНОЛОГИЯ ЕГО ПРИМЕНЕНИЯ

Н. А. Бондаренко, А. Н. Жуковский, В. А. Мечник, М. В. Супрун, Д. Л. Коростышевский
МОДЕЛИРОВАНИЕ ИЗНОСА АЛМАЗНОГО БУРОВОГО ДОЛОТА 3

Н. А. Бондаренко, А. Н. Жуковский, В. А. Мечник, А. В. Панов, А. О. Казьмин
ЗАДАЧА ТЕРМОУПРУГОСТИ ДЛЯ ПОЛУСФЕРИЧЕСКОГО ТЕЛА С ПОКРЫТИЕМ.....11

А. М. Бочковский
РАЗРАБОТКА И ВНЕДРЕНИЕ КАЛИБРАТОРОВ С ПРЕРЫВИСТЫМИ ЛОПАСТЯМИ.....19

А. И. Вдовиченко
ЭКОЛОГИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ ПОВЫШЕНИЯ ЭФФЕКТИВНОСТИ ГЕОЛОГОРАЗВЕДОЧНОГО БУРЕНИЯ.....24

В. С. Глущенко
ОБ ИСПЫТАНИЯХ ОТЕЧЕСТВЕННОГО ГИДРОПЕРФОРАТОРА.....29

Р. А. Гасанов, И. Я. Ширали, Р. Г. Амиров, А. С. Волков
МОДЕЛИРОВАНИЕ И ОЦЕНКА ЭКСПЛУАТАЦИОННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК В СТВОЛЕ НАКЛОННОЙ СКВАЖИНЫ ШАРОШЕЧНЫХ КАЛИБРАТОРОВ.....37

С. В. Гошовский, Б. Н. Васюк, Д. А. Харитонов
ПРОЕКТИРОВАНИЕ ПРОФИЛЯ НАПРАВЛЕННЫХ СКВАЖИН С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ КОМПЬЮТЕРНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ.....42

А.А. Кожевников, С.В. Гошовский, А.К. Судаков, О.А. Пащенко, А.А. Гриняк, М.А. Колесников
АНАЛИЗ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ И ТЕХНИЧЕСКИХ ОСОБЕННОСТЕЙ ПРИМЕНЕНИЯ ОПУСКНЫХ ДВУХСЛОЙНЫХ ГРАВИЙНЫХ ФИЛЬТРОВ СО СЪЕМНЫМ ЗАЩИТНЫМ КОЖУХОМ.....47

Д. М. Мартинюк, Я. В. Кунцяк, Я. С. Гаврилов
РЕЗУЛЬТАТИ ВИКОРИСТАННЯ НОВИХ КОНСТРУКЦІЙ ПОРОДОРУЙНІВНИХ ІНСТРУМЕНТІВ РІЗАЛЬНОЇ ДІЇ ПРИ ВІДБОРІ КЕРНА В ПОХИЛО-СПРЯМОВАНИХ І ГОРИЗОНТАЛЬНИХ СВЕРДЛОВИНАХ.....50

А. М. Исонкин, Р. К. Богданов, А. П. Закора
СВЯЗЬ ИЗНОСА АЛМАЗНЫХ ИМПРЕГНИРОВАННЫХ БУРОВЫХ КОРОНОК С ИНТЕНСИВНОСТЬЮ РАЗРУШЕНИЯ ГОРНОЙ ПОРОДЫ.....56

А.И. Осецкий
НОВЫЙ АЛМАЗНЫЙ ПОРОДОРАЗРУШАЮЩИЙ ИНСТРУМЕНТ.....63

П. В. Зыбинский, А. А. Каракозов, О. И. Калиниченко
УЧЁТ ОСОБЕННОСТЕЙ КОНСТРУКЦИИ И ПРОТЕКАНИЯ РАБОЧЕГО ЦИКЛА ПРИ ПРОЕКТИРОВАНИИ ГИДРОБУРА ПОГРУЖНОЙ ГИДРОВРАЩАТЕЛЬНОЙ УСТАНОВКИ 69

