

Национальная академия наук Украины
Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля

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

Сборник научных трудов

Выпуск 17

Киев 2014

УДК 622.243.051.64
ББК 34.7 я43
П59

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

Ответственный редактор: академик НАН Украины Н. В. Новиков

Редакционная коллегия:

В. П. Бондаренко	-	чл.-корр. НАН Украины, д.т.н., профессор
А. А. Шульженко	-	чл.-корр. НАН Украины, д.т.н., профессор
А. Л. Майстренко	-	чл.-корр. НАН Украины, д.т.н., профессор
С. А. Ивахненко	-	чл.-корр. НАН Украины, д.т.н., профессор
А. В. Ножкина	-	д.т.н., профессор
Н. А. Бондаренко	-	д.т.н.
А. А. Бочечка	-	д.т.н.
В. С. Панов	-	д.т.н., профессор
О. И. Калиниченко		д.т.н., профессор

П59 **Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент — техника и технология его изготовления и применения: Сборник научных трудов. – Вып. 17. – Киев: ИСМ им. В.Н. Бакуля, НАН Украины, 2014. – 519 с.**
ISSN 2223-3938

В сборнике приведены научные и практического результаты и перспективы развития работ в области разработки, изготовления, применения бурового породоразрушающего, металло- и камнеобрабатывающего инструмента, новых материалов для их изготовления, технологии бурения скважин и методов их контроля, инструментов для очистных и проходческих комбайнов.
Рассмотрены актуальные вопросы теории и практики получения монокристаллических, дисперсных, керамических и композиционных сверхтвердых материалов (СТМ) в широком диапазоне температур и давлений; вопросы развития нанотехнологий, наноматериалов и наноструктурных систем. 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.
Рассмотрено также современное состояние техники и технологии производства твердых сплавов, твердосплавного инструмента для обработки металлов и сплавов, современных керамических материалов для инструментальной промышленности, их свойства, эффективные области применения.
Сборник предназначен для специалистов, работающих в области создания, производства и применения породоразрушающего, металло- и камнеобрабатывающего инструмента, 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.

ISSN 2223-3938

©Институт сверхтвердых материалов им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2014

УДК 001(092)

Н. Ф. Колесниченко, канд. техн. наук, **В. М. Колодніцький**, канд. фіз.-мат. наук,
Н. І. Колодніцька

Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, м. Київ

НАУКОВА ШКОЛА БАКУЛЯ-НОВІКОВА

Описано розвиток наукової школи Інституту надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, внесок у появу, становлення і діяльність школи її засновників - В. М. Бакуля і М. В. Новікова. Наведено наукові напрямки, за якими працює школа Бакуля-Новікова, основні наукові результати, отримані співробітниками ІНМ, досягнення і перспективи школи.

***Ключові слова**: наукова школа, доктор технічних наук В. М. Бакуль, академік НАН України М. В. Новіков, Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, надтверді матеріали.*

Наукова школа Інституту надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України (ІНМ) в галузі матеріалознавства синтетичних надтвердих матеріалів, одержаних при високих температурах і тисках, і впровадження їх у виробництво є ефективною формою творчого співробітництва вчених і фахівців різноманітних галузей знання, їх плідної кооперації в процесі наукового пошуку та ефективного застосування його здобутків. Це колектив висококваліфікованих спеціалістів різних поколінь, об'єднаних спільними підходами до розв'язання проблем, стилем роботи й мислення, оригінальністю ідей і методів їх реалізації. У діяльності наукової школи, яка є об'єднанням однодумців, що втілюють наукові дослідження у життя, реалізуються притаманні їй такі функції: 1) виробництво наукових знань, 2) поширення знань, 3) підготовка обдарованих фахівців.



М. В. Новіков



В. М. Бакуль

Очевидно, що кожен академічний науково-дослідний інститут, який існує багато років, формує свій характерний профіль, особливий стиль. Він визначається трьома факторами: напрямком наукової діяльності, матеріально-технічними умовами свого часу і, звичайно, кадровим складом. Живі люди, їхня спільна діяльність як колективу спеціалістів, вчених-дослідників, різних за віком, досвідом, що прийшли з різною підготовкою з вузів, зі своїм менталітетом формують згодом єдиний творчий колектив, який служить основою для створення певної наукової школи. Належати до тієї чи іншої наукової школи – це значить

органічно засвоїти, що твоя праця, твої обов'язки – це твоя особиста відповідальність в конкретному секторі діяльності, перед усією великою наукою.

Завдяки творчим досягненням талановитих вчених – академіка Л. Ф. Верещагіна, який створив лабораторну технологію синтезу алмазу в Інституті фізики високих тисків РАН, професора О. І. Лейпунського з Інституту хімічної фізики РАН, який теоретично передбачив можливість оптимізації *p, T*-умов, було розроблено технологію синтезу алмазу із графіту при одночасній взаємодії високого тиску і високої температури, а в подальшому і інших надтвердих матеріалів. Наукова школа вчених-дослідників надтвердих матеріалів склалася під керівництвом видатних, авторитетних вчених – доктора технічних наук В. М. Бакуля – засновника ІНМ, і академіка НАН України М. В. Новікова – багатолітнього, а нині Почесного директора цього інституту. Її по праву називають науковою школою Бакуля–Новікова.

Слід підкреслити, що саме тільки ці дві людини, вчені, вчителі, організатори робіт в галузі синтезу алмазу за весь час існування інституту були його керівниками.

І якщо перший, В. М. Бакуль, створив виробничо-наукову основу, то другий керівник, М. В. Новіков, здійснив розвиток академічної наукової школи, зберігши і примноживши досвід виробничої реалізації наукових результатів у стислі терміни [1]. Під їхнім керівництвом сформувалися і нині розвиваються три основні напрями науково-дослідної роботи інституту [2]:

- Вивчення впливу високих тисків на матеріали, технологічне використання високих тисків у виробничих процесах;
- Дослідження фізико-хімічних процесів одержання монокристалічних дисперсних, плівкових, композитних структурованих надтвердих матеріалів в широкому діапазоні температур і тисків, створення нових технологій одержання функціонально орієнтованих матеріалів і виробів на їх основі;
- Розвиток наукових основ створення новітніх високих технологій обробки металів і неметалів інструментом із надтвердих матеріалів, розробка методів та технологій застосування функціонально орієнтованих матеріалів в базових галузях промисловості.

За понад півстоліття існування ІНМ його науковим і інженерно-технічним колективом створено більше сотні нових надтвердих моно-, полікристалічних і композиційних матеріалів, знайдено ефективне застосування інструментів і конструкційних виробів з них. Учені інституту отримали значні наукові результати та здобули міжнародний авторитет і загальне визнання [3].

Основні наукові результати в галузі синтезу і спікання надтвердих матеріалів, отримані співробітниками Інституту надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України [1]:

- Обґрунтовано формування при надвисоких тисках і температурах двох- і трьохелементної надтвердих структур (cBC$_2$N, MgB$_2$, MgB$_{12}$, AlMgB$_{14}$ та ін).
- Отримані (синтезовані) монокристали алмазу з напівпровідниковими властивостями, у тому числі з металічним типом провідності, за рахунок контрольованого легування і розподілу в об'ємі кристалу домішки бору і азоту. Вивчено їх електрофізичні та електронні властивості, встановлені механізми електропровідності.
- Встановлено точні значення модулів пружності, міцності під час стиснення, в'язкості руйнування кристалів алмазу і КНБ, їх полікристалів.
- Вивчено умови адгезійного контакту склокерамічних покриттів і зерен.
- Отримані мікро-, субмікро- і нанопорошки алмазу.
- Встановлені закономірності капілярних процесів в розчинах вуглецю і BN в розплавах металів і їх нітридів, що ведуть до утворення при високих тисках центрів кристалізації алмазу, cBN і їх росту, вивчено термодинаміку процесу кристалізації, побудовані діаграми стану багатокомпонентних систем при високих тисках.
- Визначено закономірності формування структурованих композитів абразивного призначення з алмазними і КНБ-зернистими наповнювачами в металевих, склокерамічних і резинополімерних матрицях.
- Розвинені наукові основи керування фізико-хімічними процесами відновлення, карбідизації і росту досконалих монокристалів карбідів (WC та TiC) і одержання твердих розчинів цих карбідів, їх взаємодії з алмазом і кубонітом, оптимального структуроутворення в шаруватих і градієнтних матеріалах на основі твердих сплавів, використання прецизійно

контрольованого газового середовища. Створено нове технологічне обладнання, виконана їх промислова реалізація.

- Вивчені процеси електро-, хімічного і механічного руйнування матеріалів, що обробляються алмазними і КНБ-інструментами.
- Вивчено закономірності зносу і руйнування контактних алмазних зерен і зерен КНБ, закріплених у різних зв'язках, при абразивній обробці металевих (сталь, титан, алюміній) і неметалевих (кераміка, скло, композити) матеріалів.
- Вивчено формування алмазоутримуючих металопокриттів в процесах гальванопластики та гальваностегії.
- Визначено можливість прискорення нарощування на затравці вуглецевої маси в процесі кристалізації великих алмазних кристалів як безбарвних, так і різного забарвлення методом температурного градієнта.
- Визначено закономірності механіки руйнування алмазовмісних композитів з твердосплавною і металевими матрицями та встановлені уточнені характеристики їх міцності, зносу і в'язкості руйнування при статичних і динамічних навантаженнях.
- Розвинені основи термомеханіки малоциклового деформування та оцінки граничного стану з числовим розрахунком розподілу механічних і термічних напружень в багатоелементних апаратах високого тиску з різномодульних матеріалів в широкому інтервалі температур нагріву.
- Розвинена теорія термомеханіки для опису процесу фазового переходу графіту в алмаз методами чисельного комп'ютерного моделювання з урахуванням зміни характеристик різномодульних матеріалів реакційної суміші при високих тисках і температурах в умовах кристалізації алмазних зерен з розплаву під надвисоким тиском.
- Розв'язані задачі термомеханіки контактної взаємодії при алмазному мікроточінні алюмінію і при точінні різцями з КНБ покриттів, наплавлень і різних деталей складної форми.
- Створено сучасний аналітичний центр дослідження і діагностики структурних і фізико-хімічних властивостей матеріалів з можливістю проведення структурного, елементного, дисперсного та ізотопного складу поверхні й поверхневих шарів на нанорівні. Розроблені методики та виготовлено нове обладнання для дослідження *in-situ* фазових переходів в матеріалах під дією надвисоких тисків і деформацій зсуву в алмазних ковадлах, визначення стану електропровідної поверхні методом скануючої тунельної мікроскопії з використанням напівпровідникових алмазних наноіндентерів, а також для високотемпературного термічного аналізу під високим тиском. Створено алмазну випробувальну лабораторію, уповноважену виконувати експертизу надтвердих матеріалів та інструменту на їх основі.
- Вивчено механізм впливу високих тисків і температур на структуру, надпровідні і механічні властивості високотемпературних керамічних надпровідників, досліджено процеси формування надпровідних сполук.

Підготовка та захист дисертаційних робіт стали потужним стимулом зростання рівня та результативності виконуваних тем науково-дослідної роботи.

Першим із співробітників інституту захистив кандидатську дисертацію гірник І. Ф. Вовчановський на тему «Дослідження буріння геологорозвідувальних свердловин алмазними коронками з заданим випуском зерен з матриці» (1965 р.). Слід відзначити актуальність і хорошу аргументацію наукових ідей і технічних розробок у захищених дисертаціях співробітників О. О. Шульженка, О. О. Виноградова, В. А. Александрова, О. В. Лисенка, В. Г. Делєві, Ю. О. Муковоза, О. А. Будяка та ін.

У 1975 р. в Харківському політехнічному інституті успішно захистив докторську дисертацію провідний вчений-інструментальник А. О. Сагарда на тему «Наукові основи високопродуктивного алмазного шліфування деталей машин». А потім докторську дисертацію захистив В. Д. Андрєєв на тему «Дослідження та розрахунок динамічних навантажень і механічних параметрів ударних систем бурових машин». До 1977 року в ІНМ працювали 4 доктори наук (В. М. Бакуль, О. М. Розенберг, В. Д. Андрєєв і А. О. Сагарда).

Наукові кадри інституту росли на досвіді вирішення технічних і перших дослідницьких завдань. Засновник наукової школи інституту Валентин Миколайович Бакуль

належить до чудової когорти творців нових знань, техніки, технологій, чиї заслуги визначаються не тільки його безпосереднім внеском. У важливому для епохи поєднанні і взаємодії особистої творчої науково-інженерної та активної цілеспрямованої організаторської діяльності полягає його особливість.

Бакуль В. М. здобув популярність і визнання як вчений у галузі гірничої справи та інструментального виробництва. За особливо видатні заслуги у сфері синтезу надтвердих матеріалів він став доктором технічних наук «Honoris causa» за рідкісного рішення Президії АН СРСР в 1967 р. [4]. За розробку промислової технології синтезу алмазів В. М. Бакуль був удостоєний високого звання Героя Соціалістичної Праці.

Бакуль В. М. був талановитим вчителем у всіх контактах з молодими фахівцями. Тільки в 1962–1964 рр. були прийняті на роботу понад 300 випускників КДУ ім. Т. Г. Шевченка, КПІ, ХПІ, ЛПІ, інших вузів. На роботу в інститут були запрошені вчені в галузі матеріалознавства й інструментального виробництва, фахівці – фізики, хіміки, механіки [4]. Навчання здійснювалося не тільки на семінарах, але головним чином у бесідах, зустрічах в лабораторіях і цехах шляхом активної передачі життєвого досвіду. Його досвід – практика, шлях від виробництва, багаторазових випробувань, конкретного результату до подальшого опису, наукового узагальнення. Бакуль В. М. реалізував в інституті відразу після його організації своєрідну систему невідкладного «напіввиробничого» вирішення складних науково-технічних завдань, поставлених рішеннями уряду, країни, керівних органів України. У ці роки інститут підпорядковувався Держплану України, а потім деякий час входив до системи Укрраднаргоспу. А в 1972 році був введений в систему установ республіканської Академії наук. «Неакадемічний» метод вирішення науково-технічних питань В. М. Бакуля полягав у тому, що виконання пошукових завдань починалося не в лабораторіях, а відразу в цехах дослідного заводу. Створювалися тимчасові творчі колективи, групи дослідників та виробничників. Лабораторії інституту, виробничі дільниці дослідного заводу і групи конструкторів СКТБ розміщувалися поруч у новоспоруджуваних корпусах. Інститут виконував невластиві звичайним академічним організаціям завдання – технічну розробку і подальшу організацію великомасштабного виробництва порошків синтетичних алмазів і одночасно інструментів з них за промисловими технологіями у своїх стінах.

За нові розробки співробітники інституту одержали 550 авторських свідоцтв, 132 закордонні патентні грамоти й 26 свідоцтв про реєстрацію товарних знаків за кордоном. Розроблено 28 державних стандартів. Було підготовлено й захищено 63 кандидатські й 2 докторські дисертації.

Безпосередньо під науковим керівництвом В. М. Бакуля захистили кандидатські дисертації 23 аспіранти й здобувачі. Бакуль В. М. опублікував 303 наукові праці, одержав 91 авторське свідоцтво на винаходи, він автор 141 закордонного патенту [4].

У березні 1977 р. відбулася подія, що стала визначальною у подальшій історії Інституту надтвердих матеріалів АН УРСР – його директором обирають Миколу Васильовича Новікова [5]. На цій посаді він змінив Валентина Миколайовича Бакуля (1908–1978 рр.), який пішов з посади директора через важку хворобу. З тих пір М. В. Новіков очолює всесвітньо відомий Інститут надтвердих матеріалів НАН України. У 1982 р. інститут одержав статус Науково-технічного комплексу, а в 1990 р. йому присвоєно ім’я В. М. Бакуля.

З приходом в інститут М. В. Новікова з 1978 р. була налагоджена робота спецради по захисту докторських дисертацій за спеціальностями «матеріалознавство в машинобудуванні» і «процеси та машини обробки різанням, автоматичні лінії». Першу докторську дисертацію захистив безпосередньо на спецраді в інституті І. Х. Чеповецький на тему «Наукові основи високоефективних фінішних процесів алмазної обробки деталей машин» (1980 р.).

З того часу на засіданні спецради, яким керував понад 20 років академік НАН України М. В. Новіков, а з 2002 року – змінив його член-кореспондент НАН України В. П. Бондаренко, після якого з 2011 до травня 2014 року головував член-кореспондент НАН України В. З. Туркевич, були успішно захищені 39 докторських і 197 кандидатських дисертацій. Постановою Міністерства освіти і науки від 4 липня 2014 р. затверджено новий склад спеціалізованої ради на чолі з В. П. Бондаренком.

Крім інститутських працівників, захищали дисертації претенденти з Волгограду, Харкова, Вінниці, Львова, Ташкента, Дніпродзержинська, Тернополя, Івано-Франківська, Кіровограда, Краматорська, Сум, Черкас, Ужгорода, Житомира, Одеси, Маріуполя, Дніпропетровська, Москви, Тольятті, Таллінна, а також з Вірменії, Сирії, В'єтнаму. Робота спецради, творча співдружність ІНМ з багатьма державними і національними університетами, такими як Київський, Харківський, Івано-Франківський, Одеський, Львівський, Житомирський, суттєво допомогли зростанню молодого наукового покоління, якому належить вести ІНМ далі в XXI столітті.

У 1977–1978 рр. М. В. Новіков обирається та призначається в ряд керівних науково-громадських органів України, у тому числі в Комітет з Державних премій в галузі науки і техніки, де працює до даного (2014 р.) часу, в Бюро Відділення фізико-технічних проблем матеріалознавства АН УРСР, стає головою секції машинобудування і Наукової ради "Синтез надтвердих матеріалів і їх застосування в промисловості" та спеціалізованої ради із захисту докторських дисертацій в ІНМ АН УРСР, членом спеціалізованої ради при ІПМ АН УРСР, головує при вирішенні ряду науково-технічних проблем м. Києва і України в цілому. В 1979 р. М. В. Новіков обирається членом-кореспондентом АН УРСР, а у 1985 р. – академіком АН УРСР. З 1979 р. по цей час продовжує професорську діяльність в КПІ, зокрема, на кафедрі "Ріжучі інструменти" більше 25 років.

В ІНМ АН УРСР під науковим керівництвом М. В. Новікова поступово і широко розгорнулися фундаментальні дослідження із синтезу НТМ на основі механіки твердого тіла, термодинаміки і фізико-хімії. Розпочалося комплексне вивчення сучасними методами фізико-механічних властивостей міцності і довговічності виробів і поверхонь, оброблених інструментами з твердих сплавів і НТМ. За безпосередньої творчої участі М. В. Новікова проводяться роботи зі створення нової випробної техніки, приладів і технологічного устаткування. Наслідком розпочатих робіт у короткий термін стало отримання нових марок високоміцних термостійких алмазів, полікристалів і композитів на основі алмазів. Замість обмеженої номенклатури цих матеріалів 60–70-х років розпочато випуск десятків нових марок.

Разом з учнями і співробітниками у 80-і роки М. В. Новіков розвиває наукові основи керування процесами синтезу монокристалів і кераміки в умовах екстремально високих тисків і температур на основі нового наукового напрямку – чисельного моделювання напружено-деформованого і граничного механічного стану апаратів високого тиску, включаючи реакційну комірку. У цей період закладаються теоретичні основи механіки широкого класу середовищ (метали, гірські породи, кераміки, багатофазні матеріали) при високих тисках, розвивається теорія великих пружно-пластичних деформацій, обґрунтовуються нові поняття і постулати, зокрема про граничну пластичність, рушійну силу фазових перетворень, встановлюються універсальні експериментальні закономірності на основі наноіндентування, тунельної мікроскопії. Розвиток робіт в області механіки деформування і граничного стану надтвердих композитів дозволило створити сучасні методи проектування наперед заданої структури, що забезпечує можливість одержання перспективних фізико-механічних властивостей. В інституті реально був створений науковий напрямок – комп'ютерне матеріалознавство в галузі екстремально високих параметрів діючого середовища – надвисоких тисків і температури.

Багатогранна наукова діяльність Миколи Васильовича з особливою повнотою розгорнулася в останні два десятиліття: уперше теоретично обґрунтовані і розроблені методи оцінки міцності і тріщиностійкості монокристалів алмазів і КНБ з урахуванням їхньої кристалографії і дефектності, вперше у світовій науці отримані кількісні характеристики опору руйнування, зносостійкості, теплопровідності та інші фізико-механічні характеристики монокристалів НТМ і композитів на їхній основі в широкому температурному діапазоні.

У наукових працях цього періоду М. В. Новіков поглиблює і розвиває теорію і чисельні методи механіки деформівного твердого тіла. Наслідуючи прийняті ще в пору наукового становлення принципи, кожну розробку доводить до кінцевого результату і практичної реалізації. В галузі синтезу і застосування НТМ його роботи відкрили можливість комп'ютерного моделювання процесів синтезу, що забезпечує підвищення спроможності

апаратів високого тиску, прогнозні розрахунки їхньої надійності і довговічності. Особливу увагу в останні роки Микола Васильович приділяє перспективним напрямкам сучасного матеріалознавства – наноструктурам і нанотехнологіям, обгрунтуванню використання алмазів в електроніці, одержанню функціонально ефективних алмазних і алмазоподібних плівок і покриттів, застосуванню алмазного мікроточіння, що відкриває важливий напрямок наномеханообробки.

Постійно працюючи з молодими вченими, М. В. Новіков виховав 56 докторів і кандидатів наук. Загалом за час його роботи в інституті підготовлено 53 доктори і 237 кандидатів наук. Велику увагу Микола Васильович приділяє науковим виданням. У 1971 р. він виступає ініціатором і організатором регулярного виходу періодичного наукового збірника "Космічні дослідження в Україні", бере участь як член редколегії у виданнях журналу "Проблемы прочности" (Київ), періодичних збірників "Физика и техника высоких давлений" (Донецьк) та "Адгезия расплавов и пайка материалов" (Київ), "Journal of Hard Materials" (Англія). В 1979 р. він очолив видання науково-теоретичного журналу АН СРСР і АН УРСР "Сверхтвердые материалы", який перевидається англійською мовою під назвою «Journal of Superhard Materials» видавництвом "Аллертон Пресс" у Нью-Йорку, США. З 2008 р. журнал «Journal of Superhard Materials» внесено до баз даних наукового цитування Web of Science компанії Thomson Reuters, у 2011 р. він одержав імпакт-чинник 0,547, який у 2012 р. збільшився до 0,785, що склало четверте місце серед 19 українських академічних журналів з встановленим імпакт-чинником, і перше – по матеріалознавчому напрямку.

Новіков М. В. опублікував понад 740 наукових робіт, в тому числі 21 монографію, 51 видання вийшли за його редакцією. Він автор 192 авторських свідоцтв і патентів. За науковою редакцією М. В. Новікова видані тритомна монографія "Синтетические сверхтвердые материалы" (1986 р.), шеститомна монографія «Сверхтвердые материалы. Получение и применение» (2003–2007 рр.), енциклопедичний довідник «Надтверді абразивні матеріали в механообробці» (2014 р.) і перший у світі повний довідник "Физические свойства алмаза" (1987 р.), який перекладено на німецьку, японську і китайську мови.

Новікову М. В. належить значна роль у розвитку науки як вченого сучасного мислення [6]. Діяльність Інституту надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України під керівництвом М. В. Новікова спрямована на розвиток індустрії країни, постійне зміцнення ланцюга наукової, конструкторської та виробничої роботи, фундаментальні дослідження в галузі створення нових надтвердих, ультратвердих, керамічних і композиційних матеріалів, структурованих і смарт-матеріалів, які знаходять своє застосування в промисловості та техніці. Велика увага в інституті приділяється дослідженню матеріалів і високих прецизійних технологій обробки виробів біологічного призначення, які використовуються в елементах штучних суглобів людини з титану, сапфіру і кераміки. Розвивається новий напрямок отримання колоїдних матеріалів на основі наночастинок срібла, золота, заліза з унікальними бактерицидними та іншими функціональними властивостями.

Провідні вчені інституту беруть активну участь у міжнародному співробітництві – міжнародних конференціях, програмах і проектах. Участь Інституту надтвердих матеріалів НАН ім. В. М. Бакуля України у проекті «START» спрямована на розвиток і побудову довгострокових відносин з аналогічними європейськими науковими центрами з метою посилення і розширення міжнародного співробітництва, поглиблення наукових знань, розробки нових продуктів для сучасних і майбутніх промислових потреб Європи. Проект «START» надав унікальну можливість обміну досвідом і знаннями з європейськими науковими центрами та вищими освітніми установами. Результати роботи з його виконання стали підгрунтям для участі в новій програмі Європейського Союзу «HORIZONT 2020», пріоритетом якої є сприяння фундаментальним науковим дослідженням, розвиток нанотехнологій, нового матеріалознавства та ін.

В наукове об'єднання з виконання проекту «START», крім Інституту надтвердих матеріалів НАН ім. В. М. Бакуля України входили такі дослідницькі центри: Research and Engineering in Materials, Mechanics and Energetics of the National Centre for Scientific Research (Франція), Institute of High Pressure Physics of the Polish Academy of Sciences (Польща), International Environment and Quality Services North Greece, Ltd (Греція).

Протягом багатьох років інститут мав можливість виконувати важливу наукову тематику на високому аналітичному рівні. У співпраці із зарубіжними вченими, з використанням їх науково-аналітичної бази були отримані нові результати з фазовим перетворенням при високих тисках, чисельним розв'язком складних термомеханічних процесів у АВТ та ін.

Міжнародне співтовариство в дослідженнях в галузі високотемпературної надпровідної кераміки та електротехнічних пристроїв для швидкісного транспорту здійснюється вже більше 10 років і сприяло практичному створенню колективом вчених ІНМ спільно з колегами з Росії та Німеччини електромоторів з надпровідною обмоткою. Побудовані зразки нових транспортних пристроїв у Німеччині, Франції, Росії, Китаї.

Новими результатами в створенні надтвердих матеріалів характеризується спільна робота з японськими, французькими та шведськими вченими.

Інститут постійно підтримує на основі взаємовигідних контрактів співпрацю з вихованцями інституту, які виїхали для роботи за контрактами за кордон. Їхня робота сприяє розвитку творчого спілкування з їх організаціями за важливою і актуальною науковою тематикою. Після повернення з тривалих закордонних відряджень д-р фіз.-мат. наук В. І. Кущ, канд. техн. наук Л. Д. Кістерська та інші вносять суттєвий творчий внесок у вирішення актуальних наукових завдань щодо нової наукової тематики інституту. Так, у видавництві Elsevier вийшла друком монографія Куща В. І. «Micromechanics of composites: multipole expansion approach» (2013 р.). Книга присвячена розвитку і застосуванню методу мультипольного розкладу до обраних актуальних проблем мікромеханіки. Сучасні питання включають композити з недосконалою і частково відшарованою міжфазною границею, наноструктурні матеріали, тріщинуваті середовища, статистику локальних полів у композитах, їх крихку міцність.

Спільна науково-дослідницька робота за договорами про співдружність з ініціативи і при активній участі М. В. Новікова була організована з Інститутом машинознавства та Інститутом фізичної хімії Російської академії наук, Центральним інститутом металургійного устаткування і Науково-дослідним інститутом алмазів у Москві, Будапештським інститутом фізики, Берлінським інститутом геофізики і високих тисків, Дослідницьким центром компанії Монсанто (США) і Компанією ЦВІК та Ф. Діамант (Німеччина), Японською компанією Глобал Даймонд, Корейським інститутом науки і технології (Сеул), американською компанією 3М та багатьма іншими.

Новіков М. В. обирався у 80-х роках членом правління Міжнародної асоціації розвитку досліджень в галузі високих тисків. Він був одним із основних доповідачів, що представляли вітчизняну науку на І Міжнародному конгресі з матеріалів в Чікаго (1988 р.). Брав участь як голова секції і доповідач на багатьох наступних міжнародних конференціях з нової алмазної науки і технології в Токіо (1988 р.), Вашингтоні (1990 р.), у Гейдельберзі, Преторії та ін. Робив доповіді на європейських конференціях по алмазних і алмазоподібних плівках у Цюріху (1990 р.), Ніцці (1991 р.), Едінбурзі та ін.

У 1976 р. М. В. Новіков очолював робочу групу організаторів IV Всесоюзного з'їзду з теоретичної і прикладної механіки (Київ). У 1987 р. був головою XI Міжнародної конференції з фізики і техніки високих тисків (Київ), в 2001 р. – Міжнародної конференції "Надтверді інструментальні матеріали на рубежі тисячоліть: одержання, властивості, застосування".

Наукова школа Бакуля–Новікова нараховує понад 300 вчених-матеріалознавців. Їхні досягнення та інших співробітників інституту відзначені 17 Державними преміями СРСР, УРСР, України, двома міжнародними преміями, десятком міжнародних нагород, премією Ленінського комсомолу для молодих вчених, 12 преміями імені видатних вчених України та преміями Президента України, Верховної Ради України та міської адміністрації для молодих вчених, 13 Почесними грамотами Президії НАН України і Центрального комітету профспілки працівників НАН України, 27 Почесними Бакулівськими медалями.

Інтелектуальне надбання інституту становлять 3000 авторських свідоцтв і патентів, 136 монографій, понад 8000 наукових статей, 20 підписаних ліцензійних угод. Наукові роботи провідних вчених інституту широко цитуються зарубіжними і вітчизняними вченими.

Багаторічний досвід роботи наукової школи інституту, вихованої В. М. Бакулем і М. В. Новіковим, свідчить, що накопичення наукових досягнень, їх успішна технічна і технологічна реалізація в результаті інтенсивної концентрації творчої енергії і скоординованих дій фахівців у процесі пошуку, розробки, технологічної реалізації науково-технічних досягнень не тільки генерує наукову продукцію, ідеї, але й забезпечує кадрове відтворення наступних поколінь дослідників. Саме новому поколінню вчених належить й надалі розвивати фундаментальні дослідження в області фізико-хімічних процесів синтезу нових НТМ, вирішувати завдання технічного прогресу виробництва цих матеріалів в Україні для застосування у різноманітних галузях промисловості, формувати нові наукові школи.

Описано развитие научной школы Института сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, вклад в появление, становление и деятельность школы ее основателей – В. Н. Бакуля и Н. В. Новикова. Приведены научные направления, по которым работает школа Бакуля–Новикова, основные научные результаты, полученные сотрудниками ИСМ, достижения и перспективы школы.

***Ключевые слова**: научная школа, доктор технических наук В. Н. Бакуль, академик НАН Украины Н. В. Новиков, Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, сверхтвердые материалы.*

The development of the scientific school of V. Bakul Institute for Superhard Materials NAS of Ukraine, its founders – V. Bakul and M. Novikov contribution to the appearance, formation and activities of the school are described. The scientific directions of the Bakul-Novikov school activities, main results obtained by the ISM team, achievements and prospects of the school are given.

***Key words**: scientific school, Doctor of Science Engineering V. Bakul, Academician of the NAS of Ukraine, M. Novikov, V. Bakul Institute for Superhard Materials of the NAS of Ukraine, superhard materials.*

Література

1. Алмаз Украины. Пятидесятилетие работы Института сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля (1961–2011 гг.). – К. : «Азимут-Украина», 2011. – 447 с.
2. http://www.ism.kiev.ua/index.php?i=4.
3. Новиков Н. В. Основные достижения Института сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины в области синтеза и спекания сверхтвердых материалов / Н. В. Новиков, А. А. Шульженко, С. А. Ивахненко, А. И. Боримский // Синтез, спекание и свойства сверхтвердых материалов : сб. науч. тр. / отв. ред. Н. В. Новиков, А. А. Шульженко; НАН Украины. Ин-т сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля. – К., 2011. – С. 6–13.
4. В. М. Бакуль. Вибрані праці. Біографія. Спогади сучасників / відп. ред. М. В. Новіков. – К. : ІНМ НАН України, 2006. – 668 с.
5. Микола Васильович Новіков / НАН України. Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля; Н. І. Колодніцька (уклад.), Н. Ф. Колесниченко (відп. ред..) – 3-є вид., переробл. і допов. – К., 2012. – 232 с. – (Біобібліографія вчених України).
6. Колесниченко Н. Ф. Академик Н. В. Новиков – ученый современного мышления / Н. Ф. Колесниченко, В. Н. Колодницкий // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: сб. науч. тр. – К. : ИСМ НАН Украины, 2012. – Вып. 15. – С. 3–10.

Надійшла 25.07.14

Раздел 1

ПОРОДОРАЗРУШАЮЩИЙ ИНСТРУМЕНТ ИЗ СВЕРХТВЕРДЫХ МАТЕРИАЛОВ И ТЕХНОЛОГИЯ ЕГО ПРИМЕНЕНИЯ

УДК 622.24.051.01.5

В. И. Спирин, **Ю. Е. Будюков**, доктора технических наук[1],
В. П. Онищин, д-р техн. наук[2], **А. Е. Асан**[3]

[1]ОАО «Тульское научно-исследовательское геологическое предприятие», Россия
[2]Санкт-Петербургский государственный горный институт им. В. Г. Плеханова, Россия
[3]Казахский национальный технический университет им. К. И. Сатпаева, г. Алматы

ПЕРСПЕКТИВЫ СОЗДАНИЯ И ПРИМЕНЕНИЯ СЪЁМНОГО ПОРОДОРАЗРУШАЮЩЕГО ИНСТРУМЕНТА

Проведён анализ работ по созданию колонковых наборов со съёмным инструментом. Описана эффективность применения съёмного инструмента при бурении скважин и намечены дальнейшие работы по его совершенствованию.

Ключевые слова: *съёмный инструмент, эффективность, колонковый набор, конструкция, технология, алмаз, бурение, исследование.*

Известно, что повышение производительности бурения геологоразведочных скважин в твёрдых горных породах во многом связано с созданием конструкций колонковых наборов со съёмным породоразрушающим инструментом, позволяющим снизить затраты времени на спуско-подъёмные операции и трудоёмкость буровых работ. Над разработкой подобных технических средств работают специалисты большинства ведущих стран мира, включая Россию и Казахстан, однако их результативность остаётся незначительной и работы по созданию и применению съемного породоразрушающего инструмента ещё не вошли в стадию широкого производственного применения.

Результаты анализа работ в этой области свидетельствуют о наличии двух основных направлений их развития.

Первое направление предполагает создание породоразрушающего инструмента съёмнораздвижного типа, второе связано с созданием цельнокорпусных коронок поворотного типа.

По первому направлению в отечественном производстве имеются два вида продукции – колонковые наборы СРК-76 и КРК-59 производства ВИТР (хотя их промышленный выпуск не организован) и съёмная коронка КСИ-1-76 производства ОАО «Тульское НИГП». По второму направлению ВИТРом создан макет колонкового набора со съёмной цельнокорпусной коронкой СЦК-59.

Прошли приемочные испытания и приняты в серийное производство СРК-76 по высшей категории качества и КРК-59 с повышением надежности крепления приводного наконечника при бурении мягких горных пород.

С помощью СРК-76 пробурены скважины в Алмалыкской и Кайраккумской ГРЭ, глубиной 800 м каждая.

В табл. 1 приведены отдельные сопоставимые результаты бурения колонковым набором СРК-76 и комплексом ССК-76, полученные на основании цикловых диаграмм при проведении в Алмалыкской ГРЭ приемочных испытаний.

Известно, что за рубежом наиболее отработаны съемно-раздвижные коронки фирмы «Кристансен» и цельнокорпусные коронки поворотного типа – фирмы «Лонгир». Схемы и общий вид некоторых съемных алмазных коронок показаны на рис. 1.

Таблица 1. **Результаты бурения СРК-76 и ССК-76 в течение цикла (породы сиенито-диориты)**

Условия бурения	IX категория		X категория	
	СРК-76	ССК-76	СРК-76	ССК-76
Интервал бурения, м	96,0–98,16	111,1–113,8	119,6–121,8	164,1–166,1
Пробурено за цикл, м	2,13	2,7	2,2	2,0
Режим бурения:				
осевая нагрузка, кгс	1250	1000	1250	750
частота вращения, об/мин	460	300–400	460	400
расход промывочной жидкости, л/мин	40	19	73	19
Затраты мощности на бурение, кВт	8–10	8	8–10	9,5
Затраты мощности на подъем извлекаемой части, кВт	1,6	–	1,6	–
Механическая скорость бурения, м/ч	2,8	1,8	1,3	1,1

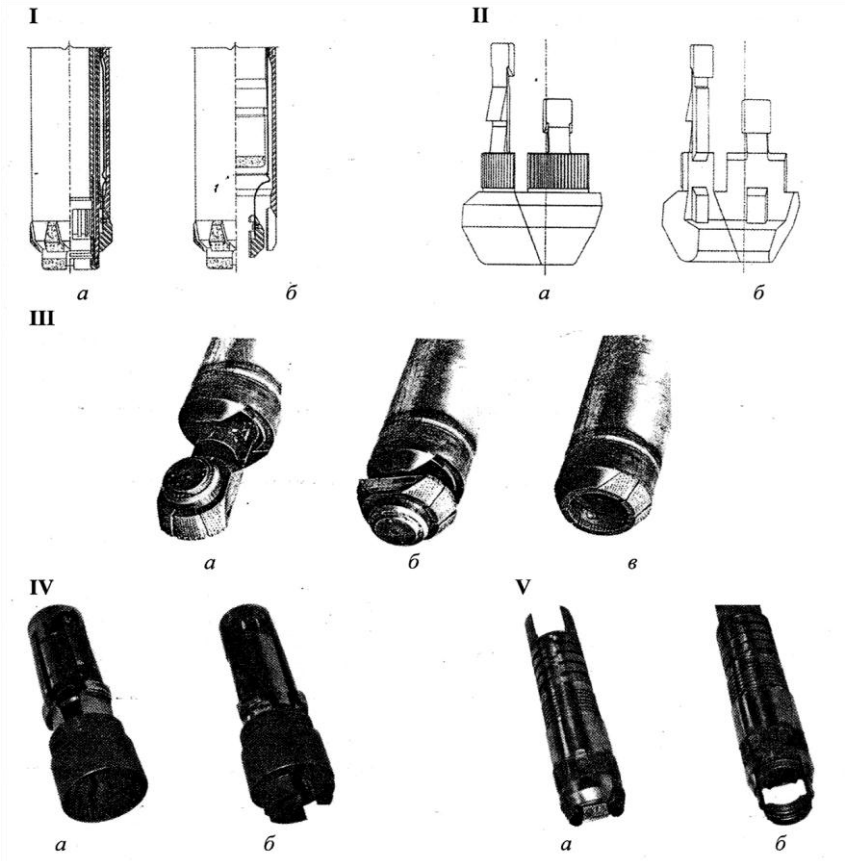


Рис. 1. Схемы и общий вид съёмных алмазных коронок: I – СРК-76 (а – транспортное положения, б – рабочее); II – фирмы «Кристансен» (а – вид снаружи, б – вид изнутри); III – фирмы «Лонгир» (а – транспортное положения, б – промежуточное, в – рабочее); IV – КРК-59 (а – транспортное положения, б – рабочее); V – СЦК-59 (а – транспортное положения, б – рабочее). *Вариант 1. Алмазная коронка совмещена с керноприёмником*

Трудность создания подобных изделий, особенно для малогабаритных колонковых наборов, связана с ограниченностью внутренних размеров бурильной колонны, не позволяющих достичь высокой прочности соединения коронки с приводным наконечником, а

также с необходимостью размещения в призабойной зоне инструмента механизмов ориентации, закрепления и фиксации коронки в транспортном и рабочем положениях.

На основании исследований, проведенных в ОАО «Тульское НИГП», предложен колонковый снаряд[3]. Это снаряд состоит из наружной трубы, башмака с пазами, съемного керноприемника с корпусом кернорвателя, к которому присоединена съемная раздвижная коронка из размещенных по секторам цанги породоразрушающих элементов, на внутренних поверхностях которых имеются скосы, отличающиеся тем, что на наружном конусе кернорвателя выполнены выступы, а на внутренней поверхности скосов секторов выполнены продольные пазы. При переведении коронки из транспортного положения в рабочее взаимодействуют выступы и пазы, а в рабочем положении коронки выступы через пазы на секторах цанги взаимодействуют с пазами башмака.

На рис. 2. изображен предлагаемый колонковый снаряд со съемной коронкой в рабочем положении; на рис. 3. колонковый снаряд со съемной коронкой в транспортном положении; на рис. 4 вид торца колонкового набора без съемной коронки.

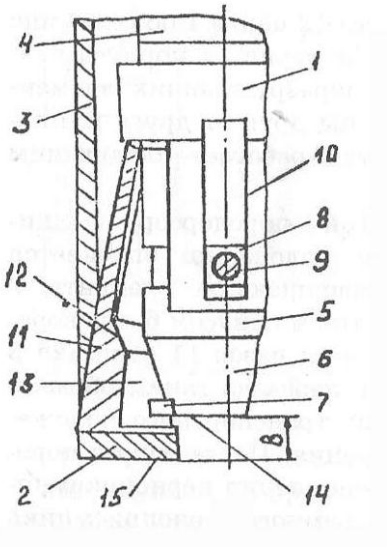


Рис. 2. Колонковый снаряд в рабочем положении

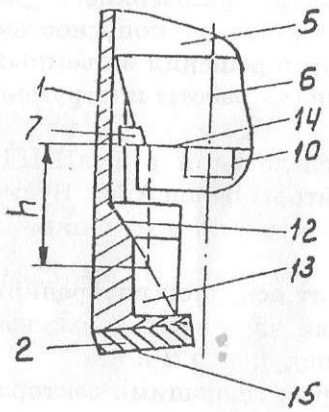


Рис. 3 Колонковый снаряд в транспортном положении

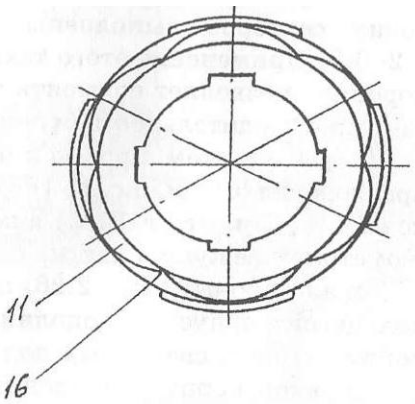


Рис. 4 Вид торца колонкового набора без съёмной коронки

Колонковый снаряд содержит цангу 1, породоразрушающие элементы 2, наружную трубу с башмаком 3, съемный керноприемник 4, корпус кернорвателя 5. Корпус кернорвателя 5 имеет наружный конус 6 с выступами 7. Цанга 1 соединена с корпусом кернорвателя 5 ограничителями 8 и винтами 9, размещенными в пазах 10 цанги 1. Башмак 3 имеет пазы 11. Цанга 1 на внутреннем конусе 12 имет пазы 13. В транспортном положении коронки расстояние *h* от торца 14 корпуса кернорвателя 5 до рабочего торца 15 породоразрушающих элементов 2. Пазы 11 в башмаке 3 разделены клиновидными коронками 16. Устройство работает следующим образом.

Съемный керноприемник 4 с цангой 1 и породоразрушающими элементами 2 в транспортном положении опускают внутрь башмака 3. Затем породоразрушающие элементы 2 упирают в забой и раздвигают наружным конусом 6, проворачивая при этом снаряд для совмещения пазов 11 башмака 3 с секторами цанги 1. После полного перевода породоразрушающих элементов 2 из транспортного положения в рабочее начинают бурение. После износа породоразрушающих элементов 2 или наполнения керноприемника 4 керном ловителем извлекают съемны керноприемник 4 с цангой 1 и породоразрушающим элементом 2.

В результате опытных работ в лабораториях и производственных условиях установлена высокая работоспособность конструктивных схем съемных коронок, реализованных при изготовлении их экспериментальных образцов.

Опытное бурение этими коронками проводили на объектах Норильской и Заполярной геологоразведочных экспедиций при бурении плановых вертикальных скважин проектной глубиной более 3000 м.

Бурение осуществлялось буровыми агрегатами ЗИФ-1200МР, СКБ-8, СКБ-7. Для подачи промывочной жидкости применяли буровые насосы НБ-3-120/40; НБ-4-120/63, НБ-5-320/100. Спуско-подъемные операции выполняли с использованием вышек типа ВР-24/30.

В результате испытаний установили, что съемные коронки имеют более высокие, чем базовые механические скорости бурения и средние проходки при снижении удельного расхода алмазов. Производительность бурения при использовании съемных коронок этого типа повышаэтся на 30%.

Конструирование и реализация преимуществ бурения съемным породоразрушающим инструментом осложняются отсутствием единой методики расчета затрат времени на бурение этим способом ввиду многочисленных технических предложений относительно схем съемного инструмента, способоб его доставки и извлечения, конфигурации режущих элементов, износостойкости, взаимодействия с расширителями, отдельных частей бурильной колонны и пр. [1]. ВИТР провел значительный объем работ по устранению указанного недостатка, и в настоящее время затраты времени на бурение с использованием съёмных коронок в зависимости от их конструкции, способа извлечения бурильных труб и стойкости наружной части колонкового набора можно определить по методике, изложенной в [2].

ВИТР также провел широкие исследования по созданию съёмных коронок и организована поставка заказчикам отдельных опытных партий таких коронок. Таким образом, съемные коронки имеют широкие перспективы применения при бурении геологоразведочных скважин различного назначения.

Однако следует заметить, что для эффективного производственного применения этого прогрессивного породоразрушающего инструмента при бурении направленных и многоствольных скважин необходимо его дальнейшее усовершенствование применительно к различным геолого-техническим условиям эксплуатации.

Проведено аналіз робіт зі створення колонкових наборів зі знімним інструментом. Описана ефективність застосування знімного інструменту при бурінні свердловин і намічені подальші роботи щодо його вдосконалення.

***Ключові слова**: знімний інструмент, ефективність, колонковий набір, конструкція, технологія, алмаз, буріння, дослідження.*

Analysis of works on creation of core sets with removable tool. Described the effectiveness replaceable tooll duving drilling and outlined further work to improve it.

***Key words**: the smart tool, the effectiveness, column-set, construction, tecnnology, diamond, drilling, research.*

Литература

1. Будюков Ю.Е., Белов А.М. Зарубежные и отечественные конструкции съёмных коронок для бурения геологоразведочных скважин при разведке твёрдых полезных ископаемых // М. – 1989. – С. 27.
2. Онищин В.П. Определение затрат времени при бурении съёмным породоразрушающим инструментом. Породоразрушающий и метало-обрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. научн. тр.– К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2010. – Вып. 13. – С. 20–25.
3. Будюков Ю.Е., Власюк В.И., Спирин В.И. Алмазный инструмент для бурения направленных и многоствольных скважин. – Тула: Гриф и Ко, 2007. – 176 с.

Поступила 17.06.14

УДК 622.248.051.64

Ю. Е. Будюков, **В. И. Спирин**, доктора технических наук[1], **В. В. Кубасов**[2]

[1]ОАО «Тульское научно-исследовательское геологическое предприятие», Россия
[2] Российский государственный геологоразведочный университет имени Серго Орджиникидзе, г. Москва

ВЛИЯНИЕ СМАЧИВАЕМОСТИ АЛМАЗА МЕТАЛЛОМ НА РАБОТОСПОСОБНОСТЬ ПОРОДОРАЗРУШАЮЩЕГО ИНСТРУМЕНТА

Рассмотрено влияние смачиваемости алмаза металлом на работоспособность породоразрушающего инструмента. Установлено, что повышение смачиваемости алмаза металлом связки приводит к повышению твёрдости, абразивной износостойкости материала матрицы и в целом повышению работоспособности породоразрушающего инструмента при бурении.

***Ключевые слова**: алмаз, смачивание, металл, связка, породоразрушающий инструмент, работоспособность.*

Из литературных источников известно что, повышение прочности связи алмаз–металл при достаточной твердости матрицы приводит к некоторому повышению работоспособности алмазного породоразрушающего инструмента [1–4]. При этом связка (пропиточный сплав) должна обеспечивать хорошее смачивание алмазов и температуру плавления не выше 1130 °С. Взаимодействие жидких металлов и сплавов, выполняющими роль связки в матрице, с поверхностью алмаза может быть охарактеризовано смачиваемостью. Смачиваемость оценивается величиной краевого угла, который зависит от межфазных поверхностных энергий по уравнению Лапласа

$$\cos\theta_c = \frac{\sigma_т - \sigma_{тж}}{\sigma_ж},$$

где θ_c – краевой угол, град; $\sigma_т$, $\sigma_{тж}$, $\sigma_ж$ – удельные межфазные поверхностные энергии на границе раздела твердое тело–газ, твердое тело–жидкость, жидкость–газ соответственно, МПа.

Если краевой угол $\theta_c = 0°$, то имеет место полное смачивание поверхности твердого тела жидким металлов. Если же $\theta_c = 180°$, то смачивание отсутствует, что чрезвычайно бывает редко. Наличие краевого угла $\theta_c < 90°$ свидетельствует о смачивании.

Применительно к алмазам требование химической теории смачивания можно сформулировать по В. Н. Еременко и Ю. В. Найдичу так: чем сильнее сродство металла с углеродом, тем лучше будет смачивать алмаз. Сильные связи с углеродом металлоподобного характера образуют все переходные металлы, т. е. элементы с дефектом в *d* или *f* электронном слое.

При изготовлении алмазного инструмента холодным прессованием с матрицей из твердосплавных смесей в качестве связки используют преимущественно медь или медно-никелевый сплав с содержания никеля 6–10%. Эти связки алмаз не смачивают. Повысить адгезию сплава можно путем введения в него небольшого количества одного или нескольких межфазно-активных присадок. Для меди такими присадками могут быть Ti, Cr, Fe, W, Mn, V, B, Ni и другие элементы. Эффективность влияния добавок устанавливают экспериментально, причем, полезным может оказаться введение двух- и более элементов.

По литературным данным и на основе имеющегося опыта были разработаны на основе меди пропиточные сплавы [3], данные по определению температур, плавления которых и качество пропитки ими образцов приведены в табл. 1.

Таблица 1. **Данные по определению температур плавления опытных сплавов и качества пропитки образцов**

Номер сплава	Температура плавления, °С	Качество пропитки образчов
1	1130	Хорошее
2	1120	Хорошее
3	1140	Плохое
4	1160	Среднее
5	1170	Среднее
6	1130	Хорошее
7	1140	Среднее
8	1170	Среднее
9	1160	Хорошее
10	1150	Хорошее
11	1160	Хорошее
12	1180	Хорошее
13	1170	Среднее
14	1190	Среднее
15	1150	Среднее
16	1140	Среднее
17	1190	Среднее
18	1170	Плохое
19	1200	Среднее
20	1130	Хорошее
21	1130	Хорошее

Как видно из табл. 1 сплавы № 4, 5, 8, 9, 11–14, 17–19 имеют температуру плавления выше 1150 °С и по этой причине не могут быть использованы в дальнейших экспериментах, а сплав № 3 плохо пропитывает карбид вольфрама.

По результатам определения ударной вязкости окончательно определены для дальнейших исследований три сплава: № 6, 20 и 21. В эти сплавы входят в различных вариациях Cu, Mn, Fe, Cr, Ti, Sn.

Исследование связок с целью уточнения их качественного состава проводилось на рентгено-флюоресцентном спектрометре «Спектроскоп».

Спектрограмма определения в сплаве содержания Cu, Ni, Fe, Mn приведена на рис. 1.

При исследовании адгезии к графиту сплавов № 6, 20, 21 и медно-никелевого сплава получены результаты, приведенные на рис. 2, а также в табл. 2, где также приведены усредненные значения твердости и абразивной износостойкости образцов.

При этом для определения краевого угла смачивания использовался метод покоящейся капли на графите. На рис. 2 показаны затвердевшие капли исследуемых сплавов на подложке из точеного графита марки МГ. Из рисунка видно, что сплавы № 6, 20 и 21 краевой угол не превышает 75°, т.е. они смачивают графит и, следовательно, алмаз. В то же время, серийно используемый в качестве связки медно-никелевый сплав, имеет краевой угол θ_c, равный 140°, что равнозначно отсутствию смачивания.

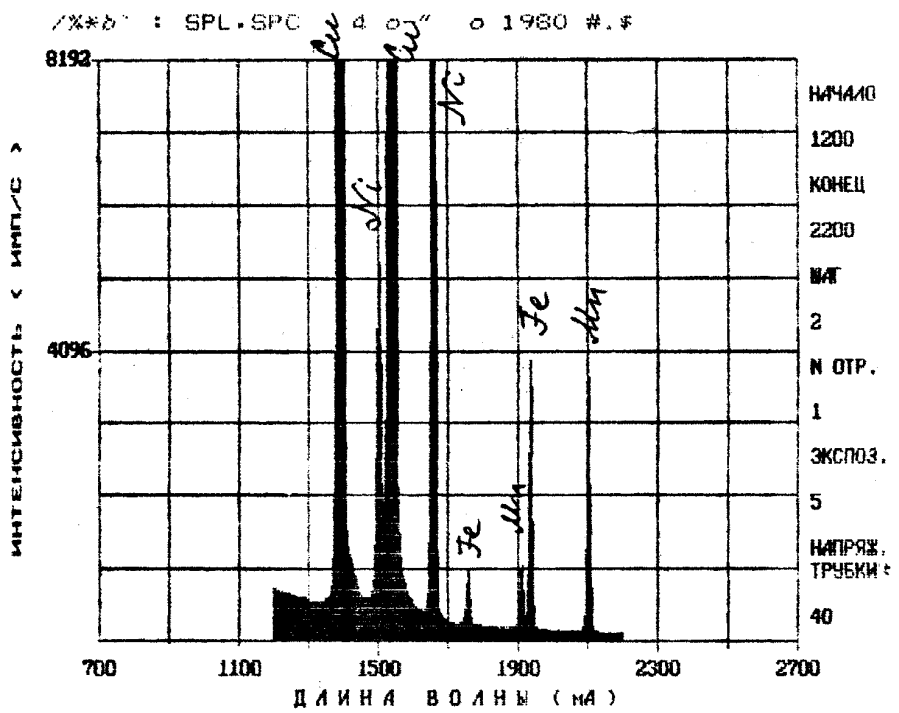


Рис. 1. Фрагмент спектрограммы определения содержания металлов в сплаве

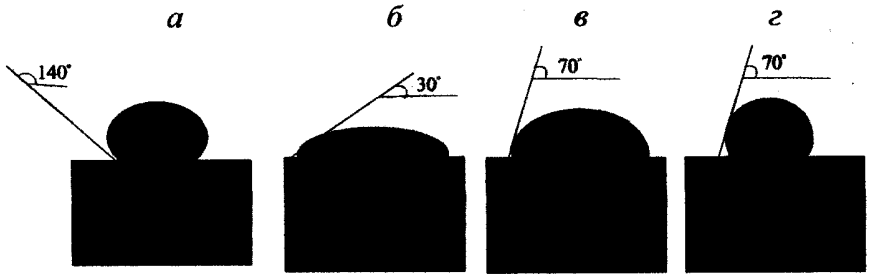


Рис. 2. Краевой угол θ на графите сплавов: а – медно-никелевого сплав; б – № 6; в – № 20; г – № 21

Таблица 2. **Значения краевого угла смачивания твердости и абразивной износостойкости образцов**

Номер сплава	Краевой угол, θ_c	Средняя ударная вязкость, кгс/см	Твер-дость, HRc	Абразивная износостойкость (потеря массы)	
				г	%
6	30	35	34	0,40	62
20	70	35	48	0,24	38
21	70	34	50	0,22	34
Серийный	140	36	28	0,64	100

Сравнение полученных значений твердости и абразивной износостойкости образцов, приведеных в табл. 2, показывает улучшение этих характеристик в случае пропитки опытными сплавами. В результате исследований установлено, что большей твердости материала матрицы алмазных коронок соответствует большая износостойкость. На рис. 3 показана зависимость для образцов матрицы из шихты, состоящей из карбида вольфрама с 20% релита.

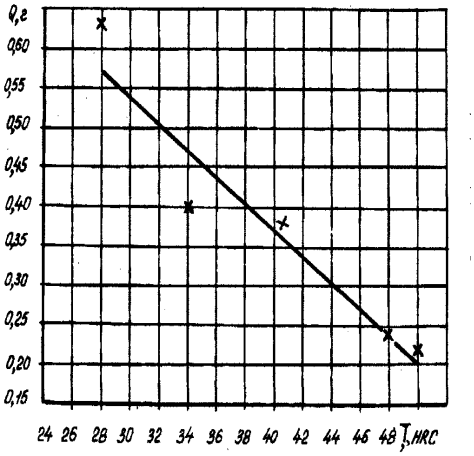


Рис. 3. Зависимость абразивной износостойкости Q материала матрицы от твердости T

Из трех опытных сплавов наибольший интерес представляет сплав № 6, имеющий самый малый краевой угол θ_c, что обеспечивает лучшее удержание алмазов. Сплавы № 20 и 21 по показателям идентичны и тоже могут использоваться для изготовления коронок.

В результате производственных испытаний алмазных коронок, изготовленных с применением новых связок, установлено повышение механической скорости бурения в 1,1–1,4 раза и снижение расхода алмазов на 20–35% по сравнению с применением стандартных алмазных коронок.

Таким образом, в результате исследований установлено, что повышение смачиваемости (уменьшение краевого угла) алмаза металлом связки приводит к повышению твёрдости, абразивной износостойкости материала матрицы и соответственно повышению работоспособности (механической скорости бурения и стойкости) породоразрушающего инструмента.

Розглянуто вплив змочуваності алмазу металом на працездатність породоруйнівного інструменту. Встановлено, що підвищення змочуваність алмазу металом зв'язки призводить до підвищення твердості, абразивної зносостійкості матеріалу матриці і в цілому підвищенню працездатності породоруйнівного інструменту при бурінні.

***Ключові слова**: алмаз, змочування, метал, зв'язка, породоруйнівний інструмент, працездатність.*

Influence of wettabiliti of diamond metal for proper roch cutting tool. Found that improving wettabilit of diamand metal bond increases hardness and abrasive wear restance of matrix material and to improve the health of the instrument.

***Key words**: diamond, wetting, metal, bunch, roch cutting tool, working capacity.*

Литература

1. Будюков Ю.Е., Власюк В.И, Спирин В.И. Алмазный породоразрушающий инструмент. – Тула: Гриф и Ко, 2005. – 288 с.
2. Спирин В.И., Кубасов В.В. Повышение износостойкости алмазного породоразрушающего инструмента за счёт термической обработки / Докл. XI междунар. конф. «Новые идеи в науке о земле», 9–12 апр. 2013 г.: в 3 т. – 2013. – Т. 2.
3. Будюков Ю.Е. Ососов И.А. Матричные композиции с заданными свойствами при изготовлении алмазного инструмента / Сб. науч. тр. «Научно-техническая продукция Тульской области». – Тула, ТулГУ, 2009. – 268 с.
4. Спирин В.И., Будюков Ю.Е., Кубасов В.В. Анализ результатов работы алмазных коронок, подвергнутых криогенной обработке / Науч.- техн. журн. «Инженер-нефтянник». – 2013. – № 2.
5. Игнатов В.И. Организация и проведение эксперимента в бурении. – М.: Недра, 1980. – 101 с.
6. Кубасов В.В., Будюков Ю.Е., Спирин В.И. Зависимость работоспособности породразрушающего инструмента от смачиваемости алмаза металлом связки / Матер. науч.-техн. конф. «Инновационные наукоёмкие технологии». – Тула: Инновационные технологии, 2014.

Поступила 06.06.14

УДК 622.057

Аубакиров М.Т.[1], **Ратов Б.Т.**, **Федоров Б.В.**[2], **М.Отебаев**[3]

[1]ТОО «АККА-АЛМАС», Казахстан, г. Алматы
[2]Казахский национальный технический университет им. К.И. Сатпаева, г.Алматы
[3]ТОО «КРУЗ» Казахстан, г. Жанаозен

ОСОБЕННОСТИ ПРИМЕНЕНИЯ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ СРЕДСТВ АЛМАЗНОГО БУРЕНИЯ

Информационно – патентный анализ технико-технологических средств алмазного бурения показывает, что в этой области большинство работ посвящены:

- оптимальному использованию или улучшению физико- механических свойств алмазов и связующего материала (металлокерамики) в практике алмазного бурения;
- изучению физико – механических процессов, возникающих при алмазном разрушении горных пород и использованию выявленных при этом положительных явлений для интенсификации процесса бурения;
- изучению физико- механических свойств горных пород и их влиянию на процесс алмазного бурения;
- разработке рациональных форм алмазного породоразрущаещего инструмента;
- разработке технологии алмазного бурения.

Цель всех упомянутых исследований – повышение эффективности алмазного бурения. Одним из основных проблем, связанных с повышением эффективности алмазного бурения, является установление закономерности работы алмазов и их состояние в коронке при её работе на забое скважины.

Теоретический анализ работы алмазной коронки большинство авторов начинают с анализа работы единичного алмазного зерна, форму которого принимают в виде пирамиды, обращенной острием вниз, эппипсоида или шара. При этом за оптимальный режим работы алмазной коронки принимают тот, при котором имеет место объемное разрушение породы забоя.

Представляется, что эта точка зрения справедлива только или бурении однослойными или импрегнированными коронками, армированными крупными зернами алмазов, причем в условиях бурения пород, относящихся к IX и менее категориями. В случае же использования импрегнированных коронок у которых размер алмазных зерен составляет менее 630 мкм (менее 250 шт\карат)такая, точка зрения требует корректировки. Тем более, что в крепких(выше IX категории) породах наиболее широко и эффективно применяются именно импрегнированные коронки.

Рассмотрим глубину внедрения алмазного зерна в породу для типичных условий бурения однослойными и импрегнированными коронками. Используем при этом основные параметры коронок 02И3 и 01А3 диаметром 59 мм.

Глубина внедрения резцаh определяется по формуле:

$$h = \frac{V}{n*m}, \quad (1)$$

где V –скорость бурения, м\час, n – частота вращения коронки, $с^{-1}$, m – среднее число алмазов по окружности коронки.

Проведем количественную и качественную оценку процесса разрушения смежных категорий (IX–X) по буримости при бурении однослойными и импрегнированными коронками. Механическая скорость бурения однослойными коронками по породам IX категории по буримости согласно [1] равна 5 м/час , а импрегнированными коронками в породах X категории по буримости-3м/час. (эти значения близки к максимальным)

За типичную частоту вращения с учетом максимальной примем в породах IX категории – 500 мин$^{-1}$, для пород X категории – 600 мин$^{-1}$.

Число алмазов m расположенных в одном слое по единой окружности определяем из выражения[1]:

$$m = \frac{k*t}{c*r}, \quad (2)$$

где *k* – количество объемных алмазов в коронке,карат; *t* –зернистость алмазов; *c* – число слоев, по которым алмазы расположены в матрице; *r* – число алмазов, расположенных по одному радиусу коронки.

Последняя величина определяется по формуле:

$$r = \frac{R_H - R_B - d_O}{d_o}, \quad (3)$$

где $R_н$ *и* $R_в$ – соответственно наружный и внутренний радиусы коронки; d_0 – диаметр объемных алмазов.

Для коронок 01А3 *K* = 3,2 карат, *t* = 75 шт/карат (средняя цифра для указываемого в характеристиках интервала 60–90 шт/карат.) *C* = 1, $R_н$ = 29,5 мм, $R_в$ = 21 мм, d_0 = 1,8 мм (при крупности 20–30 шт/кар) Отсюда: *r* = 4,5 шт., *m* = 53 и *h* = 0,0032 мм.

Для коронок 02И3 *K* = 8,8 карат, *t* = 250 (250÷400) шт/карат $R_н$, $R_в$ и d_0 те же , что и у коронок 01А3, а d_0 = 0,63мм.

Остается определить величину С. В литературе [2] указывается, что количество объемных алмазов в одном условном слое импрегнированной коронки 02И3 равно K_C = 1,3 карат, тогда число слоев равно: $c = \frac{K}{K_c} = \frac{8,8}{1,3}$=6,8.

Однако, по нашему мнению более обоснованным число условных слоев в импрегнированной коронке следует определять, исходя из того, что к одному слою принадлежат одновременно находящиеся в работе алмазы, которыепри нормальном процессе разрушения начинают выпадать, когда в матрице остается половина диаметра зерна. Тогда, исходя из указанного допущения, толщина одного слоя алмазов в импрегнированной коронке $l_c = \frac{d_o}{2}$ и тогда число условных слоев в рабочей части матрицы:

$$C = {}^{l}/_{l_c}, \quad (4)$$

где *l* – высота объемного алмазоносного слоя матрицы.

В принятом примере *l* = 4 мм и тогда при l_c = 0,55 мм, *C* = 8 слоев. Полученная цифра представляется более верной и во всяком случае дает большую величину, чем вышеприведённая (*C* = 6,8). В итоге получаем, что для коронки 02И3 *r* = 10,7; *m* = 26; *h* = 0,0032 мм (совпадение цифр случайное, нопорядок значений достоверен)

Очевидно, что когда размеры внедрения одного алмазного зерна составляют порядка 3 мкм, то говорить об объемном разрушении пород вряд ли имеет смысл.

Установленная величина внедрения опровергает также положение о том, что взаимодействующая с забоем часть алмазного зерна может быть представлена в виде шара или эллипсоида, достигающего максимальной глубины внедрения в единственной точке. Действительно, поскольку ширина зоны разрушения от действия эллипсоида соизмерима с глубиной его внедрения в породу, то промежутки между кольцевыми зонами разрушения на заботе оказываются чрезмерно большими. В частности, в работе [3] доказывается, что обычно в 6*h*, т.е. промежутки в 6 раз больше глубины внедрения.Тогдав нашем случае, приняв, что *h* = 3,2 мкм получаем в 19,2 мкм (0,0192 мм). Ширина неразрушенной зоны по радиусу коронки равна:

$$a = R_H - R_d - d_n - r * b, \quad (5)$$

При принятых значениях получаем *a* = 7,43 мм, т.е. ширина неразрушенной зоны «*a*» многократно превышает «r*b» и, следовательно, бурение практически не могло бы

осуществиться. Этот вывод не изменяется при установке алмазов в сопряженных радиальных рядах в шахматном порядке.

Принципиально иное положение возникает, если отвергнуть гипотезу о близкой к эллипсоидной форме единичного алмазного зерна и вместо этого считать, что это зерно соприкасается с забоем по поверхности, которая представляет параллельную забою плоскость, испещренную мелкими раковинками- выщерблинами, кромки которых, взаимодействуя между собой, и производят разрушение забоя. Факт наличия таких выщерблин установлен экспериментально при рассмотрении поверхности работавшего при бурении алмаза в микроскоп [3], а процесс их образования получил название фрагментарного износа. Что же касается предположения о том, что типичная рабочая поверхность алмаза чаще всего представляет собой обращенную к забою в целом и плоскую поверхность, то это доказывается условиями работы алмаза, острые выступающие над матрицей углы которого сразу после спуска коронки на забой начинают подвергаться сколам, до тех пор пока не образуется расположенные примерно «заподлицо» с поверхностью матрицы площадки. Процесс образования таких площадок, в частности, и является причиной резко ускоренного износа алмазов в период приработки коронки [2]. Площадки обычно хорошо видны в микроскоп.

Поскольку породоразрушающие кромки расположены по всей ширине площадки работающего алмазного зерна и перекрывают друг друга, а в разрушаемой породе тоже самое происходит на уровне микроструктуры, то трудно объяснимый (как это было показано выше) факт распространения зоны разрушения по всей ширине торца коронки становится очевидным.

Так как различие в высоте выступа над уровнем матрицы между кромками, внедрившимися в забой, и теми, которые не работают, определяется долями микрона, то становится ясно, что в каждый данный момент времени в работе находятся не все, а только часть режущих кромок алмазных зерен. Эта часть еще более уменьшается из-за отклонения формы забоя об идеально плоской вследствие наличия на ней небольших «ухабов» и скоплений спрессованного шлама, причем при движении резцов по окружности нагрузка скачкообразно переходит с одних режущих кромок на другие. Все это приводит к сколам, в результате которых отработанные кромки заменяются новыми, более острыми. Это явление (которое и представляет собой фрагментарный износ алмазов) обеспечивает нормальный ход процесса разрушения забоя,что особенно характерно при работе синтетических поликристаллических алмазов.

В тоже время наряду с фрагментарным имеется и другой вид износа поверхности алмазных зерен- их истирание и сглаживание кромок при контакте с породой. Этот вид износа протекает тем быстрее, чем выше частота вращения коронки, а, значит, и работа сил трения в единицу времени.

Если осевая нагрузка недостаточна, то фрагментарный износ замедляется, и тогда процесс сглаживания кромок прогрессирует. Это, в свою очередь, еще больше уменьшает вероятность сколов. Во-первых, при затуплении кромок возрастает их опорная площадь, а значит, при тех же удельных нагрузках падают соответствующие напряжения. Во-вторых, уменьшаются сами удельные напряжения, что происходит из-за стачивания кромок по высоте и выравнивания их с теми, которые ранее еще не касались забоя.Поэтому осевая нагрузка перераспределяется на большее число кромок. При отсутствии сколов и обновления режущих кромок процесс износа алмазов истиранием все более прогрессирует и за короткое время приводит к падению скорости бурения до нуля. Вследствие сглаживания и выравнивания всех режущих кромок в одной плоскости рабочие площадки алмазов приобретают характерный блеск, что позволило называть описанное явление зашлифовкой матрицы коронки.

Особенно часто это явление возникает при бурении наиболее крепких и мелкозернистых пород (роговики), так как из-за их высокой твердости процесс истирания режущих кромок алмаза идет интенсивнее.

Усилению процесса зашлифовок способствует также образующийся при бурении таких пород очень мелкий шлам, что способствует его полному удалению с забоя и, соответственно, уменьшению неравномерности движения режущих кромок по поверхности забоя.

Установка над алмазной коронкой высокочастотного гидроударника увеличивает действующие на алмазы динамические нагрузки, что приводит к повышению интенсивности фрагментарного износа и уменьшению зашлифовки алмазов.

Таким образом, главным средством борьбы с зашлифовкой алмазов является увеличение приходящихся на них осевых нагрузок.

Экспериментальными исследованиями [3] и опытом эксплуатации импрегнированных алмазных коронок отраслевой научно-исследовательской лабораторией ЭМБРС КазПТИ (в настоящее время КазНТУ) в производственных условиях доказано, что эти коронки способны выдерживать значительные осевые нагрузки (1600–2100 н/см^2 и более), обеспечивая при этом высокие контактные напряжения. Эти рекомендациине применимы, когда бурение ведется по сильно трещиноватым или абразивным крепким породам.

Повышение нагрузки на импрегнированную алмазную коронку в определенных пределах приводит к увеличению эффективности ее работы, однако максимум допустимых осевых нагрузок ограничивается как механизмом разрушения пород, так и прочностью бурильной колонны, мощностью двигателя станка и требованием ограничения интенсивности искривления скважин.

В то же время увеличение действующих на единичное алмазное зерно удельных нагрузок (а значит, и большей величины внедрения режущих кромок и интенсификация процесса их обновления) можно достичь и без увеличения суммарной осевой нагрузки на коронку в целом, а только за счет уменьшения рабочей площади ее торца.

В настоящее время алмазные коронки изготавливают многосекторными с плоским торцом и промывочными окнами. При этом площадь торцевой части секторов относится к соответствующей площади окон как 5:1. Причина такой конструкции заключается в стремлении при одной и той же площади забоя снизить удельные нагрузки на единичный алмаз, а также увеличить длину периметра, по которому матрица крепится к короночным кольцу с целью повышения прочности инструмента.

И хотя этот довод вполне заслуживает внимания, следует стремится к тому, чтобы при достаточной протяженности контакта матрицы с короночным кольцом площадь рабочего торца коронки была бы существенно уменьшена по сравнению с той, которая принята сейчас (например, коронки БИТ с трапецеидальным секторам при плоском торце).

Многочисленными исследования установлено, что одно из важнейших условий алмазного бурения – охлаждение алмазов и своевременный вынос шлама. Рассмотрим эти процессы.

В литературе при исследовании образования шлама, алмазное зерно рассматривают или какрезец или как некий индентор. При этом рассматривается нормальное усилие на резец и в некоторых работах – окружные и скалывающие усилия.

Нормальные силы,действующие на резец, заставляют последний внедряться в породу. В последней возникают затухающие трещины, порода сжимается и раздавливается. Очевидно, при таком механизме при вращении коронки она еще и перетирается собразованием шлама. Чем крепче порода, тем мельче шлам. Шлам по версии многих исследователей выносится промывочной жидкостью через специальные окна буровой коронки. В тоже время есть исследования и работы, которые показывают,что шлам выносится радиально из-под секторов коронки, где минимальный зазор между торцом и породой что является косвенным доказательством наличия мельчайших частиц разрушенной породы. Размеры разрушенных частиц в значительной мере зависят от физико-механически свойств породы, ее минералогического состава, макро- и микроструктуры. Как считают многие исследователи,разрушение породы может идти не только за счет достижения предела прочности породы на сжатие, но также и за счет разрушения связи кристаллов между собой. На наш взгляд, здесь имеет место и микроструктурное разрушение пород, однако под воздействием крутящего момента резец оказывает на породу режущее и скалывающее воздействие. Последнее суммируется с касательными напряжениями, возникающими при разложении нормальных усилий на зерно. Учитывал, что прочность пород на сдвиг на порядок

меньше, чем на сжатие, именно эти напряжения, суммируясь с напряжениями от крутящего момента приводят к разрушению породы. В результате, следует констатировать, что воздействие алмазного зерна реализует одновременно множество механизмов разрушения:микрорезание, резание, скалывание элементарных частиц, раздавливание, слияние и даже нежелательное шлифование в зависимости от геологотехнических условий. Реализация каждого из указанного механизмов разрушения во взаимодействии с породой определяет как размеры и качество шлама, так и условия его выноса из-под торца коронки. Последнее является весьма важным моментом процесса бурения алмазной коронкой, так как износ матрицы и обнажение алмазов происходит при соприкосновении ее с породой и шламом. В случае накопления шлама и роста его толщины под торцом коронки наступает момент, когда резцы перестают контактировать с породой забоя, и процесс разрушения последнего и удаления шлама прекращается. В этом случае повышенный износ матрицы приводит зачастую к повышению износа алмазов из-за их перегрева.

Выводы

Механизм разрушения – не однозначный процесс, зависящий как от конструкции алмазной буровой коронки, так и в значительной мере от физико-механических свойств разрушаемой породы.

Литература

1. Гразов М.Г. «Алмаз сберегающая, технология бурения» Разведка и охрана недр 1983, №4
2. Ресурсосберегающая технология алмазного бурения в сложных геологических условиях / Н.В. Соловьев, В.Ф. Чихоткин, Р.К. Богданов, А.П. Закора. – М.: ОАО «ВНИМОЭНГ», 1997.
3. Чихоткин В.Ф. Исследование техники и технологии бурения геологоразведочных скважин и разработка нового поколения алмазного породоразрушающего инструмента М.: ОАО «ВНИМОЭНГ», 1997.

Поступила 09.07.14

УДК 622.24

А. А. Кожевников, д-р техн. наук[1]; **А. Ю. Дреус**, канд. техн. наук[2]

[1] Государственный ВУЗ *«Национальный горный университет», г. Днепропетровск, Украина*

[2] *Днепропетровский национальный университет им. О.Гончара, Украина*

ЧИСЛЕННЫЙ АНАЛИЗ ТЕПЛОВОГО СОСТОЯНИЯ БУРОВЫХ АЛМАЗОВ

В статье представлены результаты математического моделирования температурных полей в алмазных инструментах. Осуществляется оценка времени нагрева алмазов и градиента температуры. Этот результат является основой для анализа теплового стресса в инструменте.

***Ключевые слова**: температурное поле, алмаз, тепловой стресс, инструмент.*

Введение

Износостойкость алмазных буровых коронок напрямую зависит от температурного режима на забое скважины при бурении [1]. Действие температурного фактора проявляется в виде различных деформаций буровых алмазов: зашлифований режущих граней, растрескиваний из-за температурных напряжений, снижения твердости и абразивности зерен. По данным различных

исследований [2–5], критическая температура, при которой начинается интенсивный термический износ породоразрушающих элементов (алмазов) и резко возрастает энергоемкость процесса, зависит от условий бурения и находится в пределах 500–750 °С.

Таким образом, поиск путей совершенствования алмазного бурового инструмента, разработка методик определения эффективных режимов его работы обусловливают необходимость анализа температурных полей в буровых алмазах. Результаты таких исследований, служат основой для комплекса работ по совершенствованию алмазного бурового инструмента: подбора рациональной формы алмазных зерен, изменения схемы армирования коронок алмазами, выбор оптимальных режимов отработки коронок, создания методики и технических средств для контроля износа алмазных коронок и др.

В работах [3–8] представлены результаты некоторых теоретических и экспериментальных исследований температурных режимов резцов породоразрушающего инструмента. Результаты этих работ свидетельствуют о влиянии формы и размеров алмазов на скорость их нагрева и распределение температурных напряжений. Следует отметить, что в силу технических сложностей в организации измерений температуры единичного алмаза, одним из эффективных методов исследования температурного состояния является вычислительный эксперимент на основе математического моделирования. Такой подход, в частности, использован в работах [3; 4; 7; 8], где рассмотрены отдельные задачи, связанные с определением температурного поля инструмента при разрушении горной породы. В тоже время, возможности численного анализа для исследования теплофизических процессов на сегодняшний день использованы недостаточно. В настоящей работе выполнено моделирование температурных полей в единичном алмазном резце с использованием метода конечных элементов.

Постановка задачи

При моделировании процесса нагрева единичного алмаза, расположенного в матрице коронки будем использовать общепринятую схему [9], представленную на рис 1.

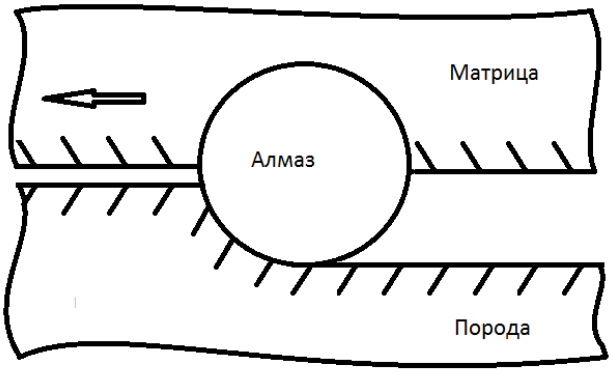


Рис.1. Схема для расчета нагрева единичного бурового алмаза

Будем рассматривать алмаз правильной сферической формы, сделаем несколько допущений, не искажающих существенно физическую постановку задачи. Теплофизические свойства алмаза, матрицы и коронки будем считать постоянными, эффектами, связанными с вращательным движением, будем пренебрегать в виду малости рассматриваемых времен, предполагается, что после скола породы, алмазное зерно некоторое время не работает, за которое успевает остыть до начальных значений температуры.

Предполагается, что начальные температуры породы и алмаза однородные. На линии контакта «алмаз-порода» генерируется теплота трения, а с противоположной стороны происходит охлаждение за счет конвективного теплообмена с окружающей средой.

Результаты исследования и их анализ

Для решения задачи был использован численный метод на основе метода конечных элементов. Рассмотрен процесс нагрева сферического алмазного зерна диаметром 1,2 мм, начальная температура алмаза, матрицы и коронки 20 °С, режимные параметры и теплофизические характеристики взяты в соответствии с [10], процесс передачи тепла осуществляется теплопроводностью.

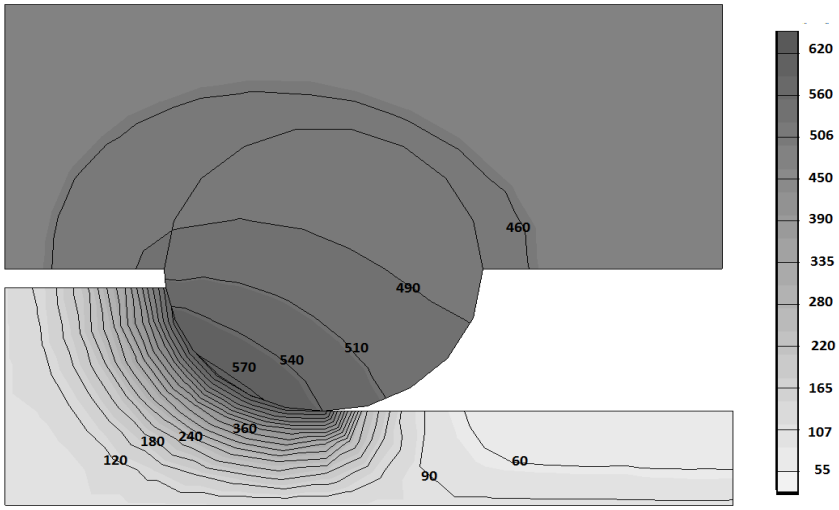


Рис2. Температурное поле бурового алмаза и породы через 0,17 с после контакта

На рис.2 представлено температурное поле в алмазе, породе и матрице коронки, которое сформировалось через 0,17 с после начала контакта алмаза с породой. За этот период контактная температура достигает критических значений. Перепад температур по зерну алмаза составляет более 10 градусов, что является причиной возникновения термических напряжений. В горной породе наиболее высокие температуры локализованы в зоне прилегающей линии контакта, тогда как в алмаз и матрица, за счет высоких коэффициентов теплопроводности, прогреваются более интенсивно. Динамика нагрева центра зерна представлена на рис. 3.

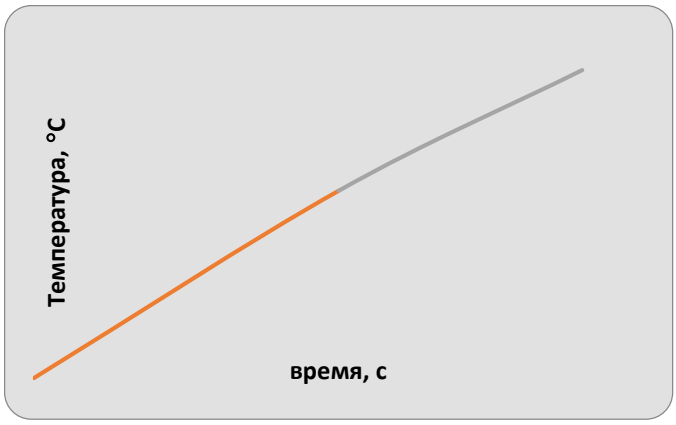


Рис3. Динамика прогрева в центре алмазного зерна

Как видно из рис.3, что при принятых начальных и граничных условиях время нагрева алмаза до критических температур составляет не более 0,17–0,18 с.

Выводы

Предложенная методика численного анализа может быть использована для исследования температурного состояния буровых алмазов различной конфигурации и горной породы для различных условий охлаждения. Результаты численного моделирования теплового состояния являются основой для исследования температурных напряжений определения условий ресурсосберегающих режимов.

У статті представлені результати математичного моделювання температурних полів в алмазних інструментах. Здійснюється оцінка часу нагріву алмазів і градієнта температури. Цей результат є основою для аналізу теплового стресу в інструменті.

***Ключові слова**: температурне поле, алмаз, тепловий стрес, інструмент.*

In article the results of the mathematical modeling of temperature fields in the diamond drug are presented. The estimation of heating time of the diamonds and temperature gradient are carried out. This result is foundation for analysis of the thermal stress in tool.

***Key words**: temperature field, diamond, thermal stress, tool.*

Литература

1. Тепловой фактор при бурении скважин / А.А. Кожевников, С.В. Гошовский, А.Ю. Дреус, И.И. Мартыненко. – К.: УкрГГРИ, 2008. – 166 с.
2. Ortega, A. Glowka D. A. Frictional heating and convective cooling of polycrystalline diamond drag tools during rock cutting // Society of petroleum Engineering Journal, – V24. – №2. – 1984. – P. 121–I28.
3. Appl, F.C., C. Carl Wilson and Induvadan Lakshman. Measurement rock cutting of forces, temperatures and wear of PDC cutters in rock cutting / F.C.Appl, C. C. Wilson, I. Lakshman // Wear, – № 169, – 1993.–P. 9–24.
4. Горшков Л.К., В.Г. Гореликов Температурные режимы алмазного бурения. – М.: Недра, – 1992. – 173 с.
5. Синтетические алмазы в геологоразведочном бурении / А. А. Бугаев, В. Н. Лившиц, В. В. Иванов и др. – К.: Наук. думка, – 1978. – 232 с.
6. Горшков, Л.К. Температурные напряжения в буровых алмазах // Изв. Вузов. Горный журнал, 1984. – № 11. – С. 49–53.
7. 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 В.А. и др. // Сб. науч. трудов ИСМ НАН Украины «Породоразрушающий и металообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения». – Вип.7. – 2004. – С. 25–29.
8. Demeng, C. P. Issues in Polycrystalline Diamond Compact Cutter–Rock Interaction From a Metal Machining Point of View / C.P. Demeng, H. P. Guo, K. Ehmann [Текст] — Part I: Temperature, Stresses, and Forces // Journal of Manufacturing Science and Engineering – 2012, –Vol. 134. – P. 1–10.
9. Мендебаев Т.Н., Смашов Н.Ж., Конарбаев М.А. Теоретические исследования теплового поля матрицы алмазной буровой коронки // Вестник Национальной инженерной академии республики Казахстан. – № 1(31). – 2009. – С. 53–59.
10. Моделирование нагрева алмазной коронки при бурении скважины. А.А Кожевников, А.Ю.Дреус, И.И. Мартыненко, Ю.А. Бакаржиев // Наукові праці Донецького національного технічного університету. Серія: гірничо-геологічна. – Вип.105. – 2006. – С. 46–51.

УДК 622.24.05: 621.921.34-419

М. В. Супрун; **А. П. Закора**, **Р. К. Богданов**, кандидаты технических наук

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

ВЛИЯНИЕ СХЕМЫ РАССТАНОВКИ ВСТАВОК ГИБРИДАЙТА В ИМПРЕГНИРОВАННЫХ КОРОНКАХ НА ЭФФЕКТИВНОСТЬ БУРЕНИЯ ТВЕРДЫХ ГОРНЫХ ПОРОД

Приведены результаты исследования влияния схемы оснащения рабочего торца вставками гибридайта на эффективность бурения твердых горных пород импрегнированными коронками. Установлено, что оснащение калибрующей части импрегнированной коронки вставками гибридайта способствует устранению ее аномального износа, а также приводит к повышению эффективности и механической скорости бурения крепких горных пород.

Ключевые слова: *вставки гибридайта, CVD-алмаз, импрегнированные коронки, износостойкость, механическая скорость бурения.*

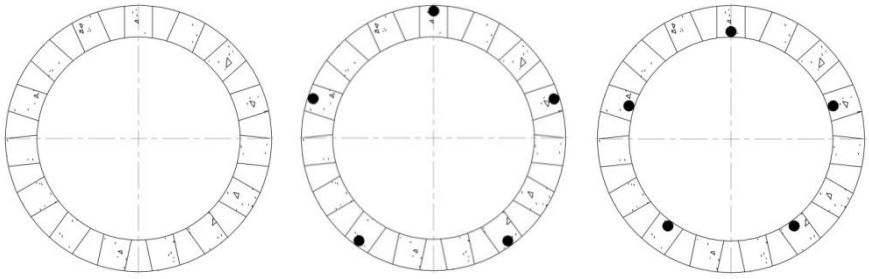
Импрегнированная коронка – один из основных видов породоразрушающего инструмента для бурения скважин в твердых породах (VIII–XII категории буримости), оснащенных природными или синтетическими алмазами.

Результаты анализа исследований [1; 2] показали, что при бурении только 18–23% одинарных колонковых снарядов изнашиваются равномерно, а 50–60% снимают с работы из-за образования канавки по торцу матрицы. Как показывает практика, от такого износа буровую коронку защищают с помощью породоразрушающих элементов повышенной износостойкости [3]. В настоящее время таким перспективным элементом является вставка гибридайта. Гибридайт состоит из CVD–алмаза, поверхность которого в условиях высокого давления и высокой температуры, частично или полностью, окружена оболочкой из алмазного композиционного термостойкого материала (АКТМ) со связью между зернами алмаз – алмаз. При этом площадь оболочки, охватывающей CVD–алмаз, составляет 40 % и более площади его поверхности [4].

Цель настоящей работы – исследовать влияние схемы оснащения рабочего торца вставками гибридайта на эффективность бурения пород импрегнированными коронками.

Для исследования изготовили опытные импрегнированные коронки типа БС-06 диаметром 76 мм с различными вариантами оснащения рабочего торца алмазосодержащей матрицы, имеющей плоскую форму рабочего торца, породоразрушающими вставками гибридайта (рис. 1.). Наружная и внутренняя поверхности матрицы коронки оснащены элементами твесала, обеспечивающими калибровку поверхности скважины.

Бурение опытными коронками всех трех вариантов осуществляли на специальной установке, представляющей собой модернизированный радиально-сверлильный станок модели 2Н58 с мощностью двигателя основного привода 13 кВт, дополнительно оснащенный гидравлической системой подачи и системой промывки скважины.



а *б* *в*

Рис. 1. Схемы расстановки вставок гибридайта на рабочем торце импрегнированных коронок: а – без вставок (коронка 1); б – по внешнему радиусу (коронка 2); в – по внутреннему радиусу (коронка 3)

В качестве горной породы для испытания инструмента выбрали коростышевский гранит X категории буримости, со стабильными свойствами, высокой твердостью и малой абразивностью.

Основные физико-механические свойства приведенного гранита: твердость по штампу $Р_ш$ = 237 даН/мм^2; абразивность – 43; объединенный показатель буримости $\rho_г$ = 34,2–51,2.

Бурение осуществляли в блоке гранита на глубину до 0,5 м за единичный проход (рейс).

Для каждого экспериментального образца общая проходка состояла из четырех рейсов, и в общей сложности составила 2 м, что обеспечило достоверные данные о величине весового износа матрицы коронки в целом.

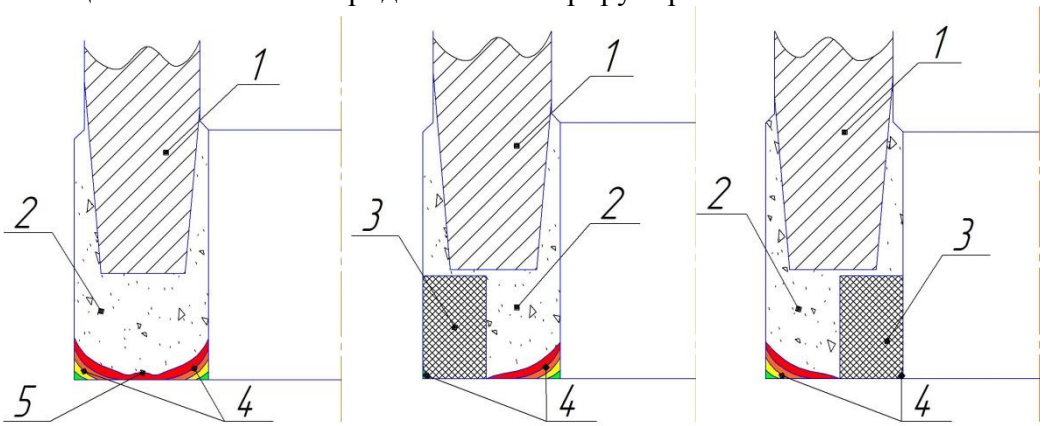
Абсолютное значение весового износа определяли по разности показаний массы коронки с точностью до 0,01 г до и после единичного опыта.

Интенсивность изнашивания ω (г/м) определяли как отношение весового износа Δm (г) к проходке на инструмент L (м):

$$\omega = \frac{\Delta m}{L}$$

Параметры режима бурения следующие: скорость вращения – 630 мин$^{-1}$; осевая нагрузка – 1500 даН.

Характер изнашивания профиля рабочего торца алмазосодержащей матрицы буровых коронок фиксировали после каждого рейса с помощью фотосъемки на миллиметровой бумаге. Износ матрицы коронок при различных схемах оснащения рабочего торца буровой коронки, породоразрушающими вставками гибридайта иллюстрирует рис. 2.



а *б* *в*

Рис 2. Характер износа алмазосодержащих матриц при различных схемах оснащения рабочих торцов буровых коронок, породоразрушающими вставками гибридайта: а –1; б –2; в –3; 1 – корпус коронки; 2 – алмазосодержащая матрица; 3 –вставка гибридайт; 4 – область износа алмазосодержащей матрицы; 5 – кольцевая канавка

На рис. 2 видно, что при указанных параметрах режима бурения, алмазосодержащие матрицы коронок с различными схемами оснащения рабочего торца вставками из гибридайта изнашиваются по-разному.

Так, алмазосодержащая матрица буровой коронки 1, имела опережающий износ по наружному и внутреннему диаметрам (рис. 2 *а*). При этом по центру торца коронки образовалась кольцевая канавка. Как показывают результаты ранее выполненного исследования [5], канавка на поверхности матрицы образуется, вследствие скопления под торцом крупных частиц шлама, которые сразу не выносятся промывочной жидкостью и сосредоточиваются в средней его части. При последующем перемещении между рабочим торцом матрицы коронки и забоем скважины они повторно участвуют в абразивном износе матрицы до их полного измельчения и выноса из-под торца промывочной жидкостью. Наличие канавок на поверхности матрицы приводит к «зависанию» инструмента на породе и, как следствие, повышению износа алмазосодержащей матрицы и снижению механической скорости бурения.

Коронки 2 и 3 с расположенными вставками по схемам *б* и *в* на рис. 1 также подвержены неравномерному износу профиля рабочего торца буровой коронки. Так, износ коронки 2 значительнее по внутреннему диаметру рабочего торца (рис. 2 *б*), и соответственно коронки 3 – по внешнему диаметру (рис. 2 *в*).

По нашему мнению причина такого износа, в неравномерном распределении нагрузки на рабочем торце. Это связано с тем, что твердость композита матрицы значительно ниже твердости породоразрушающих вставок гибридайта [6, 7], соответственно износ матрицы постоянно опережает износ породоразрушающих вставок.

В целях снижения вероятности образования такого износа износостойкость матрицы решили повысить путем расстановки породоразрушающих вставок гибридайта в рабочем торце алмазосодержащей матрицы коронки с оптимальным перекрытием по наружному и внутреннему диаметрам (рис. 3).

Результаты испытания этой коронки показали, что в таком случае опережающего износа профиля рабочего торца по наружному и внутреннему диаметрам не наблюдается (рис. 4).

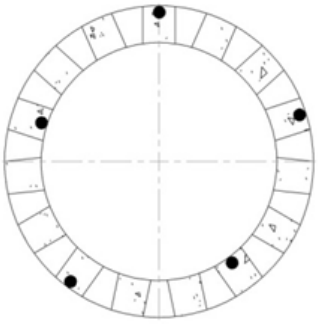


Рис. 3. Схема расстановки вставок гибридайта на рабочем торце импрегнированной коронки с перекрытием (коронка 4)

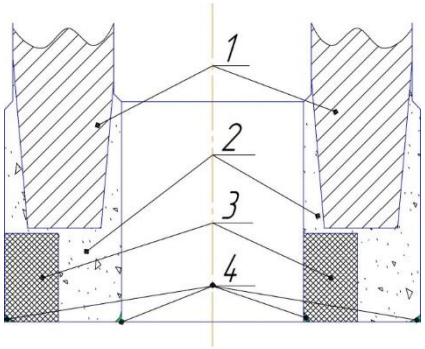


Рис. 4. Характер износа алмазосодержащей матрицы коронки 4: 1 – корпус коронки; 2 – алмазосодержащая матрица; 3 – вставка гибридайта; 4 – область износа алмазосодержащей матрицы

Результаты испытания приведены в табл. 1.

Из полученных данных следует, что наибольшая интенсивность изнашивания – 0,92 г/м – буровой коронки 1 . Несмотря на повышенную интенсивность изнашивания, механическая скорость бурения этой коронкой наиболее оптимальная, среди испытуемых коронок, коронки 4.

Результаты испытания коронок 2 и 3, показали, что первоначально скорость бурения этими коронками составляла 2,6 м/ч, однако после проходки одного метра скважины резко снизилась и составляла 0,9 м/ч.

Таблица 1. **Результаты испытаний опытных коронок**

Номер коронки	Проходка L, м	Время бурения t, ч		Весовой износ Δm, г	Расчетные показатели		
					Механическая скорость бурения V, м/ч		Интенсивность весового изнашивания ω, г/м
		за рейс	общее		за рейс	средняя	
1	2	0,185	0,211	1,83	2,70	2,39	0,92
		0,199			2,51		
		0,224			2,23		
		0,238			2,10		
2	2	0,191	0,378	1,42	2,61	2,09	0,71
		0,273			1,83		
		0,502			0,99		
		0,543			0,92		
3	2	0,189	0,339	1,39	2,64	1,77	0,70
		0,213			2,34		
		0,446			1,12		
		0,510			0,98		
4	2	0,181	0,185	1,22	2,75	2,70	0,61
		0,185			2,70		
		0,186			2,68		
		0,187			2,66		

При этом интенсивность изнашивания матрицы этих коронок была сравнительно одинаковой (2 – 0,71 г/м, 3 – 0,70 г/м).

Такое снижение механической скорости этих коронок обусловлено тем, что осевая нагрузка распределялась по рабочему торцу неравномерно и поэтому приходящаяся на вставку удельная нагрузка (одновременно в одной линии резания у коронок 2 и 3 в работе находились пять вставок), была недостаточной для эффективного разрушения массива горной породы, так как породоразрушающие вставки гибридайта не «вскрывались», т. е. недостаточно обнажались алмазы АКТМ и не затачивался CVD-алмаз, вследствие чего вставки гибридайта работали в режиме частичного заполирования, что способствует резкому снижению механической скорости бурения.

Зафиксировали наименьшее изнашивание у коронки 4 (0,61 г/м), в которой вставки гибридайта на рабочем торце располагались с оптимальным перекрытием. При этом механическая скорость бурения коронкой 4 превышала механическую скорость других коронок и составила 2,69 м/ч.

Это обусловлено тем, что осевая нагрузка равномерно распределялась по рабочему торцу, и была достаточной для разрушения горной породы, благодаря чему в процессе бурения наблюдался эффект «самозатачивания» вставок гибридайта, т. е. появлялась конусность на их рабочем торце при вершине армирующей вставки из CVD-алмаза. Вследствие этого при бурении такой коронкой очевиден характер разрушения породы, присущий резанию, а именно с отделением от массива более крупных частиц шлама.

Это подтвердили результаты измерения шероховатости поверхности забоя горной породы (табл. 2), которые осуществляли по установленной ранее методике [8].

Таблица 2. **Результаты измерения шероховатости микропрофиля поверхности забоя**

Номер коронки	Схема расстановки вставок гибридайта на рабочем торце буровых коронок	Шероховатость, мкм (ГОСТ 2789-82)			
		R_a	R_z	R_{max}	S_m
1	Без вставок	1,14	4,72	7,57	389,18
2	По внешнему диаметру	0,44	2,25	2,59	155,74
3	По внутреннему диаметру	0,49	2,44	3,02	168,97
4	С перекрытием	1,69	6,74	8,72	705,44

Анализируя полученные данные, следует отметить, что использование схемы расстановки вставок гибридайта с перекрытием в матрице буровой коронки 4, способствует повышению шероховатости микропрофиля поверхности забоя.

При бурении коронкой 1 также сохраняется тенденция к повышению шероховатости микропрофиля поверхности забоя по сравнению с полученными результатами при бурении коронками 2 и 3. Однако такое повышение существенно меньше, чем при использовании коронки 4.

Таким образом, наименее пригодны для бурения коронки 2 и 3 из-за неравномерного распределения удельной нагрузки между вставками гибридайта, что привело к их заполировке и соответственно снижению шероховатости микропрофиля поверхности забоя.

Выводы

Оснащение породоразрушающего слоя матрицы буровой импрегнированной коронки вставками гибридайта по наружному и внутреннему диаметрам способствует устранению аномального износа матрицы и повышению механической скорости бурения.

Повышение шероховатости забоя скважины при бурении породы импрегнированными коронками, дополнительно оснащенными вставками гибридайта по наружному и внутреннему диаметрам свидетельствует о более эффективном разрушении породы.

Наведено результати дослідження впливу схеми оснащення робочого торця вставками гібридайту на ефективність буріння твердих гірських порід імпрегнованими коронками. Встановлено, що оснащення калібруючої частини імпрегнованої коронки вставками гібридайту сприяє усуненню її аномального зносу, а також підвищенню ефективності та механічної швидкості буріння міцних гірських порід.

Ключові слова: *вставки гібридайту, CVD-алмаз, імпрегновані коронки, зносостійкість, механічна швидкість буріння.*

The design of the impregnated bit working face equipped with hybridayt inserts and its influence on the drilling efficiency is investigated. The results presented show that using hybridayt elements in calibration part of an impregnated bit helps to prevent an abnormal wear pattern and results in the increase of hard rock drilling speed.

Key words: *hybridayt inserts, CVD-diamond substructure, impregnated bit, drilling speed.*

Литература

1. Технический уровень и тенденции развития алмазного породоразрушающего инструмента для колонкового геологоразведочного бурения // Е.И. Быченков и др. – М., 1987. – 37 с.
2. Особенности износа алмазов в коронках при бурении скважин./Е. И. Быченков// Методика и техника разведки. сб. – Л.: ОНТИ ВИТР, 1976. – № 102. – С. 32–37.
3. Сверхтвердые материалы в геологоразведочном бурении: монография./ П. В. Зыбинский, Р. К. Богданов, А. П. Закора, А. М. Исонкин. – Донецк: Норд-Пресс, 2007. – 244 с.
4. Новый ультратвердый поликристаллический композиционный материал / А.А. Шульженко, Е.Е. Ашкинази, А.Н. Соколов и др. // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2009. – Вып. 12. – С. 143–153.
5. , Марамзин А.В., Блинов Г.А. Алмазное бурение на твердые полезные ископаемые. – Л.: Недра.–1977.– 248 с.
6. Гибридный алмазный композиционный поликристаллический материал и его свойства / А.А. Шульженко, Е.Е. Ашкинази, Р.К. Богданов и др. // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: сб. науч. тр. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2010. – Вып. 13. – С. 214–223.
7. Синтетические алмазы в геологоразведочном бурении / А.А. Бугаев, В.Н. Лившиц, В.В. Иванов и др. – К.: Наук. думка. – 1978. – 232 с.
8. Оценка эффективности разрушения твердых горных пород буровыми коронками, оснащенными синтетическими алмазами и вставками гибридайта / М.В. Супрун, А.П. Закора, Р.К. Богданов и др. // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: сб. науч. тр. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2013. – Вып. 16. – С. 39–43.

Поступила 26.06.2014

УДК 622.24.051.01.5

Ю. Е. Будюков, д-р техн. наук, **В. И. Спирин,** д-р техн. наук[1], **В. В. Кубасов**[2]

[1]ОАО «Тульское научно-исследовательское геологическое предприятие», Россия
[2] Российский государственный геологоразведочный университет имени Серго Орджиникидзе, г. Москва

ОСОБЕННОСТИ ТЕХНОЛОГИИ БУРЕНИЯ ГЛУБОКИХ РАЗВЕДОЧНЫХ СКВАЖИН В НОРИЛЬСКОМ РУДНОМ РАЙОНЕ

Описаны особенности технологии бурения глубоких скважин в Норильской ГРЭ. Приведены технико-экономические данные результатов применения новых алмазных коронок для бурения КССК-76.

***Ключевые слова**: бурение, глубокая скважина, снаряд КССК-76, алмазная коронка, конструкция скважин.*

Цель геологоразведочных работ в Норильском рудном районе обеспечить минерально-сырьевую базу Норильского горно-металлургического комбината. Разведочные скважины бурят для поиска богатых медно-никелевых руд на глубоких горизонтах с учётом данных сейсморазведки, которые свидетельствуют, что медно-никелевые руды могут залегать на глубине более 3000 м.

Особенность технологии бурения (которая разрабатывалась ООО «Норильскгеология» с участием ОАО «Тульское НИГП», СКБ «Геотехника» и РГГУ) скважин в Норильском районе состоит в том, что его осуществляют комбинированным способом: для эффузивной толщи базальтов используют бескерновый способ бурения шарошечными долотами, для осадочных пород тунгусской серии и девона – алмазное бурение с применением съёмных керноприёмников КССК-76 с комплектом алмазного породоразрушающего инструмента конструкции ОАО «Тульское НИГП».

Глубокие скважины бурили в два этапа: до 2000 м – с помощью станка ЗИФ–1200 МР, до проектной глубины – с помощью агрегата СКБ-8, смонтированного в блочном исполнении.

На основе анализа бурения первых глубоких скважин в Норильском районе определен алгоритм разработки проекта конструкции скважины из двух последовательных этапов: составление предварительного проекта конструкции скважины и его уточнение. На первом этапе предусматривается изучение объективных факторов, определяющих конструкцию скважины, а именно целевых факторов, определяющих глубину бурения и конечный диаметр бурения, и геологических, определяющих количество обсадных колонн и глубину их постановки.

Результаты анализ фактических конструкций скважин, пробуренных в Норильском районе, показали (табл. 1), что они сравнительно просты и не металлоёмки. Значительная часть ствола скважины остаётся открытой в течение всего процесса проводки скважины.

Как указывалось, верхнюю часть разреза (базальтовую толщу мощностью 2000 м и более) бурили бескерновым способом шарошечными долотами ДДА-76 с бурильными трубами комплекса КССК-76 и очисткой забоя газожидкостными смесями.

Использование бурильных труб КССК-76 позволяет не только сократить потери времени на замену снаряда, но и осуществить бурение шарошечными долотами на оптимальном режиме с минимальными геологическими осложнениями.

В ООО «Норильскгеология» испытали новый алмазный породоразрушающий инструмент конструкции ОАО «Тульское НИГП» и РГГРУ: алмазные коронки с торцевыми каналами оптимального диаметра (К-30-0; 17А4-0, К-16-0), заявка на изобретение № 2011 1048 75, алмазные коронки с защитными элементами породоразрушающей части для

предотвращения износа коронки заявка на полезную модель № 2010 1490 17. Также применялись алмазные разбурники Р-2 (патент на полезную модель № 10767).

Из-за обрушения стенок скважин, зашламливания и других причин дальнейшее бурение пород осадочной толщи, осложненной аргиллитами, песчаниками, доломитами, мергелями и ангидритами общей мощностью 600–900 м, производится с полным отбором керна с применением съёмных керноприёмников. В качестве промывочной жидкости используют многосолевые гидрогельмагниевые растворы.

В производственных условиях был прослежен характер изменения механической скорости от времени бурения коронками 17А4-0-76 песчаников двух разновидностей по абразивности со значениями коэффициента 1,15 и 1,48, определёнными согласно ОСТ 41-83-74. После обработки данных наблюдений методами математической статистики определили формулу для вычисления изменения механической скорости во времени:

$$V_{\text{Т}} = V_0 \cdot e^{-\sqrt{Lt}}, \tag{1}$$

где V_0 – начальная механическая скорость; $V_{\text{Т}}$ – текущая механическая скорость в момент времени t; L – опытный коэффициент.

С учётом зависимости (1) определили формулу для вычисления средней механической скорости, которую использовано для взаимосвязи углубления за один оборот коронки с параметрами режима бурения и шириной рабочего торца:

$$h_{\text{об.}} = V_{\text{М}} / n, \tag{2}$$

где $h_{\text{об.}}$ – углубка за один оборот коронки; $V_{\text{М}}$ – механическая скорость бурения; n – частота вращения коронки.

Для определения оптимального момента снятия алмазной коронки при бурении КССК принят экономический критерий – величина углубления на коронку, при которой стоимость 1 м бурения ниже аналогичного показателя по базе сравнения. С учётом этого определили формулу для вычисления конечной механической скорости бурения V и углубления на коронку S, соответствующих моменту прекращения рейса по предложенному критерию:

$$S = \frac{C(A-B)+t\cdot m}{t\left(Q-\dfrac{K\cdot C}{t\cdot V}-\dfrac{C\cdot B}{t\cdot p}\right)}, \tag{3}$$

$$A = a\frac{H}{2}+d, \qquad B = в\frac{H}{2}+e$$

$$V = \frac{S\cdot K\cdot C}{t(SQ-m)-C(A-B)-\dfrac{S\cdot C\cdot B}{p}}, \tag{4}$$

где C – стоимость одной станко-смены за исключением стоимости истирающих; K – коэффициент дополнительного времени, K = 1,06; t – продолжительность одной станко-смены, ч; Q – стоимость 1 м бурения по базе сравнения; V – средняя механическая скорость бурения, м/ч; $a, d, в, c$ – опытные коэффициенты, равные соответственно a = 3,4·10^{-3} ч/м; d = 0,72 ч; $в$ = 1,5·10^{-3} ч/м; e = 0,37 ч; H – глубина скважины, м; P – проходка за цикл, м; m = стоимость коронки.

При внедрении нового алмазного инструмента на ряде объектов ООО «Норильскгеология» производили оптимизацию режимов бурения. Рациональные значения параметров режимов бурения приведены в табл. 2.

Таблица 1. **Конструкция глубоких скважин**

Номер скважины	Конечная глубина, м	Конструкция скважины					Интервал осложнений, м			Интервалы цементирования, м
		Кондуктор		Диаметр бурения, мм	Диаметр расширения, мм	Интервал крепления обсадными трубами, м	Породы, склонные к жело-образованию	Солеб-рек-чии и солее-вые пласты	Аргил-литы разве-дочинской свиты	
		Длина, м	Диаметр, м							
СГ-1	3009	20,0	127	76	93	1990,0–2181,4	–	2146,0–2162,0	–	–
СГ-2	2631	18,7	127	76	93	2205,0–2279,0	1350–1470 1754–1765	2253,7–2280,9	–	1390–1470 1750–1850 2259–2287
СГ-3	2681	13,2	127	76	93	1984,1–2040,5	1360–1400	2015,5–2039,3	–	1993–2052
СГ-4	2243	29,8	127	76	93–112	1450,0–1770,0	1733–1765	–	2079–2153	1451–1771
СГ-5	2262	13,5	127	76	–	–	2379,9–2384,0	2379,9–2384,0	–	–
СГ-6	2605	37,9	108	76	–	–	–	–	–	–
СГ-7	2767	–	–	76	–	–	–	–	–	–
СГ-9	3047	31,2	108	76	–	–	–	2841,9–2853,0	–	–
СГ-25	2580	–	–	76	93	2197,0–2320,0	–	–	2165–2350	–
ЛБТ-3	2701	24,0	146	76	93	–	1984–210	–	2250–2433	–

Таблица 2. **Рекомендуемые типы коронок и параметры режима бурения КССК-76 в ООО «Норильскгеология»**

Категория пород по бури-мости	Группа пород по трещино-ватости	Тип породо-разру-шающего инстру-мента	Параметры режима бурения		
			осевая нагрузка, даН	частота вращения, $мин^{-1}$	объем промывочной жидкости, л/мин
VI–VIII	I–II	17А4 (17А4–0)	1250–1400	400–500	40–60
	III–IV	17А4 (17А4–0)	800–1200	200–350	50–70
VIII–IX	I–II	К–16 (К–16–0)	1500–1800	450–500	40–60
	III–IV	К–16 (К–16–0)	900–1100	200–300	50–70
V–VII	I–II	К–30 (К–30–0)	800–900	450–500	40–60
	III–IV	К–30 (К–30–0)	600–800	200–300	50–80

Примечание. Для калибровки скважин со всеми типами коронок применяются алмазные расширители РЦК; алмазные коронки выполняются с защитными элементами.

Результаты испытаний в ООО «Норильскгеология» экспериментальных образцов новых коронок К-30-0, 17А4-0, К-16-0 в сравнении с данными отработки стандартных коронок приведены в табл. 3.

Таблица 3. **Результаты сравнительных испытаний алмазных коронок**

Тип коронок	Количество отработанных коронок, шт.	Про-ходка на коронку	Средне-взвешан-ная катего-рия пород	Выход керна	Средняя механическая скорость, м/ч	Расход алмазов, карат/м
К-30-0	5	120,5	6,5	98	1,92	0,10
К-30	10	85,7	6,5	89	1,53	0,14
17А4-0	5	73,5	7,3	95	1,74	0,24
17А4	8	56,6	7,3	80	1,58	0,32
К-16-0	5	54,2	8,2	92	1,51	0,37
К-16	8	40,3	8,2	81	1,15	0,49

Из анализа данных табл. 3 следует, что бурение новыми коронками К-30-0, 17А4-0, К-16-0 по сравнению с бурением стандартными эффективнее по всем показателям.

Важное значение имеет вопрос о сохранности керна при бурении новыми алмазными коронками, в которых благодаря разделению потока промывочной жидкости снижается его разрушающее воздействие на керн. Применение новых коронок обеспечивает эффективное разрушение горной породы и её удаление с забоя при минимальном износе рабочей части коронки, максимальной скорости бурения и высокой сохранности керна.

Описано особливості технології буріння глибоких свердловин в Норильскій ДРЕ. Наведено техніко-економічні дані результатів застосування нових алмазних коронок для буріння КССК-76.

***Ключові слова**: буріння, глибока свердловина, снаряд КССК-76, алмазна коронка, конструкція свердловин.*

Describes deep drilling technologies in Norilskoj GRE Provides technical and economic results given the t impact of new diamond crowns bits for drilling KCCK-76.

***Key words**: drilling, deep well, the projectile KCCK-76, diamond crown, construction of wells.*

Литература

Анализ опыта бурения глубоких разведочных скважин КССК-76 в Норильском районе. Приоритетные направления развития науки и технологий / Е.В. Бучковский, Ю.Е. Будюков, В.И. Власюк, О.В. Рудой // докл. IX Всерос. науч.-техн. конф.; под общ. ред. Э.М. Соколова. – Тула: Инновационные технологии, 2011. – 228 с.

Поступила 06.06.14

УДК 622.276.4:276.66:279.4

Б. Н. Васюк, канд. техн. наук

Общество изобретателей и рационализаторов Украины, г. Днепропетровск

НОВЫЙ СПОСОБ ЛОКАЛЬНОГО НАПРАВЛЕННОГО ГИДРОРАЗРЫВА ПЛАСТА

Показана эффективность применения гидроразрыва продуктивного пласта при добыче нефти и газа; представлен новый способ локального направленного гидроразрыва пласта, обеспечивающий повышенную эффективность и экологическую безопасность добычных работ.

***Ключевые слова:** добыча нефти и газа; направленный гидроразрыв пласта.*

Традиционные месторождения нефти, газа и газового конденсата приурочены к структурным ловушкам, которые включают пласт-коллектор и покрышку из непроницаемых пород. Продуктивные пласты представлены пористыми, трещиноватыми и кавернозными породами: песчаниками, алевролитами, известняками и др. Разработка этих месторождений производится за счёт пересечения продуктивных пластов вертикальными или наклонными скважинами, которые могут включать один или несколько горизонтальных стволов. В начальные периоды разработки месторождений с высоким пластовым давлением интенсивное поступление углеводородов в скважины и наземные трубопроводы без применения специальных методов. По мере эксплуатации месторождений, что может продолжаться 20 и более лет, пластовое и устьевое давление, а соответственно и дебит скважин снижаются. В таком случае для интенсификации добычи углеводородов применяют специальные методы: гидроразрыв пласта с заполнением созданных трещин расклинивающим материалом (крупнозернистым песком), дополнительную прострелочную перфорацию скважин и др. Такие же технологии применяют, для месторождений с ухудшенной структурой коллекторов, характеризующихся наличием застойных зон.

Актуальные месторождения сланцевого газа не относятся к традиционным, характеризуются повышенным содержанием глинистой фракции в породах продуктивного пласта с пониженной пористостью и проницаемостью. Эффективная разработка этих месторождений стала именно при использовании технологии гидроразрыва пласта.

Гидроразрыв пласта – сложный технологический процесс, связанный с применением аппаратуры для перфорации обсадных труб в скважине, в том числе прострелочно-взрывной, закачиванием в скважину и продуктивный пласт десятков тонн жидкостей разрыва и суспензии с расклинивающим материалом: крупнозернистым песком, проппантом под давлением до 80 МПа и более. Для нагнетания жидкостей и суспензии применяют насосные агрегаты, пакеры, глубинные манометры высокого давления, для приготовления жидкостей и суспензии − эмульгирующие, пескосмесительные установки. Для работы используют также вспомогательные транспортные средства, агрегаты и оборудование.

Разработаны принципиально отличающиеся от традиционных способы гидроразрыва пласта. Довольно распространенный способ [1] предусматривает спуск в скважину колонны насосно-компрессорных труб с пакером и его установку, последовательное закачивание в колонну жидкости разрыва, суспензии жидкости-носителя с расклинивающим материалом и продавочной жидкости с темпом, обеспечивающим давление на забое скважины выше давления разрыва пласта, технологическую выдержку и ввод скважины в эксплуатацию. Использование этого способа приводит к образованию трещин, преимущественно вертикального направления, которые могут пересекать водоносные горизонты, создавая возможность их загрязнения техническими флюидами гидроразрыва и углеводородами из продуктивных пластов. Более эффективен направленный гидравлический разрыв пласта, с образованием трещин внутри продуктивного коллектора, не нарушающих целостности покрывающих его пород.

Способ гидроразрыва пласта с образованием горизонтальных трещин по телу продуктивного пласта [2] включает спуск в скважину на заданную глубину гидропескоструйного перфоратора с вращателем, прорезание щелей в горизонтальной плоскости продуктивного пласта, подъём перфоратора с вращателем, спуск в скважину насосно-компрессорных труб с пакером и его установку, последовательное закачивание в колонну жидкости разрыва, суспензии жидкости-носителя с закрепляющим материалом и продавочной жидкости с темпом, обеспечивающим давление на забое скважины выше давления разрыва пласта, технологическую выдержку и ввод скважины в эксплуатацию. При этом жидкость разрыва закачивают в объёме, обеспечивающем создание трещины разрыва длиной, равной радиусу прискважинной зоны пласта пониженной проницаемости, а суспензию жидкости-носителя с расклинивающим материалом – в объёме созданной трещины. Прорезание щелей в горизонтальной плоскости пласта, ограничение длины трещин и объёма расклинивающего материала снижают возможность нежелательных явлений при гидроразрыве, однако при этом снижается эффективность способа в целом.

Предложен более совершенный способ направленного гидроразрыва пласта [3], который характеризуется тем, что закачивание жидкости в пласт через кольцевую щель в обсадной трубе, имеющей в поперечном сечении форму конуса, вследствие чего обеспечивается гидромониторный эффект. В данном случае жидкость попадает в пласт в виде тонкой струи и вымывает в горной породе кольцевую проточку в форме конуса и трещины раскрываются в плоскости, перпендикулярной к оси скважины с пониженным давлением, что снижает вероятность образования вертикальных трещин и загрязнения водоносных горизонтов. Учитывая малую глубину прорезаемых трещин эффективность способа низкая.

Наиболее близким к предложенному способу гидроразрыва пласта по совокупности признаков является способ образования направленной вертикальной или горизонтальной трещины в продуктивном пласте [4], предусматривающий забуривание из вертикальной скважины двух горизонтальных стволов, их перфорацию, последующее закачивание под давлением жидкостей разрыва и песконосителя. Горизонтальные стволы располагаются параллельно в одной вертикальной или горизонтальной плоскости. Перфорацию горизонтальных стволов производят в направлении друг к другу в плоскости, проходящей через оба ствола, после чего жидкость гидроразрыва закачивают в оба горизонтальных ствола. В данном случае в обоих горизонтальных стволах вследствие нагнетания жидкости создаётся

высокое давление. Предполагается, что в этом случае трещины будут развиваться от каждого из стволов в плоскости их перфорации навстречу друг другу до смыкания. В действительности трещины не обязательно будут развиваться в плоскости перфорации стволов, направление их развития определится соотношением составляющих горного давления – вертикальной и боковой, закономерностями изменения напряжения сжатия горного массива, геологическим строением, тектоникой месторождения, физико-механическими свойствами горных пород, а также другими факторами. Рассмотренный способ образования трещин при гидроразрыве пласта не исключает возможности нарушения целостности пород, покрывающих продуктивный пласт, и попадания жидкостей гидроразрыва и углеводородного сырья в вышележащие толщи.

Техническим результатом предложенной разработки являются повышение эффективности способа направленного гидроразрыва пласта и обеспечение образования трещин разрыва на заданном участке продуктивного пласта в заданном направлении. Необходимый технический результат достигается тем, что способ направленного гидроразрыва пласта предусматривает бурение по продуктивному пласту двух горизонтальных стволов, располагаемых в одной плоскости, перфорацию в этой плоскости стволов в направлении друг к другу, закачивание в пласт под давлением жидкостей разрыва и песконосителя, причем забуривание каждого из горизонтальных стволов осуществляется из отдельной вертикальной (наклонной) скважины, а закачивание под давлением жидкостей разрыва и песконосителя производится через одну из вертикальных (наклонных) скважин в горизонтальный ствол, а другая скважина с горизонтальным стволом используется для создания депрессии в продуктивном пласте.

Способ иллюстрируется чертежом (см. рис), на котором представлена схема вскрытия продуктивного пласта. На земной поверхности 1 установлены буровые агрегаты 7 и 8. В глубине горного массива находится продуктивный пласт сланцевого газа 3, разработка которого неразрывно связана с технологией гидроразрыва. Агрегатами пробурены вертикальные скважины 2 и 6 до кровли продуктивного пласта (точки А и *В*). Из этих скважин отбурены горизонтальные стволы 4 и 5, направленные по стволу параллельно друг другу. Скважины, включая горизонтальные стволы, закреплены обсадными трубами. Векторами $\boldsymbol{F_1}$ и $\boldsymbol{F_2}$ показано направление образования трещин при гидроразрыве пласта.

Для осуществления локального гидроразрыва пласта вертикальную скважину 6 и горизонтальный ствол 5 заполняют промывочной жидкостью с нормальной плотностью $\rho_Н$ = 1,26 г/см^3, скважина 2 со стволом 4 – промывочной жидкостью пониженной плотности $\rho_П$ = 1 г/см^3, что достигается её аэрацией или добавлением пенообразователей (сульфонола, лигносульфоната и др.). Применение указанных промывочных жидкостей определяет различные значения гидростатического давления в горизонтальных стволах, которые рассчитывают по формуле

$$P = \rho g L, \qquad (1)$$

где ρ − плотность промывочной жидкости; g − ускорение силы тяжести земли; L − глубина вертикальной скважины.

При глубине вертикальных скважин L = 2000 м гидростатическое давление в горизонтальном стволе 5 $P_Н$ = 24,7 МПа, в противоположном стволе 4 $P_П$ = 19,6 МПа. Перепад гидростатического давления рассчитывают по формуле

$$\Delta P = P_Н - P_П. \qquad (2)$$

Перепад давления ΔP = 5,1 МПа при гидроразрыве способствует локальному образованию трещин в пределах площади между горизонтальными стволами, а также снижению давления гидроразрыва.

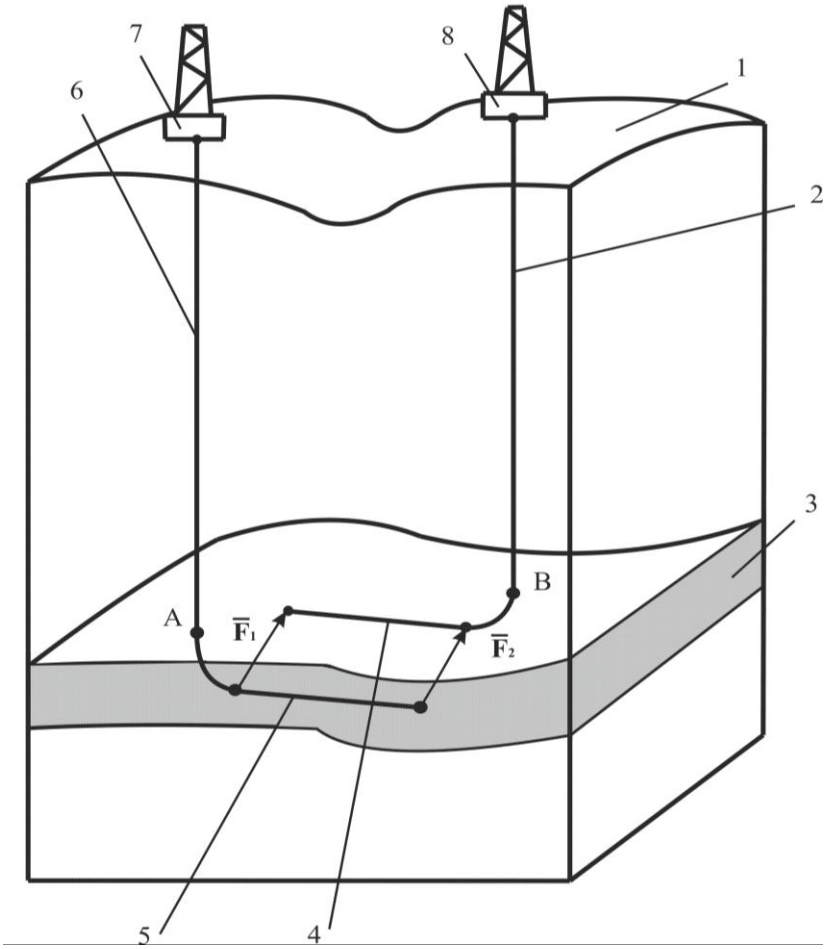


Рис. Схема вскрытия продуктивного пласта: 1 − земная поверхность; 2, 6 − вертикальные скважины; 3 − продуктивный пласт; 4, 5 − горизонтальные стволы; 7, 8 − буровые агрегаты; A, B − точки пересечения кровли продуктивного пласта скважинами; $\mathbf{F_1}$, $\mathbf{F_2}$ *– векторы направления образования трещин*

Для закачивания жидкостей разрыва и песконосителя в продуктивный пласт и последующей добычи газа горизонтальные стволы перфорируют в направлении друг к другу взрывными кумулятивными перфораторами. При этом простреливаются трубы, цементный камень и горные породы. Далее в вертикальную скважину 6 опускают насосно-компрессорные трубы и в нижней их части монтируют пакер непосредственно выше продуктивного пласта, который фиксируют в обсадных трубах якорем. Через насосно-компрессорные трубы в горизонтальный ствол под давлением закачивают жидкости разрыва и песконосителя. При закачивании жидкости разрыва давление в горизонтальном стволе повышается до забойного давления нагнетания $P_{НАГ}$ = 50 МПа. В рассматриваемом случае при гидростатическом давлении $P_Н$ = 24,7 МПа и давлении нагнетания $P_{НАГ}$ = 30 МПа происходит разрыв пласта, а давление гидроразрыва рассчитывают по формуле

$$P_{ГР} = P_Н + P_{НАГ}. \quad (3)$$

в этом случае составляет $P_{ГР}$ = 54,7 МПа. Перепад давления между горизонтальными стволами при гидроразрыве рассчитывают по формуле

$$\Delta P_{ГР} = P_{ГР} - P_{П}. \quad (4)$$

В этом случае $\Delta P_{ГР}$ = 35,1 МПа. Значительный перепад давления определяет развитие трещин разрыва от ствола 5 с высоким забойным давлением в сторону ствола 4 с низким давлением и только в пределах площади между стволами. Направление гидроразрыва показано на схеме векторами $\mathbf{F_1}$ и $\mathbf{F_2}$.

Выводы

По сравнению с существующими предложенный способ локально направленного гидроразрыва пласта имеет следующие преимущества:

− забуривание горизонтальных стволов из отдельных вертикальных скважин даёт возможность применять в скважинах промывочные жидкости с различной плотностю, в результате чего возникает определённый перепад гидростатического давления между горизонтальными стволами, снижающий давление гидроразрыва и возможность произвольного образования трещин;

− закачивание жидкости разрыва в один из горизонтальных стволов, создание высокого давления нагнетания в этом стволе и пониженного давления в противоположном, определяют развитие трещин из зоны высокого давления в сторону низкого и только между горизонтальными стволами, чем достигается безусловное выполнение условия проведение гидроразрыва на заданном участке продуктивного пласта.

Показано ефективність застосування гідророзриву продуктивного пласту при видобутку нафти і газу. Запропонований новий спосіб локально спрямованого гідророзриву пласту, що забезпечує підвищену ефективність та екологічну безпеку видобутку нафти і газу.

***Ключові слова**: видобуток нафти і газу; спрямований гідророзрив пласту.*

Is shown, that the technology of hydraulic fracturing the productive layer during oil and gas production is an effective; presented a new technology local directional hydraulic fracturing, which provides high efficiency and environmental safety in the mining works.

***Key words**: oil and gas production, directional hydraulic fracturing.*

Литература

1. Шуров В.И. Технология и техника добычи нефти. − М.: Недра, 1983. − С. 154–168.
2. Пат. РФ 2055172, МПК[6] E21B43/26. Способ гидравлического разрыва пласта / С.В Константинов. − Опубл. 27.01.1999; Бюл. № 3.
3. Пат. РФ 2177541, МПК[7] E21B43/26. Способ направленного гидравлического разрыва пласта / Ф.А. Агзамов и др. – Опубл. 27.12.2001.
4. Пат. РФ 2176021, МПК[7] E21B43/26; 43/17. Способ образования направленной вертикальной или горизонтальной трещины при гидроразрыве пласта / С.К. Сохошко, С.И. Грачёв. − Опубл. 20.11.2001.
5. Пат. UA 82371, МПК[6] E21B 43/16; 43/25. Спосіб локального спрямованого гідророзриву пласта / Б.М. Васюк. − Опубл. 25.07.2013; Бюл. № 14.

Поступила 19.05.14

УДК 622.244

Є. Я. Коцкулич

Івано-Франківський національний технічний університет нафти і газу, Україна

ОСОБЛИВОСТІ ПЕРВИННОГО РОЗКРИТТЯ ПРОДУКТИВНИХ ПЛАСТІВ НА РОДОВИЩАХ БОРИСЛАВСЬКОГО НАФТОПРОМИСЛОВОГО РАЙОНУ

За результатами аналізу промислових даних сформульовано вимоги до первинного розкриття продуктивних пластів на родовищах Бориславського нафтопромислового району.

Показано доцільність використання органічних інгібіторів (поліетиленгліколів) разом з неорганічними (KCl, NaCl), з метою створення передумов досягнення інгібування та стабілізації структурних характеристик промивальних рідин.

Розроблено рецептури промивальних рідин з використанням екологічно безпечних органічних продуктів замість нафтових.

***Ключові слова**: продуктивний пласт, родовище, інгібітор, свердловина, промивальна рідина.*

Підвищення якості робіт з первинного розкриття продуктивних пластів – одна з найважливіших проблем нафтогазовидобувної промисловості.

Основою успішного первинного розкриття вважається збереження природної проникності порід-колекторів та цілісності стінок свердловини в інтервалі продуктивного пласта. Це досяжно в разі використання технологій, що виключать можливість потрапляння до пор порід-колекторів побічних матеріалів, або промивальних рідин, що не спричинять негативної дії на пласт, зокрема його закупорювання та втрати стійкості стінок свердловини [1].

Згідно з «Єдиними технічними правилами ведення робіт при будівництві свердловин на нафтових, газових і газоконденсатних родовищах» [2] розкриття продуктивних пластів необхідно здійснювати за умови, щоб гідростатичний тиск стовпа промивальної рідини на 1,5–3,5 МПа (залежно від глибини буріння) перевищував пластовий. У реальних умовах репресія на продуктивний пласт значно перевищує норми через гідравлічні втрати та гідродинамічний тиск при спусканні бурильної колони та з інших негативних причин.

В інтервалах залягання продуктивних пластів на родовищах Бориславського нафтопромислового району (БНПР) за умов тонкоритмічного чергування пісковиків, алевролітів та аргілітів кондиційна проникність порід-колекторів становить $(0{,}1–1{,}0)\cdot10^{-3}$ мкм^2, нижня межа пористості середньо- та різнозернистих пісковиків – 6–7%, алевролітів – 11–12%.

Порівнявши діаметр пор низькопроникних порід-колекторів, який становить 5–20 мкм, та розміри частинок твердої фази промивальних рідин (глини та обважнювача), доходимо висновку, що тільки незначна частина твердої фази потрапляє до порового простору. У цілях збереження фільтраційних характеристик порід-колекторів на родовищах БНПР більше уваги приділяють складу і фізико-хімічним властивостям фільтрату бурового розчину.

Гідратація і як наслідок набухання глинистих порід, що містяться в породах-колекторах на родовищах БНПР, спричинені дифузією, адсорбцією та іонними обмінами, регулюють за допомогою введення домішок, так званих інгібіторів набухання.

Результати досліджень впливу різних видів промивальних рідин [1] на зміну коефіцієнта відновлення проникності наведено в табл. 1. Експерименти проводили за однакових умов фільтрації через гранульований пісковик.

Таблиця 1. **Вплив виду промивальної рідини на проникність породи**

Вид промивальної рідини	**Початкова проникність, Д**	**Відновлена проникність, Д**	**Коефіцієнт відновлення проникності**
Розчин на нафтовій основі	0,72	0,72	1,00
Піна	0,58	0,55	0,94
Глинистий розчин без хімічного оброблення	0,59	0,42	0,72
Глинистий розчин з додаванням 1% карбоксиметилцелюлози (КМЦ)	0,43	0,26	0,60
Глинистий розчин з додаванням 10% вуглелужного реагента	0,44	0,21	0,48
Вода	0,53	0,31	0,59

За коефіцієнтом відновлення проникності найкращим умовам розкриття продуктивних пластів відповідають глинисті розчини без вмісту лугів. У пін коефіцієнт відновлення проникності значно вищий ніж розчинів на водній основі, а розчини на вуглеводневій основі забезпечують повне відновлення проникності.

Переваги мінералізованих промивальних рідин найбільшою мірою виявляються при розкритті порід із вмістом глини. Проаналізувавши дані досліджень [3] та наведені в табл. 2, доходимо висновку, що мінералізація розчину хлористим кальцієм значно ефективніша, ніж хлористим натрієм.

Таблиця 3. **Вплив солей на процес глинизації пор**

Порода	**Тип води**	**Коефіцієнт відновлення проникності**
Глинистий пісковик	Дистильована вода	0,26
	1%-вий розчин NaCl	0,36
	1%-вий розчин $CaCl_2$	0,87

Розкриття продуктивних відкладів на родовищах БНПР здійснюють у стратиграфічних розрізах олігоценового та еоценового відділів палеогенової системи, а також розрізах крейдяної та юрської систем. Родовища БНПР характеризуються низьким пластовим тиском, малою проникністю та великим вмістом материнських глин. Північно-західне крило Верхньомасловецького родовища розташоване поблизу смт. Східниця та в санітарно-охоронній зоні курорту «Східниця».

У результаті аналізу якості розкриття пластів на родовищах БНПР вирізнено такі проблемні питання:

- забезпечення максимального обмеження гідратації і набрякання глинистих мінералів розбурюваних порід;
- запобігання осадженню в порах і тріщинах твердих осадів, що утворюються внаслідок хімічної взаємодії фільтрату промивальної рідини з пластовими флюїдами (залишковою водою в колекторі);
- запобігання водяної і емульсійної блокади, наслідком якої є закупорювання простору між зернами породи і тріщин;
- попередження кольматації компонентами твердої фази, які мають колоїдну дисперсність;

- забезпечення дотримання вимог екологічної безпеки.

З огляду на заначене при проектуванні складів промивальних рідин традиційно уникали застосування хімічних компонентів, здатних утворювати осади при контакті з пластовими флюїдами, у тому числі гідролізованих поліакрилатів, гуматних реагентів. Останнім часом бурові підприємства Прикарпаття, зокрема Бориславська експедиція Прикарпатського УБР, застосовували при розкритті продуктивних пластів полімергуматні та гуматно-калієві реагенти.

Запобіганню водяної і емульсійної блокади сприяє оброблення промивальних рідин поверхнево-активними речовинами (ПАР) деемульгуючої дії, що, зокрема, входять до складу нафтоемульсійних глинистих розчинів. Проте за вимогами екологічної безпеки забороняється використовувати нафтоемульсійні рідини.

Загалом колектори менілітових, еоценових і палеоценових відкладів Внутрішньої зони Передкарпатського прогину складні. До складних належать колектори з такими ознаками:

– складним мінералогічним складом породоутворюючих речовин, включаючи великий вміст глинистих мінералів;

– складною структурою порового простору;

– багатофазною насиченістю в межах одного пласта (нафта і газ або нафта і вода – газ і вода).

Найбільшою нафтогазоносністю характеризуються породи менілітової світи олігоцену. Поклади в цих відкладах виявлено майже на всіх родовищах БНПР у I і II ярусах Внутрішньої зони Передкарпатського прогину. Основним нафтоносним горизонтом цих відкладів є бориславський пісковик, що залягає в основі менілітової світи, клівські пісковики, надроговиковий горизонт та інші.

Літологічною неоднорідністю характеризуються колектори продуктивних горизонтів найбільшого в районі Бориславського родовища (табл. 3), що значно ускладнює досягнення якісного розкриття продуктивних пластів.

Проблему забезпечення стійкості глинистих порід і аргілітів при бурінні, а також збереження фільтраційних властивостей порід-колекторів успішно вирішують шляхом посилення інгібуючих властивостей БПР. Склад і властивості промивальних рідин проектують з урахуванням гірничо-геологічних умов буріння та умов руйнування гірських порід.

У більшості складів БПР як інгібітор використовують хлорид калію (KCl). Механізм дії KCl полягає в заміні іонів натрію і (або) кальцію іонами калію на породі. Слабогідратований іон калію вільно проникає до міжплощинного простору глинистих мінералів і заміщує катіони обмінного комплексу. Фіксування іонів калію призводить до зменшення вільного простору у кристалічній решітці. Створюються умови для посилення зв’язаності глинистих часток, запобігання налипанню шламу на елементах бурильної колони, зменшення ймовірності прихоплення інструмента внаслідок адгезійної взаємодії, збереження колекторських властивостей продуктивної зони.

Проте у присутності KCl не повною мірою досягають обмеження гідратації порід і запобігання їх осипанню при бурінні. Перем’ятість, тріщинуватість, площинність нашарування порід сприяють проникненню фільтрату промивальної рідини до масиву породи. Вплив на зміну природи гідратних шарів, взаємодію часток глинистих порід та збереження їх міцності визначають експериментально і визначають оптимальну концентрацію солей-інгібіторів для конкретних геологічних умов і конкретної системи БПР.

У результаті порівняльного оцінювання впливу різних за природою солей (KCl, $CaCl_2$, NH_4Cl, NH_4NO_3, $(NH_4)_2CO_3$, KNO_3) на приріст об’єму дисперсоїдів (глинопорошків, подрібненої гірської породи) із застосуванням приладу і методики К.Ф. Жигача і А.М. Ярова доходимо висновку, що зі збільшенням концентрації солей найчастіше зменшується коефіцієнт набухання і неістотно змінюється об’єм набухання.

Таблиця 3. **Характеристика літологічної неоднорідності колекторівпродуктивних горизонтів Бориславського родовища**

Горизонт	Коефіцієнт піща-нистості, частка одиниці	Коефіцієнт розчленування, кількість прошарків	Комплекс-ний коефі-цієнт, $К_п/К_р$ частка одиниці	Ефективна товщина, м	Пористість відкрита, частка одиниці	Про-ник ність, 10^{-3} мкм^2
1. Бориславська і Південно-Бориславська глибинні складки						
Ямненський	0,479	7	0,068	31,1	0,12	2
Нижньоеоценовий	0,186	9	0,021	14,4	0,1	8
Верхньоеоценовий	0,306	7	0,044	12	0,12	8
Бориславський пісковик	0,653	4	0,163	17,2	0,13	13
Менілітовий	0,087	10	0,009	16,4	0,1	6,4
поляницький (Бориславська складка)	0,024	10	0,002	13,6	0,12	1
Поляницький (Південно-Бориславська складка)	0,059	5	0,012	14,7	0,12	1
2. Піднасув						
Еоцен-олігоценовий	0,148	20	0,007	40,4	0,1	2,4
Поляницький	0,136	6	0,028	15,2	0,09	1,3
3. Попельська складка						
Ямненський	0,746	6	0,124	38,8	0,09	2
Менілітовий	0,109	6	0,018	12,6	0,09	6
Поляницький	0,034	9	0,004	14,4	0,12	0,5
4. Нижньо-Попельська складка						
Менілітовий	0,098	6	0,016	8,0	0,1	5
5. Насув						
Ямненський, ділянка МЕП	0,528	11	0,048	45,8	0,17	47
Стрийський, ділянка Міріам	0,245	52	0,005	58,8	0,13	2
Стрийський, ділянка Мражниця	0,211	62	0,003	71,7	0,09	2
Попельсько-Стрийський, ділянка Мражниця	0,049	14	0,004	14,4	0,1	2

Не завжди обґрунтовано заперечують доцільність спільного застосування як інгібіторів солей різної природи (наприклад, KCl і NaCl, KCl і $CaCl_2$). Як підтверджують результати виконаних досліджень, у присутності іонів натрію та кальцію інгібуюча дія іонів калію не знижується, оскільки їх проникнення до міжпакетного простору глинистих порід випереджуюче.

У новітніх тенденціях створення високоінгібованих промивальних рідин поширено одночасне застосування неорганічних і органічних інгібіторів, створення подвійно- та потрійно-інгібованих систем. Адсорбційно-активні органічні сполуки (органічні солі, іономолекулярні ПАР, багатоатомні спирти, етери та ін.) здатні спричиняти часткову або повну гідрофобізацію поверхні гірських порід [4].

Водночас зауважимо, що додавання органічних інгібіторів до рецептури малоглинистої емульсійної промивальної рідини (МЕПР) з підвищеними інгібуючими властивостями не лише сприяло обмеженню гідратації порід та підвищенню стійкості стовбура свердловин, а й позитивно вплинуло на контроль фільтрації, поліпшило реологічні, змащувальні та фільтраційні властивості порід-колекторів. Разом з тим при визначенні динаміки набухання бентонітового порошку безпосередньо в розчинах таких органічних інгібіторів, як асфасол (з досліджуваних органоколоїдних сполук) і поліетиленгліколь ПЕГ-400 (із досліджуваних полігліколів), коефіцієнти набухання виявились непоказовими порівняно з коефіцієнтами набухання неорганічних інгібіторів. Так, у 1%- та 2%-их розчинах асфасолу коефіцієнти набухання становили відповідно 6,55 і 5,94%. Це свідчить про відмінності механізму інгібуючої дії неорганічних і органічних інгібіторів. Разом з тим їх спільне використання створює передумови досягнення інгібування і стабілізації структурних характеристик бурових промивальних рідин. Адсорбція органічних інгібіторів, зокрема ПЕГ-400, зумовлює зменшення абсолютного значення заряду поверхонь породи та часток дисперсної фази, а посилення їх адсорбції – підвищення інгібуючих властивостей промивальної рідини, стабілізацію її структурно-реологічних властивостей [5].

На сучасному етапі розроблення прогресивних технологій акцентують увагу на підвищенні екологічної безпеки промивальних рідин. З цих міркувань пошук альтернатив використанню нафти як вуглеводневої фази промивальних рідин стає щодалі актуальнішим. У межах дослідження випробовували такі продукти рослинного походження, як оливи ріпакову та рицинову, а також побічні продукти виробництва біодизелю (далі – біодизель) [6].

Встановили, що оптимальний вміст цих продуктів у МЕПР становить 5%, що за критерієм досягнення рівного ступеня структурованості рідини приблизно вдвічі менше від витрат нафти.

Малоглинисті емульсійні промивальні рідини (з альтернативними нафті вуглеводневими продуктами) вирізняються великим значенням коефіцієнта коагуляційного структуроутворення (η/τ) і його збереженням з температурою.

При розробленні рецептури МЕПР з підвищеними інгібуючими властивостями для визначення компонентного складу враховували ефекти синергізму, сенсибілізації за оптимального співвідношення інгредієнтів системи. До МЕПР входять такі компоненти: глинопорошок, лігносульфонатні реагенти (КССБ, КЛМ-СТ, РВС, Polithin), целюлозні реагенти (КМЦ, ПАЦ, КМК), біополімерні полісахариди (реагенти ксантанового ряду), ПАР (жиринокс, савенол), неорганічні інгібітори (KCl, $CaCl_2$ та ін.), органічні інгібітори (ПЕГ-400, ПЕГ-6000, Basodrill, асфасол, солтекс, сульфований асфальт), вуглеводневі сполуки (ріпакова та рицинова оливи, біодизель) та мастильні домішки (СБР, лабрикол, LC Lube, LC Lube Fine та ін.).

У результаті дослідження виявили, що полігліколі забезпечують фізико-хімічну оптимізацію захисної дії полімерів та поліпшують антифільтраційні властивості промивальних рідин. При цьому їх стабілізуюча дія зберігається також за підвищеної температури.

Зі збільшенням концентрації поліетиленгліколю ПЕГ-400 у системі малоглинистої емульсійної промивальної рідини спостерігалась тенденція до зменшення фільтрації (від 7 до 4 $см^3$ за 30 хв), статичного напруження зсуву з доволі високим коефіцієнтом відновлення проникності керна.

Висновки

1. На основі аналізу якості первинного розкриття продуктивних пластів на родовищах БНПР визначено основні проблемні питання з її підвищення, у тому числі з урахуванням екологічної безпеки.

2. Експериментальними дослідженнями обґрунтовано перевагу комплексного використання неорганічних і органічних інгібіторів.

3. Розроблено рецептури МЕПР з використанням замість нафтопродуктів екологічно безпечних органічних продуктів (рицинової та ріпакової олив, побічних продуктів виробництва біодизеля), які забезпечують стійкість стовбура свердловини та збереження ємкісно-фільтраційних властивостей порід-колекторів і є резервом підвищення ефективності буріння та розкриття продуктивних пластів.

За результатами анализа промышленных данных сформулированы требования к качеству первичного вскрытия продуктивных пластов на месторождениях Бориславского нефтепромышленного района.

Показана целесообразность использования органических ингибиторов (полиэтиленгликолей) вместе с неорганическими (KCl, NaCl), в целях создания условийдостижения ингибирования и стабилизации структурных характеристик промывочных жидкостей.

Разработаны рецептуры промывочных жидкостей с использованием экологически безопасных органических продуктов вместо нефтяных.

***Ключевые слова**: продуктивный пласт, месторождение, ингибитор, скважина, промывочная жидкость.*

The requirements to the quality of primary drilling-in at the fields of Boryslav oil area are defined on the base of the industrial data analysis.

It is presented the practicability of organic inhibitors (polyethylene glycol) use together with inorganic (KC1, NaCl) as it makes the conditions for inhibition effect and stabilization of the flush fluids structural characteristic.

It is developed the flush fluids formula with the environmentally-green organic products instead of oil products.

***Key words**: productive bed, field, inhibitor, well, flush fluids.*

Література

1. Коцкулич Є.Я., Коцкулич Я.С. Стан якості первинного розкриття продуктивних пластів з аномально низькими пластовими тисками // Розвідка та розробка нафтових і газових родовищ. – 2008. – № 2(28). – С. 93–96.
2. Единые технические правила ведения работ при строительстве скважин на нефтяных, газовых и газоконденсатных месторождениях. – М.: ВНИИОЭНГ, 1983. – 48 с.
3. Коцкулич Я.С., Коцкулич Є.Я. Аналіз ефективності промивальних рідин для первинного розкриття продуктивних пластів // Розвідка та розробка нафтових і газових родовищ. – 2012. – № 1(31). – С. 21–28.
4. Андрусяк А.М., Тершак Б.А., Мрозек Є.Р. Системи подвійноінгібованих промивальних рідин // Нафтова і газова промисловість. – 2008. – № 5. – С. 16–19.
5. Досвід застосування інгібованих промивальних рідин для розкриття продуктивних пластів на родовищах Прикарпаття / А.М. Андрусяк, Б.А. Тершак, Я.С. Коцкулич, Є.Я. Коцкулич // Тези доп. Міжнар. наук.-техн. конф. «Інноваційні технології буріння свердловин, видобування нафти і газу та підготовки фахівців для нафтогазової галузі», 3–6 жовт. 2012 р., м. Івано-Франківськ. – Івано-Франківськ, 2012. – С. 48–50.
6. Андрусяк А.М., Коцкулич Є.Я. Удосконалення рецептур інгібованих бурових промивальних рідин для розкриття продуктивних пластів // Матер. міжнар. наук.-техн. конф. «Нафтова енергетика», – Івано-Франківськ: ІФНТУНГ, 2013. – С. 519–521.

Надійшла 14.05.14

УДК 622.24.05

О. Г. Лазаренко, канд. техн. наук, **А. М. Лівінський**

НТП «Бурова техніка»

ДОСВІД БУРІННЯ ГОРИЗОНТАЛЬНИХ СВЕРДЛОВИН НА ГНІДИНЦІВСЬКОМУ РОДОВИЩІ

Розглянуто результати реалізації техніко-технологічного комплексу для буріння горизонтальних свердловин на Гнідинцівському нафтовому родовищі. Показано основні переваги та високу ефективність горизонтального буріння свердловин.

***Ключові слова**: техніко-технологічний комплекс, технологія горизонтального буріння, гідравлічний канал зв'язку, профіль ствола.*

З огляду на погіршення структури запасів вуглеводнів при розробленні нафтогазових родовищ потрібно впроваджувати новітні технології, розроблення важковидобувних та виснажених залишкових запасів [1].

Стабілізація та можливе подальше нарощування видобутку нафти і газу з родовищ із важковидобувними запасами базується на комплексному та системному вдосконаленні існуючих систем розроблення з використанням арсеналу сучасних технічних і технологічних засобів.

Буріння горизонтальних свердловин є одним із ефективних методів формування оптимальної системи розроблення нафтових та газових родовищ, підвищення коефіцієнта нафтогазовилучення з пластів, а також відновлення продуктивності свердловин на родовищах, що перебувають на пізній стадії експлуатації. Розкриття продуктивного пласта горизонтальним стовбуром забезпечує підвищення продуктивності свердловини внаслідок збільшення площі фільтрації, ступеня вилучення вуглеводнів, виключає можливість находження води при експлуатації свердловини, що важливо для низькопроникних горизонтів, а також колекторів з вертикальної тріщинуватістю [2].

Горизонтальні свердловини є важливим інструментом покращення показників розроблення та експлуатації нафтових, газових і газоконденсатних родовищ України. Прилуцьким УБР ПАТ «Укрнафта» та НТП «Бурова техніка» проводять здійснюють буріння горизонтальних свердловин на Гнідинцівському родовищі для НГВУ «Чернігівнафтогаз». Як приклад успішного використання технології горизонтального буріння розглянемо результати буріння цими підприємствами горизонтальних стовбурів на свердловинах № 271 та 272 Гнідинцівського родовища. З урахуванням складності технологічного супроводу, попередження зіткнення з раніше пробуреними стовбурами (рис. 1), прив'язки точки входження у продуктивний пласт, довжини і типу горизонтальної ділянки, а також гірничо-геологічних умов (рис. 2) та накопиченого досвіду буріння на цьому родовищі визначили основні вимоги до технології буріння та бурового обладнання для успішного виконання робіт.

З метою попередження ускладнень при бурінні горизонтальної ділянки застосовували спеціально розроблену фахівцями НТП «Бурова техніка» без глинисту систему промивальної рідини «KCI/NaCI/Polymer-Production Zone» для буріння у продуктивних колекторах. Ця промивальна рідина максимально захищає пори продуктивного горизонту внаслідок формування непроникної фільтраційної кірки, забезпечує стабільність параметрів бурового розчину при збільшенні вмісту твердої фази, а також має високі змащувальні та антифрикційні властивості [3].

При бурінні похило-скерованих та горизонтальних ділянок застосовували термостійкі середньо- та високообертові гвинтові вибійні двигуни фірми «Wenzel» (Канада) та долоти фірми «Halliburton» типу PDC FX64D, оснащені калібруючими термостійкими полікристалічними вставками. Комплексне використання вибійних двигунів фірми «Wenzel» з долотами PDC сприяло підвищенню механічної швидкості буріння у 2–3 рази.

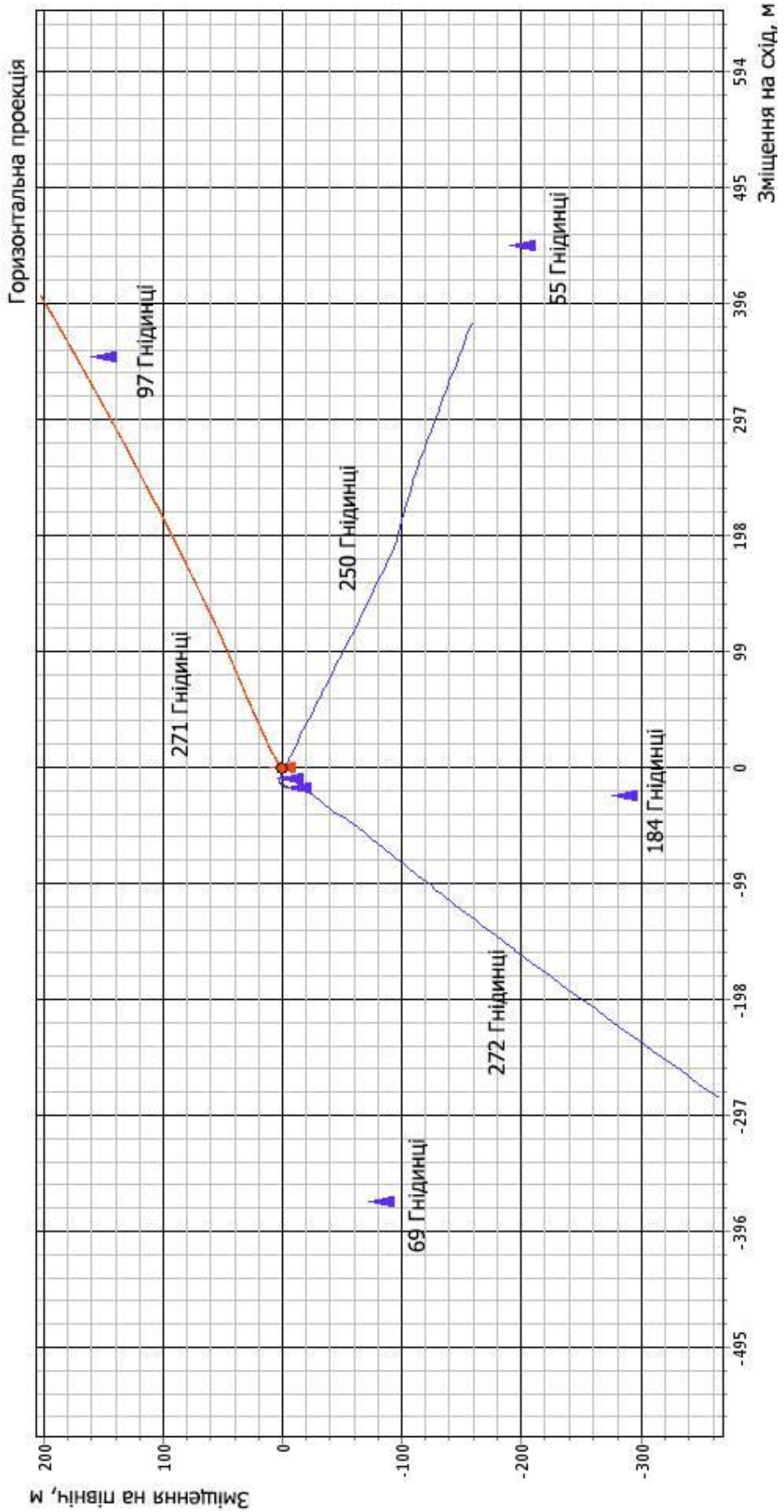


Рис 1. Траєкторія стовбура свердловин № 271 і 272 у Гнідинці

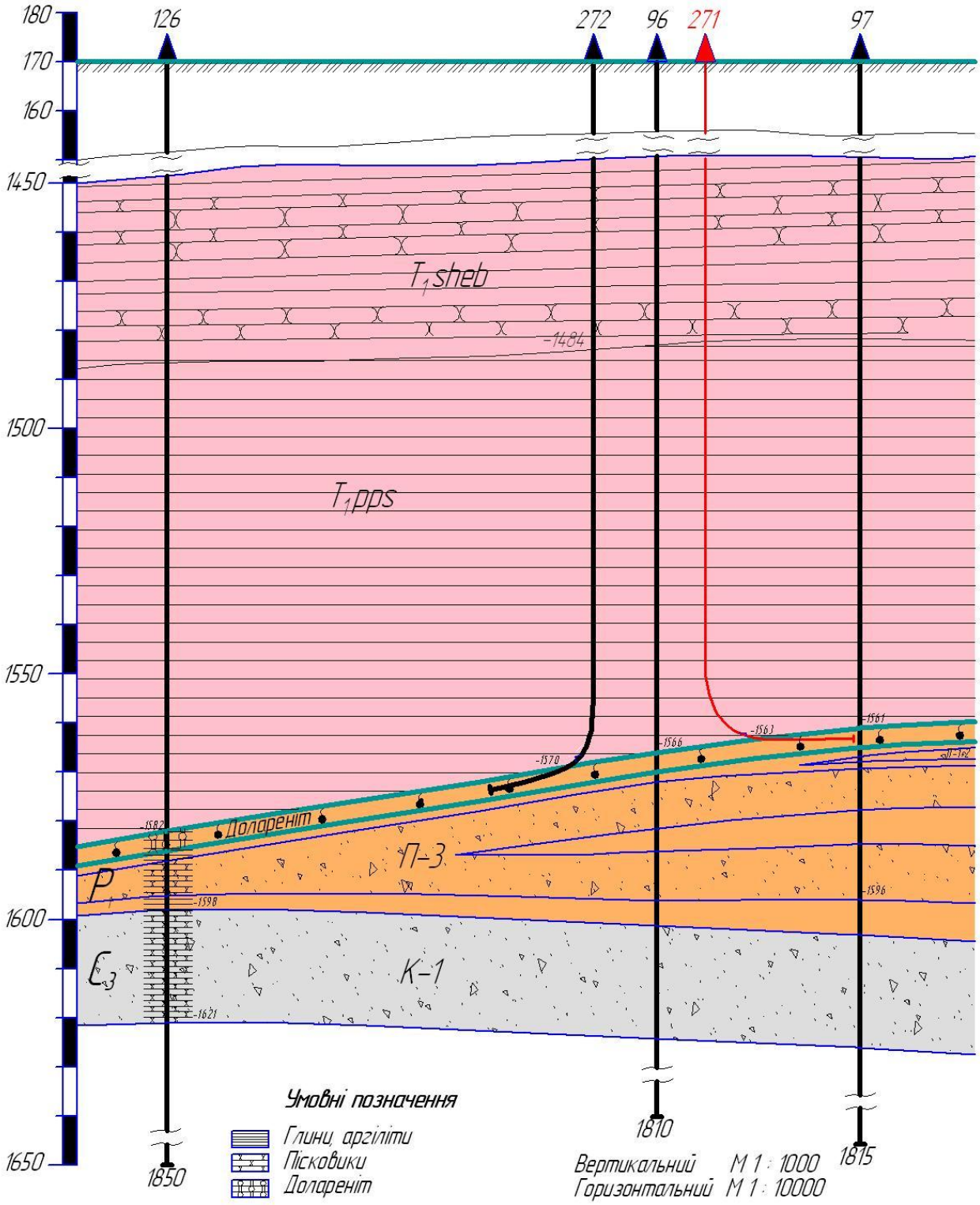


Рис. 2. Розріз продуктивної частини свердловин № 271 та 272 Гнідинці

Схему компонування низу бурильної колони для буріння горизонтальної ділянки зображено на рис. 3.

Для реалізації запроектованої траєкторії стовбура свердловини з постійним її контролем, відображення геологічної інформації, виконання інклінометричних вимірювань під час буріння та забезпечення якісного розкриття продуктивного горизонту використовували MWD-систему фірми «Drill-Tek MWD» (Канада) з гідравлічним каналом зв'язку. Схему цієї телесистеми показано на рис. 4.



Рис. 3. Схема КНБК для буріння горизонтального стовбура свердловини

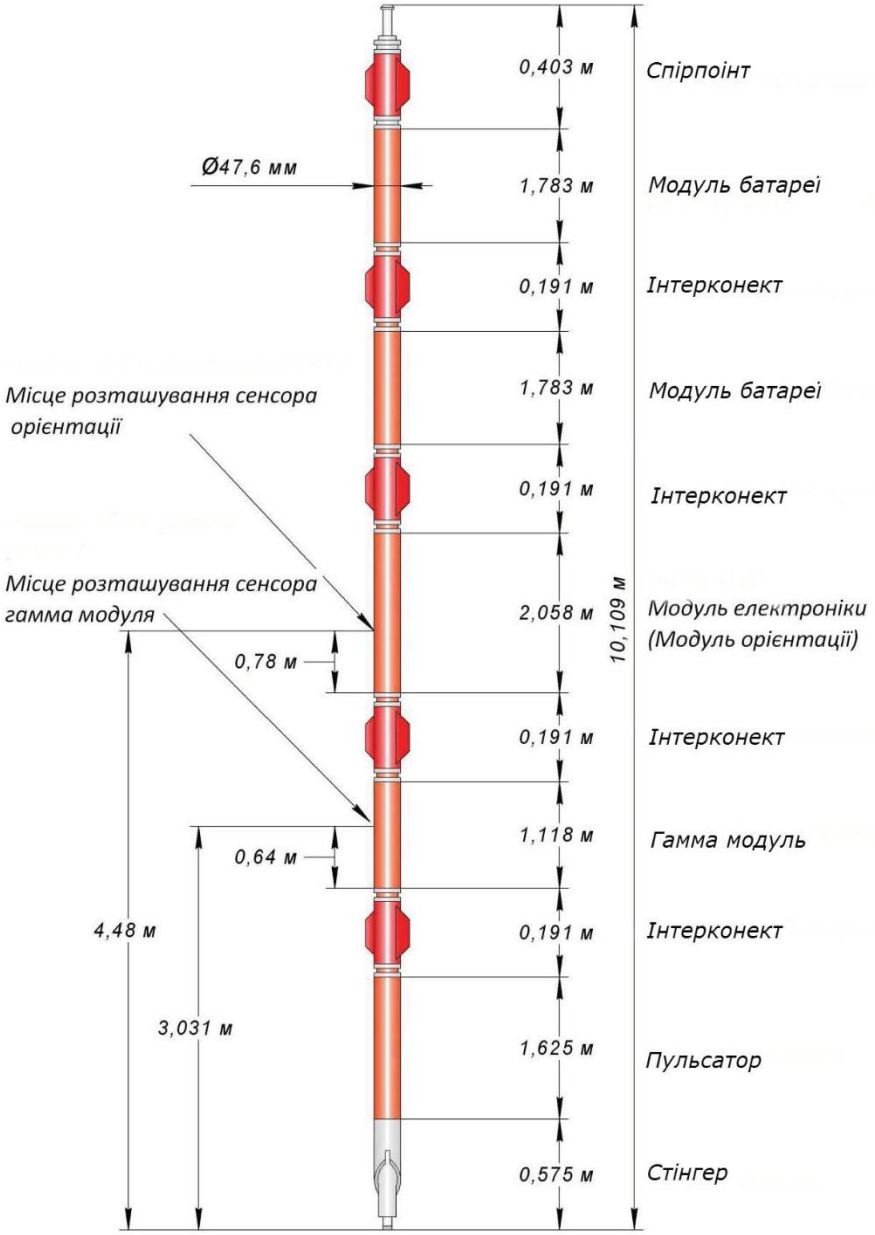


Рис. 4. Схема телеметричної системи фірми «Drill-Tek»

Використання даного комплексу техніко-технологічних рішень для буріння горизонтальних свердловин на Гнідинцівському родовищі було безаварійно пробурено горизонтальні ділянки, успішно спущено та закріплено обсадну колону-хвостовик Ø 114 мм з фільтрами ФС-114 зі збереженням первинних колекторських властивостей продуктивного горизонту, а також на 30–40% підвищено дебет свердловин порівняно з раніше пробуреними свердловинами на даному родовищі (рис. 5, табл.).

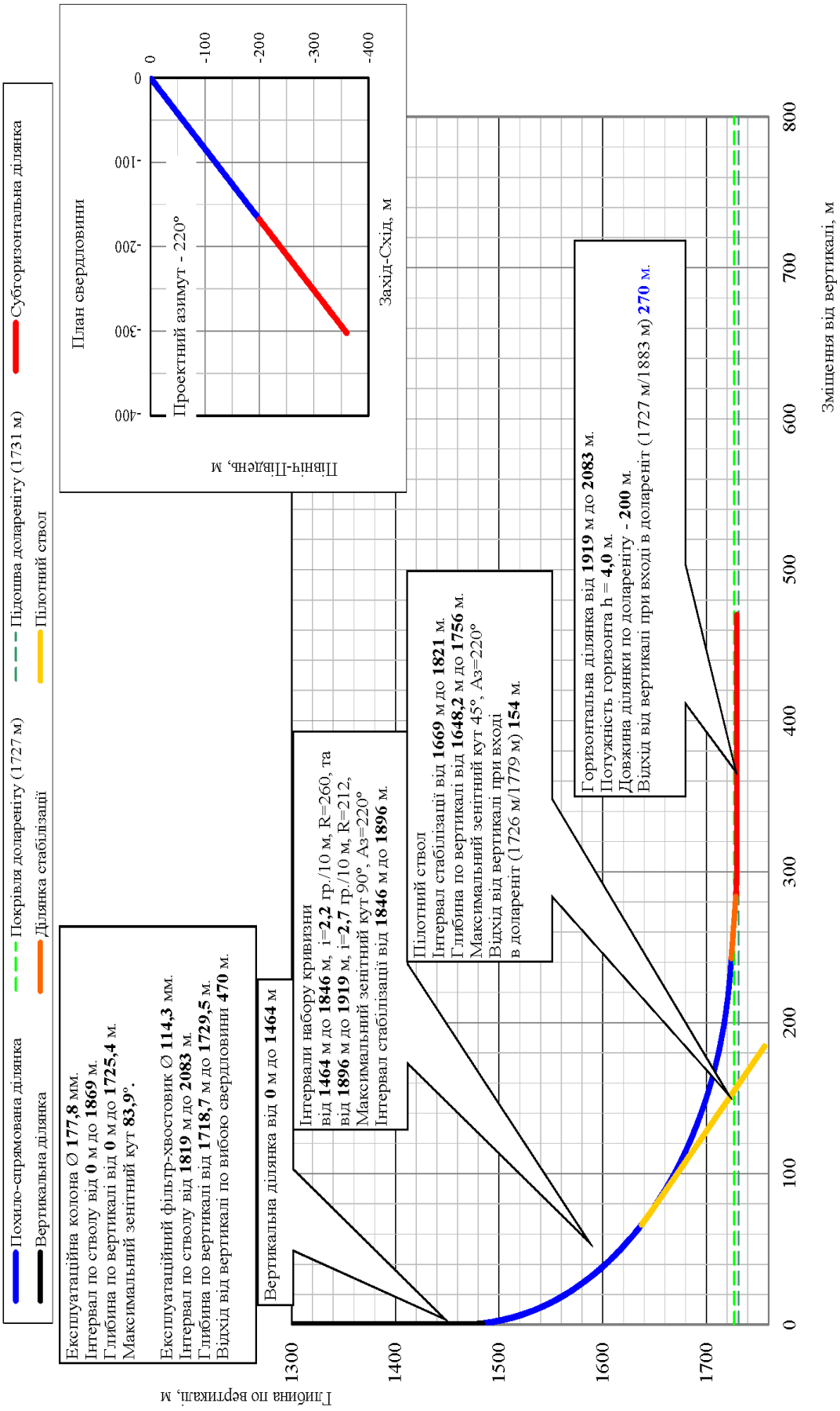


Рис. 5. *Профіль ствола свердловини № 272 Гнідинцівського родовища*

Таблиця. **Характеристика профілю свердловини №217 Гнідинцівська**

№ п/п	Назва ділянки буріння	Інтервал по стволу, м		Інтервал по вертикалі, м		Зенітний кут, град		Інтенсивність град/10м	Азимут, град	Відхід, м
		від	до	від	до	від	до			
1	Точка зарізки	1464								
2	Ділянка набору зенітного кута до 45°	1464	1669	1464	1648	0	45	2,2	220	76,3
3	Ділянка набору зенітного кута до 83,9°	1669	1869	1648	1725	45	83,9	2,2	220	255,8
4	Ділянка підбору зенітного кута до 90,0°	1896	1919	1728	1729	83,9	90,0	2,7	220	305,7
5	Ділянка стабілізації зенітного кута	1919	2083	1729	1729	90,0	90,0		220	470,0

Рассмотрены результаты реализации технико-технологического комплекса для бурения горизонтальных скважин на Гнединцевском нефтяном месторождении. Показаны основные преимущества и высокая эффективность горизонтального бурения скважин.

***Ключевые слова**: технико-технологический комплекс, технология горизонтального бурения, гидравлический канал связи, профиль ствола.*

Article presents the results the implementation of technical and technological complex for horizontal drilling in the Hnidyntsivske oil field. Showed main advantages and high efficiency of horizontal drilling.

***Key words**: technical and technological complex, technology of horizontal drilling, fluid communication channel, well profile.*

Література

1. Удосконалення систем розробки горизонтальними свердловинами на родовищах із важковидобувними запасами нафти і газу / В.М. Гунда, Р.І. Дівончук, В.В. Ластовецька, П.М. Сміх // Нафтова і газова промисловість. – 2007. – № 6. – С. 31–34.
2. Технологія і техніка буріння. Узагальнююча довідникова книга. / В.С. Войтенко, В.Г. Вітрик, Р.С. Яремійчук, Я.С. Яремійчук. – Л.: Центр Європи, 2012. – 708 с.
3. Лазаренко О.Г., Наритник І.І. Використання сучасних систем бурових розчинів для буріння горизонтальних свердловин // Буріння. – 2012. – № 1. – С. 58–59.

Надійшла 02.07. 14

УДК 622.233:551.49

А. А. Кожевников, **Р. Е. Дычковский,** доктора технических наук,
А. К. Судаков, канд. техн. наук

Государственный ВУЗ «Национальный горный университет», г. Днепропетровск, Украина

РЕЗУЛЬТАТЫ СТЕНДОВЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ ВЛИЯНИЯ ПАРАМЕТРОВ ТЕХНОЛОГИИ ТРАНСПОРТИРОВАНИЯ КРИОГЕННО-ГРАВИЙНОГО ФИЛЬТРА ПО СТВОЛУ БУРОВОЙ СКВАЖИНЫ НА ГЛУБИНУ ЕГО СПУСКА

Приведены результаты стендовых исследований параметров технологии транспортировки экспериментального образца криогенно-гравийного фильтра на модели буровой скважины.

***Ключевые слова**: гидрогеологическая скважина, криогенная технология, гравийный фильтр, минераловяжущее вещество.*

Актуальность и состояние проблемы

В буровых скважинах различного назначения на воду, нефть, газ и при подземном выщелачивании движение флюидов осуществляют в прямом (из скважины), обратном (в скважину) и реверсивном направлениях (скважины подземных хранилищ газа). На весь период действия скважины ее стенки в пределах продуктивного пласта должны быть устойчивыми. Это достигается установкой в скважине фильтра, предназначенного для предохранения ее стенок от обрушения и очистки флюидов от твердых примесей, поступающих на дневную поверхность.

В зависимости от крупности частиц горной породы продуктивного пласта применяют конструкции фильтров от наиболее простых – трубчатых с перфорацией или каркасно-стержневых до наиболее сложных – гравийных. Гравийные фильтры применяют в скважинах, с продуктивным пластом песков, причем в случае песков среднезернистых рекомендуется применять фильтр с однослойной гравийной обсыпкой, в случае мелкозернистых – многослойный (двух-, трехслойный).

Различают гравийные фильтры двух конструкций и технологий изготовления. Первый вариант гравийного фильтра создают на дневной поверхности и в готовом виде опускают в скважину. При втором варианте в скважину после спуска каркаса фильтровой колонны доставляют рыхлый гравийный материал. Обе конструкции и технологии имеют определенные преимущества и недостатки. К существенным недостаткам этих технологий относится сложность и высокая стоимость выполнения технологических операций.

Эта проблема актуальна при организации хозяйственно-питьевого водоснабжения, не только в Украине, но и во всех других странах мира. Никогда прежде проблема питьевой воды не стояла перед человечеством так остро, как в последние годы. В ознаменование официального признания значения водных проблем Генеральная Ассамблея ООН провозгласила 2005–2015 г. международным десятилетием «Вода для жизни».

Проблема питьевой воды в мире все более обостряется. Это связано с тем, что все без исключения пресные источники в той или иной степени загрязнены продуктами жизнедеятельности человека.

Решение этой проблемы одно – бурение гидрогеологических скважин. В настоящее время более 60% скважин для добычи воды создаются в водоносных горизонтах, представленных рыхлыми отложениями.

Решению этой важной актуальной научной проблемы, состоящему в научном обосновании параметров эффективной технологии создания гравийных фильтров для буровых

скважин с водоприемною частью из тонкозернистых песков, имеющей важное практическое значение, и посвящено настоящее исследование.

Целью настоящей статьи – рассмотрение результатов экспериментальных стендовых исследования влияния параметров технологии транспортировки криогенно-гравийного фильтра (КГФ) по стволу скважины на глубину его спуска.

Изложение основного материала

Методика стендовых исследований описана в [1].

В процессе стендовых исследований технологии транспортировки криогенно-гравийного элемента (КГЭ) фильтра по стволу буровой скважины моделировали наиболее сложные условия спуска КГФ, для которых характерны:

- низкая скорость транспортировки КГФ по стволу скважины;
- использование укороченных надфильтровых труб с проведением СПО «на вынос».

Стендовые исследования осуществляли на модели скважины, выполненной из прозрачных труб (внутренним диаметром 200 мм) для визуализации эксперимента. Моделировали транспортировку КГФ по стволу скважины следующим образом:

- спуск КГФ в неподвижной жидкости скважины моделировали обтеканием неподвижного фильтра, установленного в модели скважины, водой, которую подавали насосом снизу вверх;
- отсутствие движения КГФ в реальной скважине при наращивании бурильных труб моделировали паузой в подаче воды насосом на стенде;
- скорость спуска КГФ в скважине моделировали скоростью движения воды, подаваемой насосом, т. е. подачей насоса;
- время спуска КГФ на длину свечи моделировали временем подачи воды насосом;
- время наращивания бурильных труб моделировалось временем паузы в подаче насоса.

Стендовые исследования проводили при подаче насоса 88, 180 и 360 л/мин.

Наружный диаметр по сетке стального сетчатого каркаса фильтра – 114 мм, диаметр трубы – 108 мм. Наружный диаметр КГЭ – 186 мм, внутренний – 115 мм. Длина КГЭ – 200 мм. Длину КГС моделировали нагружением КГЭ дополнительными стальными грузами, что обеспечивало эквивалентную длину КГС 1, 2 и 3 м. Температуре воды – 5 и 17 °С.

Осуществили две серии опытов: с открытым и закрытым башмаком отстойника фильтра.

Результаты стендовых исследований экспериментальных образцов КГЭ фильтра приведены в табл. 1.

В качестве критерия оценки достижения максимальной глубины транспортировки КГФ по стволу скважины приняли момент разрушения КГЭ с образованием зияющих пустот. Максимальную глубину определяли с учетом количества циклов подачи и пауз в работе насоса.

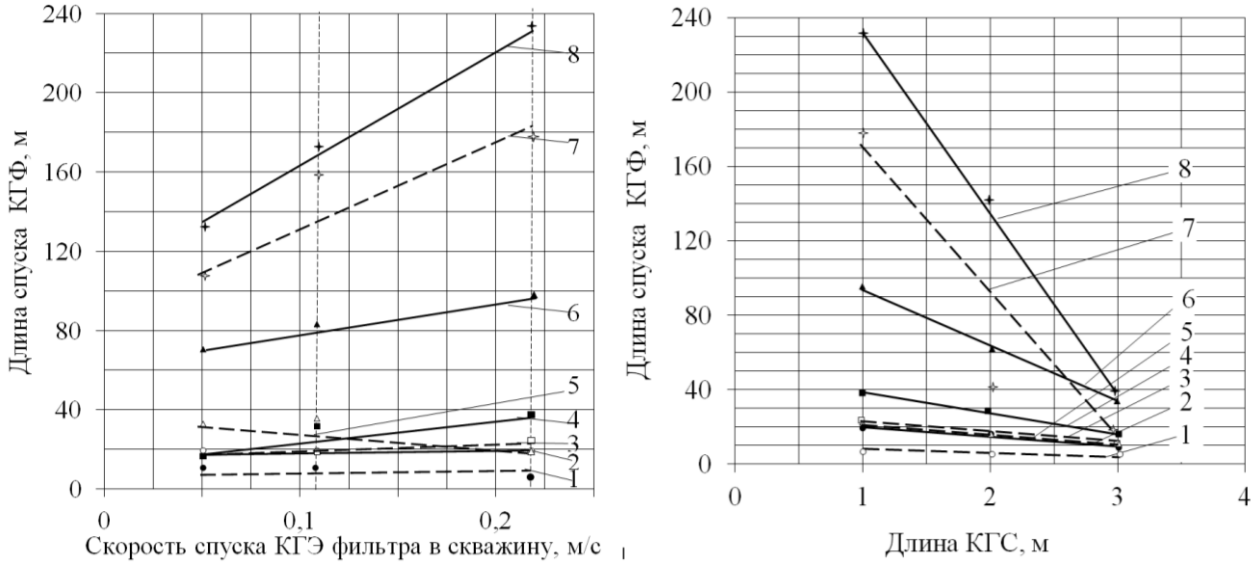
В результате стендовых исследований технологии транспортировки КГФ в водоприемную часть буровой скважины установили:

- при контакте двухкомпонентного экспериментального образца КГЭ фильтра с промывочной жидкостью он быстро разрушение. Максимальная длина его спуска – 3 м;
- для изготовления КГЭ фильтра в качестве вяжущего вещества водного раствора органического полимера возможно применение пищевого желатина марки П-11. Это означает, что разрабатываемую и исследуемую технологию оборудования буровых скважин КГФ можно применять для создания фильтров в наиболее сложных геолого-гидрогеологических условиях, когда порода водоносного горизонта представлена тонкозернистыми песками;

Таблица 1. **Результаты стендовых исследований технологии транспортировки КГФ**

Насос		Время		Скорость спуска КГФ, м/с	Массовая концентрация желатина, $C_ж$, %	Масса дополнительного груза, кг	Эквивалентная длина КГС, м	Средняя глубина транспортировки КГЭ по стволу скважины			
тип насоса	подача, л/мин.	паузы подачи насоса (время наращивания [illegible]), с	подачи насоса (время спуска КГФ), с					с открытым башмаком при $t_в$ = 17 °С	с закрытым башмаком при $t_в$ = 17 °С	с открытым башмаком при $t_в$ = 5 °С	с закрытым башмаком при $t_в$ = 5 °С
НБ-5	88	120	40	0,05	2	24	1	**10,8**	**10,8**	**21,6**	**17,3**
						54	2	**8,6**	**4,3**	**15,1**	**15,1**
						84	3	**4,3**	**4,3**	**8,6**	**10,8**
					3,5	24	1	**19,4**	**19,4**	**17,3**	**19,4**
						54	2	**13,0**	**15,1**	**15,1**	**13,0**
						84	3	**8,6**	**8,6**	**13,0**	**13,0**
					5	24	1	**17,3**	**30,2**	**60,5**	**64,8**
						54	2	**8,6**	**21,6**	**36,7**	**56,2**
						84	3	**6,5**	**10,8**	**17,3**	**19,4**
					10	24	1	**86,4**	**103,7**	**110,2**	**127,4**
						54	2	**15,1**	**23,8**	**56,2**	**86,4**
						84	3	**10,8**	**13,0**	**19,4**	**28,1**
НБ-5	180	120	20	0,11	2	24	1	**8,8**	**11,0**	**13,2**	**15,4**
						54	2	**4,4**	**4,4**	**11,0**	**15,4**
						84	3	**4,4**	**4,4**	**8,8**	**11,0**
					3,5	24	1	**15,4**	**17,6**	**22,0**	**28,6**
						54	2	**11,0**	**11,0**	**17,6**	**22,0**
						84	3	**8,8**	**8,8**	**11,0**	**24,2**
					5	24	1	**15,4**	**33,0**	**59,4**	**77,0**
						54	2	**8,8**	**15,4**	**33,0**	**44,0**
						84	3	**6,6**	**11,0**	**17,6**	**26,4**
					10	24	1	**121,0**	**154,0**	**160,6**	**167,2**
						54	2	**81,4**	**110,0**	**94,6**	**125,4**
						84	3	**11,0**	**13,2**	**24,2**	**33,0**
НБ-5 + + НБ-32	360	120	10	0,22	2	24	1	**6,6**	**6,6**	**15,4**	**17,6**
						54	2	**6,6**	**4,4**	**11,0**	**13,2**
						84	3	**4,4**	**4,4**	**8,8**	**8,8**
					3,5	24	1	**22,0**	**24,2**	**35,2**	**37,4**
						54	2	**13,2**	**13,2**	**30,8**	**28,6**
						84	3	**11,0**	**8,8**	**15,4**	**15,4**
					5	24	1	**19,8**	**17,6**	**72,6**	**92,4**
						54	2	**13,2**	**15,4**	**41,8**	**55,0**
						84	3	**8,8**	**11,0**	**24,2**	**33,0**
					10	24	1	**138,6**	**176,0**	**200,2**	**231,0**
						54	2	**22,0**	**33,0**	**118,8**	**149,6**
						84	3	**13,2**	**13,2**	**28,6**	**37,4**

- длина спуска зависит от условий теплообмена: концентрации вяжущего; массы КГС; скорости спуска КГФ по стволу скважины; температуры жидкости в скважине; состояния башмака фильтровой колонны (рис. 1, 2).



а *б*

Рис. 1. Зависимости максимальной длина спуска КГФ%: а – от скорости транспортировки одно метровых КГЭ фильтра; б – с закрытым башмаком от длины КГС при $U_{КГФ}$=0,22 м/с: 1 –при массовая концентрация желатина 2% и $t_в$ = 17 °С; 2 – 2%, $t_в$ = 5 °С; 3 –3,5%, $t_в$ = 17 °С; 4 – 3,5%, $t_в$ = 5 °С; 5 – 5%, $t_в$ = 17^{0}С; 6 – 5%, $t_в$ = 5 °С; 7 – 10%, $t_в$ = 17 °С; 8 – 10%, $t_в$ = 5 °С

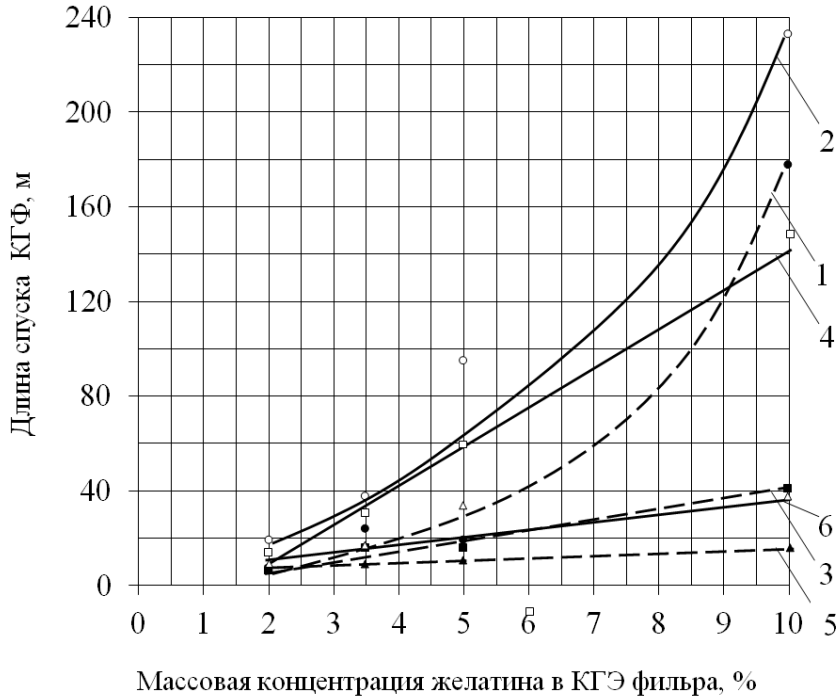


Рис. 3. Зависимость максимальной длины спуска КГФ с закрытым башмаком от концентрации минераловяжущего вещества в КГЭ фильтра при $U_{КГФ}$=0,22 м/с: 1 – 1 м КГС при $t_в$ = 17 °С; 2 – 1 м КГС при $t_в$ = 5 °С; 3 – 2 м КГС при $t_в$ =+ 17 °С; 4 – 2 м КГС при $t_в$ = 5 °С; 5 – 3 м КГС при $t_в$ = 17 °С; 6 – 3 м КГС при $t_в$ = 5 °С

- длина спуска прямо пропорциональна скорости спуска КГФ по стволу скважины;

- с повышением скорости спуска КГФ по стволу скважины КГЭ с массовой концентрацией желатина 2–5% в большинстве случаев не приводит к увеличению длины оборудования буровой скважины. Увеличение длины характерно для КГЭ с массовой концентрацией желатина более 5%;

- на максимальную длину спуска КГФ существенное влияние оказывает температура скважинной жидкости. Так при сохранении параметров транспортировки КГФ по стволу скважины, возможно, увеличить ее максимальную длину оборудования в среднем в 2–3 раза;

- рекомендуемая максимальная длина оборудования водоприемной части буровой скважины КГФ, транспортируемой на колонне с закрытым башмаком в холодной скважинной воде, при скорости транспортировки по стволу скважины 0,22 м/с приведена в табл. 2:

Таблица 2. **Рекомендуемые длины транспортиовки КГФ в зависимости от длины КГС при $t_в$ = 5–17 °С**

Массовая концентрация желатина в КГЭ, %	Длина КГС, м		
	1 м	2 м	3 м
2	до 20	до 15	до 10
3,5	20–35	15–30	10–25
5	35–90	30–55	25–30
10	90–230	55–150	30–40

Выводы

В результате стендовых исследований технологии транспортировки КГФ в водоприемную часть буровой скважины установлено, что для изготовления КГЭ в качестве вяжущего вещества водного раствора органического полимера, которым возможно применение желатин марки П-11 фильтра.

Разработанную технологию оборудования буровых скважин КГФ можно применять для создания фильтров в наиболее сложных геолого-гидрогеологических условиях с длиной транспортировки по стволу со скважинной жидкостью до 230 м.

Наведено результати стендових досліджень параметрів технології транспортування експериментального зразка кріогенно-гравійного фільтра на моделі бурової свердловини.

***Ключові слова**: гідрогеологічна свердловина, кріогенна технологія, гравійний фільтр, мінералов'яжуча речовина.*

The results of stand researches of parameters of technology of delivery of experimental standard of cryogenic-gravel filter are resulted on the model of drillhole.

***Key words**: hydrogeological well, cryogenic technology, gravel filter, mineral-astringent material.*

Литература

Результати стендових досліджень технології доставки експериментального зразка кріогенно-гравійного фільтра / А.О. Кожевников, А.К. Судаков, О.Ф. Камишацький та ін. // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – Вып. 14. – К.: ИСМ им. В.М. Бакуля НАН Украины, 2012. – С. 209–214.

Поступила 23.06.14

УДК 622.245.4

Я. С. Коцкулич, д-р техн. наук; **В. І. Колісник**, канд. техн. наук,
В. І. Гриманюк, **М. В. Гриманюк**

Івано-Франківський національний технічний університет нафти і газу, Україна

ДОСЛІДЖЕННЯ УСАДКИ ТАМПОНАЖНОГО КАМЕНЮ В ГАЗОВИХ СВЕРДЛОВИНАХ НА ПІВНІЧНО-ЗАХІДНОМУ ШЕЛЬФІ ЧОРНОГО МОРЯ

У результаті аналізу стану кріплення свердловин на північно-західному шельфі Чорного моря встановлено, що майже у 30% свердловин спостерігається міжколонний тиск. Наведено результати дослідження інтенсивності усадки тампонажного розчину/каменю, армованого синтетичними та мінеральними волокнами. Встановлено, що додавання до цементу поліпропіленової фібри (0,4−0,6%) та хлориду кальцію (2%) сприяє зменшенню усадки тампонажного каменю в 1,5−2 рази порівняно з цементним розчином ПЦТ-І-50, підвищенню якості цементування свердловин.

Ключові слова: *свердловина, шельф, міжколонний тиск, цементний камінь, усадка, поліпропіленова фібра.*

В умовах диверсифікації джерел надходження нафти та газу, перспективним напрямом безперебійного постачання енергоносіїв є пошук та розробка нових родовищ покладів вуглеводнів всередині країни, у тому числі на шельфі Чорного моря. На північно-західному шельфі свердловини споруджують на глибиною 2000−2500 м за таких пластових умов: $T_{ПЛ}$ = 50−55 °С; $P_{ПЛ} \le 20$ МПа. Незважаючи на великий обсяг бурових робіт та наукових досліджень, на багатьох свердловинах спостерігаються міжколонний тиск (МКТ) та міжпластова міграція флюїдів, ліквідація яких доволі витратна.

Результати аналізу якості цементування свердловин на родовищах північно-західного шельфу Чорного моря за даними акустичної цементометрії (АКЦ) показано на рис.1.

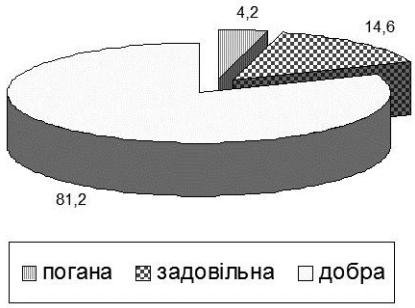


Рис. 1. Якість цементування свердловин на родовищах північно-західного шельфу Чорного моря

З аналізу даних про цементування 144 обсадних колон діаметром 168 і 245 мм, випливає, що якість цементування близько 19% обсадних колон низька. Це свідчить про недостатню якість цементування вже на початковому етапі спорудження свердловин. Незадовільна щільність контакту тампонажного каменю з обмежуючими поверхнями та утворення каналів у цементному камені спричиняють міжколонний тиск при цементуванні свердловини та на початку тужавіння і тверднення тампонажного розчину.

Загальну характеристику герметичності міжколонного простору фонду експлуатаційних свердловин північно-західного шельфу Чорного моря показано на рис. 2. Як бачимо, загальна кількість свердловин з МКТ на цих родовищах не перевищує 30% фонду аналізованих свердловин. Отримані дані свідчать про те, що при тужавінні тампонажного розчину, на початку його тверднення, а також в під час експлуатації свердловин порушується герметичність їх кріплення.

Міжколонне перетікання пластових флюїдів часто пов’язують з негерметичністю контактних поверхонь тампонажного кільця з обсадною колоною та гірською породою. Проте відомо багато випадків коли згідно з АКЦ цементне кільце щільно контактує з обмежуючими поверхнями, а в міжколонному просторі присутнє міжпластове перетікання [1]. На якість цементування свердловини впливають такі чинники:

- неправильно підібрані технологічні параметри тампонажного розчину (фільтрація, густина, терміни тужавіння та інше);
- частина фільтраційної кірки та промивальної рідини залишилась у зоні цементування;
- висока проникність тампонажного розчину на ранній стадії гідратації;
- осмотичне масоперенесення;
- усадка, фізична та хімічна контракція тампонажного каменю при твердінні;
- недостатня адгезія тампонажного каменю з обмежуючими поверхнями.

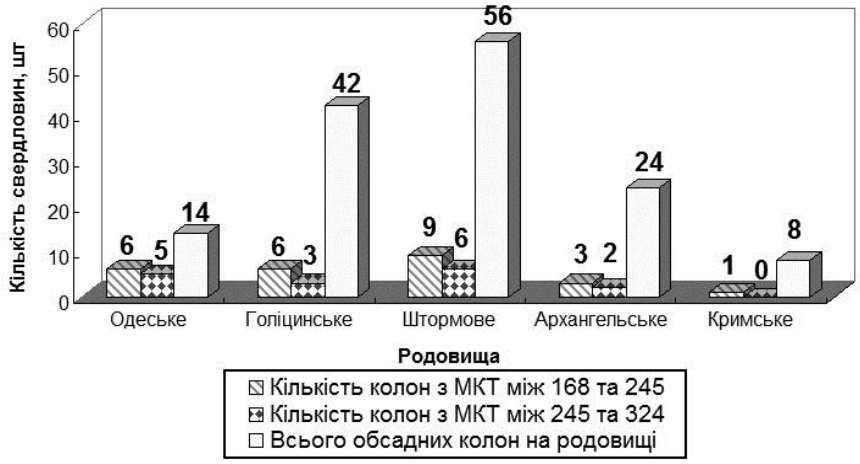


Рис. 2. Свердловини з МКТ на родовищах північно-західного шельфу Чорного моря

Необхідною умовою для надходження пластового флюїду до затрубного простору зацементованої свердловини є перевищення пластового тиску порівняно з гідростатичним тиском стовпа тампонажного розчину в зоні флюїдонасиченого пласта. Зниження гідростатичного тиску умовно поділяють на дві стадії [2]: до початку тужавіння тампонажного розчину та безпосередньо тужавіння. До чинників зниження гідростатичного тиску на першій стадії належать седиментація та зависання твердої фази на стінках свердловини, контракція та усадка тампонажного розчину. На другій стадії коагуляційна структура розчину перетворюється на кристалізаційну структуру тампонажного каменю, відбувається усадка тампонажного каменю при тужавінні, та утворюється кристалічний каркас з продуктів гідратації.

Як вважають дослідники Булатов та Чудновський [3], під час гідратації тампонажного каменю на його поверхні розвивається вакуум, під дією якого фільтраційна кірка зневоднюється та розтріскується. Боннет, Демос та Шугар [4] відкидають можливість розтріскування фільтраційної кірки через усадку тампонажного каменю апелюючи до достатнього вмісту в затрубному просторі та породах фільтрату промивальної рідини і тампонажного розчину. Таким чином, існування різних припущень щодо дослідженого питання свідчить про недостатню вивченість фізико-хімічних процесів, що відбуваються в цементному каменю внаслідок його усадки. Для зменшення негативного впливу усадки на герметичність тампонажного каменю доцільно використовувати газовані тампонажні розчини (ГТР) густиною 1500 кг/м^3 [5]. Такі розчини спричиняють усадку тампонажного каменю, але вона менша порівняно з усадкою при застосуванні тампонажного розчину ПЦТ-І-50. Зменшення усадки зумовлюється компенсаційним збільшенням об’єму тампонажного каменю внаслідок пружного розширення газу, що міститься в тужавіючому розчині. Недолік такого компонентного складу полягає в низькій міцності тампонажного каменю та обмеженні густини тампонажного розчину.

З огляду на причини зниження гідростатичного тиску стовпа тампонажного розчину, доцільно попереджати міграцію пластового флюїду при тужавінні та твердненні тампонажного розчину, що сприятиме зниженню усадки тампонажного розчину впродовж усього періоду гідратації цементу.

З цією метою досліджено природу об'ємних змін тампонажного розчину з армуючими домішками, що не лише сприяє зміцненню тампонажного каменю, а й зменшенню його усадки впродовж усього періоду гідратації.

Склад армованого тампонажного розчину визначали за результатами дослідження впливу волокон синтетичного та мінерального походження на властивості тампонажного розчину та каменю. Як синтетичні волокнисті домішки застосовували волокна поліпропілену, поліаміду та вуглеволокна, як мінеральні − волокна воластоніту, базальту та азбесту. Властивості тампонажного розчину оцінювали за реологічними характеристиками, консистенцією та термінами тужавіння, тампонажного каменю − за міцністю та ударною стійкістю. Крім того, враховували вартість домішок. У результаті вибрали поліпропіленову фібру (ППФ), вміст якої в цементному розчині до 0,8% сприяв збереженню його реологічних властивостей у межах стандартних норм, підвищенню міцності в 2 рази та ударостійкості тампонажного каменю у 2,6 рази. Для поліпшення реологічних характеристик, міцності та корозійної стійкості тампонажного розчину (каменю) до нього вводили добавки хлористого кальцію (ХК), вміст якого уточнювали експериментально [6].

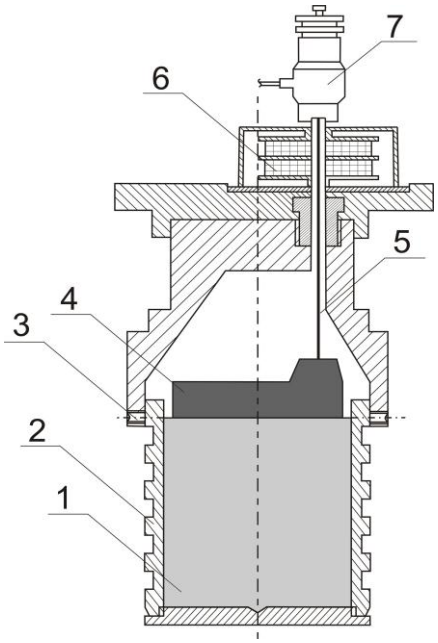


Рис. 3. Схема вимірювальної частини консистометра КЦ-3 для визначення усадки тампонажного каменю: 1 – цементний розчин (камінь); 2 – мірний стакан, 3 – болт-фіксатори; 4 – гумовий циліндр-поплавок; 5 – стержень, 6 – датчик диференціально-трансформаторного типу; 7 – реєструючий пристрій

За допомогою методу латинських квадратів для планування експериментів вибрали 25 розчинів різного компонентного складу з додаванням ППФ та $CaCl_2$. Після встановлення обмежень для показників якості тампонажного розчину та каменю за допомогою функції бажаності, визначили концентрацію домішок у розчині, що якнайкраще відповідала встановленим обмеженням [7], а саме: ППФ – (0,4−0,6)%, $CaCl_2$ – (1,4–2,8)%.

З урахуванням діапазону вмісту домішок, здійснили подальші дослідження наслідків їх впливу на технологічні показники тампонажного розчину та каменю з метою обґрунтування рецептури армованого тампонажного розчину.

Зокрема, дослідили вплив домішок ППФ та $CaCl_2$ на зміну об'ємну тампонажного каменю. За допомогою автоклава консистометра цементних розчинів КЦ-3 з модифікованою схемою встановлення проби (рис.3).

У мірний стакан 2 заливали пробу досліджуваного тампонажного розчину 1. На пробу опускали гумовий циліндр-поплавок 4, який вільно плавав на поверхні тампонажного розчину. Стакан з пробою закріплювали болтами-фіксаторами 3, який через стержень 5 та датчик диференціально-трансформаторного типу 6 з'єднували з реєструючим пристроєм 7. Нагрівали за допомогою нагрівальної системи консистометра пробу. У процесі усадки тампонажного розчину стержень 5 опускався до певного рівня, що відображалось на реєструючому пристрої 7. За визначеною ціною поділки реєструючого пристрою (1 мм = 28 поділок) та внутрішнім діаметром мірного стакана (70 мм) розраховували величину, на яку зменшився об'єм тампонажного розчину у стакані. Усадку тампонажного розчину обчислювали за формулою:

$$K = \frac{\Delta V}{V_1} \cdot 100\%,$$

де V_1 – початковий об'єм тампонажного розчину; ΔV – величина його зменшення, мл.

Для дослідження використовували цементні суміші, рецептури яких наведено в таблиці. Умови тверднення тампонажного розчину відповідали пластовим умовам шельфу Чорного моря становлять ($P_{ПЛ.}$ = 20 МПа, $T_{ПЛ}$ = 5 °С).

Рецептура досліджуваних цементних сумішей

№	Рецептура суміші	№	Рецептура суміші
1	ПЦТ-І-50	5	ПЦТ-І-50 + ППФ (0,6%)
2	ПЦТ-І-50 + ХК (2%)	6	ПЦТ-І-50 + ХК (2%) + ППФ (0,2%)
3	ПЦТ-І-50 + ППФ (0,2%)	7	ПЦТ-І-50 + ХК (2%) + ППФ (0,4%)
4	ПЦТ-І-50 + ППФ (0,4%)	8	ПЦТ-І-50 + ХК (2%) + ППФ (0,6%)

Результати досліджень, які окреслюють динаміку тампонажного розчину усадки показано на рис. 4 та 5.

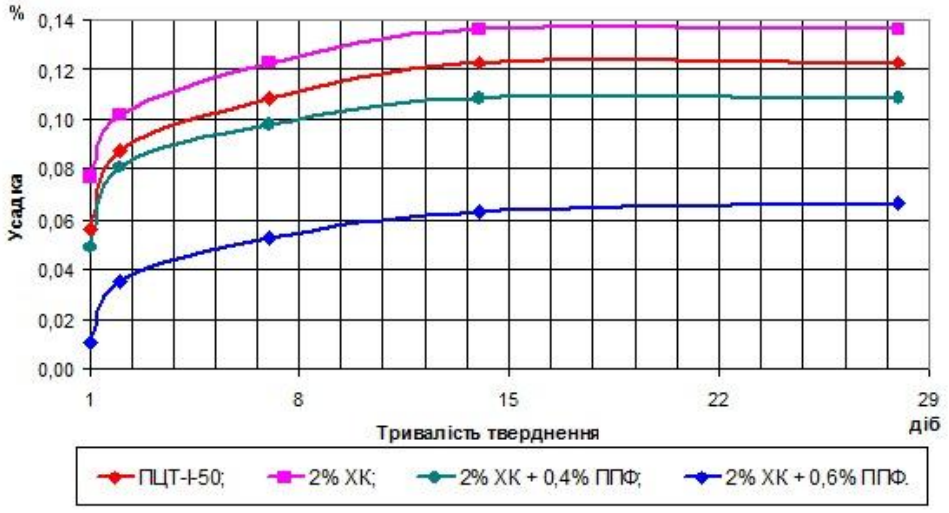


Рис. 4. Фізична усадка тампонажного розчину за нормальних умов тверднення

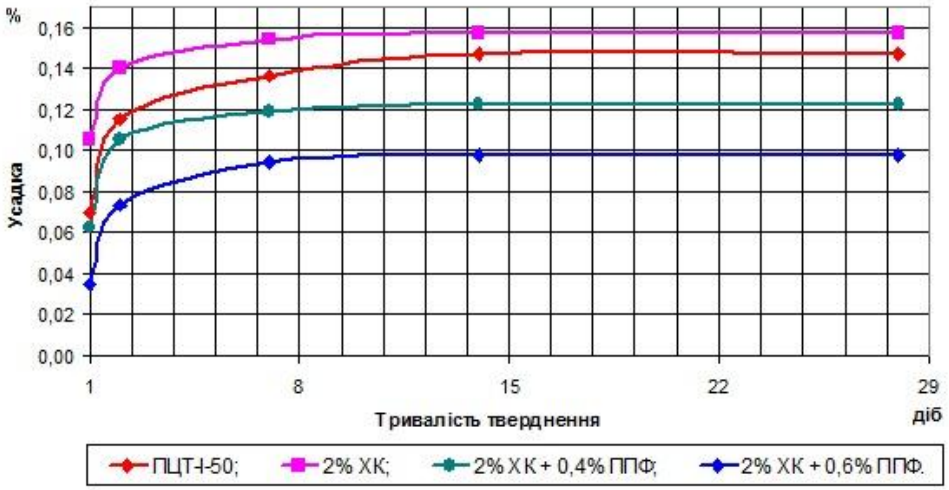


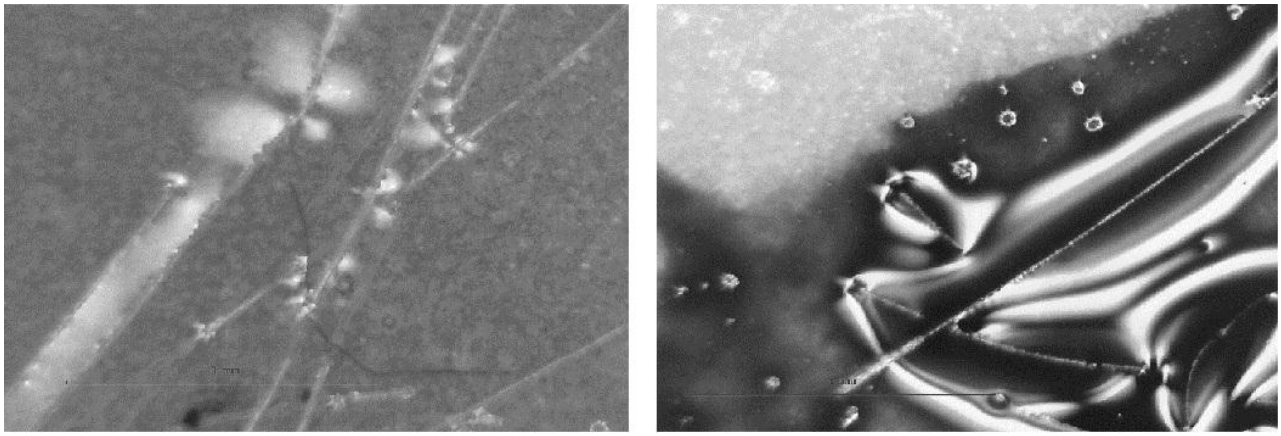
Рис.5. Усадка тампонажного розчину/каменю при $P_{ПЛ.}$ = 20 МПа, $T_{ПЛ.}$ = 55 °С

У результаті дослідження виявили, що протягом 12–14 діб усадка цементних сумішей за нормальних умов тверднення інтенсивно збільшується, а в подальшому не змінюється. За пластових умов випробування усадка інтенсивно збільшується протягом 10 діб, а в подальшому так само не змінюється.

Із введенням до тампонажного розчину добавки хлористого кальцію до 2% усадка збільшується в 1,1−1,3 раза порівняно з не армованим цементом. Вочевидь, це зумовлено більш повною гідратацією аліту (C_3S) у цементній суміші. За пластових умов тверднення усадка суміші без домішок збільшується в 1,1–1,5 раза, оскільки в такому разі тужавіння та тверднення відбувається інтенсивніше.

Із введенням до тампонажного розчину добавки ППФ зменшується його усадка. Порівняно з не армованим цементним каменем, за концентрації ППФ понад 0,4% усадка каменя зменшується в 1,3–2 раза в залежності від тривалості тужавіння за нормальних умов, та в 1,3–1,5 раза в пластових умовах. Зафіксовано також, що за пластових умов після 7–10 діб усадка тампонажного каменю не змінюється.

Вочевидь, механізм зменшення усадки зумовлюється фізичними чинниками. Так, зневоднення пор тампонажного каменю внаслідок капілярних явищ призводить до зменшення його об'єму. Поліпропіленова фібра здатна іммобілізовувати воду за рахунок капілярних сил, які виникають на поверхні розподілу «волокно−вода» і сприяють капілярному утриманню води. Структуру волокон ППФ, які утримують навколо себе воду зображено на рис. 6.



а *б*

Рис.6. Структура волокон ППФ під мікроскопом (масштаб 30:1): а – у звичайній воді ; б – у підфарбованій чорнилом воді

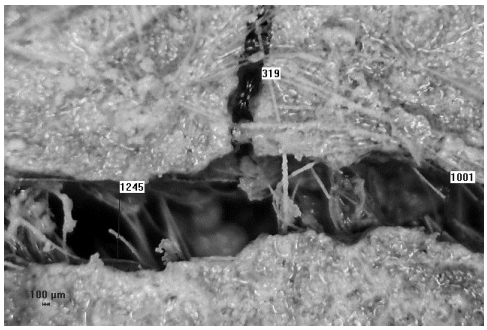


Рис. 7. Фото тріщини армованого тампонажного каменю (масштаб 30:1)

За густини ППФ 910 кг/м^3 та концентрації 0,6% від маси цементу, створюється ефект «зависання» волокон фібри відповідно у воді затворення та в тампонажному розчині. Це сприяє формуванню внутрішнього «каркасу» у тужавіючому цементному розчині (рис. 7), який у подальшому перешкоджатиме вільному перетіканню води, седиментації частинок цементу та сприятиме утриманню води в порах тампонажного каменю що, у свою чергу, зумовить зменшення його усадки.

Висновки

1. На відміну від нормальних умов тверднення, за пластових умов усадка не армованого цементу збільшується в 1,1–1,3 раза, що є однією з причин утворення міжколонного тиску.

2. За пластових умов у початковий період тужавіння/тверднення усадка тампонажного каменю інтенсивніша і завершується за 7−10 діб, а за нормальних умов − за 12−14 діб. За

нормальних умов тверднення усадка тампонажного каменю припиняється впродовж 12−14 діб, за пластових умов − 7−10 діб.

3. Ведення домішок − (0,4−0,6)% ППФ та (2–2,5)% $CaCl_2$ забезпечує зменшення усадки тампонажного каменю при зберіганні протягом 28 діб у 1,4−1,5 раза порівняно не армованим тампонажним розчином, що сприяє підвищенню герметичності заколонного простору та кріпленню свердловини загалом.

В результате анализа состояния крепления скважин на северо-западном шельфе Черного моря установлено, что почти в 30% скважин наблюдается межколонное давление. Приведено результаты исследования интенсивности усадки тампонажного раствора/камня, армированного синтетическими и минеральными волокнами. Установлено, что добавление к цементу полипропиленовой фибры (0,4−0,6%) и хлорида кальция (2%) позволяет уменьшить усадку тампонажного камне 1,5−2 раза в сравнении с цементным раствором ПЦТ-I-50, что позволит улучшить качество цементирования скважин.

Ключевые слова: *скважина, шельф, межколонное давление, цементный камень, усадка, полипропиленовая фибра.*

According to the analyze of well cementing, which has been done in North-West region of Black Sea, the pressure between casing pipes exists in almost 30% of wells. Results of cement stone shrinkage investigations which were reinforced by synthetic and mineral fibre has been produced in the article. It was found out that polypropylene fibre in amount of 0,4–0,6% and 2% of calcium chloride can cause the reduction of cement stone shrinkage 1,5−2 times more if to compare with no-additive cement stone. This mechanism helps to improve quality of well cementing.

Key words: *well, shelf, cement stone, pressure between casing pipes, shrinkage, polypropylene fiber.*

Література

1. Коцкулич Я.С., Лужаниця О.В., Лазаренко О.Г. Попередження міжпластової міграції газу в період цементування свердловин // Буріння нафтових і газових свердловин. − 2002. − №2(3). − С. 23−25.
2. Предотвращение миграции газа в затрубному пространстве цементируемой скважины / Д.К. Лейвон, Э.У. Томас, Х.П. Безнер, Д.К. Толпе // Нефть, газ и нефтехимия за рубежом. – 1980. − №10. − С. 5−9.
3. Булатов А.И., Чудновский Д.М. Методы повышения и оценки качества тампонажных материалов и цементрования скважин: В 3 т. – Краснодар: Просвещение-Юг, 2004. − Т. 3. – 382 с.
4. Боннет А., Демос П., Шугар Л. Миграция газа и взгляд вглубь проблемы // Нефтегазовое обозрение. – М.: Шлюмберже, 1998. – С. 18–33.
5. Гребенщикоов В.М. Разработка и исследование газированной тампонажной суспензии // Автореф. дис. канд. техн. Наук : 25.00.15. – Тюмень, 2010. – 26 с.
6. Гриманюк В.І. Дослідження тріщиностійкості армованого тампонажного каменю для кріплення нафтових і газових свердловин // Наук. вісн. НГУ. – 2014. – №1(139). – С. 5–10.
7. Коцкулич Я.С., Гриманюк В.І. Вибір складу армованих тампонажних розчинів // Наукові праці ДонНТУ. Серія «Гірничо-геологічна». – 2011. – №14(181). – С. 122–126.

Поступила 19.05.14

УДК 621. 922. 026

Ю. П. Линенко-Мельников, канд. техн. наук[1],
И. Ю. Агеева, канд. физ.-мат. наук[1], **С. Е. Агеев**, канд. техн. наук[2]

[1] Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев
[2]Национальный Авиационный Университет, г. Киев, Украина

ВЫСОКОПРОИЗВОДИТЕЛЬНОЕ ШЛИФОВАНИЕ БУРОВЫХ КЛРОНОК АЛМАЗНЫМ ИНСТРУМЕНТОМ

Рассмотрены особенности долотчатых и крестовых твердосплавных буровых коронок, обоснована необходимость их восстановления алмазным инструментом. Предложен метод оценивания различных схем и способов обработки по производительности с учетом условной площади контакта в зоне шлифования.

Обоснована необходимость создания специальных мощных станков и фасонных алмазных кругов на металлической связке. Показано преимущество врезного шлифования применительно к горному инструменту, Определены режимы обработки и характеристика алмазных кругов на металлической связке.

***Ключевые слова**: производительность шлифования, схема взаимодействия круга с изделием, врезное шлифование, засаливание алмазного инструмента, режимы работы.*

Введение

К началу 1975 г. в Советском Союзе была широко внедрена алмазная обработка затупленного металлообрабатывающего твердосплавного инструмента, что приносило огромный экономический эффект, так как позволяло повысить производительность обработки и качество изделий. Было установлено, что на твердосплавных лезвиях резцов не имеются сколы, наблюдавшиеся после их обработки абразивными кругами. Режущие лезвия не имели зазубрин, вместо напряжений растяжения наблюдались напряжения сжатия, что для такого хрупкого материала, как твердый сплав, крайне важно.

Это дало основание первому директору ИСМ В. Н. Бакулю, который был специалистом по твердым сплавам (возглавлял киевский филиал «Оргпримтвердосплав») и в области твердосплавного перфораторного бурового инструмента [1], взяться за решение проблемы восстановления горного инструмента алмазными кругами. Специалисты, исследовавшие шлифование металлорежущего инструмента алмазными кругами, отказывались решать эту проблему, поскольку ширина площадки затупления горного инструмента составляет до 5 мм, в отличие от 0,1 – 0,2 мм. металлообрабатывающего, т.е. в 50 раз больше, что требует снятия большего объема твердого сплава и стали корпуса (2–4 см^3). До решения этой проблемы горный инструмент восстанавливали вручную на точильно-шлифовальных станках абразивными кругами из карбида зеленого кремния. Станки, создаваемые для механизированного восстановления горного инструмента, изнашивались в течение одного-двух месяцев, поскольку микронная абразивная пыль, которая не смачивается охлаждающей жидкостью, способствует полному износу трущихся узлов. При восстановлении горного инструмента вручную неизбежны такие профессиональные заболевания заточников как силикоз и виброболезнь.