Н. А. Дудля, Г. Н. Викторов, Г. Н. Кириченко
ЭФФЕКТИВНОСТЬ РАБОТЫ БУРИЛЬНОЙ КОЛОННЫ 73

І. І. Мартиненко
МІНЕРАЛЬНО-СИРОВИННА БАЗА – ШЛЯХ ЕКОНОМІЧНОГО ЗРОСТАННЯ ДЕРЖАВИ 78

А. А. Кожевников, А. Ю. Дреус, С. В. Гошовский, И. И. Мартыненко
ЧИСЛЕННОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕМПЕРАТУРНОГО ПОЛЯ СЕКТОРА МАТРИЦЫ АЛМАЗНОЙ КОРОНКИ ПРИ ЕГО ДВИЖЕНИИ ПО ЗАБОЮ ПРИ БУРЕНИИ СКВАЖИНЫ 82

И. Р. Островский, В. Ф. Сирик, А. С. Луцик, А. А. Полушко
СКВАЖИНЫЕ АМОРТИЗАТОРЫ 88

А. А. Кожевников, В. Ф. Сирик
СКВАЖИННЫЙ МЕХАНИЗМ ДЛЯ СОЗДАНИЯ НАГРУЗКИ НА БУРОВОЙ ИНСТРУМЕНТ 94

Ю. П. Линенко-Мельников
ВЛИЯНИЕ УСЛОВИЙ БУРЕНИЯ И ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ТВЕРДОСПЛАВНЫХ ВСТАВОК КОРОНОК УДАРНО-ВРАЩАТЕЛЬНОГО ДЕЙСТВИЯ С ПОРОДОЙ НА СКОРОСТЬ БУРЕНИЯ 98

П. В. Зыбинский, А. Н. Рязанов
МЕТОДИКА ИНЖЕНЕРНОГО РАСЧЕТА КОНСТРУКТИВНЫХ И РАБОЧИХ ПАРАМЕТРОВ ПРИВОДА ПОГРУЖНОЙ ГИДРОВРАЩАТЕЛЬНОЙ УСТАНОВКИ 102

И. А. Ососов, Ю. Е. Будюков, В. И. Власюк, В. И. Спирин
РАЗРАБОТКА АЛМАЗНЫХ КОРОНОК С ГРЕБЕНЧАТОЙ ФОРМОЙ РАБОЧЕГО ТОРЦА ДЛЯ БУРЕНИЯ НАПРАВЛЕННЫХ СКВАЖИН 110

А. А. Кожевников, В. И. Титов, М. А.Колесников
НАПОРНАЯ КЛАССИФИКАЦИЯ СКВАЖИННЫХ НАСОСОВ И ВОДОПОДЪЕМНИКОВ 114

А. М. Бочковский
ПРОГНОЗИРОВАНИЕ ЭФФЕКТИВНОСТИ КОНСТРУКЦИЙ БУРОВОГО ИНСТРУМЕНТА НА СТАДИИ РАЗРАБОТКИ 120

А. Л. Майстренко, В. И. Кущ, С. И. Шестаков, И. А. Свешников, С. Д. Заболотный, С. Ф. Беспалов
ИССЛЕДОВАНИЕ УСЛОВИЙ САМОВРАЩЕНИЕ РЕЗЦА НА ОСНОВЕ КОМПЬЮТЕРНОГО МОДЕЛИРОВАНИЯ ЕГО КОНТАКТНОГО ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ С ГОРНОЙ ПОРОДОЙ 124

Ю. Д. Бессонов, В. С. Слипенький
ОПЫТ ВРАЩАТЕЛЬНОГО БУРЕНИЯ СКВАЖИН С ПРИМЕНЕНИЕМ
ГИДРОДИНАМИЧЕСКОГО УСИЛИТЕЛЯ ОСЕВОЙ НАГРУЗКИ 134