Шлифование и доводку металлорежущего инструмента алмазными кругами осуществлялась на станках мощностью до 2 кВт. Для восстановления производительности горного инструмента не ниже, чем при ручной обработке (800–1200 за смену), требуется оборудование мощностью 5–7 кВт. При этом схема взаимодействия инструмента с кругом должна обеспечивать наибольшую площадь контакта и наибольшее количество алмазных зерен, одновременно снимающих обрабатываемый материал.

В этой связи при восстановлении горного инструмента необходимо одновременно снимать твердый сплав и сталь корпуса, а алмазные круги на металлической связке подвержены засаливанию, что проводит к потере режущей способности. Для восстановления коронок применили алмазно-электролитический метод, в соответствие с которым электрические разряды в зоне контакта позволяют очищать круг от налипших частиц металла [3].

Кроме того, очищению круга от засаливания способствует отведение и подведение к его рабочей поверхности обрабатываемого изделия. При этом существенно изменяются динамика взаимодействия алмазных зерен с обрабатываемым материалом и частота колебаний в зоне контакта. Этому способствует также высыхание алмазного круга. Растворенные в СОЖ соли кристаллизуются и сдвигают налипшие частицы стали от связки круга.

Аналитическое исследование

Для сравнительного оценивания различных схем шлифования необходимо выбрать такой критерий, который давал бы наиболее полную его характеристику с позиций производительности. Таким критерием, по нашему мнению, может являться средняя мгновенная контактная площадь $F_y=f(t)$, равная интегральной сумме за цикл и отнесенная к продолжительности цикла T. В дальнейшем будем называть этот параметр условной контактной площадью и рассчитывать по формуле:

$$F_y = \frac{\int_0^T f(t)dt}{T}.$$

Для сравнения кинематических схем шлифования по производительности зададим ограничения, считая, что удельная производительность шлифования, зависящая от режима обработки, физико-механических свойств материала и характеристики абразивных кругов постоянна. В этом случае условная машинная производительность шлифования прямо пропорциональна условной контактной площади.

По признаку кинематического подобия рассматриваемые схемы взаимодействия коронок с абразивным инструментом, показанным на рис. 1, можно разделить на три группы (рис. 2).

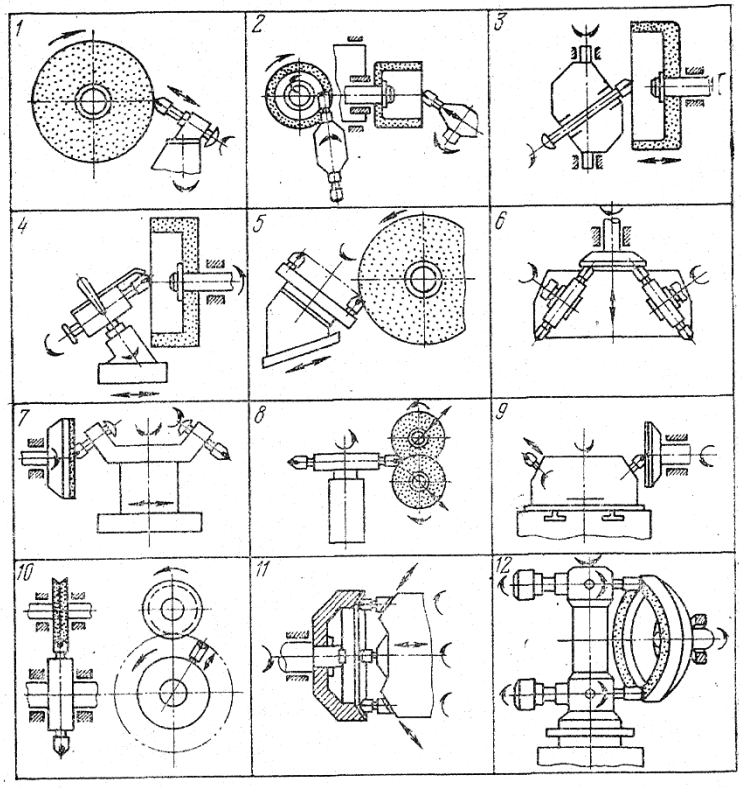


Рис. 1. Кинематические схемы взаимного расположения коронок и абразивного инструмента на существующем и создаваемом заточном оборудовании

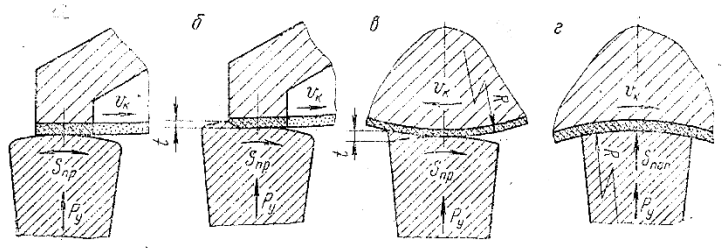


Рис. 2. Способы затачивания коронок на оборудовании: а – группы I (обычное многопроходное шлифование); б, в –группы II (глубинное шлифование); г – группы III (торцевое шлифование); I – с качательным перемещением заточного инструмента относительно абразивного (обычная многопроходная схема шлифования); II – с круговым перемещением коронок на роторных приспособлениях (глубинное шлифование); III – с перемещением заточного инструмента на абразивный (торцево-врезное шлифование)

Условную контрольную площадь для всех рассмотренных схем обработки определяют по формулам, приведенным в табл. 1. Эти формулы можно использовать для расчета $\boldsymbol{F_y}$ различных типов долотчатых буровых коронок. Например КДП, БКПМ, «Истра 20». Отличия расчетов приведены в табл. 1. Сравнив приведенные данные, установили, что наиболее перспективны схемы группы III, а именно, разработанные в ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины схемы 11 и 12 (рис. 1), обеспечивающие обработку одновременно нескольких коронок способом врезного шлифования. При осуществлении этих схем, производительность на порядок выше по сравнению с производительностью в случае применения известных схем.

Таблица 1.**Определение условной контактной площади** F_y

Номер		Формула для определения условной контактной площади F_y	F_y, доли hl	Соотношение контактных площадей $F_y/F_{y\,min}$	F_y, мм^2 (первая переточка)		
группы оборудования	схемы					z	z_1
I	2	$\sqrt{\frac{R\delta}{\sin\alpha/2n_kt_k}-\left(\frac{\delta}{n_kt_k}\right)^2}\,h$	0,23	2,1	104	2	1
	3		0,36	3,3	162	1	1
	4	$\left[\frac{Bl}{A}-\frac{(B+l-A)^2}{4A}\right]h$	0,50	4,5	225	1	1
	7		0,48	4,4	216	2	1
II	5	$\frac{zB}{\pi D_y}hl$	0,64	5,8	288	20	1
	9		0,11	1,0	50	8	1
	6	$\frac{z}{\pi R}\sqrt{2R\frac{\delta}{n_3}-\left(\frac{\delta}{n_3}\right)^2}\,hl$	0,12	1,1	54	16	2
	10		0,32	2,9	144	12	1
	8	$\frac{zB}{\pi R}hl$	1,00	9,1	450	18	2
III	11	zhl	6,0	54,6	2700	6	6
	12	$z\left[\frac{Bl}{A}-\frac{(B+l-A)^2}{4A}\right]h$	1,94	17,6	874	2	2

Примечания: Обозначения в формулах: B – ширина алмазного слоя круга, мм; R – радиус кривизны лезвия коронки, мм; α – угол заострения коронки, град; δ – общий снимаемый припуск в направлении нормали и затачиваемой поверхности, мм; n_k – количество двойных

качаний до полного затачивания одной стороны коронки; z_1 – количество коронок, одновременно находящихся в контакте с абразивным кругом; h – средняя ширина затачиваемой части, мм; n_3 – количество оборотов ротора до полного затачивания одной стороны коронки; z – число коронок в приспособлении; l – длина лезвия коронки, мм; t_k – продолжительность контакта одной стороны коронки с кругом, мин; D_y – установочный диаметр приспособлений, мм; А – амплитуда осциллирующего движения

Аналогично осуществили аналитическое исследование крестовых буровых коронок, широко применяемых для более крепких и трещиноватых горных пород. Кроме того, определяли не только соответствующую производительности условную площадь контакта крестовой коронки с кругом, но и режущую способность инструмента.

Различные схемы взаимодействия крестовых коронок с инструментом показаны на рис. 3. В табл. 2 приведены режимы обработки для схем 1–12, а в табл. 3, режущая способность алмазного инструмента и его условное производство.

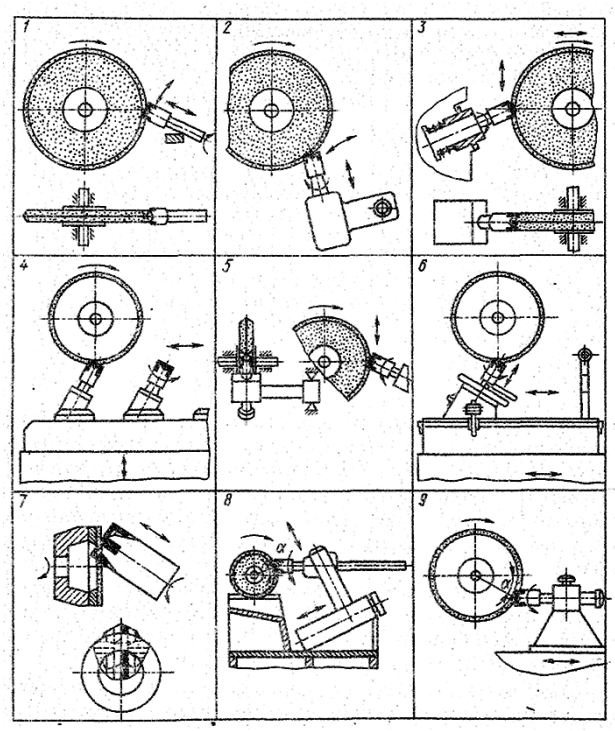


Рис. 3. Схемы затачивания крестовых буровых коронок: 1 – ручное затачивание на точильно-шлифовальном станке ЗС-30; 2 – затачивание одновременно двух смежных граней коронки путем качательного перемещения относительно абразивного круга; 3 – затачивание при возвратно-поступательном перемещении стола с коронкой (станок ВЗ–140); 4, 6 – затачивание коронок с многопозиционной установкой; 5 – обработка с незначительной амплитудой возвратно-поступательных качаний; 7 – затачивание двух диаметрально противоположных граней путем врезного шлифования чашечным алмазным кругом (пат. 200920, Швеция); 8 – затачивание горизонтально расположенных коронок, позволяющее обрабатывать цельнометаллические буры (пат. 373529, США); 9 – затачивание путем врезного шлифования фасонным алмазным кругом

Таблица 2. **Режимы шлифования для различных схем заточного оборудования**

Номер схемы заточки	Режимные параметры
1	Ручная подача, $V_{кр}$ = 25 м/с; $S_{пол}$= 2 мм/мин
2	$S_{пол}$ = 0,1 мм/дв.ход; n = 40 дв.ход/мин; L = 136 мм
3	$S_{пол}$ = 0,1 мм/дв.ход; n = 60 дв.ход/мин; L = 100 мм
4	$S_{пр}$ = 0,25 м/мин; t = 1 мм; L = 60 мм
5	$S_{пол}$ = 0,05-0,1 мм/дв.ход; n = 200 дв.ход/мин; L = 25 мм
6	$S_{пр}$ = 0,25 м/мин; t = 1 мм; L = 40 мм
7	$S_{пол}$ = 10 мм/мин; $S'_{пол}$ = 6 м/мин; t = 1мм; L = 100 мм
8	$S_{пол}$ = 0,1 мм/дв.ход; n = 34 дв.ход/мин; L = 100 мм
9	$S_{пол}$ = 10 мм/мин; $S'_{пол}$ = 6 м/мин; t = 1 мм

Таблица 3. **Режущая способность инструмента и производительность при различных схемах заточного оборудования**

Группа оборудования	Номер схемы затачивания (см. рис. 3)	Режущая способность инструмента		Производительность		$k = Q/Q_p$
		Формула	Q_p, мм^3/мин	Формула	Q_p, мм^3/мин	
I	2	$\frac{FS_{non}Ln}{l}$	2760	FS_{non^n}	320	0,12
	3		3000		480	0,16
	8		1700		270	0,16
II	4	$\frac{FtS_{\text{пр}}}{l}$	3830	$\frac{FtS_{\text{пр}}}{L}$	1020	0,27
	6		3830		1530	0,40
III	1	-	2500–3000	–	2000–2500	0,80
	5	$\frac{FS_{non}Ln}{l}$	890–1260	FS_{non^n}	560–800	0,63
	7	FS_{non}	3400	$\frac{FtS_{non}S'_{non}}{tS'_{non} + LS_{non}}$	2720	0,80
	8	FS_{non}	3400		2830	0,83

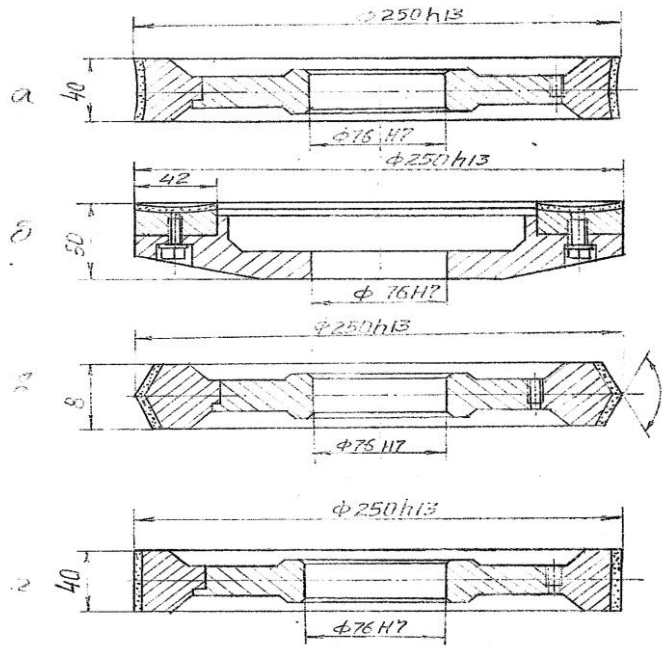


Рис. 4. Схемы фасонных алмазных кругов для восстановления буровых коронок разных типов: а, б – долотчатых; в – крестовых; г – алмазный круг прямого профиля для сравнения

Результаты анализа показывают, что в основу обработки твердосплавного бурового инструмента должно быть положено врезное шлифование, обеспечивающее наибольшую площадь контакта и сокращение времени на вспомогательные перемещения. Это возможно при условии создания алмазного круга с фасонной рабочей поверхностью, которая позволит охватывать криволинейную рабочую поверхность долотчатой коронки и коническую крестовой коронки.

Такие конструкции алмазных кругов и пресс-формы для их изготовления, а также спекание алмазоносного слоя на металлических связках, были разработаны в ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины. Конструкция алмазных кругов показана на рис. 4.

Эффективно использовать алмазные круги можно только при условии изучения их характеристик и режимов работы в процессе съема с них легированной стали и твердого сплава при врезном шлифовании.

Соответствующее экспериментальное исследование осуществили в ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины.

Методика экспериментальных исследований

Как указывалось, исследование осуществляли в ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины. Для этого спроектировали и изготовили экспериментальный стенд, на котором осуществляли врезное и глубинное шлифование с высокой удельной мощностью в режиме непрерывного и прерывающегося контакта круга с заготовкой. Стенд был снабжен установкой, позволяющей изменять продолжительность контакта заготовки с кругом [4]. Усилие подачи составляла 30–

2000 Н, частота прерываний шлифования 30–0,1 мин$^{-1}$. На опытном заводе изготовили алмазные круги 1А1200×15×3×76 с алмазами АС6160/125, концентрацией 100% на связках М1-10 (М04-2), М016 и М2-01 (М1). Частота вращения круга – 2300 об./мин. Фиксировали перемещение заготовки на круг и мощность шлифования.

Результаты исследования и их обсуждение

Аналитические и экспериментальные исследования (табл. 4) показали, что восстановление бурового твердосплавного инструмента возможно. Для этого необходимо применить врезное шлифование, обеспечивающее наибольшую площадь в зоне контакта при минимальных холостых перемещениях. Этому способствует использование технологического тока, которое позволяет эффективно очищать алмазный инструмент от засаливания, а также применение фасонного алмазного инструмента и мощных заточных станков (5–10 кВт), что позволяет обрабатывать одновременно несколько коронок.

Таблица 4. **Энергоемкость и производительность врезного шлифования**

Параметр	Единица измерения	Значение при усилии подачи, Н	
Усилие подачи	Н	100	300
Связка круга	–	М-10; М016	М-10; М016; М2-01
Обработка при постоянной подаче	$\frac{кВт * ч}{см^3}$	36,0; 72,0	33,6; 57,6; 76,8
	$\frac{см^3}{мин}$	1,2; 0,6	4,8; 2,8; 2,0
Обработка при прерывистой подаче	$\frac{кВт * ч}{см^3}$	43,2; 60,0	31,2; 42,0; 46,8
	$\frac{см^3}{мин}$	1,0; 0,7	5,4; 4,0; 3,5

Аналогичное аналитическое исследование осуществили с крестовыми буровыми коронками, широко применяемыми для более крепких и трещиноватых горных пород. Для крестовых коронок определяли не только соответствующую производительность, условную площадь контакта крестовой коронки, но и режущую способность инструмента.

Показаны различные схемы взаимодействия крестовых коронок с абразивным инструментом на рис. 3. Режимы обработки коронок для указанных схем 1–9 приведены в табл. 2. Режущая способность алмазного инструмента и его условная производительность в табл. 3.

Литература

1. Бакуль В.Н., Кравцов М.М. Горный инструмент для бурения шпуров. Харьков, М.: Металлургиздат, 1952. – 282 с.
2. Гнусарев В.Ф., Кудря Н.А. Влияние абразивного затачивания на прочностные характеристики металлокерамических твердых сплавов. – Горный журн. – 1969, №5. – с. 40–43.
3. Студентский Е.И., Богатырев В.И., Кадышев Н.Т. Электроалмазное шлифование. М.: Машиностроение, 1971. – 80 с.
4. А.С. № 931393 (СССР) Станок для врезного, глубинного шлифования алмазно-абразивным инструментом. / Г.И. Рудник, Ю.П. Линенко-Мельников, В.В. Евдокименко. – Опубл. в БИ, 1982. – № 20.
5. Линенко-Мельников Ю.П., Рудник Г.И. Влияние характера контактирования на производительность врезного алмазного шлифования // Сверхтвердые матер. – 1991. – № 13. – С. 47–50.

Поступила 03.06.14

УДК 622.245.23

Р. В. Рачкевич

Івано-Франківський Національний технічний університет нафти і газу, Україна

ВПЛИВ КРУТНОГО МОМЕНТУ НА ВІДХИЛЯЮЧЕ ЗУСИЛЛЯ НА ДОЛОТІ

Метою публікації є розроблення аналітичного методу оцінки впливу крутного моменту на величину відхиляючого зусилля на долоті.

Для розрахунку використана модель просторової деформації гнучкого стержня. Зокрема, складена, враховуючи властивості навантаження низу бурильної колони, і чисельно розв'язана система диференціальних рівнянь рівноваги гнучкого стержня в проекціях на рухомі осі.

В результаті отримана можливість визначати дві взаємно перпендикулярні складові відхиляючого зусилля на долоті, величина яких, окрім іншого, залежить від крутного моменту.

***Ключові слова**: відхиляюче зусилля на долоті, низ бурильної колони, напружено-деформований стан, гнучкий стержень.*

Сьогодні чітко проглядається тенденція до збільшення об'ємів буріння похило скерованих та горизонтальних свердловин. За таких обставин, окрім іншого, ставляться надзвичайно високі вимоги до дотримання проектного профілю стовбура. Серед основних чинників, які впливають на напрям руху долота в пласті є відхиляюче зусилля. Саме його величина та напрям суттєво обумовлюють форму осі свердловини.

Одним із методів оцінки відхиляючого зусилля є аналітичний. В його основі лежить визначення напружено-деформованого стану низу бурильної колони [1; 2]. В якості розрахункових схем зазвичай вибирається модель згину балки в площині. Як показує практика будівництва свердловин, такий підхід показав свою життєздатність та не погану відповідність реальним умовам експлуатації. Проте він має і ряд недоліків, одним із яких є неможливість оцінки впливу величини реактивного крутного моменту на долоті на значення та напрям відхиляючого зусилля. В даній роботі запропоновано метод аналізу просторової деформації низу бурильної колони, який дає можливість врахувати цей вплив.

Для аналізу деформації низу бурильної колони скористаємося теорією згину гнучких стержнів. Відтак система векторних диференціальних рівнянь рівноваги матиме вигляд [3]

$$\frac{\tilde{d}\mathbf{Q}}{d\varepsilon} + \boldsymbol{\chi}\times\mathbf{Q} + \mathbf{P} = 0, \tag{1}$$

$$\frac{\tilde{d}\mathbf{M}}{d\varepsilon} + \boldsymbol{\chi}\times\mathbf{M} + \mathbf{e}_1\times\mathbf{Q} + \mathbf{T} = 0, \tag{2}$$

$$\mathbf{M} = A\left(\boldsymbol{\chi} - \boldsymbol{\chi}_0^{(1)}\right), \tag{3}$$

$$L\frac{\tilde{d}\vartheta}{d\varepsilon} + L_2\boldsymbol{\chi}_0^{(1)} - A^{-1}\mathbf{M} = 0, \tag{4}$$

$$\frac{\tilde{d}\mathbf{u}}{d\varepsilon} + \boldsymbol{\chi}\times\mathbf{u} + (l_{11}-1)\mathbf{e}_1 + l_{21}\mathbf{e}_2 + l_{31}\mathbf{e}_3 = 0, \tag{5}$$

де **Q** та **M** – вектори внутрішніх сил та моментів; ε – безрозмірна криволінійна координата; **P**, **T** – вектори зовнішніх сил та моментів; $\boldsymbol{\chi}$, $\boldsymbol{\chi}^{(1)}_0$ – вектор поточної та початкової кривизни стержня; $\mathbf{e}_1$, $\mathbf{e}_2$, $\mathbf{e}_3$ – одиничні вектори рухомої системи координат (системи координат, напрям осей якої співпадає з напрямом головних осей інерції поперечного перерізу стержня); A – матриця жорсткостей стержня; L, L_2 – матриці переходу між векторними базисами; ϑ – вектор кута повороту рухомої системи координат відносно початкового положення; **u** – вектор переміщення; l_{11}, l_{21}, l_{31} – елементи матриці L.

В свою чергу вектори **P** та **T** визначаються за формулами [3]

$$\mathbf{P} = \mathbf{q} + \sum_{i=1}^{n} \mathbf{P}^{(i)} \delta(\varepsilon - \varepsilon_i),$$

$$\mathbf{T} = \mu + \sum_{\upsilon=1}^{\rho} \mathbf{T}^{(\upsilon)} \delta(\varepsilon - \varepsilon_\upsilon),$$

де **q** – вектор розподіленої сили; $\mathbf{P}^{(i)}$ – вектор зосередженої сили; **μ** – вектор розподіленого моменту; $\mathbf{T}^{(\upsilon)}$ – вектор зосередженого моменту; ε_i, ε_υ – безрозмірні криволінійні координати прикладання відповідних векторів.

Для практичної реалізації систему (1)–(5) зручно подавати в проекціях на осі рухомої системи координат [3]. Для цього розглянемо детальніше компоненти векторів зовнішніх сил та моментів, які діють на ділянку бурильної колони згідно з розрахунковою схемою (рис. 1).

Приймемо, що верхній кінець гнучкого стержня (ε = 0) защемлений, нижній (ε = 1) – вільний. Також до нижнього кінця прикладені слідкуючі зосереджені сили: $P_1^{(1)}$ – осьова сила, яка відображає навантаження на долото; $P_2^{(1)}$ – вертикальна складова відхиляючого зусилля; $P_3^{(1)}$ – горизонтальна складова відхиляючого зусилля. Величини сил $P_2^{(1)}$ та $P_3^{(1)}$ визначаються з наступним умов

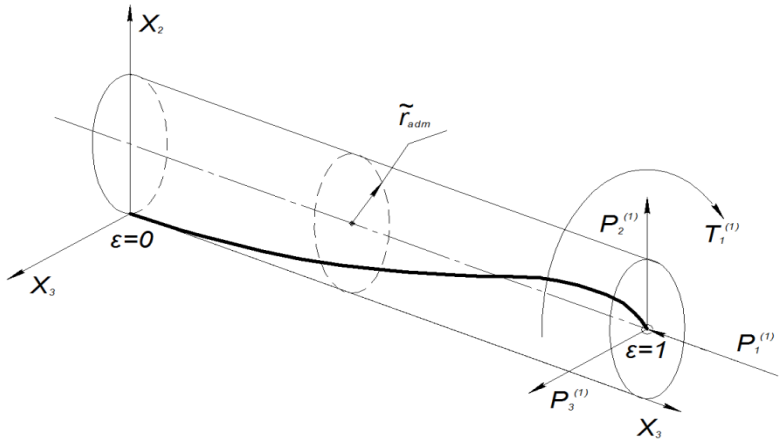


Рис. 1. Розрахункова схема ділянки низу бурильної колони

$$u_{x2}(1) = \tilde{r}_{adm},$$

$$u_{x3}(1) = 0,$$

де $u_{x2}(1)$, $u_{x3}(1)$ – проекції вектора переміщення на осі нерухомої системи координат; $\tilde{r}_{adm}$ – безрозмірна величина радіального зазору, яка рівна

$$\tilde{r}_{adm} = \frac{D-d}{2l_b},$$

де D, d – діаметр свердловини та зовнішній діаметр бурильної колони відповідно; l_b – довжина ділянки низу бурильної колони, що розглядається.

Величина l_b розраховується виходячи із наступних умов

$$M_2(0) = 0, \;\; M_3(0) = 0.$$

Реактивний крутний момент на долоті позначено через $T_1^{(1)}$.

Для можливості застосування розробленого методу до нахилених ділянок свердловин, вагу одиниці довжини бурильної колони розкладемо на дві компоненти: осьову q_{x1} та нормальну q_{x2}, які відповідно рівні

$$q_{x1} = q_{dc} \cos\alpha,$$

$$q_{x2} = q_{dc} \sin\alpha,$$

де q_{dc} – безрозмірна приведена вага одиниці довжини бурильної колони в промивальній рідині; α – зенітний кут свердловини.

Відтак проекції вектора розподіленої сили на осі рухомої системи координат будуть рівні

$$q_1 = q_{x1} l_{11} + q_{x2} l_{12},$$

$$q_2 = q_{x1} l_{21} + q_{x2} l_{22},$$

$$q_3 = q_{x1} l_{31} + q_{x2} l_{32},$$

де l_{12}, l_{22}, та l_{32} – компоненти матриці L переходу між векторними базисами [3].

Крайові умови для розв'язання системи (1)–(5) запишемо у вигляді

$$u_1(0)=0,\ u_2(0)=0,\ u_3(0)=0,\ \vartheta_1(0)=0,\ \vartheta_2(0)=0,\ \vartheta_3(0)=0,$$
$$Q_1(1)=P_1^{(1)},\ Q_2(1)=P_2^{(1)},\ Q_3(1)=P_3^{(1)},\ M_1(1)=T_1^{(1)},\ M_2(1)=0,\ M_3(1)=0,$$

де $u_i(\varepsilon)$, $Q_i(\varepsilon)$, $M_i(\varepsilon)$ – проекції вектора переміщення, поперечної сили та згинального моменту на осі рухомої системи координат; i = 1, 2, 3.

За допомогою математичного середовища «Waterloo Maple» проаналізуємо напружено-деформований стан низу бурильної колони, що складається із збалансованих обважнених бурильних труб (ОБТС 203×71). Тож вихідні дані наступні: D = 0,2953 м, d = 0,2032 м, d_1 = 0,0701 м (d_1 - внутрішній діаметр бурильної колони), α = 30°.

Результати розрахунку подано у таблиці 1.

Таблиця 1. **Результати аналізу напружено-деформованого стану низу бурильної колони**

Осьова сила, кН	Крутний момент, кНм	Вертикальна складова відхиляючого зусилля, Н	Горизонтальна складова відхиляючого зусилля, Н
0	0	6300	0
0	40	6300	-191
0	80	6300	-382
100	0	6600	0
100	40	6600	-193
100	80	6600	-387
150	0	6750	0
150	40	6750	-197
150	80	6750	-396

Загалом, за відсутності крутного моменту деформація бурильної колони відбувається в одній площині. В даному випадку це площина X_10X_2. Відтак відхиляюче зусилля складається тільки з компоненти, що паралельна осі X_2. Якщо ж до вільного кінця прикласти реактивний крутний момент, деформація стає просторовою і, як наслідок, з'являється горизонтальна складова відхиляючого зусилля. Це, в свою чергу, зумовлюватиме викривлення осі стовбура як в площині X_10X_2 так і у площині X_10X_3, що необхідно враховувати при проектуванні похило скерованих та горизонтальних свердловин.

Цель публикации состоит в разработке аналитического метода оценки влияния крутящего момента на величину отклоняющего усилия на долоте.

Для расчета использована модель пространственной деформации упругого стержня. В частности, составлена, учитывая особенности нагружения низа бурильной колонны, и численно решена система дифференциальных уравнений равновесия упругого стержня в проекциях на связанные оси.

В результате получена возможность определять две взаимно перпендикулярные компоненты отклоняющего усилия на долоте, величина которых, помимо прочего, зависит от крутящего момента.

***Ключевые слова**: отклоняющее усилие на долоте, низ бурильной колонны, напряженно-деформированное состояние, упругий стержень.*

Objective of this publication is development of analytical method for estimation of torsion moment influence on deflecting load on bit.

Three dimension model of elastic beam deformation is used. System of differential equations of elastic beam equilibrium in projections on moving axles is prepared depend on peculiarity of drill string bottom load. This system was solved by numerical method.

Possibility to define of two orthogonally related components of deflecting load on bit was received as result. Value of these components depends on torsion moment.

***Key words**: deflecting load on bit, drill string bottom, intense-deformed state, elastic beam.*

Література

1. Гречин Е.Г., Овчинников В.П., Панов К.Е. Анализ работы стабилизирующих компоновок на скважинах Уренгойского газоконденсатного месторождения // Бурение и нефть. – 2005. – № 5. – С. 29–31.
2. Янтурин Р.А. Совершенствование методов расчетов параметров компоновок низа бурильной колонны и их элементов для безориентированного бурения: автореф. дис. на стиск. уч. ст. канд. тех. наук: спец. 05.02.13. Технология бурения скважин. – Уфимский государственный нефтяной технический університет, 2005. – 20 с.
3. Светлицкий В.А. Механика стержней: Учеб. для втузов. В 2-х ч. Ч. 1. Статика. – М.: Высш. шк., 1987. – 320 с.

УДК 622.24.051.64

А. А. Каракозов, канд. техн. наук[1], **М. С. Попова**[1], **С. Н. Парфенюк**[1],
Р. К. Богданов, **А. П. Закора**, кандидаты технических наук[2]

[1] Донецкий национальный технический университет, Украина
[2] Институт сверхтвёрдых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, Киев, Украина

ИССЛЕДОВАНИЯ И РАЗРАБОТКА КОНСТРУКЦИИ ОДНОСЛОЙНОЙ БУРОВОЙ КОРОНКИ С СИНТЕТИЧЕСКИМИ МОНОКРИСТАЛЛАМИ АЛМАЗА

Приведены результаты разработки однослойных алмазных коронок, оснащённых монокристаллами зернистостью 1600/1250 мкм с повышенной термостойкостью, синтезированными в ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины. Создание коронок основано на результатах моделирования тепловых и гидравлических процессов, а также механического нагружения. При моделировании учитывались особенности работы отдельных алмазов, а также влияние на температурный режим частоты вращения бурового снаряда, интенсивности подачи промывочной жидкости и конструктивных особенностей коронки. Данные моделирования положены в основу разработки новых коронок БСО-1, прошедших предварительные испытания в производственных условиях.

***Ключевые слова**: однослойная алмазная коронка, синтетические алмазные монокристаллы, моделирование работы алмазной коронки, температурный режим алмазной коронки.*

Потребность геологоразведочной отрасли в новых видах алмазного породоразрушающего инструмента для бурения в породах средней крепости может быть реализована за счёт создания новых видов однослойных коронок, оснащённых крупными синтетическими алмазными монокристаллами с повышенной термостойкостью (до 1150 °С). В то же время, рекомендации и расчётные модели, имеющиеся для однослойных алмазных коронок, были созданы достаточно давно и часто имеют приближённый характер.

На современном этапе разработка новых коронок может быть обеспечена современными уточнёнными компьютерными моделями различных процессов протекающих при взаимодействии алмазных резцов с горной породой на забое скважины. При этом каждый

алмаз коронки при взаимодействии с горной породой может быть рассмотрен как отдельный элемент единой системы, в которой происходят взаимосвязанные механические, тепловые и гидравлические процессы.

Поэтому разработка новых алмазных коронок производилась на основании комплекса исследований, в процессе которых определялись:

- нагрузки, действующие на каждый алмаз при взаимодействии коронки с породой;
- механические напряжения в алмазах, матрице и корпусе коронки с учётом действующей осевой нагрузки и крутящего момента;
- поле скоростей жидкости при промывке забоя с учётом вращения коронки;
- температура на контакте алмазов с породой и температурное поле в теле коронки с учётом циркуляции промывочной жидкости на забое скважины.

В процессе исследований рассматривались только однослойные алмазные коронки с радиальной раскладкой, которая общепризнано считается наиболее эффективной.

На первом этапе определялась нагрузка на отдельные алмазы секторов коронки, пропорциональная слою снимаемой ими породы. Толщина слоя породы, снимаемая алмазом, зависит от его месторасположения в секторе, количества алмазов и вида их раскладки в коронке. Поэтому коронки с радиальной раскладкой были условно разделены на два типа по характеру расположения алмазов первого и последнего радиальных рядов сектора: на разных линиях резания (I тип) и на одних линиях резания (II тип). Соответствие коронки тому или иному типу определяет характер нагрузок на конкретные алмазы в зависимости от конструкции коронки. Наиболее равномерно распределяется нагрузка на алмазы коронки I типа. Толщина слоя породы, который снимают алмазы первого и второго радиального ряда одинаковая, но больше чем толщина слоя, снимаемого третьим и последующими рядами не менее чем в 2 раза, причем, чем больше рядов в секторе, тем больше эта разница. Сложнее распределяется нагрузка на алмазы в коронках II типа. В них два первых радиальных ряда нагружены не одинаково, максимальная нагрузка приходится на алмазы второго радиального ряда и превышает нагрузку на алмазы третьего и последующих радиальных рядов более чем в 3 раза (по сравнению с раскладкой I типа этот показатель больше примерно на 25%) [1–3].

Чем больше радиальных рядов в секторе коронки, тем меньше будут задействованы в работе алмазы последних радиальных рядов сектора. Неравномерность распределения нагрузки ведет к преждевременному износу части алмазов, расположенных в передней части сектора, что снижает технико-экономические показатели применения коронки. Кроме того, при большой длине сектора повышается вероятность накопления шлама под его сбегающей частью. Поэтому следует ограничивать количество радиальных рядов в коронке, при этом в радиальных рядах, расположенных ближе к концу сектора, можно использовать алмазное сырьё, имеющее более низкие прочностные характеристики.

Таким образом, алмазы в секторе могут отличаться по качеству в зависимости от типа раскладки и своего расположения в секторе. В первом рабочем ряду сектора всегда нужно использовать более прочные алмазы, а для последующих рядов возможно использование алмазов партий меньшей прочности. В этом случае обеспечивается рациональное использование алмазного сырья при сохранении качества работы коронки. Верхний предел осевой нагрузки на коронку определяется значением разрушающей нагрузки менее прочных алмазов, т.е. алмазов, расположенных в последнем радиальном ряду сектора.

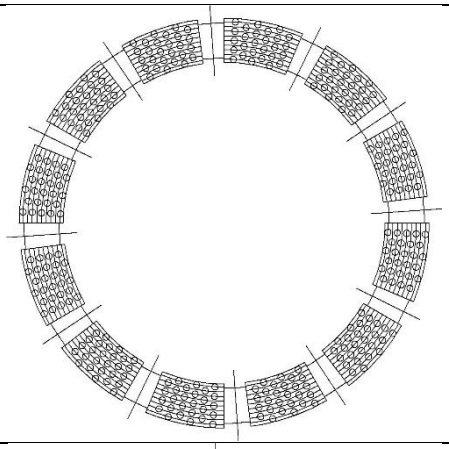
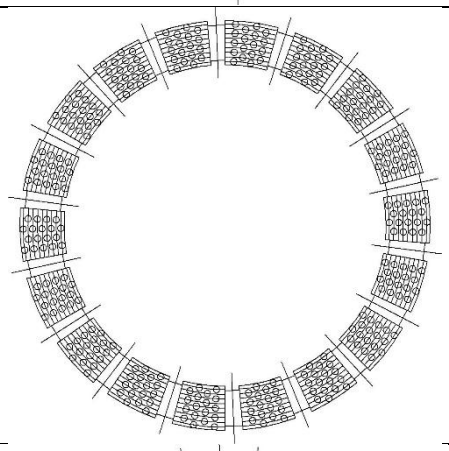
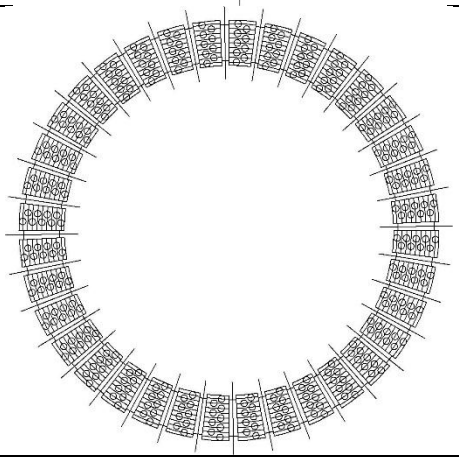
Одинаковая же толщина слоя породы, снимаемого каждым алмазом, наблюдается лишь при использовании коронок I типа с двумя радиальными рядами в секторе [2].

В табл. 1 показаны возможные величины толщины слоя породы, срезаемого алмазами первого и второго радиальных рядов сектора по сравнению с алмазами третьего и последующих рядов для исследуемых коронок I типа, принятых в качестве основных прототипов при создании новых коронок.

Учитывая различную толщину снимаемого слоя породы и окружную скорость для каждого

алмаза, можно определить забойную мощность на отдельном алмазе, которая будет различна для алмазов даже одного радиального ряда. Как следствие, алмазы и торец коронки будут неравномерно нагреваться в процессе бурения. Кроме того, на распределение температуры будет существенно влиять жидкость, циркулирующая в промывочной системе коронки.

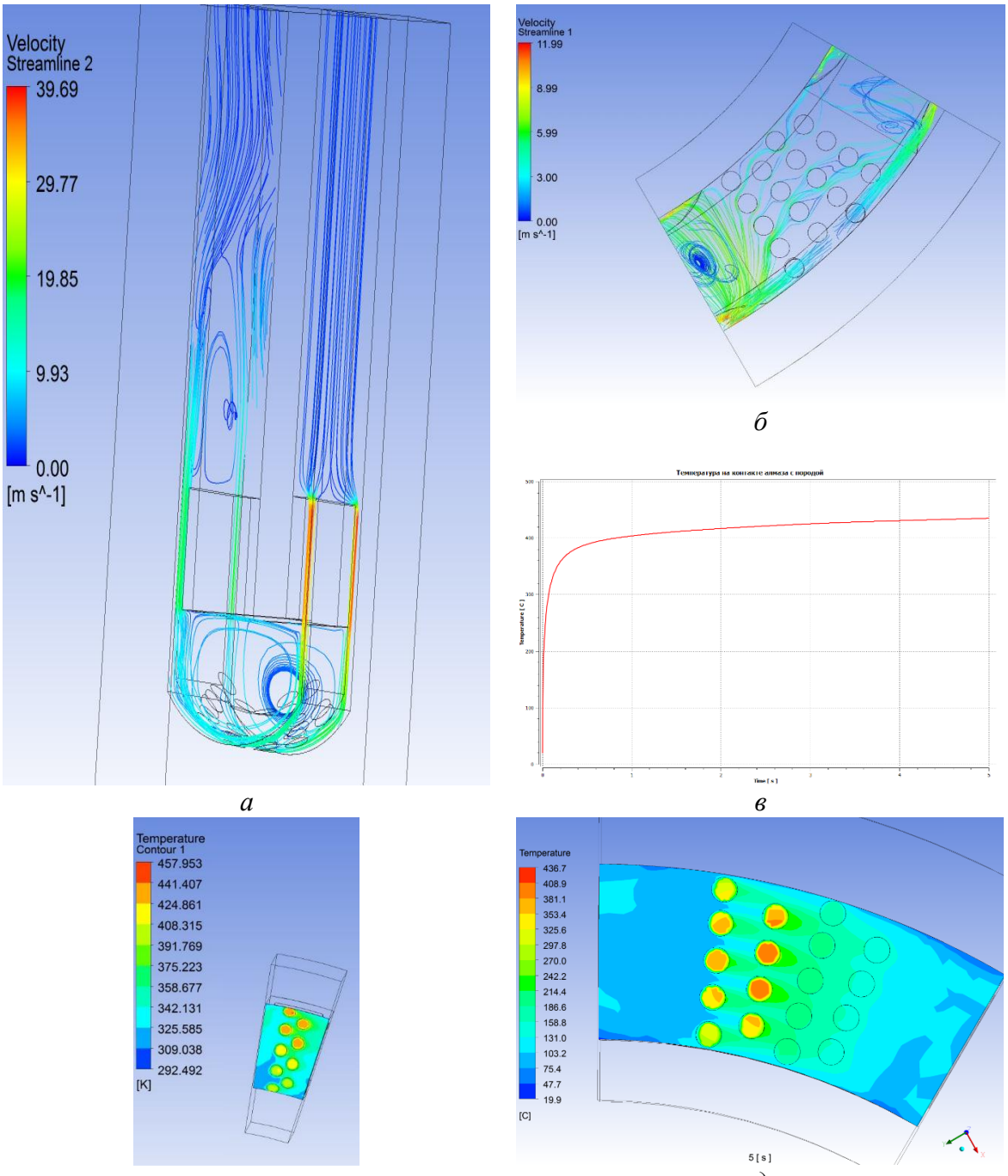
Таблица 1. **Толщина слоя породы, срезаемая алмазами однослойных коронок диаметром 93 мм с 324 алмазами**

Схема торца коронки	l_a, мм	Толщина слоя породы, мм		h_1/h_2
		h_1	h_2	
	5,13	0,022	0,002	11
	4.79	0,015	0,0019	7,9
	–	0,0087	0,0087	1

Примечание: l_a – расстояние между алмазами в секторе по линии резания; h_1 и h_2 – соответственно, толщина слоя породы, срезаемого алмазами первого и второго (и последующих) рабочего ряда при установившемся режиме разрушения породы; $h_{об}$ – углубка за оборот.

Для детального исследования температурных процессов на контакте алмазов с породой на

забое скважины было проведено моделирование тепловых и гидравлических процессов, протекающих при бурении на забое скважины. Результаты моделирования (рис. 1) показали, что алмазы первых радиальных рядов многорядных секторов сильнее омываются промывочной жидкостью, которая поступает в промывочный канал, и, следовательно, охлаждаются лучше, чем более отдаленные от промывочного канала алмазы вторых радиальных рядов. Поэтому алмазы второго радиального ряда каждого сектора подвергаются наибольшему нагреву и износу, и при прочих равных условиях они первыми будут выходить из строя.



а *б* *в* *г* *д*

Рис. 1. Примеры результатов моделирования тепловых и гидравлических процессов, протекающих на забое скважины: а – линии тока промывочной жидкости в пределах сектора коронки; б – течение жидкости на забое; в – график изменения температуры алмаза; г – температура алмазов коронки с двухрядным сектором; д – температура алмазов коронки с четырёхрядным сектором



Рис. 2. Опытный образец коронки БСО-1

Следовательно, в коронках с многорядными секторами целесообразно в качестве алмазов первых двух радиальных рядов сектора использовать более прочные алмазы, причем наиболее термостойкими должны быть алмазы второго ряда.

Лишь алмазы коронки с двумя радиальными рядами в секторе равномерно омываются и охлаждаются промывочной жидкостью, что является одним из преимуществ данной конструкции коронки.

При одной и той же углубке за оборот температура нагрева алмазов коронки с двумя радиальными рядами в секторе в 1,3–3 раза меньше чем у коронки с четырьмя радиальными рядами (табл. 2), однако эта разница резко уменьшается с увеличением частоты вращения, практически исчезая при частотах свыше 800 мин $^{-1}$.

С учётом результатов моделирования для дальнейшей конструкторской проработки были выбраны коронки с двумя и четырьмя рядами алмазов в секторе.

Таблица 2. **Максимальная температура (°С) нагрева алмазов сектора для различных конструкций коронки и частот вращения (при осевой нагрузке 20 кН, подаче промывочной жидкости 40 дм^3/мин)**

Количество радиальных рядов в секторе	Температура нагрева, °С		
4	579*	436**	241***
2	457*	132**	78***

Примечание: * – при частоте вращения 600 мин$^{-1}$; ** – при частоте вращения 400 мин$^{-1}$; *** – при частоте вращения 200 мин$^{-1}$

На первом этапе, учитывая имеющиеся в ИСМ технологические возможности производства алмазных коронок, разработана конструкция однослойной коронки БСО-1 диаметром 93 мм, оснащенной термостойкими монокристаллическими алмазами с размером зерна 1,6/1,25 мм (рис. 2).

Рабочая часть коронки состоит из двенадцати секторов, разделены прямыми промывочными окнами длиной 8 мм, с четырьмя радиальными рядами алмазов. Особенностью конструкции данной коронки является оснащение радиальных рядов ее рабочего торца алмазными зернами различной прочности, т. е. прочность алмазных зёрен понижается от первого ряда к последнему ряду сектора.

Для коронки методом конечных элементов дополнительно определялись механические напряжения в алмазах, матрице и корпусе с учётом действующей осевой нагрузки и крутящего момента (рис. 3), что позволило оценить её прочность при различных режимах бурения.

Опытные образцы разработанной коронки БСО-1 диаметром 93 мм испытывались на объектах ГГП «Донецкгеология». Испытания проводились при бурении скважин установкой УКБ-4С в породах VII-IX категории по буримости с использованием одинарного колонкового снаряда. Результаты сравнительных испытаний коронок БСО-1 и 01А3 приведены в табл. 3.

Таблица 3. **Результаты испытаний коронок типа БСО-1 и 01А3**

Тип коронки	Количество, шт.	Средние показатели бурения	
		Механическая скорость, м/ч	Проходка на коронку, м
БСО-1	5	2,5	15,4
01А3	5	1,5	9,4

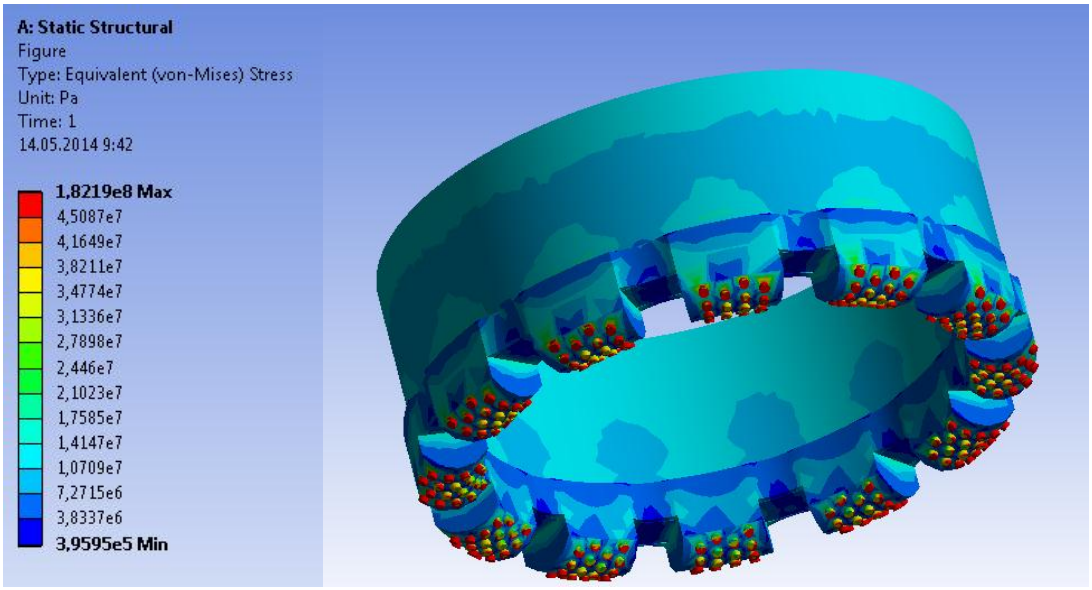


Рис. 3. Пример определения механических напряжений в алмазах, матрице и корпусе коронки с учётом действующей осевой нагрузки и крутящего момента

Результаты испытаний показали, что по сравнению с серийно выпускаемой коронкой 01А3 коронка БСО-1 обеспечила повышение механической скорости бурения в 1,67 раза. Проходка на коронку также увеличилась в 1,64 раза.

Полученные результаты также предварительно подтвердили возможность использования различного по прочности алмазного сырья в секторе, что позволяет оптимизировать расход монокристаллов разных групп прочности при изготовлении коронки [3].

Приведені результати розробки одношарових алмазних коронок з монокристалами зернистістю 1600/1250 мкм з підвищеною термостійкістю, які були синтезовані в ІНМ ім. В.М. Бакуля НАН України. Створення коронок базується на результатах моделювання теплових і гідравлічних процесів, а також механічного навантаження. При моделюванні враховувалися особливості роботи окремих алмазів, а також вплив на температурний режим частоти обертання бурового снаряда, інтенсивності подачі промивальної рідини і конструктивних особливостей коронки. Дані моделювання покладені в основу розробки нових коронок БСО-1, які пройшли попередні іспити в виробничих умовах.

Ключові слова: *одношарова алмазна коронка, синтетичні алмазні монокристали, моделювання роботи алмазної коронки, температурний режим алмазної коронки.*

The results of development single-layer diamond core bits equipped with single crystals grit 1600/1250 microns with high thermal stability synthesized in ISM by VN Bakul NAS Ukraine. Bit design is based on the results of modeling of thermal and hydraulic processes, as well as mechanical

loading. Simulation reflects the specificity of individual diamond crystals, as well as the influence on the temperature of drill rate, drilling fluid flow rate and the design features of the bit. Simulation data as the basis for the development of new crowns BSO-1, passed preliminary tests in a production environment.

***Key words**: single-layer diamond core bit, synthetic diamond single crystals of diamond core bit modeling, temperature control of the diamond core bit.*

Литература

1. О процессе взаимодействия алмазов с забоем скважины при работе однослойных коронок / А. А. Каракозов, М. С. Попова, Р. К. Богданов, А. П. Закора // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – Вып. 14. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля, НАН Украины, 2011. – С. 78–85.
2. Определение максимальной углубки алмазных резцов однослойных коронок с радиальной раскладкой / А. А. Каракозов, М. С. Попова, С. Н. Парфенюк, Р. К. Богданов, А. П. Закора // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения / Сб. науч. тр. – Вып.15, – Киев: ИСМ им. В. Н. Бакуля, НАН Украины, 2012. – С. 203–206.
3. Моделирование работы алмазных резцов однослойных коронок на забое и оценка влияния схемы раскладки алмазов на механическую скорость бурения / А.А. Каракозов, М.С. Попова, С.Н. Парфенюк, Р.К. Богданов, А.П. Закора // Наукові праці ДонНТУ, серія «Гірничо-геологічна». Випуск 16 (206). – Донецьк, ДонНТУ, 2012. – С. 162–166.

Поступила 10.07.14

УДК 622.24 (085). (477.62)

А. М. Исонкин, **Т. М. Дуда**, **Г. Д. Ильницкая**, кандидати технических наук

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

ВЛИЯНИЕ ПЕРЕХОДНОЙ ЗОНЫ «АЛМАЗ–ПОКРЫТИЕ–МЕТАЛЛИЧЕСКАЯ СВЯЗКА» НА ИЗНОСОСТОЙКОСТЬ МАТЕРИАЛА МАТРИЦЫ АЛМАЗНЫХ БУРОВЫХ КОРОНОК

Показано влияние переходной зоны «алмаз–покрытие–материал матрицы», сформированной одно- и двухслойным металлическим тугоплавким покрытием высокопрочных алмазов на износостойкость композита алмаз – WC–Co–Cu.

Ключевые слова: *металлизация, тугоплавкое покрытие, синтетические алмазы, материал матрицы, износостойкость.*

Введение

Анализ данных о перспективах развития геологоразведочного бурения как области применения алмазного породоразрушающего инструмента повышенной работоспособности является одним из наиболее нужных, но и наиболее сложным с точки зрения условий его работы.

Алмазный породоразрушающий инструмент представляет собой макрокомпозит, в котором алмазы закреплены в металлической матрице. Опыт эксплуатации такого инструмента показывает, что 30–95% алмазов выпадают из матрицы, не достигая

значительного износа. Это связано с тем, что используемые технологии и связки не обеспечивают надежного закрепления зерен в металлической связке матрицы инструмента. При этом отмечается прямая связь между прочностью закрепления алмазов в матрице инструмента и его эксплуатационными показателями [1–4].

В качестве связки матрицы алмазных буровых коронок в большинстве случаев используют шихту WC–Co, пропитанную медью или ее сплавами, не смачивающими поверхность алмаза. При этом краевой угол смачивания составляет около 140°, а адгезия жидкой меди к алмазу незначительна и приближается к значению 200 мДж/м^2.

Надежность алмазоудержания и работоспособность инструмента в целом в значительной степени определяется природой контактного (переходного) слоя между алмазом и матрицей.

Высокую энергию связи с алмазной поверхностью дают металлы, химически взаимодействующие с углеродом. В этом смысле предпочтителен ряд таких переходных металлов, как Ti, Cr, V, W, Mo, Fe, Co, и др., которые в чистом виде или в виде небольших добавок к неактивным элементам обнаруживают значительную адгезионную активность при контакте с алмазом, растворяют в жидком состоянии значительные количества углерода и образуют с ним прочные соединения – карбиды. Весьма высокую адгезионную активность проявляет титан. Малая его присадка в медно-оловянный сплав, также несмачивающий алмаз (θ = 130–140°), в количестве 5–20% приводит к резкому снижению значений краевого угла смачивания до 20–30° и возрастанию работы адгезии до 2000 мДж/м^2. При введении в медь хрома в количестве более 0,1% наблюдалось смачивание образующимися бинарными сплавами алмазной пластины. Продуктом взаимодействия при этом является карбидная фаза с микротвердостью до 14200–15000 МПа, формирующаяся на границе алмаза с металлом или сплавом и растущую в сторону жидкого расплава от контактной поверхности [5].

Микрорентгеноспектральным анализом контактной границы алмаз–покрытие при нанесении последнего из расплавов химически активных к алмазу сплавов установлено образование переходных карбидных зон толщиной от 3–4 до 10–12 мкм. На границе алмаз-медно-хромовый сплав обнаружена переходная зона, состоящая из различных карбидов хрома: Cr_3C_2, Cr_7C_3, $Cr_{23}C_6$. При взаимодействии алмаза в интервале температур 1150–1350 °С с медно-титановым расплавом или таким же расплавом, обогащенным дополнительно хромом, марганцем, железом, никелем и кобальтом, кроме переходного слоя, состоящего из карбида титана, предполагается образование в контактной зоне богатых углеродом карбидов марганца Mn_5C_2 и Mn_7C_3. Нанесение покрытий из W, Nb, Mo методом плазменного напыления при температуре 1000–1500 °С приводит также к формированию переходной зоны и образованию соответствующих карбидов [6].

В последние годы одним из наиболее эффективных направлений повышения износостойкости алмазного породоразрушающего инструмента является применение для его оснащения высокопрочных алмазов с предварительно выполненными на них металлическими покрытиями из адгезионно-активных по отношению к ним металлов [7]. К ним относятся тугоплавкие покрытия на основе таких химических элементов как Ti, Cr, W, Ni, Mo и др.

С учетом изложенного основной целью исследований являлась оценка влияния переходной зоны «алмаз–покрытие–материал матрицы», сформированной посредством металлических тугоплавких покрытий алмазов, полученных диффузионным методом, химическим и электрохимическим осаждением на износостойкость КАМ на связке WC–Co–Cu, изготовленных методом пропитки.

Методика исследований

Для исследования влияния химического состава покрытий алмазов на износостойкость КАМ методом холодного прессования шихты ВК6 с последующей пропиткой медью М1 при температуре 1150 °С в вакуумной печи были изготовленные цилиндрические образцы правильной геометрической формы диаметром и высотой 10 мм. Все образцы содержали синтетические алмазы марки АСТ160 зернистостью 500/420 мкм, взятыми из одной исходной

партии, с относительной их концентрацией 100. Предварительно алмазы металлизировали однослойным покритием Ti, Cr и электрохимическими сплавами Ni–W, Co–W, а также двухслойными покрытиями Ti+Ni–W, Ti+Co–W.

Нанесение Ti, Cr, W проводили диффузионным методом. Нанесение Ni проводили высокоскоростным химическим восстановлением. Нанесение сплавов Co–W и Ni–W проводили электрохимическим осаждением.

Рентгенофазовый анализ металлизированных алмазов проводили на дифрактометре ДРОН-3 (медное фильтрованное излучение). Исследования переходной зоны «алмаз–покрытие–материал матрицы» на изломе образцов выполняли на растровом электронном микроскопе Zeiss EVO 50.

Износостойкость образцов исследовали путем разрушения серого абразивного песчаника (прочность – 150–160 МПа, абразивность по методу Л.И. Барона и А.В. Кузнецова – 40) с использованием стенда на основе станка ШПС-350 при частоте вращения 300 мин$^{-1}$ и нагрузке 200 Н. Интенсивность изнашивания определяли как отношение изношенной массы образца к объему разрушенной породы.

Результаты и их обсуждение

В результате исследований было установлено, что переходная зона «алмаз– металлическое тугоплавкое покрытие алмазов – материал матрицы» имеет совершенную плотную безпористую структуру и ее величина составляет 2–4 мкм (рис. 1). Это обеспечивает качественное граничное диффузионное взаимодействие и прочное соединение алмаза со связкой материала матрицы. Подтверждением чего является то, что использование металлизированных алмазов с покрытиями из Ti, Cr, Ni+W, Ti+Cr и Ti + Ni–W способствует повышению предела прочности образцов на сжатие в сравнении с КАМ с алмазами без покрытия [8].

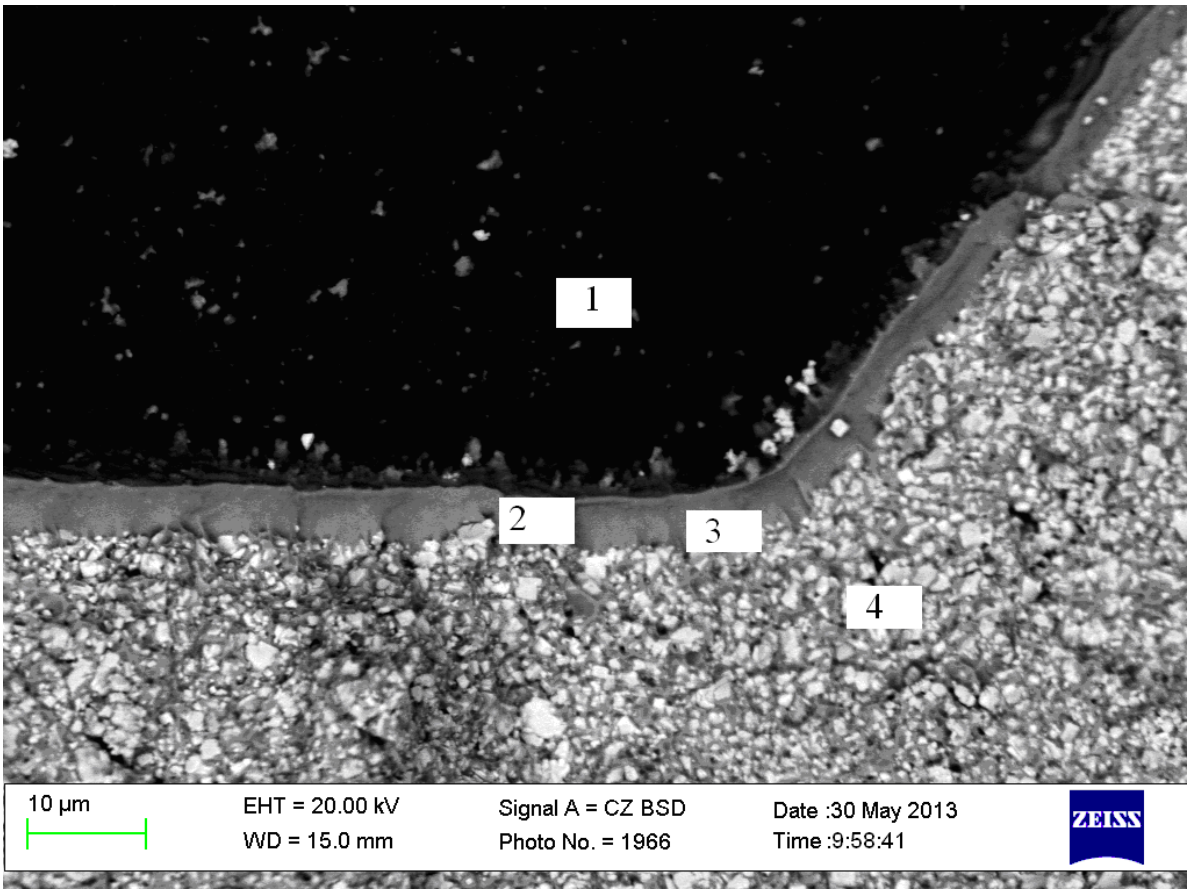


Рис. 1. Характерный вид структуры переходной зоны «алмаз–покрытие–материал матрицы»: 1 – алмазное зерно; 2 – покрытие; 3 – прослойка интерметалидов меди с металлами покрытия; 4 – материал матрицы WC–Co + Cu

Результаты проведенных сравнительных испытаний, приведенные на рис. 2, свидетельствуют о том, что в нашем случае износостойкость всех образцов композита с металлизированными алмазами превосходит этот показатель образцов с неметаллизированными алмазами.

Как видно из данных рис. 2, наименьшую интенсивность изнашивания имеют образцы с алмазами с покрытием Ni–W, Ti+ Ni–W и Ti + Ni–W.

Сопоставление полученных результатов показало, что интенсивность изнашивания образцов, оснащенных алмазами с металлическим покрытием в сранении с образцами, оснащенными алмазами без покрытия, уменьшается в соответствии с материалом покрытия, а именно: Ti на 22%; Cr – 34%; Ti–Cr – 42%; Ni–W – 57%, Ti + Ni–W – 81%; Ti + Co–W – 64%.

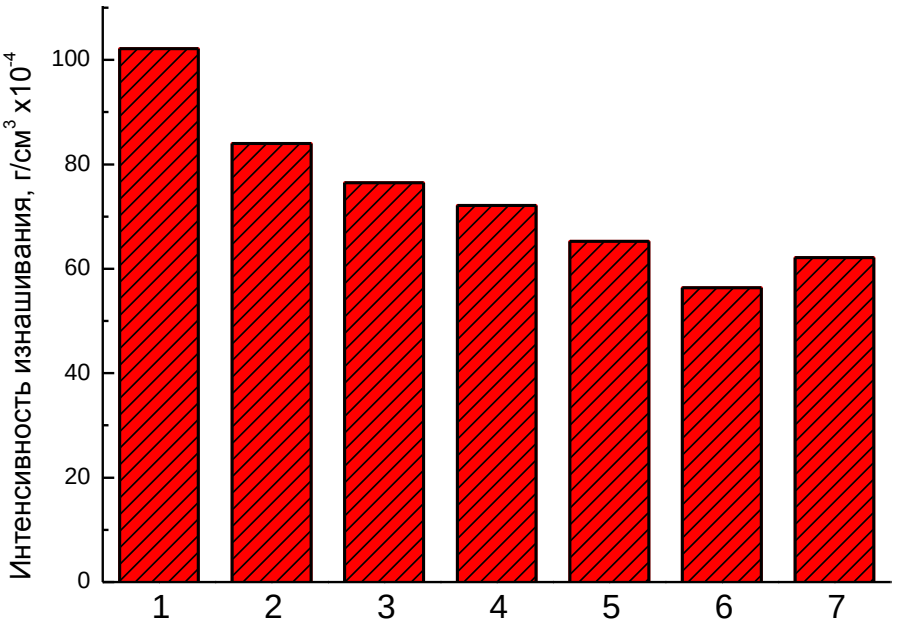


Рис. 2. Интенсивность изнашивания алмазних порошков: 1 – без покрытия; 2 – с покрытиями Ti; 3 – Cr; 4 – Ti–Cr; 5 – Ni–W; 6 – Ti + Ni–W; 7 – Ti + Co–W

Выводы

Подтверждена возможность повышения износостойкости алмазосодержащих материалов матриц породоразрушающего инструмента на связке WC–Co–Cu, изготовленного методом пропитки, путем формирования переходной зоны «алмаз–покрытие–материал матрицы» посредством предварительной металлизации алмазов тугоплавкими покрытиями.

Применение предварительной металлизации высокопрочных синтетических алмазов с целью получения переходной зоны «алмаз–покрытие–материал матрицы» позволяет использовать технологические методы повышения износостойкости композиционных алмазосодержащих материалов алмазного породоразрушающего инструмента. При этом в зависимости от метода нанесения металлического покрытия и его материала износостойкость можно повысить на 22–81%.

Показаний вплив перехідної зони «алмаз–покриття–матеріал матриці», сформованої одно- і двошаровим металевим тугоплавким покриттям високоміцних алмазів на зносостійкість композиту «алмаз – WC–Co–Cu».

Ключові слова: *металізація, тугоплавке покриття, синтетичні алмази, матеріал матриці, зносостійкість.*

Shows the effect of the transition zone "diamond-coating-material matrix" formed one-and two-layer refractory metal coated diamond high wear resistance of the composite diamond – WC–Co–Cu.

Keywords: *plating, refractory coating, synthetic diamonds, matrix material wear resistance.*

Литература

1. Пайка и металлизация сверхтвердых инструментальных материалов / Ю.В. Найдич, Г.А. Колесниченко, И.А. Лавриненко, Я.Ф.Моцак. – К.: Наук. думка, 1977. – 186 с.
2. Evans D., Nicholas M., Scott P. The wetting and bonding of diamonds by copper titanium alloys // Ind. Diamond Rev.– 1977.– № 9.– P. 306–309.
3. Коновалов В. А. Исследование влияния прочности алмазоудержания и износостойкости металлических связок на работоспособность алмазно-абразивного инструмента: Автореф. дис. … канд. техн. наук.– Харьков, 1974. – 27 с.
4. Захидов С. Х. Исследование прочности удержания зерна в связке при температурно-силовых воздействиях : Автореф. дис. … канд. техн. наук.– М., 1974. – 34 с.
5. Найдич Ю.В., Уманский В.П., Лавриненко И.А. Прочность алмазо-металлического контакта и пайка алмазов – К.: Наук. думка, 1988. – 136 с.
6. Дуда Т.М. Взаимодействие на границах контакта алмаз—покрытие—связка / Сверхтвердые матер., № 5. – 1980. С. 30–33
7. Исонкин А.М., Богданов Р.К. Влияние металлизации алмазов на показатели работоспособности буровых коронок / Наукові праці Донецького національного технічного університету. Серія «Гірничо-геологічна».– Донецьк: ДВНЗ «ДонНТУ», 2011. – Вип. № 14 (181). – С.158–164
8. Влияние металлизации алмазов на прочностные характеристики композиционного алмазосодержащего материала матрицы буровых коронок / А.М. Исонкин, Т.М. Дуда, Л.И. Александрова и др. // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2013. – Вып. 16. – С. 63–69.

Поступила 10.07.14

УДК 622.24.085

А. А. Каракозов, канд. техн. наук; **С. Н. Парфенюк**, **А. Р. Сафронова**

Донецкий национальный технический университет, Украина

РАСЧЁТ УСТОЙЧИВОСТИ СТАБИЛИЗИРУЮЩИХ ОПОР ПОГРУЖНЫХ УСТАНОВОК ТИПА УГВП ДЛЯ БУРЕНИЯ СКВАЖИН НА ШЕЛЬФЕ

В статье приведены результаты работы по определению устойчивости стабилизирующих опор погружных установок типа УГВП, предназначенных для однорейсового бурения геологоразведочных скважин на шельфе гидроударными снарядами с глубиной опробования до 6–10 м. Полученные данные позволяют определить область эксплуатации установок в зависимости от конструктивных параметров стабилизирующих опор.

***Ключевые слова**: бурение геологоразведочных скважин на шельфе, погружные установки, гидроударные буровые снаряды, устойчивость опоры.*

В настоящее время в геологоразведочной отрасли стран СНГ достаточно широко применяются установки типа УГВП (УГВП–130/8, УГВП–130/10, УГВП–150М и др.), способные выполнять однорейсовое бурение скважин в породах I–IV категорий по буримости на глубину до 6–10 м с борта неспециализированных малотоннажных судов [1]. В состав этих установок входит стабилизирующая опора, в основу конструкции которой положена идея

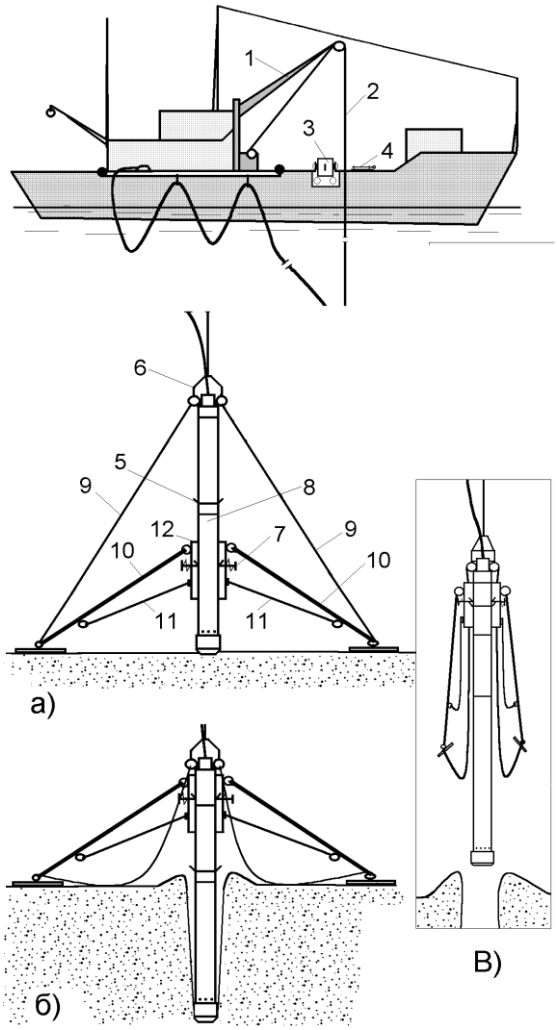


Рис. 1. Схема работы стабилизирующей опоры: а – при постановке на дно; б – при бурении; в – при подъёме установки; 1 – грузовая стрела; 2 – трос; 3 – кантователь; 4 – кронштейн; 5 – кольцо; 6 – грузовой переходник; 7 – фиксаторы; 8 – гидроударный буровой снаряд; 9 – растяжки (тросовые); 10 – лапы; 11 – растяжки (цепные); 12 – цилиндр

изменения её габаритов в рабочем и транспортном положении (рис. 1).

Опора представляет собой конструкцию, соединённую с гидроударным буровым снарядом 8 тросовыми растяжками 9 и состоящую из цилиндрического корпуса 12 с шарнирно закрепленными на нем лапами 10. Раскрытие опорных лап ограничивается длиной цепных растяжек 11. Цилиндр опоры оснащен подпружиненными захватами – фиксаторами 7.

В рабочее положение опора переводится за бортом судна при спуске установки на дно моря (рис. 1, *а*). В процессе бурения фиксаторы 7 скользят по поверхности гидроударного бурового снаряда 8, не препятствуя углубке скважины. При встрече с кольцом 5, имеющим обратную по отношению к ним конусность, фиксаторы 7 отжимаются, обеспечивая беспрепятственное прохождение гидроударного бурового снаряда 8. Затем они занимают исходное положение (рис. 1, *б*). По окончании бурения снаряд 8 вместе с опорой (за счет

взаимодействия конусного кольца 5 и фиксаторов 7) извлекается из скважины и поднимается к борту судна. При подъеме установки лапы 10 складываются (рис. 1, *в*), что позволяет закрепить опору на кронштейне 4 за бортом судна.

Стабилизирующая опора должна обеспечивать устойчивость буровой установки в различных условиях эксплуатации при различных скоростях течения и углах наклона морского дна.

Для определения границ области эксплуатации с точки зрения обеспечения гарантированной стабилизации установки на морском дне решалась задача об устойчивости системы «гидроударный буровой снаряд-опора». Была рассмотрена расчетная схема,

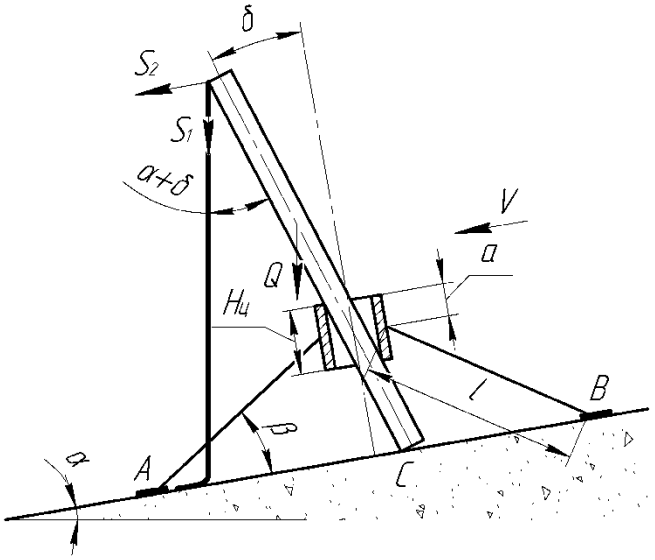


Рис. 2. Расчётная схема системы «гидроударный буровой снаряд – опора»

показанная на рис. 2, которая учитывает влияние на равновесие установки веса гидроударного бурового снаряда и опоры, угла наклона дна, а так же сил, обусловленных действием течения на элементы установки, которые при этом рассматриваются как два отдельных тела, взаимодействующих друг с другом и имеющие возможность относительного перемещения. Поскольку при эксплуатации установок типа УГВП нагнетательный шланг сбрасывается за борт и частично ложится на дно моря, то при учете его воздействия на устойчивость опоры принимались во внимание только те силы, которые действуют на участок шланга от места закрепления его на гидроударном буровом снаряде до морского дна. В расчетной схеме также учитывалась возможность перекоса снаряда в цилиндре опоры, обусловленного зазором между ними. Горизонтальная ось направлена вдоль плоскости дна, а вертикальная – перпендикулярна ей.

Рассматривались опоры с числом лап от 3 до 6. Задача решалась для более неблагоприятного случая работы установки на дне, когда течение и наклон дна направлены в

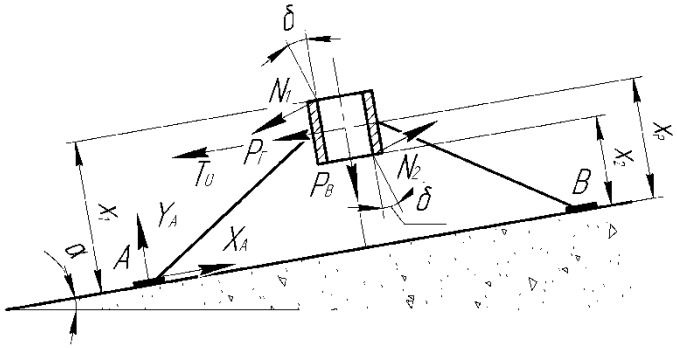


Рис. 3. Схема действия сил на стабилизирующую опору

одну сторону, а плечо опрокидывания имело минимально возможные значения.

Дополнительно оценивалась устойчивость опоры и при максимально возможных плечах опрокидывания с целью определения возможной области эксплуатации установок (максимально возможных скоростей течения и углов наклона дна) при использовании средств для принудительной ориентации опоры относительно течения.

При решении задачи рассматривалось критическое равновесие опоры, т.е. случай, когда реакция в точке *B* равна нулю. Тогда на опору действуют следующие силы (рис. 3):

– горизонтальная составляющая веса $P_Г$:

$$P_Г = k(nq_2 l + M_Ц g)\sin\alpha,$$

где n – число лап; q_2 – вес 1 м лап; l – длина лап; $M_Ц$ – масса цилиндра; g – ускорение свободного падения; α – угол наклона дна; k – коэффициент, учитывающий потери веса элементов установки в воде

$$k = 1 - \rho / \rho_M,$$

где ρ, ρ_M – плотность морской воды и материала опоры;

– вертикальная составляющая веса P_B:

$$P_B = k(nq_2 l + M_Ц g)\cos\alpha;$$

– сила действия течения на опору T_0:

$$T_0 = 0{,}5F_0 \rho V^2,$$

где V – скорость течения; F_0 – площадь парусности опоры (определяется как площадь проекций элементов опоры на плоскость, перпендикулярную вектору течения);

– силы действия гидроударного бурового снаряда на опору N_1, N_2;

– реакции в точке А (горизонтальная составляющая X_A и вертикальная составляющая Y_A).

Вертикальные координаты точек приложения этих сил определяются следующим образом:

– для $P_Г$ и P_B:

$$X_P = \frac{0{,}5q_2 l^2 n\sin\beta + M_Ц g(l\sin\beta + a - H_Ц/2)}{nq_2 l + M_Ц g},$$

где $H_Ц$ – высота цилиндра опоры;

– для T_0: $X_{T_0} = X_P$;

– для N_1: $X_1 = l\sin\beta + a$;

– для N_2: $X_2 = l\sin\beta + a - H_Ц$,

где a – координата точки закрепления осей лап на цилиндре опоры (считается от верхнего края); β – угол наклона лап опоры.

Величина площади F_0 для различных опор определяется следующим образом:

– для трёхлапой опоры

$$F_0 = H_Ц D_Ц + d\left(l\sin\beta + a - H_Ц\right) + 2dl\cos\gamma,$$

где d – диаметр лап опоры;

– для четырёхлапой опоры

$$F_0 = H_Ц D_Ц + 4dl\cos\gamma;$$

– для шестилапой опоры

$$F_0 = H_Ц D_Ц + 2dl + 4dl\cos\gamma,$$

где $D_Ц$ – диаметр цилиндра опоры; γ – угол между проекцией лапы и линией, соединяющей нижние концы двух смежных лап,

$$\gamma = \pi(n-2)/(2n).$$

Условием критического равновесия является равенство нулю суммы моментов всех вышеприведенных сил относительно точки A ($\Sigma M_A = 0$).

Область значений скоростей течения и углов наклона дна, при которых опора сохраняет устойчивость, определяется условием $\Sigma M_A \geq 0$ (положительное направление моментов сил – по часовой стрелке).

Имеем два условия равновесия, соответственно, при минимальном и максимальном плече опрокидывания:

$$P_B l_\Pi \sin\gamma + N_1\left(l_\Pi \sin\gamma - D_Ц/2 + \Delta_Ц\right)\sin\delta + N_2 X_2 \cos\delta - \\ -\left(P_Г + T_0\right)X_P - N_1 X_1 \cos\delta - N_2\left(l_\Pi \sin\gamma + D_Ц/2 - \Delta_Ц\right)\sin\delta \geq 0,$$

$$P_B l_\Pi + N_1\left(l\cos\beta + \Delta_Ц\right)\sin\delta + N_2 X_2 \cos\delta - \\ -\left(P_Г + T_0\right)X_P - N_1 X_1 \cos\delta - N_2\left(l\cos\beta + D_Ц - \Delta_Ц\right)\sin\delta \geq 0,$$

где $\Delta_Ц$ – толщина стенки цилиндра опоры; l_Π – расстояние в горизонтальной плоскости от центра опоры до точки контакта лапы с морским дном,

$$l_\Pi = l\cos\beta + D_Ц/2,$$

где δ – угол перекоса снаряда в цилиндре опоры,

$$\delta = arctg\left(\frac{D_Ц - 2\Delta_Ц - D}{H_Ц}\right),$$

где D – диаметр гидроударного бурового снаряда.

При определении сил N_1 и N_2 буровой снаряд рассматривается в виде балки, возможность перемещения которой ограничивается тремя реакциями: двумя искомыми силами и реакцией морского дна, компенсирующей составляющую веса бурового снаряда, действующую вдоль его оси. Тогда величины сил N_1 и N_2 можно определить на основании уравнения равновесия балки под действием моментов, определяющихся следующими силами:

– составляющая веса бурового снаряда $Q_Г$, перпендикулярна его оси:

$$Q_Г = k(Mg + q_1 H_{KH})\sin(\alpha + \delta),$$

где M – масса гидроударника; q_1 – вес 1 м колонкового набора; H_{KH} – длина колонкового набора;

– вес участка шланга S_1:

$$S_1 = k_1 q_Ш H\cos(\delta)/\cos(\alpha),$$

где $q_Ш$ – вес 1метра шланга; H – высота гидроударного бурового снаряда; k_1 – коэффициент, учитывающий потери веса шланга в воде

$$k_1 = 1 - \rho_Ш/\rho_M,$$

где $\rho_Ш$ – плотность материала шланга;

– сила действия течения на шланг S_2:

$$S_2 = 0{,}5F_2\rho V^2,$$

где F_2 – парусность шланга

$$F_2 = d_Ш H\cos\delta,$$

где $d_Ш$ – диаметр шланга;

– силы действия течения на пробоотборник T_1 и T_2 (выше и ниже цилиндра опоры):

$$T_1 = 0{,}5\rho DV^2\left(H\cos\delta - l\sin\beta - a\right);\ T_2 = 0{,}5\rho DV^2\left(l\sin\beta + a - H_Ц\right).$$

Координаты приложения этих сил вдоль оси снаряда равны:

– считая от нижнего торца снаряда:

$$X_{S_1} = X_{S_2} = H;$$

$$X_Q = \frac{Mg\left(H + H_{KH}\right) + q_1 H_{KH}^2}{2(Mg + q_1 H_{KH})};\ X_{T_2} = 0{,}5\left(l\sin\beta + a - H_Ц\right)/\cos\delta;$$

– считая от верхнего торца снаряда:

$$X_{T_1} = 0{,}5\left(H - \left(l\sin\beta + a\right)/\cos\delta\right).$$

Тогда значения сил N_1 и N_2 могут быть определены как

$$N_1 = \left(Q_{\Gamma}\left(X_Q - X_2/\cos\delta\right) + T_1\left(X_{T_1} + H_{\text{Ц}}/\cos\delta\right) + \right.$$
$$\left. + \left(S_1\cos(\alpha+\delta) + S_2\cos\delta\right)\left(H - X_2/\cos\delta\right) - T_2 X_{T_2}\right)/H_{\text{Ц}},$$
$$N_2 = \left(Q_{\Gamma}\left(X_Q - X_1/\cos\delta\right) + T_1 X_{T_1} + \left(S_1\cos(\alpha+\delta) + S_2\cos\delta\right)\times\right.$$
$$\left.\times\left(H - X_1/\cos\delta\right) - T_2\left(X_{T_2} + H_{\text{Ц}}/\cos\delta\right)\right)/H_{\text{Ц}}.$$

Поиск рациональных параметров стабилизирующей опоры осуществляется на основании предложенной методики расчёта при помощи персонального компьютера. Поскольку учитывается влияние большого количества величин на стабильность системы «гидроударный буровой снаряд – опора», то при определении параметров стабилизирующей опоры производится расчет нескольких конкретных конструкций, из которых затем выбирается наиболее рациональный вариант для конкретных условий эксплуатации.

Исходные данные для расчёта стабилизирующей опоры, предназначенной для эксплуатации установок УГВП в условиях Чёрного и Азовского морей, приведены в табл. 1.

Таблица 1. **Исходные данные для расчёта параметров опоры**

№ п/п	Наименование	Значение
1	Длина снаряда, м	8-12
2	Длина колонкового набора, м	6-10
3	Масса гидроударника, кг	160
4	Вес 1 м колонкового набора, Н/м	270
5	Диаметр снаряда, мм	127
6	Диаметр шланга, мм	58
7	Вес 1м шланга, Н/м	35,5

Область устойчивости определялась для опор с диаметром лап 50 и 73 мм и длиной 4,5 и 6 м. При обосновании рекомендаций для выбора конструктивных параметров опоры необходимо ориентироваться на значения преобладающих скоростей течения в районе предполагаемых работ.

Например, в северо-западной части Чёрного моря преобладают течения со скоростями 0,3–0,5 м/с, рельеф дна моря в этом районе достаточно пологий. Тогда при использовании снаряда длиной 8 м (колонковый набор – 6 м) даже опора с длиной лап 4,5 м и их диаметром 50 мм обеспечивает устойчивость установки УГВП-130/8 при углах наклона дна от 6–8° до 13–16°, что достаточно для выполнения работ. Однако при использовании снаряда с длиной колонкового набора 10 м для этих условий эта опора уже непригодна – необходимо использовать опору с длиной лап 6 м и их диаметром 73 мм, при этом желательна принудительная ориентация опоры по течению для обеспечения максимального плеча опрокидывания.

На рис. 4 приведены результаты расчётов, характеризующие область устойчивого положения установки на дне моря.

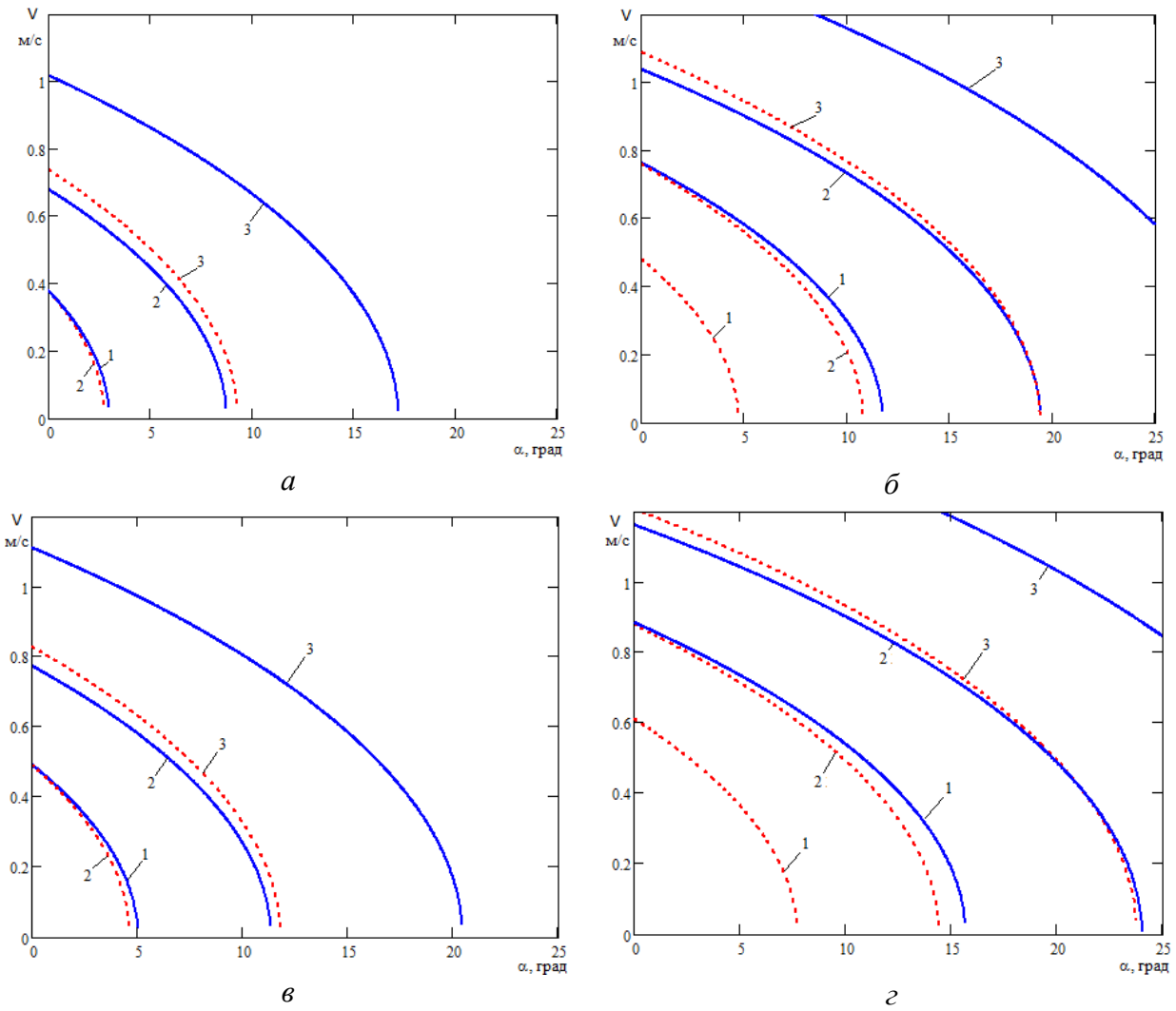


Рис. 4. Границы области устойчивого положения установки на дне моря. Длина / диаметр лап опоры: а –4,5 м / 50 мм; б – 6 м / 50 мм; в – 4,5 м / 73 мм; г – 6 м / 73 мм. Длина колонкового набора: 1 – 10 м; 2 – 8 м; 3 – 6 м. Пунктирная линия соответствует минимальному плечу опрокидывания, сплошная – максимальному плечу

В табл. 2 приведены конструктивные параметры опор, обеспечивающих стабилизацию гидроударного бурового снаряда длиной 8–12 м на дне моря.

Таблица 2. **Конструктивные параметры опор для стабилизации гидроударных буровых снарядов установок типа УГВП**

№ п/п	Наименование	Значение	
1	Диаметры цилиндра опоры, мм:	290/150	
2	Высота цилиндра опоры, мм	450	
3	Координата закрепления лап, мм	160	
4	Число лап опоры	4	
5	Угол раскрытия лап опоры, град	15	
6	Диаметр лап опоры, мм	50 / 73	
7	Вес 1м лап опоры, Н/м	59,2 / 83,2	
8	Длина лап опоры, м	4,5	6
9	Масса опоры, кг	160/200	195 / 250

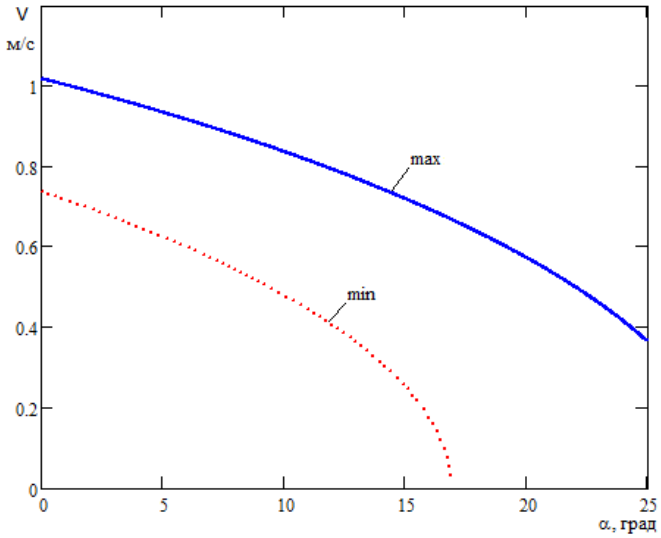


Рис. 5. Границы области устойчивого положения установки на дне моря при использовании динамического утяжелителя.

Следует отметить, что одним из путей повышения устойчивости стабилизирующей опоры является использование динамического утяжелителя [2], который подвижно устанавливается на гидроударнике, при этом трос 2 (рис. 1) соединяется с динамическим утяжелителем вместо грузового переходника 6. Это позволяет при отклонении оси гидроударного бурового снаряда от вертикали создавать дополнительное усилие, действующее на его верхнюю часть и препятствующее опрокидыванию опоры. Например, использование утяжелителя массой 120 кг с описанной выше опорой с длиной лап 4,5 м и их диаметром 50 мм позволяет увеличить нижнюю границу области стабилизации гидроударного бурового снаряда при скоростях течения 0,3–0,5 м/с до 10–15° (рис. 5) вместо 6–8° (рис. 4, *а*).

Кроме того, такая мера позволяет существенно повысить механическую скорость бурения за счёт ограничения перемещения снаряда вверх и использования энергии удара бойка гидроударника вверх для нанесения дополнительных ударов, воздействующих на забой скважины [2].

В статті розглянуті результати роботи по визначенню стійкості стабілізуючих опор заглибних установок типа УГВП, які застосовуються для однорейсового буріння геологорозвідувальних свердловин на шельфі гідроударними снарядами з глибиною опробування до 6–10 м. Отримані данні дозволяють визначити область експлуатації установок в залежності від конструктивних параметрів стабілізуючих опор.

***Ключові слова**: буріння геологорозвідувальних свердловин на шельфі, заглибні установки, гідроударні бурові снаряди, стійкість опори.*

The article presents the research results on the definition of stability of stabilizing supports of submersible drilling tools such as UGVP for single run offshore prospecting borehole drilling with hydraulic hammer tools with sampling depth up to 6-10 m. Results allowed determine the area of operation of supports which depends on its design parameters.

***Key words**: offshore prospecting borehole drilling, submersible drilling tools, hydraulic hammer tool, stabilizing support.*

Литература

1. Калиниченко О.И., Зыбинский П.В., Каракозов А.А. Гидроударные буровые снаряды и установки для бурения скважин на шельфе. – Донецк: «Вебер» (Донецкое отделение), 2007. – 270 с.
2. Каракозов, А. А. Сравнительная теоретическая оценка влияния применения утяжелителей и колонковых наборов с подвижными трубами на эффективность процесса бурения донных отложений гидроударными буровыми снарядами // Наукові праці ДонНТУ, Серія «Гірничо-геологічна». – Донецьк, ДонНТУ, 2006. – Вип. 111. – Т. 2. – С. 113–118.

Поступила 10.07.14

УДК 622.24

А. А. Кожевников, д-р техн. наук; **А. А. Пащенко**, канд. техн. наук

Государственный ВУЗ «Национальный горный университет», г. Днепропетровск, Украина

СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ И ПЕРСПЕКТИВЫ ОПТИМИЗАЦИИ ПРОЦЕССА РАЗРУШЕНИЯ ГОРНЫХ ПОРОД ПРИ БУРЕНИИ

Рассмотрены критерии для определения эффективности процесса разрушения горных пород при бурении. Показано что в качестве критериев могут использоваться механическая скорость и проходка на породоразрушающий инструмент.

***Ключевые слова**: критерии оптимизации, разрушение, механическая скорость, проходка.*

Эффективность разрушения горных пород при бурении скважины зависит от целого ряда факторов. Выделяют управляемые параметры, которые можно изменять в процессе бурения: осевая нагрузка, частота вращения, расход и параметры бурового раствора, типа инструмента и факторы, которые невозможно изменить: геологические условия, механические свойства горных пород. При этом каждый режимный параметр влияет на эффективность разрушения горных пород, причем влияние одного параметра зависит от уровня другого. Сочетание этих параметров, обеспечивающее достижение наилучших показателей работы породоразрушающего инструмента называют оптимальным режимом бурения.

Ключевым моментом определения эффективности процесса является выбор критерия сравнения. Так, Л. И. Штурман и Д. И. Марьяновский считали, что максимум механической скорости является вообще критерием регулирования для всех существующих методов бурения. В пятидесятых годах А. А. Минин предложил использовать новый критерий – максимум рейсовой скорости. В шестидесятых годах в США и СССР начали применять экономический критерий регулирования - минимум стоимости бурения. Критерий, закладываемый во все математические модели оптимизации, предлагавшиеся в последние десятилетия в США, всегда только один – минимальная стоимость метра бурения. Однако для бурения на больших глубинах также был введен критерий - максимум проходки на долото. В настоящее время большинство исследователей пришли к выводу [1–3], что наиболее универсальными и эффективными являются два критерия, к которым относятся: максимальная проходка на инструмент и минимальная стоимость метра бурения.

Рассматривая критерии *оптимизации процесса бурения* в отношении их применимости к автоматическому управлению, следует отметить, что из них практически используется только критерий максимальной механической скорости. Этот критерий отражает цель управления процессом и дает возможность его математического моделирования.

Разрушение горной породы на забое механическим способом невозможно без создания осевой нагрузки на долото. Чем выше осевая нагрузка, тем выше и механическая скорость бурения, причём темп роста для мягких пород более быстрый, так как больше глубина погружения зубьев в породу (рис. 1).

С увеличением глубины залегания породы, и как следствие, всестороннего сжатия - повышается её пластичность и уменьшается объём разрушаемой породы. Поэтому для разбуривания породы, залегающей на большой глубине, требуется инструмент с меньшим шагом, чем для разбуривания породы на меньшей глубине. Но уменьшение шага ведёт к снижению контактного удельного давления на породу, при постоянной нагрузке и, следовательно, к менее эффективному процессу разрушения.

В то же время увеличение глубины внедрения вследствие пластической деформации породы создает благоприятные условия для её скалывания. Таким образом, увеличение скалывающего воздействия в некоторой степени компенсирует ухудшение эффективности разрушения путём вдавливания.

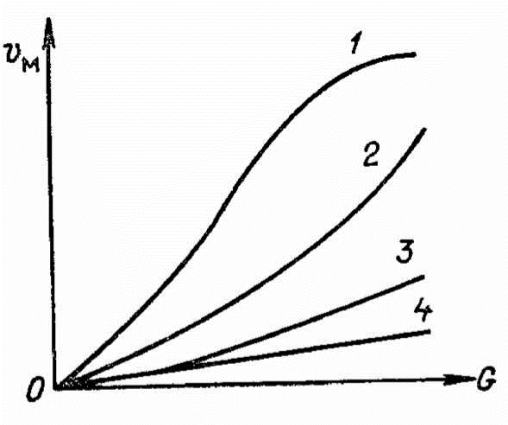


Рис. 1. Зависимость скорости бурения от осевой нагрузки для различных пород: 1 – мягкие; 2 – средней твердости; 3 – твердые; 4 – крепкие породы

Механическая скорость проходки при увеличении осевой нагрузки и неизменной скорости вращения долота растёт быстрее, чем при увеличении скорости вращения и постоянной осевой нагрузке. Отсюда следует, что форсировать режим бурения выгоднее путём повышения осевой нагрузки и снижения скорости вращения, так как при этом замедляется износ вооружения, при этом необходимо стремится к совершенной очистке забоя что требует применения мощных насосов. В тоже время высокая нагрузка ограничивается прочностью бурильной колонны.

Целесообразность режима бурения с предельной осевой нагрузкой требует сложного технико-экономического анализа с учётом ускоренного изнашивания опор и вооружения, стабильности траектории скважины, развития осложнений связанных с буровым оборудованием и фактической потребности в большем расходе раствора.

С увеличением глубины возрастает время на замену изношенного инструмента новым, поэтому увеличение проходки за рейс, достигаемое путём повышения осевой нагрузки и снижения скорости вращения, ведёт к росту рейсовой скорости.

Под скоростью износа понимают объём изношенного вооружения в единицу времени. Наиболее интенсивно зубья изнашиваются в начале работы, пока площадь контакта их с породой мала, а контактное давление велико. По мере их износа и увеличения площади контакта уменьшаются контактное давление и скорость износа. Поэтому механическая скорость проходки наиболее интенсивно снижается также в начальный период работы инструмента на забое.

Скорость износа возрастает пропорционально осевой нагрузке, пока контактное давление не достигнет некоторого значения, зависящего от предела текучести материала зубьев, а при высоких скоростях вращения - от предела их выносливости. При дальнейшем повышении осевой нагрузки темп прироста скорости износа существенно увеличивается. Скорость износа растёт пропорционально скорости вращения, или даже быстрее - при бурении в твёрдых породах.

Известно, что проходка зависит от механической скорости и износостойкости инструмента, которые в свою очередь зависят от параметров режима бурения, поэтому проходка также зависит от тех же параметров. Пример этой функциональной зависимости при бурении в преимущественно твёрдых породах приведён на рис. 2 и 3. При данной скорости вращения, как видно из этих рисунков, существует только одно оптимальное значение осевой нагрузки, при котором обеспечивается получение наивысшей проходки конкретным инструментом в определенной породе. А при данной осевой нагрузке существует оптимальное значение скорости вращения, при котором достигается наибольшая проходка за рейс выбранным инструментом в данной породе. Любое отклонение от этих оптимальных значений осевой нагрузки и скорости вращения ведёт к снижению проходки за рейс, даже в том случае, если механическая скорость проходки при этом возрастает.

Механическая скорость проходки рассчитывается как произведение величины углубления забоя за один оборот на общее число оборотов в единицу времени. При определенных частотах вращения возможно совпадение (резонанс) частот собственных и

вынужденных колебаний низа бурильной колонны, что приводит к повышению эффективности разрушения, увеличению механической скорости.

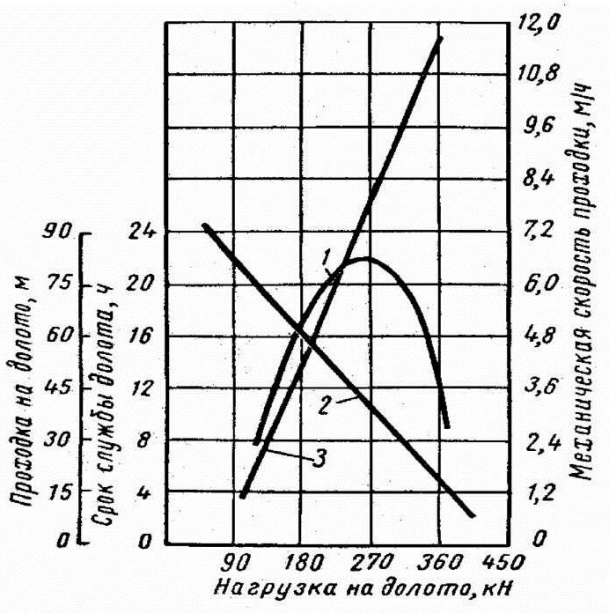


Рис. 2. Зависимость проходки на долото (1), срока службы долота (2) и механической скорости проходки (3) от осевой нагрузки при постоянной частоте вращения [4]

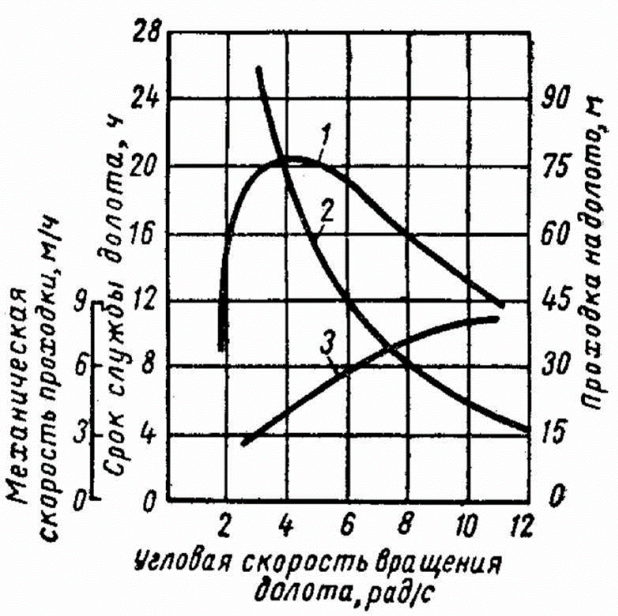


Рис. 3. Зависимость механической скорости проходки (3), срока службы долота (2) и проходки на долото (1) от угловой скорости вращения при постоянной нагрузке [4]

По результатам многочисленных исследований можно выделить следующие основные закономерности процесса бурения. Зависимости механической и рейсовой скорости от осевой нагрузки и частоты вращения долота имеют экстремальный характер с наличием критических значений осевой нагрузки и частоты вращения, превышение которых приводит к уменьшению скорости бурения и снижению долговечности породоразрушающего инструмента. Достижение же этих параметров позволит получить оптимальные параметры бурения.

Величина углубления за один оборот не зависит от скорости вращения только в области поверхностного разрушения породы, а уже при более высоких контактных давлениях - она уменьшается с увеличением скорости вращения по нескольким причинам:

- с ростом скорости вращения сокращается длительность контакта зуба с породой и при большой скорости длительность контакта может оказаться недостаточной для разрушения;
- темп снижения величины углубления за один оборот тем ниже, чем больше осевая нагрузка на забой;
- для удаления разрушенной породы при высокой скорости вращения, времени может оказаться недостаточно для ее удаления и оставшийся шлам будет повторно измельчатся;
- высокая скорость вращения усиливает износ зубьев, увеличивается их площадь контакта с породой и, следовательно, уменьшается контактное давление зубьев на породу;
- из-за пружинящего эффекта ранее выбуренных, но не удаленных с забоя частиц породы, уменьшается сила удара зубьев о породу (также пружинящий эффект возникает при высоком давлении промывочной жидкости, которую вытесняют зубья).

Эффективность бурения скважин в значительной степени определяется эксплуатационными показателями породоразрушающего инструмента и технологическими режимами. Недостаточный ресурс инструмента, отсутствие скоординированных режимных параметров ограничивают рост производительности и увеличивают стоимость буровых работ.

Очевидно, что для одних и тех же геолого-технических условий оптимальные режимы бурения скважин инструментом, имеющим различную износостойкость, будут отличаться.

Таким образом, при определении оптимальных режимных параметров разрушения горных пород при бурении оценка должна осуществляется по двум направлениям:

- путём поиска оптимальных режимных параметров, обеспечивающих максимальное значение механической скорости бурения скважин в конкретных горных породах;
- по критерию максимальной проходки с учетом геолого-технических условий и эксплуатационных показателей инструмента.

Розглянуто критерії для визначення ефективності процесу руйнування гірських порід при бурінні. Показано що в якості критеріїв можуть використовуватися механічна швидкість і проходка на породоруйнівний інструмент.

***Ключові слова**: критерії оптимізації, руйнування, механічна швидкість, проходка.*

The criteria for determining the effectiveness of the process of destruction of rocks during drilling. Shown that the criteria can be used as mechanical speed and driving on rock cutting tools.

***Ke ywords**: optimization criteria, fracture, mechanical speed, penetration.*

Литература

1. Сулакшин С.С. Разрушение горных пород при бурении скважин. – Томск: ТПУ, 2009. – 129 с.
2. Козловский Е.А. Оптимизация процесса разведочного бурения. – М.: Недра, 1990. – 304 с.
3. Эйгелес Р.М., Стрекалова Р.В. Расчет и оптимизация процессов бурения скважин. М.: Недра, 1977. – 200 с.
4. Середа Н.Г. Бурение нефтяных и газовых скважин. М.: Недра, 1974. – 456 с.
5. Погарский А.А., Чефарнов К.А., Шишкин О.П. Оптимизация процессов глубокого бурения. М.: Недра, 1981. – 296 с.
6. Воздвиженский Б.И., Мельничук И.П., Пешалов Ю.А. Физико-механические свойства горных пород и влияние их на эффективность бурения. – М.: Недра, 1990. – 240 с.
7. Козловский Е.А. Стратегия оптимизации процесса разведочного бурения. – М.: МГГА, 1991. – 203 с.
8. Башкатов Д.Н. Оптимизация процесса бурения. Н.Новгород, 2007. – 332 с.