А. А. Кожевников, А. А. Кононенко
О РАЦИОНАЛЬНОЙ КОМПОНОВКЕ БУРИЛЬНОЙ КОЛОННЫ
ДЛЯ БУРЕНИЯ СКВАЖИН ДИАМЕТРОМ 76 ММ 138

А. О Казьмин, М. В Супрун
К РАСЧЕТУ ПРОМЫВКИ ДОЛОТ РЕЖУЩЕ-ИСТИРАЮЩЕГО ТИПА 141

С. А. Кухаренко, А. Е. Шило, А. Г. Довгань
ТЕРМОДИНАМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОЗМОЖНОГО ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ
АЛМАЗА И ИНСТРУМЕНТА С ГОРНЫМИ ПОРОДАМИ 147

Раздел 2

СИНТЕЗ, СПЕКАНИЕ И СВОЙСТВА СВЕРХТВЕРДЫХ МАТЕРИАЛОВ

Н. В. Новиков, Г. П. Богатырева, М. А. Маринич, Е. В. Ищенко, Г. А. Базалий,
Г. К. Козина, В. Л. Гвяздовская, И. Н. Зайцева
ВЛИЯНИЕ РАЗЛИЧНЫХ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ ОБРАБОТОК НА
СОСТОЯНИЕ ПОВЕРХНОСТИ ПОРОШКОВ КУБИЧЕСКОГО НИТРИДА БОРА 153

Н. В. Новиков, Г. П. Богатырева, Р. К. Богданов, Г. Д. Ильницкая, А. М. Исонкин, А. П.
Закора, Г. Ф. Невструев, О. В. Лещенко
ВЛИЯНИЕ КАЧЕСТВЕННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК ВЫСОКОПРОЧНЫХ
АЛМАЗОВ НА РАБОТОСПОСОБНОСТЬ БУРОВОГО ИНСТРУМЕНТА 160

А. А. Шульженко, А. Н. Соколов, М. Г. Лошак, Л. И. Александрова, Н. И. Заика
СВОЙСТВА И СТРУКТУРА АЛМАЗНЫХ КОМПОЗИТОВ
ИНСТРУМЕНТАЛЬНОГО НАЗНАЧЕНИЯ, ПОЛУЧЕННЫХ
ИЗ ПОРОШКОВ РАЗЛИЧНОЙ ДИСПЕРСНОСТИ 169

А. А. Бочечка, А. А. Шульженко, Л. И. Александрова, В. С. Гаврилова, Н. И. Заика,
М. Г. Лошак, С. Н. Назарчук, Л. А. Романко
ТЕМПЕРАТУРНАЯ ЗАВИСИМОСТЬ МИКРОТВЕРДОСТИ КОМПОЗИТОВ
НА ОСНОВЕ АЛМАЗНОГО НАНОПОРОШКА ДЕТОНАЦИОННОГО СИНТЕЗА 176

М. П. Беженар, О. О. Шульженко, В. М. Боженок, С. А. Божко, П. А. Нагорний
НОВА ПРОДУКЦІЯ PCBN – СВЕРДЛА З ДВОШАРОВОГО КОМПОЗИТА
КУБІЧНОГО НІТРИДУ БОРУ 184

А. А. Шульженко, Р. К. Богданов, В. Г. Гаргин, Н. А. Русинова,
В. Н. Ткач, А. П. Закора, Л. И. Александрова, А. М. Исонкин
АЛМАЗНЫЙ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИЙ КОМПОЗИЦИОННЫЙ МАТЕРИАЛ
ДЛЯ ОСНАЩЕНИЯ БУРОВОГО ИНСТРУМЕНТА 189

В. М. Колодніцький
КОМП'ЮТЕРНЕ МОДЕЛЮВАННЯ ПРОЦЕСУ СОРТУВАННЯ
ПОРОШКІВ НАДТВЕРДИХ МАТЕРІАЛІВ 197

С. М. Коновал, Т. О. Гарбуз, О. В. Кріштова, М. П. Беженар, С. А. Божко,
Н. М. Білявина
СПІКАННЯ ПРИ ВИСОКОМУ ТИСКУ ПОРОШКІВ ТУГОПЛАВКИХ
СПОЛУК ТИТАНУ І ЦИРКОНІЮ 202

В. З. Туркевич, І. А. Петруша, Т. О. Пріхна, Д. В. Туркевич,
С. М. Дуб, Н. М. Білявина
ВЗАЄМОДІЯ ФАЗ В СИСТЕМІ B–BN–B_2O_3 ЗА ВИСОКИХ ТИСКІВ І ТЕМПЕРАТУР 208

Г. А. Петасюк
ОБОБЩЕННАЯ МАТЕМАТИЧЕСКАЯ МОДЕЛЬ ПРОЦЕДУРЫ СИТОВОЙ
КЛАССИФИКАЦИИ ПОРОШКОВ СВЕРХТВЕРДЫХ МАТЕРИАЛОВ 212

Г. П. Богатырева, Н. А. Олейник, Г. А. Базалий, В. Л. Гвяздовская,
Г. Г. Пюра, В. С. Шамраева
ПРАКТИКА И ПЕРСПЕКТИВЫ ПРИМЕНЕНИЯ ПРОЦЕССОВ ОБОГАЩЕНИЯ ПРИ
ПЕРЕРАБОТКЕ ПРОДУКТА СИНТЕЗА КУБИЧЕСКОГО НИТРИДА БОРА 217

А. Н. Соколов, Г. Д. Ильницкая, Г. Ф. Невструев
ВЛИЯНИЕ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ ВОЗДЕЙСТВИЙ
НА СВОЙСТВА ШЛИФПОРОШКОВ КУБИЧЕСКОГО НИТРИДА БОРА.....224

С. В. Ткач
ОПТИМІЗАЦІЯ ОДНОРІДНОСТІ СТРУКТУРИ КОМПОЗИТА НА ОСНОВІ *c*BN.....229

А. И. Боримский, П. А. Нагорный, В. Г. Делеви, Т. Ю. Чипенко, В. Н. Крикун
ВЛИЯНИЕ СОСТАВА МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ВКЛЮЧЕНИЙВ КРИСТАЛЛАХ
СИНТЕТИЧЕСКОГО АЛМАЗА НА ИХ ТЕРМОСТОЙКОСТЬ 235

И. Н. Зайцева
ВЛИЯНИЕ ОДНОРОДНОСТИ ШЛИФПОРОШКОВ СВЕРХТВЕРДЫХ
МАТЕРИАЛОВ НА РАБОТОСПОСОБНОСТЬ ИНСТРУМЕНТА 240

Г. К. Буркат, В. Ю. Долматов, Д. В. Жарков
ВЛИЯНИЕ ДЕТОНАЦИОННЫХ НАНОАЛМАЗОВ НА КИНЕТИКУ ОСАЖДЕНИЯ
ЦИНКА ИЗ ЦИНКАТНЫХ ЭЛЕКТРОЛИТОВ.....245

М. Н. Сафонова, А. С. Сыромятникова, Е.Ю. Шиц
РАСЧЕТНО-ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОЛИЧЕСТВА
АКТИВНЫХ ЗЕРЕН В АБРАЗИВНОМ КОМПОЗИЦИОННОМ МАТЕРИАЛЕ.....252

В. В. Корольков, А. В. Карпец, И. И. Кулакова, Г. В. Лисичкин
ХИМИЧЕСКОЕ МОДИФИЦИРОВАНИЕ ПОВЕРХНОСТИ
НАНОСТРУКТУРИРОВАННОГО ПОРИСТОГО АЛМАЗА.....259