Поступила 10.07.14

УДК 553.98

Б. О. Чернов, д-р техн. наук; **В. І. Коваль**

Івано-Франківський національний технічний університет нафти і газу, Україна

ГІДРОДИНАМІЧНИЙ СИМУЛЯТОР ТИПУ "BLACK OIL". ПОРІВНЯННЯ З ECLIPSE 100

У статті розглянуто особливості використання гідродинамічного симулятора типу "Black oil" для моделювання процесу розробки нафтового покладу та порівняння отриманих результатів з аналогічними розрахунками з використанням програмного комплексу ECLIPSE 100.

З метою демонстрації можливостей симулятора для прикладу наводиться розрахунок процесу розробки нафтового покладу на виснаження з переходом з пружного режиму на режим розчиненого газу.

***Ключові слова**: математичне моделювання, гідродинамічний симулятор, фазова проникність.*

Враховуючи світові досягнення в галузі математичного моделювання процесу розробки покладів вуглеводнів [1; 2], розроблено конкурентоздатні програмні продукти, в яких використано сучасні методи математичного моделювання вуглеводневих систем та гідродинамічного моделювання. Реалізовано програмний комплекс розрахунку розробки нафтового родовища типу "Black oil".

В основу методу гідродинамічних розрахунків закладено модифіковану модель Маскета-Мереса [3], яка враховує тривимірну трифазну багатокомпонентну фільтрацію. Рух флюїдів розраховують згідно з узагальненим законом Дарсі без урахування капілярного тиску.

В програмному пакеті передбачено можливість введення видобувних та нагнітальних свердловин, зміни скін-факторів, депресії та репресії на пласт. Також передбачено можливість наявності гідродинамічного зв'язку між тектонічними блоками. Розрахунок основних показників здійснюють з певним часовим інтервалом, а результати можуть експортуватись з довільним кроком по часу – день, місяць або рік.

Застосована у програмі технологія дозволяє використовувати для розрахунку довільну кількість системних процесорів тобто максимально задіяти доступні системні ресурси.

У симуляторі реалізовано можливість екстраполяції колекторських властивостей по пласту на основі даних, які задаються по кожній свердловині зокрема. Таким чином розподіл здійснюється по товщині продуктивного прошарку та пористості на основі літотипу породи та її пористості, які в свою чергу визначаються на основі інтерпретації геофізичних досліджень свердловин. На даному етапі розподіл параметрів по площі реалізовано методом трикутників.

Щодо в'язкості нафти, то в симуляторі реалізовано можливість задавати її у графічному вигляді (поліноми або таблиці), в'язкість газу розраховується за кореляційною залежністю Діна-Стіла [4].

Також у симуляторі є можливість задавати наступні параметри роботи свердловин: мінімальний дебіт нафти, максимальний дебіт рідини, мінімальний вибійний тиск та максимальна депресія, та можливість періодичної експлуатації свердловини. На основі підключеного файлу з вказаними параметрами у хронологічному порядку можливо здійснювати адаптацію історії експлуатації свердловин та в автоматичному режимі моделювати перехід з режиму на режим, який в класичному вигляді може виглядати наступним чином:

– постійний дебіт рідини (газу) – падіння вибійного тиску та зростання депресії;

– постійна депресія – при досягненні максимального значення депресії експлуатація свердловини здійснюється до моменту зменшення вибійного тиску до мінімального значення;

– постійний вибійний тиск – при досягненні мінімального значення вибійного тиску експлуатація свердловини здійснюється до моменту зменшення дебіту нафти (газу) до мінімального значення;

– періодична експлуатація – при досягненні мінімального значення дебіту нафти (газу) автоматичне переведення свердловини у спостережний фонд з відслідковуванням пластового тиску в зоні свердловини та автоматичним її введенням у випадку його зростання до певної встановленої величини;

– розрахунок фізичних властивостей нафти на основі кореляційних залежностей Беггса.

Для прикладу проведено розрахунок процесу розробки нафтового пласта. Параметри пласта наступні: довжина – 750 м, ширина – 750 м, товщина пласта – 10 м, початковий пластовий тиск – 30 МПа, пластова температура – 60 °С. Розріз вертикально поділено на п'ять рівних частин, а горизонтально – на квадратні комірки з кроком 25 м, таким чином побудовано гідродинамічну сітку з параметрами комірки 25×25×2 м, всього 4500 комірок, на початковий момент часу - всі нафтонасичені.

Розміщення свердловини підібрано так, що свердловина 1 повністю розкриває всі комірки у крайній кутовій частині пласта.

Колектор анізотропний за проникністю. Для заданої пористості проникність розраховували на основі степеневої залежності та у 10 разів нижчою в вертикальному напрямку. Критичні насиченості пласта водою та газом прийнято відповідно: початкова – 0,2, кінцева – 0,8. Характер фазових кривих прийнято за модифікованою моделлю Стоуна.

Пластова суміш становить собою нафту. Властивості нафти наступні: густина в поверхневих умовах – 820 кг/м^3, $b_{нас}$ – 1,269, b_0 – 1,255; тиск насичення – 12,21 МПа; початковий вміст газу – 100 м^3/т; відносна густина газу – 0,7; густина пластової води – 1150 кг/м^3. На основі наведених вище фізичних параметрів пластових флюїдів та пласта-колектора розраховано величину початкових запасів нафти та газу, які становлять відповідно 592 тис. т та 59,2 млн м^3.

Властивості пластової нафти в залежності від газовмісту графічно наведено на рис. 1.

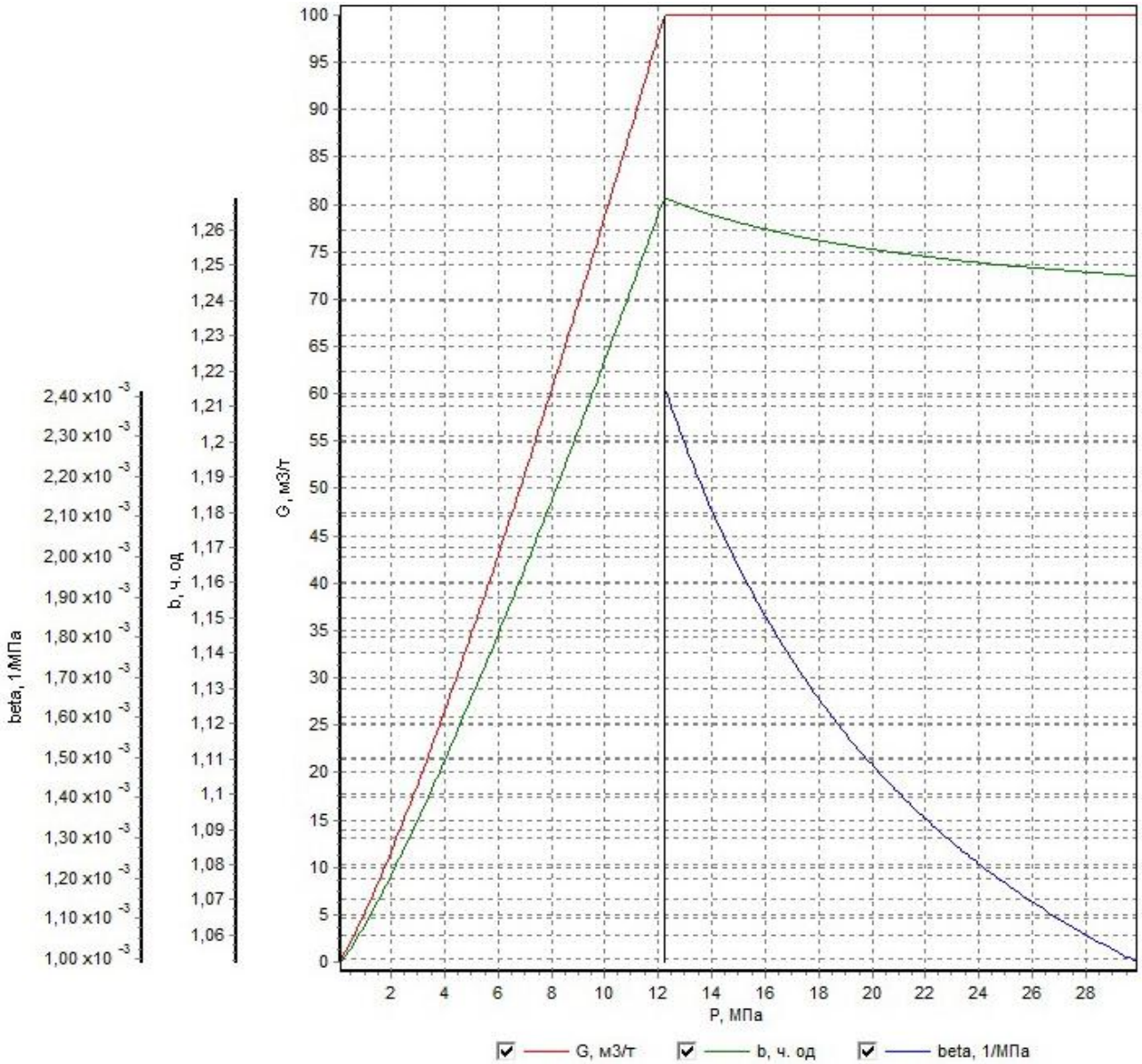


Рис. 1. Властивості пластової нафти

Режим роботи видобувної свердловин задано з наступними параметрами: максимальна депресія – 5 МПа, мінімальний вибійний тиск – 5 МПа, мінімальний дебіт нафти – 5 т/д, максимальний дебіт рідини – 100 т/д, скін-фактор – 5.

Розробку розраховано впродовж 129 місяців тобто 11 років. Дебіт нафти впродовж перших 18 місяців залишався стабільним 100 т/д, що було пов'язане з поступовим зростанням депресії та падінням вибійного тиску. З четвертого місяця експлуатації відбулось зменшення тиску в ПЗП нижче тиску насичення з подальшим просуванням зони пониженого тиску у глиб пласта, що супроводжувалось поступовим зменшенням ГФ. Після зменшення вибійного тиску та переходу на експлуатацію свердловини на режим з постійним вибійним тиском розпочалось падіння дебіту нафти. ГФ за той же період зазнає поступового зменшення до 68 м^3/т на четвертому році з наступним поступовим зростанням до величини більше 880 м^3/т. Розробку припинено у зв'язку з падінням дебіту нафти нижче мінімального значення – 5 т/д.

За весь період розробки досягнуто накопиченого видобутку нафти 198,329 тис. т, та 26,006 млн. м^3 газу, досягнуто коефіцієнту вилучення нафти (КВН) на рівні 0,335, коефіцієнт газовилучення (КВГ) становитиме – 0,439.

Основні технологічні показники розробки і коефіцієнти вилучення наведено у табл. 1, насиченість пласта газом по роках – на рис. 2.

Порівняння розрахованих показників розробки з аналогічними показниками отриманими у програмному комплексі ECLIPSE 100 наведено на рис. 3, 4 та 5.

Як бачимо з наведеного на рис. 3–5 досягнуто задовільної сходимості результатів розрахунку. Незначні відмінності спостерігаються у швидшому на три місяці падінні вибійного тиску за авторською методикою та дещо іншій зміні ГФ, яка проявляється у незначному відставанні видобутку газу з наступним його зростанням. Різниця у накопиченому видобутку нафти становить 844 т, газу – 232 тис. м^3. Пластовий тиск на кінець періоду розрахунку також відрізняється не суттєво – на 0,03 МПа (5,35 проти 5,37 МПа).

Таблиця. 1. **Основні технологічні показники розробки**

Роки	Річний видобуток		Накопичений видобуток		ГФ, м^3/т	КВН, ч. од.	КВГ, ч. од.	Середній дебіт	
	нафти	газу	нафти	газу				нафти	газу
	тис. т	млн м^3	тис. т	млн м^3				т/д	тис. м^3/д
1	36,599	3,366	36,599	3,366	92	0,062	0,057	100,3	9,2
2	35,578	2,815	72,177	6,181	79	0,122	0,104	97,5	7,7
3	29,158	2,109	101,335	8,291	72	0,171	0,140	79,9	5,8
4	23,988	1,653	125,323	9,944	69	0,212	0,168	65,7	4,5
5	20,121	1,396	145,444	11,340	69	0,246	0,192	55,1	3,8
6	16,786	1,403	162,229	12,744	84	0,274	0,215	46,0	3,8
7	13,727	2,035	175,957	14,778	148	0,297	0,250	37,6	5,6
8	10,360	3,203	186,317	17,981	309	0,315	0,304	28,4	8,8
9	6,888	3,810	193,205	21,791	553	0,326	0,368	18,9	10,4
10	3,605	2,887	196,810	24,678	801	0,332	0,417	9,9	7,9
11	1,518	1,328	198,329	26,006	874	0,335	0,439	5,6	4,9

Отже, отримані на основі розроблених програмного комплексу результати моделювання процесу розробки нафтового покладу на виснаження пластової енергії, є адекватними реальним процесам розробки. Закладені в симулятор алгоритми та використання технології паралельних обчислень дають змогу швидко та точно розраховувати показники розробки та здійснювати оперативний контроль процесу газо- та нафтовилучення.

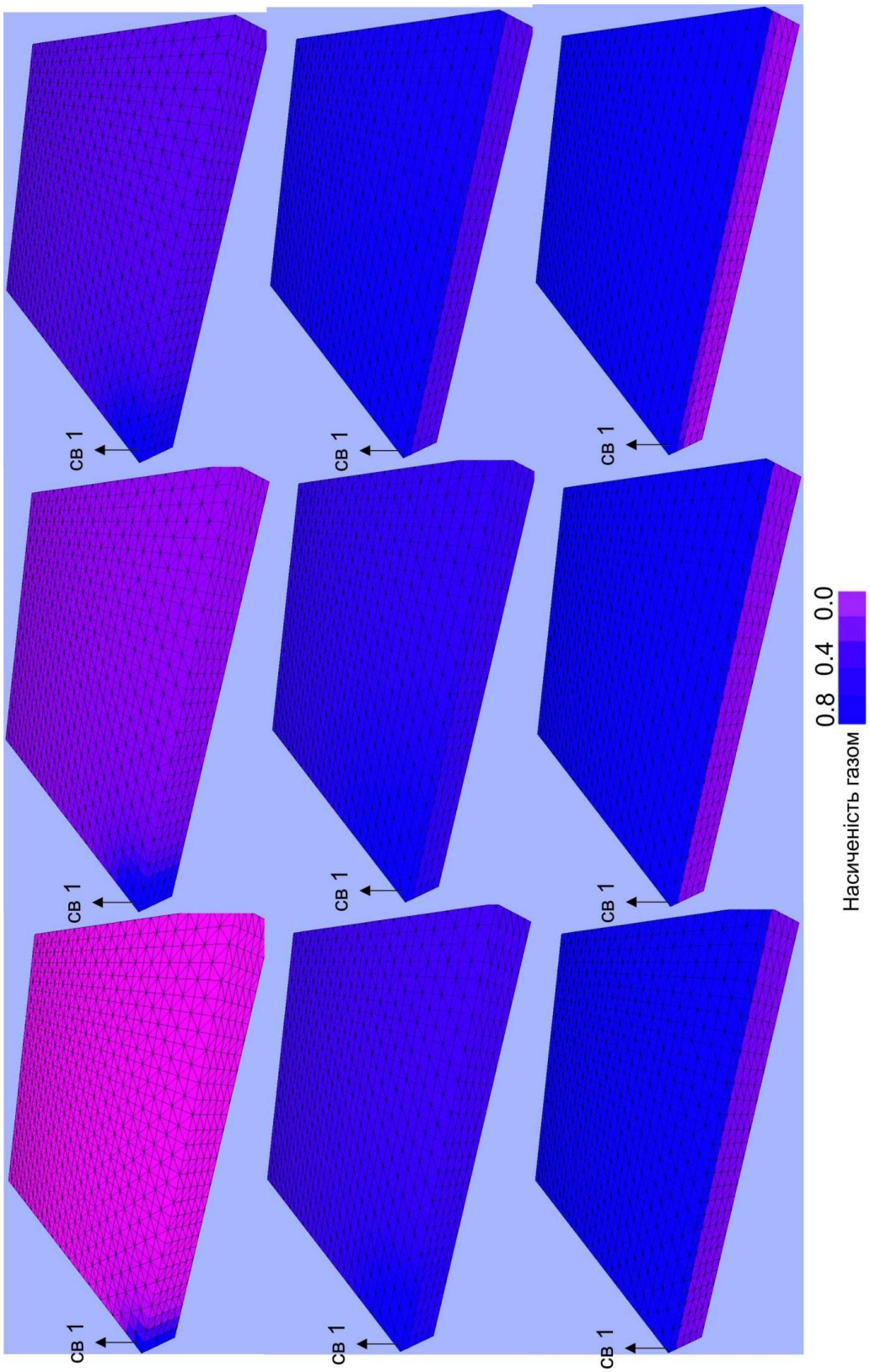


Рис. 2. Розподіл газонасиченості пласта по роках (симулятор типу «Black Oil»)

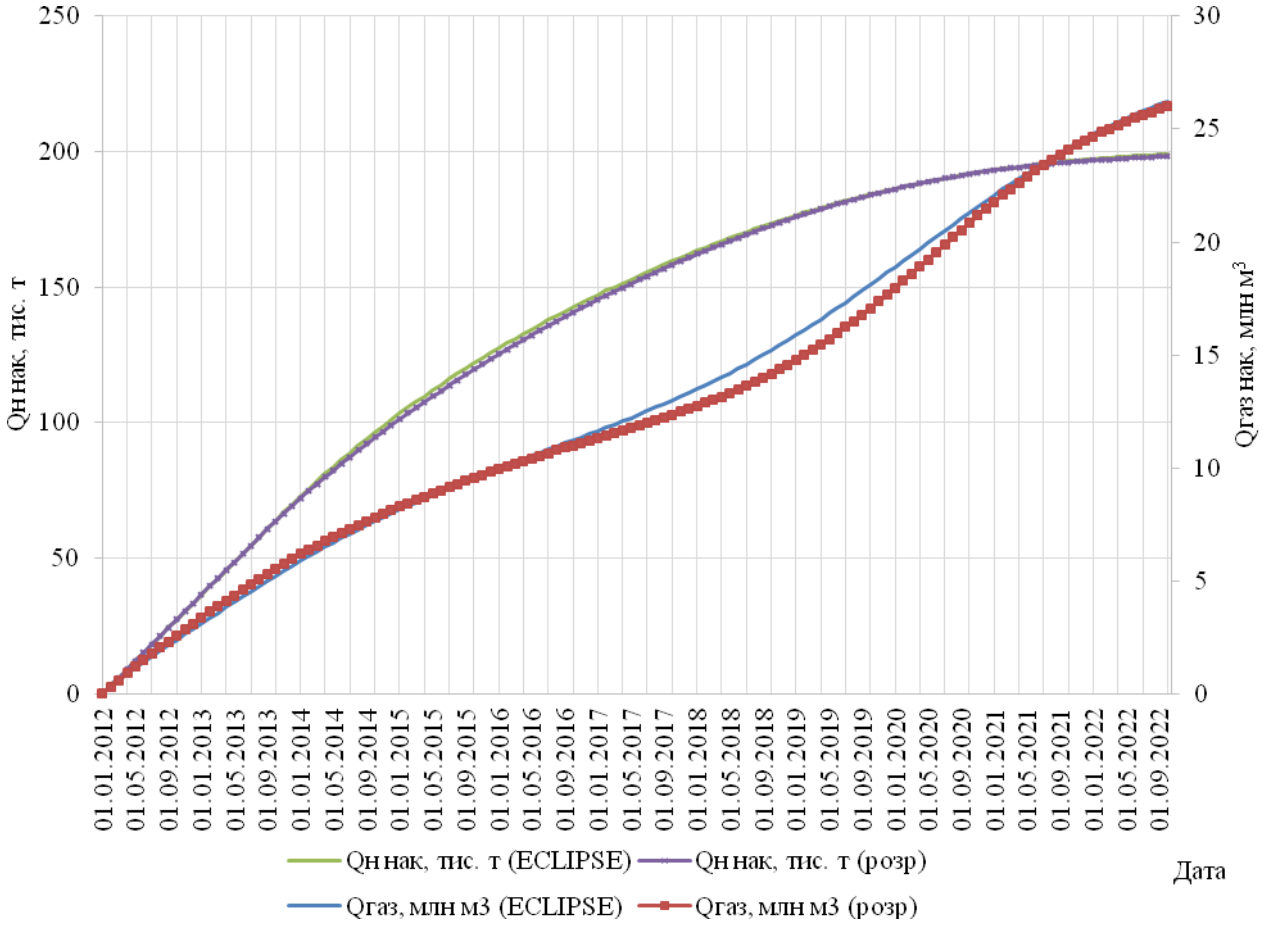


Рис. 3. Порівняння динаміки видобутку нафти та газу з ECLIPSE 100

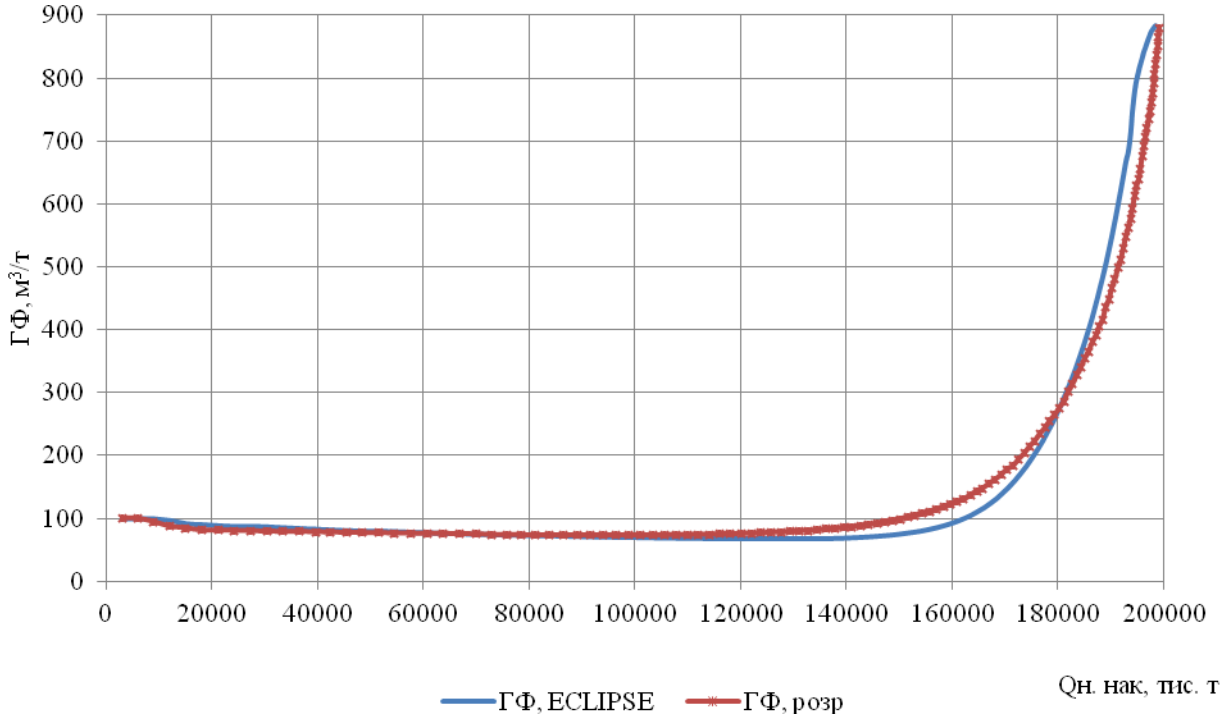


Рис. 4. Порівняння зміни ГФ у залежності від накопиченого видобутку нафти з ECLIPSE 100

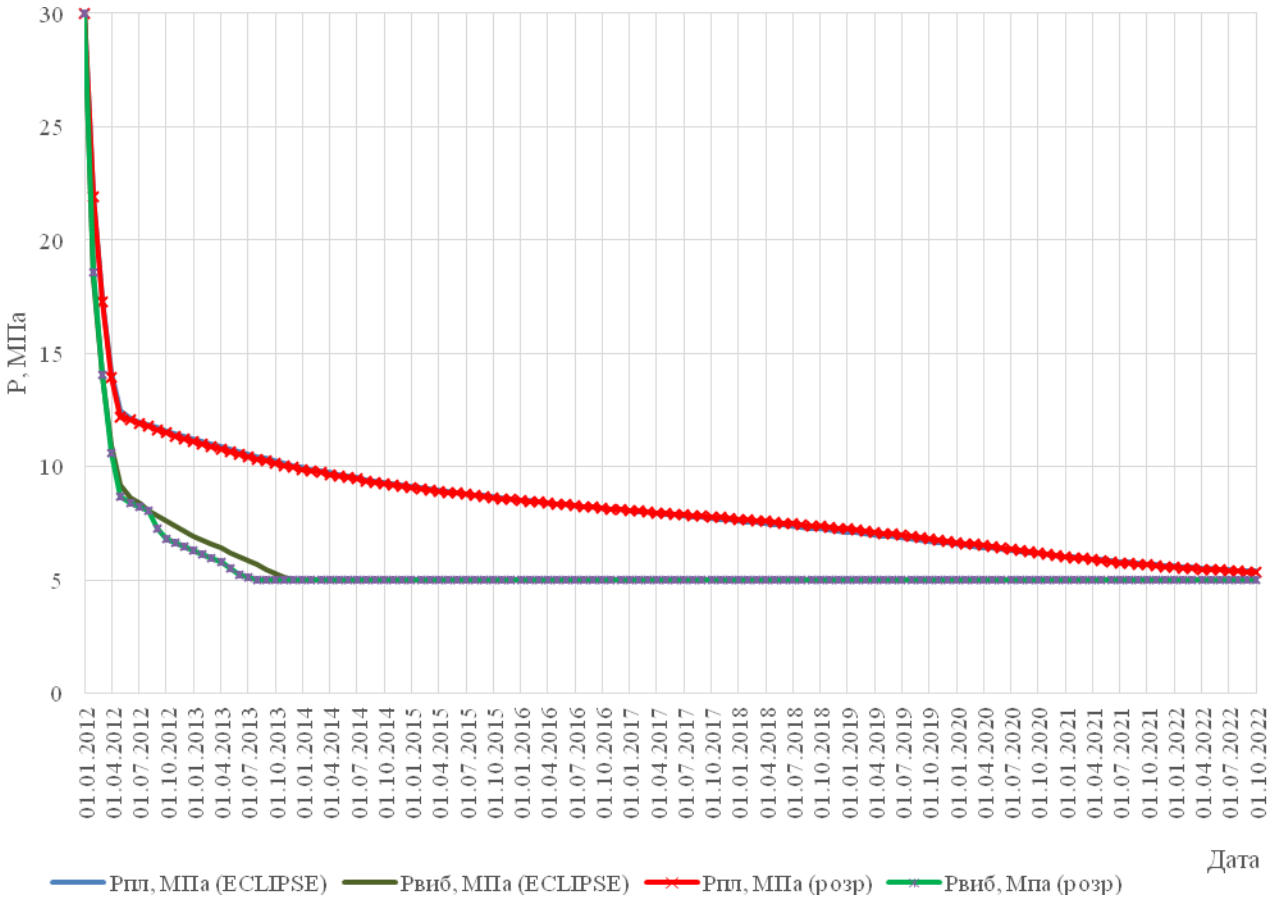


Рис. 5. Порівняння динаміки пластового та вибійного тиску з ECLIPSE 100

В статье рассмотрены особенности использования гидродинамического симулятора типа "Black oil" для моделирования процесса разработки нефтяной залежи и сравнение полученных результатов с аналогичными расчетами с использованием программного комплекса ECLIPSE 100.

С целью демонстрации возможностей симулятора для примера приводится расчет процесса разработки нефтяной залежи на истощение с переходом из упругого режима на режим растворенного газа.

Ключевые слова: *математическое моделирование, гидродинамический симулятор, фазовая проницаемость.*

The characteristic properties of using hydrodynamic simulator type "Black oil" for modeling process of developing oil deposit and comparing the obtained results with analogic calculations using the software ECLIPSE 100 are considered in the article.

For the purpose to demonstrate the simulator possibilities as an example the calculation of oil deposit develop process with the depletion by the transition from volumetric expansion drive to the dissolved gas drive is given.

Key words: *mathematic modeling, hydrodynamic simulator type, phase permeability.*

Література

1. Композиционный симулятор «МКТ». Модификация аквифера картера-трейси для моделирования ПХГ / А.Х. Пергамент, А.В. Горчаков, Б.В. Критский, С.Б. Попов. – Вестник ЦКР РОСНЕДРА. ООО «НИПИ НГ». – 2010. – С. 2–7.

2. Louis J. Durlofsky, Khalid Aziz Advanced Techniques for Reservoir Simulation and Modeling of Nonconventional Wells. – Department of Petroleum Engineering School of Earth Sciences Stanford University Stanford, CA 94305-2220. – 2004. – 213 с.
3. Азиз Х., Сеттари Э. Математическое моделирование пластовых систем. – М.: Недра, 1982. – 407 с.
4. Гуревич Г.Р., Брусиловский А.И. Справочное пособие по расчёту фазового состояния и свойств газоконденсатних смесей. – М.: Недра, 1984. – 264 с.

Надійшла 10.07.14

УДК 553.98

Б. О. Чернов, д-р техн. наук; **В. І. Коваль**

Івано-Франківський національний технічний університет нафти і газу, Україна

УДОСКОНАЛЕНА МЕТОДИКА РОЗРОБКИ НАФТОВОГО РОДОВИЩА ІЗ ЗАСТОСУВАННЯМ САЙКЛЫНГ ПРОЦЕСУ

У статті розглянуто особливості використання гідродинамічного симулятора для моделювання процесу розробки нафтового покладу на виснаження та з підтримкою пластового тиску шляхом зворотної рециркуляції сухого газу (сайклінг-процес). Описано розроблені програмні комплекси для розрахунку фазової рівноваги складних багатокомпонентних вуглеводневих систем з урахуванням вмісту невуглеводневих компонентів таких як азот та вуглекислий газ. Наведені програми дають змогу здійснювати розрахунок контактної і диференційної конденсації та дегазації, тиску насичення та розподіл компонентів пластових систем у гравітаційному полі. Розроблений гідродинамічний симулятор багатокомпонентної трифазної тривимірної фільтрації пластових флюїдів, який дає змогу здійснювати композиційне моделювання процесу розробки нафтових, газових, газоконденсатних та нафтогазоконденсатних покладів на різних режимах розробки. У програмі впроваджено виконання паралельних розрахунків. Ця технологія дозволяє використовувати для розрахунку довільну кількість системних процесорів.

З метою демонстрації можливостей симулятора для прикладу наводиться розрахунок процесу розробки нафтового покладу на виснаження та з підтриманням пластового тиску шляхом зворотної рециркуляції сухого газу (сайклінг-процес).

Ключові слова: *математичне моделювання, гідродинамічний симулятор, фазова проникність, фазова рівновага, фільтрація, сайклінг-процес.*

Основною метою дії на продуктивний пласт є підтримка пластового тиску та підвищення коефіцієнту кінцевого нафтовилучення (КВН). В останньому випадку методи впливу на пласт часто застосовуються на кінцевій стадії розробки, пластовий тиск при цьому може залишатись на рівні початкового. В основному методи дії на пласт переслідують дві мети – як підтримання пластового тиску так і підвищення КВН.

Стабілізації видобування нафти і газу для покладів, що знаходяться на пізній стадії розробки, можна досягти завдяки широкому впровадженні інтенсифікації видобування нафти і газу, у тому числі процесів діяння на пласти у привибійній зоні свердловин (ПЗС) [1].

Серед значної кількості розроблених та вживаних у виробництві процесів діяння на пласти у ПЗС найбільш широко використовуються процеси кислотного, термохімічного та вібраційно-хвильового впливу, процеси з використанням поверхнево-активних речовин та обмеження водоприпливу з використанням різних блокуючих реагентів, процеси комплексного діяння на

пласти у ПЗС та інші. Діяння на поровий та тріщинуватий простір продуктивних пластів у ПЗС кислотними розчинами забезпечує збільшення їх фільтраційно ємнісних параметрів під час освоєння або введення в експлуатацію нафтових, газових, газоконденсатних та водонагнітальних свердловин, розчиненням привнесених забруднень та компонентів гірських порід та під час експлуатації свердловин розчиненням у поровому просторі продуктивних пластів у ПЗС утворень, обумовлених процесами видобування нафти або процесами експлуатації свердловин, нагнітанням води у поклад, процесами ремонту свердловин та іншими чинниками. Кислотне діяння на пласти у ПЗС дозволяє, в першу чергу, збільшувати поточне видобування нафти і газу з конкретних свердловин. Зростання дебіту видобутку пластових флюїдів зі свердловини при здійсненні процесів кислотного діяння досягається завдяки збільшенню проникності пластів у привибійній зоні свердловин, утворенню каналів роз'їдання в матриці породи, очищенню пластів у ПЗС від різних видів забруднень, відновленню раніше зменшеної через вплив забруднення проникності пластів у ПЗС.

З методів дії на продуктивний пласт з ППТ домінуючим залишається запомповування в пласт води. Існують наступні основні методи дії на пласт [2]:

а) ППТ запомповуванням в пласт води, до якого відносяться:
1) законтурне заводнення;
2) при контурне заводнення;
3) внутрішньоконтурне заводнення, яке ділиться на площове, вибіркове, «очагове», блокове та на розрізання покладу рядами нагнітальних свердловин.

б) ППТ запомповуванням газу:
1) запомповування повітря;
2) запомповування «сухого» газу;
3) запомповування «жирного» газу;
4) запомповування газу за величини термобаричних умов близьких до критичних;

в) Теплові методи дії:
1) запомповування в пласт гарячої води;
2) запомповування перегрітого пару;
3) створення в пласті рухомого фронту горіння.

Розглянемо більш докладно процес ППТ із запомповуванням «сухого» газу.

В продуктивних колекторах, в складі яких присутня велика кількість глинистого матеріалу, який набрякає в наслідок змочування водою, запомповування води для ППТ, як правило, неефективне. Нагнітальні свердловини в таких умовах характеризуються низькою приймальністю, існує необхідність попередньої спеціальної підготовки води і високих тисків запомповування. Однак, в тих же умовах запомповування «сухого» вуглеводневого газу, який не взаємодіє з породою колектора, може виявитись достатньо ефективним.

З енергетичної точки зору ППТ запомповуванням газу більш енергоємний в порівняння із запомповуванням води. Іншими словами, на витиснення одиниці об'єму нафти при запомповуванні газу витрачається більше енергії ніж при витисненні водою внаслідок наступних двох причин.

Перша причина – під час нагнітання води необхідний вибійний тиск створюється як тиском води на усті свердловини так і значним гідростатичним тиском водяного стовпа. Під час нагнітання газу, густина якого значно менша густини води, гідростатичний тиск стовпа газу в 7–15 разів нижчий водяного. Тому необхідна величини вибійного тиску досягається за рахунок збільшення тиску на усті свердловини, що в свою чергу збільшує енергозатрати процесу.

Друга причина – внаслідок значної стисливості газу необхідний об'єм газу необхідно стиснути до вибійного тиску, що потребує значних енергозатрат. В той же час, енергія необхідна на запомповування води внаслідок її мізерної стисливості, практично рівна нулю.

Крім того, значна кількість газу, що нагнітається, розчиняється в пластовій нафті, внаслідок чого, величина загальної кількості газу зростає.

До цього слід додати і той факт, що прорив газу, що нагнітається, у окремі видобувні свердловини також збільшує його питому витрату і енергетичні затрати. Тому важливо своєчасно виявляти такі свердловини та вживати заходів з їх усунення. Прорив газу відбувається по найбільш проникних пропластках після витиснення з них пластового флюїду.

З метою мінімалізації ускладнень спричинених проривом газу здійснюється зменшення відборів рідини з цих свердловин. В результаті цього зростає вибійний тиск і зменшується, або повністю припиняється приплив газу до свердловини. Інколи доводиться повністю закривати свердловину в якій відбувся прорив газу. В деяких випадках боротьбу з ускладненнями ведуть зі сторони нагнітальної свердловини, в яку разом із газом нагнітають воду, нафту або іншу в'язку рідину, яка заповнює високо проникний пропласток унеможливлюючи фільтрацію газу по ньому.

Власне, у зв'язку з вищенаведеними причинами ППТ шляхом нагнітання газу не набуло широкого поширення і застосовується в основному на виснажених нафтових покладах, пластовий тиск яких малий, або на неглибоких покладах.

В даній роботі розглянуто спосіб зворотного закачування сухого газу при зниженні пластового тиску. Сутність його зводиться до повного повернення в пласт відсепарованого газу з моменту введення родовища в експлуатацію. Застосування цього способу дозволяє з самого початку розробки утилізувати до 100% видобутого газу і одночасно домогтись значного підвищення конденсатовіддачі порівнянно з віддачею при розробці на режимі виснаження.

До числа основних факторів, що забезпечують досягнення зазначеного ефекту, відносяться:

а) часткове підтримання тиску в покладі;

б) можливість випаровування частини рідкої фази (нафти), що випала в пласті в недонасичений газ, що закачується.

Враховуючи світові досягнення в галузі математичного моделювання процесу розробки покладів вуглеводнів [3; 4], автором розроблено конкурентоздатні програмні продукти, в яких використано сучасні методи математичного моделювання вуглеводневих систем та гідродинамічного моделювання. В рамках даного проекту розроблено програмний комплекс розрахунку фізичних властивостей багатокомпонентних вуглеводневих систем на основі рівняння стану, запропонованого Брусіловським А.І. [5]. Даний комплекс дозволяє здійснювати розрахунок густини речовини, молярної маси, коефіцієнта надстисливості, фазової рівноваги, тиску насичення та моделювати процес контактної і диференційної конденсації та дегазації, розподілу компонентів вуглеводневої суміші у гравітаційному полі [6].

В основу методу гідродинамічних розрахунків закладено модифіковану модель Маскета-Мереса [7], яка враховує тривимірну трифазну багатокомпонентну фільтрацію. Рух флюїдів розраховують згідно з узагальненим законом Дарсі без урахування капілярного тиску.

В програмному пакеті передбачено можливість введення видобувних та нагнітальних свердловин, зміни скін-факторів, депресії та репресії на пласт. Також передбачено можливість наявності гідродинамічного зв'язку між тектонічними блоками. Розрахунок основних показників здійснюють з певним часовим інтервалом, а результати можуть експортуватись з довільним кроком по часу – день, місяць або рік.

Зважаючи на розвиток комп'ютерної техніки, а саме наявність багатоядерних процесорів, що значно підвищують швидкість розрахунків, у програмі впроваджено виконання паралельних розрахунків. Загальновідомим є той факт, що звичайна комп'ютерна програма є однопоточною та використовує тільки одне системне ядро. Таким чином, завантаження двоядерного процесора під час виконання такої програми становить 50%, чотириядерного – 25%, восьмиядерного, відповідно, близько 13%. Звичайно, складання програми, що повністю використовує усі доступні ресурси системи, є набагато більш складнішим процесом, проте такий програмний продукт є більш конкуренто спроможним завдяки значній економії часу. Застосована автором у програмі технологія дозволяє використовувати для розрахунку довільну кількість системних процесорів.

Раніше авторами в [8] було здійснено розрахунок розробки нафтового пласта з ППТ шляхом нагнітання води з використанням описаних вище програмних комплексів. Пізніше в [9] здійснено розрахунок процесу розробки газоконденсатного покладу на виснаження та з ППТ шляхом зворотного запомповування сухого газу в пласт (сайклінг-процес), для повноти висвітлення процесу витіснення «жирного» газу «сухим» було розраховано три варіанти з повною (100%) та частковою компенсацією відборів на рівні 80% та 90%.

У порівняння з [8; 9] в симуляторі реалізовано можливість екстраполяції колекторських властивостей по пласту на основі даних які задаються по кожній свердловині зокрема. Таким чином розподіл здійснюється по товщині продуктивного прошарку та пористості на основі літотипу породи та її пористості, які в свою чергу визначаються на основі інтерпретації геофізичних досліджень свердловин. На даному етапі розподіл параметрів по площі реалізовано методом трикутників.

Щодо в'язкості нафти то в симуляторі реалізовано можливість задавати її у графічному вигляді (поліноми або таблиці), в’язкість газу розраховується за кореляційною залежністю Діна-Стіла [10].

Також симулятор доповнено можливістю задати наступні параметри роботи свердловин: мінімальний дебіт нафти, максимальний дебіт рідини, мінімальний вибійний тиск та максимальна депресія, та можливість періодичної експлуатації свердловини. На основі підключеного файлу з вказаними параметрами у хронологічному порядку можливо здійснювати адаптацію історії експлуатації свердловин та в автоматичному режимі моделювати перехід з режиму на режим, який в класичному вигляді може виглядати наступним чином:

а) постійний дебіт рідини (газу) – падіння вибійного тиску та зростання депресії;

б) постійна депресія – при досягненні максимального значення депресії експлуатація свердловини здійснюється до моменту зменшення вибійного тиску до мінімального значення;

в) постійний вибійний тиск – при досягненні мінімального значення вибійного тиску експлуатація свердловини здійснюється до моменту зменшення дебіту нафти (газу) до мінімального значення;

г) періодична експлуатація – при досягненні мінімального значення дебіту нафти (газу) автоматичне переведення свердловини у спостережний фонд з відслідковуванням пластового тиску в зоні свердловини та автоматичним її введенням у випадку його зростання до певної встановленої величини.

Для прикладу проведено розрахунок процесу розробки нафтового пласта. Параметри пласта наступні: довжина – 725 м, ширина – 675 м, товщина пласта – 12 м, початковий пластовий тиск – 13 МПа, пластова температура – 100 °С. Продуктивний пласт представляє собою класичну антиклінальну пастку з радіусом кривизни 800 м. Глибина залягання покрівлі горизонту змінюється від мінус 3530 м до мінус 3797,6 м, ВНК задана на глибині мінус 3580 м.

Розріз вертикально поділено на дві рівні частин, а горизонтально – на квадратні комірки з кроком 25 м, таким чином побудовано гідродинамічну сітку з параметрами комірки 25×25×6 м, всього 1566 комірок, з яких 690 – нафтонасичені.

Розміщення свердловин підібрано так, що свердловини 1 та 5 повністю розкривають всі комірки у водонасиченій частині за ВНК, а свердловини 2, 3 та 4 розкривають нафтову частину пласта. Причому свердловина 2 повністю розкриває тільки верхню комірку, а нижню тільки на 0,55 м, а свердловина 3 розташована у купольній частині покладу. Свердловини 2 та 4 розташовані поруч з ВНК для можливості відслідковування активності водоносного басейну. Кількість свердловин задано так, щоб мати змогу здійснити апроксимацію у водоносній частині покладу.

Схему пласта та розміщення свердловин наведено на рис. 1–3.

Колектор анізотропний за проникністю. Для заданої пористості проникність розраховували на основі степеневої залежності та у 10 разів нижчою в вертикальному напрямку. Критичні насиченості пласта водою прийнято відповідно: початкова – 0,2, кінцева – 0,8. Характер фазових кривих прийнято за моделлю Стоуна.

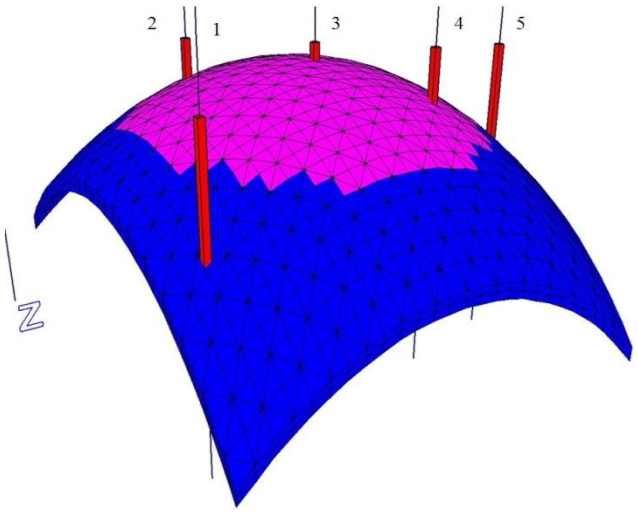


Рис. 1. Схема гідродинамічної сітки, розташування свердловин (вид збоку)

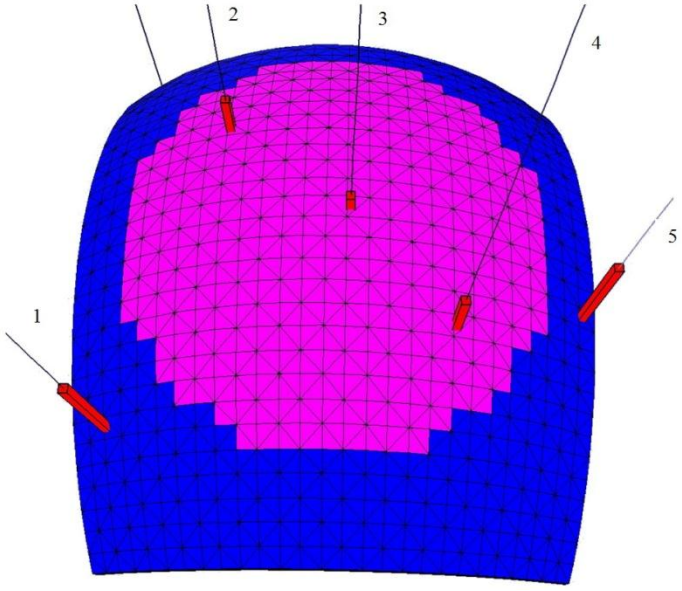


Рис. 2. Схема гідродинамічної сітки, розташування свердловин (вид зверху)

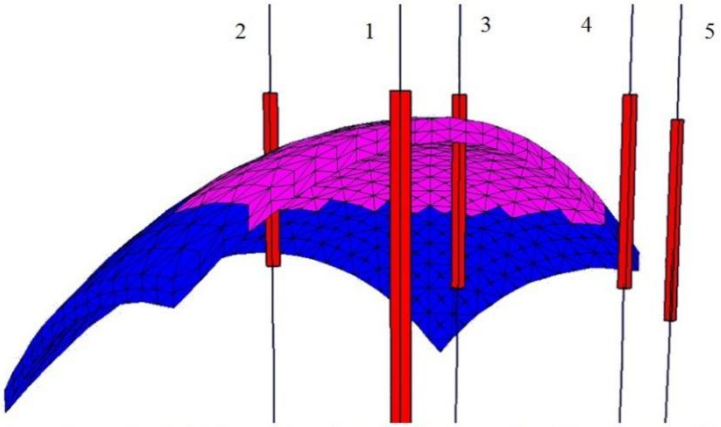


Рис. 3. Повздовжній профіль через свердловину 3 паралельно осі X (вид збоку)

Пластова суміш становить собою вуглеводневу систему наступного складу: метан – 43,75 %, етан – 8,75 %, пропан – 8,75 %, ізобутан – 8,75 % та гексан – 30 %. Молярна маса

суміші – 44,4 г/моль, густина в пластових умовах – 357 кг/м^3, тиск насичення – 11,6 МПа. Вміст газу в пластовій суміші – 650,9 м^3/т. Густину пластової води прийнято 1150 кг/м^3. На основі наведених вище фізичних параметрів пластових флюїдів та пласта-колектора розраховано величину початкових запасів нафти та сухого газу, які становлять відповідно 96,860 тис. т та 63,056 млн м^3.

Критичну криву пластової суміші по лінії тиску насичення в залежності від мольної частки газу наведено на рис. 4.

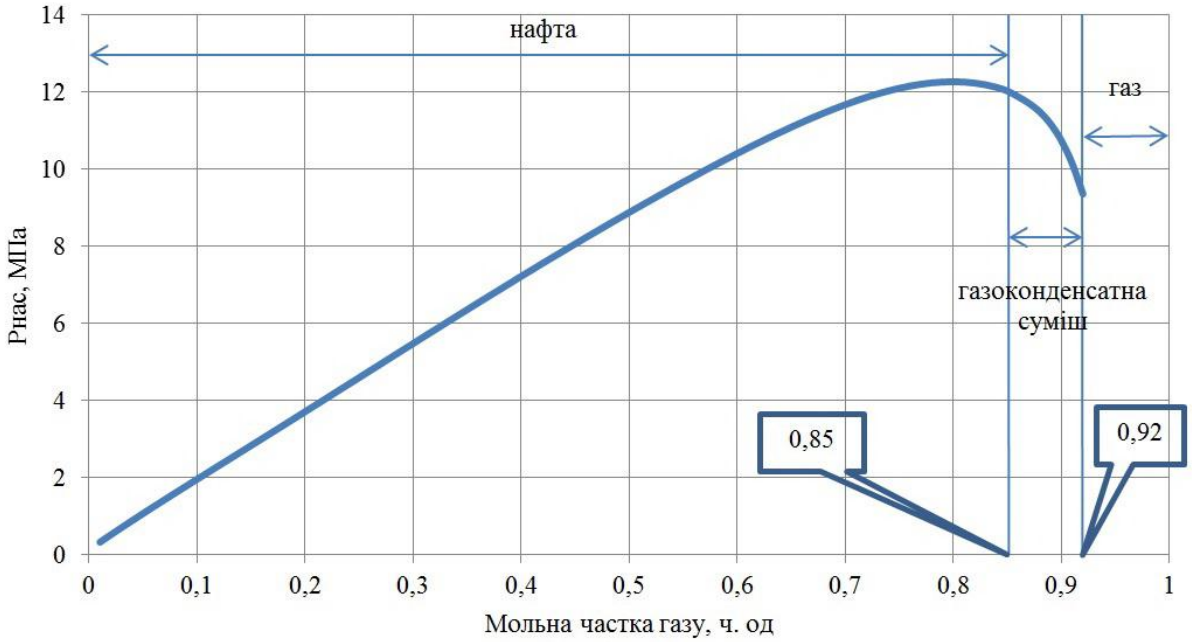


Рис. 4. Критична крива пластової суміші по лінії тиску насичення

Як видно з рисунку 5 до величини мольної части газу 0,85 пластова суміш за пластової температури та тиску вище тиску насичення є нафтою. В діапазоні значень мольної частки газу від 0,85 до 0,92 пластова суміш є газоконденсатною системою, а вище 0,92 – газом, з якого при зниженні тиску випадіння конденсату не відбувається.

Процес розробки моделювали наступним чином. Режим роботи видобувних свердловин задано з наступними параметрами: максимальна депресія – 5 МПа, мінімальний вибійний тиск – 5 МПа, мінімальний дебіт нафти – 0,5 т/д, мінімальний дебіт газу – 0,5 тис. м^3/д, максимальний дебіт газу – 200 тис. м^3/д. Свердловини вводили в експлуатацію одночасно, і залежно від обраного варіанту розрахунку у рециркуляційну свердловину 3 моделювали повернення всієї кількості видобутого газу. Сайклінг-процес припиняли при прориві газу у обидві видобувні свердловини та зростання дебіту газу до максимального значення, після чого продовжували розробку на виснаження до падіння дебіту газу та нафти нижче встановлених значень з подальшою періодичною експлуатацією. Таким чином, розраховано варіант розробки на виснаження – базовий варіант та варіант з ППТ зі 100% рециркуляцією газу – варіант 1.

Динаміку основних показників розробки по варіантах наведено в табл. 1, 2 та на рис. 6–9.

Базовий варіант. Розробку за цим варіантом розраховано 33 місяці. Варіант характеризується відносно швидким темпом падіння дебіту видобувних свердловини у зв'язку зменшенням фазової проникності нафти пов’язаної з накопиченням в привибійній зоні пласта газу. Так, дебіт нафти по свердловині 3 впродовж перших 12 місяців зменшуватиметься з початкового 40 т/д до 15 т/д. ГФ за той же період зазнає поступового зменшення до 584 м^3/т в четвертому місяці з наступним поступовим зростанням до величини більше 1100 м^3/т.

Протягом наступного періоду до 20 місяця відбуватиметься стабілізація дебіту нафти та стрімке зростання ГФ. Стабілізація видобутку нафти відбуватиметься власне за рахунок збільшених обсягів видобутку насиченого рівноважного газу з високим вмістом важких вуглеводнів незважаючи на зменшення видобутку рідинної фази. Після зростання ГФ по видобувних свердловинах до позначки 3500 $м^3/т$ відбуватиметься його стабілізація з наступним стрімким зменшенням дебіту нафти.

Щодо обводнення свердловинної продукції, то поява води відбуватиметься у свердловинах 2 та 4 у кінці п'ятого місяця розробки внаслідок пружного об'ємного розширення за контурного водоносного басейну. В подальшому обводнення поступово зростатиме і сягне свого максимуму на 16 місяці – 27,9%. Із наступним падінням пластового тиску обводнення теж поступово зменшуватиметься і на кінець періоду розробки становитиме 3,4%. Свердловини виводились з експлуатації після зменшення видобутку газу нижче гранично встановленого – 0,5 тис. $м^3/д$.

За весь період розробки буде досягнуто накопиченого видобутку нафти 27,874 тис. т, 31,627 тис. т рідини та 37,247 млн $м^3$ газу, буде досягнуто коефіцієнту вилучення нафти (КВН) на рівні 0,288, коефіцієнт газовилучення (КВГ) становитиме – 0,591.

Варіант 1 з використанням сайклінгу. Розробку за цим варіантом розраховано впродовж 35 місяців. За вказаним варіантом продукція видобуватиметься із свердловин 2 та 4, а весь видобутий газ буде запомповуватись у свердловину 3. Сайклінг-процес із 100 % рециркуляцією газу триватиме до кінця 21 місяця розробки, після чого нагнітальну свердловину 3 відключали і продовжували розрахунок на режимі виснаження пластової енергії.

Варто зазначити, що впродовж перших 20 місяців розробки у порівнянні з базовим варіантом відбуватиметься незначне падіння дебіту нафти, в цілому по покладу середньодобовий видобуток з 20 т/д зменшиться до 12 т/д. Проте, після прориву газу спершу до свердловини 4, а через місяць до свердловини 2 відбуватиметься спочатку стрімке короткотривале зростання дебіту нафти з наступним швидким падінням видобутку. Після прориву газу у свердловину 4 величина дебіту газу була обмежена максимально допустимою величиною – 200 тис. $м^3/д$.

Обводнення свердловинної продукції набуде дещо іншого характеру у порівнянні з базовим варіантом. Нагнітання газу в купольну частину дасть змогу утворити зону підвищенного тиску, тому прорив контурної води відбуватиметься у свердловинах 2 та 4 у незначній кількості і за період ППТ поступово зростатиме і сягне свого максимуму на 19 місяці – 12,4%. Із призупиненням ППТ обводнення навпаки стрімко зросте – до 31,3 %, так як зникне протитиск з боку нафтової частини пласта, що в свою чергу дасть змогу активно проявитись законтурному басейну. На кінець періоду розробки обводнення продукції становитиме 5,4%. Виведення свердловини з експлуатації, як і за базовим варіантом, відбуватиметься за падінням видобутку газу нижче гранично встановленого.

За цим варіантом буде видобуто 31,517 тис. т нафти, 35,163 тис. т рідини та 35,519 млн. $м^3$ газу та буде досягнуто КВН – 0,325 та КВГ – 0,563.

Розподіл газонасиченості на кінець розробки по варіантах наведено на рис. 5. Внаслідок розробки покладу за вказаним варіантом утвориться вторинна газова шапка еліптичної форми, яка буде розташована в купольній частині пласта та по формі буде витягнута в напрямку видобувних свердловин.

Порівняння основних технологічних показників розробки і коефіцієнтів вилучення для зручності наведено на рис. 5.

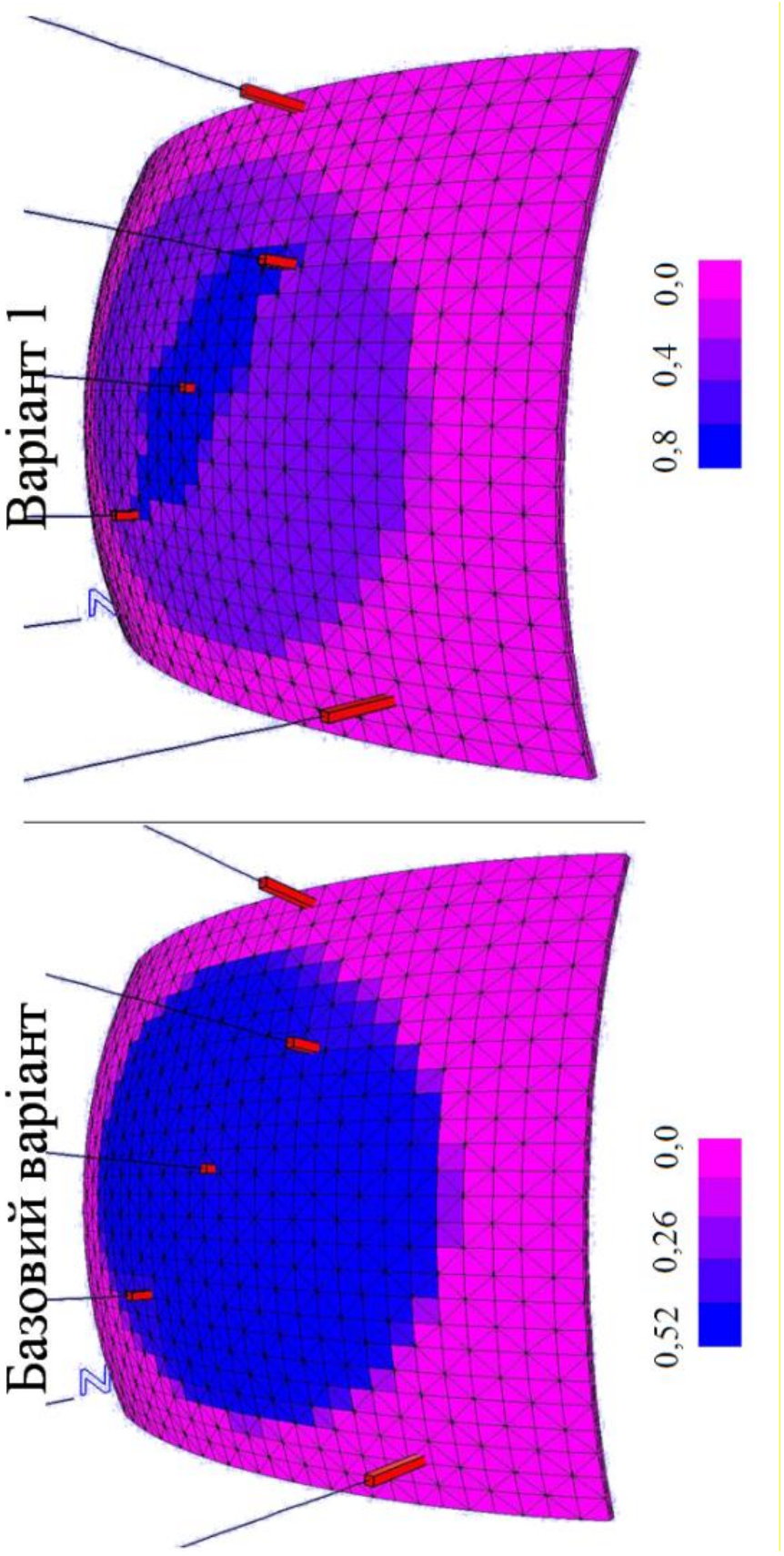


Рис. 5. Розподіл газонасиченості на кінець розробки по варіантах

Таблиця 1. **Динаміка основних показників розробки за базовим варіантом**

Місяці	Річний видобуток			Накопичений видобуток			ГФ, м3/т	Обвод-нення, %	КВН, ч. од.	КВГ, ч. од.	Середній дебіт		
	нафти	газу	рідини	нафти	газу	рідини					нафти	рідини	газу
	тис. т	млн м^3	тис. т	тис. т	млн м^3	тис. т					т/д	т/д	тис. м^3/д
1	3,452	2,184	3,452	3,452	2,184	3,452	633	0,0	0,036	0,035	38,4	38,4	24,3
2	1,865	1,160	1,865	5,317	3,345	5,317	622	0,0	0,055	0,053	20,7	20,7	12,9
3	1,932	1,147	1,932	7,249	4,491	7,249	593	0,0	0,075	0,071	21,5	21,5	12,7
4	1,736	1,014	1,736	8,985	5,505	8,985	584	0,0	0,093	0,087	19,3	19,3	11,3
5	1,638	0,958	1,649	10,623	6,464	10,634	585	0,6	0,110	0,103	18,2	18,3	10,6
6	1,448	0,856	1,508	12,071	7,320	12,142	591	4,0	0,125	0,116	16,1	16,8	9,5
7	1,370	0,838	1,482	13,441	8,158	13,624	612	7,6	0,139	0,129	15,2	16,5	9,3
8	1,261	0,817	1,415	14,702	8,975	15,039	648	10,9	0,152	0,142	14,0	15,7	9,1
9	1,110	0,788	1,297	15,812	9,763	16,336	710	14,4	0,163	0,155	12,3	14,4	8,8
10	1,055	0,854	1,285	16,867	10,616	17,621	809	17,9	0,174	0,168	11,7	14,3	9,5
11	0,950	0,899	1,198	17,818	11,516	18,819	946	20,7	0,184	0,183	10,6	13,3	10,0
12	0,949	1,068	1,232	18,767	12,584	20,051	1126	23,0	0,194	0,200	10,5	13,7	11,9
13	0,865	1,162	1,149	19,632	13,746	21,200	1343	24,7	0,203	0,218	9,6	12,8	12,9
14	0,735	1,158	0,991	20,366	14,904	22,191	1577	25,9	0,210	0,236	8,2	11,0	12,9
15	0,756	1,393	1,034	21,122	16,297	23,226	1843	27,0	0,218	0,258	8,4	11,5	15,5
16	0,692	1,500	0,960	21,814	17,797	24,186	2167	27,9	0,225	0,282	7,7	10,7	16,7
17	0,707	1,771	0,973	22,521	19,567	25,159	2505	27,4	0,233	0,310	7,9	10,8	19,7
18	0,688	1,936	0,924	23,209	21,503	26,083	2813	25,5	0,240	0,341	7,6	10,3	21,5
19	0,711	2,180	0,926	23,920	23,683	27,009	3066	23,2	0,247	0,376	7,9	10,3	24,2
20	0,695	2,264	0,877	24,615	25,947	27,885	3258	20,7	0,254	0,411	7,7	9,7	25,2
21	0,633	2,141	0,774	25,247	28,089	28,660	3385	18,3	0,261	0,445	7,0	8,6	23,8
22	0,593	2,051	0,706	25,840	30,139	29,366	3460	16,0	0,267	0,478	6,6	7,8	22,8
23	0,493	1,725	0,573	26,333	31,864	29,938	3496	13,9	0,272	0,505	5,5	6,4	19,2
24	0,418	1,466	0,475	26,752	33,331	30,413	3507	11,9	0,276	0,529	4,6	5,3	16,3
25	0,327	1,148	0,364	27,079	34,478	30,777	3505	10,0	0,280	0,547	3,6	4,0	12,8
26	0,226	0,792	0,247	27,306	35,270	31,024	3497	8,3	0,282	0,559	2,5	2,7	8,8
27	0,187	0,654	0,201	27,493	35,924	31,225	3489	6,9	0,284	0,570	2,1	2,2	7,3
28	0,130	0,454	0,139	27,623	36,378	31,364	3480	5,8	0,285	0,577	1,4	1,5	5,0
29	0,095	0,332	0,101	27,719	36,710	31,465	3474	5,2	0,286	0,582	1,1	1,1	3,7
30	0,065	0,224	0,068	27,783	36,934	31,532	3469	4,7	0,287	0,586	0,7	0,8	2,5
31	0,046	0,160	0,048	27,830	37,094	31,581	3465	4,5	0,287	0,588	0,5	0,5	1,8
32	0,030	0,103	0,031	27,859	37,196	31,611	3462	3,8	0,288	0,590	0,3	0,3	1,1
33	0,015	0,051	0,015	27,874	37,247	31,627	3457	3,4	0,288	0,591	0,2	0,2	0,6

Таблиця 2. **Динаміка основних показників розробки за першим варіантом з використанням сайклінгу**

Місяці	Річний видобуток			Накопичений видобуток			ГФ, м³/т	Обводнення, %	КВН, ч. од.	КВГ, ч. од.	Середній дебіт		
	нафти	газу	рідини	нафти	газу	рідини					нафти	рідини	газу
	тис. т	млн м³	тис. т	тис. т	млн м³	тис. т					т/д	т/д	тис. м³/д
1	2,628	0,000	2,628	2,628	0,000	2,628	0	0,0	0,027	0,000	43,8	43,8	0,0
2	1,216	0,000	1,216	3,844	0,000	3,844	0	0,0	0,040	0,000	20,3	20,3	0,0
3	1,228	0,000	1,228	5,073	0,000	5,073	0	0,0	0,052	0,000	20,5	20,5	0,0
4	1,165	0,000	1,165	6,238	0,000	6,238	0	0,0	0,064	0,000	19,4	19,4	0,0
5	1,173	0,000	1,173	7,411	0,000	7,411	0	0,0	0,077	0,000	19,6	19,6	0,0
6	1,089	0,000	1,090	8,500	0,000	8,501	0	0,1	0,088	0,000	18,1	18,2	0,0
7	1,064	0,000	1,076	9,564	0,000	9,577	0	1,1	0,099	0,000	17,7	17,9	0,0
8	1,015	0,000	1,050	10,578	0,000	10,626	0	3,3	0,109	0,000	16,9	17,5	0,0
9	0,955	0,000	1,007	11,533	0,000	11,634	0	5,2	0,119	0,000	15,9	16,8	0,0
10	0,965	0,000	1,033	12,498	0,000	12,667	0	6,6	0,129	0,000	16,1	17,2	0,0
11	0,916	0,000	0,992	13,414	0,000	13,659	0	7,7	0,138	0,000	15,3	16,5	0,0
12	0,925	0,000	1,014	14,340	0,000	14,673	0	8,8	0,148	0,000	15,4	16,9	0,0
13	0,906	0,000	1,002	15,246	0,000	15,675	0	9,6	0,157	0,000	15,1	16,7	0,0
14	0,800	0,000	0,891	16,046	0,000	16,566	0	10,1	0,166	0,000	13,3	14,8	0,0
15	0,868	0,000	0,974	16,915	0,000	17,540	0	10,9	0,175	0,000	14,5	16,2	0,0
16	0,824	0,000	0,932	17,738	0,000	18,472	0	11,6	0,183	0,000	13,7	15,5	0,0
17	0,835	0,000	0,951	18,573	0,000	19,423	0	12,2	0,192	0,000	13,9	15,9	0,0
18	0,788	0,000	0,897	19,361	0,000	20,321	0	12,2	0,200	0,000	13,1	15,0	0,0
19	0,788	0,000	0,900	20,149	0,000	21,220	0	12,4	0,208	0,000	13,1	15,0	0,0
20	0,740	0,000	0,832	20,889	0,000	22,052	0	11,1	0,216	0,000	12,3	13,9	0,0
21	1,210	0,000	1,247	22,098	0,000	23,299	0	3,0	0,228	0,000	20,2	20,8	0,0
22	1,796	6,860	1,861	23,894	6,860	25,159	3820	3,5	0,247	0,109	29,9	31,0	114,3
23	2,124	8,433	2,534	26,019	15,293	27,693	3970	16,2	0,269	0,243	35,4	42,2	140,5
24	1,412	5,249	2,042	27,431	20,542	29,735	3717	30,8	0,283	0,326	23,5	34,0	87,5
25	1,164	4,295	1,696	28,595	24,838	31,431	3689	31,3	0,295	0,394	19,4	28,3	71,6
26	0,907	3,351	1,241	29,502	28,188	32,672	3695	26,9	0,305	0,447	15,1	20,7	55,8
27	0,741	2,727	0,968	30,243	30,915	33,640	3677	23,4	0,312	0,490	12,4	16,1	45,4
28	0,484	1,763	0,605	30,727	32,678	34,245	3647	20,1	0,317	0,518	8,1	10,1	29,4
29	0,323	1,168	0,388	31,050	33,847	34,633	3617	16,8	0,321	0,537	5,4	6,5	19,5
30	0,196	0,705	0,227	31,246	34,551	34,861	3592	13,8	0,323	0,548	3,3	3,8	11,7
31	0,124	0,444	0,140	31,370	34,995	35,001	3575	11,6	0,324	0,555	2,1	2,3	7,4
32	0,074	0,263	0,082	31,444	35,258	35,083	3564	10,1	0,325	0,559	1,2	1,4	4,4
33	0,042	0,149	0,046	31,486	35,407	35,129	3557	9,0	0,325	0,562	0,7	0,8	2,5
34	0,024	0,086	0,026	31,510	35,493	35,156	3553	7,9	0,325	0,563	0,4	0,4	1,4
35	0,007	0,025	0,008	31,517	35,519	35,163	3554	5,4	0,325	0,563	0,1	0,1	0,4

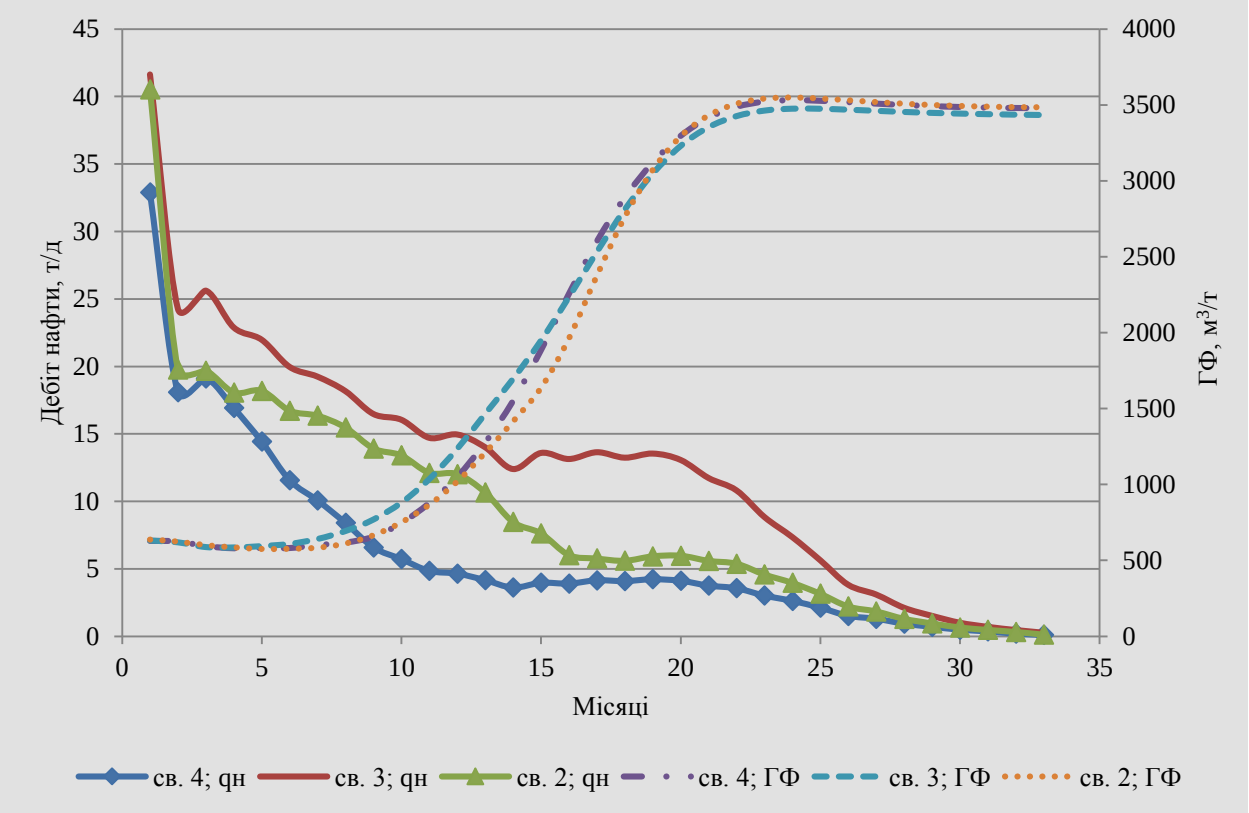


Рис. 6. Динаміка основних показників експлуатації свердловин за базовим варіантом

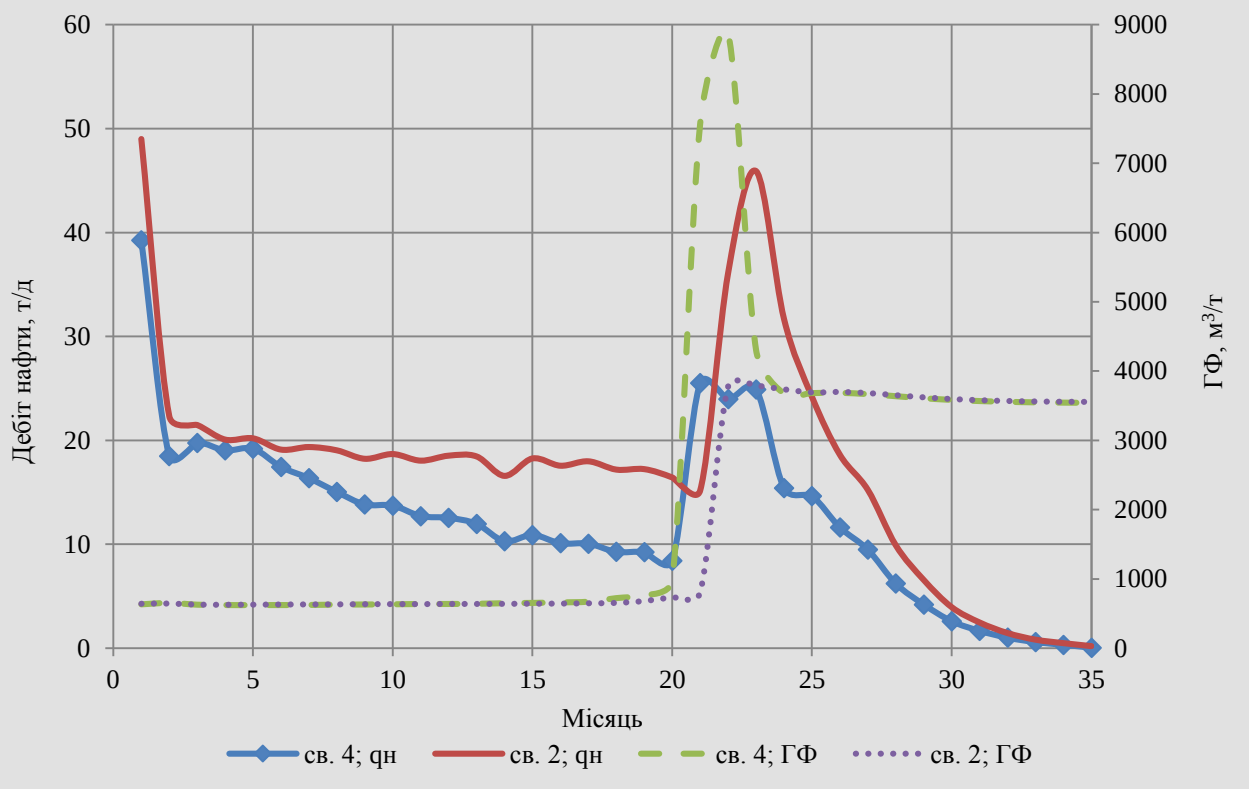


Рис. 7. Динаміка основних показників експлуатації свердловин за варіантом з використанням сайклінгу

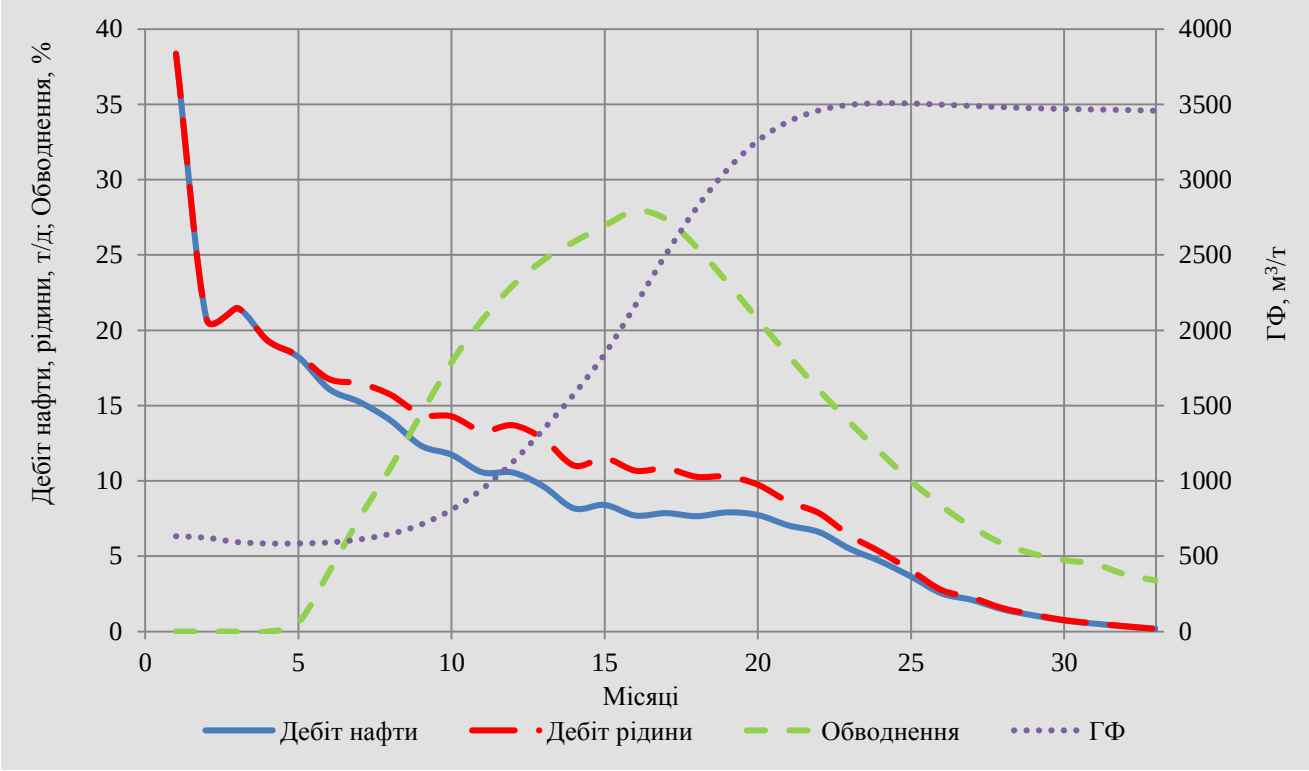


Рис. 8. Динаміка основних показників розробки за базовим варіантом

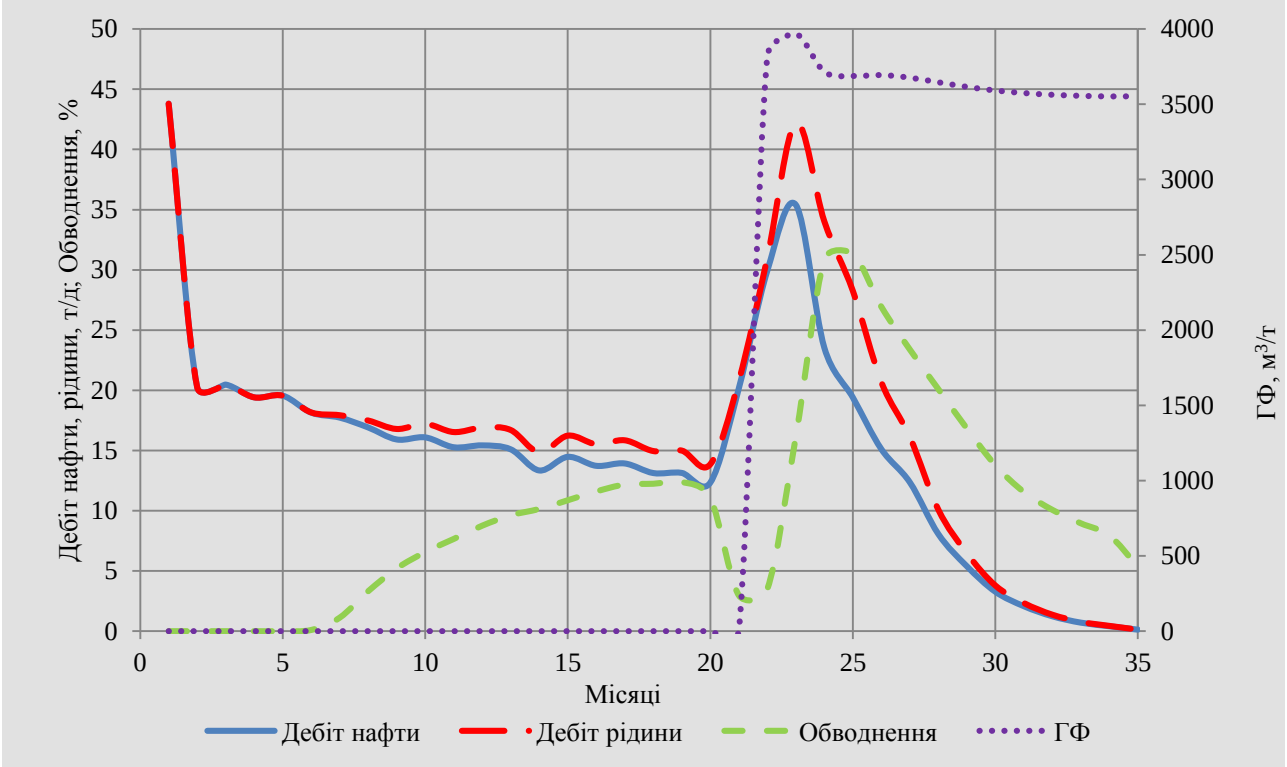


Рис. 9. Динаміка основних показників розробки за базовим варіантом використанням сайклінгу

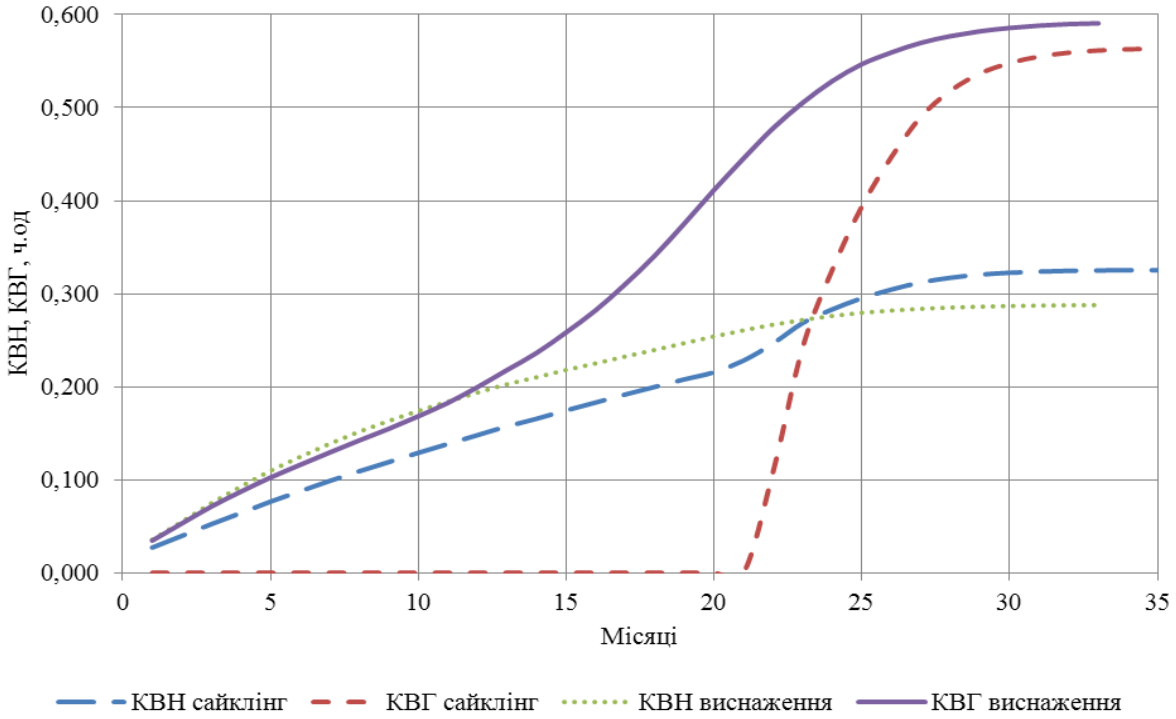


Рис. 10. Порівняння основних показників розробки за варіантами

Як бачимо з наведеного на рисунку 10 найбільш привабливим з точки зору видобутку нафти є варіант 1 з використанням зворотної рециркуляції сухого газу, який забезпечує найвищий КВН. За КВГ базовий варіант дещо привабливіший від першого, проте різниця по надлишковому видобутку газу становить 1,728 млн. м^3, що в переводі на нафту через умовне паливо становить 1,728 тис. т, а відставання по видобутку нафти – 3,634 тис. т, таким чином сумарно видобуток нафти менший на 1,915 тис. т. До цього слід додати і менший на 107 т видобуток води за першим варіантом.

Отже, отримані на основі розроблених авторами програмних комплексів результати моделювання процесу розробки нафтового покладу як на виснаження пластової енергії так і з ППТ з використанням сайклінг-процесу, є адекватними реальним процесам розробки. Закладені в симулятор алгоритми та використання технології паралельних обчислень дають змогу швидко та точно розраховувати показники розробки та здійснювати оперативний контроль процесу газо- та нафтовилучення.

В статье рассмотрены особенности использования гидродинамического симулятора для моделирования процесса разработки нефтяной залежи на истощение и с поддержанием пластового давления путем обратной рециркуляции сухого газа (сайклинг-процесс). Описаны разработанные программные комплексы для расчета фазового равновесия сложных многокомпонентных углеводородных систем с учетом содержания неуглеводородных компонентов таких как азот и углекислый газ. Приведенные программы позволяют осуществлять расчет контактной и дифференциальной конденсации и дегазации, давления насыщения и распределение компонентов пластовых систем в гравитационном поле. Разработанный гидродинамический симулятор многокомпонентной трехфазной трехмерной фильтрации пластовых флюидов, который позволяет осуществлять композиционное моделирование процесса разработки нефтяных, газовых, газоконденсатных и нефтегазоконденсатных залежей на различных режимах разработки. В программе введена возможность выполнения параллельных расчетов. Эта технология позволяет использовать для расчета произвольное количество системных процессоров, что значительно повышает скорость расчетов.

С целью демонстрации возможностей симулятора для примера приводится расчет процесса разработки нефтяной залежи на истощение и с поддержанием пластового давления путем обратной рециркуляции сухого газа (сайклинг-процесс).

Ключевые слова: *математическое моделирование, гидродинамический симулятор, фазовая проницаемость, фазовое равновесие, фильтрация, сайклинг-процесс.*

The article focuses on features of hydrodynamic simulator application to model the process of oil deposit development by pressure depletion and pressure maintenance through cycling process. Software systems for calculation of phase equilibrium of complex multicomponent hydrocarbon systems with regard to content of non-hydrocarbon components such as nitrogen and carbon dioxide are developed. The programs allow to calculate contact and differential condensation and degasification, saturated pressure and distribution of components of reservoir systems in gravitational field. Developed hydrodynamic simulator of multicomponent three-phase-dimensional filtration of reservoir fluids enables to perform compositional simulation of oil, gas, gas-condensate and oil-gas-condensate deposits development in different reservoir drives. The performance of parallel calculations was implemented in the program. The technology allows to use arbitrary number of system processors for calculations that increases calculating speed.

The calculation of oil deposit development by pressure depletion and pressure maintenance through cycling process is given as an example in order to demonstrate the possibilities of the simulator.

Key words: *mathematical modeling, hydrodynamic simulator, phase permeability, phase equilibrium, filtration, cycling process.*

Література

5. Рудий М.І. Нові технології кислотної дії на привибійну зону пласта. – Івано-Франківськ: ПП «Галицька друкарня плюс», 2010. – 296 с.
6. Щуров В.И. Технология и техника добычи нефти. Учебник для вузов. – М.: Недра, 1983. – 510 с.
7. Композиционный симулятор «МКТ». Модификация аквифера картера-трейси для моделирования ПХГ / А.Х. Пергамент, А.В. Горчаков, Б.В. Критский, С.Б. Попов. – Вестник ЦКР РОСНЕДРА. ООО «НИПИ НГ». – 2010. – С. 2–7.
8. Louis J. Durlofsky, Khalid Aziz. Advanced Techniques for Reservoir Simulation and Modeling of Nonconventional Wells. – Department of Petroleum Engineering School of Earth Sciences Stanford University Stanford, CA 94305-2220. – 2004. – 213 с.
9. Брусиловский А.И. Фазовые превращения при разработке месторождений нефти и газа. – М.: Грааль. – 2002. – 575 с.
10. Намиот А.Ю. Различие свойств нефти в пределах нефтеносной залежи // Исследования в области физики пласта: труды ВНИИ. – Вып. 3. – 1954. – С. 41–60.
11. Азиз Х., Сеттари Э. Математическое моделирование пластовых систем. – М.: Недра, 1982. – 407 с.
12. Коваль В.І. Гідродинамічний симулятор для проектування розробки родовищ вуглеводнів // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сборник научных трудов.– К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля, НАН Украины, 2012. – Вып. 15. – 631 с.
13. Чернов Б.О., Коваль В.І. Гідродинамічний симулятор для проектування розробки родовищ вуглеводнів. // Розвідка та розробка нафтових і газових родовищ: всеукр. наук.-техн. журн. – Івано-Франківськ: Факел, 2012. – №4. – 215 с.
14. Гуревич Г.Р., Брусиловский А.И. Справочное пособие по расчёту фазового состояния и свойств газоконденсатних смесей. – М.: Недра, 1984. – 264 с.

Надійшла 14.07.14

УДК 622.24.053

А. А. Кожевников, **Р. Е. Дычковский**, доктора технических наук,
Ю. Л. Кузин, канд. техн. наук, **А. А. Лексиков**

Государственный ВУЗ «Национальный горный университет», Днепропетровск, Украина

НАГРУЗКИ В БУРИЛЬНОЙ КОЛОННЕ ПРИ СРЫВЕ КЕРНА

Рассмотрены вопросы определения критических загрузок, возникающие при заклинке и срыве керна в бурильных трубах. Авторами предлагается определение нагрузок с учетом критических нагрузок в нижнем, наиболее нагруженном сечении бурильной колонны.

Ключевые слова: *бурильная колонна, срыв керна, толщина стенки бурильной трубы.*

При колонковом бурении отбирается образец горной породы – керн, который перед подъемом колонковой трубы должен быть заклинен в буровой коронке и оторван от массива. В зависимости о свойств горных пород заклинка керна может осуществляется одним из трех способов:

- затирка (бурение всухую),
- заклинка частичками инородного материала (фарфор, фаянс, кварц, алюминий, дробь и др.);
- заклинка кернорвателем.

Срыв керна от массива может осуществляется одним из двух способов:

- натяжением бурильной колонны вверх (без вращения);
- совместным воздействием натяжения и вращения.

Керн может отбираться в любых горных породах, т.е. с I по XII категории по буримости.

Цель настоящей работы – анализ условий работы бурильной колонны при срыве керна в породах VII–VIII категорий по буримости.

Рассматривается процесс срыва керна в породах:

- VII категории – напряжение скалывания τ находится в пределах $(140–230)\cdot10^5$ Па,
- VIII категории напряжение скалывания τ – $(260–450)\cdot10^5$ Па [1]. Процесс бурения осуществляется твердосплавными коронками, типоразмеры которых приведены в табл. 1.

Диаметр выбуриваемого керна принимается на 2 мм меньше, чем внутренний диаметр коронки и приведен в табл. 1.

Таблица 1. **Типоразмеры коронок и диаметры керна[2]**

Типоразмер коронки	Наружный диаметр коронки $d_{н.}$, мм	Внутренний диаметр коронки $d_{в.}$, мм	Диаметр керна $D_к$, мм
СА5- 76	76	58	56
СА6- 93	93	73	71
СА6- 112	112	92	90
СА6- 132	132	112	110

Крутящий момент, необходимый для срыва керна, согласно[3] определяется по формуле

$$M_к = \frac{\pi}{16} D_к^3 \tau \qquad (1)$$

где $D_к$ – диаметр керна, м; τ – временное сопротивление породы скалыванию.

Расчетные значения крутящего момента для срыва керна в процессе бурения по породам VII и VIII категории по буримости приведены в табл. 2.

Таблица 2. **Крутящий момент, необходимый для срыва керна**

Категория прочности породы	Тип коронки	Диаметр керна $D_к$, м	Временное сопротивление породы скалыванию $\tau_в^п$, Па	Крутящий момент, необходимый для срыва керна $M_к$, Н·м
VII	СА5-76	56	$(140–230)\cdot10^5$	(483–793)
	СА6-93	71		(984–1616)
	СА6-112	90		(2004–3292)
	СА6-132	110		(3659–6010)
VIII	СА5-76	56	$(260–450)\cdot10^5$	(897–1562)
	СА6-93	71		(1827–3163)
	СА6-112	90		(3722–6440)
	СА6-132	110		(6795–11761)

В качестве компоновки сжатой части бурильной колонны применяются бурильные трубы СБТМ-50 с различными толщинами стенок (СБТУ), сведения о которых приведены в табл. 3.

Таблица 3. **Типоразмеры СБТУ**

Типоразмер трубы	Толщина стенки трубы δ, мм	Наружный диаметр трубы d, мм	Внутренний диаметр трубы d_1, мм
Ø50×5,5	5,5	50	39
Ø50×7,5	7,5		35
Ø50×9,5	9,5		31
Ø50×11,5	11,5		27
Ø50×13,5	13,5		23
Ø50×15,5	15,5		19
Ø50×17,5	17,5		15
Ø50×19,5	19,5		11
Ø50×20	20		10

Максимальные касательные напряжения в трубах в момент срыва керна определяются по формуле [3]

$$\tau_{mp} = \frac{D_к^3 d}{d^4 - d_1^4}\tau\,. \qquad (2)$$

Расчетные максимальные касательные напряжения, возникающие в трубах нижней части приведены в табл. 4

Таблица 4. **Максимальные касательные напряжения в бурильных трубах при срыве керна**

Типоразмер трубы	Категория прочности породы	Тип коронки	Диаметр керна $D_к$, мм	Максимальные касательные напряжения τ, МПа
Ø50×5,5	VII	СА5-76	56	31,2–51,3
Ø50×7,5				25,9–42,5
Ø50×9,5				23,1–37,9
Ø50×11,5				21,5–35,3
Ø50×13,5				20,6–33,8
Ø50×15,5				20,1–33,0
Ø50×17,5				19,8–32,6
Ø50×19,5				19,7–32,4
Ø50×20				19,7–32,4

Продолжение табл. 5

Типоразмер трубы	Категория прочности породы	Тип коронки	Диаметр керна $D_к$, мм	Максимальные касательные напряжения τ, МПа
Ø50×5,5	VII	СА6-93	71	63,6–104,6
Ø50×7,5				52,8–86,7
Ø50×9,5				47,0–72,3
Ø50×11,5				43,8–72,0
Ø50×13,5				42,0–68,9
Ø50×15,5				40,9–67,3
Ø50×17,5				40,4–66,4
Ø50×19,5				40,2–66,0
Ø50×20				40,2–66,0
Ø50×5,5	VII	СА6-112	90	129,6–213,0
Ø50×7,5				107,4–176,5
Ø50×9,5				95,8–157,4
Ø50×11,5				89,2–146,6
Ø50×13,5				85,5–140,4
Ø50×15,5				83,4–137,0
Ø50×17,5				82,3–135,2
Ø50×19,5				81,8–134,5
Ø50×20				81,7–134,4
Ø50×5,5	VII	СА6-132	110	236,7–388,8
Ø50×7,5				196,2–322,3
Ø50×9,5				174,9–287,4
Ø50×11,5				162,9–267,7
Ø50×13,5				156,1–256,4
Ø50×15,5				152,2–250,1
Ø50×17,5				150,3–246,9
350×19,5				149,4–245,5
Ø50×20				149,3–245,3
Ø50×5,5	VIII	СА5-76	56	57,92–100,4
Ø50×7,5				48,1–83,2
Ø50×9,5				42,9–74,2
Ø50×11,5				39,9–69,1
Ø50×13,5				38,3–66,1
Ø50×15,5				37,1–64,6
Ø50×17,5				36,8–63,8
Ø50×19,5				36,6–63,4
Ø50×20				36,6–63,4
Ø50×5,5	VIII	СА6-93	71	118,1–204,6
Ø50×7,5				98,1–169,6
Ø50×9,5				87,3–141,5
Ø50×11,5				81,3–140,9
Ø50×13,5				78,0–134,8
Ø50×15,5				76,0–131,7
Ø50×17,5				75,0–129,9
Ø50×19,5				74,7–129,1
Ø50×20				74,5–129,1

Продолжение табл. 5

Ø50×5,5	VIII	СА6-112	90	240,7–416,7
Ø50×7,5				199,5–345,3
Ø50×9,5				177,9–308,0
Ø50×11,5				165,7–286,8
Ø50×13,5				158,8–274,7
Ø50×15,5				154,9–268,0
Ø50×17,5				152,0–264,5
Ø50×19,5				151,9–263,2
Ø50×20				151,7–263,0
Ø50×5,5	VIII	СА6-132	110	439,6–760,7
Ø50×7,5				364,4–630,6
Ø50×9,5				324,8–562,3
Ø50×11,5				302,5–523,8
Ø50×13,5				289,9–501,6
Ø50×15,5				282,7–489,3
Ø50×17,5				279,1–483,1
Ø50×19,5				277,5–480,3
Ø50×20				277,3–479,9

Из результатов расчета следует, что СБТУ из стали 36Г2С, для которой предел текучести при кручении $[\tau_{тр}]$ = 244 МПа, в ряде случаев не обеспечивает условия прочности бурильной колонны (рис. 1–4).

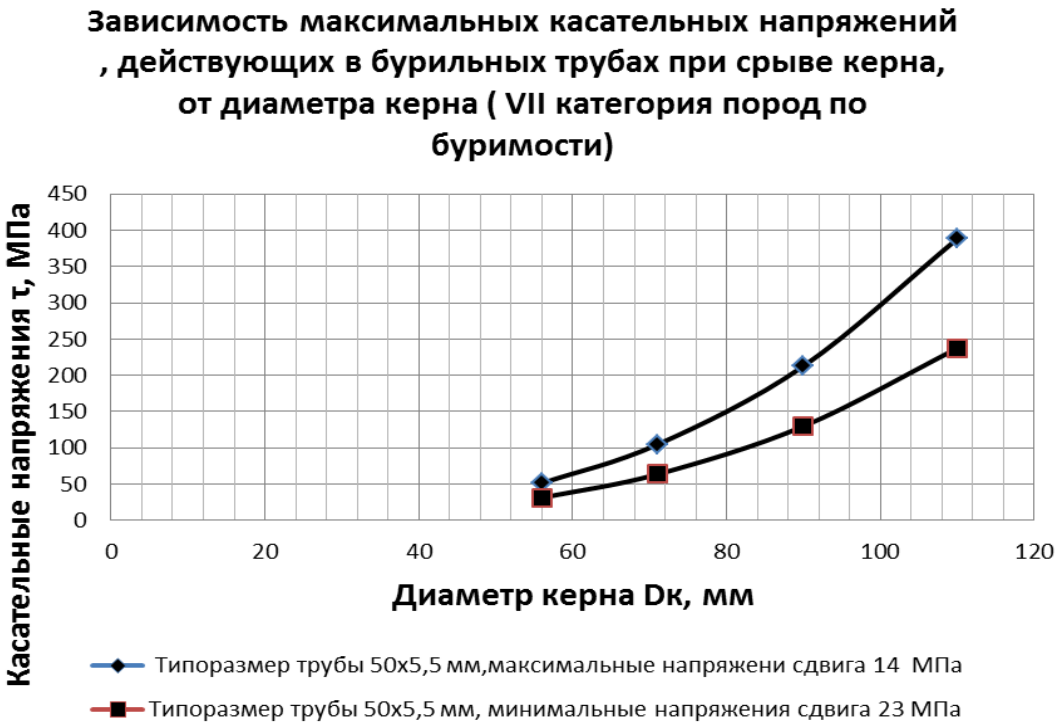


Рис.1 Зависимость максимальных касательных напряжений, действующих в бурильных трубах типоразмера Ø 50×5,5 мм при срыве керна (VII категория пород по буримости)

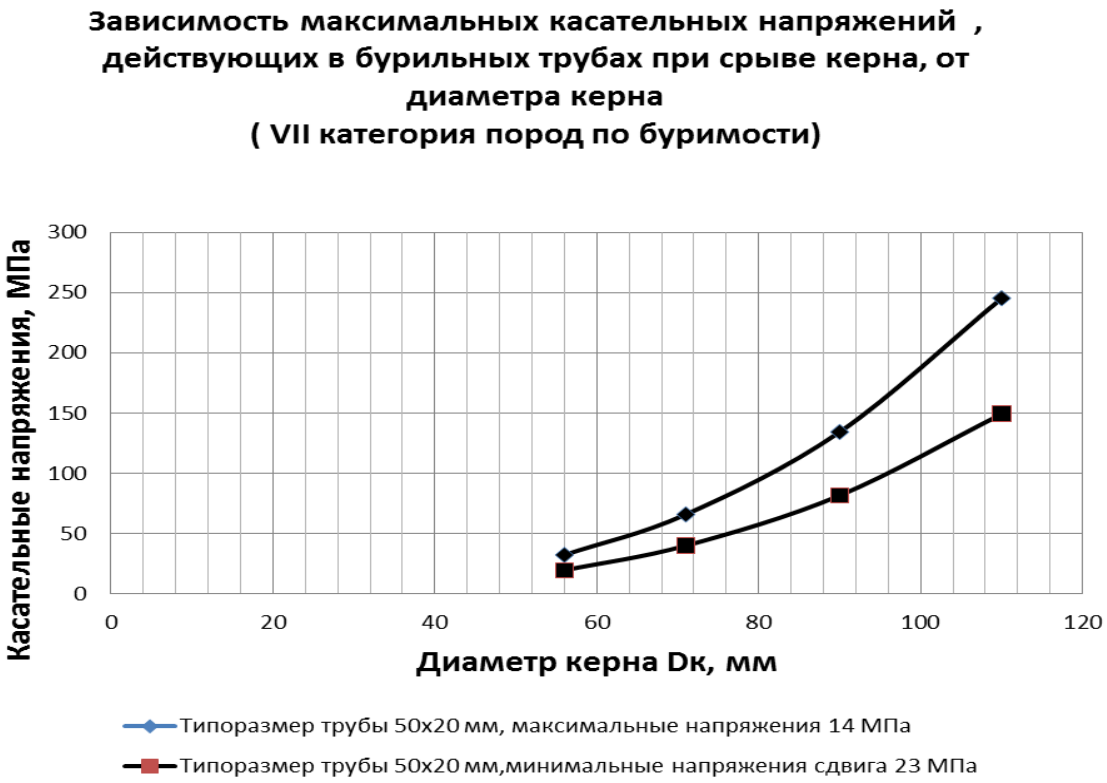


Рис.2 Зависимость максимальных касательных напряжений, действующих в бурильных трубах типоразмера Ø 50×20 мм при срыве керна (VII категория пород по буримости)

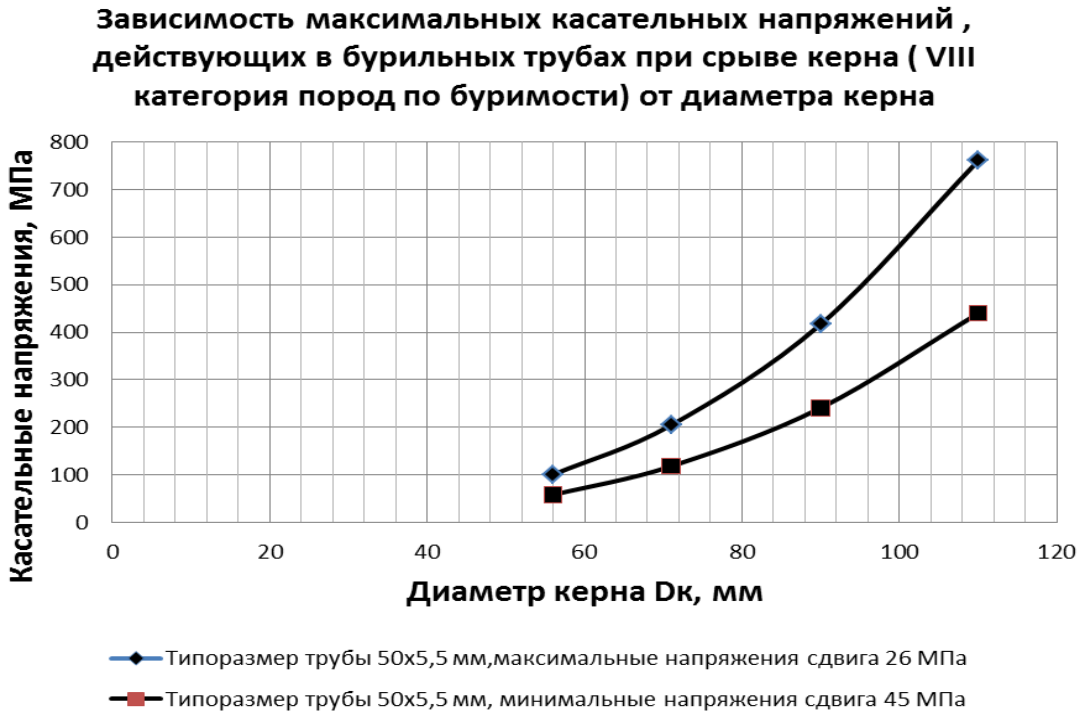


Рис.3 Зависимость максимальных касательных напряжений, действующих в бурильных трубах типоразмера Ø 50×5,5 мм при срыве керна (VIII категория пород по буримости)

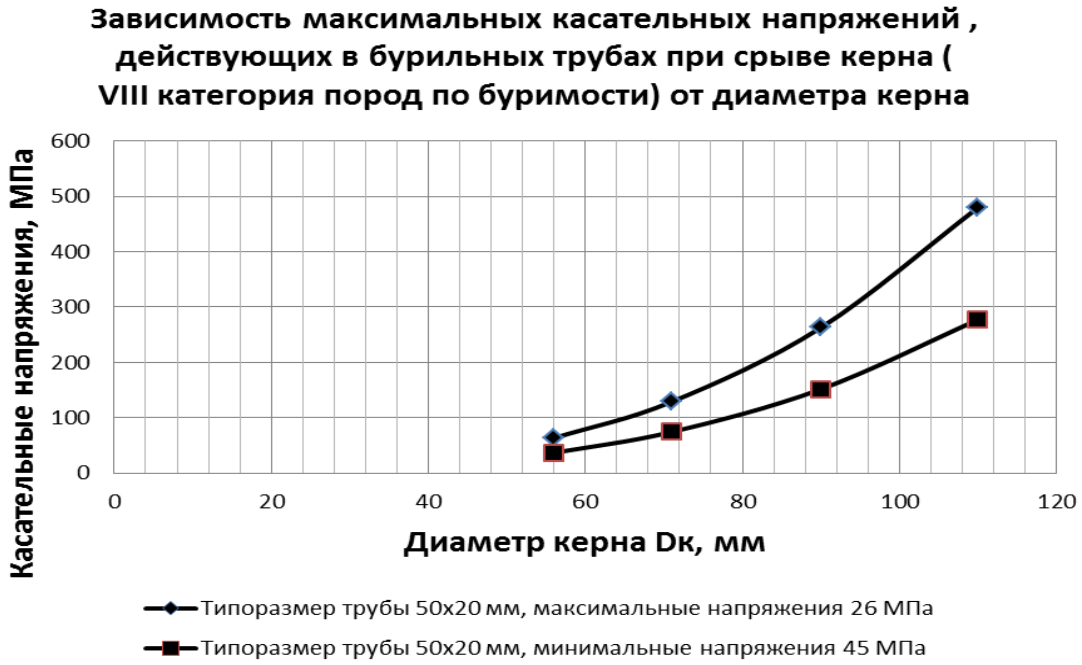


Рис.4 Зависимость максимальных касательных напряжений, действующих в бурильных трубах типоразмера Ø 50×20 мм при срыве керна (VIII категория пород по буримости)

Предельно допустимый диаметр керна, исходя из условия прочности бурильных труб $[\tau_{тр}] > \tau$ определяется по формуле [3]

$$[D_к] = \sqrt[3]{\frac{[\tau]}{[\tau_в^п]} \cdot \frac{d^4 - d_1^4}{d}}. \quad (3)$$

Расчетный предельно допустимый диаметр керна для различных типоразмеров бурильных труб приведен в табл. 5.