С. А. Астапчик, А. М. Кузей, В. А. Зайцев
ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ В СИСТЕМЕ АЛМАЗ-АЛМАЗ ПРИ ОГРАНКЕ АЛМАЗА
В БРИЛЛИАНТ 265

А. М. Куцай
ЭЛЕМЕНТНЫЙ АНАЛИЗ АМОРФНЫХ УГЛЕРОДНЫХ ПЛЕНОК 270

С. О. Івахненко, О. Г. Гонтар, О. О. Занєвський, В. М. Ткач, О. М. Куцай, Є. В. Івакін
ОСОБЛИВОСТІ ДІАГНОСТИКИ ОПТИЧНИХ ХАРАКТЕРИСТИК МОНОКРИСТАЛІВ
СИНТЕТИЧНИХ АЛМАЗІВ, ВИРОЩЕНИХ МЕТОДОМ ТЕМПЕРАТУРНОГО
ГРАДІЄНТА ДЛЯ СТВОРЕННЯ ЕТАЛОНІВ ТЕПЛОПРОВІДНОСТІ 273

Т. В. Коваленко, С. О. Івахненко, Н. М. Білявина, О. О. Шульженко
ДОСЛІДЖЕННЯ СПОНТАННОЇ КРИСТАЛІЗАЦІЇ АЛМАЗА
В СИСТЕМАХ НА ОСНОВІ МАГНІЮ 280

М. А. Серга, Т. В. Коваленко, С. Н. Шевчук, В. В. Лысаковский,
ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ТЕПЛОСТОКОВ ДЛЯ СТИМУЛИРОВАНИЯ
ГЕТЕРОГЕННОГО ЗАРОДЫШЕОБРАЗОВАНИЯ..... 284

В. И. Бугаков, А. А. Поздняков; В. В. Давыдов
ВЛИЯНИЕ БОРА НА ПРОЦЕСС СИНТЕЗА И СВОЙСТВА АЛМАЗА 289

А. М. Куцай
СРАВНИТЕЛЬНОЕ ТЕСТИРОВАНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК
НАНОАЛМАЗНЫХ ПЛЕНОК..... 293

В. В. Лысаковский, Т. В. Коваленко, М. А. Серга, С. А. Ивахненко
ЯЧЕЙКА АППАРАТА ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ ТИПА «БЕЛТ»
ДЛЯ РАБОТЫ ПРИ ТЕМПЕРАТУРЕ ДО 2300 С 296

В. М. Волкогон, С. К. Аврамчук, А. С. Климанов, А. В. Кравчук
ПЕРСПЕКТИВЫ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СВЕРХТВЕРДЫХ
МАТЕРИАЛОВ В ОПОРАХ СКОЛЬЖЕНИЯ ТЯЖЕЛОНАГРУЖЕННЫХ ПАР
ТРЕНИЯ..... 300

С. Н. Назарчук, А. А. Бочечка, Л. А. Романко, В. Л. Гвяздовская
СПЕКАНИЕ АЛМАЗНЫХ НАНОПОРОШКОВ РАЗЛИЧНОГО ГЕНЕЗИСА
ПРИ ВЫСОКОМ ДАВЛЕНИИ 306

П. А. Балабанов, А. И. Боримский, В. Г. Делеви, Т. Ю. Чипенко, В. Н. Крикун
ПОВЫШЕНИЕ ДОЛГОВЕЧНОСТИ АППАРАТОВ ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ СО
СТАЛЬНЫМИ МАТРИЦАМИ ПРИ СИНТЕЗЕ СВЕРХТВЕРДЫХ МАТЕРИАЛОВ..... 312

Т. О. Гарбуз, О. В. Кріштова, М. П. Беженар, С. А. Божко, Н. М. Білявина
ФІЗИКО-ХІМІЧНА ВЗАЄМОДІЯ В СИСТЕМАХ *c*BN–TiB_2–Al, cBN–ZrN–Al
ПІД ЧАС СПІКАННЯ ПІД ВИСОКИМ ТИСКОМ І ВЛАСТИВОСТІ ОДЕРЖАНИХ
КОМПОЗИТІВ 320

А. П. Дементьев, К. И. Маслаков
ХИМИЧЕСКОЕ СОСТОЯНИЕ АТОМОВ УГЛЕРОДА В ПРОДУКТАХ ДЕТОНАЦИОННОГО СИНТЕЗА АЛМАЗА ДО И ПОСЛЕ ХИМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ 327

Г. П. Богатирьова, В. Я. Забуга, А. М. Панова, Г. Г. Цапюк, С. О. Лисовенко, О. В. Панов, О. А. Бєда
ТЕРМОСТІЙКІСТЬ НАНОПОРОШКІВ СИНТЕТИЧНОГО АЛМАЗУ ДЕТОНАЦІЙНОГО СИНТЕЗУ РІЗНИХ МЕТОДІВ ВИЛУЧЕННЯ 333

И. В. Шугалей В.В. Тофтунова, Н.П. Дубяго, В.В. Гусейнова, А.А. Иванова, А.М. Иванов, В.Ю. Долматов
НОВЫЙ ИММУНОХИМИЧЕСКИЙ ДИАГНОСТИКУМ ДЛЯ ВЫЯВЛЕНИЯ ОПАСНЫХ ИНФЕКЦИЙ НА ОСНОВЕ УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ АЛМАЗОВ ДЕТОНАЦИОННОГО СИНТЕЗА 339

А. В. Ножкина, А.А. Ермолаев, А.И. Лаптев
СИНТЕЗ АЛМАЗНЫХ ПОЛИКРИСТАЛЛОВ КАРБОНАДО В СИСТЕМЕ НИКЕЛЬ–КОБАЛЬТ–УГЛЕРОД 343

И. А. Боримский, В. Н. Квасница, А. Н. Соколов, А. А. Шульженко
СИНТЕЗ И МОРФОЛОГИЯ КРИСТАЛЛОВ КУБИЧЕСКОГО НИТРИДА БОРА, ВЫРАЩЕННЫХ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ДОПОЛНИТЕЛЬНЫХ ЦЕНТРОВ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ 347

И. А. Петруша, В .З. Туркевич, В. Е. Пальчиков, А. С. Осипов, Т. И. Смирнова, Л. А. Романко, И. П. Фесенко, Г. П. Гажа
ФУНКЦИОНАЛЬНЫЙ ЭЛЕКТРОПРОВОДНЫЙ КОМПОЗИТ С КЕРАМИЧЕСКОЙ МАТРИЦЕЙ НА ОСНОВЕ *c*BN, СОДЕРЖАЩИЙ НИТРИД ТИТАНА 353

П. И. Кравец
ПЕРСПЕКТИВЫ СОВЕРШЕНСТВОВАНИЯ СИСТЕМЫ УПРАВЛЕНИЯ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИМИ ПРОЦЕССАМИ ПРОИЗВОДСТВА И ОБРАБОТКИ СВЕРХТВЕРДЫХ МАТЕРИАЛОВ 359

А. П. Возняковский
КОМПОЗИЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ НА ОСНОВЕ ПОЛИУРЕТАНОВ И НАНОУГЛЕРОДОВ 363

А. А. ЛебедеваТ. З. Фидаров, И. В. Скворцов
ПОДХОД К ПОСТРОЕНИЮ ПРЕДМЕТНОЙ ОНТОЛОГИИ ДЛЯ ЭКСПЕРТНОЙ СИСТЕМЫ «СВЕРХТВЕРДЫЕ МАТЕРИАЛЫ» 370