Таблица 5. **Предельно допустимый диаметр керна**

Группа прочности пород	Типоразмер бурильной трубы	Предельно допустимый диаметр керна, мм
VII	Ø50×5,5	(112–94,8)
	Ø50×7,5	(118,5–101,3)
	Ø50×9,5	(122,8–103,4)
	Ø50×11,5	(125–107,7)
	Ø50×13,5	(127–107,7)
	Ø50×15,5	(129,3–109,9)
	Ø50×17,5	(129,3–109,9)
	Ø50×19,5	(129,3–109,9)
	Ø50×20	(129,3–109,3)
VIII	Ø50×5,5	(90,5–75,4)
	Ø50×7,5	(96,9–79,7)
	Ø50×9,5	(99,1–84)
	Ø50×11,5	(102,3–85,15)
	Ø50×13,5	(103,4–86,2)
	Ø50×15,5	(104,7–87,3)
	Ø50×17,5	(105,1–87,7)
	Ø50×19,5	(105,4–87,7)
	Ø50×20	(105,4–87,9)

График зависимости предельного диаметра керна от толщины стенки бурильной трубы показан на рис 5.

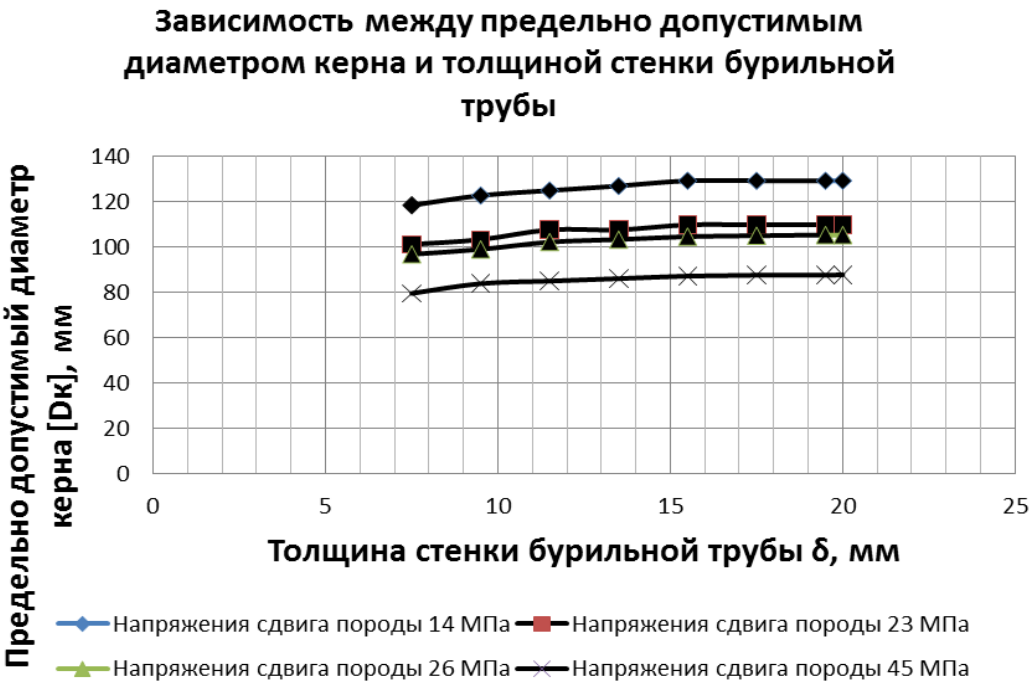


Рис.5. График зависимости предельного диаметра керна от толщины стенки бурильной трубы

Выводы

1. Касательные напряжения, возникающие при срыве керна горных пород VIII категории могут достигать величин, превышающие предел текучести материала бурильных труб, однако на практике такое редко происходит из-за нарушенности керна.

2. Полученные зависимости определения касательных напряжений при срыве керна позволяют использовать и при проектировании технологии колонкового бурения (конструкция скважины, компоновка бурильной колонны).

Розглянуті питання визначення критичних навантажень, які виникають при заклинюванні та зриві керна в бурильних труба. Авторами пропонується визначення навантажень в нижньому, найбільш навантаженому перерізі бурильної колони.

Ключові слоава: *бурильна колона,зрив керну, товщина стінки бурильної труби*

Considered the issues of determining critical loads arising in saclike and the disruption of core in the drill pipe. The authors determination of loads with account of critical loads at the bottom, the busiest section of the drill string.

Key words: *drill pipe string, breakdown of core, thickness of wall drill pipe.*

Литература

1. Ржевский В.В., Новик Г.Я. Основы физики горных пород. – М.: Недра, 1978. – 390 с.
2. Породоразрушающий инструмент для геологоразведочного бурения / Н.И. Корнилов, В.С. Травкин, Л.К. Берестень, Д.И. Коган. – М.: Недра, 1979. – 359 с.
3. Воздвиженский Б.И., Васильев М.Г. Буровая механика. – М.: Госгеолтехиздат, 1954. – 492 с

Поступила 15.07.14

УДК 621.921.343-492.2:541.128.13

А. О. Кожевников, **В. С. Хілов**, доктора технічних наук,
О. А. Борисевич, **А. П. Бельчицкий**

Державний ВНЗ «Національний горний університет» м. Дніпропетровськ, Україна

ПРЕСПЕКТИВИ РОЗВИТКУ БУРІННЯ З ІМПУЛЬСНИМ ОБЕРТАННЯМ ІНСТРУМЕНТУ

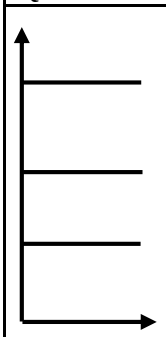
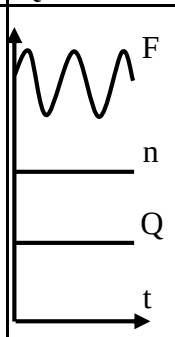
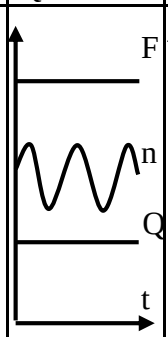
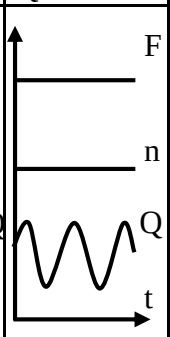
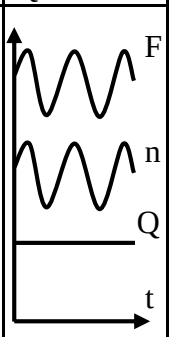
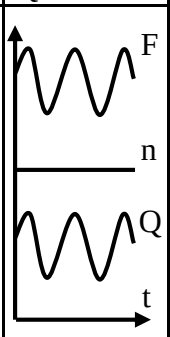
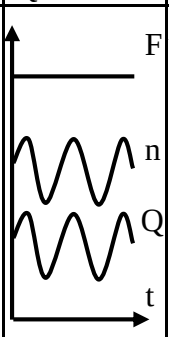
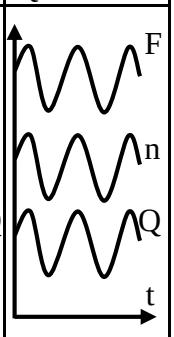
У статті розглянуті преспективи розвитку буріння з імпульсним обертанням інструменту. Метою цього буріння є підвищення ефективності процесу руйнування гірничою породи, зниження витрат та зменшення енергоємності при проходці свердловини. У роботі розглядається можливість використання імпульсної технології буріння зі змінною частотою обертання продоруйнівного інструменту.

Ключові слова: *частота, імпульс, буріння.*

Уперше класифікація імпульсних технологій представлена в роботах [1-2] у вигляді звіту ДГИ (Дніпропетровського гірничого інституту) по науково-дослідній роботі, виконаній по госпдоговору з ВИТР (Всесоюзним науково-дослідним інститутом методики і техніки розвідки) в 1986 році, а потім у вигляді тез доповіді на Міжнародній конференції «Механіка гірських порід при бурінні» в м. Грозному в 1992 р. Згідно цієї класифікації імпульсні технології утворюють три групи:

- монопараметричні (змінним являється один з трьох параметрів режиму буріння: *F*, *n* або *Q*);
- біпараметричні (змінними є два параметри режиму буріння попарно: *F* і *n*, *n* і *Q* або *F* і *Q*);
- трипараметричні (змінними є одночасно три параметри режиму буріння: *F*, *n*, и *Q*). – табл. 1.

Таблиця 1. **Імпульсні технології буріння**

Стаціонарна	Імпульсна						
	монопараметрична			біпараметрична			Трипараметрична
F = const	*F = var*	*F = cons*	*F = cons*	*F = var*	*F = var*	*F = cons*	*F = var*
n = const	*n = const*	*n = var*	*n = cons*	*n = var*	*n = cons*	*n = var*	*n = var*
Q = const	*Q = const*	*Q = cons*	*Q = var*	*Q = cons*	*Q = var*	*Q = var*	*Q = var*
							
Обертальне буріння	Ударно-обертальне буріння						

Технічні засоби для створення імпульсного обертання бурового інструменту мають різний принцип дії і різні пристрої, а збуджуваний ними імпульсний рух інструменту має різні

амплітудно-частотні характеристики (АЧХ). Проте до теперішнього часу немає загальноприйнятої систематизації такого обертання інструменту і, як наслідок, відсутня класифікація способів буріння з імпульсним обертанням інструменту

Мета цієї статті – розглянути преспективы розвитку буріння з імпульсним обертанням інструменту.

На рис. 1 приведені способи буріння з імпульсним обертанням інструменту стосовно симетричних імпульсів.

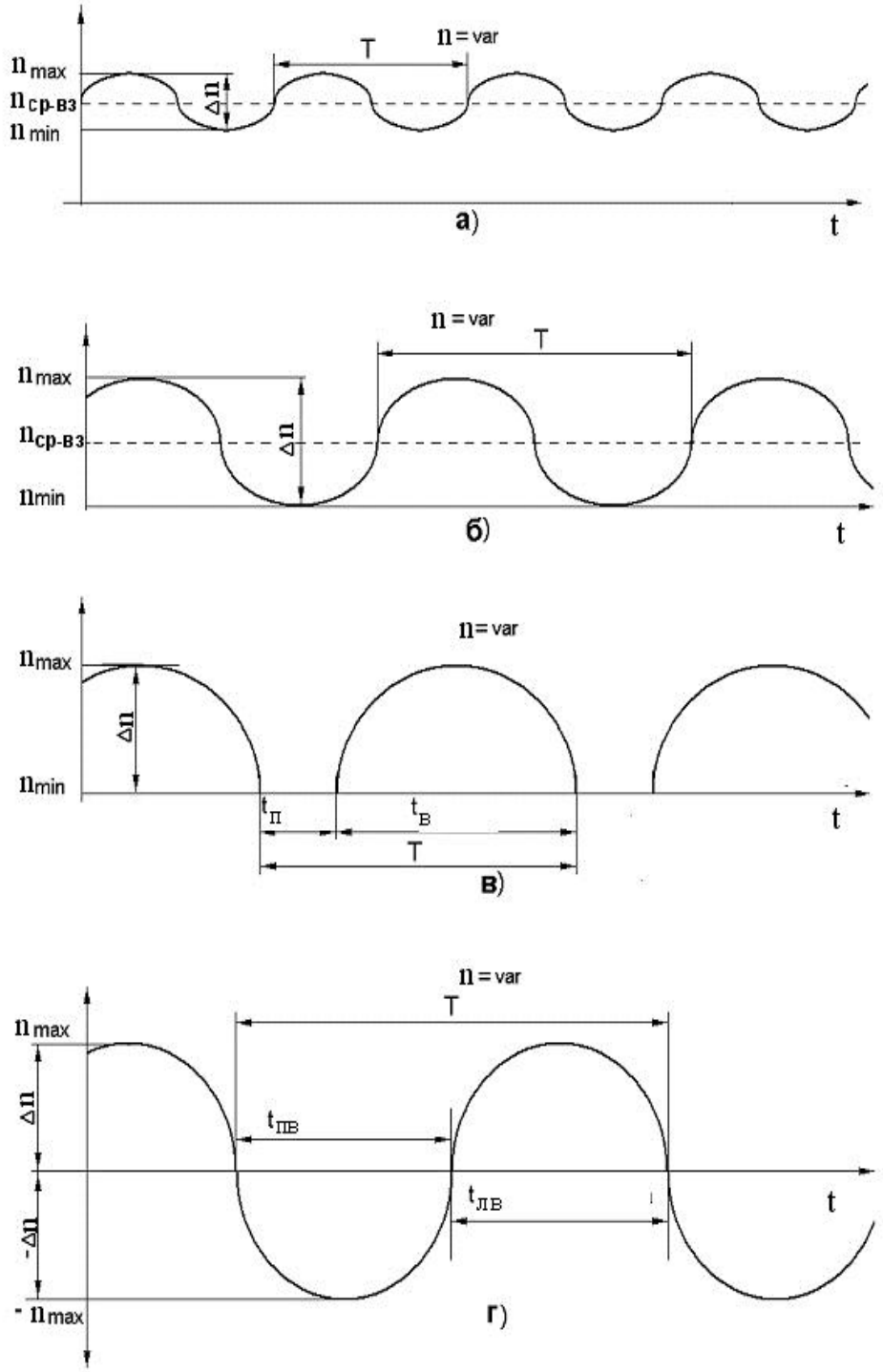


Рис. 1. Способи буріння з імпульсним обертанням інструменту: змінне обертання (а); пульсуюче обертання (б); переривчасте обертання(в); реверсивне обертання (г)

По амплітуді зміни частоти обертання інструменту способи буріння з імпульсним обертанням пропонується розділити на буріння зі змінним (рис.1, *а*), пульсуючим (рис.1, *б*), переривчастим (рис.1, *в*) і реверсивним (рис.1, *г*) обертанням інструменту.

Імпульсна технологія буріння зі змінним обертанням бурового інструменту (рис.1, *а*), характеризується такими параметрами:

- максимальная частота вращения $n_{\max}$;
- мінімальна частота обертання $n_{\min}$;
- середньозважена частота обертання $n_{ср-вз}$;
- амплітуда зміни частоти обертання Δn;
- період (час циклу зміни частоти обертання) T;
- частота зміни частоти обертання f;

де
$$\Delta n = n_{\max} - n_{\min}; \quad (1)$$
$$f = \frac{1}{T}; \quad (2)$$
$$n_{\min} > 0; \quad (3)$$
$$n_{ср-вз} = \frac{\int n(t)dt}{T}, \quad (4)$$

Імпульсна технологія буріння з пульсуючим обертанням інструменту (рис.1, *б*) характеризується такими ж параметрами, що і технологія зі змінним обертанням, проте зміна частоти обертання походить від максимальної частоти обертання $n_{\max}$ до нуля, оскільки
$$n_{\min} = 0; \quad (5)$$

тоді
$$\Delta n = n_{\max}, \quad (6)$$

При цьому режимі обертання інструменту пульсації частоти обертання слідують один за одним без пауз між ними.

Основною відмінною особливістю імпульсної технології буріння з переривчастим обертанням (рис.1, *в*) є наявність пауз між імпульсами обертання зі зміною частоти обертання від нуля до $n_{\max}$. В цьому випадку, так само як і при пульсуючому режимі, $\Delta n = n_{\max}$, а період дорівнює сумі часів двох фаз: фази обертання інструменту і фази паузи в обертанні
$$T = t_в + t_п, \quad (7)$$
де $t_в$ - тривалість фази обертання інструменту, $t_п$ – тривалість фази паузи в обертанні, тобто перебування інструменту без обертання.

При цьому режимі обертання інструменту $t_п = t_i$. Якщо t_i стане рівним нулю, паузи не буде ($t_п = 0$) і режим обертання перейде з переривчастого в пульсуючий.

Імпульсна технологія буріння з реверсивним обертанням характеризується наявністю в одному періоді двох напрямів обертання: прямого і зворотного, тобто правого обертання і лівого обертання. Буровий інструмент після досягнення частоти його обертання нульового значення здійснює обертання в протилежну сторону. Таким чином, період зміни частоти обертання бурового інструменту при реверсивному його русі дорівнює сумі тривалості двох фаз
$$T = t_{пв} + t_{лв}, \quad (8)$$
де $t_{пв}$ – тривалість фази прямого обертання, наприклад правого обертання; $t_{лв}$ – тривалість фази зворотного обертання, відповідно лівого обертання.

При цьому

$$\Delta n = \pm n_{\max}, \tag{9}$$

а тривалість фази паузи між реверсуванням обертання дорівнює нулю

$$t_n = 0, \tag{10}$$

Таким чином усі п'ять режимів обертання інструменту при бурінні: один режим при $n = const$ і 4 режими при $n = var$ (рис. 1); знаходяться в тісному спадкоємному зв'язку між собою :

- при $\Delta Q = 0$ імпульсне обертання зі змінною частотою $n = var$ (рис. 1, *а*) переходить в режим стаціонарного обертання з $\Delta n \le n_{\max}$

- при $\Delta n = n_{\max}$ режим змінного обертання (рис. 1, *а*) переходить в режим пульсуючого обертання (рис.1, *б*) і, навпаки, пульсуюче обертання стане змінним обертанням, якщо;

- пульсуюче обертання стане переривчастим, якщо в нім порушиться умова $t_n = 0$ і t_n стане більше нуля $t_n > 0$ відповідно, переривчастий рух перейде в пульсуюче досягши паузи нульового значення ($t_n = 0$) ;

- реверсивне обертання перетвориться в переривчасте, якщо одна з фаз (лівого або правого обертання) не реалізовуватиметься.

Реалізація буріння з імпульсним обертанням інструменту може бути здійснена із застосуванням як забійних, так і поверхневих пристроїв. Розглянемо деякі приклади буріння із застосуванням забійних пристроїв.

Значний інтерес представляє заглибний вібробур, що встановлюється безпосередньо на породоруйнівний інструмент [3].

У Криворізькому басейні був випробуваний буровий вібраційно-обертальний колонковий снаряд ВКС-1 (рис. 3), що використовує власні, мимовільні коливання бурової колони.

Снаряд ВКС-1 підсилює вібрації, збільшуючи швидкість буріння на 25–30%, одночасно знижує навантаження на бурильну колону [6].

Як показали спостереження за роботою снаряда ВКС-1, основними джерелами крутильних коливань є: неоднорідність механічних властивостей породи на забої свердловини, наявність залишкових деформацій породи, неоднозначність коефіцієнта тертя залежно від швидкості руху зв'язаних поверхонь.

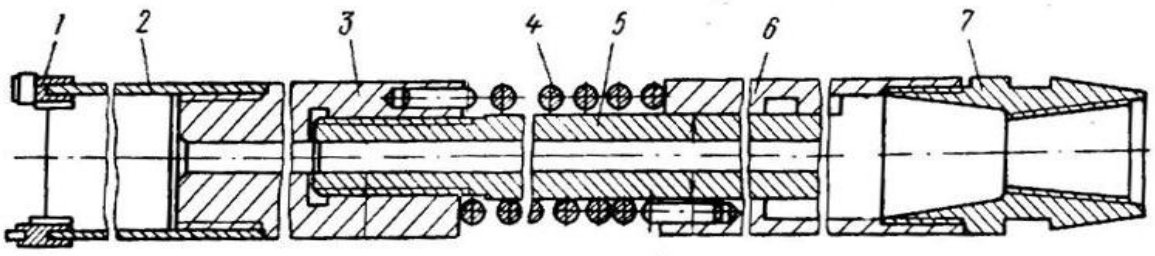


Рис.2. Вібраційно-обертальний колонковий снаряд ВКС-1: 1 – різці; 2 – колонковий снаряд; 3 – обважнювач; 4 – робочі пружини; 5 – стержні; 6 – циліндр; 7 – перехідник

При цьому при передачі крутильного моменту через пружний елемент від обертача, який рухається з постійною кутовою швидкістю, до породоруйнівного інструменту останній здійснюватиме пульсуючі рухи. При цьому змінюється характер дії різців на забій. Реактивний момент сил опору забою викликає спочатку крутильну деформацію пружної ланки з накопиченням в ній потенційної енергії. Внаслідок крихкого руйнування забою ріжуча кромка в початковий період ковзатиме по забою з кутовою швидкістю, більшою, ніж кутова швидкість обертача. В міру наростання сил опору швидкість її зменшуватиметься. Як показали досліди, навіть при змочених поверхнях твердого сплаву і породи між силою тертя і відносною швидкістю

переміщення існує нелінійна залежність, із збільшенням швидкості сила тертя зменшується. Після переходу положення рівноваги швидкість різця почне зменшуватися, а крутильний момент збільшуватися за рахунок зростання сил опору і сил тертя при зменшенні швидкості. Пружна ланка почне закручуватися, накопичуючи потенційну енергію, після чого процес повториться і снаряд здійснюватиме крутильні коливання.

Експериментальна перевірка вібросилового режиму при бурінні порід міцністю f = 10–12 із застосуванням віброколонкового снаряда ВКС-1 на верстаті з гвинтовою подачею ВСЗ, що розвивав осьове зусилля до 30 кН, була встановлена можливість підвищення швидкості буріння мінімум в два рази, а стійкості бурової коронки – в півтора рази в порівнянні з силовим режимом буріння [3].

У Дніпропетровському гірничому інституті (зараз Національний гірничий університет) розроблено пристрій для гасіння вібрацій бурильної колони [4]. Він є забійним гумометалевим амортизатором (ЗГМА) – рис. 2.

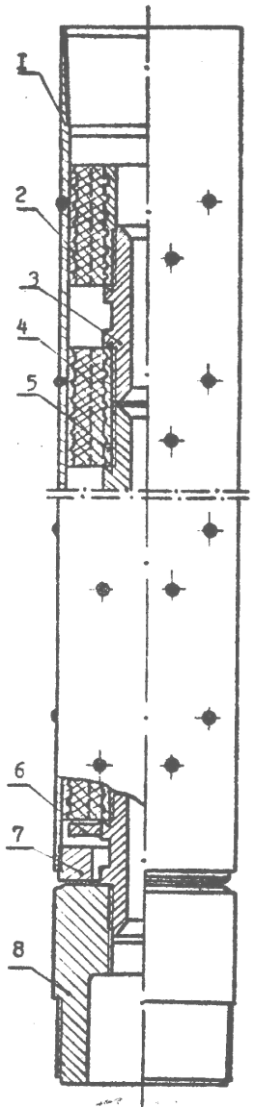


Рис.3. Забійний гумометалевий амортизатор (ЗГМА): 1 – корпус; 2 – зовнішня обойма; 3 – ніпель; 4 – пружний елемент; 5 – внутрішня обойма; 6 – запобіжне кільце; 7 – стопорне кільце; 8– перехідник

Цей амортизатор призначено для гасіння крутильних, подовжніх і поперечних віброколивань колони.

Демфуючим елементом служать гумові втулки, що привулканіровані до зовнішнього і внутрішнього корпусів амортизатора і передають крутильний момент і осьове навантаження породоруйнівпому інструменту.

Амортизатор складається з набору гумометалевих елементів. Багато елементів підвищує надійність роботи, і що найголовніше, збільшує працездатність конструкції за рахунок зменшення жорсткості системи. Надійність роботи його конструкції, досягається ще і тим, що нижня частина амортизатора забезпечена тарільчатими (від осьових навантажень) і радіальними (від тангентальних перевантажень) упорами.

Відмінність пристрою ЗГМА від снарядів ВКС-1 полягає в тому, що пружний елемент виконаний не у вигляді пружини, а у вигляді гумових втулок. Механізм роботи обох пристроїв однаковий.

Виробничі випробування дослідної партії забійних гумометалевих амортизаторів проводилися в Донбасі [5].

Буріння планових свердловин проводилося в інтервалі глибин 50–1200 м. Як порівняння був прийнятий обертальний спосіб буріння алмазними і твердосплавними коронками. Вживання забійних амортизаторів різко скоротило кількість аварій, поломок бурового інструменту, дозволило збільшити механічну швидкість буріння:

– твердосплавними коронками на 25%;

– алмазними коронками на 30%.

В процесі випробувань гумометалевих амортизаторів збільшилася проходка за рейс:

– твердосплавними коронками на 15%;

– алмазними коронками на 12%.

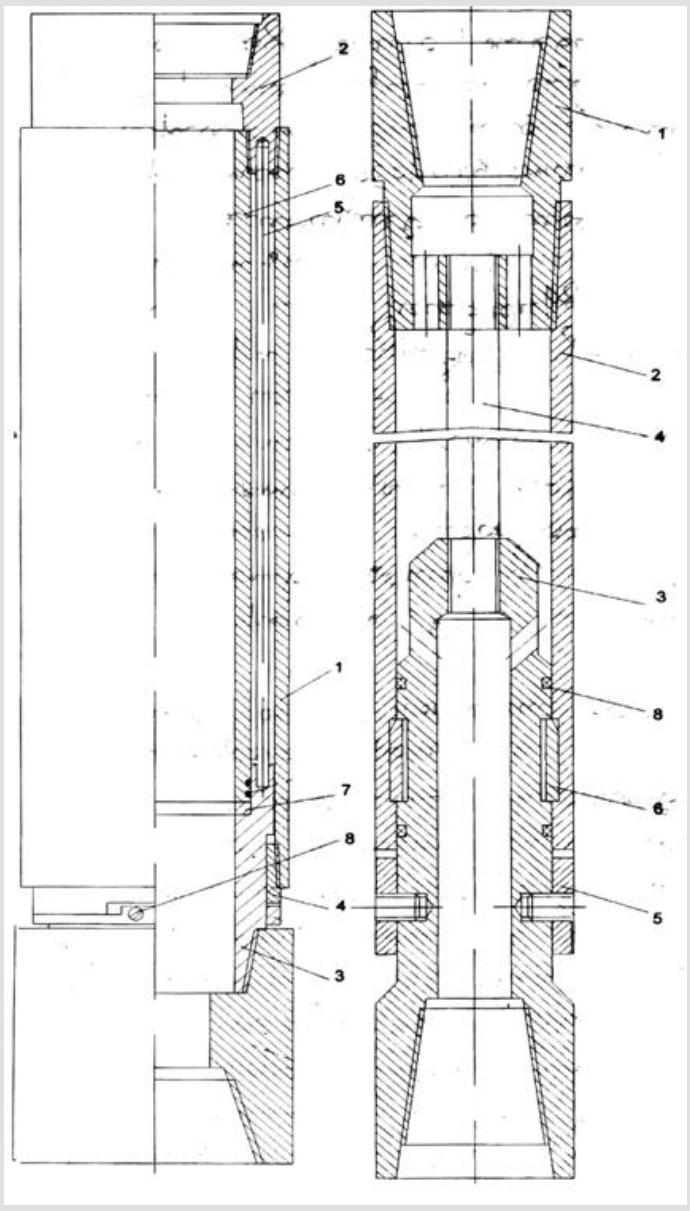
Буріння неглибоких свердловин і шпурів.

У Кузбасівському політехнічному інституті [6] зроблено обґрунтування нових конструктивних схем бурильних машин для буріння шпурів і неглибоких свердловин.

Спосіб буріння з пульсуючим обертанням інструменту був випробуваний, а потім і упроваджений на Уралі при бурінні свердловин діаметром 0,135 м з денної поверхні на глибину 3,5 м в породах міцністю f = 8–10.

Буріння здійснювалося установкою УГБ-50М, забезпеченою фрикційною муфтою, що дозволяє періодично переривати обертання.

Режим буріння: осьове навантаження P_0 = 50 кН, частота обертання n = 120 мін$^{-1}$, час буріння $T_б$ = 5–10 с, час паузи T_0 = 1–2 с. Паралельно бурилися свердловини з постійним обертанням інструменту. Всього було пробурено під час випробування 5600 свердловин.



а *б*

Рис. 4 – Наддолотні перетворювачі енергії обертання бурильної колони в енергію руйнування гірських порід: а, б – варіанти конструкції наддолотників: 1 – захисний кожух; 2 – вал; 3 – нижній вал; 4 – втулка; 5 – стержні; 6 – центральна опора; 7 – гумове кільце 8 – стопори

Аналіз отриманих даних показав, що не дивлячись на те, що буріння велося не в оптимальному режимі (замість 120 робилося 10 зупинок в хвилину без наявності ударних навантажень) проте час буріння однієї свердловини скоротився, і економічний ефект склав 42 тис. крб. в цінах 1991 року. Комісія,що проводила випробування, рекомендувала даний спосіб для буріння порід III–IV категорії міцності.

Буріння глибоких свердловин на нафту і газ.

У Полтавському відділенні Українського державного геологорозвідувального інституту розроблено спосіб буріння і пристрій для його здійснення [7].

Спосіб буріння свердловин з обертанням породоруйнівного інструменту відрізняється тим, що обертання породоруйнівного інструменту переводять за допомогою перетворювачів обертання в імпульсно-обертальне від стану спокою при поглибленні озброєння інструменту в породу до прискореного обертання при її сколюванні, а час впровадження озброєння регулюється міцністю породи на зрушення.

Пристрій для здійснення цього способу буріння свердловин включає порожнистий корпус із сполучним перевідником, центральний патрубок з перевідником і пружний елемент, розміщений в кільцевій порожнині між корпусом і патрубком, і відрізняється

тим, що в перевідниках виконано гнізда, в які встановлені пружні елементи у вигляді стержнів, а перевідник центрального корпусу розміщений в корпусі з можливістю проворота і зафіксований від осьових переміщень фасонною гайкою, внизу якої встановлений обмежувач проворота нижнього перевідника відносно корпусу.

Полтавським відділенням УкрДГРІ запропоновано декілька варіантів конструкцій наддолотників (рис. 4).

Наддолотники, розроблені УкрДГРІ, пройшли стендові і промислові випробування і показали високі результати [8,9].

Використання наддолотника забезпечує підвищення показників відпрацювання доліт, зокрема:

- збільшення механічної швидкості – на 71,1%;
- збільшення проходки на долото – на 126,4%;
- збільшення стійкості долота – на 10,5%;
- економія доліт – 124,3%.

У лабораторії кафедри техніки розвідки родовищ корисних копалин Державного ВНЗ «НГУ» проведені експериментальні стендові дослідження буріння з імпульсним обертанням бурового інструмента поверхневим регульованим електроприводом.

Для виконання експериментальних дослідження задавача імпульсного обертання електромеханічної системи був виготовлено експериментальну установку яка складається з свердлильного станка та перетворювача частоти та задавача імпульсного обертання. Схема дослідного стенда наведена на рис. 5.

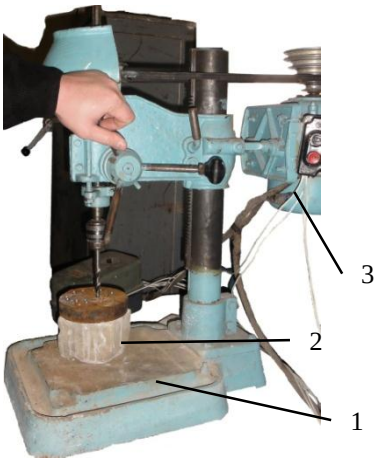


Рис. 5. Фотодослідний стенд:1 – дослідний матеріал, 2– установка свердління отворів, 3 – двигун

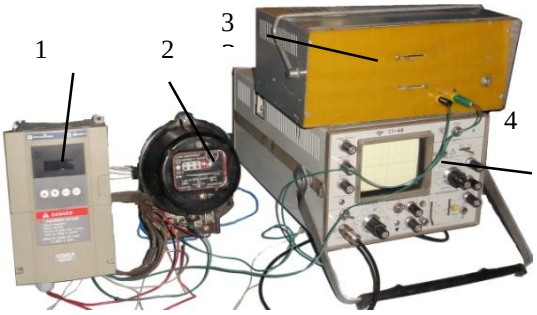


Рис. 6. Електрична частина стенда

В результаті проведених експериментальних досліджень можливо зробити наступні висновки:

– запропонований задавач імпульсного обертання електромеханічної системи є робото спроможним,

– енергоємність процесу буріння (свердління) з імпульсною швидкістю обертання на різних матеріалах зменшується порівняно з постійною швидкістю обертання,

– швидкість буріння з імпульсною швидкістю обертання на різних матеріалах зростає порівняно з постійною швидкістю обертання – табл. 2.

Таблиця 2. **Результати стендових досліджень буріння**

Матеріал	Зріст швидкості буріння, ν %	Зменшення енергоємності, А %
Мармур	30	17
Силікат	34	15
Сталь	30	1,6
Граб	97	3,1

Висновки

Таким чином проведений аналіз стану буріння з імпульсним обертанням бурового інструменту дозволяє зробити наступні висновки:

1. Імпульсні технології буріння можуть здійснюватися в трьох режимах технологій: моно-, би- і трипараметрическая.

2. Імпульсне обертання інструменту при бурінні може бути ралізовано одним з чотирьох способів: змінне обертання, пульсуюче обертання, переривчасте обертання; реверсивне обертання

3. Реалізація імпульсного обертання може бути здійснена пристроями:

-по місцю розташування: забійні, поверхневі;

-по принципу роботи: механічні (з використанням сили пружності погружного пружного елементу), електричні (поверхневий импульснорегулируемый електропривод, погружной импульснорегулируемый електробур), гідравлічні (импульснорегулируемые турбобури і вентовые двигуни), комбіновані.

В статье рассмотрены перспективы развития бурения с импульсным вращением инструмента. Целью этого бурения является повышение эффективности процесса разрушения горной породы, снижения расходов и уменьшения энергоемкости при проходке скважины. В работе рассматривается возможность использования импульсной технологии бурения с переменной частотой вращения породоразрушающего инструмента.

Ключевые слова: *частота, импульс, бурение.*

In the article considered development of the boring drilling with the impulsive rotation of instrument. The aim of this boring drilling is an increase of efficiency of process of destruction of mountain breed, cost and reduction of power-hungryness cutting at driving of mining hole. Possibility of the use of impulsive technology of the boring drilling is in-process examined with variable frequency of rotation of instrument.

Key words*: are frequency, impulse, boring drilling.*

Література

1. Дослідження термомеханічного руйнування гірських порід при разв е дочно бурінні з генеруванням теплової енергії тертя; Про т чет про НДР / Дніпропетровський гірничий інститут / ДГІ /; Керівник А.А.К о жевніков. – № ГР 01850043527; – Дніпропетровськ, 1986. – 132 с.
2. Кожевников А.А. Імпульсні технології буріння свердловин // Тези доп. междунар конф. «Механіка гірських порід при бурінні». – Грозний, – 1992. – С. 43–44.
3. Воздвиженський В.І., Сидоренко А.К., Скорняков А.Л. Сучасні способи буріння свердловин. – М.: Недра, 1978. – 342 с.
4. А. с. 649820. Пристрій для гасіння вібрацій бурильної колони. Е.Ф. Епштейн, А.І. Шепель, А.А. Кожевников та ін
5. Результати відпрацьовано-ботки алмазних і твердосплавних коронок з використанням забійних резінометалліческіх амортизаторів / Е.Ф. Епштейн, А.І. Шепель, А.А. Кожевников та ін. // Тези доп. Всесоюз. н-т конф. «Шляхи вдосконалення

твердосплавного і алмазного бурового інструменту і расшіреніяе областей його застосування». Самарканд. – С. 184–189.
6. Якунін М.К. Розробка теорії і способу буріння порід з пульсующей подачею інструменту. Автореф. дісс. на здобуття уч.ст. д. т. н. Кузбаськiй політехнічний інститут, друкарня КузПІ., 1989.
7. Патент Украіни № 17447. Бюл. № 5 31.10.1997. / П.І. Світалка. Способ буріння свердловин та Пристрій для его Здійснення/
8. Войтович А.Ф., Світалка П.І., Виноградов Г.В. Про можливості підвищення ефективності відпрацювання алмазних доліт в процесі буріння свердловин на нафту і газ // Тез. докл.V междунар. конф. «Породоразрушающий і металообробний інструмент – техніка і технології його виготовлення і застосування». Київ, 2002. – С. 72–75.
9. Вплив застосування наддолотніка на техніко-економічні показатели буріння свердловин / П.І. Світалка, З.М. Дуда, В.В. Невежін, В.В. Соловйов. – Наук.-техн. аб. ІФТУПГ. Івано-Франківськ. – 2001. – Вип. 38 (том2). – С. 29–34.
10. Вібраційне і ударно-обертальний буріння / Ф.Ф. Воскресенський, А.В. Кичигин та ін. – М.: Гостоптехіздат, 1961. – 244 с.

Надійшла 15.07.14

УДК 622.24.085

А. А. Каракозов, канд. техн. наук, **С. Н. Парфенюк**

Донецкий национальный технический университет, Украина

РАСЧЁТНЫЕ МОДЕЛИ ГИДРОУДАРНИКОВ ДЛЯ БУРЕНИЯ ГЕОЛОГОРАЗВЕДОЧНЫХ СКВАЖИН НА ШЕЛЬФЕ

В статье рассмотрены вопросы создания расчётной модели гидроударников двойного действия с дифференциальным поршнем, приведены результаты численного моделирования рабочего цикла гидроударника и их сравнение с экспериментальными данными.

***Ключевые слова**: бурение геологоразведочных скважин на шельфе, гидроударные буровые снаряды, гидроударник.*

Гидроударники двойного действия с дифференциальным поршнем имеют достаточно продолжительную историю эксплуатации в практике геологоразведочного бурения: при ликвидации прихватов бурового снаряда; при ударно-вращательном бурении скважин с отбором керна; в гидроударных снарядах для бурения в нескальных породах на шельфе.

В настоящее время при расчёте рабочих параметров и проектировании этих гидроударников используется метод, разработанный О. И. Калиниченко [1] на основе исследований Е. Ф. Эпштейна, Г. И. Неудачина, В. Г. Ясова, А. А. Кожевникова и др. [2–5]. Этот метод при определённых условиях с достаточной точностью даёт возможность определить параметры гидроударника и успешно использовался при проектировании ряда конструкций, используемых в практике буровых работ. Детальный анализ этого метода показывает, что и он требует некоторого уточнения. Для этого рассмотрим схему работы гидроударника (рис. 1).

Буровой насос с компенсатором (рис. 1 *а*), соединяется подводящим трубопроводом площадью f_T с гидроударником, в состав которого входят: впускной 1 и выпускной 2 клапана с ограничителем 3 и пружиной 4, цилиндр 5, дифференциальный поршень 6 со штоком 7, боёк 8, верхняя 9 и нижняя 10 наковальни.

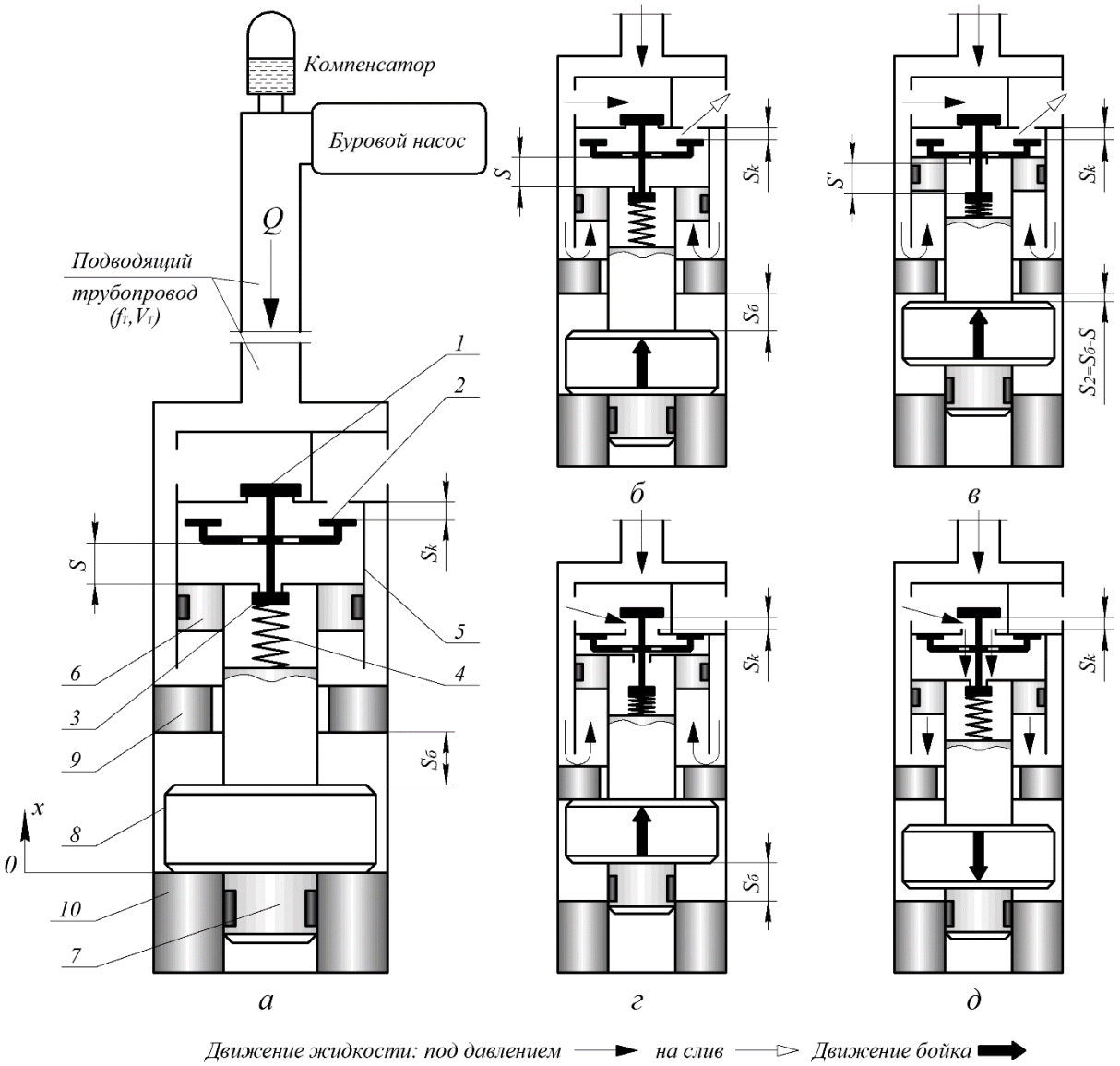


Рис. 1. Схема работы гидроударника

Насос подаёт жидкость с постоянным расходом Q. Скорость течения жидкости в трубопроводе равна V_T. Исходное положение бойка 8 – на нижней наковальне 10, что соответствует координате перемещения $x = 0$. Величина полного хода бойка – $S_б$, рабочего хода бойка – S, хода клапанов – S_k. Из гидроударника жидкость выходит в скважину, выполняющую роль отводящего (сливного) трубопровода, или в толщу воды – при однорейсовом бурении. В общем случае рабочий цикл гидроударника делится на четыре фазы, отличающиеся характером движения и величиной возможного перемещения бойка (рис. 1 *б-д*).

Фаза 1 – движение бойка вверх на рабочем ходе S. Осуществляется за счёт давления жидкости в полости цилиндра под поршнем (рис. 1 *б*). Фаза заканчивается в момент встречи поршня с выпускным клапаном (рис. 1 *в*). Длительность фазы – t_1.

Фаза 2 – движение бойка вверх на свободном ходе S_2, равном разности между полным ($S_б$) и рабочим (S) ходом бойка. При этом впускной и выпускной клапаны перемещаются из исходного (нижнего) положения в верхнее положение на величину хода клапанов S_k. Фаза заканчивается при соударении бойка с верхней наковальней (рис. 1 *г*). Длительность фазы – t_2.

Фаза 3 – движение бойка вниз на рабочем ходе S'. Осуществляется за счёт давления жидкости в обеих полостях цилиндра. Фаза заканчивается в момент встречи поршня с ограничителем выпускного клапана (рис. 1 *д*). Длительность фазы – t_3.

Фаза 4 – движение бойка вниз на свободном ходе S_2'. При этом происходит перестановка впускного и выпускного клапанов в исходное нижнее положение. Фаза заканчивается при соударении бойка с нижней наковальней. Длительность фазы – t_4. В конце фазы гидроударник возвращается в исходное положение (рис. 1 *б*).

Из описания рабочего цикла следует, что, в общем случае, математическая модель должна составляться для несимметричного цикла, т.е. учитывать разные величины, как рабочих, так и свободных ходов бойка для каждого полуцикла (ход вверх и вниз). В общем случае также будут различаться площади поршня при ходе вверх и вниз.

Поскольку в исследуемых конструкциях используются пружины с жёсткостью до 100–150 кН/м, наличием которых уже нельзя пренебрегать, то в модели обязательно должно учитываться влияние клапанной пружины на протекание рабочего цикла.

Кроме того, в гидравлической системе «насос – подводящий трубопровод – гидроударник – отводящий трубопровод» жидкость перетекает в отводящий трубопровод только на одном полуцикле (рис. 2), что также должно быть учтено в математической модели за счёт использования коэффициента разряжения за поршнем при гидроударе только при ходе бойка вверх.

В методе расчёта гидроударника [1] имеется также следующее противоречие. При определении скорости соударения бойка с наковальней с учётом гидравлического торможения принято допущение о мгновенной перестановке клапанов. Но одновременно в математической модели учитывается не равное нулю время перестановки клапанов, соответствующее времени движения бойка на рабочем ходе. Эти положения противоречат друг другу. Таким образом, торможение бойка на свободном ходе определяется приближённо, что требует уточнения существующего метода и с этой позиции.

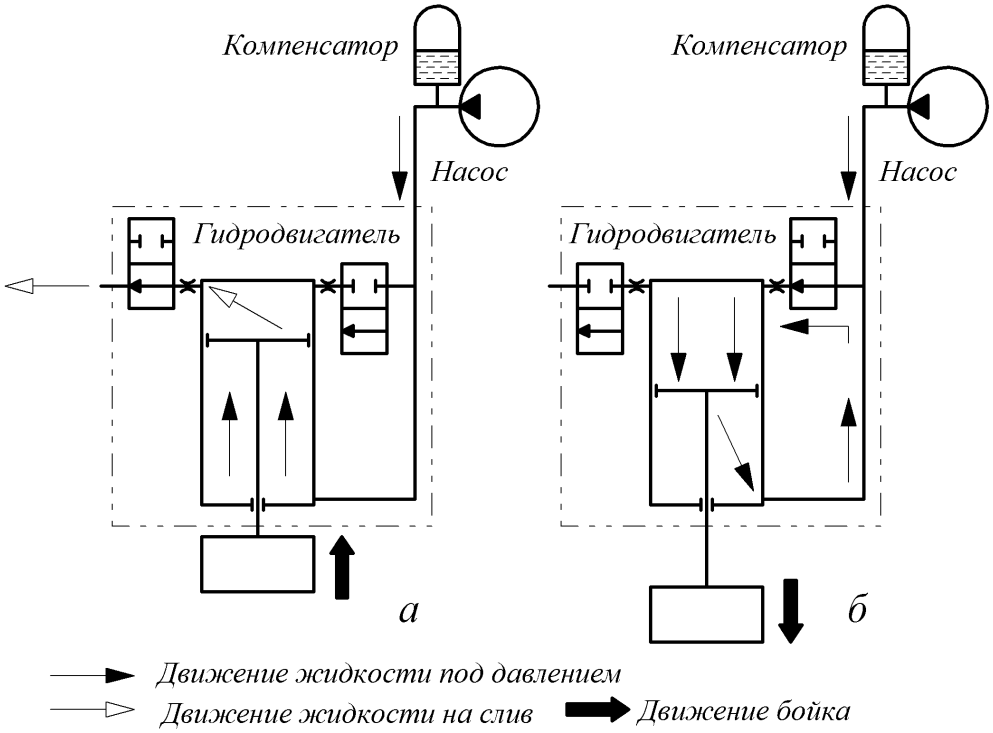


Рис. 2. Гидравлическая схема работы гидроударника при ходе бойка: а – вверх; б – вниз

В общем случае, в модели вообще нельзя отождествлять время перестановки клапанов и продолжительность движения бойка на свободном ходе. При этом динамика клапанной группы фактически определяет характер и особенности протекания 2-й и 4-й фаз рабочего цикла:

- если время перестановки клапанов меньше продолжительности фазы, то фаза

фактически будет состоять из двух этапов: на первом боёк будет тормозиться силой, обусловленной гидравлическими сопротивлениями при перетекании жидкости в отводящий трубопровод, а на втором – силой, обусловленной рабочим давлением;

- если время перестановки клапанов превышает продолжительность фазы, то в наличии будет только первый этап, т.е. перед соударением с наковальней тормозящая сила, обусловленная рабочим давлением, вообще будет отсутствовать.

Также будут различными и гидравлические сопротивления при движении бойка вверх и вниз, определяющиеся конструкцией клапанной группы, однако сейчас при расчетах оперируют средними потерями давления в гидроударнике.

Например, потери давления на впускном клапане влияют только на протекание полуцикла при ходе бойка вниз. По осциллограммам, приведенным на рис. 3, видно, что для одной и той же конструкции гидроударника только уменьшение гидравлических сопротивлений на впускном клапане позволило увеличить максимальную скорость бойка на ходе вниз в 1,75 раза (2,1 м/с против 1,2 м/с). При этом продолжительность цикла уменьшилась с 61,5 мс до 45,3 мс, что привело к увеличению частоты ударов с 16,3 до 22,1 Гц (в 1,36 раза).

Из приведенного примера видно, что снижение гидравлических сопротивлений на впускном клапане позволяет значительно улучшить энергетические показатели гидроударника. Следовательно, различие в гидравлических сопротивлениях также на разных полуциклах также должно быть учтено в расчётной модели.

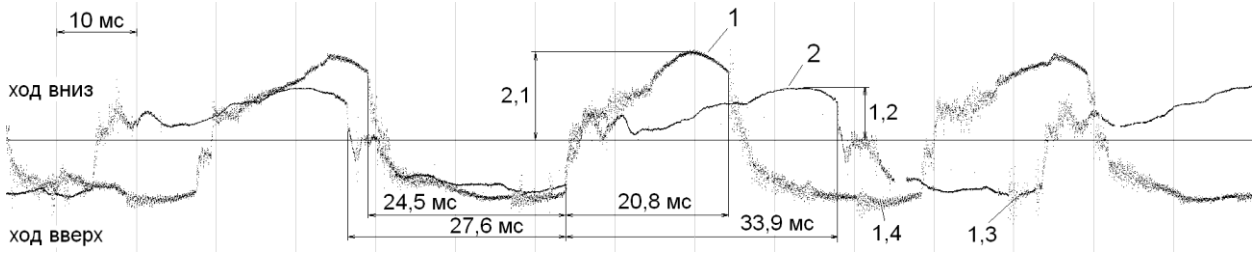


Рис. 3. Сравнение осциллограмм рабочих циклов гидроударников: 1 – после увеличения сечения потока в клапанной коробке; 2 – для исходной конструкции

Таким образом, существующий метод расчёта рабочих параметров гидроударника и математическая модель его работы требуют уточнения.

Математическая модель для инженерного расчёта рабочего цикла гидроударника, также как и её прототип [1], построена для установившегося режима его работы в скважине с учётом общепризнанных допущений [1–5]: 1. Переход энергии потока жидкости из одной формы в другую осуществляется по закону гидравлического удара. Временем пробега упругой волны по цилиндру пренебрегаем; 2. Жидкость в цилиндре гидроударника безынерционная и несжимаемая, а плотность рабочей жидкости постоянная; 3. Гидравлические сопротивления в гидроударнике постоянны; 4. Удар бойка по наковальне не вполне упругий, а отскок бойка характеризуется коэффициентом восстановления скорости φ; 5. Корпус механизма неподвижен.

При составлении модели работы гидроударника учтена взаимосвязь и взаимовлияние динамики бойка и клапанной группы. Но поскольку динамика клапанной группы зависит от изначально неизвестной скорости бойка в конце рабочего хода, то сразу учесть её влияние на протекание рабочего цикла не представляется возможным.

Поэтому предлагается следующая последовательность определения параметров рабочего цикла гидроударника. Предварительно определяются его параметры с учётом приближённого времени перестановки клапанов, соответствующего продолжительности движения бойка на свободном ходе. Затем по рассчитанным параметрам гидроударника в конце рабочего хода определяется время перестановки клапанов с учётом динамики клапанной группы и характер движения бойка на свободном ходе, после чего проводится перерасчёт параметров гидроударника. На их основе опять рассчитывается время

перестановки клапанов. Если оно незначительно отличается от ранее определённой величины, то расчёт прекращают. В противном случае может быть проведено несколько циклов расчёта по последовательному уточнению параметров гидроударника до тех пор, пока расчётные значения времени перестановки клапанов для двух смежных расчётов будут отличаться незначительно.

При этом определение времени перестановки клапанов с учётом динамики клапанной группы и характера движения бойка на свободном ходе осуществляется на основании отдельной математической модели, составляемой для конкретной конструктивной схемы клапанной группы.

Поскольку в модели рассматривается несимметричный рабочий цикл гидроударника, то его полуциклы описываются отдельно.

Ход бойка вверх

Дифференциальное уравнение движения бойка имеет вид:

$$m\ddot{x} = Pf - z_k(S_k' + x) - P_2 f' - mg - R, \quad (1)$$

где m – масса бойка; x – ход бойка; P – давление в цилиндре механизма под поршнем; f – площадь поршня снизу; f' – площадь поршня сверху; z_k – жёсткость клапанной пружины; S_k' – предварительное поджатие клапанной пружины; P_2 – давление на преодоление гидравлических сопротивлений при ходе вверх; g – ускорение свободного падения; R – сила механических сопротивлений.

Давление жидкости в цилиндре гидроударника

$$P = k\mu\rho cf(V_0 - \dot{x})/f_T + P_1,$$

где k – коэффициент разряжения за бойком при гидроударе; μ – коэффициент утечек; ρ – плотность жидкости; c – скорость распространения гидроударной волны; V_0 – скорость жидкости в цилиндре, $V_0=Q/f$; P_1 – постоянная составляющая давления жидкости.

Тогда из уравнения (1) получим

$$m\ddot{x} = k\mu\rho cf^2(V_0 - \dot{x})/f_T + P_1 f - P_2 f' - z_k(S_k' + x) - mg - R \quad (2)$$

После преобразований уравнение (2) приводится к виду:

$$\ddot{x} + A\dot{x} + Bx - C = 0, \quad (3)$$

где $A = k\mu\rho cf^2/(mf_T)$; $B = z_k/m$;

$$C = (P_1 f + k\mu\rho cf^2 V_0/f_T - P_2 f' - z_k S_k' - mg)/m.$$

Вид решения дифференциального уравнения (3) определяется соотношением величин A и B. Здесь мы рассмотрим только вариант $(A/2)^2 < B$, имеющий место при анализе конструкций с жёсткими клапанными пружинами и соответствующий комплексным корням характеристического уравнения. С учётом начальных условий (перемещение и скорость бойка равны нулю) решение дифференциального уравнения (3) имеет вид, аналогичный известному решению для гидроударника одинарного действия с прямым активным ходом бойка [1–3]:

$$x = \frac{C}{B}\left[1 - e^{-At/2}\left(\frac{A}{2\varphi}\sin\varphi t + \cos\varphi t\right)\right],\ \dot{x} = \frac{C}{\varphi}e^{-At/2}\sin\varphi t,$$

где $\varphi = \sqrt{B - (A/2)^2}$.

При этом безразмерный параметр $Y = x/\dot{x}$ примет вид:

$$Y = \frac{\varphi}{B}\left(\frac{e^{At/2} - \cos\varphi t}{\sin\varphi t} - \frac{A}{2\varphi}\right).$$

Для определения параметров гидроударника необходимо знать значение времени t_1 конца рабочего хода бойка вверх S. Оно является неизвестной величиной, которую можно определить из уравнения баланса объёмов жидкости, проходящих через механизм на полуцикле:

$$QT_1 = q_1 + q_2,$$

где T_1 – длительность полуцикла движения вверх; q_1 и q_2 – объемы жидкости, проходящие

через механизм на первой и второй фазах рабочего цикла.

Учитывая данные ранее проведенных исследований [1], имеем:

$$Q(t_1 + t_2) = (S + S_2) f / \mu + \Delta V f t_k \text{ или}$$

$$Q(t_1 + t_2) = S_б f / \mu + \Delta V f t_k, \quad (4)$$

где S, S_2 – рабочий и свободный ход бойка вверх; $S_б$ – полный ход бойка; t_k – время перестановки клапанов (в первом приближении считаем $t_k=t_2$); ΔV – приращение скорости жидкости после открытия клапана [1]:

$$\Delta V = \frac{k\rho c\mu(V_0 - V) f / f_T + P_1}{f_0 \rho c(1 + f / f_T)} f,$$

где V – скорость бойка в конце рабочего хода S; f_0 – площадь проходного сечения клапана.

Величина давления P_1 может быть определена из баланса работы жидкости в цилиндре [1]:

$$P_1 = \frac{mV^2(1-\varphi^2)/2 + S[z_k(S'_k + S/2)] + (P_2 f' + R)S}{QT_1}.$$

Время перестановки клапанов t_k сначала не может быть точно определено, поэтому в первом приближении оно может быть рассчитано по упрощённой формуле [1], а затем уточнено.

$$t_k = t_2 = \frac{YS_2}{k_2 S},$$

где k_2=0,89–0,96 – коэффициент потерь скорости бойка на свободном ходе.

Уравнение (4) решается относительно t_1 одним из приближенных методов. После определения t_1 находят скорость бойка перед перестановкой клапанов $V=S/Y$. Затем последовательными приближениями устанавливаются t_k и t_2, T_1, и скорость соударения бойка с наковальней V_2. При этом методика определения времени перестановки клапанов t_k и скорости соударения бойка с наковальней V_2. может быть различной в зависимости от конструктивного исполнения клапанной группы гидроударника.

Ход бойка вниз

Дифференциальное уравнение движения бойка имеет вид:

$$m\ddot{x} = P'f' + z_k(S_k^и - x) + mg - P_2' f - R, \quad (5)$$

где P' – давление в цилиндре механизма над поршнем; P_2' – давление на преодоление гидравлических сопротивлений при ходе вниз; S_k – ход клапанной группы (выпускного клапана); $S_k^и = S_k' + S - S_k$ – предварительное поджатие клапанной пружины.

Подставляя значение давления в цилиндре механизма (без учёта коэффициента разряжения за поршнем, поскольку на фазе разгона жидкость в цилиндре механизма отделена от сливного трубопровода, см. рис. 2.), из уравнения (5) получим:

$$m\ddot{x} = \mu\rho c f_1^2 (V_0 - \dot{x}) / f_T + P_{11} f_1 - P_2' f + z_k(S_k^и - x) + mg - R, \quad (6)$$

где $f_1 = f' - f$.

После преобразований уравнение (6) приводится к виду:

$$\ddot{x} + A_1 \dot{x} + Bx - D = 0, \quad (7)$$

где $A_1 = \mu\rho c f_1^2 / (m f_T)$; $D = (\mu\rho c f_1^2 V_0 / f_T + P_{11} f_1 - P_2' f + z_k S_k^и + mg - R)/m$.

Для нашего случая, по аналогии с ходом вверх, решение имеет вид:

$$x = \frac{D}{B}\left[1 - e^{-A_1 t/2}\left(\frac{A_1}{2\varphi_1}\sin\varphi_1 t + \cos\varphi_1 t\right)\right], \quad \dot{x} = \frac{D}{\varphi_1} e^{-A_1 t/2} \sin\varphi_1 t,$$

где $\varphi_1 = \sqrt{B - (A_1/2)^2}$.

При этом безразмерный параметр Y примет вид:

$$Y = \frac{\varphi_1}{B}\left(\frac{e^{A_1 t/2} - \cos\varphi_1 t}{\sin\varphi_1 t} - \frac{A_1}{2\varphi_1}\right).$$

Для определения параметров гидроударника необходимо знать значение времени t_3 конца рабочего хода бойка вниз S'. В данном случае оно также может быть определено из уравнения баланса объёмов жидкости:

$$QT_2 = q_3 + q_4,$$

где T_2 – длительность полуцикла; q_3 и q_4 – объемы жидкости, проходящие через механизм на третьей и четвёртой фазах.

Тогда можно записать

$$Q(t_3 + t_4) = S_б f_1 / \mu + \Delta V_1 f t_{k1}, \quad (8)$$

где t_{k1} – время перестановки клапанов при ходе вниз; ΔV_1 – приращение скорости жидкости в механизме после открытия клапана.

$$\Delta V_1 = \frac{k\rho c\mu(V_0 - V_1) f_1 / f_T + P_{11}}{f_0 \rho c(1 + f_1 / f_T)} f_1,$$

где V_1 – скорость бойка в конце рабочего хода вниз S'.

Величина давления P_{11} может быть определена из баланса работы жидкости в цилиндре:

$$P_{11} = \frac{mV_1^2(1-\varphi^2)/2 - S'[z_k(S_k^н - S'/2)] + RS' + P_2' fS'}{QT_2}.$$

Время перестановки клапанов t_{k1} также сначала не может быть точно определено, поэтому в первом приближении оно может быть рассчитано по упрощённой формуле [1], а затем уточнено.

$$t_{k1} = t_4 = \frac{YS'_2}{k_2 S'},$$

где S'_2 – свободный ход бойка при движении вниз.

Уравнение (8) также решается относительно t_3 одним из приближенных методов. После определения t_3 находят скорость бойка перед перестановкой клапанов $V_1=S'/Y$. Затем последовательными приближениями устанавливается t_{k1} и t_4, T_2 и скорость соударения бойка с наковальней V_{21}.

Далее определяется продолжительность цикла $T=T_1+T_2$ и среднее давление за цикл $P=(P_u T_1+P_d T_2)/T$, где P_u и P_d – давления при ходе бойка вверх и вниз. Остальные рабочие параметры рассчитываются по известным зависимостям, приведенным в табл. 1 [1].

Ниже приведен пример определения времени перестановки клапанов с учётом динамики клапанной группы и характера движения бойка на свободном ходе для конкретного исполнения гидродвигателя (рис. 4), необходимых для реализации уточнённого метода расчёта гидроударника.

Таблица 1. **Формулы для определения параметров гидроударника (ГУ)**

№	Наименование параметра	Расчетная формула
1	Энергия единичного удара, Дж: – при ходе вверх – при ходе вниз	$E = mV_2^2(1-\varphi^2)/2$ $E = mV_{21}^2(1-\varphi^2)/2$
2	Частота ударов, с$^{-1}$	$n = T^{-1}$
3	Эффективная мощность ГУ, Вт	$N_э = 2En$
4	Мощность на привод ГУ, Вт	$N = QP$
5	КПД	$\eta = N_э / N$

С учётом значений сил, действующих на клапанную группу и боёк, получим систему из трёх уравнений:

$$m\ddot{x} = \Delta p_{вых} \cdot f_{хв} - \Delta p_m \cdot f_в - \Delta p_к \cdot \left(f_ц - f_{хв}\right) + z \cdot \left(-x + h + x_к\right) + F_{тб} + G_б,$$

$$m_к \cdot \ddot{x}_к = p \cdot f_к + \Delta p_m \cdot f_в - z\left(-x + h + x_к\right) + G_к,\ \dot{V} = (f_ц - f_{хв})\sqrt{\frac{2g \cdot p}{\xi_к \cdot \gamma}} - Q_к\ ,$$

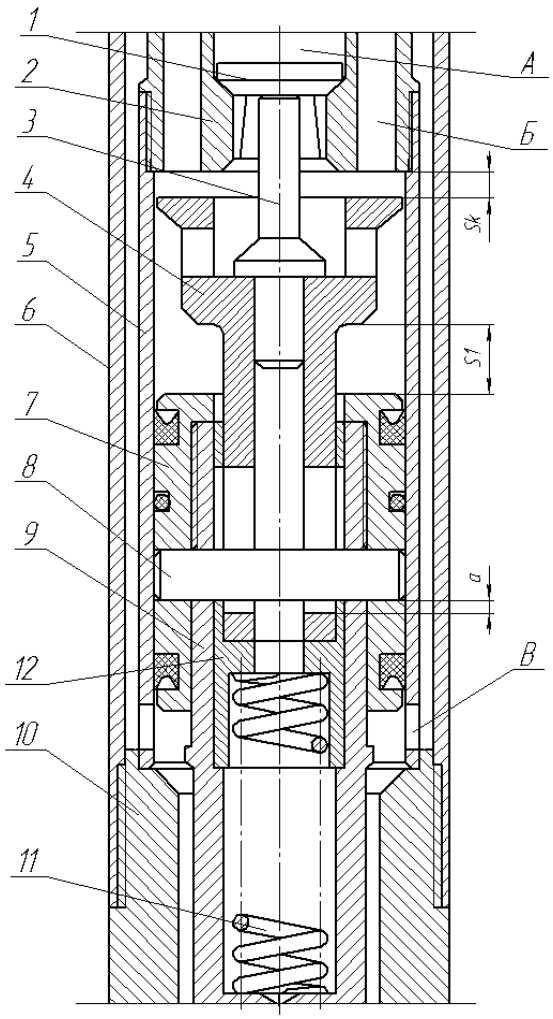
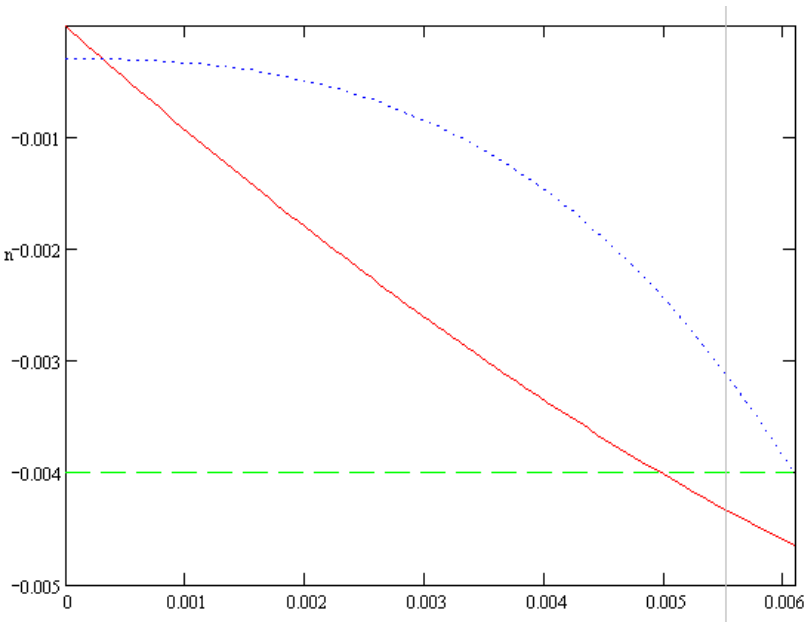


Рис. 4. Схема гидродвигателя: 1 – впускной клапан; 2 – клапанная коробка; 3 – толкатель; 4 – выпускной клапан; 5 – цилиндр; 6 – корпус; 7 – поршень; 8 – палец; 9 – шток бойка; 10 – верхняя наковальня; 11 – пружина; 12 – компенсационная втулка; S – рабочий ход; Sk– ход клапана; а – зазор втулки; А – нагнетательная линия; Б – выхлопная линия; В – окна цилиндра

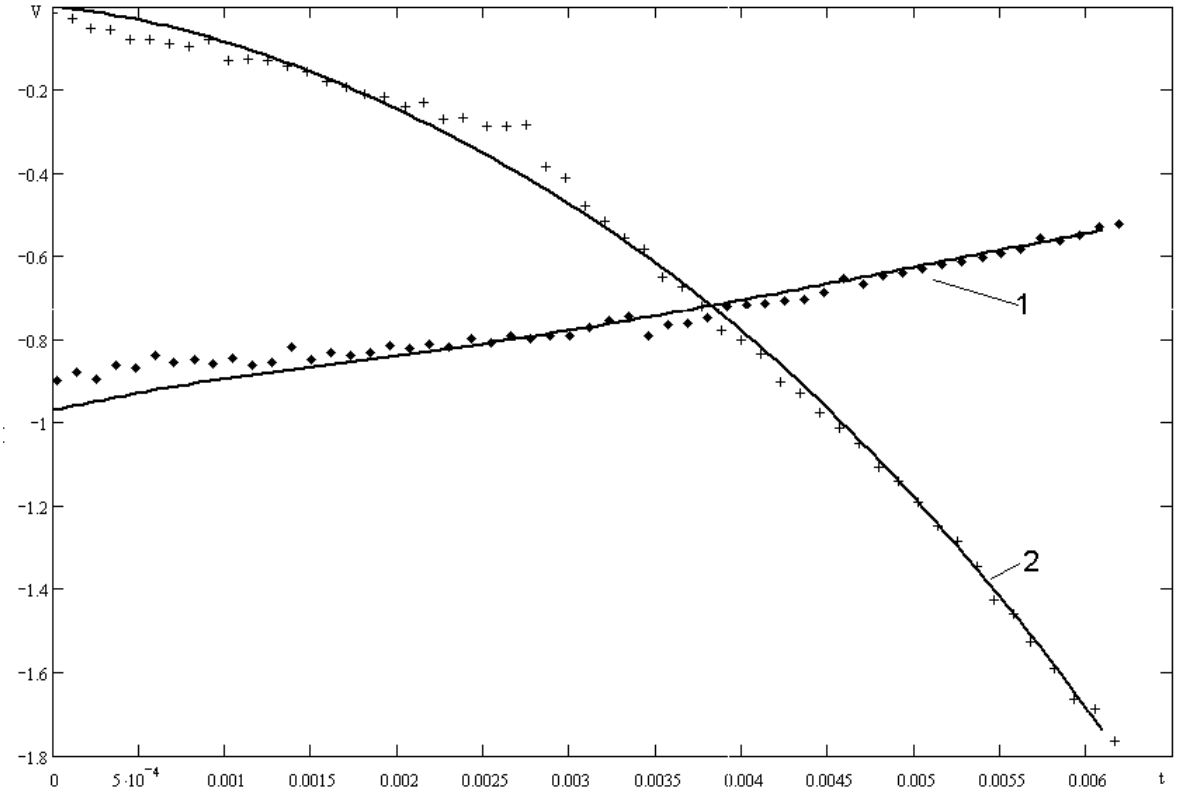
где $m_к$ – масса клапана; $x_к$ – перемещение клапана; z – жесткость пружины; h – величина предварительного поджатия пружины; $\Delta p_{вых}$ – перепад давления на выпускном клапане; $\Delta p_к$ – перепад давления на щели впускного клапана; Δp_m – перепад давления при перетекании жидкости в полость пружины; $f_ц$ – площадь сечения надпоршневой полости; $f_{хв}$ – площадь сечения хвостовика бойка; $f_к$ – площадь сечения тарелки впускного клапана; $f_в$ – площадь сечения полости пружины; $G_б$, $G_к$ – вес, соответственно, бойка и клапана; V – функция от времени избыточного увеличения объема трубопровода.

Решение этой системы уравнений осуществлялось численным методом. На рис. 5 *а* показан пример решения, полученный для реальной конструкции гидроударника диаметром 108 мм. На рис. 5 *б* показано совпадение теоретических и экспериментальных данных скорости бойка гидроударника на свободном ходе и скорости его клапанной группы (в принятой системе координат отрицательное значение скорости соответствует движению вверх).

Эти данные подтверждают адекватность предложенной математической модели и правомерность применения уточнённого метода расчёта гидроударника, в т.ч. и динамики клапанной группы. Получено теоретическое подтверждение факта возможного значительного (более 40%) снижения скорости бойка на фазе перестановки клапанов вверх ещё до её окончания, т.е. при отсутствии торможения бойка рабочим давлением. Следовательно, фазы гидроторможения бойка после перестановки клапанов, которая всегда учитывается в теоретической модели [1], просто может не быть, а потери скорости бойка будут обусловлены особенностями перестановки клапанной группы.



а



б

Рис. 5. Теоретические и экспериментальные данные по скорости бойка и клапанной группы гидроударника: а – расчётные данные, полученные при интегрировании системы уравнений; б – совпадение теоретических и экспериментальных данных скорости бойка гидроударника на свободном ходе (кривая 1) и скорости его клапанной группы (кривая 2).

В статті розглянуті питання створення розрахункової моделі гідроударників подвійної дії з диференційним поршнем, наведені результати чисельного моделювання робочого циклу гідроударника та їх порівняння з експериментальними даними..

***Ключові слова**: буріння геологорозвідувальних свердловин на шельфі, гідроударні бурові снаряди, гідроударник.*

The article discusses creating a mathematical model of a double-acting hydraulic hammer with differential piston. The results of numerical simulation and comparison with experimental data are presented.

***Key words**: offshore prospecting borehole drilling, hydraulic hammer tool, hydraulic hammer.*

Литература

1. Калиниченко, О.И. Развитие научных основ создания погружных гидроударных снарядов и установок для однорейсового бурения скважин на морском шельфе: Дисс. ... докт. техн. наук: 05.06.05 / Калиниченко Олег Иванович. – Донецк, ДонНТУ, 2002. – 371 с.
2. Эпштейн, Е.Ф., Ясов В.Г. Бурение скважин гидроударниками и пневмоударниками. – М. :Недра, 1967. – 168 с.
3. Ясов В. Г. Теория и расчет рабочих процессов гидроударных буровых машин. – М. : Недра, 1977. – 153 с.
4. Неудачин Г.И., Коломоец А.В., Абатуров В.Г Теоретический анализ работы гидроударных механизмов // Труды МИНХиГП. – 1967. – № 63. – С. 19–25.
5. Кожевников А.А., Гошовский С.В., Мартыненко И.И. Импульсные технологии бурения геологоразведочных скважин. – К.: УкрГГРИ, 2003. – 208 с.

Поступила 15.07.14

УДК 622.24.051; 622.156

О. П. Виноградова; **Р. К. Богданов**, канд. техн. наук; **І. А. Свешніков**, д–р техн. наук; **С. Д. Заболотний**, **С. Ф. Беспалов**

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

ДОСЛІДЖЕННЯ ВПЛИВУ КОНСТРУКЦІЇ АЛМАЗОВМІСНИХ ЕЛЕМЕНТІВ ЗІ СЛАВУТИЧА ТА СХЕМИ ЇХ РОЗМІЩЕННЯ В БУРОВИХ КОРОНКАХ НА ЕФЕКТИВНІСТЬ РУЙНУВАННЯ ГІРСЬКИХ ПОРІД СЕРЕДНЬОЇ МІЦНОСТІ

Досліджено вплив конфігурації алмазовмісних породоруйнівних елементів із композиційного алмазовмісного матеріалу славутича та схеми їх розташування на торці короночного кільця на ефективність руйнування гірських порід середньої міцності. Виявлено переваги використання призматичних алмазовмісних елементів зі славутича порівняно з циліндричними елементами за рахунок забезпеченні рівномірного зносу торця коронки в радіальному напрямку.

***Ключові слова**: руйнування гірської породи, коронка, породоруйнівний елемент, славутич, рівномірний знос.*

Вступ

Досвід конструювання породоруйнівного інструменту для порід середньої міцності показує, що визначальний вплив на механічну швидкість буріння надає сумарна площа контакту різців з породою. Так, експерименти, проведені в Інституті надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України (ІНМ) В.Н. Лівщицем [1; 2] показали, що при збільшенні площі контакту елементу зі славутича з гірською породою різко зростає енергоємність процесу буріння. Разом з тим, зменшення площі контакту різців з породою тягне за собою зниження зносостійкості та експлуатаційної міцності інструменту.

Крім того, згідно з експериментальними дослідженнями, проведеними Г.В. Арцимовичем [3], енергоємність руйнування зон утворення буровою коронкою

свердловини і керну більш чим у два рази вище, ніж у центральній зоні вибою, тому врахування цього фактору є необхідним при проектуванні бурового інструменту.

Експериментальні дослідження впливу зміни форми торця породоруйнівних елементів зі славутича на механічну швидкість буріння і зносостійкість елементів було проведено О.І. Семеновим [4]. Випробування коронок Ø 59 мм, оснащених елементами різних форм (рис. 1) дозволили зробити висновок, що оптимальною в плані збільшення швидкості є елемент з формою торця – III. Механічна швидкість коронки при цьому складала – 3,6 м/год.

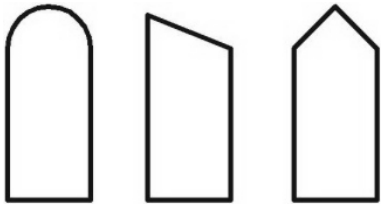


Рис.1. Форми породоруйнівних елементів із славутича зі сферичним робочим торцем (I), з торцем у вигляді скошеного циліндра (II), з клиновидним торцем (III)

Метою даної роботи є порівняльний аналіз впливу конфігурації робочої поверхні бурових коронок, оснащених породоруйнівними елементами з матеріалу славутич на ефективність буріння гірських порід VI–IX категорій буримості.

Завданнями дослідження були наступні параметри робочої поверхні інструменту:

– площа контакту породоруйнівних елементів із вибоєм свердловини;

– форма одиничного елементу;

– співвідношення довжини умовних ліній руйнування породи в центральній, прикерновій і присвердловинній зонах короночного торця;

– схема розташування породоруйнівних елементів.

Крім вищезгаданого було проведено дослідження механізму руйнування блоку гірської породи алмазовмісним циліндричним елементом із славутича з пласким торцем Ø 10 мм і призматичним елементом з розміром торця – 7×3 мм.

Методика проведення досліджень

Для буріння вибиралися такі породи середньої міцності: пісковики VI категорії буримості Монахівського і Теребовлянського родовищ і пісковики IX категорії буримості Торезького родовища, що відзначаються стабільними фізико-механічними властивостями.

Буріння проводили дослідними зразками коронок Ø 59 мм, 76 мм і 93 мм, оснащеними породоруйнівними елементами зі славутича : циліндричної (Ø 10 мм) та призматичної форми (з розміром торця: 2×3; 3×3; 4×3;7×3 мм) при використанні експериментального стенду, створеного на базі радіально-свердлильного верстата моделі 2Н58. В процесі буріння фіксували навантаження, що діють на породоруйнівний інструмент, визначали швидкість буріння, заміряли знос елементів. Порівнювали залежність механічної швидкості буріння коронкою та її зносостійкість від довжини умовних ліній руйнування гірської породи в радіальному напрямку торця.

З метою порівняльного аналізу формування тріщини, що утворюється у блоці гірської породи у прикерновій зоні, в результаті однакового питомого навантаження на елементи зі славутича з пласким торцем Ø 10 мм і призматичний з розміром торця 7×3 мм, було проведено експериментальні дослідження. В якості гірської породи було вибрано блок відполірованого з усіх сторін ізотропного оптичного скла БК-8 з виступом, з границею міцності 160–170 МПа, що дозволяє його використовувати в якості моделі пружно-крихких порід типу граніту, кварциту, а саме, пісковику Торезького родовища.

Іспити виконувалися на стенді, створеному на базі токарно-карусельного верстату моделі моделі 1М553, обладнаним для виміру й реєстрації складових сили різання системою Werktoff Prufmashinen Service (Німеччина), із застосуванням датчиків U3 (100 кН) і C9B (50 кН) виробництва фірми Hottinger Baldwin Messtechnik (Німеччина),пристрою збору й перетворення інформації Spider, програмного забезпечення для реєстрації й обробки результатів вимірів.

Результати

На першому етапі було проаналізовано механізм взаємодії з гірською породою алмазовмісного елементу зі славутича Ø 10мм у коронках Ø 59, 76, 93 мм.

Утворення свердловини і керну елементами 1 Ø 10 мм (рис. 2), якими оснащуються корпуси коронок Ø 59,76 і 93 мм 2, 3, 4, відповідно, в початковий момент часу здійснюється точками. По мірі зносу породоруйнівного елементу утворення свердловини і керну в коронках Ø 59, 76 здійснюється алмазами в умовних лініях руйнування гірської породи, що знаходяться на утворених на елементах сегментах, які виступають за межі корпусу бурової коронки з шириною торця, відповідно, 8,5 та 9 мм.

У коронці Ø 93 мм ширина торця корпусу 4, рис. 2 дорівнює розміру циліндричного елементу 1 Ø10 мм. Тому створення поверхонь свердловини і керну здійснюється алмазами, що розкриваються у точках спряження кола вставки з внутрішнім і зовнішнім колами коронки на протязі всього процесу руйнування породи.

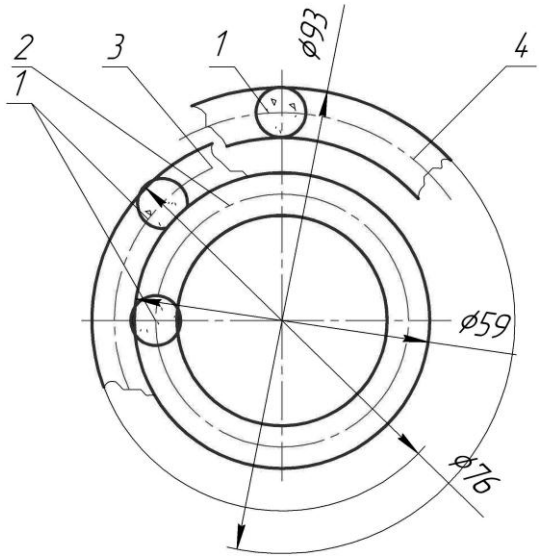


Рис. 2 Схема оснащення коронок типу БК породоруйнівними елементами зі славутича Ø 10мм:
1 – породоруйнівний елемент;
2, 3, 4 – корпуси коронок Ø 59,76,93 мм, відповідно

Найбільша ж довжина умовної лінії руйнування в досліджуваній дев'ятисекторній коронці БК-3 Ø 93 мм завжди знаходиться на середньому діаметрі коронки. Керноутворюючими і свердловино утворюючими є 9 точок на внутрішньому та 9 – на зовнішньому діаметрі , причому, ймовірність періодичного їх розкриття має випадковий характер, що призводить до випереджаючого зносу прикернової і присвердловинної зон коронки, і як наслідок, відбувається потоншення корпусу коронки, зменшення діаметру свердловини і збільшення діаметру керну.

Загальна площа контакту з вибоєм коронки БК-3, Ø 93 мм складає 7,06 см^2 при коефіцієнті оснащеності $K_{ос}$ = 0,27, при цьому $K_{ос} = S_{вст}/S_к$, де $S_{вс}$ – площа породоруйнівного елементу; $S_к$ – площа кільця вибою, утвореного коронкою. Механічна швидкість буріння пісковику Монахівського родовища становила 0,72 м/год при питомому навантаженні 141,6 кг/см^2 при частоті обертання 138 хв $^{-1}$, (табл.).

В коронці БК-4, Ø 59 мм, оснащеною чотирма циліндричними елементами зі славутича, площа контакту з вибоєм складає 3,14 см^2, тобто, в 2,25 раза менше, чим у вищезгаданої коронки. При цьому $K_{ос}$ становить 1,21, а найбільша умовна лінія руйнування породи, що знаходиться на середньому колі торця коронки, дорівнює 40мм.

При бурінні пісковику VI категорії буримості при частоті обертання 150 хв $^{-1}$ і питомім навантаженні 141,6 кг/см^2 – механічна швидкість буріння складає 1,44 м/год. Отже, при постійнім питомім навантаженні, що діють на вищезгадані коронки, при незначному збільшенні частоти обертання інструменту в 1,08 рази і в 1,38 рази довжини шляху, пройденого елементами по вибою за певний проміжок часу, при відмінній в 2,25 разів довжині лінії руйнування породи на середньому діаметрі торця корпусу коронки (90 мм і 40 мм), але при наявності ділянок, що містять умовні лінії руйнування породи алмазами в прикерновій та присведловинній зонах, спостерігається збільшення механічної швидкості буріння коронкою Ø 59 мм в 2 рази (табл.).

Вплив відсутності породоруйнівних елементів (алмазів) в прикерновій і при свердловинній зонах на значення механічної швидкості буріння спостерігається при випробуванні коронок, оснащених циліндричними елементами зі славутича зі сферичним

торцем. Контакт коронки БК-5, Ø 76 мм з вибоєм, оснащеної шістьма такими елементами відбувається по вершинах куль. Торець елменту у процесі роботи набуває поверхні круга, діаметр якого поступово збільшується до значення діаметру елементу, тому вищевказані коронки були теж використані у подальших дослідженнях.

Так, в початковий момент часу при створенні високих контактних навантажень на вибої вершинами елементів умовні лінії руйнування породи в присвердловинній і в прикерновій зоні відсутні і при частоті обертання 400 хв $^{-1}$ механічна швидкість коронки складає 1,18 м/год. В результаті зносу елементів до плаского торця і утворення у прикерновій та присвердловинній зонах умовних ліній руйнування 29,46 і 33,54 мм, відповідно,відбувається значне (у 4,92 рази) підвищення механічної швидкості до значення 5,81 м/год. Проте, на пісковику IX категорії буримості, при тому ж питомім навантаженні, що на початку буріння пісковику VI категорії буримості цією ж коронкою, механічна швидкість коронки склала всього 0,53 м/год при викрошуванні елементів (табл.).

Зменшення у 2 рази площі контакту з вибоєм до 1,27 см^2 при скороченні кількості елементів зі сферичним торцем до 3 штук в коронці БК-6 призводить до збільшення механічної швидкості буріння у початковий момент часу в 1,65 раз порівняно зі швидкістю коронки БК-5 і становить 1,95 м/год при бурінні пісковику VI категорії бури мості, що пояснюється, ймовірно, швидким утворенням за рахунок зносу довжини умовної лінії руйнування породи до 30мм на середньому діаметрі короночного торця і утворенням ділянок інтенсивного руйнування породи в присвердловинній і в прикерновій зонах довжиною 16,77 і 14,73 мм, відповідно (табл.).

При бурінні пісковику IX категорії буримості вищевказаною коронкою БК-6 при тому ж питомім навантаженні, що на початку буріння пісковику VI категорії буримості цією ж коронкою , спостерігається незначне збільшення механічної швидкості буріння – в 1,24 рази , яке досягає значення 0,66 м/год при розшаруванні і викрошуванні всіх породоруйнівних елементів (табл.).

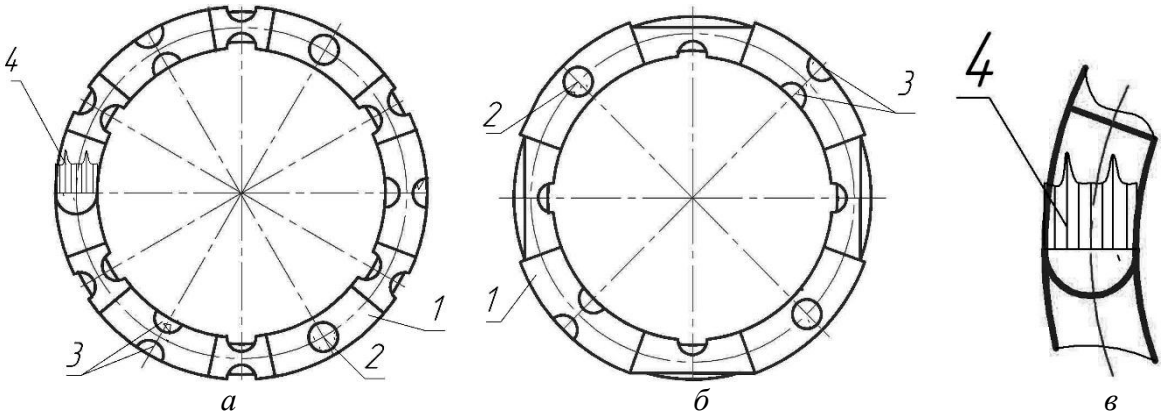
Отже, у процесі зношування вставок зі славутича зі сферичним торцем, довжина найбільшої лінії руйнування породи знаходиться постійно на середньому діаметрі торця корпусу коронки і зростає до 10 мм (діаметра вставки), що однаково негативно позначається як на продуктивності буріння, так і на зносостійкості породоруйнівних елементів в прикерновій та присвердловинній зонах.

З метою збільшення механічної швидкості буріння при зрівноваженні умовних довжин руйнування породи в кутових зонах торця коронки, було розроблено і випробувано шестисекторну коронку БК-7, Ø 76 мм, загальною площею контакту з вибоєм 1,7 см^2. Коронку оснащено циліндричними елементами із славутича таким чином, що в центральній частині трьох секторів 1 (рис. 3 *а*), через один встановлено елементи 2 діаметром 6 мм. При цьому в трьох секторах напівциліндричні елементи 3 звернені хордами до внутрішнього діаметру коронки, в трьох інших – до зовнішнього.

Згідно з епюрою 4 (рис. 3 *в*), що зображує зміну довжини умовних ліній руйнування породи в радіальному напрямку в елементах, послідовно розташованих у двох секторах, максимуми знаходяться в зонах перекриття циліндричного елементу з напівциліндричним, відстаючи від твірних зовнішнього та внутрішнього діаметрів коронки на 2 мм і відповідають значенням - 8,82 і 8,80 мм, відповідно (загальна довжина 26,40 і 26,46 мм). На вісі торця короночного кільця, в присвердловинній та в прикерновій зонах довжина умовних ліній руйнування є постійною і становить на епюрі – 6 мм (загальна довжина – 18 мм). Тобто, максимальна довжина умовної лінії руйнування (26,40 і 26,46 мм) більше довжин умовних ліній руйнування в присведловинній і прикерновій зонах (18 мм) , в середньому, в 1,47 рази.

При питомім навантаженні 591,7 кг/см^2 і частоті обертання 288 хв $^{-1}$ механічна швидкість буріння блоку пісковику Монаховського родовища становила 1,9 м/год, а знос становив 0,24 мм/м без поламок секторів.

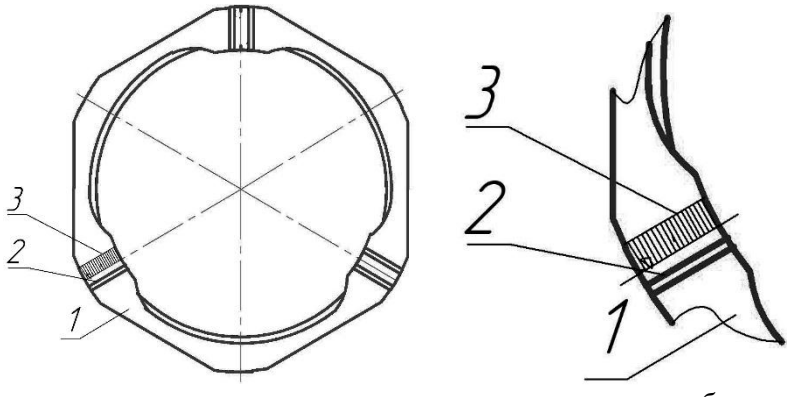
Подальше зменшення площі контакту породоруйнівних елементів у коронці БК-8, Ø 76 мм з вибоєм у 1,5 рази відносно коронки БК-7 Ø 76 мм до 1,13 см^2 і, як наслідок, зменшення загальної довжини умовних ліній руйнування у коронці БК–8 (рис. 3 *б*) призводить до зменшення механічної швидкості буріння коронкою до 0,7 м/год при питомім навантаженні 1061,9 кг/см^2. Як бачимо, зі збільшенням питомого навантаження в 1,79 раз механічна швидкість буріння зменшилась в 2,71 раза, а інтенсивність зносу збільшилась до 1,04 мм/м, (табл.).



а *б* *в*

Рис. 3. Загальний вид : бурових коронок БС–7 (а), та БС–8 Ø76мм (б), оснащених циліндричними і напівциліндричними елементами зі славутича з пласким торцем :1 – корпус, 2 – циліндричний елемент, 3 – напівциліндричний елемент,4 – епюра довжин умовних ліній руйнування гірської породи алмазами в елементах в двох послідовно розташованих секторах в радіальному напрямку короночного торця ; епюри довжин умовних ліній руйнування гірської породи (збільшено) (в)

Зрівноваження довжин умовних ліній руйнування породи в радіальному напрямку торця коронки, а також, збільшення його зносостійкості в прикерновій і присвердловинній зонах, відбувається в трисекторній коронці БК-9, Ø 76 мм (площа контакту з вибоєм 0,77 см^2), кожен сектор 1 якої (рис. 4 *а*) оснащений породоруйнівними елементами 2 з розміром торця 8,5×3 мм. Згідно з епюрою 3 довжини умовних ліній руйнування гірської породи у секторі, (рис. 4 *б*) загальна довжина умовних ліній руйнування в радіальному напрямку корпуса коронки постійна і відповідає значенню 9мм. Середня механічна швидкість при бурінні Монаховського пісковику досягає 2,5 м/год при зносостійкості 0,23 мм/м, що відповідає зносостійкості коронки БК-7 (0,24 мм/м).



а *б*

Рис. 4 Загальний вигляд: бурової коронки БК–9, Ø 76 мм: 1 – корпус коронки, 2 – породоруйнівний елемент, 3 – епюра довжин умовних ліній руйнування гірської породи у радіальному напрямку сектора (а); епюри довжин умовних ліній руйнування гірської породи у радіальному напрямку сектора (збільшено) (б)

Проте при бурінні пісковику IX категорії буримості середня механічна швидкість буріння вищевказаних коронок не перевищую 1,44 м/год, при цьому на елементах спостерігається тріщина, що проходить в радіальному напрямку. Більш інтенсивний, ніж у центральній зоні, відмічається, згідно з вимірюваннями, випереджаючий знос елементів в прикерновій і присвердловинній зонах.

Показники роботи дослідних бурових коронок в залежності від особливостей оснащення їх елментами зі славутича

Умовне позначення дослідного зразка коронки	Площа торця корон-ки, см ^{2}	Категорія буримості породи	Питоме навантаження, кг/см^2	Частота обертання корон-ки, хв. $^{-1}$	Довжина умовної лінії руйнування породи в при керн./присверд. зонах	Механічна швидкість буріння, м/год	Інтенсивність зносу, мм/м
БК-3, Ø 93	7,06	VI	141,60	138	0/0	0,72	Поламки секторів 0,15
БК-4, Ø 59	3,14	VI	141,60	150	19,56/22,28	1,44	0,11
БК-5, Ø 76	4,71	VI IX	141,60 280,00 141,60	400 -«- -«-	0/0 29,46/33,54 -«-	1,18 5,81 0,53	0,07 0,19 Викрош. елем.
БК-6, Ø 76	2,36	VI IX	152,86 306,38 152,86	400 -«-	0/0 14,73/16,77 -«-	1,95 4,55 0,66	0,04 0,05 0,143
БК-7, Ø 76	1,70	VI	592,00	288	18/18	1,90	0,24
БК-8 , Ø 76	1,13	VI	1062,00	288	12/12	0,70	1,04
БК-9, Ø 76	0,77	VI IX	1600,00 267,00	400 -«-	9/9 -«-	2,50 1,44	0,23 2,00
БК-1, Ø 76	1,44	VI	694,4	288	12/12	1,30	0,04 при випередж. зносі присвердл. елем.
БК-11, Ø 93	2,16	VI IX	141,60 -«-	400 -«-	24/24 -«-	3,10 1,49	0,04 0,3
БК-12, Ø 93	5,04	VI IX	99,00 138,00	400 -«-	56/70 -«-	3,64 1,18	0,01 0,21

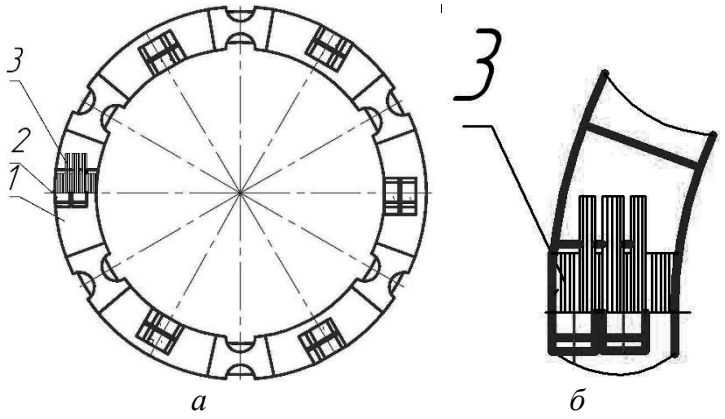
Результати виконаного аналізу сприяли розробці конструкції коронки, в якій торець коронки оснащується кількома відокремленими один від одного призматичними елементами, що не дозволяє будь-якому мікродефекту в одному елементі поширюватися на сусідній елемент.

Більш інтенсивне оснащення алмазами присвердловинної та прикернової зон було досягнуто в конструкції шестисекторної коронки БК-10, Ø 93 мм корпус 1 якої, (рис. 5 *а*), оснащено призматичними елементами 2 зі славутича з розміром торця 3×4 мм, попарно розташованих шляхом чергування в прикерновій і при свердловинній зонах. Загальна площа контакту з вибоєм – становить 1,44 см^2 .

Приймаючи до уваги те, що довжина елементу рівна 4мм в трьох секторах вона відповідає значенню 12мм; руйнування породи в кутових зонах вибою забезпечується алмазами в умовних лініях руйнування породи загальною довжиною 12мм, але в центральній частині торця її довжина більше в 2 рази. На епюрі 3, (рис. 5 *б*) визначені стрибки збільшення довжин умовних ліній руйнування у двох послідовно розташованих секторах в центральній

частині торця корпусу коронки, При цьому, як показують виміри, спостерігається випереджаючий знос при свердловинного елементу у секторі коронки на 14% вище за знос керноутворюючого елементу.

Механічна швидкість буріння становила – 1,30 м/год, а інтенсивність зносу – 0,04 мм/м, (табл.). При бурінні пісковику IX категорії буримості відбувається швидке руйнування породоруйнівних елементів.



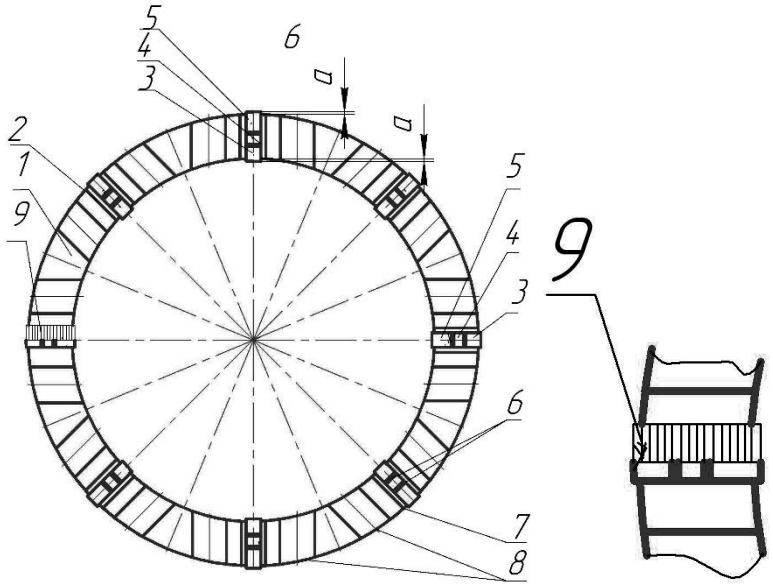
а *б*

Рис. 5 Загальний вид: бурової коронки БК-10 , Ø 76 мм, оснащеної призматичними елементами, попарно розташованих у секторах: 1 – корпус коронки; 2 – породоруйнівний елемент; 3 – епюра довжин умовних ліній руйнування породи у двох послідовно розташованих секторах (а); епюри, (збільшено) (б)

З метою збільшення довжини умовних ліній руйнування в прикерновій і присвердловинній зонах при збереженні площі контакту коронки з вибоєм 1,44 см^2 було розроблено восьмисекторну коронку БК-11, Ø 93 мм оснащену призматичними елементами, з розмірами торця: 2×3; 3×3;4×3 мм (рис. 6). Для виробництва елементів такого типорозміру було розроблено і виконано обладнання [5], здатне утворювати отвори необхідного розміру у графітовій прес-формі, що забезпечує високу якість породоруйнівних елементів при їх спіканні, точне збереження заданої конфігурації.

Довжина умовних ліній руйнування алмазами такої коронки в радіальному напрямку однакова [6] і досягає 24 мм (довжина одного елементу 3 мм). Коронка складається з корпусу 1, рис. 6, сектори 2 якого оснащені породоруйнівними елементами 3, 4, 5 вищезазначеного розміру, захищених від динамічних навантажень захисними зуб'ями гребінки 6 і передньою захисною стінкою 7, та промивних каналів 8. Зуб'я гребінки мають різний крок. В центральній зоні торця коронки він менший ніж в прикерновій і присвердловинній зонах, тому забезпечується збільшення площі контакту з вибоєм ріжучих елементів 5, установлений у присвердловинній зоні порівняно з площею контакту з вибоєм елементів 3, установлених у прикерновій зоні. Це сприяє рівномірному зносу елементів 3, 4, 5 в радіальному напрямку торця коронки. Крім того, розміщення в одному секторі корпуса коронки елемента 5 в прикерновій зоні, сприяє повному перекриттю вибою свердловини. Слід зазначити, що відношення суми площ контакту з вибоєм елементів 3 і 5 в присвердловинній зоні до суми площ контакту з вибоєм тих же елементів у прикерновій зоні становить 1, 2, що відповідає відношенню довжин траєкторій присвердловинних і прикернових елементів. При рівності довжин умовних ліній руйнування у радіальному напрямку торця коронки, як показано на епюрі 9, було досягнуто механічної швидкості буріння пісковику Теребовлянського родовища – 3,10 м/год й 1,49 м/год при бурінні пісковику IX категорії буримості при високій зносостійкості.

Виступання на величину *а* породоруйнівних елементів за межі корпусу сприяє калібруванню свердловини і підвищує ресурс коронки, в цілому.

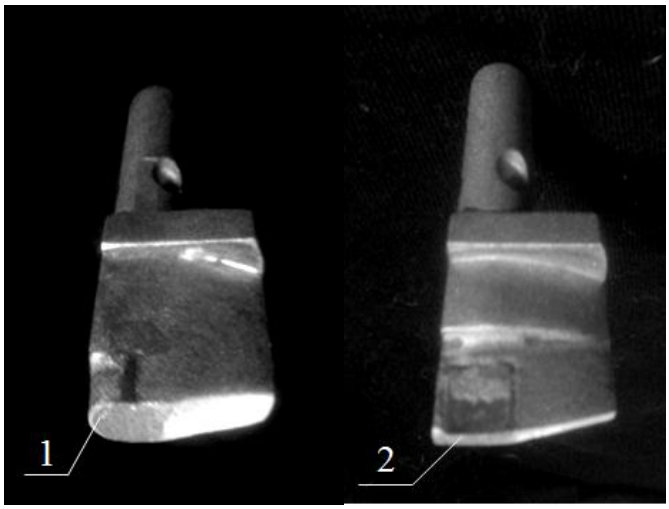


а *б*

Рис. 6 Загальний вид : бурової коронки БК-11, Ø 93 мм : 1 – корпус коронки; 2 – сектор; 3, 4, 5 – породоруйнівні елементи з розміром торця 3×3, 2×3, 4×3 мм, відповідно; 6 – сталеві захисні зуб'я гребінки; 7 – передня захисна стінка ; 8 – промивний канал; 9 – епюра довжин умовних ліній руйнування породи у двох послідовно розташованих секторах (а); епюри, (збільшено) (б)

З метою визначення частки впливу осьового навантаження на процес руйнування гірської породи призматичним породоруйнівним елементом у прикерновій зоні було проведено порівняльний аналіз формування тріщин, що утворюються у блоці гірської породи, в результаті однакового питомого навантаження на алмазовмісні циліндричні елементи з пласким торцем Ø 10 мм і призматичним елементом з розміром торця 7×3 мм.

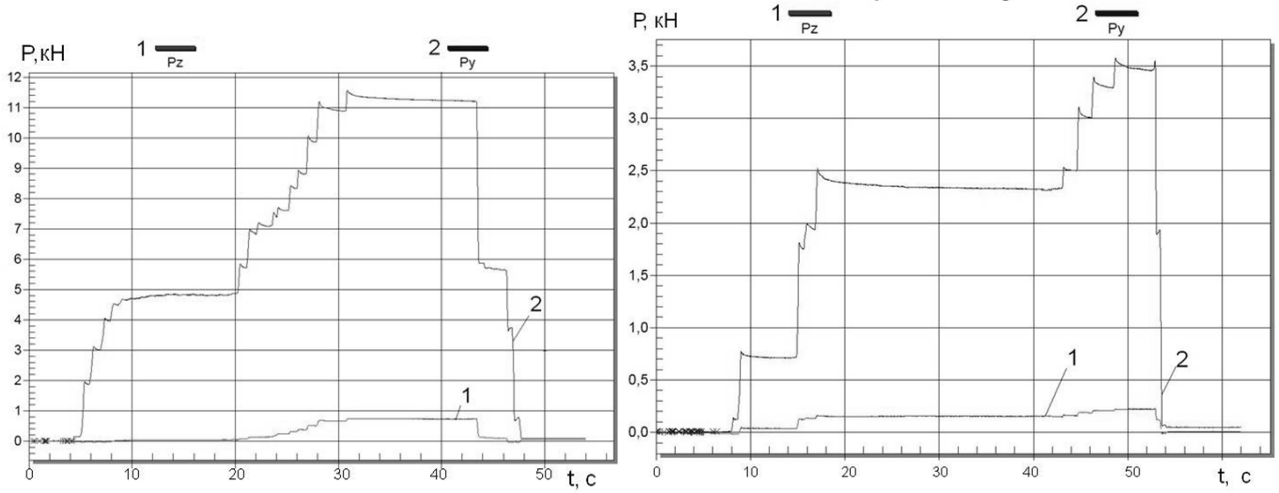
Було розроблено і виготовлено спеціальні різці, оснащені породоруйнівними елементами: циліндричним з пласким торцем Ø 10 мм (рис. 7 *а*) і призматичним з розміром торця 7×3 мм (рис. 7 *б*).