Раздел 3

ТЕХНИКА И ТЕХНОЛОГИЯ ПРОИЗВОДСТВА ТВЕРДЫХ СПЛАВОВ И ИХ ПРИМЕНЕНИЕ В ИНСТРУМЕНТЕ ДЛЯ РАЗЛИЧНЫХ ОТРАСЛЕЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

В. П. Бондаренко
СТАНОВЛЕНИЕ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОГО ЦЕНТРА
ТВЕРДЫХ СПЛАВОВ КОНЦЕРНА АЛКОН НАН УКРАИНЫ 375

В. Н. В. Новиков, Н. М . Прокопив, В. Н. Ткач, О. В. Харченко,
А. Д. Чепурной, П. А. Терехов
СТРУКТУРА И СВОЙСТВА РЕЖУЩИХ ПЛАСТИН ИЗ СПЛАВА Т15К6 ПОСЛЕ
ТЕРМОКОМПРЕССИОННОЙ ОБРАБОТКИ ПОД ДАВЛЕНИЕМ ГАЗА 379

В. П. Бондаренко, Л. М. Мартынова, А. В. Галков
ПЕРЕРАБОТКА СКРАПА ТВЕРДЫХ СПЛАВОВ ГРУППЫ ВК (ОБЗОР) 387

В. П. Бондаренко, М. О. Юрчук
СТРУКТУРНИЙ СТАН ТА ВЛАСТИВОСТІ ТВЕРДИХ СПЛАВІВ ВК6 І ВК15,
СПЕЧЕНИХ ПІД ЗОВНІШНІМ ОДНООСЬОВИМ ТИСКОМ 393

В. П. Бондаренко, М. О. Юрчук, Л. Л. Сотникова
ДЕЯКІ ВЛАСТИВОСТІ СПЕЧЕНИХ ТВЕРДОСПЛАВНИХ ВИРОБІВ У ВИГЛЯДІ
КІЛЕЦЬ ІЗ РІЗНОЮ ВЕЛИЧИНОЮ ОБМЕЖЕННЯ ПРОЦЕСУ УСАДКИ 400

А. Ф. Лисовский
РОЛЬ МЕЖФАЗНЫХ ГРАНИЦ В ФОРМИРОВАНИИ ГРАДИЕНТНЫХ
СТРУКТУР В СПЕЧЕННЫХ ТВЕРДЫХ СПЛАВАХ 406

А. А. Шепелев, В. Г. Сороченко, А. Е. Дуброва, А. А. Шепелев мл.
ШЛИФОВАЛЬНЫЕ КРУГИ С ФУНКЦИОНАЛЬНО-ОРИЕНТИРОВАННЫМ РАБОЧИМ
СЛОЕМ ИЗ СТМ 410

Е. А. Левашов, В. С. Панов, А. Е. Кудряшов, Ю. С. Погожев
ТВЕРДОСПЛАВНЫЕ МАТЕРИАЛЫ ИНСТРУМЕНТАЛЬНОГО НАЗНАЧЕНИЯ 414

Ю. Д. Філатов, В. Г. Крамар, В. І. Сідорко, С. В. Ковальов
ІНСТРУМЕНТ З АЛМАЗНОГО І АБРАЗИВНОГО ВОЛОКНА
ДЛЯ ФІНІШНОЇ ОБРОБКИ НЕМЕТАЛЕВИХ МАТЕРІАЛІВ 423

О. А. Розенберг, С. Е. Шейкин, И. Ю.Ростоцкий
НЕКОТОРЫЕ ОСОБЕННОСТИ КОНТАКТНОГО ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ
ИНСТРУМЕНТА С ЗАГОТОВКОЙ ПРИ ДЕФОРМИРУЮЩЕМ
ПРОТЯГИВАНИИ С ВРАЩЕНИЕМ ИНСТРУМЕНТА 427