а *б*

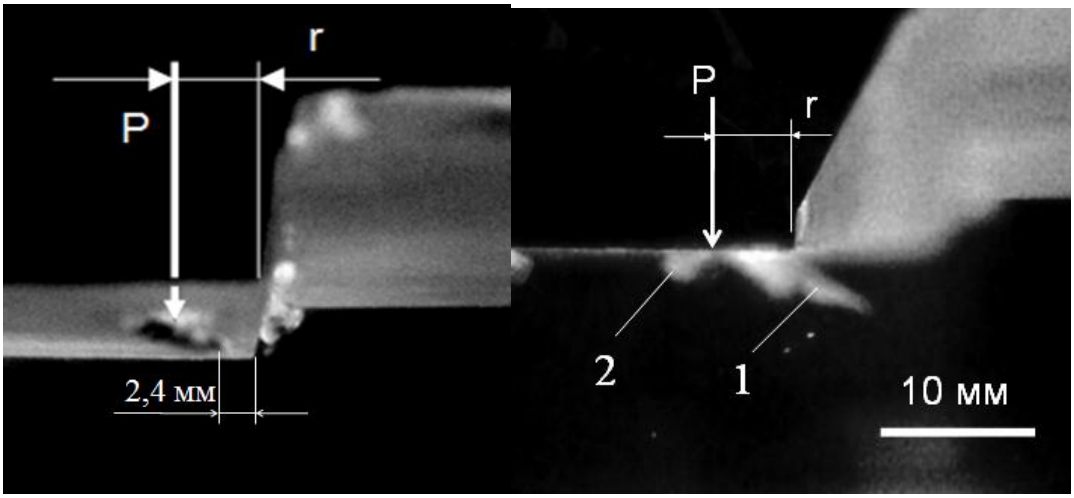
Рис. 7 Різець, оснащений : циліндричним породоруйнівним елементом 1 з пласким торцем Ø 10 мм (а); призматичним 2 з розміром торця 7×3 мм (б)

Експериментальний різець, закріплений у різцетримачі динамометра притискався з заданим питомим навантаженням до виступу блоку оптичного скла, встановленого на планшайбі токарно-карусельного верстату, що імітує керн. При незначному впливі, (0,8 кН) тангенціальної складової 1 – P_z (рис. 8 *а*) осьова складова навантаження 2 – P_y на різець, оснащений циліндричним елементом, поступово підвищувалась. Блок з виступом зазнає руйнівної дії при питомім навантаженні 14,65 кН/см^2 ,а тріщина, утворена циліндричним елементом, дотичним до площини виступу, починає формуватися у блоці оптичного скла на відстані радіуса елементу від виступу, тобто, під умовною лінією руйнування породи алмазами найбільшої довжини. Але її кінцева частина (при даному значенні навантаження) не доходить до площини потенційно утворюваного керну 2,4 мм, тобто, змодельована прикернова зона внаслідок осьового навантаження не зазнає руйнування, взагалі (рис. 9 *а*).



а *б*

Рис. 8. Діаграма складових сили руйнування P_z і P_y блоку оптичного скла БК-8, різцем, оснащеним циліндричним елементом з пласким торцем Ø 10 мм (а); призматичним , з розміром торця 7×3 мм (б), P_z (1), P_y (2)



а *б*

Рис.9. Формування тріщини, утвореної в результаті дії осьового навантаження на циліндричний елемент з пласким торцем Ø 10 мм, дотичний до площини виступу: вид під кутом до площини прикладення осьового навантаження: r – радіус циліндричного елементу, P – вектор осьового навантаження, (а); вид спереду: 1 – основна гілка тріщини, спрямована у прикернову зону вибою, 2 – спрямована у вільний напівпростір гілка тріщини (б)

Крім основної гілки тріщини 1, спрямованої у прикернову зону виступу, у вільний напівпростір у протилежну сторону від площини змодельованого керну спрямована менша гілка тріщини 2, довжина якої в 3,5 рази менша від основної гілки, а її потенційна енергія руйнування не використовуватиметься для руйнування прикернової (кутової) зони вибою (рис. 10).

Під дією максимального осьового навантаження 3,5 кН (питоме навантаженні 16,67 кН/см^2), рис. 8 *б*, на призматичний елемент протягом 6 секунд основна гілка тріщини 1 формується на лінії перетну площин вибою і виступу і «підсікає» керн (рис. 10), сприяючи руйнуванню кутової зони вибою. Менша гілка тріщини 2 не виходить за межі зони контакту робочої поверхні елементу з вибоєм (3 мм), а тому сприяє його інтенсивному руйнуванню.

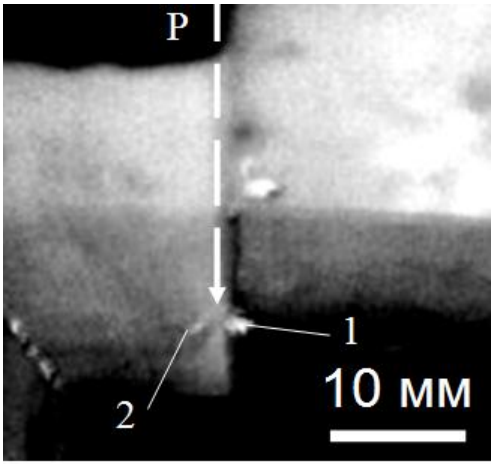


Рис.10. Формування тріщини, утвореної в результаті дії осьового навантаження на призматичний елемент з розміром торця 7×3 мм: P – вектор осьового навантаження; 1 – основна гілка тріщини, спрямована у зону керну, 2 – спрямована у вільний напівпростір гілка тріщини

За результатами досліджень було розроблено бурову коронку БК-12, Ø 93 мм, [7] в якій вирішене питання про збільшення довжини умовної лінії руйнування гірської породи алмазовмісними елементами в прикерновій зоні до 56 мм (рис. 11 *а*). Коронка містить корпус 1 і алмазовмісні породоруйнівні елементи 2, з розміром торця 7×3 мм, розділених захисними пластинками 3. Породоруйнівні елементи, розташовані, в прикерновій 4, центральній 5 і присвердловинній 6 зонах у секторах, розділених промивними каналами 7, мають різну концентрацію алмазів: в присвердловинній зоні - в 1,25 рази більшу ніж у прикерновій і в 1,33 рази більшу ніж по вісі короночного торця, як видно на епюрі 8 (рис. 11 *б*).

Породоруйнівні елементи виготовлені у вигляді окремих пластин, тому є можливість варіювати концентрацію алмазів в породоруйнівних елементах при застосуванні в різних геологічних умовах. Як і у попередньому випадку, виступання на величину *а* породоруйнівних елементів за межі корпусу сприяє калібруванню свердловини й збереженню діаметру корпусу коронки.

Породоруйнівні елементи мають однакову ширину у радіальному напрямку, тому при встановленні в корпусі уніфікованих (одного типорозміру) породоруйнівних елементів значно спрощується виготовлення коронки, що робить її високотехнологічною.

Виміри інтенсивності зношування елементів за допомогою довжиноміра оптичного моделі Н-313, свідчать про рівномірне зношування присвердловинних і прикернових елементів, тому що середня інтенсивність зношування при бурінні пісковику IX категорії буримості наступна: 0,18 мм/ м– у прикерновій зоні, 0,29 мм/м – у центральній зоні торця, 0,15 мм/м – у присвердловинній зоні. Незначний випереджаючий знос центральних елементів відносно кутових дозволяє утримувати площинність вибою.

При дослідженні робочої поверхні торця коронки БК-12, Ø 93 мм при використанні установки для дослідження властивостей робочої поверхні інструменту, [8], встановлено, що відношення кількостей розкритих алмазів у присвердловинній і прикерновій зонах становить 1,25, що відповідає відношенню концентрацій алмазів в елементах у вищезгаданих зонах, тоді як відношення довжини шляхів руйнування породи, вимірюваних по осьових лініях елементів у присвердловинній і прикерновій зонах відповідає значенню – 1, 2, що, можливо і зумовлює незначний випереджаючий знос прикернового елементу відносно присвердловинного.

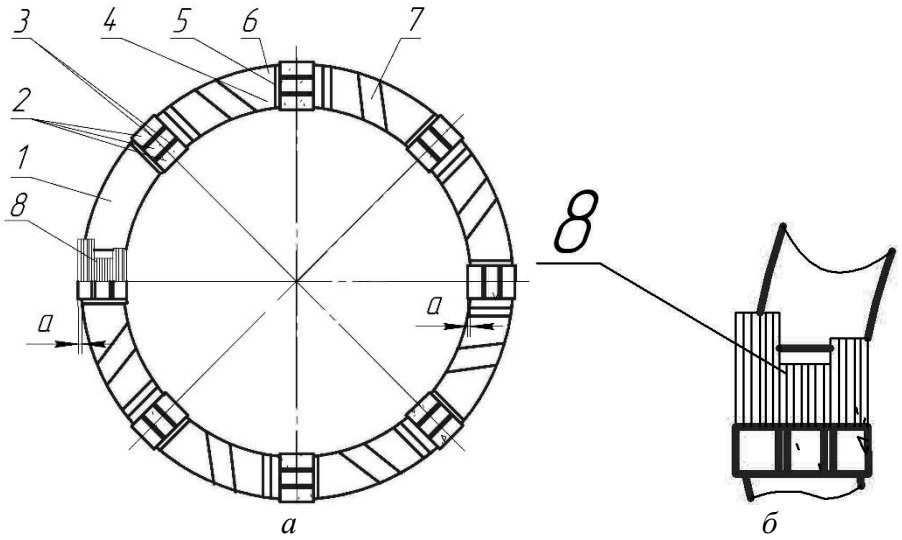


Рис.11. Загальний вид: бурової коронки БК-12, Ø 93 мм: 1 – корпус, 2 – призматичні елементи, 3 – прикернова зона; 4 – центральна зона, 5 – присвердловинна зона, 6 – захисні пластинки; 7 – промивні канали; а-довжина виступання породоруйнівного елементу за межі корпусу (а); епюри довжин умовних ліній руйнування породи у двох послідовно розташованих секторах коронки (збільшено); (б)

Висновки

1. Довжина умовної лінії руйнування породи алмазами в породоруйнівних елементах із славутича з різною формою і площею контакту з вибоєм гірської породи, якими оснащені геологорозвідувальні коронки Ø 59, 76, 93 мм має значний вплив, як на механічну швидкість буріння, так і на зносостійкість бурового інструменту.

2. Рівномірне зношування торця коронки, оснащеної призматичними породоруйнівними елементами зі славутича, в радіальному напрямку спостерігається у випадку, коли відношення кількості алмазів у присвердловинній і прикерновій зонах відповідає відношенню довжини шляхів тертя алмазів у вищевказаних зонах і досягається:

а) зміною площі контакту породоруйнівних елементів з вибоєм, при цьому механічна швидкість буріння досягала 3,1 м/год при бурінні пісковиків VI категорії буримості і 1,49 м/год при бурінні пісковиків IX категорії буримості;

б) зміною концентрації алмазів у породоруйнівних елементах у радіальному напрямку торця коронки , при цьому механічна швидкість буріння досягала 3,64 м/год при бурінні пісковику VI категорії буримості й 1,2 м/год при бурінні пісковику IX категорії буримості.

3. Висока ефективність руйнування вибою гірської породи в результаті дії осьового навантаження на призматичний алмазовмісний елемент із славутича з торцем розміром 7х3мм визначається «підсікаючою» дією тріщини передруйнування, за рахунок чого, можливо, зменшуються енерговитрати на руйнування породи у зонах перетину площин вибою і керну, а також, вибою і свердловини.

Автори висловлюють щиру подяку старшому науковому співробітнику ІНМ кандидату технічних наук О. М. Ісонкіну за допомогу у проведенні експериментальних досліджень.

Исследовано влияние конфигурации алмазосодержащих породоразрушающих элементов из славутича и схемы их расположения на торце короночного кольца на эффективность разрушения горных пород средней прочности. Выявлены преимущества использования призматических алмазосодержащих элементов из славутича по-сравнению с цилиндрическими элементами, при обеспечении равномерного износа торца коронки в радиальном направлении.

***Ключевые слова**: разрушение горной породы, алмазная буровая коронка, породоразрушающий элемент, славутич, равномерный износ.*

Influence of configuration of the insertions for destruction of rock from a composite diamond-containing material-slavutich and the scheme of their layout on the butt end of crown ring is investigated on efficiency of destruction of mountain breeds of middle strength. Advantages of the use of prismatic elements from a composite diamond-containing materia-slavutich are revealed versus with cylindrical elements with ensuring of even wear of it butt end in radial direction.

***Key words**: destruction of mountain breed, diamond boring crown, insertion, slavutich, even wear.*

Література

1. Лившиц В.Н. Метод оценки эффективности применения сверхтвердых материалов в бурении // Разрушение горных пород инструментом из сверхтвердых материалов. – К.: Институт сверхтвердых материалов АН УССР, 1980. – С. 71–79.
2. Исследование работоспособности славутича при бурении пород средней крепости / В.Н. Лившиц, Т.П. Титова, А.Н. Ивженко, А.В. Радько // Разрушение горных пород инструментом из сверхтвердых материалов. – К.: Институт сверхтвердых материалов АН УССР, 1980. – С. 99–105.
3. Арцимович Г.В. Исследование закономерностей взаимодействия породоразрушающих элементов долота с забоем скважины при бурении // «Разрушение горных пород при разрушении скважин»: Сб. науч. тр. – Уфа: БашНИПИнефть, Всесоюзная научно-техническая конференция, 4–7 сентября 1973. – С. 103–108.
4. Семенов А.И. Износостойкость породоразрушающих элементов различных геометрических форм и эффективность их применения в буровом инструменте // Разрушение горных пород инструментом из сверхтвердых материалов. – К.: Институт сверхтвердых материалов АН УССР, 1980. – С. 116–119.
5. Пат. 16737 Україна. МПК B26B 19/00 Прошивка / А.Л. Майстренко, І.А. Свешніков, Р.К. Богданов, О.М. Ісонкін, О.П. Виноградова, П.Г. Людвиченко: Заявл. 10.03.2006: Опубл. 15.08.2006, Бюл. №8.
6. Пат. 47671 Україна. МПК E21B 7/00, E21B10/00 Алмазна бурова коронка / А.Л. Майстренко, І.А. Свешніков, Р.К. Богданов, О.М. Ісонкін, О.П. Виноградова, П.Г. Людвиченко: Заявл. 05.02.2009: Опубл. 25.02.2010, Бюл. №4.
7. Пат. 47724 Україна. МПК E21B 10/48 Алмазна бурова коронка / А.Л. Майстренко, І.А. Свешніков, Р.К. Богданов, О.М. Ісонкін, О.П. Виноградова, П.Г. Людвиченко. – Заявл. 17.07.2009: Опубл. 25.02.2010, Бюл. №4.
8. Пат. 15217 Україна. МПК G01B 11/30 Пристрій для дослідження робочої поверхні інструменту / О.П. Виноградова, А.Л. Майстренко, І.А. Свешніков, В.Д. Медведєв, П.Г. Людвиченко. – Заявл. 28.12.2005: Опубл. 15.06.2006, Бюл.№6.

Надійшла 15.07.14

УДК 622.245

М.Є. Чернова, канд. техн. наук

Івано-Франківський національний технічний університет нафти і газу, Україна

ДОСЛІДЖЕННЯ ВПЛИВУ ПОЛІМЕРНО-КОМПОЗИЦІЙНИХ МАТЕРІАЛІВ НА ЕФЕКТИВНІСТЬ БУРІННЯ ПОХИЛО-СКЕРОВАНИХ ТА ГОРИЗОНТАЛЬНИХ СВЕРДЛОВИН

Розглядається можливість підвищення ефективності доведення осьового навантаження на долото в умовах буріння похило-скерованих і горизонтальних свердловин та запобігання явищу прихоплення бурильної колони.

Внаслідок наявності сил тертя між бурильною колоною та нижньою стінкою стовбура похило-скерованої чи горизонтальної свердловини ускладнюється доведення ефективного осьового навантаження на породоруйнівний інструмент, що впливає на механічну швидкість буріння. Для зменшення сил тертя пропонується застосування полімерно-композиційних матеріалів (ПКМ) для покриття поверхні елементів бурильної колони. Наводиться методика та математичні моделі, за рахунок яких є можливим отримання ПКМ із наперед заданими фізико-механічними властивостями, які б задовольняли вимогам експлуатації бурильних колон під час буріння похило-скерованих і горизонтальних свердловин.

Пропонується модель комплексного методу граничних елементів зі змішаною крайовою задачею для основного рівня стаціонарного поля і в якості контрольної моделі пропонується застосувати термодинамічний підхід на основі статистичного методу Монте-Карло. Таке поєднання дає можливість оцінити фізико-механічні властивості металополімерного покриття та правильно підібрати тип наповнювача для ПКМ, щоб повною мірою задовільнити вимоги щодо міцнісних характеристик покриття елементів бурильної колони та її поверхні для даних умов експлуатації і технологічного процесу.

***Ключові слова**: полімерно-композиційні матеріали, бурильна колона, свердловина, промивальна рідина.*

Для забезпечення потреб держави в енергоносіях, зокрема нафти і газу, є необхідним постійний приріст об’ємів бурових робіт. Для цього зусилля спрямовуються на освоєння нових родовищ та інтенсифікацію розробки тих родовищ, які вже експлуатуються.

Характерною особливістю нафтових і газових родовищ України є значна виснаженість основних запасів та наявність великої кількості залишкових запасів у тупикових і слабодренованих зонах нафтових облямівок газових покладів та водоплавних покладах нафти з низькопроникними колекторами.

Для підвищення ефективності бурових робіт, спрямованих на збільшення видобутку нафти і газу, важливим є створення і впровадження нових технологій і технічних засобів. Найбільш ефективним методом підвищення видобутку вуглеводнів є будівництво похило-скерованих і горизонтальних свердловин.

Під час будівництва похило-скерованих і горизонтальних свердловин бурильна колона, під дією сили тяжіння, притискається до нижньої стінки свердловини, через що її обертання утруднюється, а це суттєво ускладнює винесення шламу, зростають сили опору поступальному рухові бурильної колони в напрямку вибою свердловини, що, в свою чергу, перешкоджає оптимальному доведенню осьового навантаження на долото. В кінцевому результаті понижуються показники роботи доліт, погіршується якість керування траєкторією свердловини.

Зменшення сил тертя між бурильною колоною і нижньою стінкою стовбура свердловини та покращення передачі осьового навантаження на породоруйнівний інструмент

можна здійснити внаслідок покриття зовнішніх поверхонь елементів бурильної колони полімерно-композиційними матеріалами.

Полімерне покриття може застосовуватися у вигляді тонкого шару, який наноситься на обезжирену металеву поверхню за допомогою обраного способу і технології. Товщина покривного шару становить 0,3-0,7 мм.

Полімерне покриття може наноситись за допомогою сумішей, що полімеризуються, розплавів та дрібнодисперсних порошків. Використання спеціальних емульсій дає можливість створювати полімерне покриття з таких матеріалів, які самі по собі не можуть утворювати міцного адгезійного з'єднання з металом. Зокрема такими є фторопласти, які мають відмінні механічні властивості щодо коефіцієнту тертя, модуля Юнга, коефіцієнта Пуассона, але самі по собі володіють низькою адгезійною здатністю. Тому для покриття металевих поверхонь, таких як елементи КНБК та зовнішня поверхня бурильних труб, фторопласти доцільно застосовувати в суміші з іншими речовинами, які не погіршують фізико-механічних властивостей полімерного покриття.

Завдяки своїм високим антифрикційним властивостям досить широкого застосування набув політетрафторетилен (Ф4). Цей полімер відноситься до термопластів, але в розплавленому вигляді має малу текучість, тому його переробка є утрудненою. Головною перевагою Ф4 є те, що він володіє найнижчим з усіх відомих полімерів коефіцієнтом тертя. Окрім того Ф4 володіє дуже низьким водо поглинанням – менше 0,01%. Здатність Ф4 до значної деформації виключає можливість його використання у вигляді товстостінних втулок, але те що є негативним для одного напрямку застосування, є позитивним для іншого. Більшість полімерів є хімічно стійкими окрім своїх розчинників, фторопласти ж є стійкими як до всіх відомих кислот, так і сильних окислювачів та розчинників.

Фторопласти володіють високими діелектричними характеристиками в широкому інтервалі частот, малою пористістю, феноменальною інертністю. Фторопласти відносяться до кристалічних полімерів. Але конкретної температури кристалізації не мають, існує лише інтервал кристалізації, зокрема для Ф4 цей інтервал знаходиться в діапазоні 350÷260ºС. Міцнісні характеристики фторопластів досить високі, зокрема міцність на розрив сягає 30 МПа, відносне видовження на розрив становить 250 %. Фторопластові полімери виготовлялися на ВО «Хлорвініл», на даний час виготовляються нафтопереробними заводами у вигляді порошку з розміром часток 50-500 мкм, а в емульсії – 0,25 мкм.

Є можливим застосування наповнених матеріалів на основі фторопласту Ф4, які містять графіт, кокс, двосірковий молібден, металеві порошки, скловолокно та інші наповнювачі, що забезпечує підвищення тих чи інших фізико-механічних характеристик таких як твердість, зносостійкість, зниження деформації під навантаженням, зниження коефіцієнта термічного розширення, підвищення модуля пружності, міцності на стиск та інше. Фізико-механічні властивості чистого Ф4 наведено в таблиці.

Фізико-механічні властивості фторопласта марки Ф4

№ п/п	Показники	Ф4
1	Густина, кг/м^3	2120-2200
2	Руйнівне напруження при розтягу, *МПа*	14,7-34,5
3	Відносне видовження при розриві, *%*	250-500
4	Модуль пружності за стиску, *МПа*	686,5
5	Модуль пружності за розтягу, *МПа*	410
6	Твердість (за Бринелем), *МПа*	29,4-39,2
7	Коефіцієнт теплопровідності, *Вт/(м×К)*	0,25
8	Питома теплоємність, *кДж/(кг×К)*	1,04
9	Теплостійкість (за Віка')	110
10	Водопоглинення (за добу), *%*	0,00

За вищої температури ніж температура розкладання (415 ºС) Ф4 не переходить у в'язкотекучий стан, за температури розплавлення біля 370ºС в'язкість становить ~ 10^{11} Па·с.

Застосування композиційних матеріалів в якості покриття вимагає проведення експериментальних і теоретичних досліджень з метою визначення їх фізико-маханічних властивостей, оцінки роботоздатності, міцності, зносостійкості.

Композиційні матеріали (КМ), зокрема на основі Ф4, це складні гетерогенні структури, утворені комбінацією армуючих елементів та ізотропного середовища. Матриця забезпечує монолітність КМ, фіксує форму і взаємне розміщення армуючих елементів. Матеріал матриці визначає метод створення покриття, рівень робочих температур композиту, характер зміни властивостей за впливу різних чинників. Наповнювачі в загальному випадку спричинюють зміну ефективних пружних та деформівно-міцнісних характеристик отриманого матеріалу. Метою таких модифікацій є отримання певних фізико-механічних властивостей покриття для даних умов експлуатації. Найбільш важливими параметрами, які контролюються є деформівно-міцнісні, до складу яких входять: модуль пружності, гранична деформація руйнування на розтяг, межа текучості, зношуваність на час та на шлях.

Методи дослідження КМ є дуже різноманітними, вони суттєво відрізняються від підходів класичної механіки, де тіло (зразок) вважається однорідним. Для високоенергетичних матеріалів, якими є композити на полімерній основі у фізичних моделях використовується структурно-механічний, мезоскопічний, мікроструктурний та інші підходи. Мають важливе значення розміри включень (наповнювачів), оскільки вони суттєво впливають на механічні властивості покриття: більші роблять матеріал більш податливим, менші – жорсткішим. З якісної точки зору це пояснюється тим, що включення можуть ставати концентраторами напружень. Але в роботі [3] на основі проведеної оцінки форм і розміщень включень наголошується, що зміну міцнісних характеристик КМ викликають включення, які орієнтуються в певному напрямку, розорієнтовані (розміщені хаотично) включення характеризують анізотропію міцнісних характеристик.

Одним з основних параметрів, що визначає деформівно-міцнісні характеристики КМ та можливість застосування в якості покриття елементів бурильної колони і її стінок є рівень адгезії. Адгезія зумовлюється тими самими причинами, що й адсорбція. Кількісною характеристикою адгезії є робота, необхідна для роз'єднання тіл і залежить від того, яким чином цей процес буде відбуватися: шляхом зсуву вздовж поверхні поділу чи відривом у напрямку, який є перпендикулярним до поверхні. Адгезія інколи є більшою, ніж когезія, що характеризує сили зчеплення часток всередині тіла. У цьому випадку розрив відбувається когезійно – всередині найменш міцного з дотичних тіл.

Явище адгезії супроводжує процес зварювання, паяння, лудження, склеювання, нанесення полімерних покриттів на металеві поверхні для запобігання корозії. Визначення ступеню адгезії діляться на три групи і в кожній з них суть стосується одного і того ж об'єкту – гетерогенного тіла, що містить дві різнорідні в конденсованому стані фази, які між собою контактують. Ці тіла пов'язані між собою на межі поділу міжмолекулярними силами. Для першої групи визначення ступеню адгезії стосується виникнення такого зв'язку, тобто переходу системи в новий стан – зв'язаний. Для другої групи – наявність зв'язку як такого – міра результату. Для третьої групи – стан (є зв'язок, немає зв'язку) чи процес зігноровано. Так чи інакше, але одним з важливих об'єктів дослідження залишається міжфазна межа контактуючих несумісних фаз. Для опису такого об'єкту доцільним є термодинамічний підхід чи молекулярна теорія взаємодії між макроскопічними тілами, описані в монографіях [4], інші теорії доцільно розглядати в якості відхилень від ідеальної адгезії. Міцність адгезійного з'єднання визначає основні механічні властивості ПКМ, якими є фізичні аспекти процесів розвитку і росту тріщин, розподілу напружень і їх релаксації та руйнування, наявність внутрішніх напружень і таке інше.

Для моделювання фізичних процесів у тілах з композиційних матеріалів доцільним є застосування комплексного методу граничних елементів [5] для розв'язування задач теорії

потенціалу, ускладнених наявністю в однорідних тілах системи неоднорідних включень, якими в ПКМ є наповнювачі, наприклад порошок міді, графіту та інші. Розглядається змішана крайова задача для основного рівняння стаціонарного поля в однозв'язній області за умови, що характеристики системи (середовища) є неперервною функцією, сталою скрізь у цій області, за винятком скінченої сукупності під областей, де існує залежність від координат.

Отже, характеристики середовища $\Lambda(z)$ стосовно певного фізичного процесу, модельованого потенціалом безвихрового векторного поля є неперервною функцією декартових координат $z=(x,y)$, сталою скрізь у плоскій однозв'язній області Ω з простим замкнутим краєм $\Gamma=\Gamma_1\cup\Gamma_2$, за винятком скінченої сукупності локальних неоднорідних включень $\Omega_k\subset\Omega\ \left(\Omega_k\bigcap\limits_{k\neq l}\Omega_l=\varnothing,\ \partial\Omega_k\bigcap\Gamma=\varnothing,\quad k,l=\overline{1,K}\right)$.

Змішана крайова задача для основного рівняння стаціонарного поля в локальнонеоднорідному середовищі записується:

$$div\left(\Lambda(z)grad\theta(z)\right)=0,\quad z\in\Omega, \tag{1}$$

$$\theta(z)=p(z),\ z\in\Gamma_1,\ \Lambda(z)\frac{\partial\theta(z)}{\partial\vec{n}}=-q(z),\ z\in\Gamma_2, \tag{2}$$

де

$$\Lambda(z)=1+\sum_{k=1}^{K}a_k\lambda_k(z)\chi_k(z)\quad(z\in\Omega), \tag{3}$$

$\lambda_k(z)$ – якісна характеристика середовища в $\Omega_k\left(k=\overline{1,K}\right)$, для якої $\lambda_k(z)\geq 0$, $\max\lambda_k(z)=1$;

$\lambda_k(z)|_{z\in\partial\Omega_k}=0$; $\chi_k(z)$ – характеристична функція області Ω_k; $a_k=const_k>-1$.

З врахуванням (3), крайова задача за [5] матиме вигляд:

$$\nabla^2\theta=-\sum_{k=1}^{K}a_kB_k[\theta]\chi_k\ \text{ в }\Omega, \tag{4}$$

$$\theta=p\ \text{ на }\Gamma_1;\qquad\frac{\partial\theta}{\partial\vec{n}}=-q\ \text{ на }\Gamma_2, \tag{5}$$

де $B[\bullet]=\dfrac{\nabla\lambda_k\nabla[\bullet]}{1+a_k\lambda_k}$; ∇ – оператор Гамільтона.

За умови, що апроксимація $\hat{\theta}$ функції розв'язку θ задачі (4) і (5) в області кожної з локальних неоднорідностей Ω_k є відомою, за виведенням в [5], розв'язок ϑ отриманої крайової задачі трактуватиметься:

$$\nabla^2\vartheta=-\sum_{k=1}^{K}a_kB_k\left[\hat{\theta}\right]\chi_k\quad\text{в}\quad\Omega; \tag{6}$$

$$\vartheta=p\ \text{ на }\Gamma_1;\qquad\frac{\partial\vartheta}{\partial\vec{n}}=-q\ \text{ на }\Gamma_2 \tag{7}$$

як аналог розв'язку вихідної задачі.

Далі розв'язок задачі (6) і (7) згідно [5] зображується у вигляді:

$$\vartheta(z)=u(z)+\sum_{k=1}^{K}P_k\left[z,\hat{\theta}\right], \tag{8}$$

де

$$P_k[z,\bullet]=\frac{a_k}{2\pi}\int\limits_{\Omega_k}\ln\frac{1}{|z-\zeta|}B_k[\bullet]d\Omega_k(\zeta); \tag{9}$$

$u(z)$ – розв'язок задачі для рівняння Лапласа з видозміненими крайовими умовами:

$$\nabla^2u=0\quad\text{в}\quad\Omega; \tag{10}$$

$$u = p - \sum_k P_k\left[z,\hat{\theta}\right] \quad \text{на} \quad \Gamma_1, \qquad \frac{\partial u}{\partial \vec{n}} = -q - \sum_k Q_k\left[z,\hat{\theta}\right] \quad \text{на} \quad \Gamma_2 \tag{11}$$

де $Q_k[z,\bullet] = \frac{\partial}{\partial \vec{n}} P_k[z,\bullet]$.

Шуканий розв'язок задачі (10), (11) інтегрується як $u = \operatorname{Re} w$ згідно [5], де $w = w(z) = u(z) + iv(z)$ - аналітична в $\Omega \cup \Gamma$ функція комплексної змінної $z = x + iy$, причому потенціал u та функція потоку v є гармонійними в $\Omega \cup \Gamma$.

Беручи до уваги, що $\frac{\partial u}{\partial \vec{n}} = \frac{\partial v}{\partial \vec{s}}$, де $\vec{s}$ – одиничний додатноорієнтований (проти стрілки годинника) вектор, дотичний до Γ, переходимо до розв'язування такої крайової задачі:

$$\nabla^2 u(z) = 0 \quad \text{в} \ \Omega, \tag{12}$$

$$u(z) = p(z) - \sum_k P_k\left[z,\hat{\theta}\right] \ \text{на} \ \Gamma_1; \tag{13}$$

$$\frac{\partial v(z)}{\partial \vec{s}(z)} = -q(z) - \sum_k Q_k\left[z,\hat{\theta}\right] \ \text{на} \ \Gamma_2. \tag{14}$$

Для довільної точки z заданої однозв'язної області Ω з простим замкнутим додатноорієнтованим краєм Γ справедлива інтегральна формула Коші:

$$w(z) = \frac{1}{2\pi i} \cdot \int_\Gamma \frac{w(\zeta)}{\zeta - z} d\zeta, \tag{15}$$

на основі якої є справедливою дискретизація Γ послідовністю N граничних елементів Γ_n (для яких $\bigcup_{n=1}^{l} \Gamma_n$ апроксимує Γ_1, а $\bigcup_{n=l+1}^{N} \Gamma_n - \Gamma_2$), при моделюванні кожного з елементів за допомогою вектора $\vec{\varphi}$ базових інтерполюючих функцій, пов'язаних з локальною нормалізованою координатою η. Уздовж кожного з елементів апроксимується w інтерполяційним поліномом [5]:

$$w(\eta) = \vec{\varphi}^T(\eta) \cdot \vec{w}_n, \tag{16}$$

де $\vec{w}_n$ – вектор невідомих вузлових значень w.

Кожна з областей Ω_k дискретизується системою ермітових чотирикутних елементів $\Omega_{km}\left(m = \overline{1, M_k}\right)$ і $\hat{\theta}$ представляється пробною функцією [5]:

$$\hat{\theta}(\xi_1, \xi_2) = \vec{\psi}^T(\xi_{1,}\xi_2) \cdot \vec{\theta}_{km}, \tag{17}$$

де $\vec{\theta}_{km}$ – вектор невідомих вузлових значень функції $\hat{\theta}$, значень її перших та змішаних похідних на елементі Ω_{km}; $\vec{\psi}$ – вектор базових функцій у локальній системі координат $\xi = (\xi_1 \xi_2)$.

З урахуванням (16) дискретний аналог (15) набуває вигляду:

$$\hat{w}(z) = \frac{1}{2\pi i} \sum_{n=1}^{N} \frac{\vec{\varphi}^T \zeta'(\eta)}{\zeta(\eta)} d\eta \cdot \vec{w}_n. \tag{18}$$

Враховуючи (17), P_k (як і Q_k) записується:

$$P_k\left[z,\hat{\theta}\right] = P_k^T\left[z,\vec{\psi}(\xi_1\xi_2)\right]\vec{\theta}_{km},$$

де

$$P_k = \frac{a_k}{2\pi} \iint_{\Omega_{km}(\xi)} \ln \frac{1}{|z - \zeta(\xi)|} B_k[\vec{\psi}] \left| \frac{\partial \zeta_1^m}{\partial \xi_1} \frac{\partial \zeta_2^m}{\partial \xi_2} - \frac{\partial \zeta_2^m}{\partial \xi_1} \frac{\partial \zeta_1^m}{\partial \xi_2} \right| d\xi_1 d\xi_2.$$

Система рівнянь для визначення вузлових значень будується за методом зважених нев'язок, що вводяться як для крайових умов, так і для областей локальних включень у матричній формі, за умови використання непрямого формулювання методу граничних елементів, буде мати вигляд:

$$\begin{pmatrix} V_u^1 & V_u^2 & V_v^1 & V_v^2 & G_1 & \dots & G_K \\ U_u^1 & U_u^2 & U_v^1 & U_v^2 & T_1 & \dots & T_K \\ \tilde{U}_{u1}^1 & \tilde{U}_{u1}^2 & \tilde{U}_{v1}^1 & \tilde{U}_{v1}^2 & \tilde{T}_{11} & \dots & \tilde{T}_{1K} \\ \vdots & \vdots & \vdots & \vdots & \vdots & \ddots & \vdots \\ \tilde{U}_{uK}^1 & \tilde{U}_{uK}^2 & \tilde{U}_{vK}^1 & \tilde{U}_{vK}^2 & \tilde{T}_{K1} & \dots & \tilde{T}_{KK} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \hat{p} \\ \hat{u} \\ \hat{q} \\ \hat{\theta}_1 \\ \vdots \\ \hat{\theta}_K \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \hat{v} \\ \hat{u} \\ 0 \\ \vdots \\ 0 \end{pmatrix}, \tag{19}$$

де $\hat{u}$, $\hat{\theta}_1, \dots \hat{\theta}_K, \hat{v}$ – вектори невідомих вузлових значень, відповідно, потенціалу на дискретному аналізі Γ_2, дискретних аналогах областей $\Omega_1, \dots, \Omega_K$, а також невідомі вузлові значення функцій потоку на дискретному аналізі Γ_1 краю області Ω.

Блоки V_j^i $(j = u, v)$, G_k $(k = \overline{1, K})$ – суми внесків, відповідно, дискретного аналога потенціалу і потоку на Γ_i $(i = 1,2)$, а також в Ω_k для уявної частини $\hat{w}$ на Γ_1. Блоки U_j^i $(j = u, v)$, T_k $(k = \overline{1, K})$ – суми внесків, відповідно, аналога потенціалу і потоку на Γ_i $(i = 1,2)$, а також в Ω_k для дійсної частини $\hat{w}$ на Γ_2. Блоки $\tilde{U}_{jl}^i$ $(j = u, v)$, $\tilde{T}_{lk}$ $(k, l = \overline{1, K})$ – суми внесків, відповідно, дискретного аналога потенціалу і потоку на Γ_i $(i = 1,2)$, а також в Ω_k для дійсної частини $\hat{w}$ на Ω_k.

У довільній точці z дискретного аналога області Ω значення потенціалу та функції потоку знаходяться з допомогою формули (18), користуючись розв'язком (19).

Дослідження кінетичної теорії високоеластичності полімерів, що застосовуються для вирішення вищезгаданих проблем свідчать, що під час деформації вони проявляють пружність, природа якої є подібною до пружності газів. Як і стиск газу, так і розтяг ПКМ супроводжується опором розтягу зразка. «Модуль пружності» газу і рівноважний модуль еластичності зростають пропорційно до температури (з підвищенням температури зростає інтенсивність теплового руху і зростає опір деформації).

Але у газів міжмолекулярна взаємодія є незначною, а у ПКМ – значною. Під час деформації газів змінюється об'єм (зменшується віддаль між молекулами), а під час деформації ПКМ об'єм не змінюється. Під час деформації ПКМ змінюється ступінь закрученості макромолекул, що переводить їх із більш ймовірного стану у менш ймовірний стан. Після припинення дії навантаження полімерні ланцюги з плином часу самовільно під дією теплового руху повертаються у початковий стан.

Розвиток кінетичної теорії високоеластичності дало можливість кількісно зв'язати рівноважні пружні властивості ідеальних сіток з їх структурними параметрами. В теорії ідеальна полімерна сітка розглядається як просторова структура, утворена полімерними ланцюгами, які з'єднуються між собою вузлами.

Напруження розраховане на вихідний переріз зразка, розраховується співвідношенням:

$$\sigma = \frac{\rho RT}{M_c}\left[D - D^{-2}\right] \tag{20}$$

де ρ – густина зразка, кг/м^3; M_c – молекулярна маса, кг; R – газова стала, $R = 8{,}31$ (Дж/моль · К); T – термодинамічна температура, K; D – відносне видовження зразка $D = \frac{l}{l_0}$.

Теоретично доведено [4], що високоеластична деформація характеризується не лише кінетикою, а має й енергетичний характер, що характеризує подолання потенціальних бар'єрів внутрішнього обертання. Ця залежність описується емпіричним рівнянням Муні-Рівліна:

$$\sigma = \left(\frac{RT\rho}{M_e} + AD^{-1} \right)\left(D - D^{-2} \right) \tag{21}$$

де A – константа для даного полімеру, Дж/моль·м^3.

Отже, кінетична теорія базується на чотирьох умовах:

1) тенденція макромолекул до викривлення;
2) висока гнучкість макромолекул;
3) ступінь зшиву;
4) подолання потенціальних бар'єрів обертання.

У високоеластичному стані для ПКМ є характерним поєднання властивостей усіх трьох агрегатних станів речовини: за механічними властивостями – це тверді тіла, за внутрішньою структурою – це рідини, за природою пружних сил під час деформації – гази.

Процес високоеластичної деформації ПКМ з точки зору термодинаміки пояснюється на прикладі видовження зразка з початкової довжини l_0 до довжини видовження $l_0 + dl$, що відбулося під дією сили f, але оскільки ПКМ практично не змінюють свого об'єму в процесі деформації, то робота, виконана при цьому буде:

$$dA = -fdl\,. \tag{22}$$

За першим законом термодинаміки для ізольованих систем різниця між теплотою, отриманою системою і виконаною нею ж роботою, залежить лише від початкового і кінцевого стану системи:

$$dU = dQ - dA\,, \tag{23}$$

де Q – кількість теплоти, Дж; U – внутрішня енергія, *Дж*; A – робота, Дж.

Внутрішня енергія включає в себе теплоту, підведену до системи і роботу, виконану над системою, тому з врахуванням (22), рівність (23) записується:

$$dU = dQ + fdl\,. \tag{24}$$

Разом з тим, за законом термодинаміки Больцмана, довільний самостійний процес супроводжується зростанням ентропії:

$$dQ = TdS\,. \tag{25}$$

Врахувавши (25) в (24), отримується рівність:

$$dU = fdl + TdS\,. \tag{26}$$

За другим законом термодинаміки внутрішня енергія системи складається з вільної dF та зв'язаної TdS:

$$dU = dF + TdS\,, \tag{27}$$

з врахуванням цього вираз для зміни вільної енергії системи запишеться:

$$dF = fdl\,. \tag{28}$$

За сталих об'єму і температури вираз

$$f = \left(\frac{dF}{dl} \right)_{T,V}, \tag{29}$$

розкриває фізичний зміст сили деформації, а саме – вона дорівнює зміні вільної енергії системи, що припадає на одиницю видовження. Отже, з виразу для зміни вільної енергії можна отримати вираз, що характеризує зміну термодинамічних параметрів ПКМ під час деформації:

$$f = \left(\frac{dU}{dl} \right)_{T,V} - T\left(\frac{dS}{dl} \right)_{T,V}, \tag{30}$$

або

$$f = f_U - f_S\,. \tag{30. a}$$

Таким чином сила, прикладена до тіла з ПКМ спричинює деформацію, яка супроводжується зміною внутрішньої енергії і ентропії. Просторово-зшиті ПКМ з малою частотою зшивок (рідкосітчасті) за температур, що є більшими від температури шклування (–100°С ÷ –120°С), характеризуються напруженнями, що характеризуються тільки зміною ентропії, оскільки $f_U = 0$.

Є очевидним, що за малих деформацій ідеального твердого тіла (кристалу), коли кристалічна структура не порушується, напруження виникають лише за рахунок зміни міжатомних віддалей у кристалічній ґратці, тому для ідеального кристалу $f_S = 0$ (зміна ентропії є рівною нулю).

Правильність висновків процесу деформації ПКМ, зроблених з точки зору термодинаміки, підтверджується супутніми тепловими ефектами, зокрема, якщо стальний стрижень з вантажем, що на ньому висить, нагріти, то стрижень видовжиться. Разом з тим, крім звичайного теплового розширення, проявиться послаблення взаємодії атомів у кристалічній ґратці, і пружність сталі, що утримує зразок, спаде. З ПКМ суть справи є іншою, під час їх деформації вся робота зовнішніх сил перетворюється в теплоту, а ентропія здеформованого ПКМ спадає.

Явище виділення тепла за умови розтягу ПКМ певним чином пов’язано зі скороченням здеформованого ПКМ за нагрівання. Якщо зразок миттєво розтягнути, то його температура зросте, але, якщо тримати зразок у розтягнутому стані до охолодження за кімнатної температури і після цього звільнити кінці, то це спричинить охолодження зразка. Отже, виділення теплоти є зворотнім.

Зниження ентропії за умови розтягу ПКМ пояснюється природою еластичної деформації, яка пов’язана з випрямленням зкручених макромолекул, що, в свою чергу, призводить до зменшення кількості можливих конформацій.

За рівнянням Больцмана:

$$S = \left(\frac{R}{N_A} \right) \ln W , \tag{31}$$

де R – універсальна газова стала; N_A – число Авогадро; W – термодинамічна ймовірність стану.

Термодинамічна ймовірність стану визначається числом мікростанів, які відповідають даному макростану. За рівністю (31) зі зменшенням W зменшується ентропія, тобто деформація ПКМ призводить до статистичного менш ймовірного термодинамічного стану, тобто до зменшення ентропії.

Такий підхід дає можливість, застосовуючи метод Монте-Карло, отримати розподіл ймовірних значень змінних величин від яких залежить результат який очікується, тобто за рахунок чого можна отримати, в нашому випадку, підвищення адгезії, підвищення міцнісних характеристик ПКМ, отримати картину про розподіл навантажень, які може витримувати покриття на поверхні елементів бурильної колони в процесі експлуатації в умовах будівництва похило-скерованих та горизонтальних свердловин.

Моделювання за методом Монте-Карло дає можливість бачити які саме вихідні дані мають найбільший вплив на кінцевий результат, оскільки це є важливим для подальшого аналізу результатів, та скеровування напрямку проведення подальших досліджень. Для проведення розрахунків застосовується програма @RISK в Microsoft Excel на базі операційної системи DOS.

Висновки

1. Одним з напрямків підвищення ефективності буріння похило-скерованих і горизонтальних свердловин є застосування полімерно-композиційних матеріалів (ПКМ) для покриття поверхні елементів бурильної колони.

2. Вибір типу ПКМ залежить від гірничо-геологічних властивостей породи, в якій проводиться буріння.

3. Високими антифрикційними властивостями та найменшим значенням коефіцієнта тертя володіє ПКМ на основі Ф-4.

4. Для моделювання фізичних процесів у тілах з полімерно-композиційних матеріалів доцільним є застосування комплексного методу граничних елементів, де розглядається змішана крайова задача для основного рівняння стаціонарного поля, що дає можливість розрахувати міцнісні характеристики матеріалу, та вибрати тип наповнювача ПКМ для покриття поверхні елементів бурильної колони.

5. Процес високоеластичної деформації ПКМ моделюється термодинамічним методом та статистичним методом Монте-Карло теорії ймовірності, що дає можливість оцінити правильність обраного ПКМ, і коригуючи вихідні дані, визначити оптимальні параметри наповнювача.

Рассматривается возможность повышения эффективности подачи нагрузки на долото в забое скважины при бурении наклонно-направленных и горизонтальных стволов и предотвращение прихвата бурильной колонны.

Существование сил трения между бурильной колонной и нижней стенкой ствола наклонной и горизонтальной скважины препятствует подаче максимальной осевой нагрузки на породоразрушающий инструмент. Это существенно влияет на механическую скорость бурения. Для уменьшения сил трения предлагается использование полимерно-композиционных материалов (ПКМ) для покрытия поверхности элементов бурильной колонны. Приводится методика и использование математического моделирования, за счет которых возможно получение ПКМ с определенными физико-механическими свойствами, удовлетворяющими условия эксплуатации бурильной колонны при бурении наклонных и горизонтальных скважин.

Предлагается модель комплексного метода граничных элементов со смешанной краевой задачей для основного уравнения стационарного поля и в качестве контрольной модели предлагается использовать термодинамический подход на базе статистического метода Монте-Карло. Такое сочетание даст возможность оценить физико-механические свойства металлополимерного покрытия и правильно подобрать наполнитель для ПКМ, чтобы полностью удовлетворить требования прочностных характеристик покрытия элементов бурильной колонны и ее поверхности для определенных условий эксплуатации и технологического процесса.

***Ключевые слова**: полимерно-композиционные материалы, бурильная колонна, скважина, промывочная жидкость.*

We consider the possibility of improvement of the effectiveness of minimization of axial load on the drilling bit in the conditions of drilling of the directional and horizontal wells and prevention of sidewall sticking.

As a result of friction forces between the drillstring and the low side of directional or horizontal well, minimization of axial load on the rock destruction tool is complicated and it influences the speed of mechanical drilling. The use of polymer composite materials for coating of the surface of the drillstring elements is suggested to decrease friction forces. We describe the technique and mathematical models that enable obtaining of the polymer composite materials with prescribed physical and mechanical properties that would satisfy the drillstring exploitation requirements during drilling of the directional and horizontal wells.

The model of complex method of boundary elements with mixed boundary value problem is proposed for the main level of stationary field and thermodynamical approach based on Monte-Carlo statistics method is proposed as a control model. Such a combination enables evaluation of physical and mechanical properties of metallopolymeric coating and proper selection of the filler for polymer composite materials in order to fully satisfy the requirements set forth to strength characteristics of the coating elements of the drillstring and its surface under existing conditions of exploitation and technological process.

***Key words**: polymer composite materials, drillstring, well, washing liquid*

Література

1. Чернова М. Є. Вплив низькочастотних коливань на динаміку бурильної колони. // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2013, – Вип. 16. – С.197-201.
2. Стадухин Я. В. Исследования и разработка технологии применения смазочных реагентов для бурения наклонно направленных скважин с горизонтальным окончанием. Технология бурения и освоения скважин. – Тюмень, 2006. – 114 с.
3. Кудрин А. Б. Деформации и напряжения в деталях из ПКМ. – М: Машиностроение, 1987. – 336 с.
4. Гришаева Н. Ю. Прямые и обратные задачи конструирования наполненных полимерных композиций с учетом влияния адгезии на эффективные деформационно-прочностные характеристики. – Томск, 2005. – 126 с.
5. Гудз Р., Петльований А. Комплексний метод граничних елементів при моделюванні фізичних процесів у тілах з композиційних матеріалів // Вісник Львів. ун-ту. Сер. прикл. матем. інформ. – 2003. – Вип. 7. – С. 148–155.

Надійшла 21.07.14

УДК 622.245

Я. В. Кунцяк, докт. техн. наук; **М. Є. Чернова,** канд. техн. наук; **М. Б. Бігун**

Івано-Франківський національний технічний університет нафти і газу, Україна

ДОСЛІДЖЕННЯ МЕХАНІЗМУ КОЛИВНИХ ПРОЦЕСІВ У ГЕНЕРАТОРІ ГІДРОДИНАМІЧНИХ ІМПУЛЬСІВ СПРЯМОВАНОЇ ДІЇ

Розглядається механізм утворення коливань гідродинамічних імпульсів в генераторах спрямованої дії, що можуть застосовуватися у компоновці низу бурильної колони під час буріння похило-скерованих і горизонтальних свердловин у нафтогазовій промисловості. Для вибору правильних конструктивних параметрів є необхідним розуміння фізичної суті процесу утворення гідродинамічних імпульсів у потоці рідини, який рухається у камері генератора. Це у свою чергу дає змогу правильно визначити геометричні параметри самої камери, зокрема радіус кривизни, довжину закручування потоку в камері, висоту відкритої частини сопла. Такий підхід до означеної задачі дасть можливість отримувати частоту коливань саме у тому діапазоні, в якому коливні процеси, викликані генератором гідродинамічних імпульсів забезпечать найвищий коефіцієнт корисної дії пристрою. Оскільки коливання можуть збуджуватися в низькочастотному чи у середньо частотному діапазоні, в залежності від поставленої мети, підбір параметрів генератора повинен відповідати тому напрямку застосування, для якого проведено розрахунок у поставленій задачі, адже одні і ті ж генератори гідроакустичних імпульсів, з однаковими геометричними параметрами не можуть експлуатуватися у різних геологічних умовах. Підбір параметрів генератора не може бути спонтанним без відповідних математичних розрахунків, оскільки це може призвести до небажаних наслідків та спричинити аварійну ситуацію у процесі будівництва свердловини і замість очікуваного підвищення ефективності буріння похило скерованої чи горизонтальної ділянки свердловини, сприяти негативним наслідкам. Тому у наведених таблицях подано основні характеристики конструктивних особливостей генератора гідроакустичних імпульсів, а графічні залежності дають можливість проаналізувати зміну

конструктивних характеристик та провести оптимізацію пристрою в залежності від поставленої задачі.

***Ключові слова**: генератор, гідроакустичні імпульси, свердловина, коливання.*

На сьогоднішній день існує багато пристроїв, які сприяють підвищенню ефективності буріння свердловин, оскільки забезпечення держави енергоносіями, зокрема вуглеводневими, є першочерговим завданням на сучасному етапі зростання економіки України. У своїй різноманітності ці пристрої є такими, які в своїй основі використовують енергію коливань. До них належать гідромоніторні породоруйнівні інструменти, осцилятори-турбулізатори, гідроакустичні пристрої для буріння свердловин, свердловинні гідравлічні вібратори, пристрої гідродинамічного впливу на вибійну зону свердловини, пристрої для вібраційного буріння свердловини, гідравлічні пульсатори, гідрокавітаційні генератори, вібродолота, насадки для отримання пульсації самозбурюваних коливань струмини бурового розчину, гвинтові вибійні двигуни з пульсуючим впливом на вибій свердловини під час буріння свердловини і таке інше. Отже, інтенсифікуючий вплив коливних процесів і закручених потоків на енерготепломасоперенесення є досить значним. Хоча дослідження фізичних властивостей закручених потоків представляють собою неабиякий практичний інтерес, та все ж таки фізична природа розвитку в них коливних процесів ще до кінця не встановлена, так як існує ряд невирішених питань. Головним з них є фізичний механізм генерації коливань, оскільки розуміючи його, можна, заздалегідь розрахувавши параметри генераційних пристроїв, та врахувавши геологічні умови горизонтів, керувати процесом буріння свердловини, забезпечуючи безаварійність та підвищення швидкості будівництва свердловини.

Є достатньо теоретичних та експериментальних досліджень, в яких розглядається механізм вихрового збурення коливань. Зокрема автор [1], аналізуючи рівняння руху ідеальної стискуваної рідини для тривимірного випадку методом малих збурень довів, що за певних допущень форма збурень має несиметричний характер і лінійно залежить від частоти обертання при осьового вихору. В роботі [2] описано явище випромінення коливань закрученим потоком і встановлено, що частота коливань змінюється пропорційно до об’ємного розходу робочого тіла, а при осьовий вихор в зоні вихідної ділянки сопла відхиляється від геометричної осі генератора і виконує довкола неї колові прецесійні рухи. Також було встановлено, що частота регулярної прецесії вторинного вихору співпадає з частотою основного коливання і пов’язана з кутовою швидкістю обертання квазітвердого ядра потоку. Важливим є те, що вихровий генератор, як випромінювач коливань по суті є диполем, що обертається. Таким чином, явище нестійкості закрученого потоку – прецесію та її взаємозв’язок з частотою і напрямком випромінюваних коливань – можна вважати достовірним.

Для розуміння суті фізичного процесу роботи гідроакустичних пристроїв, що застосовуються при бурінні свердловин є важливим питання де саме, в якій області зароджуються коливання і як саме вони передаються навколишньому середовищу.

На прикладі розробленого нами генератора, в основі якого є тороїдальна камера закручування потоку[3], фізична суть процесу полягає у тому, що камера закручування характеризується радіусом закручування $R_к$, довжиною камери $L_к$, звуженою вихідною ділянкою L_c та вихідним радіусом R_c куди через тангенційні канали потрапляє робоча рідина. Рух рідини в камері супроводжується утворенням складної структури, що складається з двох обертово-поступальних потоків. По периферії камери рухається так званий первинний вихор, що має в поперечному перерізі форму кільця із зовнішнім радіусом $R_к$ та внутрішнім – r_m. Центральну область займає вторинний вихор, що утворюється у наслідок залучення в рух первинним потоком рідини з навколишнього середовища. Тангенціальна складова швидкості вторинного вихору ϑ підпорядковується обертового руху твердого тіла:

$$\frac{\vartheta}{r} = const \qquad (1)$$

де r – поточний радіус вихору; поступальна ж складова на межі з первинним вихором має однаковий з ним напрям, а поблизу осі – протилежний.

У тому випадку, коли густина рідини у вторинному вихорі стає значно меншою ніж густина у первинному (наприклад витікання води в повітря), течія, як правило залишається стійкою. Затоплена ж струмина за певних умов втрачає свою стійкість: в камері закручування виникають інтенсивні періодичні пульсації швидкості і тиску, які розповсюджуються в навколишнє середовище у вигляді хвиль. Механізм цього явища полягає у тому, що коливання тиску δP зароджуються у порожнині вихрової камери генератора у наслідок періодичних пульсацій швидкості $\delta\vartheta$ в первинному потоці. Це спричинюється регулярними змінами форми поперечного перерізу первинного потоку вторинним вихором, який одночасно з обертовим рухом навколо власної вісі виконує прецесійний рух навколо осі камери закручування. Первинний вихор в якому швидкість і тиск є функціями часу і кута повороту потоку, що виходить з генератора, випромінює у навколишнє середовище коливання так само як це робило б дипольне джерело що обертається.

Розвиток прецесії вторинного вихору стає можливим лише тоді, коли розподіл в ньому обертової складової швидкості у тій чи іншій мірі відповідає закону обертання твердого тіла, тобто виконується рівняння (1). У цьому випадку кількість обертової енергії, що передається від первинного вихору до вторинного, стає настільки значною, що частина її перетворюється в енергію поперечних коливань.

Якщо з якихось причин (до прикладу мале значення $L_к$) вторинний вихор не встигає в межах камери набути обертового руху по всьому поперечному перерізу, то прецесійний рух через мале значення збурюючи сил поперечного зміщення не зможе бути зреалізованим. Отже умови, які є необхідними для виникнення і передачі коливань зводяться до наступних:

1) однакова або близька за фізичною суттю природа робочого тіла (потоку в камері) і навколишнього середовища;
2) певна мінімальна довжина камери закручування $L_к$, достатня для формування вторинного вихору, який обертатиметься за законом обертового руху твердого тіла.

В даній роботі досліджувалися хвильові характеристики генератора з відкритим виходом в межах $R_c = R_к = 7 \div 15\ мм$, та з прикритим виходом. Ступінь прикриття обчислюється співвідношенням

$$C = \frac{R_к}{R_c} = 2, \tag{2}$$

відносна довжина звуженої ділянки камери:

$$\bar{L}_c = \frac{L_c}{2R_c} = 1. \tag{3}$$

Конструкція генератора змінювалася методом математичного моделювання, описана в роботі [4]. Зміни стосувалися ступеня закручування потоку, який характеризується геометричним параметром A ($A = 2; 4; 8; 16...$) та відносної довжини камери закручування $\bar{L}_к$:

$$\bar{L}_к = \frac{L_к}{2R_к}. \tag{4}$$

Довжина камери закручування змінювалася в межах $L_к = 2 \div 5$. Величина параметру A визначалася співвідношенням:

$$A = \frac{RR_c}{nr_{вх}^2}, \tag{5}$$

де n – кількість вхідних тангенціальних каналів; r – їх радіус.

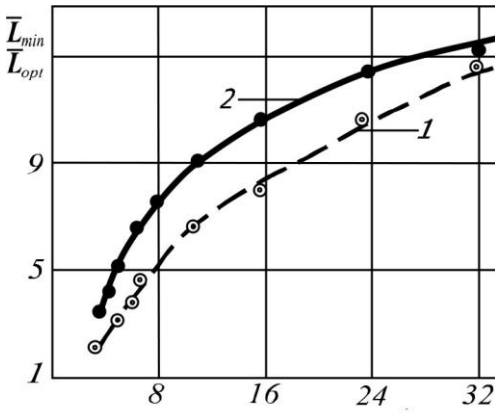


Рис. 1. Залежність мінімальної (1) та максимальної довжини камери закручування від довжини параметра А

Співрозміщення вихідного отвору вихрового генератора коливань (ВГК) і напрямку потужності випромінювання у двох взаємно перпендикулярних напрямках є осесиметричним і має дипольний характер випромінювання. Особливий інтерес представляють характеристики хвильового тиску в площині, перпендикулярній до осі випромінювача.

Встановлено, що повинна існувати деяка мінімальна довжина вихрової камери $L_{\min}$, оскільки за умови $L_к < L_{\min}$, вторинний вихор не зможе набути квазітвердого обертового руху, а, відповідно, коливання не виникнуть. Варіації ступеня закручування потоку були у достатньо широкому діапазоні. Параметр A змінювався в межах 2÷25. Величина $\bar{L}_к$ змінювалася дуже плавно від 1 до 20, за цих умов $R_c \le R_к$ до межі 9 мм.

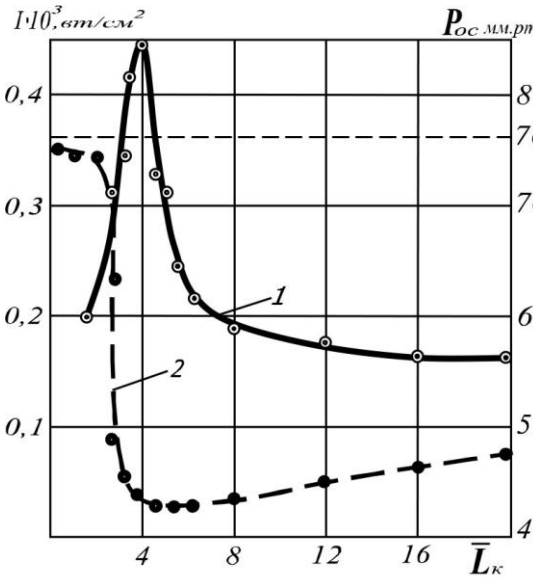


Рис. 2. Залежність інтенсивності коливань I (1) та тиску на осі камери P (2) від відносної довжини камери закручування

Як засвідчили дослідження та обчислення, проведені з допомогою програми «MathCAD» існує «мінімальна» довжина $L_{\min}$, а її величина залежить від геометричного параметра A (рис. 1). Зі збільшенням величини $L_к$ інтенсивність коливань зростає, досягаючи максимального значення за деякої довжини $L_к = L_{opt}$, після чого зменшується (рис. 2). Відносна величина

$$\bar{L}_{opt} = \frac{L_{opt}}{2R_к} \qquad (6)$$

Визначається головним чином значенням геометричного параметру A (рис.1) і практично не залежить від об'ємного розходу камери.

Екстремальний характер залежності інтенсивності випромінювання від поздовжніх розмірів вихрової камери на разі не знайшов достатньо переконливого фізичного пояснення. Хвильовий резонанс для такої конструкції є неможливим, оскільки величина $\bar{L}_{opt}$ не залежить ні від швидкості потоку ні від швидкості поширення коливань в твердому тілі. Максимум випромінювання залежить від особливостей гідродинамічної взаємодії вихорів, інтенсивність випромінювання залежить від довжини камери і ступеню закручування первинного вихору. Це підтверджується однозначним взаємозв'язком ступеня розрідженості в при осьовій області генератора з інтенсивністю випромінювання. Як видно з рис. 2 в межах оптимальної генерації коливань спостерігається мінімум тиску на осі камери, який в першу чергу залежить від інтенсивності взаємодії вихорів.

З підвищенням ступені закручування зростають відносні величини тангенціальних складових швидкості і поперечного розміру вторинного вихору. Тому для набуття квазітвердого обертового руху йому є необхідною більша довжина камери закручування.

Ймовірно цим пояснюється неперервний ріст величин $\overline{L}_{\min}$ та $\overline{L}_{opt}$ зі збільшенням геометричного параметру A (рис. 2).

В табл. 1 та 2, наведено хвильові характеристики генератора з тороїдальною формою камери. Потужність хвильового випромінювання $W_{хв}$, частота випромінювання f, хвильовий коефіцієнт корисної дії $\eta_{хв}$, який визначався співвідношенням хвильової потужності і потужності адіабатичного стиску потоку в камері.

Таблиця 1. **Вплив відносної довжини камери закручування на характеристики ВГК з відкритим соплом**

$\overline{L}_к$	A = 4			A = 6			A = 10		
	W вт	f гц	η %	W вт	f гц	η %	W вт	f гц	η %
4	70,2	4180	3,21	38,9	4100	4,35	–	–	–
8	62,35	4240	3	36,76	3960	4,11	19	3670	3,35
12	45,13	4200	2,31	34,48	3820	3,86	8,3	3500	1,65
16	43,68	4160	2,24	26,34	3710	2,95	4,1	3320	0,9

Таблиця 2. **Характеристики ВГК зі звуженим вихідним каналом**

$\Delta P\times$ $\times 10^{-5}$ Н/м^2	A = 4; L = 2,4				A =6; L=3,25				A = 10; L = 4,7			
	Q л/с	W *вт*	f гц	η %	Q *л/с*	W вт	f гц	η %	Q л/с	W вт	f гц	η %
0,242	10	0,69	5100	0,79	10	0,28	4650	0,47	10	0,033	2030	0,4
0,49	14	5,02	6380	1,92	14	2,48	5050	1,42	14	0,415	3550	0,75
0,735	24	3,74	8300	0,84	24	4,43	6300	1,36	24	2	4580	1,02
0,98	36	4,34	9200	0,51	36	4,95	7250	1,035	36	5,32	5430	2,37

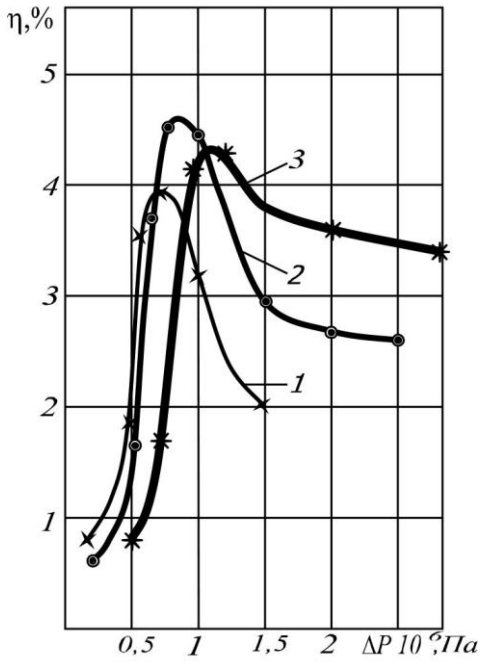


Рис. 3. Залежність коливального к.к.д. генератора від перепаду тиску за різних режимів роботи

З табл. 1 видно, що збільшення довжини камери закручування в двічі у порівнянні з оптимальною спричинює зниження сумарної хвильової потужності $W_{хв}$ в 1,5÷4 рази в залежності від параметра A. Зі збільшенням $\overline{L}_к$ монотонно спадає частота коливань у наслідок збільшення втрат швидкості. До того ж швидкість зниження частоти є тим більшою, чим вищою стає степінь закручування потоку. Це пояснюється тим, що зі збільшення ступеня закручування потоку зростає шлях, на якому потік взаємодіє зі стінками камери, а отже, зростають втрати на тертя.

Хвильова потужність зростає пропорційно до об'ємного розходу рідини G, що проходить через генератор. Швидкість зростання потужності суттєво спадає за умови переходу перепаду тиску на ВГК ΔP через деяке надкритичне значення. З цієї ж причини хвильовий к.к.д. ($\eta_{хв}$) характеризується чітко вираженим максимумом саме в області критичного перепаду тиску (рис. 3).

У відповідності до моделі хвилеутворення частота випромінювання з підвищення ступеню закручування і об'ємних витрат рідини неперервно зростає через збільшення швидкості обертання первинного та прецесії вторинного вихорів. Відома з теорії лінійна залежність частоти від об'ємних витрат справедлива лише для

суттєво докритичних значень числа Маха (M) і нестискуваних рідин. Для інших випадків ця залежність стає нелінійною.

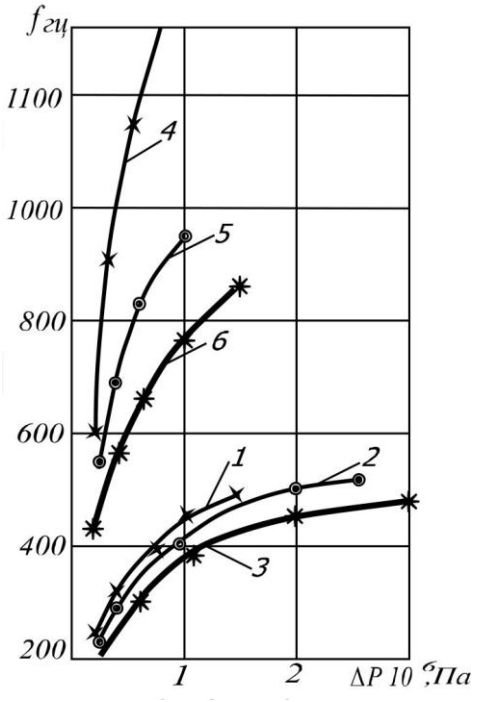


Рис. 4. Залежність частоти коливань від режиму роботи генератора

Генератори з суттєво звуженими вихідними каналами дають можливість підвищувати частоту випромінюваних коливань до 15 кГц і більше (рис. 4), але при цьому значно спадає хвильова потужність і к.к.д ВГК (табл. 2). Підвищення частоти пояснюється тим, що за умови звуження вихідного каналу камери значно зростає тангенціальна складова швидкості в потенціальному первинному вихорі, а це у свою чергу збільшує швидкість прецесії вторинного вихору. У той же час підвищений рівень швидкості поряд зі збільшеним розміром пристінкового шару ($\delta = \frac{l}{\sqrt{\mathrm{Re}}}$ – під час переходу в пристінковому шарі ламінарного режиму течії у турбулентний – різко зростає опір рухові) спричинює ріст втрат на тертя об стінки камери, через що спадає $\eta_{хв}$. Абсолютне ж значення $W_{хв}$, за умови звуження вихідного отвору камери, зменшується в основному через зменшення об'ємних витрат рідини, що проходить через генератор. Дослідження та розрахунки генераторів з прикритим виходом камери ($C = 2$) свідчить, що зміна відносних довжин камери закручування і вихідного отвору в межах 1÷3 не суттєвого впливає на величину $W_{хв}$, а частота коливань неперервно спадає з ростом $L_к$ і $\bar{L}_c$.

Висновки

1. Під час проектування генератора гідродинамічних коливань спрямованої дії для досягнення максимальної потужності рекомендується збільшення його розмірів і пропускної здатності до найбільш оптимальних ($R_c = R_к$) та підбір оптимальної довжини камери закручування $\bar{L}_к = \bar{L}_{opt}$;

2. Для отримання найкращого економічного ефекту слід проводити підбір частоти з врахуванням числа Маха (M) для даної рідини;

3. Для отримання максимально високих частот слід зменшити розмір вихідного отвору камери;

4. Оптимальний варіант форми камери для буріння похило-скерованих і горизонтальних свердловин у довільних геологічних умовах є тороїдальний, розроблений нами і захищений патентом України № 63187.

Рассматривается механизм образования колебаний гидродинамических импульсов в генераторах направленного действия, которые могут применяться в компоновке низа бурильной колонны при бурении наклонных и горизонтальных скважин в нефтяной промышленности. Для подбора соответственных конструктивных параметров необходимо понимание физической сути самого процесса образования гидродинамических импульсов в потоке, движущемся в камере генератора. Это в свою очередь обеспечивает возможность достаточного точного определения геометрических параметров самой камеры, таких как радиус кривизны, длину закручивания потока в камере, высоту открытой части сопла. Такой подход к вышеупомянутой задаче даст возможность получить частоту колебаний именно в том диапазоне, в котором колебательные процессы, вызванные генератором

гидроакустических импульсов, обеспечат наивысший коэффициент полезного действия конструкции. Ввиду того, что возбуждаемые колебания могут находиться в низкочастотном и среднечастотном диапазоне, в зависимости от обеспечиваемой цели, подбор параметров генератора должен соответствовать поставленной задаче, так как одни и те же генераторы акустических импульсов, с одинаковыми геометрическими параметрами не могут быть использованы в различных геологических условиях. Выбор параметров генератора не может быть спонтанным без соответственных математических расчетов, поскольку это может вызвать нежелательные последствия, повлечь за собой возникновение аварийной ситуации при бурении скважины, и, вместо ожидаемого положительного эффекта в бурении наклонной или горизонтальной части скважины спровоцировать нежелательные последствия. Поэтому, в таблицах приведены основные характеристики конструктивных особенностей генератора гидроакустических импульсов, а графические зависимости позволяют проанализировать изменение конструктивных характеристик и оптимизировать приспособление в зависимости от поставленной задачи.

***Ключевые слова**: генератор, гидроакустические импульсы, скважина, колебания.*

We consider the mechanism of formation of oscillations of hydrodynamic impulses in directional generators that may be used in the bottom-hole assembly during drilling of directional and horizontal wells in petroleum industry. It is necessary to understand the physical essence of the process of formation of hydrodynamic impulses in the liquid flow moving in generator's compartment for further choice of correct constructive parameters. This, in turn, enables the correct determination of geometrical parameters of compartment itself, in particular, the radius of the curvature, length of flow swirl in the compartment, level of the exposed part of the nozzle.

Such an approach to the set forth task will enable obtaining of frequency of oscillations generator of the particular range caused by hydrodynamic impulse which will ensure the highest efficiency coefficient of the device. Since the oscillations can be induced in low or medium frequency range depending on the set forth task, the selection of generator's parameters should comply with the particular application for which calculation was done as the same hydroacoustic generators cannot be exploited in different geological environments.

The selection of generator's parameters cannot be spontaneous and without mathematical calculations as it can lead to unwanted consequences and cause emergency situation in the process of well construction and instead of the expected increase of efficiency of drilling of directional or horizontal part of the well cause negative consequences. Therefore, in the tables we presented the main characteristics of the constructive peculiarities of hydroacoustic impulse generator, and graphic dependencies that enable analysis of changes of the constructive characteristics and carry out optimization of the device depending on the set forth task.

***Key words**: generator, hydroacoustic impulses, well, oscillations*

Література

Викторов И. А. Физические основы применения волн Релея и Лэмба в технике. – М.: Наука, 1999. – 198 с.

B. Vonnegut. A vortex whistle // J. Acoust. Soc. America. – 1987. – 26. – N 1. – P. 18–22.

Пат України № 63187 E21B 28/00 Генератор гідроакустичних імпульсів // Б. О. Чернов , М. Є. Чернова, І. М. Ільків, М. М. Западнюк. – Опубл.26.09. 11, Бюл. № 18.

Абрамович Г. Н. Прикладная жидкостная динамика. – М.: ОГИЗ, 1979.

Надійшла 22.07.14

УДК 622.276.6

Р. А. Исаев[1], О.Э.Багиров[1], кандидаты технических наук; **Е.Р.Яраданкулиев[1], И. А. Касымов[1]; П. М. Гулизаде[2],** канд. техн. наук

[1]ООО «SOCAR-AQS», г. Баку, Азербайджан
[2]Азербайджанская государственная нефтяная академия, г. Баку

ПОВЫШЕНИЕ ЭФФЕКТИВНОСТИ РАЗРАБОТКИ МЕСТОРОЖДЕНИЙ С ПОМОЩЬЮ БУРЕНИЯ ГОРИЗОНТАЛЬНОЙ СКВАЖИНЫ

В качестве примера реабилитации и рациональной разработки старых месторождений рассмотрена реализация проекта по бурению горизонтальной скважины на месторождение «Гюнешли». Показано, что усовершенствование эффективности буровых операций за счет внедрения новых технологий в бурении в течение последних лет помогло увеличить среднюю коммерческую скорость бурения примерно в четыре раза и сократить время организационного простоя до 3%.

***Ключевые слова**: горизонтальная скважина, буровое оборудование, бурильная колона*

Анализ состояния мировой добычи нефти и газа показал, что эра добычи легкой нефти заканчивается и начинается эра трудно извлекаемой нефти. Для реабилитации и рациональной разработки старых месторождений составляются комплексные программы мероприятий и проекты разработки. Одним из таких проектов было принятия решения по бурению горизонтальной скважины на месторождение «Гюнешли» (рис 1, 2).

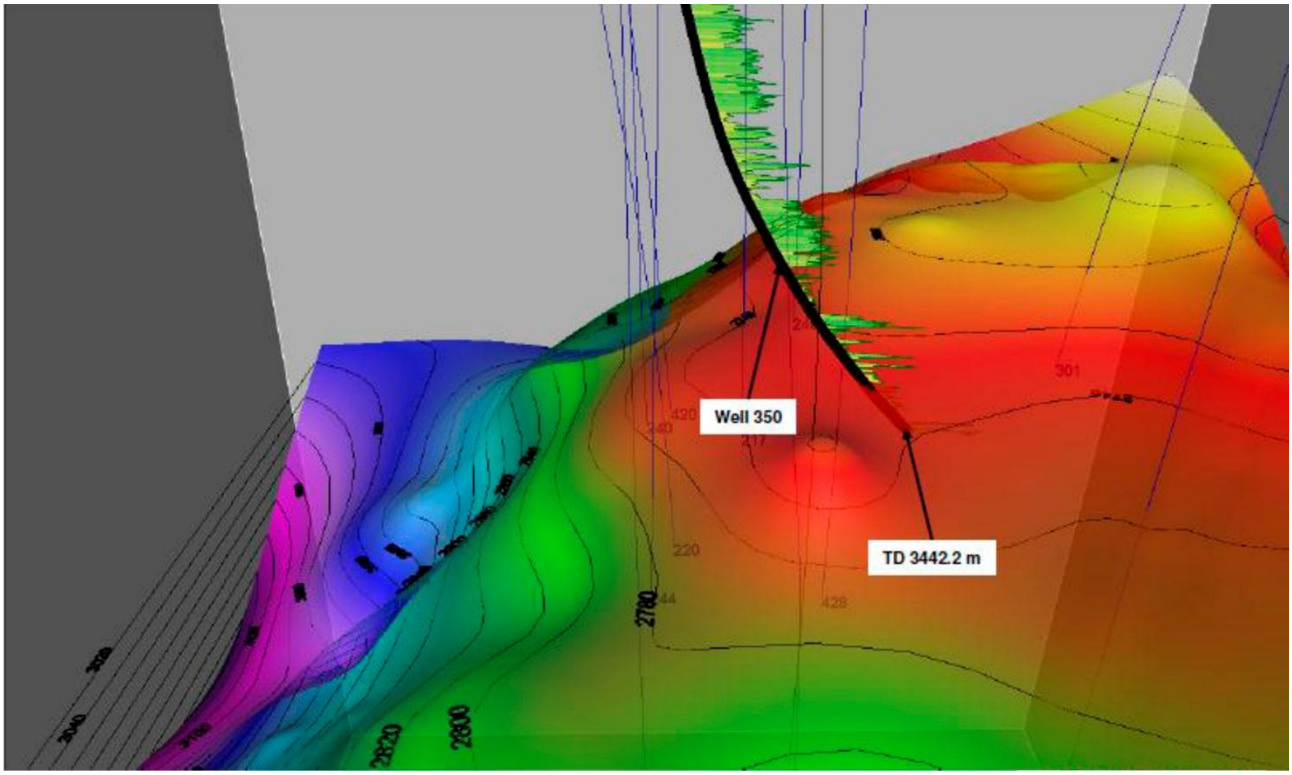


Рис. 1. 3D view of Peretiv C top

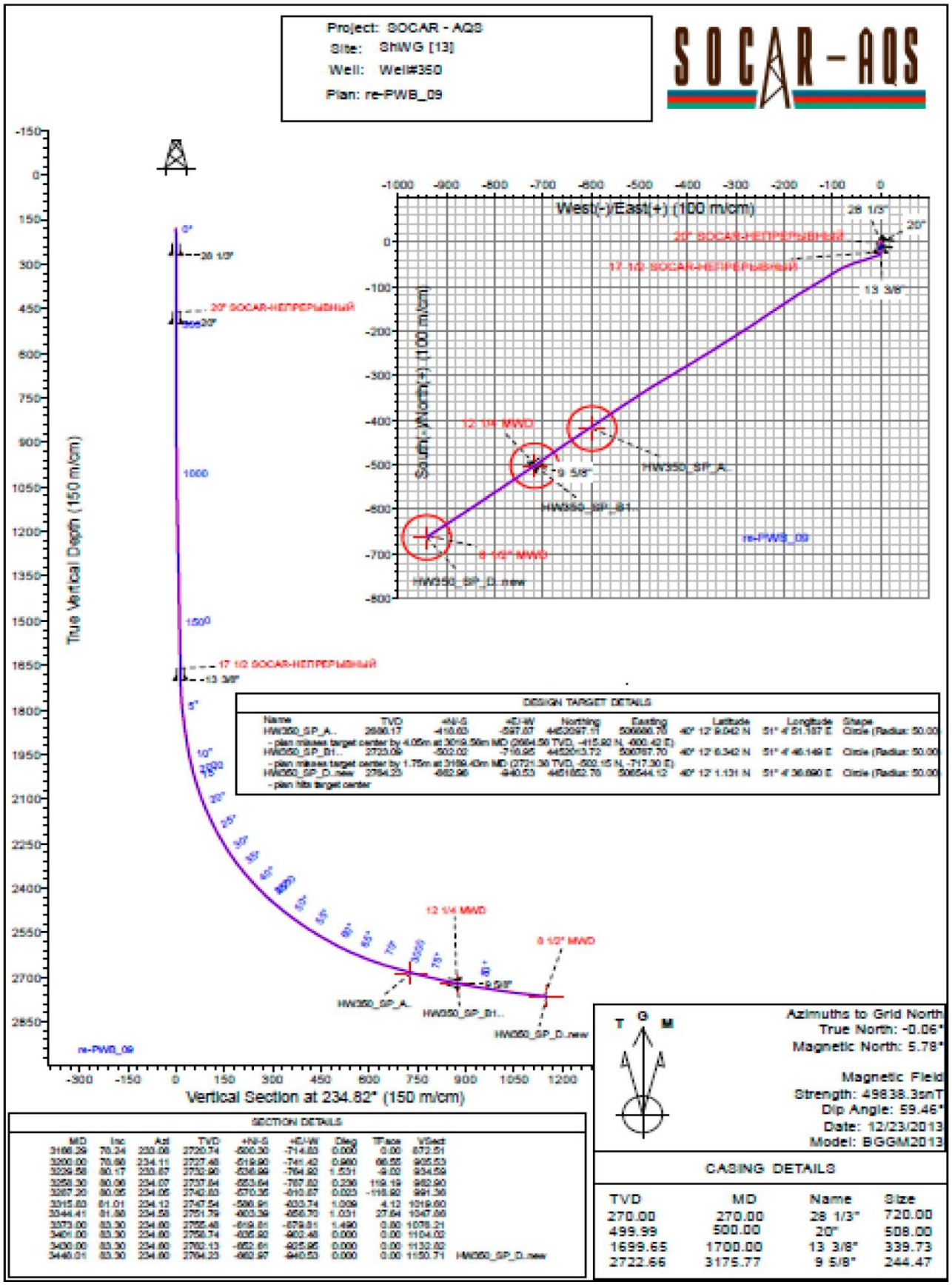


Рис. 2. Проект ООО «SOCAR-AQS» по бурению горизонтальной скважины на месторождение «Гюнешли»

В результате проведенного технико-экономического обоснования для бурения данной скважины были проведены модернизация бурового оборудования, изменения в системе промывки бурового раствора, а также применена компоновка низа бурильной колонны нового типа. Освоение новых технологий откроет перед нефтяниками широкие перспективы многократного повышения дебита скважин мелководной части «Гюнешли».

Скважина №350 расположенная на мелководной части «Гюнешли», это первая в истории Азербайджана горизонтальная скважина пробуренная со стороны национальной буровой компании. Максимальный угол кривизны 84 градуса при проектных данных: глубина – 3450м, отклонение – 1139м. Примечательным этот проект делал ряд факторов. Во первых бурение этой скважины производил местный буровой подрядчик, кроме того впервые в истории бурения Азербайджана на портальной вышке буровой установки «Уралмаш 6000 ПЕМ» был установлен новейший верхний привод. Непосредственно при бурении впервые был использован буровой раствор на нефтяной основе, что дало возможность существенно повысит скорость бурения и улучшить очистку скважин. Эксплуатационные колонны, спускаемые в эту скважину были оснащены высококачественными фильтрами, применение которых позволило увеличить продуктивность, восстановление дебита скважины и поддержание его на стабильном уровне.

Не менее примечательна и следующая пробуренная нами скважина №352 на мелководной части месторождения «Гюнешли». Реализацией этого проекта был поставлен новый рекорд скорости бурения скважин на мелководной части месторождения «Гюнешли». Бурение началось 12 мая и закончилась 14 июня, коммерческая скорость составляла 2621 м/ст.месяц. Таким образом, бурение скважины заняло всего 34 дня, тогда как средний срок отводимый заказчиком на эту работу составляет 90 дней.

Хотелось бы подчеркнуть, что усовершенствование эффективности буровых операций за счет внедрения новых технологий в бурении в течение последних лет помогло увеличить среднюю коммерческую скорость бурения примерно в четыре раза и сократить время организационного простоя до 3%.

Наша компания является членом Международной Ассоциации Буровых Подрядчиков (IADC) с 2009 г. SOCAR-AQS была оценена и сертифицирована, как отвечающая требованиям международных стандартов ISO 9001:2008, ISO 14001:2004 и OHSAS 18001:2007 для таких видов деятельности, как: Предоставление комплексных услуг по бурению и обслуживанию нефтяных и газовых скважин на море. SOCAR-AQS находится в процессе получения сертификации API Q Plus.

Як приклад реабілітації та раціональної розробки старих родовищ розглянута реалізація проекту з буріння горизонтальної свердловини на родовище «Гюнешлі». Показано, що удосконалення ефективності бурових операцій за рахунок впровадження нових технологій в бурінні протягом останніх років допомогло збільшити середню комерційну швидкість буріння приблизно в чотири рази і скоротити час організаційного простою до 3%.

Ключові слова: *горизонтальна свердловина, бурове обладнання, бурильна колона*

As an example, rehabilitation and rational development of brownfields project considered for drilling horizontal wells in the field "Guneshli". It is shown that the improvement of the efficiency of drilling operations through the introduction of new technologies in drilling in recent years has helped to increase the average commercial speed of drilling is about four times and shorten organizational downtime to 3%.

Key words*: horizontal well drilling equipment, drill string*

Поступила 22.07.14

УДК 622.245

М. Є. Чернова, канд. техн. наук; **Я. В. Кунцяк,** докт. техн. наук.

Івано-Франківський національний технічний університет нафти і газу, Україна

ПІДВИЩЕННЯ ПРАЦЕЗДАТНОСТІ ОБВАЖНЕНИХ БУРИЛЬНИХ ТРУБ НА ОСНОВІ РОЗРОБКИ ВІТЧИЗНЯНИХ ТЕХНІЧНИХ ЗАСОБІВ

Розглядається компоновка низу бурильної колони, елементи якої суттєво впливають на ефективність буріння нафтових і газових свердловин. Показано, що аварії з обважненими бурильними трубами відбуваються внаслідок низької межі витривалості замкових різьбових з'єднань та неврівноваження по муфтовій та ніпельній частинах. З метою підвищення точності і якості виготовлення конструкцій обважнених бурильних труб, а, відповідно, і їх довговічності розроблено технічні засоби для реалізації поставленої мети.

***Ключові слова**: компоновка, різьбове з'єднання, свердловина, межа витривалості.*

Для буріння нафтових і газових свердловин використовується бурильна колона елементи якої працюють у складному напруженому стані при дії значних статичних і динамічних навантажень та корозійного середовища, що часто призводить до аварій та ускладнень в процесі буріння. Для створення навантаження на породоруйнівний інструмент та надання необхідної жорсткості низу бурильної колони в компоновку низу бурильної колони включають обважнені бурильні труби, розміри та кількість яких залежить від конструктивних і технологічних особливостей свердловини. Згідно «ГОСТ 4543-71» обважнені бурильні труби повинні виготовлятися із сталі марки 38ХН3МФА та володіти наступними механічними властивостями: $\sigma_{0,2} = 736\ МПа$, $\Psi = 10\%$, $a_n = 0{,}6\ МПа$, твердість 285÷341 НВ. Дозволяється також виготовлення ОБТ зі сталі марки 40ХН2МА або інших марок сталі за умови, що вони володіють наступними механічними властивостями: $\sigma_{0,2} \geq 736\ МПа$, $\Psi \geq 10\%$, $a_n \geq 0{,}5\ МПа$, твердість не нижча за 255 НВ.

В Україні виготовляються також гарячекатані ОБТ із сталі марки Д довжиною 6,9 та 12 м. Гарячекатані ОБТ мають переваги перед збалансованими ОБТ тим, що мають більшу довжину, що прискорює спуско-підіймальні операції та зменшує кількість замкових різьбових з'єднань у бурильній колоні, по яких в основному відбуваються корозійно-втомні руйнування. Проте, аналіз промислових даних показав, що ресурс гарячекатаних ОБТ значно нижчий ніж збалансованих ОБТ [1]. Так, наприклад, на нафтових підприємствах ПАТ «Укрнафта» при бурінні свердловин роторним способом перенарізання різьб гарячекатаних ОБТ проводиться через кожні 400 годин роботи, а збалансованих через 2500 годин.

Експлуатаційні характеристики обважнених бурильних труб в основному визначаються опором втомі замкових різьбових з'єднань та якістю виготовлення труб (ступенем збалансованості, співвісністю, режимами термообробки, якістю захисного покриття та інше). Експериментальними дослідженнями на опір втомі натурних зразків замкових різьбових з'єднань ОБТ-178 і ОБТ-203 з різьбою з-147 (із збігом різьби) виготовлених із сталі 38ХН3МФА встановлено, що межа витривалості замкових різьбових з'єднань в повітряному середовищі становить 39-41 МПа, а в корозійному середовищі (3% водний розчин) становить 28-31 МПа [1]. Відповідно, надзвичайно актуальними є роботи, що спрямовані на підвищення опору втомі замкових різьбових з'єднань та працездатності ОБТ.

До 1992 року основним виробником збалансованих обважнених бурильних труб (ОБТЗ) був Дрогобицький експериментальний механічний завод спеціального обладнання, який виготовляв щорічно 10-12 тис. тон ОБТ діаметра 146, 178, 203 мм та довжиною 5,6÷6,1 м. Згідно з технологією виготовлення заготовка довжиною 6,5 м проточувалася по зовнішній поверхні до

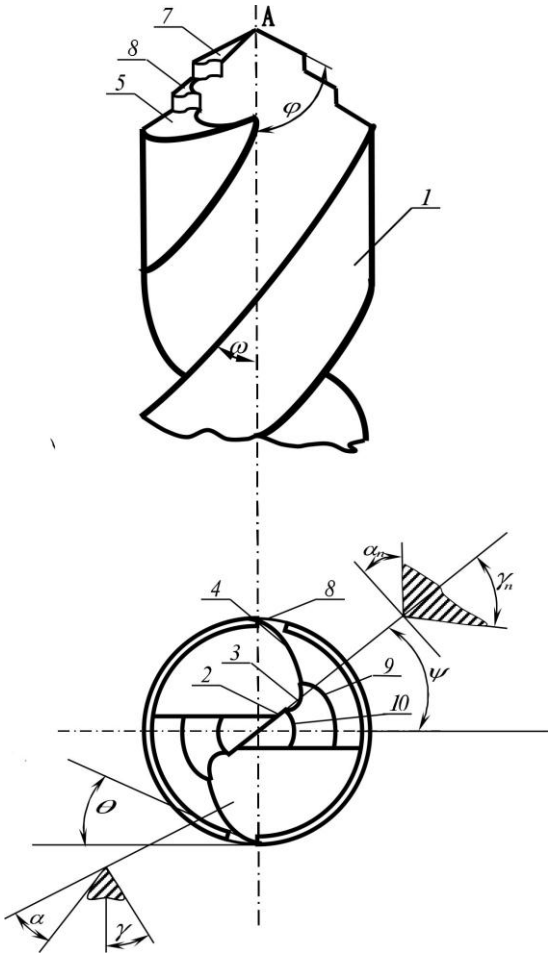
заданих розмірів, що призводило до балансування деталі. Після цього просвердлювався внутрішній отвір (80-100 мм) та проводилась термообробка кінців труби струмами високої частоти. Після термообробки заготовка встановлювалась на різьбонарізний верстат, де здійснювалося нарізання замкової різьби. На одному кінці труби нарізалася муфтова частина з'єднання, а на іншому – ніпельна. Статистичний аналіз свідчить, що понад 12% труб відбраковуються через неспіввісність отворів, що виникає під час їх просвердлювання.

Для свердління отворів великих діаметрів використовують конструкції спіральних свердел з криволінійною формою ріжучих країв. Проте, параметри криволінійних ріжучих країв у цих конструкцій не пов'язані з характером зміни зрізуваної площі металу під час збільшення радіуса свердла. Недоліком таких конструкцій свердел є неоднакова зносостійкість по довжині ріжучих країв від вісі обертання до периферії, що зменшує довговічність та ефективність його використання.

Авторами [2] розроблена конструкція свердла з криволінійними ріжучими краями, які в площині, перпендикулярній до вісі обертання свердла, виконані у вигляді спіралеподібної кривої, а відношення довжини довільної ділянки спіралеподібної кривої до величини відповідної площі, яка нею описується при обертанні, є величиною сталою і виражається рівнянням типу:

$$\sqrt{4\pi^2\rho^2 - k^2} - k \cdot arctg\frac{1}{k}\sqrt{4\pi^2\rho^2 - k^2} = k\varphi,$$

де $0 \le \rho \le R$ – поточний радіус кривої; R – радіус свердла; $k = \alpha \cdot R$ – коефіцієнт пропорційності, що визначає швидкість розвитку спіралеподібної кривої; $0 < \alpha\ \pi$ – безрозмірний коефіцієнт; φ- поточний полярний кут.



Удосконалена конструкція свердла

Наявність гострого кута, утвореного вгнутою передньою і бічною калібруючою гранями ріжучої частини свердла, сприяє підвищенню продуктивності процесу свердління і точності утворюваних отворів [3].

Та разом з тим, збільшення довжини ріжучих країв внаслідок їх спіральної форми призводить до зниження питомих контактних тисків під час свердління, що обмежує продуктивність процесу свердління, а це в свою чергу зменшує точність утворюваних отворів.

На основі аналізу конструкцій існуючих свердел, та з метою ліквідації їх недоліків, а також підвищення зносостійкості свердла та продуктивності процесу свердління отворів великих діаметрів, розроблено нову конструкцію свердла [4], схема якого наведена на рисунку.

В даній конструкції спіральні ріжучі краї розділені по висоті, та утворюють ріжучу частину свердла ступінчастої форми в його осьовій частині.

Спіральний ріжучий край свердла 1 розділений по висоті на окремі ділянки 2, 3, 4. Внаслідок цього ріжуча частина свердла складається з окремих східців 5, 6, і 7.

Завдяки спіралеподібній формі ріжучого краю, передньою гранню 8 кожної східці утворюється гострий кут відносно її бокової калібруючої грані 9. Наявність такого гострого кута по напрямку обертання сприяє підвищенню продуктивності процесу свердління і точності утворюваних отворів.

Різання металів відбувається в наслідок створення осьового навантаження на свердло під час його обертання навколо вісі.

Внаслідок ступінчастої форми ріжучої частини свердла на відповідну кількість ділянок розділяються і зрізувані ошурки металу. Оскільки, передня ріжуча грань кожної східці робочої частини свердла утворює гострий кут відносно його бокової грані, ефективність процесу різання і видалення зрізуваних ошурків збільшена.

Було виготовлено експериментальні зразки свердел нової конструкції та проведено дослідження зі свердління отворів в заготовках зі сталі 40ХН2МА з механічними властивостями, що відповідають вимогам «ГОСТ 4543-71». Аналіз результатів досліджень показав, що продуктивність процесу свердління із застосуванням свердла нової конструкції зростає на 35÷40 відсотків та суттєво підвищується точність утворюваних отворів.

Ефективність такого інструменту зростає зі зростанням діаметру свердління, зокрема, при свердлінні внутрішніх отворів обважнених бурильних труб.

Як зазначено вище, надзвичайно важливим аспектом, що впливає на експлуатаційні характеристики ОБТ є точність вимірювання прямолінійності протяжних отворів. На виробництві найчастіше контроль прямолінійності просвердлених отворів здійснюють за допомогою щупів (А.С. СРСР №1133043). Практика довела, що вимірювання співвісності отворів великої протяжності з використанням щупів відбувається зі значними похибками.

З метою підвищення точності визначення величини та азимуту відхилення вісі просвердленого отвору від прямолінійності розроблено пристрій для контролю прямолінійності отворів [5]. Пристрій складається з трьох секцій циліндричної форми, з'єднаних між собою карданним способом, між якими по колу кріпляться 12 п'єзодавачів, під'єднаних до шлейфового осцилографа чи іншого реєструючого пристрою. Снаряд протягується крізь внутрішню частину труби з допомогою троса. Запис мікрострумів від п'єзодавачів здійснюється на шлейфовий осцилограф чи інший реєструючий пристрій вимірів, розміщених в снаряді.

Пристрій працює наступним чином: під час протягування снаряду крізь просвердлений отвір в трубі, внаслідок не прямолінійності отвору, снаряд буде вигинатися і п'єзодавачі, що знаходяться на внутрішній частині вигнутої ділянки будуть відчувати стиск, а на зовнішній – розтяг, величина яких у вигляді мікрострумів від п'єзодавачів буде записуватися на папері шлейфового осцилографа чи іншого реєструючого пристрою.

Наявність в снаряді трьох секцій зумовлюється тим, що перша секція відіграє роль спрямовуючої і розчищає отвір від сторонніх предметів (бруду, ошурків) виготовляється порожнистою та розділеною на 2 частини. В передній частині в порожнині міститься магніт, по боках просвердлені отвори для збирання ошурків. Друга половина першої секції також є порожнистою з камерами по зовнішній поверхні, яка заповнюється мастилом і слугує для змащування отвору (у випадку, якщо виготовити її порожнистою, залити в неї мастило і навколо зробити капіляри). Дві інші секції слугують безпосередньо для вимірювання відхилень вісі отвору від прямолінійності, оскільки між ними знаходяться п'єзодавачі.

Довжина секцій снаряду вибирається з умови

$$l = (1{,}5 \div 2{,}0) \cdot d\,,$$

де d – діаметр отвору.

Протягування пристрою крізь отвір здійснюється електродвигуном, з'єднаним через редуктор з барабаном лебідки. Швидкість протягування 2÷4 метри за хвилину. Перед початком роботи слід проградуювати п'єзодавачі шляхом згину снаряду на всі можливі кути з реєстрацією величини мікрострумів при цьому.

Орієнтуючи певним чином снаряд перед початком протягування крізь отвір визначається номер п'єзодавачів та величина мікрострумів розтягу стиску, що дозволяє отримати дані про азимут та величину відхилення отвору труби від прямолінійності.

Відхилення внутрішніх отворів ОБТ від прямолінійності призводить до різниці в товщині стінок різьбового з'єднання в перерізі основної площини на віддалі 16 мм від упорного уступу ніпеля, в якій проводиться розрахунок геометричних параметрів різьби. Враховуючи, що конусність замкових різьбових з'єднань ОБТ є великою (1÷5), різниця у товщині стінок призводить до значного пониження їх опору втомі.

Таким чином, визначення основних параметрів просвердленого отвору: азимуту та величини відхилення від прямолінійності, є надзвичайно важливим для контролю за точністю та якістю виготовлення конструкцій ОБТ, що в свою чергу сприяє підвищенню їх експлуатаційних характеристик.

Висновки

1. Замкові різьбові з'єднання не є зрівноваженими по муфтові та ніпельній частинах, та володіють низькою межею витривалості (29÷31 МПа у корозійному середовищі). Для підвищення довговічності ОБТ є необхідним вдосконалення технології і точності їх виготовлення.

2. Розроблена конструкція спіралеподібного свердла ступінчастої форми забезпечує підвищення продуктивності процесу свердління отворів великого діаметру на 35÷40 % та суттєво підвищує точність утворюваних отворів.

3. Запропонований пристрій для контролю прямолінійності отворів, що базується на застосуванні п'єзодавачів для визначення неспіввісності секцій снаряду унаслідок відхилення отвору від прямолінійності, забезпечує підвищення точності визначення величини та азимуту відхилення осі просвердленого отвору від прямолінійності для необмеженої довжини.

Рассматривается компоновка низа бурильной колонны, элементы которой существенно влияют на эффективность бурения нефтяных и газовых скважин. Показано, что аварии с утяжеленными бурильными трубами происходят вследствие низкого предела выносливости замковых резьбовых соединений и неуравновешенности по муфтовой и ниппельной части соединения. С целью повышения точности и качества изготовления конструкций утяжеленных бурильных труб, а соответственно и их долговечности разработаны технические средства для реализации поставленной цели.

***Ключевые слова**: компоновка, резьбовое соединение, скважина, предел выносливости.*

We examine the bottom-hole assembly whose elements significantly influence efficiency of drilling of oil and gas wells. It has been shown that the accidents with heavy-weight pipes happen as a consequence of low fatigue strength of threaded tool joints and disbalance of coupling and nipple parts. For increase of precision and quality of production of heavy-weight drill pipes structures, and therefore, their product life, there were developed the technical means for realization of the target goal.

***Key words**: borehole, stress, drilling, rock*

Література

1. Чернов Б. А. Методы повышения работоспособности бурильных и обсадных колонн в нефтяных и газовых скважинах: дис. на соискание науч. степени докт. техн. наук: спец. 05.15.10 «Бурение скважин».– Ивано-Франковск, 1999. – 350 с.
2. А. с. 715 238 СССР М.Кл^2 В 23 В 51/02. Сверло / Я. В. Кунцяк, В. И. Векерик, В. М. Сенчишак. – Опубл. 17.02.80, Бюл. № 6. – 4 с.

3. Выбор рационального вида заточки спиральных свёрл. Экспресинформация «Режущие инструменты». – Москва, 2006 г. – № 16.
4. Пат. України №72459 B23B 51/02. Свердло / М. Є. Чернова. – Опубл.2 7.08.12, Бюл. № 16.
5. Пат. України № 77534 E21B 12/00. Пристрій для контролю прямолінійності отворів / Б. О. Чернов, М. Є. Чернова. – Опубл.25.02. 13, Бюл. № 4.

Надійшла 23.07.14

УДК 622.245

В. І. Мірненко[1], Б. О. Чернов[2], доктора технічних наук; **М. Я.Ткач [2]**

[1]Національний університет оборони України ім. Івана Черняховського, м. Київ
[2]Івано-Франківський національний технічний університет нафти і газу, Україна

АНАЛІЗ НАПРУЖЕНО-ДЕФОРМОВАНОГО СТАНУ СТАЛІ 40ХН В УМОВАХ БАГАТОЦИКЛОВОЇ ВТОМИ З ВИКОРИСТАННЯМ МЕТОДУ КІНЦЕВО-ЕЛЕМЕНТНОГО АНАЛІЗУ

В матеріалах статті надається огляд потужного чисельного методу вирішення різноманітних інженерних задач методом кінцевих елементів, який має вирішальне місце в прогнозуванні працездатності елементів бурильної колони при дії експлуатаційних факторів. Для конкретного розрахунку використовувався програмний продукт NASTRAN, який має спільну розрахункову базу на основі методу кінцевих елементів і є однією з програм кінцево-елементного аналізу.

Ключові слова: *метод кінцево-елементного аналізу, вакуумне газотермоциклічне іонно-плазмове азотування, бурильна клона, продукт NASTRAN, сталь, зразок, напружено-деформований стан.*

Вступ. Метод кінцевих елементів є потужним чисельним методом вирішення різноманітних інженерних задач [1] та має вирішальне місце в прогнозуванні працездатності елементів бурильної колони при дії експлуатаційних факторів.

В залежності від виду розрахунку, складності задачі та направленості того, чи іншого програмного забезпечення для конкретного розрахунку використовуємо програмний продукт NASTRAN, який має спільну розрахункову базу на основі методу кінцевих елементів і є однією з програм кінцево-елементного аналізу. Ці програми обумовлені використанням їх для розрахунку складних задач механіки деформованого твердого тіла, задач теплопровідності, теорії коливань та інших специфічних розрахунків таких як розрахунок елементів конструкції на міцність, або оптимізація конструкції за граничними напруженнями та поперечним перетином деталі. При цьому є можливість моделювати практично всі типи матеріалів, включаючи композитні.

Оскільки конструкційні елементи бурильної колони працюють у важких статичних і динамічних умовах навантаження, та мають складні геометричні форми, то для розрахунку напружено-деформованого стану доцільно застосовувати метод кінцево-елементного аналізу [2, 3]. Для розрахунку напружено-деформованого стану необхідно врахувати особливості геометричних параметрів елементів бурильної колони, властивості конструктивного матеріалу, вид розрахунку (статичний, динамічний та ін.), та умови силового й температурного навантаження, що діють на неї. Розрахунок у роботі проводили з використанням реальних експериментальних зразків зі сталі 40ХН.

Важливим етапом у скінчено-елементному аналізі є побудова розрахункової моделі і її кінцево-елементної сітки. Дискретизація досліджуваної області на кінцеві елементи є складною і відповідальною процедурою, від якої суттєво залежить якість одержаного рішення. Програмний комплекс NASTRAN дозволяє без використання допоміжних CAD–програм будувати геометрію та кінцево-елементну сітку у своєму середовищі, або імпортувати з інших програм, таких як AutoCAD, ACIS, Parasolid та ін.[4] Генерація кінцево-елементної сітки по твердотільній моделі проводиться автоматично.

Побудована об'ємна геометрична модель зразка перетворюється в кінцево-елементну сітку у вигляді просторових кінцевих елементів, які з'єднані між собою у вузлах. Кінцеві елементи в NASTRAN можуть мати перший або другий порядок апроксимації. Для розв'язання задачі використовуємо гексагональні та тетраїдальні типи кінцевих елементів першого порядку апроксимації – без проміжних вузлів та кінцеві елементи другого порядку – з проміжними вузлами (рис. 1).

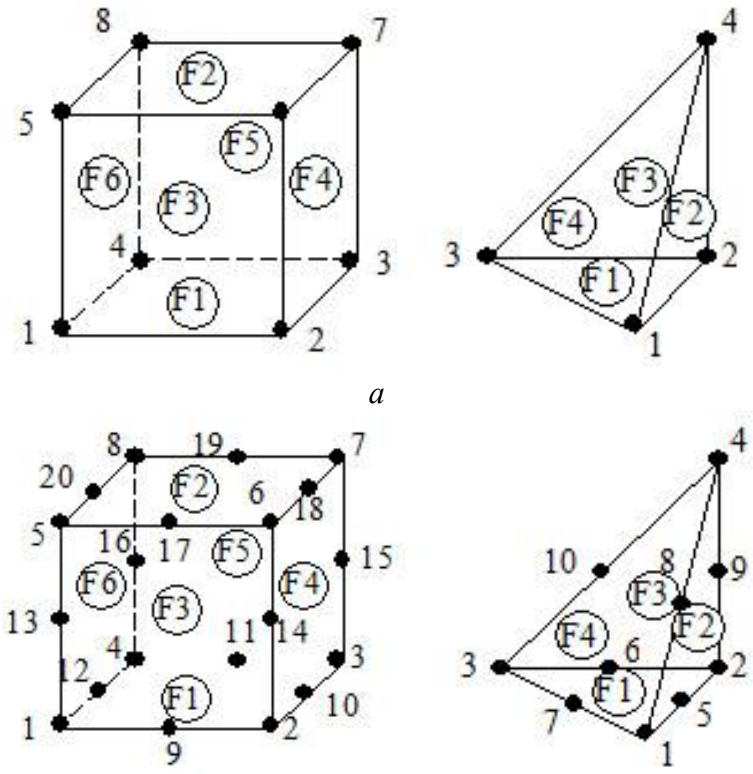


Рис. 1. Тривимірні скінченні елементи та шаблони нумерації вузлів і поверхонь: а – першого (лінійні) порядку апроксимації; б – другого (параболічні) порядку апроксимації

При створенні кінцево-елементної сітки зразків необхідно врахувати, що найбільш густа сітка необхідна там, де градієнт температур, деформацій або напружень є ймовірно більшим. Менш густа сітка використовується в зонах із більш або менш постійними деформаціями або напруженнями, а також в областях, які не потребують детального аналізу. Також, лінійні елементи 1–го порядку наближення вимагають більш густої сітки, ніж квадратичні з його апроксимацією.

На рис. 2 представлено схему дослідження напружено-деформованого стану за допомогою методу кінцево-елементного аналізу з використанням програмного пакету NASTRAN.



Рис. 2. Схема проведення дослідження напружено-деформованого стану за допомогою методу кінцево-елементного аналізу.

Обробку результатів здійснювали в наступній послідовності:

- ідентифікували навантаження шляхом візуалізації переміщень;
- визначали величину еквівалентних напруг у будь-якій точці зразка й одержували картину розподілу напруг по його поверхні.

$$\sigma_{екв} = \left\{ \frac{1}{2} \left[\left(\sigma_x - \sigma_y\right)^2 + \left(\sigma_y - \sigma_z\right)^2 + \left(\sigma_z - \sigma_x\right)^2 + 6 \cdot \left(\sigma_{xy}^2 + \sigma_{yz}^2 + \sigma_{xz}^2\right) \right] \right\}^{\frac{1}{2}},$$

де σ_x, σ_y, σ_z, σ_{xy}, σ_{yz}, σ_{xz} – еквівалентні напруги, Па.

Розрахунок напружено-деформованого стану розглянуто на прикладі зразка, із зміцненням ВГТЦІПА (вакуумного газотермоциклічного іонно-плазмового азотування), так і без зміцнення [5–7]. В якості початкових даних застосовувалися фізико-механічні властивості сталі 40ХН [8]:

- густина матеріалу – $\rho = 7820$ кг/м^3;
- коефіцієнт лінійного видовження – $\alpha_l = 11{,}8 \cdot 10^{-6}$ К$^{-1}$;
- коефіцієнт теплопровідності – $\lambda = 44$ Вт/(м · К);
- питома теплоємність – $c = 466$ Дж/(кг · К);
- модуль Юнга – $E = 214 \cdot$ ГПа;
- модуль зсуву – $G = 85 \cdot$ ГПа.

Мета роботи – оцінка напружено-деформованого стану зміцнених зразків зі сталі 40ХН ВГТЦІПА в умовах багатоциклової втоми

Результати досліджень. Порівняльну оцінку напружено-деформованого стану зразка (робоча ділянка *l*) зі сталі 40ХН як із зміцненням методом вакуумного газотермоциклічного іонно-плазмового азотування (ВГТЦІПА) так і без зміцнення, в умовах впливу циклічного навантаження проводили з використанням методу кінцево-елементного аналізу. Розрахунки здійснювалися за допомогою програмного забезпечення NASTRAN.

Кінцево-елементна модель зразка з напружено-деформованим станом, від дії циклічного навантаження, представлена на рис. 3. В якості циклічного навантаження до зразка використовували робочу частоту установки 10 кГц, що прикладена в точці його закріплення. Модель зразка без зміцненого поверхневого шару складається із 460 вузлів та має 264 елементи, а із покриттям – 690 вузлів та 440 елементів.

На рис. 3 зображено поля еквівалентних напружень у моделі зразка без покриття при середньому напруженні циклу.

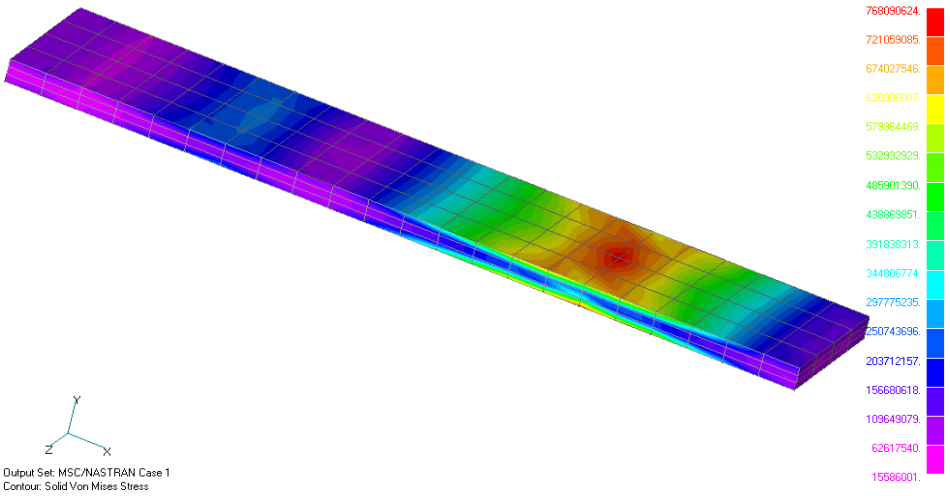


Рис. 3. Поля еквівалентних напружень у моделі зразка без зміцненого поверхневого шару ВГТЦІПА при середньому напруженні циклу, Па

На моделі чітко видно наявність трьох вузлових ліній. Найбільші еквівалентні напруження, які приводять до руйнування, знаходяться в третій вузловій лінії. Крім того, в порівнянні з напруженнями в основі $4{,}58 \cdot 10^8$ Па, величина напружень в поверхневому шарі становить $7{,}32 \cdot 10^8$ Па, що свідчить про виникнення тріщини на поверхні зразка. На рис. 4 представлено зміну еквівалентних напружень у сталевому зразку при середньому напруженні циклу. Крива характеризує усереднене значення напружень у зразку без зміцненого поверхневого шару.

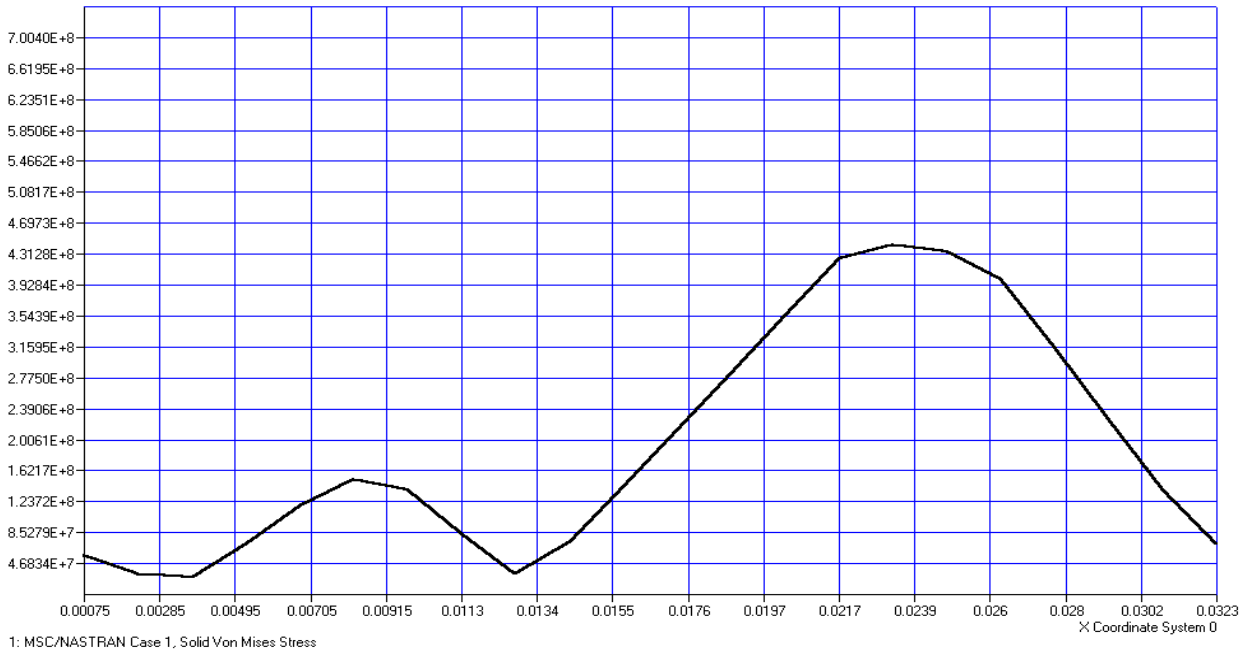


Рис. 4. Зміна напружень по довжині зразка без зміцненого поверхневого шару ВГТЦІПА при середньому напруженні циклу, Па.

На рис. 5–7 представлено поля еквівалентних напружень у моделі зразка зі сталі 40ХН із зміцненим поверхневим шаром ВГТЦІПА при максимальному, середньому та мінімальному напруженні циклу.

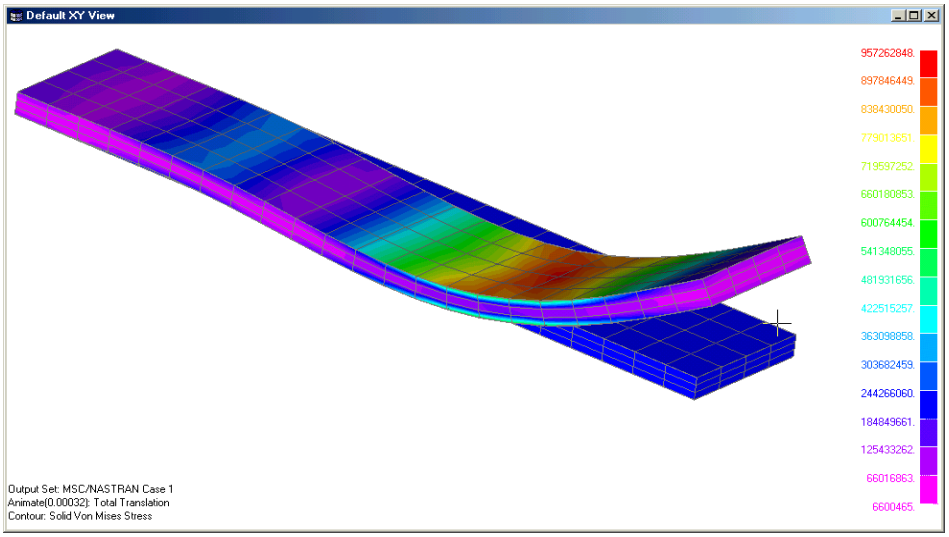


Рис. 5. Поля еквівалентних напружень у моделі зразка зі зміцненим поверхневим шаром при максимальному напруженні циклу, Па

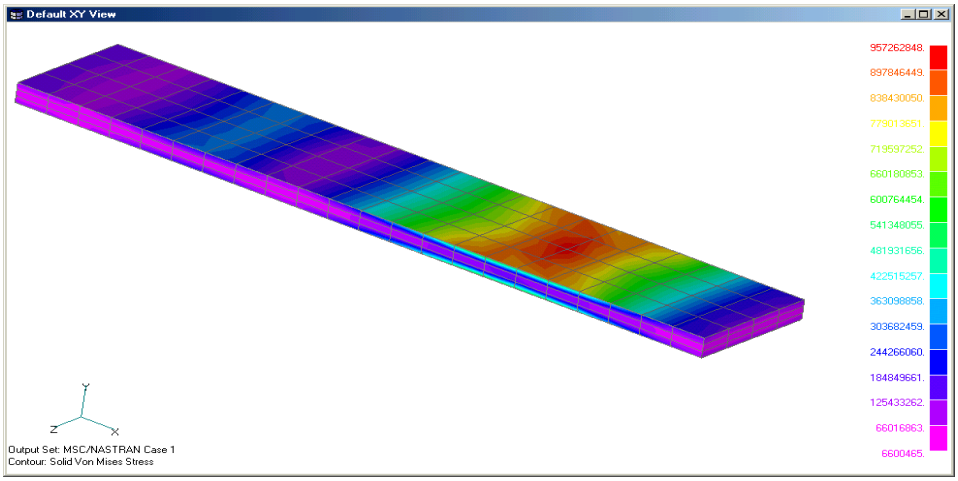


Рис. 6. Поля еквівалентних напружень у моделі зразка зі зміцненим поверхневим шаром при середньому напруженні циклу, Па

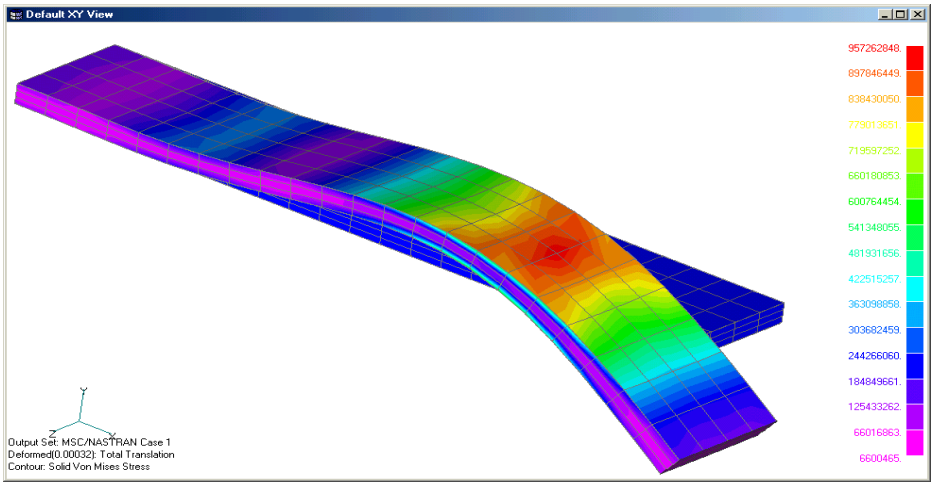


Рис. 7. Поля еквівалентних напружень у моделі зразка зі зміцненим поверхневим шаром при мінімальному напруженні циклу, Па

В порівнянні з моделлю зразка без зміцненого поверхневого шару спостерігаємо збільшення площі еквівалентних напружень на поверхні зразка та зменшення їх ширини в поперечному перетині. На рис. 8 та 9 зображено криві еквівалентних напружень по довжині зразка.

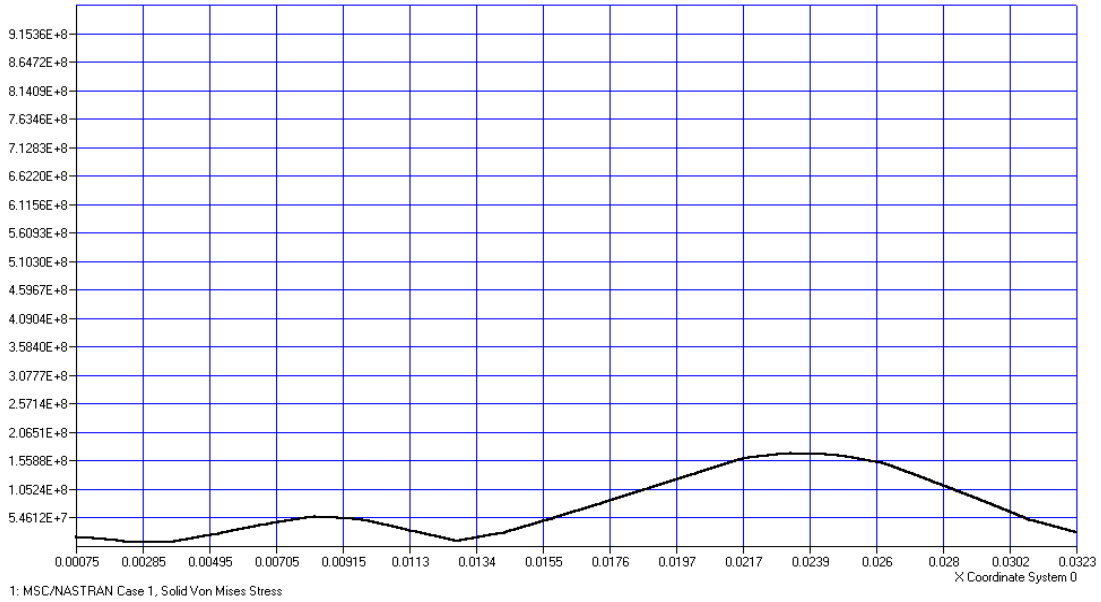


Рис. 8. Зміна напружень в основі зразка зі зміцненим поверхневим шаром при мінімальному напруженні циклу, Па.

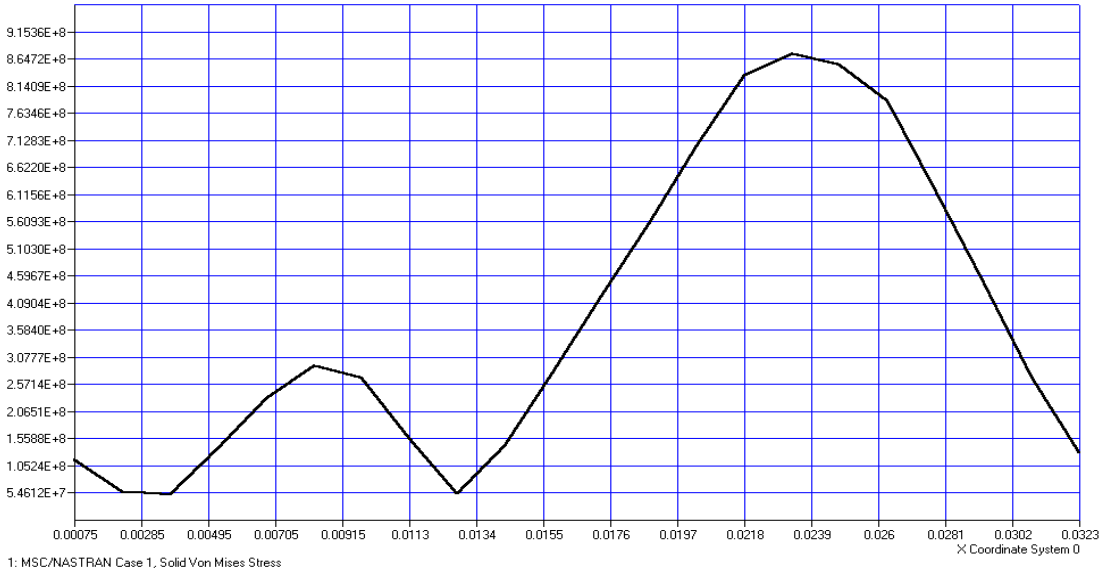


Рис. 9. Зміна напружень в основі зразка зі зміцненим поверхневим шаром при максимальному напруженні циклу, Па.

До того ж можна зазначити зменшення напружень в основі до $2{,}1 \cdot 10^8$ Па та збільшення у зміцненому поверхневому шарі до $8{,}46 \cdot 10^8$ Па, що свідчить про сприйняття покриттям значної частини еквівалентних напружень при збереженні несучої здатності основи.

Висновок

Таким чином, за допомогою методу кінцево-елементного аналізу можна передбачити роботу сталевих конструктивних елементів бурильної колони зі зміцненим поверхневим шаром в умовах дії циклічних навантажень, а саме межу витривалості, кількість циклів до руйнування та місце руйнування.

В материалах статьи предоставляется обзор мощного численного метода решения самых разнообразных инженерных задач методом конечных элементов, который имеет решающее место в прогнозировании работоспособности элементов бурильной колонны при воздействии эксплуатационных факторов. Для конкретного расчета использовался программный продукт NASTRAN, который имеет общую расчетную базу на основе метода конечных элементов и является одной из программ конечно-элементного анализа.

Ключевые слова: *метод конечно-элементного анализа, вакуумное газотермоциклическое ионно-плазменное азотирование, бурильная клона, продукт NASTRAN, сталь, образец, напряженно-деформированное состояние.*

The files of the article provides an overview of powerful numerical methods for solving engineering problems different finite element method , which is critical in predicting the performance space of elements under the action of the drill string operational factors. For specific calculations used the software NASTRAN, which has a common base calculated based on the finite element method is one of the applications of finite element analysis.

Keywords: *finite element analysis, vacuum hazotermotsyklichne ion-plasma nitriding, boring clone product NASTRAN, steel specimen, the stress- strain state.*

Література

1. Осадчий Н. В. Конечно-элементное моделирование фланцевого соединения с контактирующими круговыми фланцами. Сопоставление результатов конечно-элементного расчета с результатами экспериментального исследования // Инженерный журнал. – 2003. – С.33 – 40.
2. Бате К., Вилсон Е. Численные методы анализа и метод конечных элементов. – М.: Стройиздат, 1982. – 447 с.
3. Басов К. А. ANSYS в примерах задачах. / Под общ. Ред. Д. Г. Красковского. – М.: КомпьютерПресс, 2002. – 224 с.
4. Шимкович Д. Г. Расчет конструкций MSC/NASTRAN for Windows . – М.: ДМК Пресс, 2001. – 448 с.
5. Титов Е. Покрытия для режущего инструмента. Состояние вопроса и перспективы // – Мир техн. и технол. – 2005. – № 1, – С. 15–17.
6. Верещака А. С. Анализ основных аспектов проблемы совершенствования инструментальных материалов путем модификации их поверхностных свойств // Вопросы механики и физики процессов резания и холодного пластического деформирования: Сб.науч.тр. Сер. Г: Процессы механической обработки, станки и инструменты. – К.: ИСМ НАНУ. – 2002. – С. 301–315.
7. Костюк Г. И. Физико-технические основы нанесения покрытий ионной имплантацией, ионного легирования, лазерной обработки и упрочнения, комбинированных технологий: В 2-х книгах. – Харьков: АИНУ, 2002. – Кн.1: Физические процессы плазменно-ионных, ионно-лучевых, плазменных, светолучевых и комбинированных технологий. – 588 с.
8. Справочник металиста. В 5-и т. Т .2 / Под ред. А.Г. Рахштадта и В.А.Бромстрема. – М.: Машиностроение, 1976.– 720 с.

Надійшла 23.07.14

МАЙЛЫБАЮ ОТЕБАЕВУ – 60 ЛЕТ



27 февраля 2014 года исполнилось 60 лет доктору технических наук, академику Международной академии наук экологии и безопасности жизнедеятельности (МАНЭБ) РФ, нефтянику-буровику Отебаеву Майлыбаю – одному из самых ярких представителей нефтяной индустрии Республики Казахстан, который стоял у истоков ее развития, и сегодня продолжает дело всей своей жизни.

Майлыбай Отебаев родился 27 февраля 1954 года в небольшом туркменском селении Куня Ургенчского района ТССР в многодетной семье, в которой он был старшим среди семи братьев и трех сестер. Семья происходила из рода известного народного батыра Шотана Назарулы – главного сардара войск Младшего жуза. Он воевал против Хивинского ханства, против туркмен, ходил с походами на Волгу, где сражался с казацко-русскими войсками. По преданию, именно он привел народ Адай в Мангистау. Майлыбай Отебайулы потомок батыра Шотана в седьмом поколении.

После окончания в 1970 г. средней школы Майлыбай Отебаев поступает в Казахский политехнический институт им. В. И. Ленина (ныне Казахский национальный технический университет им. К. И. Сатпаева), в г. Алматы на факультет нефти и газа, который успешно заканчивает в 1975 г.

Дальнейшая трудовая, очень насыщенная и интересная деятельность Майлыбая Отебаева была связана с Узенским нефтяным месторождением. С 1975 по 2000 г., работая в УБР Узен, он прошел все стадии буровика-профессионала – от помощника бурильщика до заместителя начальника, а с 2000 по 2004 г. работал исполнительным директором ТОО «Круз» РД «КазМунайГаз», с 2005 г. – техническим директором ТОО «Круз» РД КМГ.

В 2000 годы Майлыбай Отебаев начал серьезно заниматься научными исследованиями, итогом которых стала успешная защита в 2010 году диссертации «Разработка технических средств гидроударного бурения для восстановления эксплуатационных нефтяных скважин» на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.05.06 – Горные машины.

Однако и после защиты Майлыбай Отебаев не потерял вкус и потребность к научной и изобретательной деятельности, что воплотилось в более 35 научных трудах, одном учебном пособии и 5 патентах на изобретения. Особо следует отметить тот факт, что его научные разработки не остаются на бумаге, а активно внедряются в производство.

Высокий профессионализм, принципиальность, неизменное дружелюбие к своему окружению, доброжелательность снискали Отебаеву М. заслуженный авторитет среди коллег и ученный СНГ. Он систематически выступает с докладами на республиканских, международных научных форумах по проблемам нефтегазовой науки и производства (Болгария, Польша, Россия, Украина и т. д.), активно пропагандирует достижения ученых и производственников Казахстана за рубежом, плодотворно сотрудничает с работниками промышленных предприятий и научно-исследовательских институтов.

Высокий профессиональный уровень и мастерство был проявлен Майлыбаем Отебаевым в Каспийском общественном университете в лице Председателя Государственной аттестационной комиссии по приему Государственного экзамена и защиты дипломных работ

и диссертации у бакалавров и магистрантов по специальностям нефтегазовое дело и геология и разведка месторождений полезных ископаемых.

Многогранность личности Майлыбая Отебаева поражает: ему удается заниматься не только сугубо производственными делами и научными разработками, но и по крупицам собирать то, что останется в веках, пропагандирует духовные и культурные ценности своего народа. Пробуждать, поддерживать интерес к культурному и духовному наследию предков – его потребность, жизненная необходимость. Так, недавно он в числе других спонсоров издал книгу-сборник «Бекет-ата», написанную настоятелем Ак-мечети Бекет-ата в Атырауской области Ислам-кажы Мырзабекулы. Весь тираж моментально разошелся. Вырученные деньги были отправлены в фонд Бекет-ата.

В планах на будущее – увековечивание имен знаменитых батыров – Ер Шотана, Ер Шабая, Ер Косая, Есболая.

Все кто знает Майлыбая Отебайулы, говорят, что он прошел достойную школу жизни у достойных учителей. Все свои дела и поступки он сверяет с теми, кто был его первыми наставниками, кто дал ему путевку в большую и интересную жизнь

Свой юбилей Майлыбай Отебаевич встретил в полном расцвете творческих сил и энергии, а накопленный жизненный опыт и мудрость поможет достичь ему новых высот в науке и производстве.

Поступила 27.07.14

Раздел 2

ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЕ, КОНСТРУКЦИОННЫЕ И ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ МАТЕРИАЛЫ НА ОСНОВЕ АЛМАЗА И КУБИЧЕСКОГО НИТРИДА БОРА

УДК 671.152

В. Ю. Карасев[1]; А. В. Ножкина[1], д-р техн. наук; **Е. П.Мельников[1], Е. А. Жукова[2]**

[1]Московский государственный горный университет, Россия
[2]Центр судоремонта «Звездочка», г. Северодвинск, Архангельская обл., Россия

ТЕХНОЛОГИЯ ПОЛУЧЕНИЯ ЮВЕЛИРНЫХ ИЗДЕЛИЙ НОВОГО ТИПА ИЗ ПРИРОДНОГО АЛМАЗНОГО СЫРЬЯ

Показана возможность создания новых ювелирных вставок из природного кристалла алмаза с применением новой технологии обработки и созданием новых дизайнерских решений. В отличии от двумерных плоскостей, формирующих оптическую схему бриллианта, новые ювелирные вставки используют совокупность разработанных трёхмерных конфигураций, определяющих прохождение светового потока всего изделия.

***Ключевые слова**: алмазное сырье, оптическая схема бриллианта, дизайнерское решение, ювелирная вставка*

Введение

Появление на ювелирном рынке изделий с необработанными алмазами показатель не только того, что ювелиры ищут новые дизайнерские решения для своей продукции. Это свидетельствует о том, что появляются новые разработки в концепции дизайнерской деятельности бионического и природного образования. Все больше и больше привлекает ювелирных дизайнеров многообразие и неповторимость морфологии поверхности и формы природного кристалла алмаза, их уникальная гармония.

Оптическая схема бриллианта сформирована двумерными плоскостями (гранями). Расположенные определенным образом, в строгом соответствии с рассчитанной оптической схемой, эти плоскости и определяют неповторимое сияние и блистающую привлекательность бриллианта. При этом потеря массы исходного кристалла алмаза при создании бриллианта может достигать ~ 70%.

Обращение ювелиров в своих изделиях к нетронутому человеком кристаллу алмаза, к его первозданным конфигурациям есть, по-видимому, показатель всевозрастающего интеллектуального уровня, стремления человека к сложным, неповторимым природным образованиям. И можно сказать, что сегодня человек пытается открыть для себя новый вид интеллектуального ювелирного изделия, в основе которого находится необработанный, естественно совершенный, незнакомый еще обычному потребителю кристалл необработанного алмаза.

Условия эксперимента

Используемые ювелирами необработанные кристаллы алмаза предъявляемого качества довольно редко встречаются в природе. Заинтересованным специалистам приходиться перебирать огромные массы добытых алмазов, чтобы отобрать несколько достойных экземпляров. Такие кристаллы, соответствующие предъявляемым требованиям, весьма редки в природе (рис. 1 *а*).



а *б*

Рис. 1. Необработанные кристаллы алмаза: а – редко встречающийся алмаз; б – характерный представитель семейства алмазов

В поисках дизайнерских решений в последнее время используют и обычных представителей семейства алмазов с относительно гладкой поверхностью (рис. 1 *б*).

Добываемые алмазы, как правило, имеют округлую форму с различной морфологией поверхности. Представляет интерес обработать (отполировать) поверхность алмаза, повторяя все ее природные конфигурации, максимально сохраняя изначальный вес кристалла. Учитывая твердость алмаза, необходим метод обработки независимый от механической анизотропии кристалла при полировании округлых поверхностей различной кристаллографической ориентации.

Таким методом является разработанный Карасевым В. Ю. [1, 2] метод волнового воздействия на алмаз. Ранее сообщалось о применении этого метода при обработке низкокачественного природного сырья [3]. Особый интерес представляет обработка поверхности кристаллов из сырья ювелирного качества с целью сохранения максимальной массы алмаза и создания ювелирных вставок нового типа.

Из имеющегося лота алмазного сырья нами было отобрано несколько характерных видов кристаллов, которые условно объединены в три группы по характерным внешним формам и морфологическим состояниям поверхности (рис. 2).



а *б* *в*

Рис. 2. Группы отобранного сырья: а – первая группа; б – вторая группа; в – третья группа

В первую группу вошли кристаллы правильной октаэдрической формы с довольно плотным состоянием поверхности («рубашкой») различной цветовой гаммы (рис.2 *а*). В

основном цветовая гамма «рубашки» находилась в диапазоне зеленого и желто-зеленого оттенков.

Во вторую группу вошли алмазы, как правильной формы, так и сростки кристаллов. Рубашка более тонкая, полупрозрачная с цветовой гаммой аналогичной цветовой гамме первой группы (рис.2 *б*).

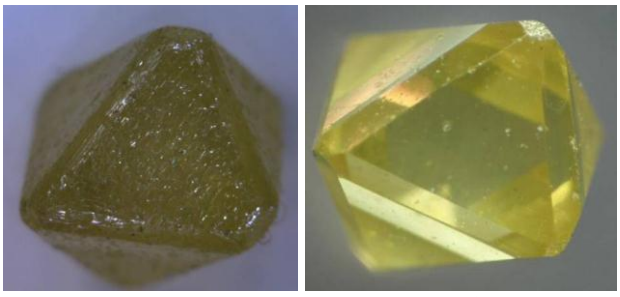
В третью группу вошли бесцветные алмазы округлых форм с характерной волнообразной «рубашкой» (рис.2 *в*).

Задача эксперимента – найти дизайнерские решения обработки поверхности для каждой группы кристаллов, взяв за основу оригинальную природную форму алмаза. Выделить общие дизайнерские закономерности, характерные для ювелирных вставок нового типа. Максимально сохранить изначальный вес кристалла. Качество полировки поверхности алмаза должно быть не хуже четырнадцатого класса частоты независимо от кристаллографической ориентации обрабатываемой поверхности.

Эксперимент

Кристаллы первой группы

Поскольку в основной массе эти кристаллы представляли правильные октаэдры, то главную проблему при их обработке доставляла плотная, трудно полируемая, природная «рубашка» их поверхности. С самого начала обработки было принято решение прекращать полировку, когда обработанная прозрачная поверхность алмаза достигнет приемлемого класса частоты. В этом случае сохранялся цвет алмаза, заданный его рубашкой. При этом при обработке не формировались плоские поверхности. Все обработанные поверхности представляли собой сферические образования с большим радиусом кривизны.

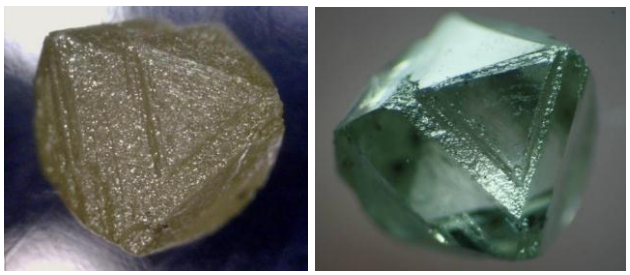


а *б*

Рис. 3. Кристалл первой группы: а – до обработки; б – после обработки

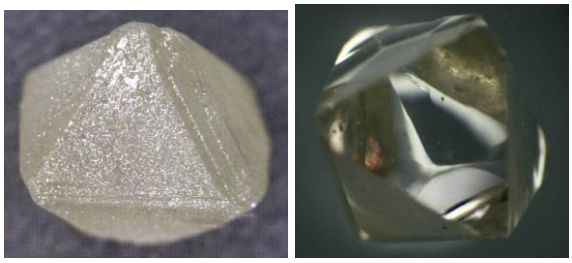
На рис. 3 представлен один из кристаллов первой группы. Грани и ребра кристалла представляют собой выпуклые поверхности с большим радиусом кривизны. Полированная поверхность алмаза сохранила цвет рубашки.

Различные образования на поверхности алмаза представляли собой элементы дизайнерских решений. При этом сохранялись необработанные участки поверхности алмаза с «рубашкой», входящие в общий дизайнерский замысел (рис. 4, 5).



а *б*

Рис.4. Кристалл первой группы: а – до обработки; б – после обработки



а *б*

Рис.5. Кристалл алмаза с увеличенной кривизной обработанной поверхности: а – до обработки; б – после воздействия

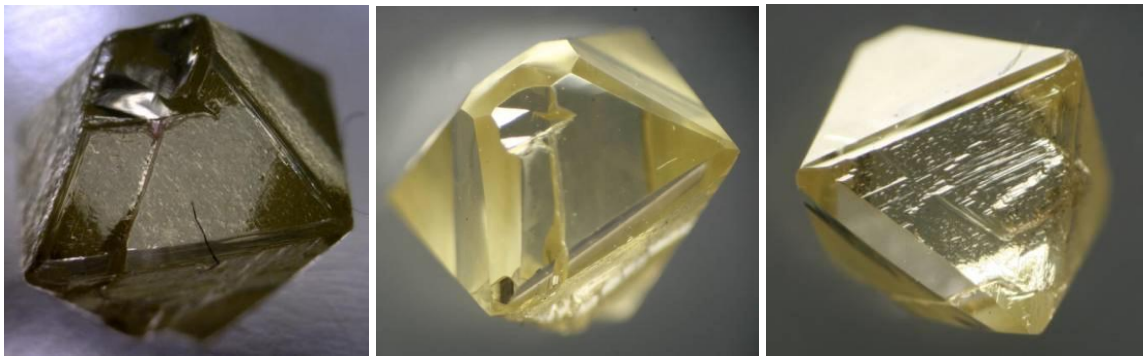
Следует особо отметить вид кристаллов алмаза после обработки, когда была увеличена кривизна обрабатываемой поверхности (уменьшен её радиус). В этом случае более выпуклые грани, как выпуклые линзы, сформировали своеобразное прохождение светового потока в объеме алмаза (рис.5).

Кристаллы второй группы

Для этой группы кристаллов был использован аналогичный дизайнерский подход, реализованный для первой группы кристаллов. Обработанные поверхности обладали определенной кривизной: сферические, параболические, конусообразные. Так же бережно рассматривался природный морфологический рельеф поверхности. При необходимости определенные участки необработанной поверхности становились частью дизайнерских решений. Для этой группы кристаллов, учитывая их состояние «рубашки», был применен принцип «автополировки».

При определенных режимах обработки алмаза, энергии высокочастотного волнового поля в объеме кристалла, сформированного в процессе воздействия [4], вполне достаточно, чтобы сгладить природный рельеф поверхности алмаза, где не производилось касание инструмента. В результате этого воздействия наблюдалась «автополировка» всей поверхности алмаза [5].

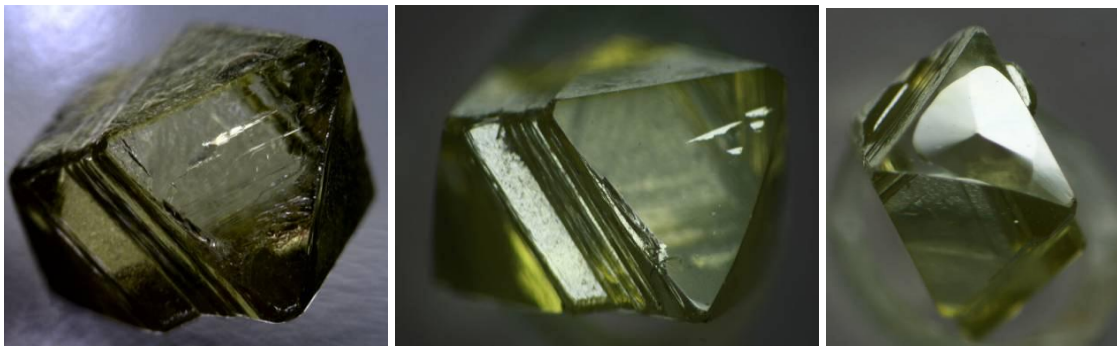
На рис. 6 приведено изображение кристалла второй группы до обработки и после обработки, а также элемент дизайна поверхности алмаза с «автополировкой».



а *б* *в*

Рис.6. Кристалл второй группы: а – до обработки; б – после обработки; в – элемент дизайна

На более сложных кристаллах алмаза и на их сростках применялись аналогичные приемы воздействия (рис. 7).



а *б* *б*

Рис.7. Кристалл второй группы: а – до обработки, б – после обработки, в – элемент дизайна

Кристаллы третьей группы

Наиболее полно возможности оборудования и принятых художественных решений раскрылись при формировании кристаллов третьей группы. Многообразие поверхностных конфигураций этих округлых алмазов, их морфологических состояний открывали практически неограниченный полет дизайнерских фантазий оператора.

Возможности обрабатывающего оборудования (станка с ЧПУ) позволили формировать на поверхности алмаза сферические, цилиндрические, параболические, конусообразные и другие конфигурации, повторяя и дополняя рельеф поверхности изначального алмаза.

Сферическая или, например, конусообразная поверхность кристалла вносят характерный оптический эффект при прохождении светового потока в объеме алмаза, выполняя роль определенной линзы (сферической, конической параболической). Такие элементы трехмерной оптики, внося заметный вклад в прохождение светового потока, внешне выглядят довольно просто: гладкая выпуклая поверхность алмаза. Используя гониометрическое устройство крепления кристалла и разнообразные технологические режимы воздействия инструмента на алмаз, были созданы многообразные искусственные варианты морфологических конфигураций таких поверхностей, что существенно повышает их эстетическое восприятие и необычность прохождения светового потока в изделии в целом.

В результате проделанной работы сложились определённые технологические приёмы формирования таких различных поверхностей, которые определились как «базовые» приёмы в инструментарии оператора при создании новых ювелирных вставок из природных алмазов. Количество таких приёмов постоянно увеличивается. Приведём только несколько примеров таких приёмов.

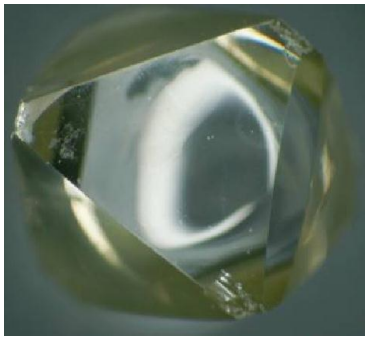


Рис. 8. Формирование сферических конфигураций на гранях алмаза

«Сфера»

Формирование подобных сферических конфигураций (рис. 8) на гранях алмаза (особенно на октаэдрах) значительно меняют оптические свойства всего изделия. Отраженный свет от высококачественно обработанной выпуклой сферической поверхности, взаимодействуя с фокусированным проходящим светом других линз, при малейшем повороте вставки, даёт неповторимое, таинственное мерцание всего изделия, усиливая его эстетическое восприятие.



Рис. 9. Технологический прием «диффузия»

«Диффузия»

Такой приём применяется при формировании любых выпуклых поверхностей, когда есть желание «размазать» оптику изделия. В компьютер станка вводится определенная программа работы гониометрического устройства, и поверхность алмаза обрабатывается по заданному математическому алгоритму. В этом случае на поверхности алмаза формируется определённый периодический рельеф поверхности, напоминая небольшие «размазанные фацеты». Каждая из этих

образований направляет световой поток по своему направлению и при этом происходит его суммарное рассеяние.

«Звёздочка»

Такой приём обработки выполняется при формировании в основном конусообразных поверхностей с целью придания ювелирной вставки новых оптических эффектов, повышая эстетическое восприятие всего изделия (рис. 10 *а, б*).

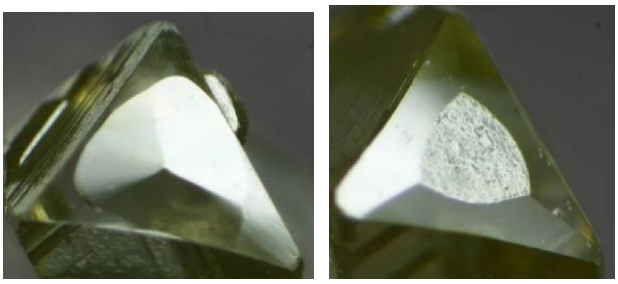


Рис. 10. Придание ювелирной вставке новых оптических эффектов с помощью технологического приема «звездочка»

Обрабатываемая поверхность формируется также по определённому программному алгоритму работы станка за один процесс воздействия. При этом за счёт механической анизотропии структуры алмаза происходит формирование определённых границ участков обрабатываемой поверхности. В данном случае формировалось три границы. При необходимости количество границ может быть увеличено изменением программы обработки.

Создание «звёздочки» на усечённых конусах также может широко применяться при формировании алмазных вставок. Такие образования красиво смотрятся в любом месте поверхности алмаза, гармонично взаимодействуя с другими сформированными поверхностными конфигурациями. В данном случае (рис. 10 *б*) в центре усечённого конуса оставлена природная морфология алмаза («рубашка).

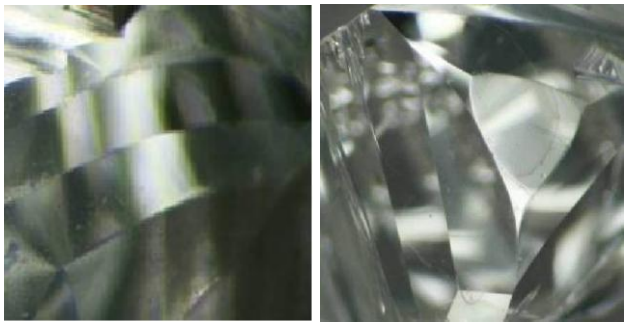


Рис. 11. Дизайнерский прием «ступени» при формировании поверхности алмаза

«Ступени»

Одним из самых эффектных дизайнерских решений при формировании поверхности алмаза является приём «ступени». «Ступени» – это трёхмерные полосчатые образования (террасы) на выпуклой поверхности алмаза, нанесённые с определённой периодичностью. Размер этой строгой периодичности задаётся компьютером и зависит от размера, формы кристалла и состояния его обрабатываемой поверхности. За счёт многообразия исходной формы поверхности алмаза каждая терраса в процессе воздействия принимает свою индивидуальную конфигурацию, сохраняя общий усреднённый размер своей ширины (рис. 11). Поэтому, несмотря на общий одинаковый алгоритм изготовления, каждая терраса индивидуальна и отражает своё прохождение светового потока. В результате суммарного оптического эффекта террас, возникает неповторимая и таинственная игристость обработанной поверхности.

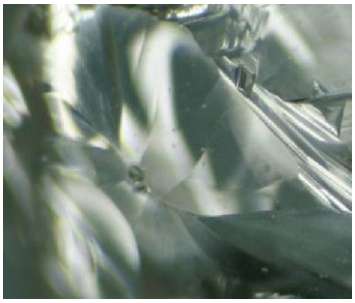


Рис. 12. Дизайнерский прием «жук»

«Жук» (рис. 12).

«Жук» является частным случаем «ступеней». В этом случае террасы формируются вокруг выбранной точки (области) поверхности алмаза, которая является их центром

схождения (рис. 12). Эта выбранная точка (область) поверхности должна являться осью вращения кристалла и вокруг этой точки формируется данный морфологический узор.

«Византийский купол»

Но, наверное, самым красивым рисунком и самым не простым техническим решением является узор «византийский купол» (рис. 13).

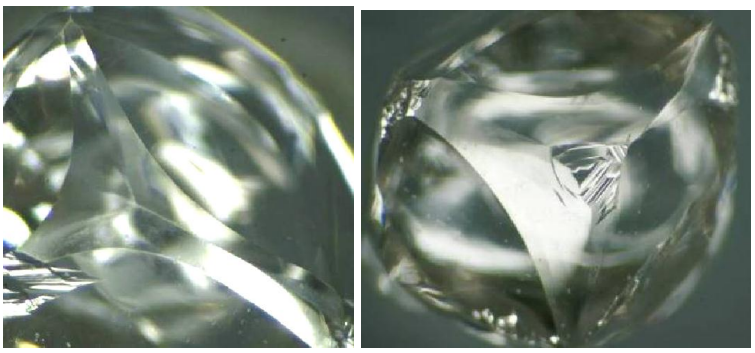


Рис. 13. Техническое решение – «византийский купол»

Сложность воспроизведения этого узора в первую очередь связана с его размером на поверхности алмаза. Иногда этот геометрический размер охватывает почти половину поверхности кристалла.

Для наибольшего эстетического восприятия этого поверхностного образования необходимо было совместить математические алгоритмы формирования «купола» с математическими алгоритмами формирования «звёздочки». Выполнение такого сложного алгоритма и приводит к созданию «купола», лучи которого как бы разделяются на две грани, повторяя изначальный абрис поверхности алмаза.

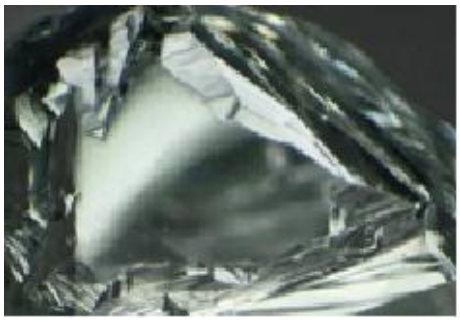


Рис. 14. Приём формирования поверхности «парабола»

«Парабола» (рис. 14).

Такой приём формирования поверхности эффективен как на рёбрах кристалла, так и на его гранях. Параболические поверхности эффективно направляют (отражают) световой поток в заданном направлении (эффект фары).

Каждый из вышеприведённых приёмов обработки поверхности вносит свой вклад в создание общего дизайна вставки. Этот общий дизайн изделия формируется совместно как с формой кристалла алмаза, так и с его морфологией поверхности (рис. 15), создавая единое целое.



Рис. 15. Ювелирные вставки нового типа

Подобный подход к алмазному сырью открывает новые горизонты в создании оригинального дизайна ювелирных изделий (рис. 16), показывает нам красоту и очарование кристалла алмаза в новом ракурсе, раскрывая его поистине неисчерпаемые возможности.



Рис. 16. Ювелирное изделие нового типа

Заключение

Выполненная работа показала, что возможно создание новых ювелирных вставок из природного кристалла алмаза с применением новой технологии обработки и созданием новых дизайнерских решений. В отличии от двумерных плоскостей, формирующих оптическую схему бриллианта, новые ювелирные вставки используют совокупность разработанных трёхмерных конфигураций, определяющих прохождение светового потока всего изделия.

Какова роль и эффективность взаимодействия тех или иных конфигураций при формировании светового потока в каждом конкретном изделии ещё предстоит определить и промоделировать. Ещё предстоит апробировать новые элементы дизайна при формировании вставок на других видах алмазного сырья. Но уже сегодня можно сказать, что созданы общие дизайнерские закономерности – формирование оптики изделия трёхмерными поверхностными конфигурациями.

Основные характеристики изготовления ювелирных вставок этого нового направления определены. Потеря массы алмаза при обработке не превышает ~ 3÷5%. Шероховатость поверхности каждого изделия ~ 5÷10 нм, независимо от её кристаллографической ориентации.

Подобный подход к алмазному сырью позволит эффективно использовать те виды алмазного сырья, которые по своим характеристикам не относятся к ювелирной области, но хранят свой ещё не выявленный потенциал красоты и таинственности, тем самым расширяя и обогащая новые возможности современного ювелирного дизайна.

Показана можливість створення нових ювелірних вставок з природного кристала алмазу із застосуванням нової технології обробки і створенням нових дизайнерських рішень. У відмінності від двовимірних площин, що формують оптичну схему діаманта, нові ювелірні вставки використовують сукупність розроблених тривимірних конфігурацій, що визначають проходження світлового потоку всього виробу.

Ключові слова: *алмазна сировина, оптична схема діаманта, дизайнерське рішення, ювелірна вставка*

The possibility of creating new jewelry inserts made of natural diamond crystal using a new processing technology and the creation of new design solutions. In contrast to the two-dimensional planes, forming an optical circuit diamonds, new jewelry inserts using a set of three-dimensional configurations developed, defining the passage of the luminous flux of the entire product.

***Key words**: rough diamonds, diamond optical layout, design solution, jewellery box*

Литература

1. А. с. 1541034 СССР МПК В 24 В 37/04. Способ обработки плоских поверхностей и устройство для его осуществления // В.Ю. Карасев. – Заявлено 06.08.87; Опубл. 07.02.90, Бюл. № 5.
2. Пат. 2494852 РФ МПК В 24 В 37/04. Способ обработки поверхности твёрдого тела //В. Ю. Карасев. –№ 2012130053; Заявлено 17.07.12; Опубл. 10.10.13, Бюл. № 28.
3. Карасёв В. Ю., Пинтус С. М., Гладченков Е. В., Безпалов О. А. Ювелирная Россия. – 2011. – **33**. – № 3. – С. 71–73.
4. Пинтус С. М., Карасёв В. Ю., Гладченков Е. В. Роль волновых явлений в процессе обработки кристаллов алмаза // Микроэлектроника. – 2011. – **40**. – № 6. – С. 430–440.
5. Заявка на изобретение №2012147891 РФ МПК B28D5/00 (2006.01). Способ обработки алмазов // В. Ю. Карасёв, А. В. Ножкина, С. М. Пинтус. – Заявлено 12.11. 12; Опубл. 20.05.14, Бюл. № 14.

Поступила 31.05.14

УДК 62-988

Н. В. Новиков, академик НАН Украины; **П. А. Балабанов, В. В. Лысаковский, С. Н. Шевчук,** кандидаты технических наук

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

МНОГОПУАНСОННЫЕ АППАРАТЫ ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ С ГИДРОСТАТИЧЕСКИМ ПРИВОДОМ

Представлен литературный обзор истории развития, конструкций и характеристик многопуансонных аппаратов высокого давления с гидростатическим приводом.

***Ключевые слова**: аппарат высокого давления, многопуансонный блок, разрезная сфера.*

Высокое давление и высокую температуру широко применяют для исследований и синтеза новых фаз высокого давления. Под воздействием высокого давления и высокой температуры структура и свойства материалов могут существенно изменяться. В результате изучения этих явлений получают ценные сведения для развития представления о строении вещества. Исследования при высоком давлении также важны для получения материалов с новыми свойствами. Яркие примеры их практического использования – синтез алмаза, кубического нитрида бора, спекание поликристаллических композиционных материалов на их основе. Для создания необходимых параметров применяют специальные аппараты высокого давления (АВД) различных типов, среди которых широко используют многопуансонные. Благодаря сравнительно большому рабочему объему и широкому диапазону создаваемых давлений, указанные АВД широко применяют в промышленности и различных исследованиях, включая синтез новых материалов, изучение фазовых равновесий [1]. В настоящей статье

приведен обзор конструкций и технических характеристик многопуансонных АВД, с гидростатическим приводом, в которых для создания высокого статического давления используют покрытый эластичной оболочкой многопуансонный блок, на внешней поверхности которого (чаще всего сферической) создается гидравлическое давление.

Первый известный и эффективный многопуансонный АВД, предназначенный специально для производства синтетических алмазов, изобрел, сконструировал и построил шведский ученый Балтзар Карл вон Платен (Baltzar Carl von Platen). В конце 30-х годов прошлого века, экспериментируя с различными вариантами многопуансонных устройств, он остановился на шестипуансонной кубической конструкции типа «разрезная сфера» [2].

Шведский аппарат (рис. 1) представлял собой многопуансонную камеру высокого давления *1* (блок пуансонов) со сферической наружной поверхностью диаметром 520 мм (масса одного пуансона составляла около 85 кг), заключенную в непроницаемую для жидкости медную оболочку, состоящую из двух соединенных полусфер *2* и *3* [3]. Этот блок пуансонов находился в цилиндрической камере низкого давления – трубе *4* диаметром 530 мм, обмотанной стальной лентой и закрытой крышками *5* и *6*. Максимальное давление рабочей жидкости внутри камеры низкого давления составляло 600 МПа. Таким образом, прилагаемое к крышкам *5* и *6* максимальное усилие составляло 13200 т. Эта осевая нагрузка воспринималась специальной подобной станине современного гидравлического пресса рамой, также обмотанной стальной лентой и состоявшей из двух полукруглых ригелей, опирающихся на прямоугольные стойки.

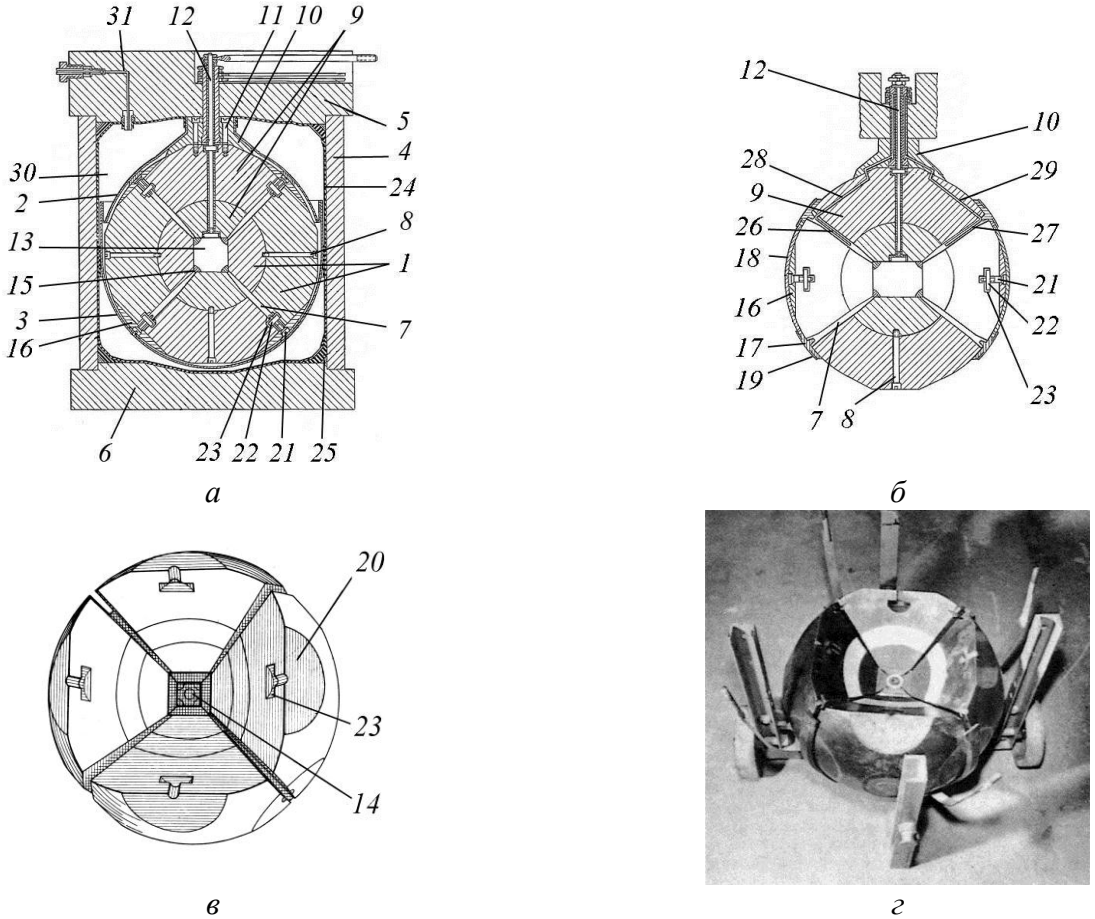


Рис. 1. Схемы шестипуансонного кубического АВД Фон Платена: разрез АВД по оси (а) и диагонали (б) кубической полости высокого давления; в, г – соответственно схема и фото многопуансонного блока

Блок пуансонов *1* представлял собой почти совершенный шар («сферу»), расделенный проходящими через ее центр плоскостями на шесть равных частей (пуансонов), которые можно условно назвать секторами с четырехгранной боковой поверхностью и углом при вершине 90°. Вершины секторов усечены. Таким образом, пуансоны – это усеченные четырехгранные пирамиды с плоскими квадратными вершинами и сферическими основаниями. Благодаря зазорам *7* между пуансонами блок высокого давления мог сжиматься, а пуансоны двигаться к центру сферы, генерируя в ее центре высокое статическое давление. Пуансоны состояли из нескольких частей (в оригинальной версии – трех) из закаленной высокотвердой стали, взаимно сопрягающихся по сферической поверхности разъема, концентрической с поверхностью их основания. Благодаря этому каждую из этих все эти частей легко подвергать термообработке. В пяти пуансонах из шести эти части скрепляли болтами *8*. Шестой пуансон *9*, закрепленный на держателе *10* болтами *11*, скрепляли электрически изолированным от пуансона болтом *12*, предназначенным для подачи электрического тока в полость высокого давления *13* [4].

Когда все шесть секторов – пуансонов были собраны вместе, формируя сферический блок, квадратные поверхности их вершин ограничивали кубический объем – полость высокого давления *13*, центр которого совпадает с центром сферы. В этой полости располагалась ячейка высокого давления – кубический медный контейнер *14*, содержащий электрический элемент сопротивления, электроизоляционные элементы и реакционную смесь для синтеза алмаза. Для предотвращения выдавливания медного контейнера в зазоры между пуансонами на его углах и ребрах были предусмотрены перемычки *15* из закаленной инструментальной стали. Перемычки покрывали тонким слоем свинца, который служил смазкой между ними и поверхностями пуансонов при относительном движении этих частей.

Для того чтобы медная сферическая оболочка *2, 3* не вдавливалась в зазоры *7* между пуансонами, эти зазоры закрывали дисками *16* и *17*, полосками *18* и шайбами *19* из закаленной стали. Для этого на внешнем сферическом основании каждого пуансона фрезеровали четыре плоских участка *20,* расположенных симметрично углов основания пуансона, так, что перпендикуляр к каждой такой плоскости, восстановленный через середину ее единственного прямолинейного края, проходил через центр сферы. Две такие лежащие в одной плоскости поверхности соседних оснований вместе образуют круглую поверхность, если при этом пренебречь зазором между деталями. Все эти круглые поверхности покрывали двенадцатью большими дисками *16* в форме сегмента сферы – сферической внешней поверхности и плоской прилегающей к фрезерованному участку. Диски *16* крепили к пуансонам с помощью болтов *21*, ввинченных в шайбы *22,* расположенные в специально выполненных для этого в пуансонах монтажных пазах *23*.

Благодаря этим дискам пуансоны взаимосвязаны, что предотвращало их свободное вращение, устраняло неизбежные несбалансированные сдвиги и обеспечивало их равномерное продвижение к центру сферического блока при сжатии ячейки высокого давления.

Оставшиеся восемь небольших участков в месте расположения угловых стыков оснований трех соседних пуансонов и соответственно трех зазоров, в которые может быть вдавлена медная сферическая оболочка *2, 3*, также делали плоскими. Оставшиеся незакрытыми поверхности также закрывали малыми дисками *17*, полосками *18* и шайбами *19*. Для уменьшения трения между плоскими поверхностями дисков и основаниями пуансонов на эти поверхности тонким слоем наносили свинец.

Уплотняли цилиндрическую камеру низкого давления с помощью резинового контейнера *24* и колец из мягкого железа *25,* препятствующих вытеканию резины в щель между крышками *5, 6* и цилиндрической камерой *4*.

Перед созданием максимального давления весь сферический блок пуансонов охлаждали до температуры от –40 до –50 ºС с помощью специальных охлаждающих

жидкостей, которые подавали в зазоры многопуансонного блока и выводили из них через соответствующие трубки *26, 27* и каналы *14, 15*, проходящие через пуансон *9*. Электрический ток подавали в ячейку высокого давления через электроввод *12*, а выводили через стенки медного контейнера, пуансоны и медную оболочку.

Давление в камере низкого давления создавали путем нагнетания в ее полость *28* рабочей жидкости (воды или спирта) с помощью гидравлического привода через канал *29*. Поскольку давление в камере высокого давления равно давлению в камере низкого давления, умноженному на отношение площади проекции сферического основания пуансонов на плоскость, параллельную квадратной поверхности их вершины, к площади этой квадратной поверхности вершины, и это отношение составляло около 20:1, расчетное давление в кубическом контейнере в центре сферы могло достигать 12 ГПа. Объем описанного АВД был очень большим с длиной ребра сжимаемого куба 75 мм, т. е. объем превышал 400 см^3. Для нагревания реакционной смеси можно было использовать как электрический ток, так и термитную реакцию. В аппарате получали температуру вплоть до точки плавления графита (свыше 4000 К) [3].

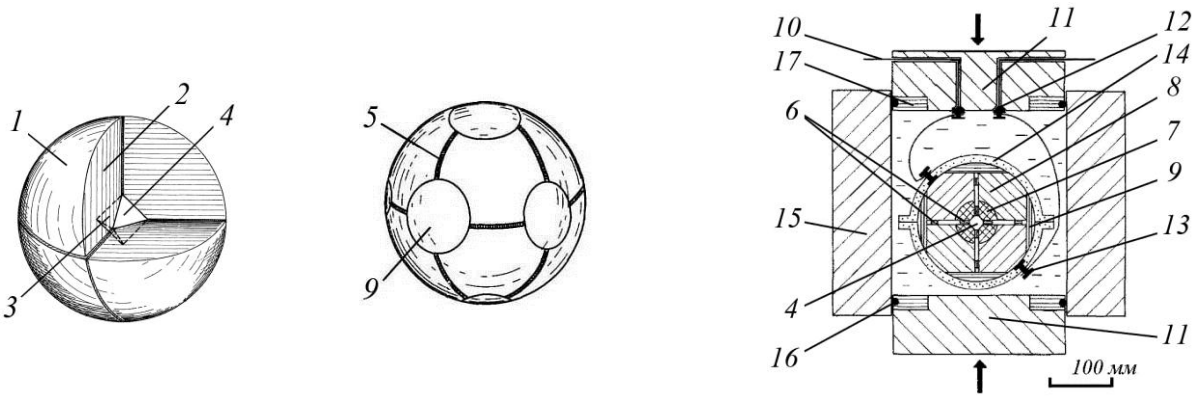
Именно в таком аппарате был осуществлен первый синтез мелких кристаллов алмаза в лаборатории Халварда Лиандера (Halvard Liander) шведской фирмы «ASEA» 16 февраля 1953 г. [5]. Это событие почти на два года опередило первую публичную информацию о синтезе алмазов фирмой «General Electric» 16 декабря 1954 г.

Один из основных недостатков этой установки – длительность подготовки – обусловливался трудностью сборки и разборки узла высокого давления. Следует также учитывать, что внутренние работающие при наибольшей нагрузке части пуансонов сферического блока были выполнены из закаленной стали, и не имели боковой поддержки (медный контейнер не выдавливался в зазоры между пуансонами). В этой связи при создании в аппарате высокого давления в этих элементах должны были возникать напряжения, интенсивность которых существенно превышала предел текучести закаленной стали. Таким образом, при создании давления они неизбежно должны были выходить из строя в связи с пластической деформацией или разрушением, и после каждого эксперимента при высоком давлении требовали замены.

Установка Фон Платена была настолько сложной, что подготовка одного эксперимента могла занимать до четырех месяцев [2]. В отличие от этого сконструированный Говардом Трейси Холлом (Howard Tracy Hall) для фирмы «General Electric» аппарат цилиндрического типа был гораздо проще, так что в день можно было осуществить несколько циклов синтеза. Естественно, даже несмотря на то, что объем образца компании «ASEA» для синтеза первых алмазов в 70 раз превышал объем образца «General Electric», именно последний аппарат начали широко применять в коммерческом производстве промышленных алмазов.

Независимо от Фон Платена следующую конструкцию установки типа «разрезная сфера» разработал Наото Каваи (Naoto Kawai) из Университета Осаки (Япония) [6].

Н. Каваи считал, что с увеличением количества граней сжимаемого полиэдра и соответственно количества сжимающих его пуансонов достижимое в аппарате давление повышается. Поэтому, в отличие от предшествующих авторов, использовал в установке восьмипуансонный сферический блок. Этот блок он заключил в толстую резиновую оболочку, состоящую из двух полусферических частей, и поместил в цилиндрический резервуар с маслом. В этой конструкции сфера делилась тремя взаимно перпендикулярными плоскостями, проходящими через ее центр, на восемь клинообразных секторов – пуансонов (рис. 2), каждый из которых имеет сферическое основание *1*, три боковые грани *2* и плоские усеченные вершины в виде равностороннего треугольника – рабочие торцы *3*. Таким образом, при сборке блока пуансонов в его центре образовывалась полость высокого давления в форме правильного октаэдра *4*.



а *б* *в*

Рис. 2. Схемы восьмипуансонного октаэдрического АВД Каваи: а, б – многопуансонного блока; в – общая АВД

Контейнер ячейки высокого давления имел такую же форму, как полость высокого давления, но несколько больший размер. В качестве материала контейнера использовался пирофиллит – природный минерал, традиционно используемый в различных типах АВД как среда, передающая давление. Таким образом, когда рабочие торцы пуансонов касаются граней пирофиллитового контейнера, между боковыми поверхностями *2* соседних пуансонов остается небольшой зазор *5*, позволяющий пуансонам двигаться и сжимать ячейку высокого давления. В зазорах *5* между боковыми гранями пуансонов размещали мягкие прокладки *6,* помогающие правильно расположить пуансоны вокруг пирофиллитового контейнера перед его сжатием и облегчающие их взаимную юстировку. Эти прокладки предназначены также для электроизоляции пуансонов [7].

В первом исполнении устройство имело сферический блок пуансонов диаметром 80 мм, полностью состоящих из вольфрамо-кобальтового твердого сплава с 3% кобальтовой связки [6]. В следующем исполнении диаметр сферического блока составлял 200 мм. При этом, как и в аппарате Фон Платена, каждый пуансон состоял из нескольких частей: внутренней (сердцевины) *7* и наружной (поддерживающего блока) *8* [7]. В качестве материала сердцевины использовали вольфрамо-кобальтовый твердый сплав с содержанием кобальта 3 или 5 %, а поддерживающий блок изготовили из стали твердостью 61–63 HRC. Обе части пуансона склеивали вместе эпоксидной смолой.

Равномерное сжатие сферического блока диаметром 200 мм обеспечивали диски *9,* расположенные поверх шести участков наружной поверхности блока пуансонов, в которых сходились углы оснований четырех соседних пуансонов. Эти участки, как и в АВД Фон Платена, были выполнены плоскими.

К восьми пуансонам подведены восемь изолированных проводов *10*, пропущенных через верхний из плунжеров *11,* медные конусы *12* и электровводы *13* в резиновой оболочке *14.* Два провода служили для подведения электрического тока в целях нагревания образца, остальные – для электрических измерений его физических свойств.

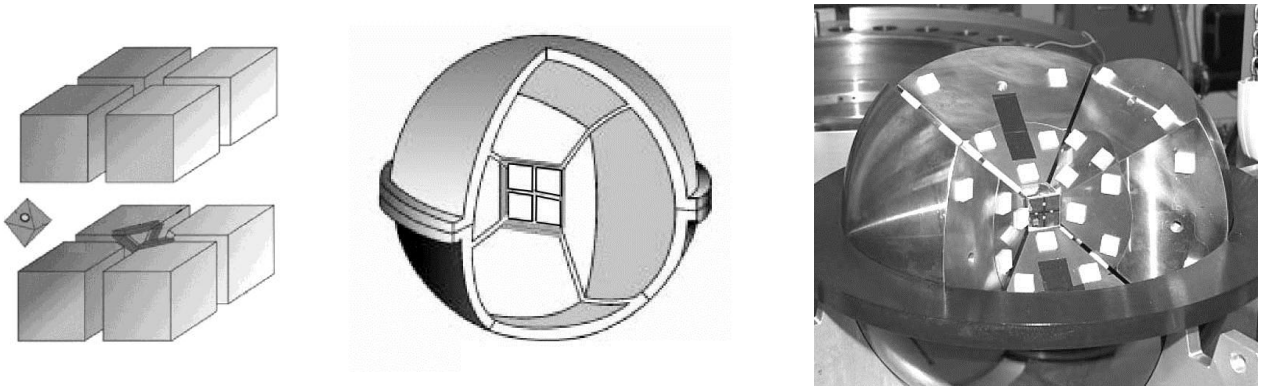
Еще одно существенное отличие этого устройства от АВД Фон Платена состояло в способе создания давления масла в камере низкого давления. В установке Каваи масляный резервуар состоял из цилиндрической емкости *15*, являющейся частью орудийного ствола, и двух плунжеров *11*. Резервуар уплотненялся резиновой кольцевой прокладкой *16* с нейлоновым кольцом *17*. После сборки аппарат устанавливали в одноосный пресс и сжимали усилием 20 МН. С помощью такого способа давление в резервуаре с турбинным маслом достигало 300 МПа.

Образец нагревали пропусканием электрического тока по графитовой втулке-нагревателю, размещенной в пирофиллитовом контейнере. Таким способом температура в

образце достигала 1500 °С. Поскольку в этой конструкции не было предусмотрено внутреннее охлаждение блока пуансонов, аппарат лишь кратковременно выдерживал высокую температуру.

Сообщалось о достижении в этом АВД давления более 45 ГПа при комнатной температуре и более 30 ГПа при температуре 1200 °С [7].

В дальнейшем для расширения диапазона создаваемого в АВД давления был разработан двухступенчатый АВД, названный «октаэдром в кубе» или «ячейкой Каваи» и традиционно обозначающийся «6/8», так как в его конструкции шесть внешних клинообразных пуансонов первой ступени с усеченными квадратными вершинами, образуют в сборе кубическую полость, а расположенные в этой полости восемь внутренних кубических пуансонов второй ступени с усеченными треугольными вершинами формируют в центральной части аппарата октаэдрическую полость с соответствующим ее форме контейнером с исследуемым образцом [8].



а *б* *в*

Рис. 3. Изображения двухступенчатого многопуансонного блока АВД типа «октаэдр в кубе»: а – блок пуансонов второй ступени; б – АВД в сборе; в – фото АВД

Внешние пуансоны были изготовлены из инструментальной стали и в сборе формировали сферу диаметром 200 мм. Для повышения синхронности сближения пуансонов наружной ступени помимо расположенных поверх участков восьми дисков, где сходятся углы оснований трех соседних пуансонов и которые предотвращают их относительное смещение в радиальном направлении, вдоль границ внешних пуансонов были сделаны прорези, в которых размещали бакелитовые шпонки, препятствующие тангенциальному сдвигу наружных пуансонов и способствующие более равномерному сжатию аппарата.

Внутренние кубические пуансоны были изготовлены из вольфрамокобальтового твердого сплава, содержащего 3 % Со. Длина их ребра составляла около 15 мм, длина треугольных рабочих граней – 2 мм. Между этими гранями сжимался пирофиллитовый октаэдрический контейнер с длиной ребра 4 мм. Синхронность движения пуансонов внутренней ступени достигалась благодаря опоре каждой четверки кубических пуансонов на плоскость пуансона наружной ступени.

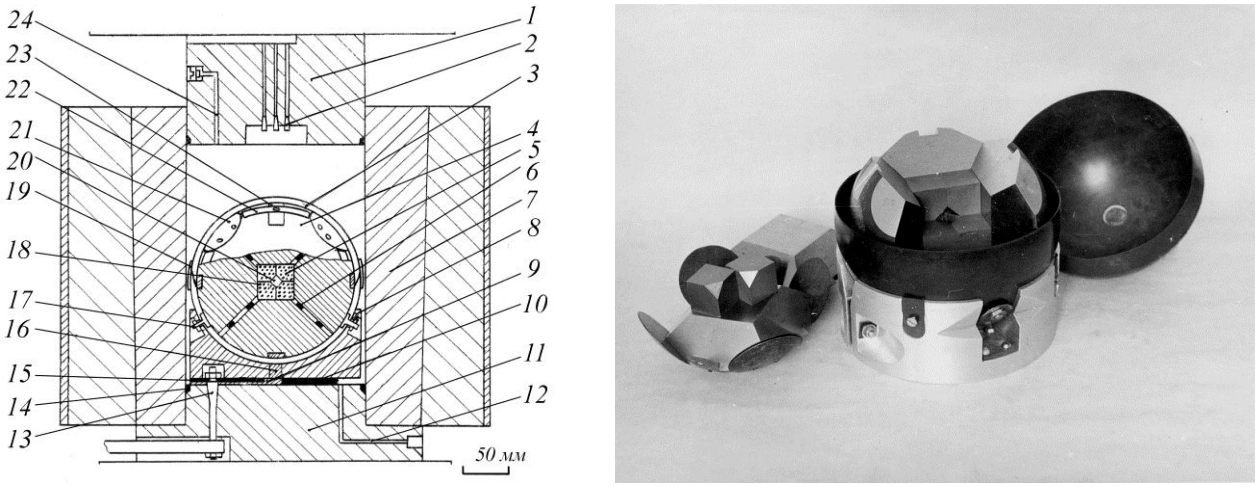
Внутренние пуансоны отделялись от наружных прокладками из слюды. В зазоры между внутренними и наружными пуансонами вставляли изолирующие прокладки толщиной 1 мм. В качестве материала для изолирующих прокладок были испытаны картон, пирофиллит, тальк, нейлон и тефлон. Два последних оказались неприемлемыми из-за чрезмерной деформации в высокотемпературной области. Наилучшие результаты получили при комбинации картона и пирофиллита.

В дальнейшем в двухступенчатых аппаратах с конфигурацией «октаэдр в кубе» внешние пуансоны устанавливали в направляющих блоках и при создании высокого

давления сжимали прессом одноосного сжатия [9–12]. Конструкция такого аппарата более проста, благодаря отсутствию резервуара с маслом он удобнее в эксплуатации, что способствовало его широкому применению. Несмотря на это описанную оригинальную конструкцию Каваи с гидростатическим приводом применяют и в настоящее время в лабораториях для создания давления до 40 ГПа при использовании пуансонов внутренней ступени из алмазного композиционного поликристаллического материала [13; 14].

Дальнейшее развитие конструкции АВД с гидростатическим приводом получили в Институте геологии и геофизики Сибирского отделения АН СССР (г. Новосибирск). Работы по созданию многопуансонной аппаратуры были начаты в 70-х годах XX в. под руководством А. А. Годовикова и И. Ю. Малиновского [15].

Первая версия аппарата принципиально не отличалась от конструкции двухступенчатого аппарата Каваи, однако была конструктивно усовершенствована (рис. 4). Многопуансонный блок не плавал свободно в резервуаре с маслом, его закрепляли на специальной подставке из алюминиевого сплава, состоящей из двух взаимно электроизолированных частей. Непосредственно контактируя с шинами и электроконтактами, подставка исключала необходимость дополнительных электросиловых подводов к блоку пуансонов [16].



а *б*

Рис. 4. Схема (а) и фото (б) двухступенчатого многопуансонного АВД «разрезная сфера» Института геологии и геофизики Сибирского отделения АН СССР: 1 – плунжер; 2 – выводы измерительных проводов; 3 – резиновая оболочка; 4, 5 – пуансон ступени соответственно внешней и внутренней; 6, 9, 16, 18 – электроизоляционные прокладки; 7 – цилиндр контейнера; 8 – подставка; 10, 15 – токоведущие шины; 11 – нижняя крышка; 12 – канал для подсоединения манометра; 13 – электроввод; 14 – уплотнение; 17 – электроконтакт; 19 – резиновый бандаж; 20 – рабочая камера; 21 – угловая крышка; 22 – накладка; 23 – шпонка; 24 – канал для стравливания воздуха

Сферический многопуансонный блок с наружным диаметром 180 мм заключали в герметичный резиновый чехол толщиной 8 мм, состоящий из двух полусфер с коническим срезом в месте стыка. Внутренняя ступень представляла собой 8 кубиков с длиной ребра 20 мм. Герметизации достигали с помощью вакуумной смазки и предварительного уплотнения тонким резиновым бандажом. Через нижнюю полусферу чехла проходили два электроконтакта, соединяющие подставку с двумя противоположными пуансонами внешней ступени. Термопарные и другие измерительные провода выводили через стык между полусферами чехла.

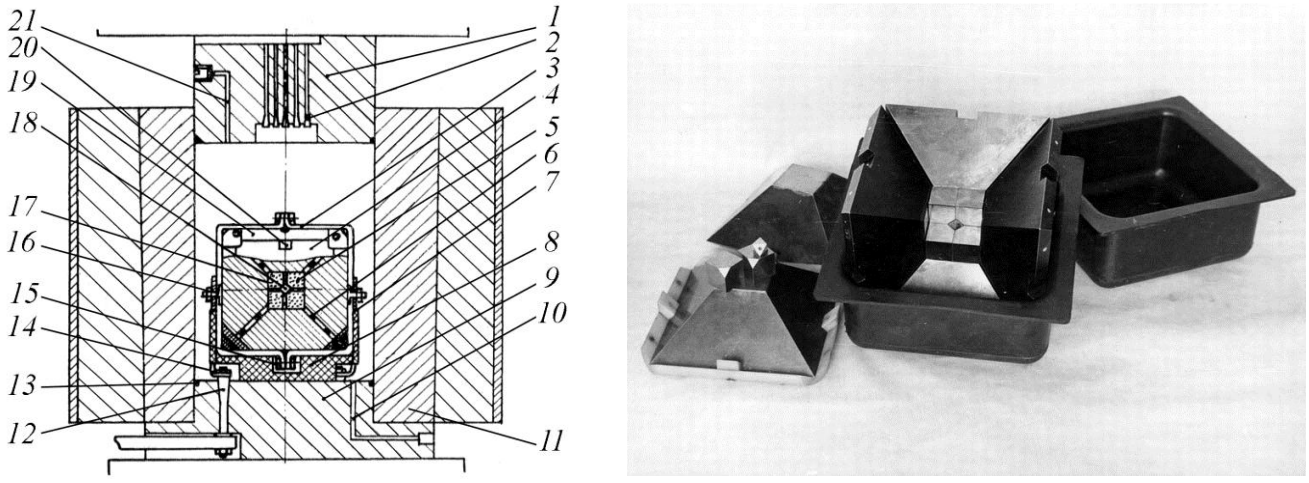
Кроме дисков, расположенных на стыках трех пуансонов, для предотвращения затекания чехла в пазы между внешними пуансонами на участках, не прикрытых дисками, применяли тонкие стальные пластины.

Собранный многопуансонный блок в герметичном резиновом чехле помещали в стальной цилиндрический контейнер внутреннего диаметра 200 мм с трансформаторным маслом. Снизу контейнер закрыт крышкой, сверху – подвижным поршнем. Контейнер с собранным многопуансонным блоком помещали в одноосный пресс усилием 2000 т.

Рассмотренный аппарат не использовали в практических экспериментах. Он послужил моделью аппарата подобного типа, с помощью которого осуществляли методические эксперименты для изучения технологических особенностей аппаратуры [15].

Вторую версию аппарата – «разрезной куб» – использовали в экспериментах по синтезу алмаза в большом объеме, спекания нитрида бора и петрологических исследованиях [15]. В этой конструкции многопуансонный блок имел форму куба высотой 141 мм с закругленными ребрами и вершинами [17]. Шесть стальных пуансонов внешней ступени имели форму усеченной четырехгранной пирамиды. Ребра большого основания были срезаны под углом 45° для образования площадки шириной 10 мм. На площадках каждой пары соседних пуансонов помещали накладки из стеклотекстолита, восполняющие усеченную часть пуансонов до куба и прикрывающие пазы между ними. Начальную центровку и синхронность движения внешних пуансонов к центру осуществляли с помощью двенадцати шпонок из стеклотекстолита, расположенных посредине ребер куба. Исходный зазор между пуансонами обеспечивался прокладками из жесткого пенопласта, наклеенными на грани пуансона (рис. 5).

Кубическая форма наружного блока пуансонов вместо сферической была выбрана из-за того, что эффективная площадь вписанного в цилиндрический контейнер куба (сумма площадей его граней) превышала эффективную площадь вписанной в такой же цилиндрический контейнер сферы (сумма площадей проекции сферических оснований пуансонов на плоскость, перпендикулярную к их оси).



а *б*

Рис. 5. Схема (а) и фото (б) двухступенчатого многопуансонного АВД «разрезной куб» Института геологии и геофизики Сибирского отделения АН СССР: 1 – плунжер; 2 – выводы измерительных проводов; 3 – резиновая оболочка; 4 – пуансоны внешней ступени; 5 – пуансоны внутренней ступени; 6, 17 – электроизоляционные прокладки; 7, 8 – подставки; 9 – нижняя крышка; 10 – канал для присоединения манометра; 11 – цилиндр контейнера; 12 – электроввод; 13 – уплотнение; 14 – медная шина; 15 – рамка для уплотнения резиновой оболочки; 17 – электроконтакт; 18 – рабочая камера; 19 – накладка; 20 – шпонка; 21 – канал для стравливания воздуха

Исходя из эффективной площади и максимального усилия внешней ступени пуансонов «разрезной куб» почти на 25% эффективнее «разрезной сферы» относительно усилия, создаваемого внешней ступенью пуансонов под действием гидростатического давления.

При внутреннем диаметре контейнера 200 мм эффективная площадь одного пуансона внешней ступени составляла 151 см^2. Таким образом, при максимальном усилии пресса 20 МН, давлении трансформаторного масла в резервуаре 600 МПа усилие, создаваемое одним пуансоном, могло достигать 906 т.

Внутренняя ступень «разрезного куба» состояла из 8 кубических пуансонов с ребром длиной 20 или 30 мм, изготовленных из твердого сплава или закаленной стали. Длина ребра октаэдрической полости, образующейся при усечении сходящихся в центре вершин кубов, могла составлять 25–40 мм.

Благодаря реализации внутреннего охлаждения многопуансонного блока через систему капилляров, обеспечивающих непрерывную циркуляцию воды, направляемой резиновыми прокладками по пазам между внутренними пуансонами, температура на рабочих гранях пуансонов внутренней ступени не превышала 120 °С при нагревании образца до температуры 1200–1500 °С [18].

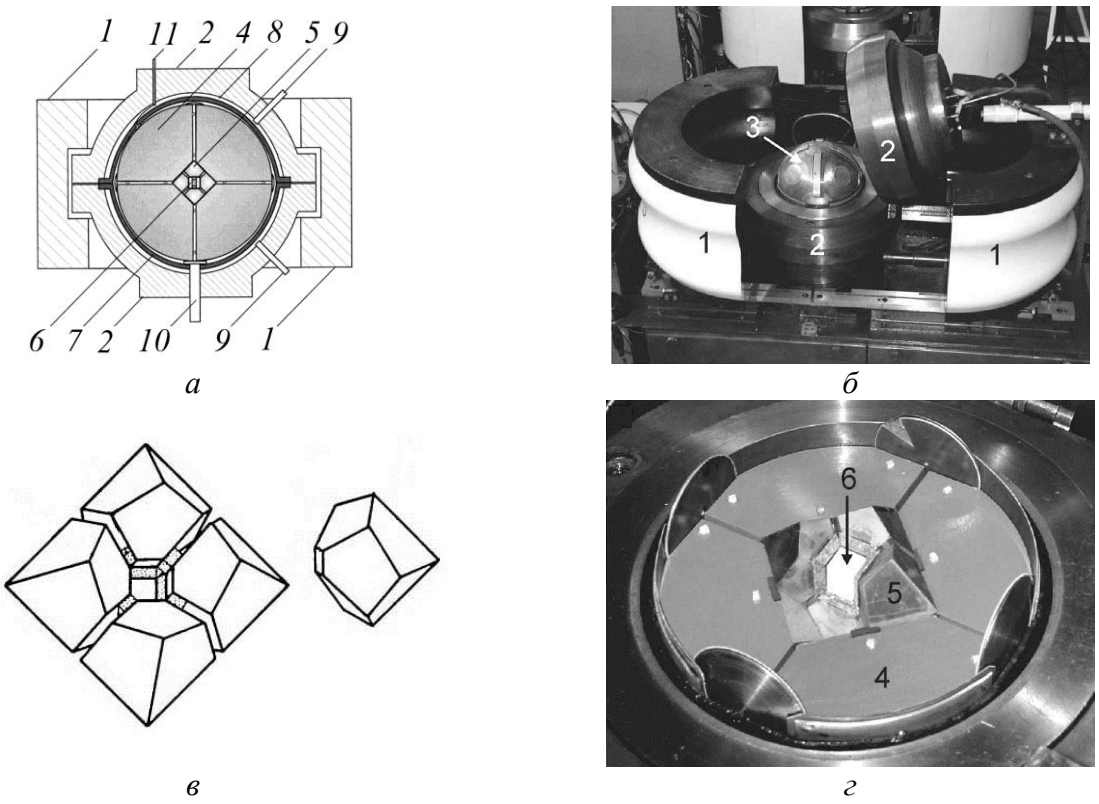
В «разрезном кубе», в отличие от «разрезной сферы», имелись значительные зазоры между гранями куба и внутренней стенкой цилиндрического контейнера. Это обеспечило надежную и простую систему силових электровводов и использовние чехла с отбортовкой в стыковой части для улучшения герметизации многопуансонного блока и выводов термопарных и других измерительных проводов. Герметизации чехла достигали с помощью двух стянутых винтами жестких рамок.

Кроме отмеченных существенное преимущество «разрезного куба» по сравнению с «разрезной сферой» состояло в значительном упрощении технологии изготовления пуансонов внешней ступени.

Оригинальная конструкция из цилиндрического масляного резервуара, расположенного в одноосном прессе, не стала популярной из-за неудобства его открытого резервуара для масла и высокой стоимости пресса.

В начале 80-х годов прошлого века в результате конструкторских и технологических работ в СО РАН был создан усовершенствованный беспрессовый аппарат типа «разрезная сфера» – БАРС [19]. В 90-х годах модификации аппаратов БАРС применяли в странах СНГ и за рубежом [15].

Беспрессовый аппарат "разрезная сфера" (БАРС) представляет собой разъемный в горизонтальной плоскости и раскрывающийся подобно раковине моллюска гидростат со сферической внутренней полостью (рис. 6). Разъемный в вертикальной плоскости раздвигающийся муфтовый затвор *1* скрепляет верхний и нижний полукорпуса *2* гидростата по имеющимся у них фланцам. Этот затвор воспринимает возникающую при работе аппарата осевую силу и заменяет станину гидравлического пресса. В полукорпусах *2* имеются полусферические углубления. В сферической полости между полукорпусами помещен сферический многопуансонный блок *3* [20].



а *б* *в* *г*

Рис. 6. Изображения двухступенчатого многопуансонного АВД типа «куб в октаэдре» Института геологии и геофизики Сибирского отделения АН СССР – беспрессовый аппарат «разрезная сфера» (БАРС): а, в – схемы; б, г – фото АВД в целом (а, б) и внутренней ступени (в, г)

Многопуансонный блок *3* состоит из восьми стальных пуансонов внешней ступени *4*, образующих внутри полость октаэдрической формы, в которую помещены шесть твердосплавных пуансонов внутренней ступени *5*, образующих в центре рабочую камеру в форме куба. В этой связи такой тип двухступенчатого аппарата назван «куб в октаэдре» и обозначен «8/6».

Такую конфигурацию выбрали взамен традиционной исходя из сравнения эффективности этих конструкций по объему центральной ступени пуансонов (параметр, показательный относительно массы применяемых для ее изготовления высокопрочных материалов) и давлению жидкости (параметр, определяющий прочность сосуда, а следовательно, металлоемкость аппарата) при постоянном диаметре сферы, контактном давлении между ступенями, реакционном объеме ячейки высокого давления (ограничен цилиндром, вписанным в многогранник объема полости высокого давления) и давлении в нем [21].

Из расчетов следовало, что в конструкции «8/6» масса пуансонов центральной ступени и давление жидкости в сосуде почти в полтора раза меньше, чем в конструкции «6/8». Кроме того, ячейка кубической формы проста и удобна в изготовлении и использовании.

Шесть пуансонов внутренней ступени *5* представляют собой сложные многогранники, полученные в результате деления октаэдра на шесть равных частей. Одна из пирамидальных вершин каждого пуансона усечена квадратной гранью. Эти грани формируют полость кубической формы с ячейкой высокого давления *6*.

Ячейки высокого давления аппарата БАРС имеют форму куба или прямоугольного параллелепипеда с усеченными ребрами и вершинами. Контейнер ячейки изготавливают прессованием тугоплавких оксидов ZrO_2, CaO, MgO. В расположенное в центре ячейки отверстие установлен нагреватель с образцом [15].

В каждый полукорпус *2* установлен резиновый чехол *7* в виде полусферической оболочки, закрепленной по торцу к полукорпусам так, что между полукорпусами и чехлами образуются две изолированные полости *8*, заполняемые маслом через специальное отверстие *9* в полукорпусах. Следовательно, в закрытом состоянии сферический многопуансонный блок полностью покрыт резиновым чехлом, а при раскрытии имеется непосредственный доступ к пуансонам. Быстрое раскрытие (закрытие) аппарата осуществляется с помощью двух небольших гидроцилиндров, раздвигающих (сдвигающих) полумуфты и поднимающих (опускающих) верхний полукорпус.

В нижний полукорпус гидростата вмонтированы силовые электровводы и каналы для водяного охлаждения *10*. При этом вода циркулирует по зазорам между пуансонами обеих ступеней многопуансонного блока, что обеспечивает возможность длительного высокотемпературного нагревания в рабочем объеме [22].

Электрический ток подается в ячейку через токовводы, контактирующие с двумя пуансонами внутренней ступени. Четыре других пуансона могут быть задействованы для контакта измерительных проводов *11* с термопарой и датчиком давления [15].

Зазоры между пуансонами внешней ступени многопуансонного блока закрыты стальными полосами, прикрепленными винтами к одному из пуансонов. Стыки нескольких пуансонов закрыты стальными дисками. Эти полосы и диски изолированы от пуансонов текстолитовыми прокладками, которые также размещены между пуансонами внешней и внутренней ступеней. Выведенные через эти прокладки медные контакты позволяют создавать независимые электрические цепи для нагревания и одновременно снятия показаний с помещенных в рабочей ячейке датчиков.

В аппарате БАРС масляный резервуар минимизирован до тонкого слоя между резиновой оболочкой и сферической внутренней стенкой сосуда [22]. Две резиновые оболочки прочно прикреплены к краям двух стальных полушарий так, что оператор не контактирует с масляным баком. Вместо большого пресса используют компактный насос, подающий масло в сосуд. Кроме того, аппарат БАРС имеет эффективную систему внутреннего охлаждения стальных и твердосплавных пуансонов, которая подает воду между пуансонами в непосредственной близости к ячейке высокого давления. Благодаря этому удается избежать большой пластической деформации ячейки, которая приводит к неконтролируемому снижению давления и нагревания пуансонов, что сокращает их долговечность. Такая система охлаждения позволяет уменьшить слой теплоизоляции и разместить в ячейке высокого давления большую по размерам реакционную зону, а также проводить высокотемпературные эксперименты в течение нескольких дней.

Аппарат БАРС широко применяют для минералогических исследований и выращивания больших (до 6 карат) ювелирного качества кристаллов алмаза в кубической ячейке высокого давления объемом 8–20 $см^3$ при давлении 5,5–7,5 ГПа и температуре до 2650 °С [23–25]. Это наиболее компактное и одно из наиболее эффективных и экономичных среди известных производящих алмаз устройств.

Аппарат БАРС имеет следующие технические характеристики: номинальное осевое усилие 25 МН, давление гидропривода 250 МПа, диаметр многопуансонного блока 300 мм, габаритные размеры 2,2×1,0×1,2 м, массу 2,8 т [20]. Этот аппарат можно разместить в обычном лабораторном помещении. На площади 100 $м^2$ можно установить до 10 аппаратов БАРС [15].

Рабочий интервал давления в аппарате составляет 2–10 ГПа в зависимости от размеров усеченной рабочей грани пуансонов внутренней ступени, возможно и более высокое давление [15].

Очевидно, расширение диапазона давления до 10–25 ГПа для такой конфигурации возможно простым уменьшением размеров ячейки и рабочей грани внутренних пуансонов. Однако конфигурация «куб в октаэдре» предполагает использование внутренних наковален с единственной рабочей гранью, что становится серьезным неудобством при работе в этом диапазоне давления из-за быстрого выхода из строя рабочей грани вследствие ее пластической деформации или разрушения. В этом случае рациональнее применять конфигураци «октаэдр в кубе», в которой каждый внутренний кубический пуансон, имея восемь углов, может иметь восемь рабочих граней, которые можно использовать одну за другой по мере выхода их из строя [22].

Недавно был изготовлен и испытан аппарат БАРС конфигурации «октаэдр в кубе» со сферическим многопуансонным блоком диаметром 300 мм. Аппарат состоит из шести стальных пуансонов первой ступени, имеющих квадратные рабочие грани с ребром длиной 94 мм, и восьми твердосплавных пуансонов второй ступени с длиной ребра куба 47 мм и рабочей грани 10 или 18 мм. В этом аппарате было получено давление 15,5 ГПа при давлении масла 250 МПа [22].

Благодаря отсутствию тяжелого прессового оборудования и малым габаритам установка БАРС обладает малой металлоемкостью и относительно недорогая, простая, малогабаритная, удобная в эксплуатации.

Во всех предыдущих конструкциях многопуансонный сферический блок был погружен в открытый резервуар с маслом, что подразумевает установку сферы в оболочку вне сосуда и подсоединение ее к силовым и измерительным кабелям в масляном баке; ввинчивание многочисленных болтов для соединения резиновых оболочек, повторение этих действий после эксперимента в обратном порядке; удаление масла. В конструкции БАРС подобные процедуры не нужны, так как масло герметично изолировано в двух полусферических гидравлических камерах, резиновые оболочки прикреплены к краям раскрывающейся камеры. Такое техническое решение значительно повышает применимость аппарата БАРС [22]. Благодаря этому в 2007 г. мировой парк насчитывал около 300 таких аппаратов [15].

Основной недостаток установок БАРС, как и всех многопуансонных АВД с гидростатическим приводом – длительность подготовки эксперимента – обусловлен трудностью сборки и разборки узла высокого давления. В этой связи кроме научных исследований при высоком давлении в геологии, физике, химии и материаловедении область их эффективного практического применения ограничена экспериментами, требующими длительных выдержек при высоком давлении и высокой температуре. Прежде всего речь идет о коммерческом выращивании монокристаллов алмаза, продолжительность роста которых составляет десятки и сотни часов.

Наведено літературний огляд історії розвитку, конструкцій і характеристик багатопуансонних апаратів високого тиску з гідростатичним приводом.

***Ключові слова**: апарат високого тиску, багатопуансонний блок, розрізна сфера.*

The literary review of history of development, designs and characteristics of multianvil high pressure apparatuses with a hydrostatic drive is presented.

***Key words**: high pressure apparatus, multianvil block, split sphere.*

Литература

1. Liebermann R. C. Multi-anvil, high-pressure apparatus: A half century of development and progress // High Pressure Research. – 2011. – **31. –** N 4. – P. 493–532.
2. Lundblad H. Swedish synthetic diamond scooped the world 37 years ago // Indiaqua. – 1990. – N 55/1. – P. 17–23.
3. B. Von Platen, A multiple piston, high pressure, high temperature apparatus, in Modern Very High Pressure Techniques, R. H. Wentorf, Ed., Butterworths, Washington, 1962. – P. 118–136.
4. Pat. 3118177 USA. Autoclave / B. C. Von Platen. – Publ. 21.01.1964.
5. Liander H., Lundblad E. Some observations on the synthesis of diamonds // Ark. Kemi. – I960 – V. 16. – P. 139–149.
6. Kawai N. A static high pressure apparatus with tapering multi-pistons forming a sphere // I. Proc. Jpn. Acad. – 1966. – **42**(**4**). – P. 385–388.
7. Kawai N., Endo S. and Ito K. Split sphere high-pressure vessel and phase equilibrium relation in the system Mg_2SiO_4–Fe_2SiO_4 // Phys. Earth Planet. Inter. – 1970. – **3**. – P. 172–175.
8. Kawai N. and Endo S. Generation of ultrahigh hydrostatic pressures by a split sphere apparatus // Rev. Sci. Instrum. – 1970. – **41**(**8**). – P. 1178–1181.
9. Kawai N., Togaya M., Onodera A. A new device for pressure vessels // Proc. Jpn. Acad. – 1973. – **49**. – 623–626.
10. Ohtani E., Irifune T., Hibberson W. O., Ringwood A. E. Modified split-sphere guide block for practical operation of a multiple-anvil apparatus // High Temp. High Press. – 1987. – **19**. – P. 523–529.
11. Onodera A. Octahedral-anvil high-pressure devices // High Temp. High Press. – 1987. – **19**. – P. 579–609.
12. Walker D., Carpenter M. A., Hitch C. M. Some simplifications to multianvil devices for high pressure experiments // Am. Mineral. – 1990. – **75**. – P. 1020–1028.
13. Ono S., Ito E., and Katsura T. Mineralogy of subducted basaltic crust (MORB) from 25 to 37 GPa, and chemical heterogeneity of the lower mantle // Earth and Planetary Science Letters. – 2001. – **190**. – P. 57–63.
14. Stewart A.J., Schmidt M.W., van Westrenen W., and Liebske C. Mars: A new core-crystallization regime // Science. – 2007. – **316**. – P. 1323–1325.
15. Чепуров А. И. Беспрессовые аппараты «разрезная сфера» (БАРС): история создания и перспективы применения // Синтез, спекание и свойства сверхтвердых материалов: сб. науч. тр. / отв. ред. Н. В. Новиков, А. А. Шульженко. – К.: Ин-т сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины., 2011. – С. 72–76. (Сер. Материаловедение).
16. Ран Э. Н., Малиновский И. Ю., Паньков М. С. Аппарат высокого давления типа «Разрезная сфера» // Экспериментальные исследования по минералогии (1972–1973): сб. науч. тр. – Новосибирск, 1974. – С. 165–169.
17. Ран Э. Н., Малиновский И. Ю. Кубический двухступенчатый аппарат с гидростатическим приводом // Экспериментальные исследования по минералогии (1974–1975): сб. науч. тр. – Новосибирск, 1975. – С. 149–154.
18. Чепуров А. И., Пальянов Ю. Н., Хохряков А. Ф. и др. Морфология кристаллов алмаза, синтезированных в системе Ni–Mn–C на аппарате типа «разрезной куб» // Проблемы теоретической и генетической минералогии. – Новосибирск: Наука, 1981. – С. 38–40.
19. Malinovsky I. Yu., Shurin Yu. I., Ran E. N. A new type of the «split sphere» apparatus (BARS) // Phase transformations at high pressures and temperatures: applications of geophysical and petrological problems: International Symposium, Abstracts. – Japan, Misasa: Tottori-ken, DELP, 1989. – P. 12.

20. Пальянов Ю. Н., Малиновский И. Ю., Борздов Ю. М. и др. Выращивание крупных монокристаллов алмаза на беспрессовых аппаратах типа «разрезная сфера» // Докл. АН СССР. – 1990. – **315**, – № 5. – С. 1221–1224.
21. Малиновский И. Ю., Годовиков А. А., Ран Э. Н., Чепуров А. И. Анализ основных параметров и выбор оптимальной конструкции многопуансонного блока аппаратов типа «разрезная сфера» // Сверхтвердые материалы: тез. докл. Междунар. семинара. – К., 1981. – Т. 1. – С. 45–46.
22. Shatskiy A., Borzdov Y. M., Litasov K. D. et al. Pressless split-sphere apparatus equipped with scaled-up Kawai-cell for mineralogical studies at 10–20 GPa // Am. Mineral. – 2011. – **96**(**4**). – P. 541–548.
23. Pal'yanov Y. N., Sokol A. G., Borzdov Y. M. et al. The diamond growth from Li_2CO_3, Na_2CO_3, K_2CO_3 and Cs_2CO_3 solvent-catalysts at P = 7 GPa and T = 1700–1750 °C // Diamond and Related Materials. – 1999. – **8**. – P. 1118–1124.
24. Pal'yanov Y. N., Borzdov Y. M., Khokhryakov, A. F. et al. Effect of nitrogen impurity on diamond crystal growth processes // Crystal Growth and Design. – 2010. – **10**. – P. 3169–3175.
25. Litasov, K. D., Shatskiy, A. F., Pal'yanov Y. N. et al. Hydrogen incorporation into forsterite in Mg_2SiO_4–$K_2Mg(CO_3)_2$–H_2O and Mg_2SiO_4–H_2O-C at 7,5–14,0 GPa // Russian Geology and Geophysics. – 2009. – **50**. – P. 1129–1138.

Поступила 17.06.14

УДК 548.736

В. В. Лысаковский, канд. техн. наук

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

ПРОБЛЕМЫ ВЫРАЩИВАНИЯ МОНОКРИСТАЛЛОВ АЛМАЗА НА ЗАТРАВКАХ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ШЕСТИПУАНСОННЫХ АППАРАТОВ ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ БОЛЬШОГО ОБЪЕМА

Проанализирован уровень развития области техники высоких давлений, применяемой для выращивания монокристаллов алмаза в области термодинамической стабильности. С учетом этого рассмотрены вопросы о проведении исследований с использованием шестипуансонного аппарата высокого давления китайского производства. Разработаны система управления и сопряженная с ней система охлаждения. Приведены результаты испытания установки для выращивания монокристаллов алмаза методом температурного градиента.

***Ключевые слова**: монокристалл, алмаз, аппарат высокого давления, шестипуансонный аппарат.*

В настоящее время, метод температурного градиента [1; 2] применяют для выращивания структурно совершенных монокристаллов алмаза массой до 5 карат в области термодинамической стабильности. Для обеспечения необходимых условий выращивания (давления 5,5–7,5 ГПа и температуры 1350–1600 °С) используют аппараты высокого давления (АВД) типов «белт», «БАРС» и «тороид». Применяя АВД типа «белт», зарубежные ученые [1] разработали метод температурного градиента позволивший изучать закономерности зародышеобразования и кинетику роста монокристаллов алмаза типов Ib, IIa и IIb на затравке при высоких давлениях и температурах.

Однако наиболее часто для выращивания монокристаллов алмаза методом температурного градиента используют АВД типа «БАРС». Как базовый, этот аппарат применяли для выпуска кристаллов типа Ib массой 2–4 карата на специализированном предприятии «Gemesis» (Флорида, США). Для производства использовали более 100 АВД. Такими же установками для выращивания монокристаллов алмаза укомплектованы компании «ВОТ» (Москва, Россия) – более 60 установок, «Адамас» (Минск, Белоруссия) – более 40, Институт геологии и минералогии Сибирского отделения РАН (Новосибирск) – около 20.

Аппарат типа «тороид» разработали и применяют в Институте сверхтвердых материалов НАН Украины, а также в компаниях «Sed Krist» (г. Ное Зедин, Германия) и «IRR-Synthesis» (г. Амстердам, Нидерланды). Однако, в силу конструктивных особенностей этих АВД высокотехнологичное и высокоэффективное производство монокристаллов алмаза с их применением в настоящее время проблематично. В частности АВД типа «белт» имеет сложную конструкцию и высокую стоимость прессовых установок, АВД типа «БАРС» и «тороид» – малые объемы полости высокого давления и ростовой ячейки, увеличить которые чрезвычайно сложно в связи с тем, что это требует значительных конструктивных изменений и АВД, и прессовых установок для их нагружения.

Привлекателен для использования в целях выращивания высококачественных монокристаллов алмаза кубический пресс китайского производства (China cubic press – CCP). Аппаратуру этого типа в КНР начали производить в 1961 г. В результате создали высокоэффективный АВД, позволяющий надежно и стабильно создавать давление до 8 ГПа. Последние 10 лет такие аппараты применяют для производства шлифпорошков алмаза. Благодаря достаточно простой конструкции и большому рабочему объему, в котором кристаллизируются алмазные порошки, эта аппаратура позволила совершить гигантский количественный скачок в производстве алмазных порошков и поликристаллов из них. Согласно данным китайских источников в 2012 г. с использованием таких аппаратов в Китае было выпущено более 12 миллиардов карат алмазной продукции. Китайская промышленность освоила производство CCP-аппаратов с диаметром плунжера 500–850 мм, что позволило проводить нагружение с до 60 МН (рис. 1).



Рис. 1. Общий вид шестипуансонного пресса высокого давления CCP с маслостанцией, гидравлическим шкафом и панелью управления; габариты пресса – высота 3,1 м, максимальные поперечные размеры 2,7×2,7 м, общая масса 42 т, производство специализированного завода, г. Гулинь, КНР

Достаточно простая технология создания высокого давления и обслуживания ССР, а также высокая стойкость твердосплавных деталей, обеспечивающих сжатие контейнеров в полости высокого давления, сравнительно низкая стоимость АВД этого типа привлекательны для применения в целях выращивания монокристаллов алмаза в области термодинамической стабильности методом температурного градиента.

Для развития технологии выращивания алмазов на затравках с использованием ССР следует решить две первостепенные методические задачи:

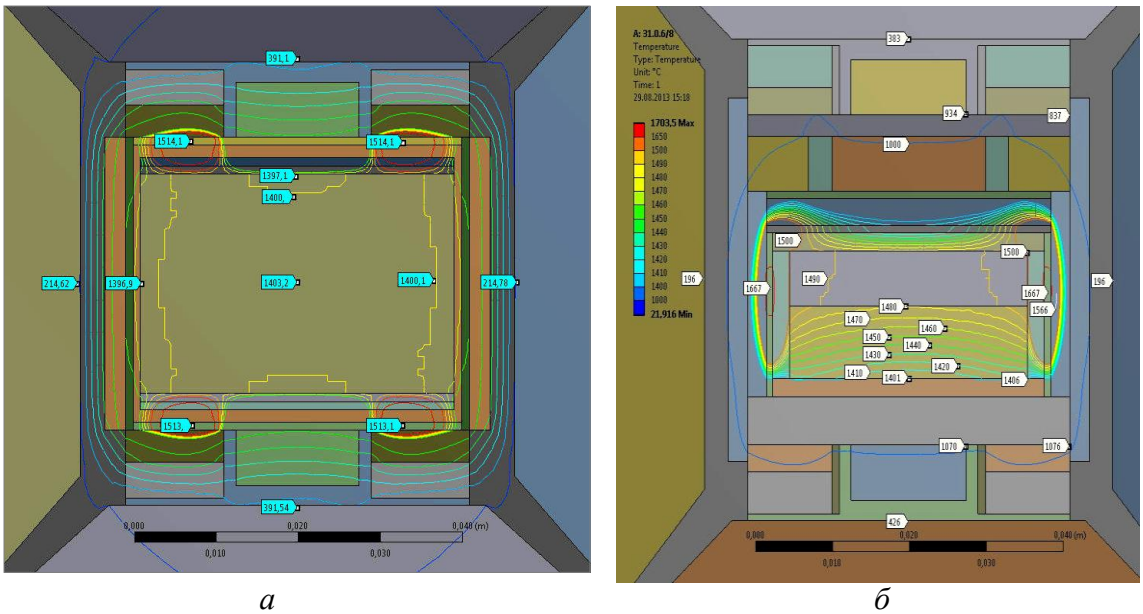
- осуществить высокоточное управление температурой нагрева ростового объема с точностью ±5 °С;
- создать специальные методы охлаждения пуансонов, позволяющих с достаточно высокой точностью изменять их температуру и поддерживать ее на заданном уровне.