О. Л. Пузирьов
ПІДВИЩЕННЯ ЕФЕКТИВНОСТІ ПРОЦЕСУ АЛМАЗНОГО ДОВЕДЕННЯ
СФЕРИЧНОЇ ПОВЕРХНІ ДЕТАЛІ З КЕРАМІКИ МЕДИЧНОГО
ПРИЗНАЧЕННЯ 435

Ю. Д. Филатов
ФОРМООБРАЗОВАНИЕ ПРЕЦИЗИОННЫХ ПЛОСКИХ ОПТИЧЕСКИХ ПОВЕРХНОСТЕЙ ПРИ ПОЛИРОВАНИИ 442

В. А. Дутка, А. Л. Майстренко, В. М. Колодніцький, В. А. Лукаш, Л. М. Вировець
АНАЛІЗ ТЕМПЕРАТУРНОГО ПОЛЯ У ТВЕРДОСПЛАВНОМУ РІЗЦІ В ПРОЦЕСІ ЙОГО ІНДУКЦІЙНОГО ПАЯННЯ ТА НЕІЗОТЕРМІЧНОГО ГАРТУВАННЯ 449

В. П. Бондаренко, И. В. Андреев, В. И. Бондарь
ПЕРСПЕКТИВЫ ПОВЫШЕНИЯ ПОВЕРХНОСТНОЙ ПРОЧНОСТИ И ПРОТИВОЗАДИРНОЙ СТОЙКОСТИ ТРИБОТЕХНИЧЕСКИХ КОМПОЗИТОВ 455

В. В. Ивженко
ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ПАРАМЕТРОВ ИНЖЕКЦИОННОГО ЛИТЬЯ НА ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ТВЕРДЫХ СПЛАВОВ WC-Co 460

В. И. Лавриненко, О. О. Пасичный, А. М. Бровченко, В. В. Смоквина
РАЗРАБОТКА СПОСОБОВ ЛОКАЛИЗОВАНОГО ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКОГО И ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ ДЛЯ ФОРМИРОВАНИЯ НЕОБХОДИМОГО РЕЖУЩЕГО РЕЛЬЕФА КРУГА 466

В. П. Бондаренко, И. В. Савчук, А. Г. Беляева
СИНТЕЗ ВЫСОКОУГЛЕРОДИСТОГО ТВЕРДОГО РАСТВОРА (Ti,W)C 471

В. П. Бондаренко, М. Г. Лошак, Л. И. Александрова, В.П. Ботвинко, В. М. Гомеляко, Н. И. Заика
ВЛИЯНИЕ ЛЕГИРУЮЩИХ МИКРОДОБАВОК НА ДОЛГОВЕЧНОСТЬ ВОЛЬФРАМОВЫХ ТВЕРДЫХ СПЛАВОВ 478

В. И. Сидорко, В. В. Пегловский, В. Н Ляхов, Е. М. Поталыко
ИЗУЧЕНИЕ ВЛИЯНИЯ МИНЕРАЛОГИЧЕСКИХ СОСТАВЛЯЮЩИХ ПРИРОДНОГО КАМНЯ НА ЕГО ПРОЧНОСТНЫЕ СВОЙСТВА 482

В. П. Бондаренко, И. В. Андреев, асп.; А. Е. Бабенко
КИНЕТИКА ПРОЦЕССА ВОССТАНОВЛЕНИЯ ВОЛЬФРАМА ИЗ ВОЛЬФРАМОВОЙ КИСЛОТЫ H_2WO_4 В ЗАКРЫТОМ РЕАКТОРЕ 487

Н. М. Прокопив, С. И. Джелялов
МЕТАЛЛОГРАФИЧЕСКИЕ И РЕНТГЕНОСТРУКТУКТУРНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ МАТЕРИАЛОВ, ПОЛУЧЕННЫХ ПРИ ГОРЯЧЕМ ПРЕССОВАНИИ СМЕСИ $ZrO_{2\,(м)}$–Al–C С РАЗЛИЧНЫМ СОДЕРЖАНИЕМ УГЛЕРОДА 494