Эти две проблемы взаимосвязаны и можно говорить о необходимости создания одной общей системы контроля и управления нагревом, сопряженной с системой охлаждении.

Для поддержания заданной температуры в реакционном объеме при использовании ССР необходимо создать такую систему, которая будет обеспечивать поддержание и стабилизацию заданной мощности с точностью ±0,1%, осуществлять контроль и регулирование параметров процесса выращивания (тока нагрева, напряжения и мощности) в течение 100 ч и более, а также предупреждать аварийные ситуации путем автоматического отключения при достижении граничных значений с оповещением персонала и записью истории выращивания.

Для определения особенностей применения ССР для выращивания монокристаллов алмаза на затравке испытали прессовую установку CS-VII (см. рис. 1) с диаметром плунжера 560 мм и усилием нагружения до 27,5 МН. Этот АВД до 2008 г был основным для производства алмазных порошков в КНР и с учетом опыта работы с ним были разработаны последующие его конфигурации – CS-VIII, CS-IX … CS-XIII с диаметром плунжеров 650, 750 … 850 мм и т. д. и максимальным усилием нагружения 37, 42 … 55 МН соответственно.

Контейнер, разработанный для аппарата ССР типа CS-VII, который используют в производстве алмазных шлифпорошков (рис. 2 *а*), можно условно разделить на три составляющие относитель применения конструкционных материалов: обеспечение, поддержание и стабилизация давления, теплоизоляционные материалы ростового объема, резистивная система нагревания реакционной шихты.



а *б*

Рис. 2. К расчету температурных полей с использованием метода конечных элементов в ячейке шестипуансонного пресса для выращивания алмазных шлифпорошков (а) и монокристаллов алмаза методом температурного градиента (б)

Контейнеры для ССР изготовляют из прессованного пирофиллита, который хорошо деформируется и за счет фрикционных свойств при сжатии обеспечивает формирование сжимаемой прокладки по контуру полости высокого давления, надежно запирающей рабочий объем и осуществляющей боковую поддержку твердосплавных пуансонов.

В качестве теплоизоляции пирофиллитового контейнера от перегрева при температуре 800–1000 °С в зависимости от температуры в ростовой ячейке и длительности цикла выращивания используют прессованный порошок доломита со связующим на основе силикатного клея. Электроизоляция реакционного объема выполнена из мелкодисперсной окиси магния, которая формуется с добавлением водного раствора SiO_2.

Резистивная система электронагрева ростового объема пирофиллитового контейнера составлена из колец и дисков заданной конфигурации, изготовленных из графита (природного чешуйчатого и терморасширенного прокатанного) с токовводами из стали, предотвращающими контакт графита с твердым сплавом.

Результаты анализа распределения температуры в контейнере, предназначенного для производства шлифпорошков, и экспериментов по выращиванию монокристаллов алмаза на затравке показали, что применяемые для его изготовления материалы (рис. 2 *а*), не выдерживают длительных циклов выращивания.

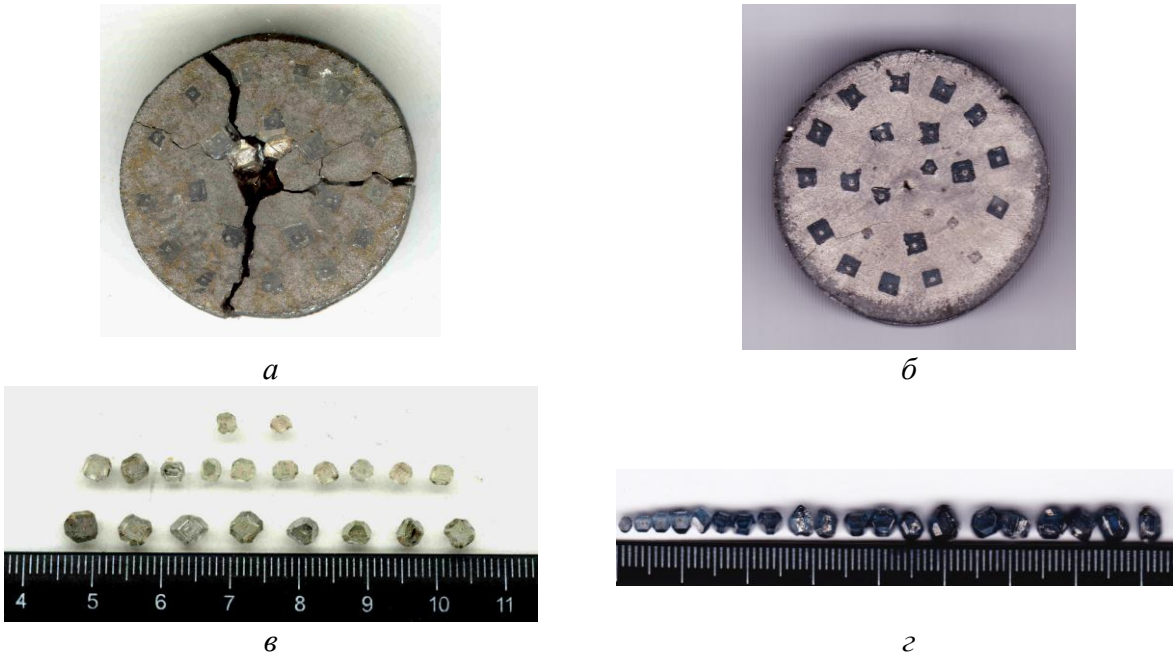
Для выращивания монокристаллов алмаза методом температурного градиента разработали ячейку улучшенной теплоизоляции и конструкции системы нагревания в целях обеспечения необходимого градиента в ростовом объеме (рис. 2 *б*). Усовершенствования ростовой ячейки, примененные в работе с прессом CS-VII, позволили осуществлять выращивание при высоком давлении и высокой температуре в течение 100 ч и более и получать монокристаллы алмаза. Однако длительные циклы выращивания структурно совершенных образцов возможны при условии использования специальной системы контроля и управления параметрами электрического нагрева. Кроме того, в функции управления температурой необходимо предусмотреть учет данных по охлаждению пуансонов, температуры и величины протоков охлаждающей жидкости.

Комплектация стандартной установки типа ССР, которую обеспечивает завод-изготовитель, не пригодна для контроля и управления температурой ростовой ячейки, поскольку не обеспечивает необходимого теплового режима пуансонов и других деталей пресса. Для прецизионного управления выращиванием разработали систему, из логико-исполнительных блоков, обеспечивающих контроль и управление:

- мощностью нагрева с точностью 0,1%;
- давлением масла в плунжерах с точностью ±0,1 атм;
- температурой хладагента с точностью ±0,5 °С и возможностью нагрева/охлаждения ростовой ячейки со скоростью 0,2–0,5 °С/с.

Разработанные ростовые ячейки и систему контроля-управления температурой использовали для экспериментальных работ по выращиванию оптимального количества кристаллов за один цикл. Образцы выращенных монокристаллов алмаза типов IIa и IIb показаны на рис. 3. Как видим, все полученные кристаллы довольно высокого структурного совершенства.

Полученные результаты свидетельствуют о возможности разработки новых методов и способов выращивания монокристаллов алмаза в области термодинамической стабильности для различных технологических целей.



а *б*

в *г*

Рис. 3. Общий вид монокристаллов алмаза, выращенных в шестипуансонном АВД (пресс CS-VII) в раствор-расплавных системах Fe–Al–C (а, в) и Fe–Al-B–C при давлении 5,7±0,1 ГПа, температуре 1450 °С, длительность циклов выращивания 72 ч: а, б – типа IIa и IIb соответственно в сплаве-растворителе; в – типа IIa после извлечения из сплава-растворителя (общая масса – 8,32 карата); г –типа IIb (общая масса – 7,11 карата)

Проаналізовано сучасний рівень розвитку галузі техніки високих тисків застосовуваної для вирощування монокристалів алмазу і в області термодинамічної стабільності. З урахуванням цього розглянуто питання про виконання досліджень з використанням шестипуансонного апарату китайського виробництва. Розроблено систему управління і поєднану з нею систему охолодження. Наведено результати випробування устаткування для вирощування монокристалів алмазу методом температурного градієнта.

***Ключові слова**: монокристал, алмаз, апарат високого тиску, шестипуансонний апарат*

The analysis of the current level of the art high pressure used for growing single crystals of diamond and in the region of thermodynamic stability. With this in mind for research was selected the most used and common six anvil apparatus maid in China. Management system designed conjugate with the cooling system and its testing in growing single crystals of diamond by the temperature gradient method.

***Key words**: single crystal diamond, high-pressure apparatus, six anvil apparatus*

Литература

1. Strong H. M., Wentorf R. H. The growth of large diamond crystals // J. Naturwissenschften. – 1972. – V. 59. – N 1. – P. 1–7.
2. Wentorf R .H. Some studies of diamond growth rates // J. Phys. Chem. – 1971. – V. 75. – N 12. – P. 1833–1837.

Поступила 26.06.14

УДК 548.736

В. В. Лысаковский, канд. техн. наук; **Н. В. Новиков**, академик НАН Украины;
В. В. Нагорный, Т. С. Панасюк, В. А. Каленчук, О. С Гуцу[1];
Ван Дуфу, **Ван Шенлинь**[2]

[1]*Институт сверхтвердых материалов им. В.Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев*
[2]*Компания «Best Environment Ltd.», г. Цзинань, Китай*

КИНЕТИКА РОСТА МОНОКРИСТАЛЛОВ АЛМАЗА В ШЕСТИПУАНСОННОМ АППАРАТЕ ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ

Рассмотрены особенности выращивания монокристаллов алмаза типов Ib, IIa и IIb в шестипуансонном аппарате высокого давления методом температурного градиента. Приведена оптимизированная скорость роста для получения структурно-совершенных кристаллов и характеристики их выхода при использовании разработанных ростовых ячеек при максимальной длительности цикла выращивания до 96 ч.

Ключевые слова: *монокристалл, алмаз, аппарат высокого давления, шестипуансонный аппарат.*

С учетом опыта работы с аппаратами высокого давления (АВД) ССР-типа можно заключить, что для конструирования ростовых ячеек, обеспечивающих требуемые осевые и радиальные градиенты температуры и их соотношение в ростовом объеме, температуру необходимо рассчитывать методом конечных элементов [1]. Такой подход позволяет осуществлять компьютерное моделирование тепловых полей при использовании заданных конфигураций элементов резистивного нагревания и требуемых материалов теплоизоляции [2; 3]. С использованием указаного метода создана ячейка АВД ССР-типа, обеспечивающая выращивание монокристаллов алмаза различных типов массой 1 карат и более.

Схема ростового объема ячейки шестипуансонного АВД ССР-типа с изолиниями распределения температуры показана на рис. 1.

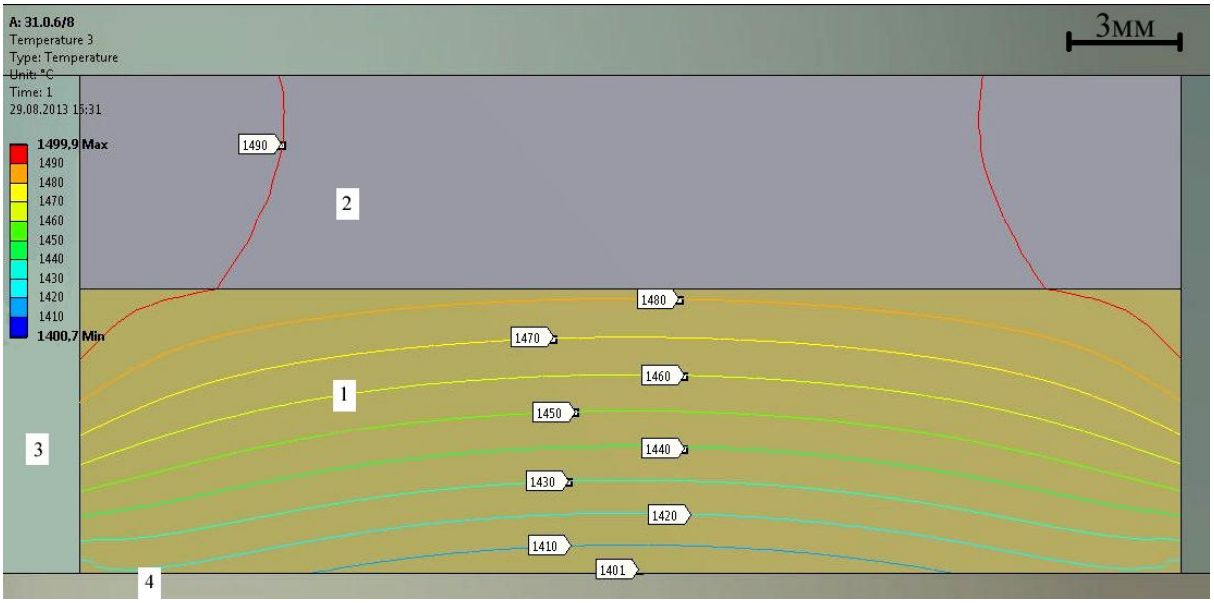
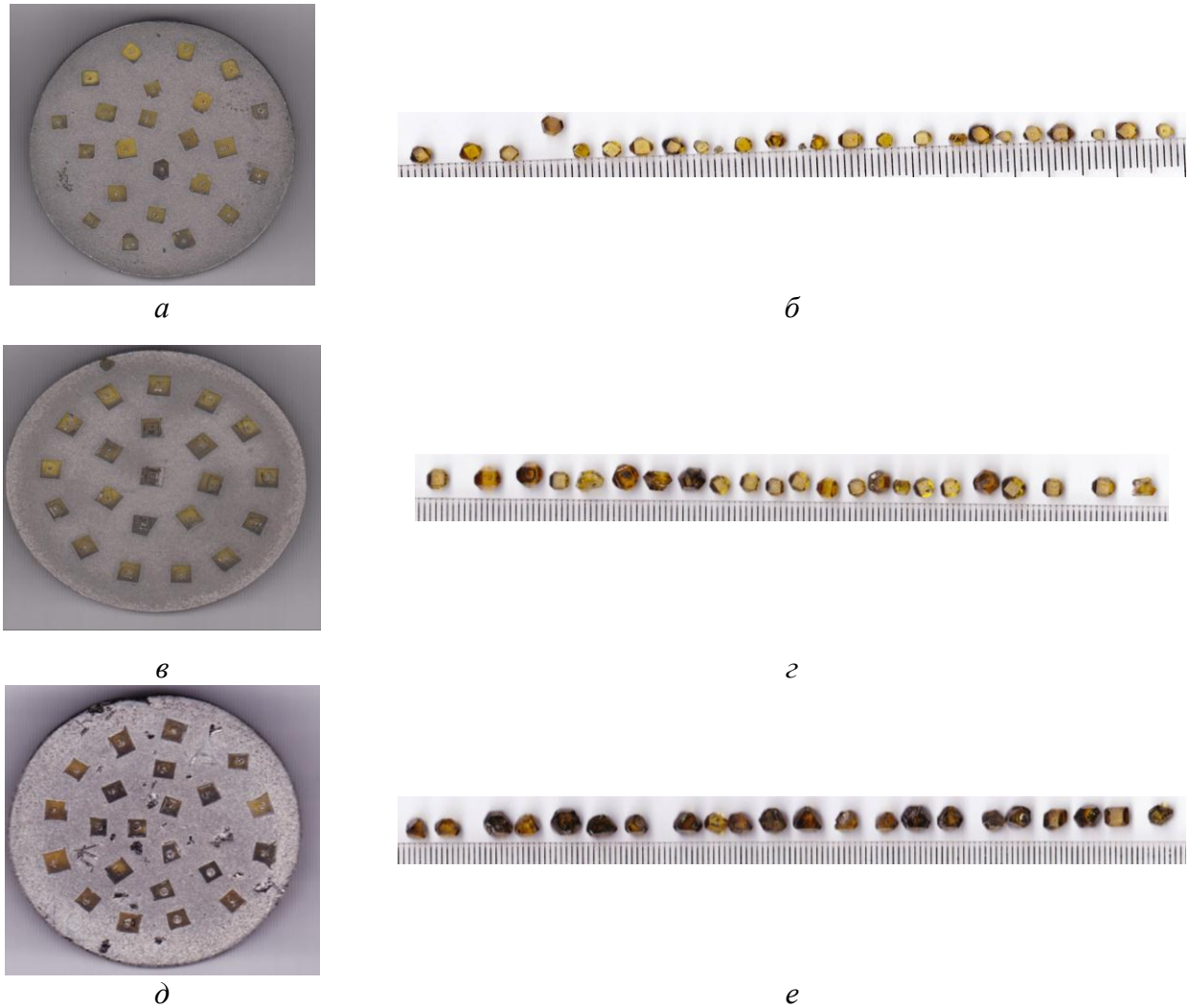


Рис. 1. Схема распределения температуры в ростовом объеме ячейки шестипуансонного АВД.1 – источник углерода; 2 сплав-растворитель; 3 – изоляция ростового объема; 4 – подложка с затравочными кристаллами

Перепад температуры от источника к подложке с затравочными кристаллами составляет ~83 °С, радиальный температурный градиент 3–4 °С/мм, что определяет различную скорость роста кристаллов, расположенных на центральной и периферийной частях подложки в сплаве-растворителе.

Для создания высокого давления в ростовой ячейке использовали шестипуансонный пресс ССР-типа марки CS-VII (диаметр плунжера – 560 мм) с максимальным усилием на каждый пуансон 27 МН. Контейнер изготовили из прессованного пирофиллита в виде куба со стороной длинной 58 мм. Исследования проводили при высоком давлении 5,7±0,1 ГПа и температуре 1400–1450 ºС. Длительность циклов выращивания составляла 30–96 ч. Для выращивания монокристаллов алмаза методом температурного градиента [4;5] применяли сплав-растворитель Fe–Ni и Fe–Al, изготовленные вакуумно-индукционной плавкой. Затравочная система состояла из 21 или 23 кристаллов, ориентированных гранью куба к сплаву и изолированных платиновой фольгой толщиной ~0,025 мм. Полученные в циклах выращивания разной продолжительности монокристаллы типов Ib, IIa и IIb показаны на рис. 2.



а *б* *в* *г* *д* *е*

Рис. 2. Общий вид монокристаллов алмаза типа Ib, выращенных с использованием пресса CS-VII (растворитель – Fe–Ni) при высоком давлении (5,5 ± 0,1 ГПа) и высокой температуре (1400–1450 ºС): а – после выращивания в течение 30 часов размером 1,4–3,6 мм и общей массой 6,8 карата (б); в – после выращивания в течение 72 ч. общей массой 11,3 карата и размером 2,1–5,7 мм (г); д – после выращивания в течение 90 ч. с размером 4,3–7,2 мм и общей массой 18,2 карата (е)

При выращивании монокристаллов алмаза типа Ib в многопуансонном АВД CS-VII провели эксперименты при различной выдержке – 48, 72 и 96 ч. При цикле выращивания в течении 48 ч, получили 23 образца массой 0,13–0,45 карата, общая масса составляла 6,3 карат (рис. 2 *а, б*). Все выращенные кристаллы не содержали включений сплава-растворителя. При этом габитус монокристаллов кубоктаэдрический, соотношение граней куба и октаэдра приблизительно одинаковое. Три монокристалла, расположенные в центральной области подложки, содержали включения сплава-растворителя размером до 0,5 мм вблизи наружной поверхности.

При цикле выращивания в течении 72 ч получили 21 образец массой 0,28–0,93 карата; общая масса составляла 11,3 карата (рис. 2 *в, г*). Следует отметить, что масса монокристалла алмаза, расположеного в центре была наибольшей; при этом, он содержал включения сплава-растворителя размером до 2 мм. Семь кристаллов, которые росли в центральной части на подложке, содержали включения сплава-растворителя размером до 0,5 мм. Остальные выращенные образцы отличались высоким структурным совершенством, хотя некоторые из них содержали включения размером до 0,05 мм. В результате исследования пришли к выводу, что форма выращиваемых кристаллов и развитие их граней зависят от месторасположения на подложке – в центральной области наблюдали хорошо развитые грани октаэдра, соотношение площадного развития граней (100) и (111) составляло ~30/70; остальные кристаллы, выращенные на периферии, имели приблизительно одинаковое развитие граней куба и октаэдра.

При увеличении длительности цикла выращивания до 96 ч выраслили 22 образца массой 0,45–1,36 карата; общая масса составляла 18,2 карата (рис. 2д, е). Монокристаллы алмаза, выращенные в центральной области ростового объема, содержали много больших (до 2 мм) включений сплава-растворителя, образованных на разных стадиях роста. Все остальные кристаллы представляли собой образцы высокого структурного совершенства и не содержали включений до 0,1 мм. В этом случае габитуса кристаллов изменялся аналогично циклу длительностью 72 ч при переходе от центра ростовой ячейки к периферии (рис. 2 *г*).

На основе разработанной ростовой ячейки (см. рис. 1) также изучали изменение массы выращиваемых кристаллов типа IIa. Кинетические данные для этого случая, вместе с результатами, полученными для образцов типа Ib, показаны на рис. 3.

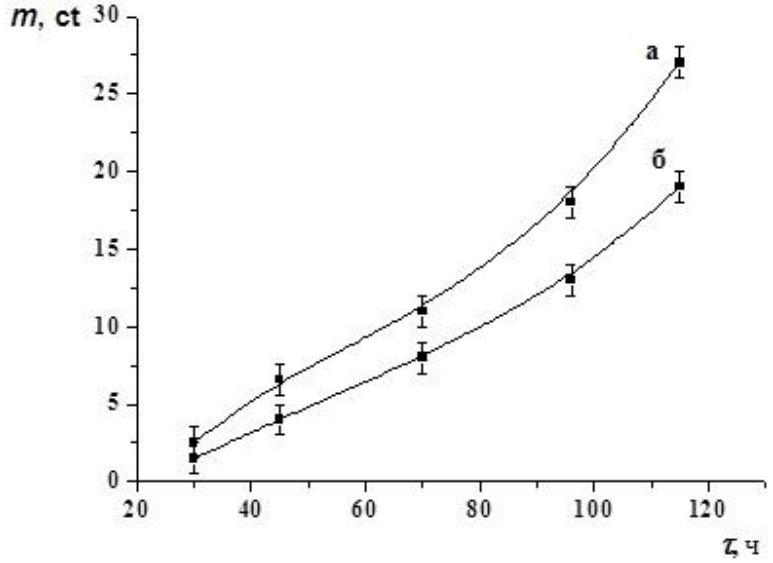


Рис. 3. Зависимости общей массы монокристаллов алмаза типов Ib (а) и IIa (б), выращенных за один цикл при использовании затравочных систем из 21–23 затравок

По полученным данным о выращивании структурно-совершенных монокристаллов алмаза типов Ib и IIa на затравке сделали следующие выводы.

1. Разработанная ростовая ячейка обеспечивает необходимые условия для выращивания кристаллов по циклам длительностью 100 ч и более.
2. Полученный расчетным методом радиального градиента температуры 4–5 °С/мм приводит к перераспределению переноса от источника к растущим кристаллам, в результате чего скорость роста в центральной части ростовой ячейки на 15–20 % выше, что приводит к захвату включений сплава-растворителя.
3. Разработанная ростовая ячейка позволяет достигать значения выхода кристаллов типов Ib и IIa соответственно 18–20 и 14–16 карат за один цикл выращивания при выдержке ~100 ч.

Розглянуто особливості вирощування монокристалів алмазу типів Ib, IIa і IIb у шестипуансонному апараті високого тиску методом температурного градієнту. Наведено оптимізовану швидкість зростання для отримання структурно-досконалих кристалів і характеристики їх виходу при використанні розроблених ростових комірок за максимальної тривалості циклу вирощування до 96 год.

Ключові слова: *монокристал, алмаз, апарат високого тиску, шестипуансонний апарат.*

The features of the process of growing single crystals of diamond type Ib, IIa and IIb in shestipuansonnom high pressure apparatus temperature gradient method are examined. Given growth rate optimized for structurally perfect crystals and the characteristics of their output by using the developed growth cells in the maximum duration of the growth cycle to 96 hours.

Key words*: single crystal diamond, high-pressure apparatus, six anvil apparatus.*

Литература

1. Компьютерное моделирование условий кристаллизации алмаза в аппаратах высокого давления большого объема / Т. С. Панасюк, А. А. Лещук, В. В. Лысаковский и др. // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент — техника и технология его изготовления и применения: сб. науч. тр. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2013. – Вып. 16. – С. 251–257.
2. Новиков Н. В., Лещук А. А., Боримский А. И. Компьютерное моделирование зон кристаллизации алмазов различного габитуса в аппаратах высокого давления цилиндрического типа // Сверхтвердые матер. – 2002. – № 2. – С. 3–14.
3. Lyeshchuk O. Computational modeling of superhard materials synthesis // Comp. Mater. Sci. – 2010. – 49.– N 1S. – P. 85–94.
4. Strong H.M., Wentorf R. H. The growth of large diamond crystals // J. Naturwissenschften. – 1972. – V. 59. – N 1. – P. 1–7.
5. Wentorf R.H. Some studies of diamond growth rates / R.H. Wentorf // J. Phys. Chem. – 1971. – V. 75. – N 12. – P. 1833–1837.

Поступила 02.07.14

УДК 621.921.343

В. Ю. Долматов, д-р техн. наук[1]; **А. Н. Панова**, канд.техн.наук[2]; **А. А. Бочечка**, д-р техн. наук[2]; **М. В. Веретенникова**[1]; **V. Myllymaki,** PhD[3], **С. А. Душенок[1], Е. В. Никитин[4],** доктора технических наук; **Г. Г. Цапюк**, канд. хим. наук[5], **Е. В. Ищенко**, д-р хим. наук[5]

[1]ФГУП «Специальное конструкторско-технологическое бюро «Технолог», г.Санкт-Петербург, Российская Федерация
[2]Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев
[3]Carbodeon Ltd. Oy, t.Vantaa, Финляндия
[4]ООО "СИДАЛ», г. Лесной, Россия
[5]Киевский национальный университет им. Тараса Шевченко, Украина

ВЛИЯНИЕ УСЛОВИЙ СИНТЕЗА ДЕТОНАЦИОННЫХ НАНОАЛМАЗОВ НА ИХ ТЕРМОСТОЙКОСТЬ

В работе исследована термостойкость (дериватограф) детонационных наноалмазов, модифицированных в процессе синтеза. Показано, что начало первой стадии экзотермических эффектов наблюдается при достаточно низких температурах (30-40 ºС), а их окончание – при 135-160 ºС), интенсивный термораспад алмазной фазы – в диапазоне 475-508 ºС.

Модификация ДНА различными элементами Периодической системы им. Д.И.Менделеева (бор, фосфор, германий) приводит к существенному повышению температуры начала катастрофической потери массы (на 100-450 градусов).

***Ключевые слова**: детонационные наноалмазы, термостойкость, модификация, термораспад, детонационный синтез, элементы Периодической системы*

Благодаря уникальным физико-химическим свойствам кристаллитов детонационных наноалмазов (ДНА) и возможности направленно регулировать эти свойства в процессе детонационного синтеза появляется возможность создания новых эффективных композиционных материалов и спеков-компактов.

Целью данной работы является исследование влияния условий детонационного синтеза на термостойкость ДНА. Термостойкость вещества количественно можно охарактеризовать максимальной температурой, при которой вещество химически не изменяется.

Известно, что состояние поверхности ДНА, примеси на ней и в объеме кристаллитов оказывают существенное влияние на термостойкость наноалмаза. В работах [1, 2] показано, что даже микроколичество металлсодержащих примесей оказывает заметное влияние на начало и характер разложения порошков ДНА.

Широко известно, что частица ДНА представляет собой упорядоченное кристаллическое ядро (собственно алмаза, углерод в sp^3-гибридизации); 3–4 координационные приповерхностные сферы из углерода в sp^2- и sp^3-гибридизации и поверхностных, преимущественно, кислородсодержащих функциональных групп [3,4]. Носителем основных свойств нанопорошков алмаза является ядро частицы.

Объектом исследования являлись порошки ДНА, полученные в ФГУП «СКТБ «Технолог» (г. Санкт-Петербург, РФ) и ООО «СИДАЛ» (г. Лесной, РФ), модифицированные в процессе их детонационного синтеза путем предполагаемого внедрения в кристаллическую решетку алмаза различных элементов Периодической системы им. Д .И. Менделеева.

Целью модификации ДНА при их синтезе было придание полупроводниковых свойств наноалмазам за счет гетероатомов в кристаллической решетке.

Экспериментальная часть

Оценку термостойкости порошков ДНА в воздушной среде проводили методом гравиметрического контроля изменения массы образца при постоянном увеличении температуры в течение 1 часа.

Изменение функционального покрова оценивали методом программированной термодесорбции. Термодесорбционные спектры порошков ДНА снимали на масс-спектрометре МИ 1201 со скоростью нагрева 30 град/мин в вакууме $1 \cdot 10^{-6}$ Па в интервале температур 293–1073 К.

Было использовано 2 варианта: 1) подрыв заряда ВВ в водном растворе соединений фосфора или бора; 2) подрыв заряда ВВ с введенными в его состав при прессовании элементами (бор, кремний, алюминий, сера) или их соединениями (бор, фосфор, германий) (табл. 1). По первому варианту предполагалась возможность поверхностной модификации образующихся ДНА в процессе их контакта с растворенными в воде соединениями бора или фосфора. По второму варианту предполагалось введение нужного элемента в зоне химического пика (за фронтом детонационной волны) при активации элементов или распаде соединений, их содержащих, при температуре 3000-4000К, и включении элементов в кристаллическую решетку алмаза.

В большинстве экспериментов (образцы 1-10, Табл.1) в качестве среды подрыва использовалась водная оболочка заряда, содержащая универсальный комплексон Трилон Б (Динатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты), с целью возможного перевода металлсодержащих примесей (материалы коррозии стенок взрывной камеры) в легко растворимые комплексные соединения в кислотах, используемые при химической очистке ДНА.

Заряды ВВ (смесь тротила и гексогена (ТГ) в весовой пропорции 50/50) готовились прессованием. Перед прессованием в них вводили нижеперечисленные элементы или их соединения. В ряде экспериментов использовали чистые заряды ТГ, подрыв которых осуществляли в водной бронировке (оболочке) или в водном растворе соединений.

Подрыв ВВ осуществляли во взрывной камере «Альфа-2м» емкостью 2,14 $м^3$ в атмосфере продуктов предыдущих подрывов.

Практически все образцы АШ очищали следующим образом: кипячение в азотной кислоте при нормальных условиях с последующей отмывкой от кислоты, затем кипячение в концентрированном водном растворе щелочи с последующей отмывкой от щелочи, затем кипячение в водном растворе комплексона Трилона Б с последующей отмывкой от следов Трилона Б. В большинстве случаев АШ после вышеописанной очистки еще 2-3 раза обрабатывалась водными растворами специфических комплексонов в зависимости от вида элементов или соединений, вводимых в заряд или бронировку. Концевой операцией являлась обработка уже достаточно чистой АШ азотной кислотой при высокой температуре и давлении по [5]. Элементы, находящиеся в несгораемых примесях, определяли методом микрозондового анализа на аналитическом комплексе SUPRA 55VP WDS с системой микроанализа INCA ENERGY фирмы Oxford (Великобритания).

В табл. 1 указаны составы зарядов ВВ, условия подрыва, выход алмазосодержащей шихты (АШ) и ДНА, содержание несгораемых примесей в ДНА.

Обсуждение результатов

Введение в состав заряда ВВ элементов и их соединений (кислородосодержащих) прогнозируемо увеличивает кислородных баланс ВВ и уменьшает выход ДНА (кроме соединений фосфора, образцы 1–3, табл. 1).

Количество примесей и их элементный состав в очищенных ДНА (кроме обр.3) зависит от количества стадий очистки и применяемых реактивов, а не от условий синтеза. Применение водного раствора Трилона Б для уменьшения несгораемых примесей в АШ себя не оправдало.

Таблица 1. **Условия синтеза и характеристика полученных ДНА**

№ образца	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Состав заряда ВВ, масс.%	Т/Г/соед.Р = 49/49/2	Т/Г/соед.Р = 47/47/6	Т/Г/соед.Р = 45/45/10	Т/Г =50/50	Т/Г/соед.В = 47/47/6	Т/Г/В = 49/49/2	Т/Г/Si = 48/48/4	Т/Г/Al = 47/47/6	Т/Г/соед.Ge = 47/47/6	Т/Г/S = 47/47/6	Т/Г =50/50		
Условия подрыва заряда	I	I	I	I	I	I	I	I	I	I	I I	IV	III
Выход АШ, масс.%	8,6	9,7	10,3	9,4	9,4	7,6	8,2	7,7	6,0	7,3	8,8	7,9	8,4
Выход ДНА, масс.%	4,15	3,85	4,7	3,7	3,4	3,7	3,4	2,7	3,1	2,3	4,0	2,7	2,5
Содержание ДНА в АШ, масс.%	48,24	39,5	45,5	39,0	36,0	35,1	41,6	35,0	51,3	31,0	45,9	34,0	29,5
Количество несгораемых примесей в ДНА, масс.%	0,20	0,63	0,18	0,49	0,43	1,76	1,24	9,3	0,37	0,91	0,77	0,53	1,1
Элементный состав примесей в ДНА, масс.% (>0,01%):													
Na				0,013			0,143	0,157	0,034	0,043	0,020	0,013	0,112
Mg				0,014						0,010	0,019		0,015
Al		0,015		0,012		0,033	0,048	4,270	0,050	0,044	0,019	0,01	0,034
Si		0,020		0,055		0,152	0,100	0,057	0,028	0,151	0,087	0,045	0,079
P	0,010	0,027	0,010										0,026
K				0,014				0,076		0,026			
Ca		0,010		0,019				0,010		0,025	0,030	0,045	0,031
Ti	0,031	0,102	0,050	0,081	0,156	0,351	0,251	0,190	0,043	0,123	0,120	0,052	0,120
Fe	0,032	0,177	0,032	0,073	0,058	0,021	0,039	0,021	0,021	0,035	0,124	0,079	0,154
Cu								0,039		0,010			
Zn								0,147					
W				0,017	0,034	0,363	0,017	0,073	0,015	0,054	0,027	0,078	0,084
Ge									0,010				

Где Т – тротил, Г- гексоген

Условия подрыва: I– водный раствор Трилона Б, II – водная оболочка, III – водный раствор соединения фосфора, IV – водный раствор соединения бора

В условиях подрыва, несмотря на высокую температуру, Трилон Б практически не образует комплексонов с металлами и их оксидами, и полученная АШ содержит, как правило, до 50% масс. несгораемых примесей (за счет введения в заряд ВВ или водный раствор большого количества соединений или элементов).

Анализ элементного состава примесей показывает, что можно считать характеристическими примесями к ДНА кремний (в виде оксида кремния) – этот элемент присутствует в воде, применяемой при очистке, в самом тротиле, в азотной кислоте, а концентрация его в очищенном ДНА происходит благодаря высоким адсорбционным свойствам АШ и ДНА, также к ним можно отнести титан (поступает из титановой аппаратуры), железо (стенки взрывной камеры) и вольфрам (из оборудования из нержавеющей стали). Фосфор попадает на поверхность (или также внутрь кристаллов) при использовании соединений фосфора при легировании зарядов ВВ фосфоросодержащими соединениями.

В настоящей работе отслеживается история планирования и получения ДНА, сложной химической очистки и интерпретации термодесорбционных спектров. Образцы № 1–10, табл. 1 были синтезированы в ФГУП «СКТБ «Технолог»), а образцы № 11–13, Табл.1 в ООО «СИДАЛ», г. Лесной.

В табл. 2 приведены данные по термостабильности ДНА, полученных в различных условиях, причем данные ФГУП «СКТБ «Технолог» и ИСМ им.Бакуля по температуре начала интенсивного терморапада отличаются незначительно.

Начало экзотермического эффекта (по данным ФГУП «СКТБ «Технолог») у всех образцов начинается при практически одной и той же температуре (30–40 ºС) за исключением образца № 3 (предположительно допированного фосфором). Окончание первой фазы экзоэффекта также слабо отличается для большинства образцов (135–160 ºС) за исключением образцов 3 и 13 (подрыв заряда ВВ в водном растворе соединения фосфора). Начало интенсивного терморапада у всех образцов ДНА начинается, в среднем, при 475ºС (по данным ФГУП «СКТБ «Технолог») или при 508 ºС (по данным ИСМ им. В .Н. Бакуля), что говорит об одинаковом механизме распада алмазного ядра ДНА вне зависимости от методов модификации наноалмазов в процессе детонационного синтеза.

Температура начала потери массы образцов ДНА для большинства из них также начинается при практически одинаковой температуре – 50–60 ºС, исключая образцы № 5 (подрыв заряда ВВ с соединением бора, 175 ºС), № 9 (подрыв заряда ВВ с соединением германия, 160 ºС) и № 13 (подрыв заряда ВВ в водном растворе соединения фосфора, 100 ºС).

Первичная потеря массы связана с десорбцией физически связанной с поверхностью ДНА летучих продуктов. Очень интересные результаты показал образец №12 (подрыв заряда ВВ в водном растворе соединения бора), у которого потеря массы практически отсутствует до момента начала катастрофического разложения ДНА (515ºС), что, скорее всего, связано с модификацией поверхности частиц ДНА и значительным уменьшением кислородсодержащих функциональных групп и адсорбированной воды, которые способствуют уменьшению температуры начала потери массы ДНА.

Существенное отличие температуры начала потери массы образцов № 5, № 9 и № 13 безусловно связано с модификацией поверхности частиц ДНА допируемыми элементами (бор, германий и фосфор) в процессе детонационного синтеза и, по-видимому, с уменьшением количества кислородсодержащих функциональных групп, провоцирующих начало разложения периферийной части алмазного ядра при низких температурах.

При этом имеет место не только десорбция летучих (50–60 ºС – начало потери веса образцов), но и начало окислительных процессов (в диапазоне 30–160 ºС – окисление неалмазной углеродной оболочки частиц ДНА, составляющей 1–1,5 % от массы ДНА).

Таблица 2. **Термостабильность ДНА, полученных при различных условиях детонационного синтеза (дериватография)**

№ образца п/п	Начало экзоэффекта, °С	Окончание первой фазы экзоэффекта, °С	Температурный диапазон без тепловых эффектов, °С	Начало интенсивного терморазпада ДНА, °С		Температура начала потери массы ДНА, °С	Температура катастрофической потери веса (>5 масс.%)
	Данные ФГУП «СКТБ «Технолог»			Данные ФГУП «СКТБ «Технолог»	Данные ИСМ им.В.Н.Бакуля		
1	30	150	150-480	480	500	60	500
2	35	135	135-480	480	500	50	505
3	150 (эндоэффект)	260 (эндоэффект)	260-480	480	500	60	530
4	35	138	138-460	460	500	55	500
5	40	145	145-480	480	500	175	525
6	40	160	160-475	475	520	45	525
7	40	135	135-460	460	500	60	500
8	35	155	155-460	460	490	55	490
9	35	160	160-490	490	520	160	500
10	30	145	145-485	485	550	55	500
11	35	130	130-475	475		50	500
12	32	148	148-490	490		-	515
13	35	215	215-480	480		100	530

Если в начале процесса, скорее всего, участвует только кислород воздуха, то по мере развития процесса при температуре > 100 ºС начинает принимать участие и кислород функциональных групп поверхности ДНА.

Образец № 3, полученных при подрыве заряда ТГ с большим содержанием соединения фосфора проявил термостойкость до ~150 ºС (хотя незначительная убыль массы зафиксирована при 60 ºС – удаление летучих адсорбированных веществ), затем до 260 ºС – ярко выраженный эндоэффект, сопряженный с дальнейшим удалением адсорбированных летучих проудктов и после этого при 480 ºС происходит стандартное разложение алмазного ядра. Это указывает на модификацию поверхности ДНА в образце№3, усиливающую ее стойкость к окислению.

У всех остальных образцов первичный экзоэффект (30-~160 ºС) значительно превышает сопутствующий эндоэффект (на удаление адсорбированных летучих примесей).

У образца № 12 (подрыв стандартного заряда ВВ в оболочке из водного раствора соединений бора) несмотря на небольшой экзоэффект в диапазоне температур 32–148 ºС потеря веса за счет окисления начинается только при температуре 515 ºС, что также говорит о стабильности модифицированной бором поверхности частиц ДНА.

Количество азота в кристаллитах ДНА, как показал элементный анализ, не зависит от условий детонационного синтеза и составляет ~2,0 масс.%, что указывает на трудность управления составом получаемых ДНА в процессе синтеза.

Выводы

1. Исследована термостабильность предположительно допированных образцов ДНА.

2. Показано, что, в основном, начало экзотермических эффектов начинается при 30–40 ºС.

2.1. Окончание первой стадии экзотермических эффектов находится в диапазоне 135–160 ºС; начало интенсивного термораспада алмазной фазы ДНА начинается в диапазоне 475-508 ºС.

2.2. Температура начала потери массы образов ДНА, в основном, начинается при 50–60 ºС (десорбция физически связанных с поверхностью летучих продуктов и воды).

3. Модификация ДНА бором (образцы № 5 и 12) и германием (образец № 9) приводит к существенному повышению температуры начала катастрофической потери массы (на 100–450 градусов).

In the work thermal stability (derivatograph) of detonation nanodiamonds modified during the synthesis has been studied. It is shown that a first stage of exothermal effects starts at sufficiently low temperatures (30-40 ºC), and finishes at 135-160 ºC), intensive thermal breakage of diamond phase proceeds in the range of 475-508ºC.

Modification of DND with different elements of Mendeleev periodic table such as boron, phosphorus, germanium results in a great increase in temperature of the beginning of catastrophical mass loss (by 100-450 degrees).

***Key words**: detonation nanodiamonds, thermal stability, modification, thermal breakage, detonation synthesis, elements of Mendeleev periodic table.*

Литература

1. Богатырева Г. П., Забуга В. Я., Цапок Г. Г., Кузьмич А. Н. Влияние микроколичеств примесей ультрадисперсного алмаза на кинетику его оксиления // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: Изд-во ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2004. – Вып. 7. – С. 107–110.

2. Влияние модифицирования поверхности нанодисперсных алмазов на их термостойкость / Г. П. Богатырева, М. А. Маринич, В. Я. Забуга и др.// Сверхтвердые материалы. – 2008. – № 5. – С. 26–32.
3. Долматов В. Ю., Юрьев Г. С., Мюллюмаки В., Королев К. М. Почему детонационные наноалмазы маленькие // Свертвердые материалы. – 2013. – № . – С. 21–28.
4. Алексенский А. Е., Байдакова М. В., Вуль А. Я., Сиклицкий В. И. Структура алмазного нанокластера // Физика твердого тела. – 1999. – **41. –** № 4. – С. 740–743.
5. Пат. 2109683 РФ МПК С01В 31/06. Способ выделения синтетических ультрадисперсных алмазов / В. Ю. Долматов, В. Г. Сущев, В. А. Марчуков. – Опубл. 27.04.98, Бюл. № 12.

Поступила 03.07.14

УДК 621.921.34 : 666.232

Н. А. Олейник, Г. Д. Ильницкая, кандидаты технических наук [1]; **О. Н. Сизоненко,** д-р техн. наук[2]**; Г. А. Петасюк,** канд. техн. наук, **М. А. Маринич** , канд. хим. наук;
Г.А. Базалий, В.С. Шамраева[1]**, Н.С. Приташ**[2]

[1] *Институт сверхтвердых материалов им.В.Н.Бакуля НАН Украины, г. Киев,*
[2] *Институт импульсных процессов и технологий НАН Украины, г. Николаев*

ПОЛУЧЕНИЕ МИКРОПОРОШКОВ АЛМАЗА ПОВЫШЕННОЙ АБРАЗИВНОЙ СПОСОБНОСТИ

Приведены результаты исследования влияния различных видов обработки микропорошка синтетического алмаза на его адсорбционно-структурные и морфометрические характеристики, содержание включений и примесей, магнитные, электрофизические свойства, абразивную способность, стойкость к окислению кислородом воздуха. Показано, что способы обработки, направленные на формирование характеристик порошка, в большей мере оказывают влияние на повышение абразивной способности и однородности по размерам, чем способы сортировки.

Ключевые слова: *микропорошки синтетического алмаза, импульсная обработка высоковольтными электрическими разрядами, адсорбционно-структурные и морфометрические характеристики, магнитные, электрофизические свойства, абразивная способность, стойкость к окислению.*

Введение

Микропорошки синтетических алмазов применяют для изготовления паст и суспензий, инструмента на металлических и органических связках. Качество микропорошков характеризуется абразивной способностью, содержанием основной фракции, массовой долей примесей. Применение методов сортировки и выделение фракций с более высоким содержанием основной фракции и абразивной способностью способствует повышению качества микропорошков [1; 2].

Известно, что способы, формирующие физико-химические и физико-механические характеристики порошка, могут влиять на однородность и абразивную способность порошка [3–5]. Однако в литературных источниках не приводится обобщенный анализ результатов

исследования влияния различных видов обработки на абразивную способность и однородность микропорошков.

В ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины и ИИПТ НАН Украины накоплен экспериментальный материал по применению различных способов обработки для придания микропорошкам заданных характеристик: минимального количества примесей, формы, приближающейся к сферической, однородности по размерам – высокого содержания основной фракции каждой зернистости, высокой абразивной способности и стойкости к окислению кислородом воздуха.

Цель настоящей работы – сопоставительный анализ характеристик алмазных микропорошков, полученных в результате обработок, повышающих однородность по размерам и абразивную способность порошка.

Методика исследования

Исследовали образцы микропорошков марки АСМ зернистостью 14/10, 20/14, 40/28, подготовленные по схеме, приведенной на рис. 1.

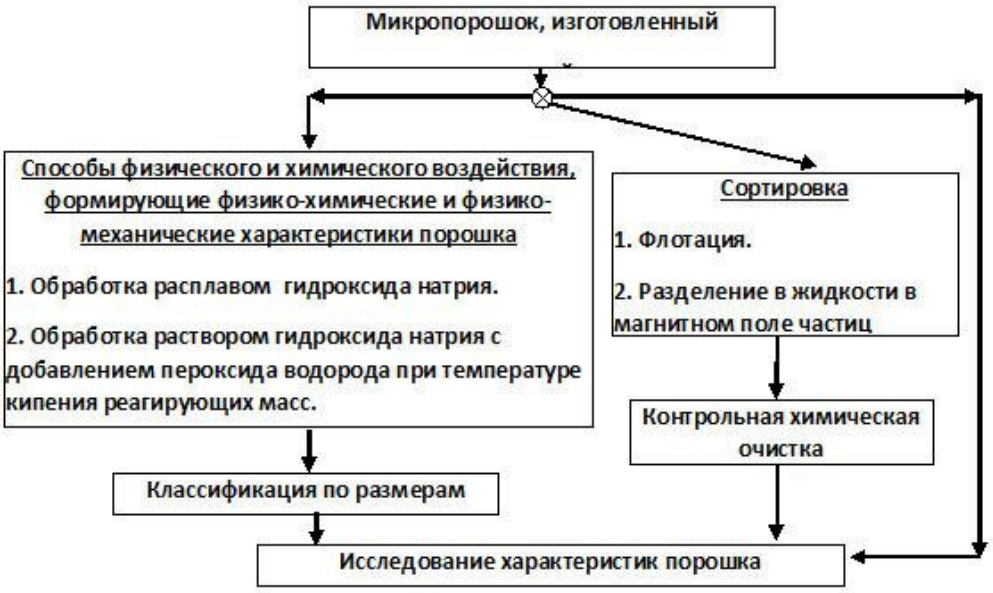


Рис. 1. Схема подготовки образцов и проведения исследований

Изготавливали исследуемые образцы алмазных микропорошков следующими способами:

1 – химической обработкой (овализацией, выполняемой обработкой в расплаве гидроксида натрия в течение 7 ч. или раствором гидроксида натрия с добавлением пероксида водорода при температуре кипения реагирующих масс);

2 – электрохимической обработкой;

3 – обработкой высоковольтными электрическими разрядами (ВЭР) в жидкости, химической очисткой;

4 – флотационным разделением (в гравитационном поле);

5 – разделением зерен порошка с катионами железа на поверхности в магнитном поле (АМ разделением).

Характеристики микропорошков после различных видов обработки сравнивали с характеристиками, полученными в результате изучения порошков, изготовленных по традиционной технологии, включающей механическое измельчение, химическую очистку,

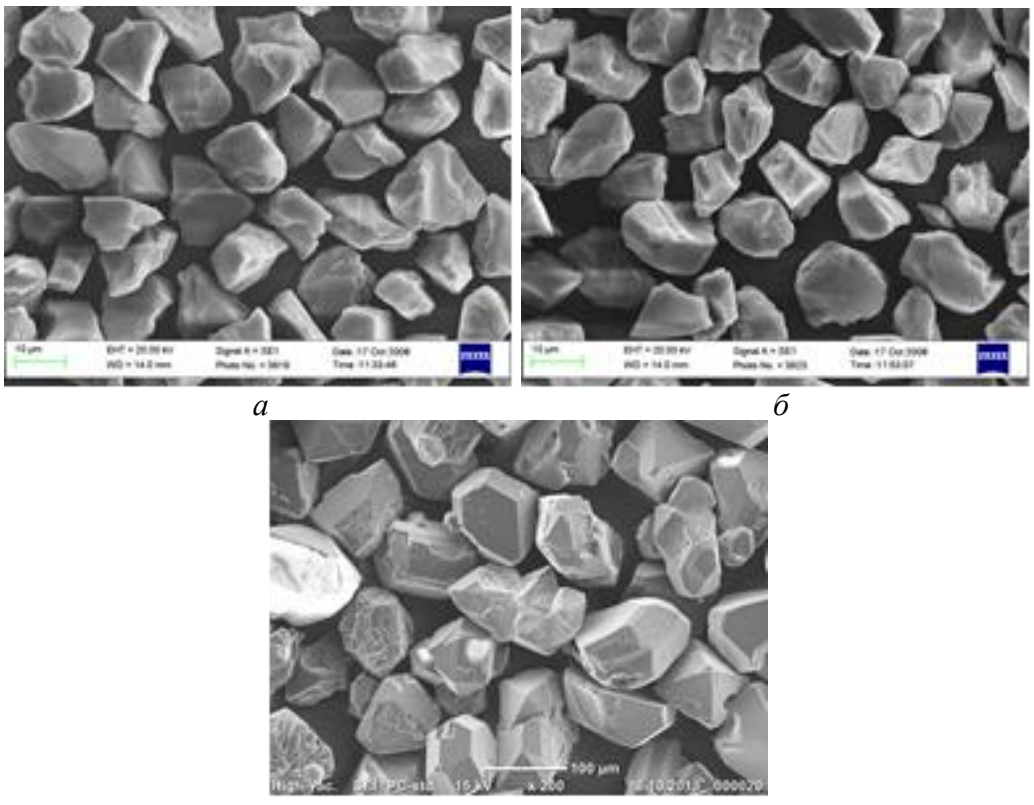
классификацию по размерам [1]. Исследовали образцы, полученные из различных партий микропорошков. Обязательное условие состояло в параллельном исследовании исходных образцов и образцов после обработки или сортировки.

Образцы микропорошков исследовали комплексом известных экспериментальных методов. Топографию поверхности – методами сканирующей микроскопии. Морфометрические характеристики порошка определяли с помощью прибора DiaInspect.OSM фирмы Vollstaedt Diamant GmbH по методикам, приведенным в [6]. Абразивную способность порошка (*А*), содержание основной фракции (α, %), массовую долю примесей (н.о., %), удельную магнитную восприимчивость ($\chi \cdot 10^{-8}$, $м^3/кг$), удельное электросопротивление (ρ, Ом·м), удельную площадь поверхности ($S_{БЭТ}$, $м^2/г$), энергию адсорбции ($А_п$, $Дж/м^2$) и удельный объем пор ($V \cdot 10^{-3}$, $см^3/г$) – по методикам, приведенным в [3; 7; 8]. Адсорбционно-структурные характеристики – путем анализа изотерм низкотемпературной адсорбции азота с использованием газоадсорбционного анализатора NOVA 2200 «Quantachrome» (США).

Стойкость порошков к окислению кислородом воздуха определяли в неизотермических условиях методом ДТА с использованием дериватографа Q-1500 в воздушной среде в температурном интервале 20–1000 ºС; скорость нагревания составляла 10 ºС/мин.

Результаты исследования и их обсуждение

Результаты исследования топографии поверхности показаны на рис. 2 на примере порошков АСМ зернистостью 20/14.



а *б*

в

Рис. 2. Поверхности зерен порошка АСМ 20/14, изготовленного по традиционной технологии (а), после обработки расплавом (б), после ВЭР обработки (в)

Порошок, изготовленный по традиционной технологии, содержит друзы. Поверхность кристаллов гладкая с содержанием лишь акцессорий роста. Вершины ребер кристаллов порошка, изготовленного с применением сплавления, немного овализированы. На

поверхности кристаллов, изготовленных с применением ВЭР обработки, видны результаты разрушения зерен, новые кромки, шероховатости. Результаты исследования порошков, полученных с применением обработки расплавом и термохимической обработки гидроксидом натрия с добавлением пероксида водорода, полностью совпадали. В связи с этим далее приведем результаты, исследования порошков, обработанных расплавом.

Результаты определения характеристик алмазных микропорошков, приобретенных в результате обработок, формирующих физико-механические, адсорбционно-структурные и морфометрические характеристики всей массы порошка, приведены в табл. 1.

Таблица 1. **Характеристики микропорошков АСМ 20/14 и АСМ 14/10, полученных различными способами**

Характеристика		Значение для микропорошков				
		АСМ 20/14			АСМ 14/10	
		Традиционная технология	Обработка расплавом	ВЭР обработка	Традиционная технология	Электрохимическая обработка
Физико-механические характеристики						
Массовая доля примесей (несгораемый остаток), %		0,57	0,035	0,20	0,43	0,06
Удельная магнитная восприимчивость $\chi \cdot 10^{-8}$, $м^3/кг$		5,7	0,24	2,0	4,5	1,3
Удельное электросопротивление, Ом·м		$8{,}0 \cdot 10^{10}$	$6{,}0 \cdot 10^{12}$	$2{,}5 \cdot 10^{11}$	$2{,}8 \cdot 10^{10}$	$7{,}5 \cdot 10^{11}$
Абразивная способность, у.е.		4,2	5,5	5,5	3,8	5,0
Содержание основной фракции, %		68,5	80,1	80,1	67,0	78,4
Адсорбционно-структурные характеристики						
Удельная площадь поверхности $S_{БЭТ.}$, $м^2/г$		1,74	1,215	1,83	1,86	1,265
Энергия адсорбции, кДж/моль		3,7	7,7	3,8	5,0	7,6
Удельный объем пор $V \cdot 10^{-3}$, $см^3/г$		2,3	1,9	5,75	2,4	2,0
Средний радиус пор, нм		4,67	5,48	11,45	4,3	5,2
Морфометрические характеристики						
Компактность $C_г$	Среднее	1,3067	1,2819	1,3560	1,4475	1,4112
	Стабильность	0,38992	0,64509	0,25698	0,34167	0,58116
	Однородность	0,5642	0,6508	0,4651	0,3057	0,5863
Шероховатость Rg	Среднее	1,0522	1,0541	1,0653	1,0500	1,0575
	Стабильность	0,75760	0,91112	0,75234	0,84425	0,89181
	Однородность	0,7296	0,7589	0,6786	0,8067	0,6937
Количество режущих кромок *n*		9	10	10	9	10
Угол заострения *φ*		104,25	108,10	102,53	103,46	106,07

Форма зерен, описываемая компактностью после всех видов обработки, не различалась. Наиболее округлой формы достигали после обработки расплавом. Шероховатость поверхности была максимальной после ВЭР обработки.

Рассмотренные в настоящем исследовании виды обработки способствуют повышению абразивной способности и однородности порошка.

После обработки в расплаве гидроксида натрия порош очистился максимально: уменьшилось содержание примесей, что подтвердили снижение удельной магнитной восприимчивости и содержание несгораемого остатка, а также повышение удельного электросопротивления.

Условия получения порошка влияют на состояние поверхности, что приводит к изменению изотерм низкотемпературной адсорбции азота и адсорбционно-структурных характеристик порошка. Полученные изотермы относятся к IV типу классификации изотерм и промежуточному между типом H3 и H4 классификации петель гистерезиса, что характеризует порошки как мезопористые тела. Все виды обработки способствуют развитию пористой структуры, увеличению среднего радиуса пор. После обработки расплавом уменьшилась удельная площадь поверхности порошка. В результате ВЭР обработки увеличилась удельная площадь поверхности и активировалась поверхность, что повлияло на стойкость микропорошков к окислению. Стойкость к окислению кислородом воздуха (температура начала окисления и его скорость) обработанного расплавом порошка близка к стойкости исходного порошка. Стойкость к окислению микропорошка после ВЭР обработки выше. Температура начала окисления на 80 ºС превышала температуру начала окисления исходного порошка.

Результаты исследования влияния способов сортировки, выполняемых в различных силовых полях, на характеристики микропорошков приведены в табл. 2, 3.

Таблица 2. **Характеристики микропорошков АСМ 40/28, исходного и изготовленных с применением флотации**

Характеристика		Значение для микропорошка АСМ 40/28		
		Исходный порошок	Пенный продукт	Камерный продукт
Физико-механические характеристики				
Массовая доля примесей (несгораемый остаток), %		0,60	0,45	0,55
Удельная магнитная восприимчивость $\chi \cdot 10^{-8}$, $м^3/кг$		2,1	1,0	1,1
Удельное электросопротивление, Ом·м		$5{,}3 \cdot 10^{11}$	$3{,}9 \cdot 10^{12}$	$6{,}4 \cdot 10^{9}$
Содержание зерен в основной фракции, %		68,5	75,35	70
Абразивная способность, у.е.		5,15	5,98	5,49
Адсорбционно-структурные характеристики				
Удельная площадь поверхности, $S_{БЭТ.}$, $м^2/г$		0,196	0,170	0,265
Адсорбционный потенциал, Дж/г		37,3	27,5	48,5
Уддельный объем пор,$V \cdot 10^{-3}$, $см^3/г$		0,50	0,41	0,73
Средний радиус пор, нм		4,0	3,9	4,2
Морфометрические характеристики				
Компактность $C_г$,	Среднее	1,3329	1,3339	1,3442
	Стабильность	0,4281	0,5620	0,4413
	Однородность	0,6497	0,5875	0,5383
Шероховатость Rg	Среднее	1,0604	1,0574	1,0586
	Стабильность	0,8520	0,8420	0,8480
	Однородность	0,7130	0,7610	0,7370

Таблица 3. **Характеристики исходного микропорошка АСМ 20/14 и продуктов его разделения в магнитном поле**

Характеристика	Значение для микропорошка АСМ 20/14				
	Исходный порошок	АМ разделение			
		Номер продукта			
		1	2	3	4
Выход, %	100,0	17,6	24,7	33,1	24,6
Удельная магнитная восприимчивость $\chi \cdot 10^{-8}$, $м^3/кг$	9,3	3,7	5,7	9,5	16,7
Массовая доля примесей (несгораемый остаток), %	0,57	0,30	0,37	0,56	0,60
Коэффициент поверхностной активности	1,35	1,20	1,29	1,42	1,42
Абразивная способность, мг/г	4,84	5,12	5,05	4,75	4,55
Содержание основной фракции, %	68,5	70	68	65	63

Флотационное разделение происходит под действием силы гравитации. При разделении кристаллов используется различие характеристик их поверхности. Применение этого метода для алмазного порошка марки АСМ зернистостью 40/28 позволило выделить 72,5% массы в пенный продукт, 27,5% – в камерный продукт.

Как видно из данных табл. 2, в результате сортировки методом флотации, повысилась однородность порошка по размерным характеристикам и абразивная способность. Следует отметить, что наибольшую однородность и абразивную способность имел порошок, изготовленный из пенного продукта.

Разделение кристаллов в магнитном поле происходит под действием силы магнитного поля и гравитации. При АМ разделении кристаллов используется различие их магнитных характеристик и характеристик поверхности. Характеристики порошков, изготовленных из продуктов разделения, приведены в табл. 3.

Проанализировав характеристики четырех фракций микропорошка, различающихся удельной магнитной восприимчивостью, содержанием основной фракции и абразивной способностью, и сравнив их с характеристиками исходного порошка, пришли к выводу, что АМ разделение способствует существенному повышению качества отдельных фракций микропорошка (табл. 3).

Для сопоставительного анализа влияния способов воздействия на характеристики алмазных микропорошков результаты были обобщены и приведены в относительных величинах по сравнению с характеристиками исходного порошка (таблица 4).

Как следует из данных табл. 4, способы обработки микропорошков алмаза, направленные на формирование их физико-химических и физико-механических характеристик, в большей степени способствуют повышению абразивной способности (на 31–36%) и однородности по размерам зерен порошка (содержание основной фракции увеличивается на 17%), чем способы сортировки. Эти способы обеспечивают повышение абразивной способности порошка отдельных фракций на 6–16% и однородности по размерам зерен порошка на 4–10%.

Таблица 4. **Обобщенные результаты исследования порошков, изготовленных с помощью различных видов обработки**

Способ обработки	Абразивная способность, у.е.	Содержание зерен в основной фракции зернистости, у.е.
Традиционная технология	1,00	1,00
Обработка расплавом или обработка раствором гидроксида натрия с добавлением пероксида водорода	1,32	1,17
Электрохимическая обработка	1,31	1,17
ВЭР обработка	1,36	1,17
Флотация	1,16	1,10
Сортировка в магнитном поле частиц с закрепленными на их поверхности катионами железа	1,06	1,04

Выводы

Полученные результаты исследования убедительно демонстрируют, что для направленного формирования характеристик порошка можно использовать исследованные в настоящей работе способы обработки и методы сортировки. При этом способы обработки микропорошков алмаза, направленные на формирование их физико-химических и физико-механических характеристик, в большей мере оказывают влияние на повышение абразивной способности и однородности по размерным характеристикам, чем способы сортировки.

Таким образом, проведенный анализ может быть полезен для выбора доступного метода получения микропорошков с повышенной абразивной способностью и однородностью по размерным характеристикам для эффективного применения в различных областях.

Наведено результати дослідження впливу різних видів оброблення мікропорошку синтетичного алмазу на його адсорбційно-структурні та морфометричні характеристики, вміст включень і домішок, магнітні, електрофізичні властивості, абразивну здатність, стійкість до окислення киснем повітря. Показано, що способи оброблення, спрямовані на формування характеристик порошку, в більшій мірі сприяють підвищенню абразивної здатності та однорідності за розмірами, ніж способи сортування.

***Ключові слова**: мікропорошки синтетичного алмазу, імпульсна обробка високовольтними електричними розрядами, адсорбційно-структурні та морфометричні характеристики, магнітні, електрофізичні властивості, абразивна здатність, стійкість до окислення.*

The results of study of the effect of different treatments to the adsorption-structural characteristics, magnetic properties, abrasive capacity, morphometric characteristics, resistance to air oxidation for micropowders of synthetic diamond are presented. The methods of treatment aiming at forming characteristics of the entire powder, to a greater extent affect the ability to increase the abrasive size and uniformity than sorting methods has been demonstrated.

***Key words**: micropowders of synthetic diamond, pulse treatment of high voltage electrical discharges, adsorption-structural characteristics, magnetic properties, morphometric characteristics, resistance to air oxidation, abrasive capacity.*

Литература

1. Никитин Ю. И. Технология изготовления и контроль качества алмазных микропорошков. – К.: Наук. думка, 1984. – 264 с.
2. К вопросу однородности алмазных микропорошков по морфометрическим характеристикам / Г.П. Богатырева, Г.А. Петасюк, Г.А. Базалий, В.С. Шамраева // Сверхтв. матер. – 2009. – № 2. – С. 71–81.
3. Порошки и пасты из синтетических алмазов / Ю. И. Никитин, С. М. Уман, Л. В. Коберниченко, Л. М. Мартынова – К.: Наук. думка, 1992. – 284 с.
4. Овализация микропорошков синтетических алмазов химическим методом / Г. П. Богатырева, Н. А. Олейник, Г. Д. Ильницкая и др. // Синтез, спекание и свойства сверхтвердых материалов: сб. науч. тр. ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины; редкол. Н.В. Новиков (глав. ред.) и др. – К.: Логос, 2010. – С. 41–47.
5. Влияние высоковольтных импульсных разрядов на морфометрические характеристики алмазных микропорошков / О. Н. Сизоненко, А. Л. Майстренко, Н. А. Олейник и др. // Вісн. укр. матеріалознавч. т-ва: наук.-техн. журн. – 2010. – Вип. 3. – С. 23–32.
6. Компьютерно-аналитические методы диагностики эксплуатационных характеристик алмазных порошков и композиционных материалов на их основе / М .Н. Сафонова, Г. А. Петасюк, А .С. Сыромятникова; отв. ред. М.П. Лебедев; Мин-во образования и науки РФ, Северо-Восточный федеральный ун-т им. М.К. Аммосова. – Новосибирск: Изд-во СО РАН, 2013. – 222 с.
7. Методические рекомендации по изучению физико-химических свойств сверхтвердых материалов / под ред. Г. П. Богатырева. – К.: ИСМ АН УССР, 1992. – 40 с.
8. ДСТУ 3292-95. Порошки алмазные синтетические. Общие технические условия. Введ. 01.01.96. – К.: Госстандарт Украины, 1995. – 72 с.

Поступила 06.06.14

УДК 621.762.922.02

Т. М. Дуда, Г. Д. Ильницкая, Л. А. Романко, О. О. Пасечный, В. В. Смоквина, А. А. Девицкий, кандидаты технических наук, **В. Н. Ткач,** д-р физ.-мат. наук, **В. И. Лавриненко**, д-р техн. наук, **И.Н.Зайцева, Т.А. Косенчук[1], С.В. Гайдай,** канд. хим. наук, **А.Н. Шеханин[2]**

[1]Институт сверхтвердых материалов им. В.Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев
[2]Киевский национальный университет имени Тараса Шевченко, Украина

СВОЙСТВА АЛМАЗОВ, МЕТАЛЛИЗИРОВАННЫХ ПОКРЫТИЯМИ

Приведены результаты получения композиционных покрытий на порошках алмаза марки АС6 зернистостью 125/100 на базе единичных покрытий из Ni и Cu. Исследована структура поверхности металлизированных композиционных покрытий Ni–Al и Cu–Al и показано, что структура зависит от природы подслойного покрытия и температуры спекания.

Ключевые слова: *композиционные покрытия, металлизация поверхности порошков алмаза, структура, термоокисление, графитизация поверхности.*

Введение

Порошки синтетического алмаза в машиностроении широко применяют для обработки поверхности твердого сплава, керамики, стекла и других труднообрабатываемых

материалов. Производительность и качество обработки существенно зависят от свойств режущих элементов и возможности их интенсивной эксплуатации.

Одним из путей повышения износостойкости алмазно-абразивного инструмента и увеличения алмазоудержания является металлизация алмазов различными покрытиями [1–3]. В настоящее время покрытия дифференцированы по методам нанесения, видам, областям применения в инструменте на металлических, органических, металлоорганических связках и соответствующим им, обрабатывающим материалом [1].

В ИСМ НАН Украины разработали технологии, позволяющие наносить покрытия на шлиф-, микро-, субмикро- и нанопорошки различных марок и зернистостей на основе таких элементов, как Ni, Cu, Co–Ni, Ni–W, Ti, Ti–Cr, Ti–W, Cr, W, без и с введением наполнителей [4].

В результате ранее проведенных исследований установлено, что одной из причин алмазоудержания является, во-первых, граничное химическое взаимодействие с элементами покрытия при высокотемпературном изготовлении инструментов на металлических связках, во-вторых, диффузионным взаимодействием на границе покрытие – связка. В результате вокруг зерна алмаза образуется легированная зона с повышенными прочностными свойствами [5].

В инструменте на органических и металлоорганических связках химическое взаимодействие наблюдается на границе металл покрытия – полимер. При этом чем более шероховатое покрытие, тем больше площадь поверхности и эффективность взаимодействия [5].

Развитие инструментального производства, необходимость обработки новых труднообрабатываемых материалов, поиск новых путей энергосбережения диктуют необходимость получения композиционных покрытий с новыми свойствами, позволяющими укреплять электризацией и функционированием термоЭДС в зоне контакта инструмента с деталью.

Цель настоящей работы – получить композиционные покрытия на порошках алмаза марки АС6 зернистостью 125/100 на основе единичных покрытий из Ni и Cu.

Методика исследования

Металлизированные методом химического восстановления Ni (25 мас. %) и Cu (38 мас. %) порошки алмаза были покрыты методом обкатки в присутствии специального связующего тонкодисперсным порошком алюминия марки АСД крупностью –40 мкм. Высушенные образцы спекали в печи в воздушной среде при температуре 750 и 900 ºС. Степень металлизации алмазов с композиционным покрытием составляла 70–75 мас. %.

Электронно-микроскопическое исследование осуществляли с помощью электронного микроскопа ZEISS ULTRASS.

Электрофизические характеристики металлизированных алмазов в виде удельного электросопротивления измеряли по разработанной в ИСМ НАН Украины методике [7], статическую (механическую) прочность алмазов с покрытиями – по стандартной методике [8].

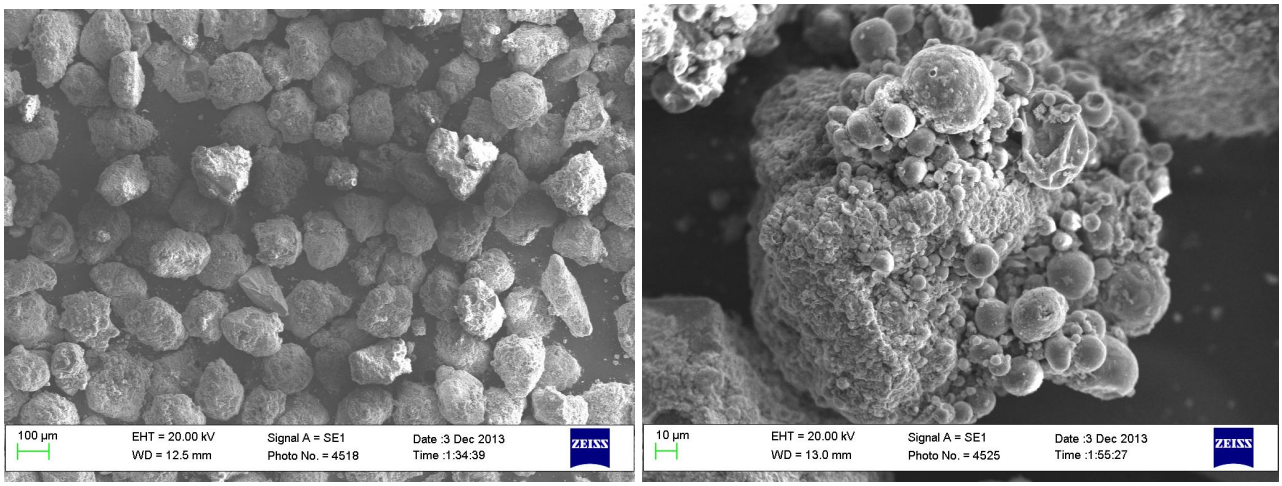
Термоокисление металлизированных алмазов проводили на масс-спектрометре МИ 1201 с температурным интервалом 20–1000 ºС в воздушной среде.

Результаты исследования и их обсуждение

С помощью электронно-микроскопического анализа исследовали структуру композиционных покрытий металлизированных алмазов.

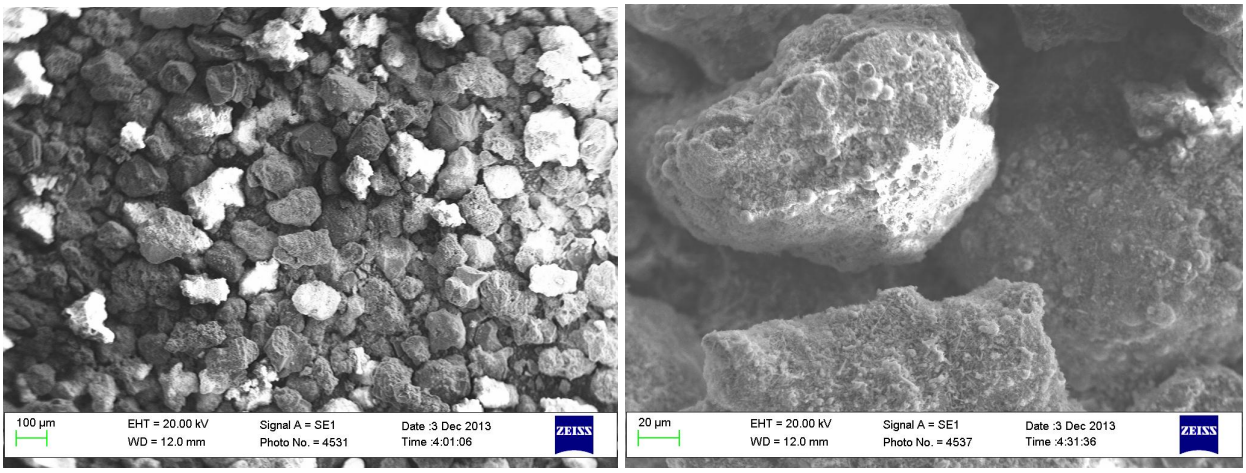
Электронно-микроскопическое изображение алмазов марки АС6 125/100, металлизированных Ni и покрытых Al показано на рис. 1, металлизированных Cu и покрытых Al при температуре спекания 750 ºС – на рис. 2, и при 900 ºС – на рис. 3.

Как видим на зернах алмаза, металлизированных композиционным покрытием Cu–Al, структура поверхности покрытия сформирована из игл, а на зернах алмазов, металлизированных покрытием Ni–Al, соединений иглообразных образований не обнаружено.

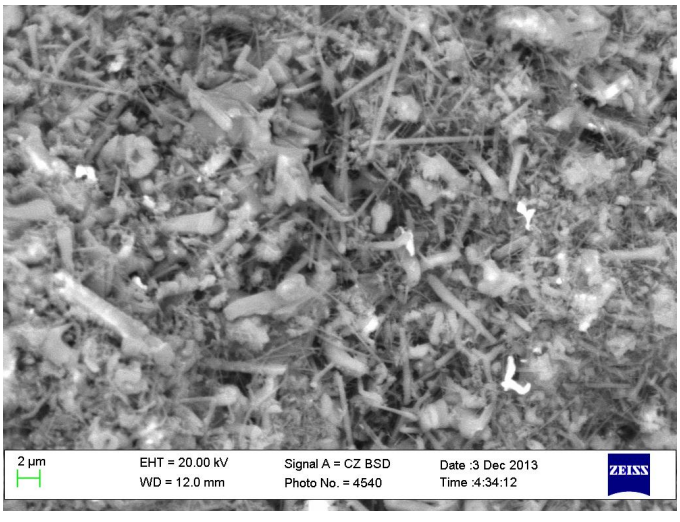


а *б*

Рис. 1. Электронно-микроскопическое изображение алмазов марки АС6 125/100, металлизированных Ni и покрытых Al: а – общий вид порошка; б – отдельный кристалл

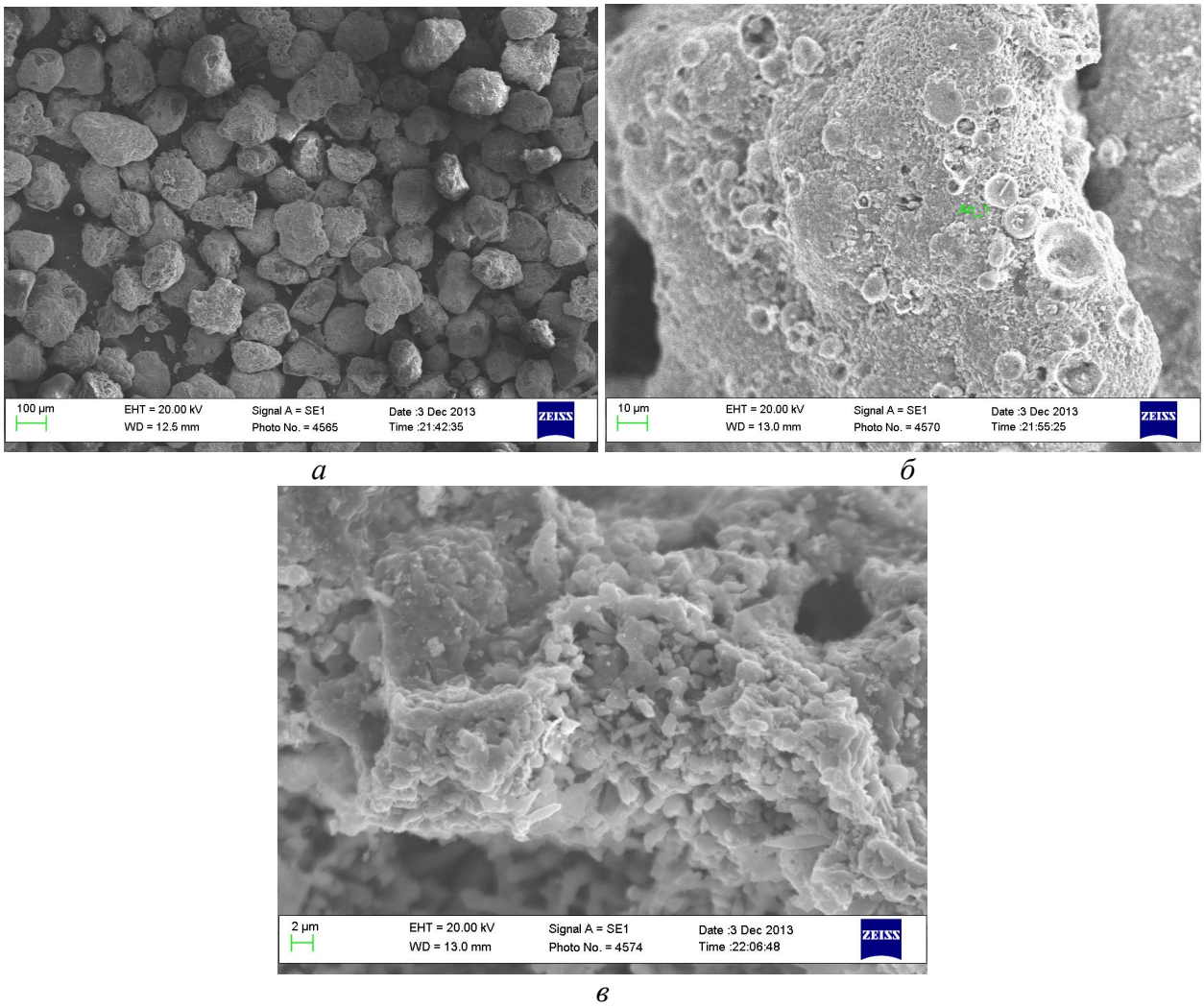


а *б*



в

Рис. 2. Электронно-микроскопическое изображение алмазов марки АС6 125/100, металлизированных Cu и покрытых Al, при температуре спекания 750 оС: а – общий вид порошка; б – отдельный кристалл; в – поверхность кристалла



а *б* *в*

Рис. 3. Электронно-микроскопическое изображение алмазов марки АС6 125/100, металлизированных Cu и покрытых Al, при температуре спекания 900 оС: а – общий вид порошка; б – отдельный кристалл; в – поверхность кристалла

Структура полученных композитов зависит от температуры спекания. Структура Cu–Al, показанная на рис. 2, соответствует композиту Cu–Al, полученному при температуре 750 °С. При повышении температуры до 900 °С образуется более монолитная структура с прочным скелетом и выделением на поверхности эвтектики взаимодействующих компонентов покрытия (рис. 3).

Растворимость углерода в меди при температуре спекания 750 и 900 °С чрезвычайно мала и даже при температуре 1100 °С составляет 0,0001 мас. % [6].

Растворимость углерода в никеле больше и при температуре более 400 °С возможно образование фазы Ni_3C_2.

Согласно [6] растворимость меди в алюминии в твердом состоянии при температуре 548 °С составляет 5,7 мас. % и по мере повышения температуры спекания уменьшается. Поскольку образцы спекали при фиксированной температуре 750 и 900 °С, в этом интервале в результате диффузионного взаимодействия возможно образование трех основных фаз: кубической γ_2 (Cu_9Al_4), γ_1 с моноклинной решеткой ($Cu_{32}Al_{19}$) и $Cu_{30}Al_{20}$, структура которой неизвестна. Приведенные типы структур очень близки по параметрам, обнаружить двухфазную область не удалось.

Растворимость Ni в Al в твердом состоянии (при температуре 640 °С) составляет 0,05 мас. %; при температуре 630 °С и выше предполагаем возможность образования фазы постоянного состава Ni_3Al.

Сравнительные результаты измерения статической (механической) прочности алмазов исходных без покрытия и с металлизированным покрытием приведены в таблице.

Статическая (механическая) прочность алмазов исходных без покрытия и с металлизированными покрытиями

Образец	Статическая (механическая) прочность *P*, Н
АС6 125/100	7,82
АС6 125/100 – Ni	8,56
АС6 125/100 – Cu	12,26
АС6 125/100 – Ni–Al	9,04
АС6 125/100 – Cu–Al (750 °С)	13,10
АС6 125/100 – Cu–Al (900 °С)	7,99

Из данных таблицы следует, что прочность металлизированных порошков выше, чем исходных. Если прочность исходных порошков алмаза составляла 7,8 Н, то после металлизации поверхности порошка алмаза Ni повысилась примерно на 10%, а после покрытия Al – на 16% и составила 9,0 Н. После металлизации порошка алмаза Cu прочность составила 12,3 Н, после покрытия Al – 13,1 Н, примерно на 50% превысив прочность исходного порошка.

Результаты измерения электрофизических характеристик алмазов, металлизированных композиционными покрытиями в виде удельного электросопротивления ρ, показали, что в исходном порошке алмаза $\rho=5{,}5\cdot10^{10}$ Ом·м, а после металлизации порошков алмаза электропроводными металлами Ni и Cu материал, естественно, становится электропроводным с $\rho=1\cdot10^{-5}$ и $\rho=1\cdot10^{-6}$ Ом·м соответственно. Удельное электросопротивление алмазов, металлизированные композиционными покрытиями (Ni–Al и Cu–Al) на порядок выше. При этом если удельное электросопротивление металлизированных алмазов низкое, то электропроводимость процесса будет выше и при электроэрозийном шлифовании должно положительно повлиять на износостойкость инструмента.

При термоокислении алмазов исходных и металлизированных в температурном интервале 20–1000 °С в воздушной среде, общая потеря массы исходных алмазов составила 8%. Это обусловлено как термоокислением алмазов при температуре более 500 °С, так и графитизацией алмаза при более высокой температуре (~930 °С).

Аналогичная картина наблюдается при окислении образцов алмаза металлизированных Ni и Cu. Металлизация алмаза Cu обеспечивает температуру начала потери массы в области ~930 °С, Ni – при более высокой температуре (~960 °С). Композиционное покрытие Cu–Al способствует снижению температуры начала основной потери массы до ~880 °С, для образцов, металлизированных Ni–Al – до ~920 °С. Для образцов алмаза АС6 – Ni–Al на кривой термограммы наблюдается незначительная потеря массы при температуре 440 °С, что, вероятно, обусловлено более высокой относительно углерода алмаза каталитической активностью Ni по сравнению с Cu, а также разрушением на поверхности алмазов карбонильных и карбоксильных групп.

Для оценки эффективности использования износостойкости композитов на основе алмазов марки АС6 зернистостью 125/100, металлизированных Ni, Cu, композиционными покрытиями Ni–Al и Cu–Al изготовили серию шлифовальных кругов формы 12А2-45° на полимерной связке В2-08. Изготовленные круги переданы для испытания.

Выводы

1. Структура поверхности металлизированных композиционных покрытий Ni–Al и Cu–Al зависит от природы подслойного покрытия и температуры спекания.
2. Игольчатая поверхностная структура композиционного покрытия обусловлена образованием интерметаллитных фаз сложного стехиометрического состава.
3. Снижение термоокислительной стойкости металлизированных композиционных покрытий порошков алмаза обусловлено каталитической активностью элементов покрытий по отношению к углероду алмаза.

Наведено результати отримання композиційних покриттів на порошках алмазу марки АС6 зернистістю 125/100 на базі одиничних покриттів з Ni та Cu. Досліджено структуру поверхні металізованих композиційних покриттів Ni–Al та Cu–Al і показано, що структура залежить від природи підшарового покриття і температури спікання.

Ключові слова: *композиційні покриття, металізація поверхні порошків алмазу, структура, термоокислення, графітизація поверхні.*

There are results of reception of composite coverings on powders of diamond of mark AC6 of granularity 125/100 are submitted on the basis of individual coverings from Ni and Cu in article. The structure of a surface of metallized composite coverings Ni–Al and Cu–Al is investigated and is shown, that the structure depends by nature coverings and temperatures of sintering.

Key words: *composite coverings, metallization of a surface of powders of diamond, structure, thermal-oxidation, graphitization of a surface.*

Литература

1. Дуда Т.М. Эффективные покрытия для порошков алмаза и КНБ, их структурные особенности и области промышленного применения / Т.М. Дуда // Синтез, спекание и свойства сверхтвердых материалов. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2005. – С. 86–95.
2. Инструмент из металлизированных сверхтвердых материалов / Е.М. Чистяков, А.А. Шепелев, Т.М. Дуда, В.П. Черных. – К.: Наук. думка, 1982. – 204 с.
3. Дуда Т.М. Металлизированные алмазные микро- и ультрадисперсные порошки повышают эффективность обработки природного алмаза / Т.М. Дуда, Н.И. Калайда, Н.П. Гонтарь // Інструмент. світ. – 2000. - № 9. – С. 11–13.
4. Дуда Т.М. Некоторые особенности получения и физико-механические свойства алмазных порошков, металлизированных композиционными химическими покрытиями с включением УДА / Т.М. Дуда, Ю.И. Никитин, В.Г. Полторацкий и др. // Сверхтвердые матер. – 2000. - № 5. – С. 88–94.
5. Дуда Т.М. Взаимодействие на границах контакта алмаз – покрытие – связка / Т.М. Дуда // Сверхтвердые матер. – 1986. - № 5. – С. 30–33.
6. Хансен М. Структуры двойных сплавов / М. Хансен, К. Андерко - М., 1962. – Т. 1. – 608 с.
7. М 23.9–303:2014. Методика определения удельного электрического сопротивления дисперсных порошков сверхтвердых материалов. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2014. – 6 с.
8. ДСТУ 3292-95. Порошки алмазні синтетичні. Загальні технічні умови. – К.: Держстандарт України, 1996. – 69 с.

Поступила 29.05.14

УДК621.921.34:621.921.34–413:621.923.4:662.23.05:669.018.25

А. А. Шульженко, член-кор. НАН Украины; **А. Н. Соколов, Л. И. Александрова, В. Г. Гаргин, А. С. Осипов, Л. Ф. Стасюк, А. П. Закора, Р. К. Богданов, Г. Д. Ильницкая,** кандидаты технических наук; **М. В. Супрун; В. Н. Ткач,** д-р техн. наук; **Н. А. Русинова**

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

ГИБРИДНАЯ АЛМАЗНО-ТВЕРДОСПЛАВНАЯ ПЛАСТИНА

Приведены результаты экспериментальных исследований по созданию гибридных алмазно-твердосплавных пластин (АТП)для оснащения ими бурового инструмента. Определены физико-механические свойства алмазного поликристаллического слоя АТП, армированного CVD-алмазом. Изучен характер износа алмазного поликристаллического слоя АТП.

***Ключевые слова**: твердость, структура, износостойкость, давление, температура, CVD-алмаз.*

Введение

В настоящее время CVD-алмаз находит все большее применение как инструментальный материал. Его используют в качестве режущего инструмента для механической обработки цветных металлов и сплавов, для правки абразивных кругов и так далее. Для этих целей десятки фирм мира изготавливают пластины CVD-алмаза нескольких марок, отличающихся физико-механическими свойствами [1]. В настоящее время мы начинаем его применять для бурового инструмента, в частности, как один из составляющих элементов алмазно-твердосплавной пластины (АТП).

АТП представляет собой полученное в условиях высоких давлений и температур неразъемное соединение алмазного поликристаллического слоя, имеющего высокую износостойкость и твердость, с твердосплавной подложкой.

АТП используют для оснащения долот для бурения скважин на нефть и газ, для бурения шпуров в угольной промышленности, коронок геологоразведочного бурения и т. п. Отличительной особенностью работы АТП в инструменте по сравнению с другими поликристаллическими материалами является то, что по мере износа алмазного слоя его кромка остается острой за счет опережающего износа твердосплавной положки (пластины) у резцов АТП. В этом случае резец длительное время сохраняет остроту за счет выступающей острой кромки поликристаллической алмазной пластины, износ которой отстает от износа твердосплавной положки. В результате улучшается породоразрушающая эффективность пластины и увеличивается скорость бурения долота, коронки и т. п. Особенно эффективно применение АТП в долотах при бурении скважин в породах с упруго-пластичными свойствами (IV–VII категорий буримости). По сравнению с твердосплавным инструментом при использовании АТП скорость бурения возрастает в 1,5 раза, а стойкость в 5–15 раз.

Режущая кромка пластины АТП в процессе работы увеличивается, энергоемкость разрушения горной породы изменяется, так как увеличивается площадь контакта с горной породой. При этом существенно падает механическая скорость бурения. Для поддержания постоянной механической скорости бурения необходимо повышать осевую нагрузку на резец АТП, что в свою очередь увеличивает износ пластины АТП. Обычно пластины АТП размещаются в буровом инструменте под отрицательным углом резания 15–20°, соответственно высота выступа режущей кромки пластины АТП над корпусом бурового инструмента (или его лопасти), в основном будет зависеть от высоты твердосплавной подложки. Как показывает практика использования бурового инструмента, оснащенного АТП, его отработку ведут до

полного износа выступающей над корпусом инструмента части АТП с твердосплавной подложкой. Пластина АТП при этом изнашивается на 1/3 диаметра, а износ отдельных пластин АТП полностью повторяет контур износа рабочей поверхности бурового инструмента.

Для уменьшения износа режущей кромки АТП была предложена конструкция гибридной АТП (рис. 1), в которой благодаря выбору компонентов алмазного слоя с различной твердостью и трещиностойкостью и их расположения в поликристаллическом слое обеспечивается повышение ее износостойкости и скорости бурения [1].

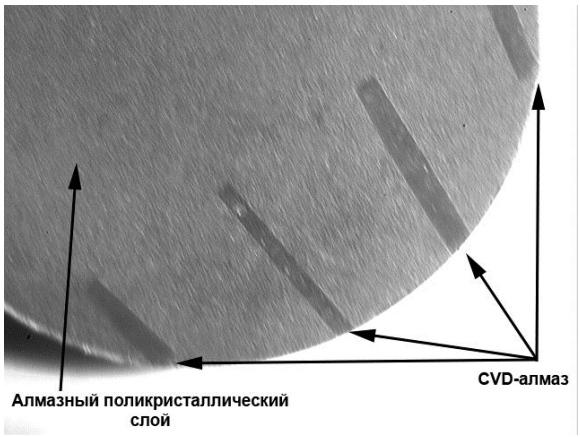


Рис. 1. Гибридная алмазно-твердосплавная пластина

Как видно из рис. 1, в гибридной АТП поликристаллический алмазный слой дополнительно содержит гнезда, в которых расположены пластины из CVD-алмаза.

Целью настоящей работы является исследование физико-механических свойств (твердости, трещиностойкости, износостойкости) алмазного поликристаллического слоя АТП и CVD-алмаза.

Материалы и методы исследований

Объектом исследований в данной работе являлась гибридная алмазно-твердосплавная пластина и ее составляющие (CVD-алмаз и поликристаллический алмазный слой). Для армирования поликристаллического алмазного слоя АТП применяли пластины CVD-алмаза с размерами 0,5×0,5×4,0 мм и 0,3×1,0×4,0 мм.

Для исследований использовали четыре разновидности CVD-алмаза (условные обозначения D1, D2, D3, D4), отличающихся друг от друга размером зерен, структурой и режимами изготовления.

В качестве исходного материала для алмазного поликристаллического слоя использовали алмазные микропорошки марки АСМ 60/40.

Спекание гибридных алмазно-твердосплавных пластин осуществляли в аппарате высокого давления типа «тороид» при давлении 7,7 ГПа и температуре ~1800 °С.

Структуру и ориентацию зерен в CVD-алмазе оценивали на основе анализа дифракции обратно-рассеянных электронов (Electron Backscatter Diffraction – EBSD), полученной с использованием комплекса HKL CANNEL 5 (фирма «Oxford Instruments»).

Твердость гибридной алмазно-твердосплавной пластины, спеченной в условиях высоких давлений и температур определяли с помощью микротвердомера ПМТ-3 с использованием в качестве индентора алмазной пирамиды Виккерса. Величину твердости определяли по общепринятой формуле $HV=1{,}8544\times P/d^2$, где P – нагрузка на индентор; d – среднее арифметическое двух диагоналей отпечатка [2]. Замеры твердости производили при нагрузке на индентор 4,9 Н. Величину диагоналей отпечатка замеряли с помощью оптического микроскопа «Неофот» при увеличении ×800.

Обычные методы определения трещиностойкости K_{1C} (двойное кручение, внецентровое растяжение, изгиб образца с исходной трещиной) являются неэффективными при испытании сверхтвердых материалов (СТМ). Это связано с тем, что в материалах с ковалентными связями и высоким барьером Пайерлса, к которым относятся СТМ, движение дислокаций при комнатной температуре крайне затруднено, что вызывает их высокую чувствительность к надрезам, сколам, включениям, трещинам и другим концентраторам напряжения.

В этой связи для определения трещиностойкости ковалентных материалов была разработана методика, основанная на вдавливании индентора Виккерса в плоскую поверхность хрупкого тела при нагрузках, приводящих к развитию радиальных трещин из углов отпечатка. Изменение длины трещин, образующихся у отпечатков при нагрузке 50–100 Н и проходящих как продление диагоналей отпечатка, и длины диагоналей самого отпечатка позволяет оценить трещиностойкость материала по формуле Палмквиста:

$$K_{1C} = 0{,}09 \times P/C^{3/2},$$

где Р – нагрузка на индентор; $C = (2C_x + 2C_y)/4$, $2C_x$, $2C_y$ – сумма длин трещин и диагонали отпечатка по соответствующей оси. Коэффициент 0,09 был принят как постоянная величина для всех испытуемых материалов.

В данной работе использовали усовершенствованный в Институте сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины вариант описанной выше методики. Особенностью методики является повышенная точность выявления трещин вокруг отпечатка.

Износостойкость определялась при точении коростышевского гранита XI категории буримости на токарно-винторезном станке модели ДИП-200. Параметры режима резания были следующие: скорость – 355 мин$^{-1}$, глубина резания – 0,5 мм.

Влияние вставок CVD, размещенных в рабочем торце алмазного слоя элемента АТП, на характер разрушения твердых горнах пород оценивали на основе изучения размера зерен шлама, образовавшихся при разрушении породы этими вставками.

Для сравнительной оценки эффективности разрушения твердых горных пород были изготовлены элементы АТП, рабочий торец алмазного слоя которых оснащался вставками CVD-алмаза, и без них.

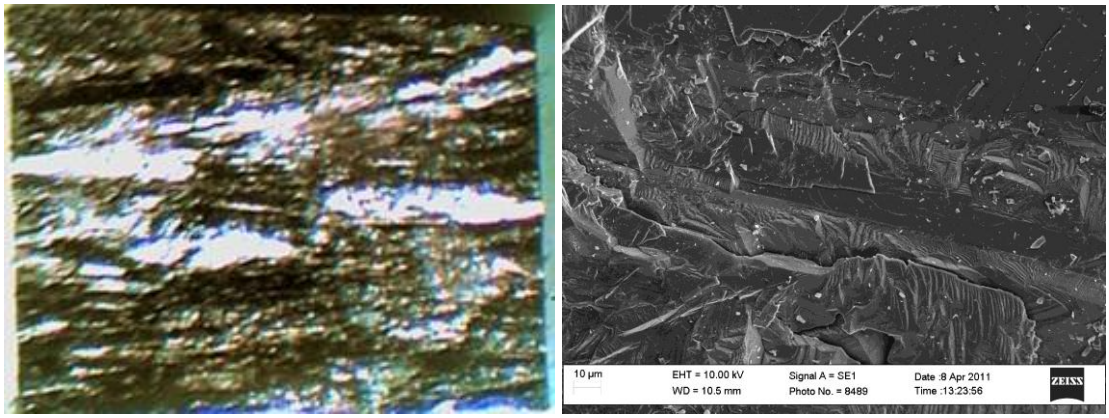
Сбор шлама проводился при продольном точении коростышевского гранита XI категории буримости, на токарно-винторезном станке модели ДИП-200. При этом использовалось специальное приспособление для закрепления испытуемого образца породоразрушающего элемента в виде резца с передним углом резания 15°, что соответствует установке и наиболее эффективной работе резца АТП в буровой коронке. Получаемый при разрушении гранита с заданной глубиной внедрения резца шлам собирался вместе с промывочной жидкостью в емкость, где в дальнейшем проходил процесс осаждения.

Крупность шлама гранита оценивали ситовым методом с набором сит диаметром 120мм с поддоном и крышкой, с сетками по ГОСТ 6613-86. При этом раз мер ячеек сит был от 200 до 40 мкм, позволяющий проводить разделение шлама по фракциям от +200 до -40 мкм.

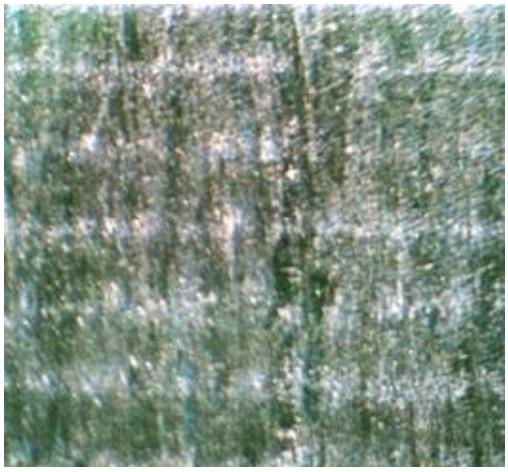
Результаты исследований

Исследованиями структуры образцов CVD-алмаза установлено следующее.

Отличительной особенностью CVD-алмаза D1 является столбчатая однородная структура (рис. 2, *а*) с явно выраженным кристаллическим строением (рис. 2, *б*). Светлые полосы, хорошо наблюдаемые со стороны реза пластины (рис. 2, *г*) указывают на то, что при процессе выращивания используют метод термоциклирования.



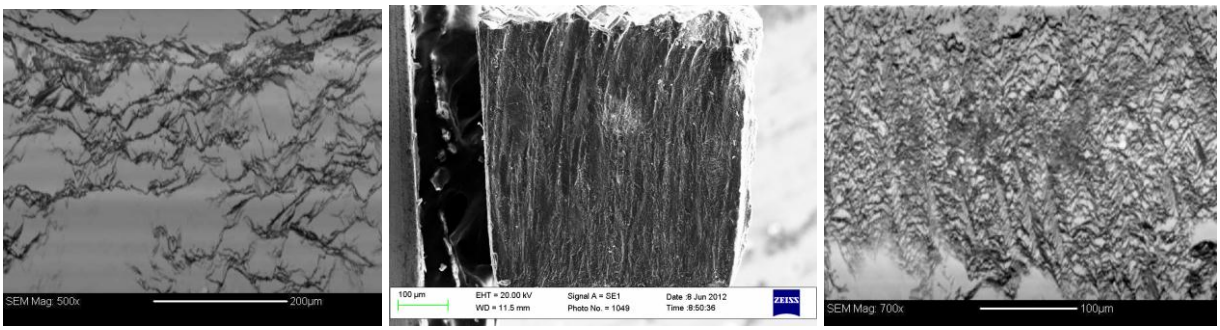
а *б*



г

Рис. 2. Внешний вид образца CVD D1 (а – излом; б – со стороны реза пластины) и его изображение во вторичных электронах (г)

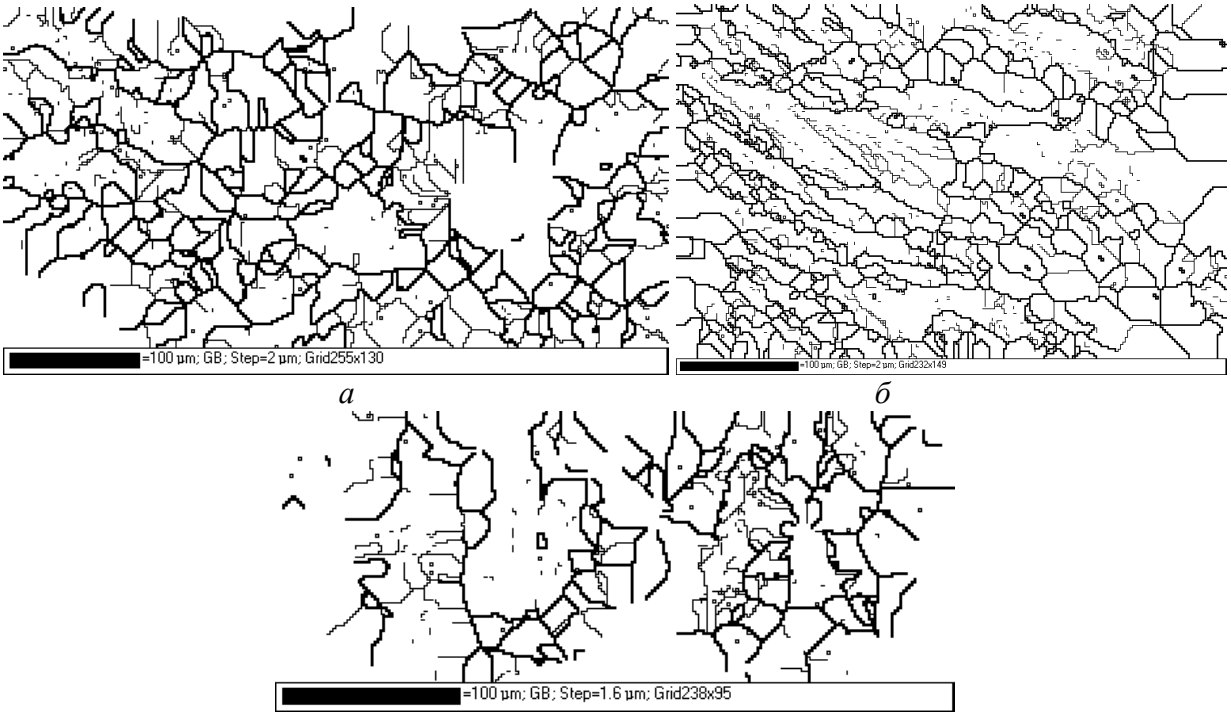
На рис. 3 показаны изображения во вторичных электронах исследуемых участков образцов D2–D4.



а *б* *в*

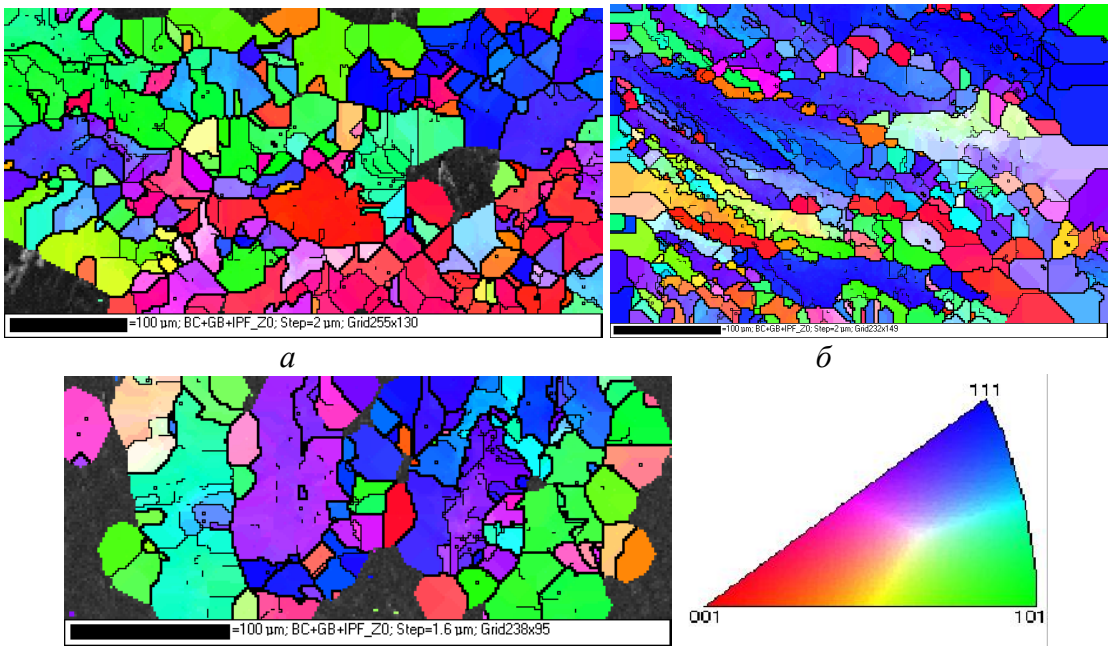
Рис. 3. Изображения во вторичных электронах исследуемых участков образцов CVD-алмаза: а – D2; б – D3; в – D4

Как видно из рис. 3 образцы D2–D4 существенно различаются по своему кристаллическому строению. Детальную информацию о различии в структуре этих образцов дает метод EBSD (рис. 4 и 5).



а *б* *в*

Рис. 4. Размеры и форма зерен CVD-алмаза: а – D2; б – D3; в – D4



а *б* *в* *г*

Рис. 5. Кристаллографическая ориентация зерен в образцах CVD-алмаза (а – D2; б – D3; в – D4) и диаграмма соответствия цвета и кристаллографического направления (г)

Как следует из приведенных выше рисунков, образец D2 в основном состоит из мелких зерен (~ 10–30 мкм), встречаются также крупные зерна размером 100 и более. Характерной особенностью образца D3 является столбчатая структура с ориентацией в основном в плоскости (111) В образце встречаются зерна размером менее 5 мкм. Для образца D4 характерна крупнозернистая структура (~ 20–120 мкм).

Все четыре образца CVD-алмаза были испытаны при точении коростышевского гранита XI категории по буримости (табл. 1).

Таблица 1. **Испытание на износостойкость при точении коростышевского гранита XI категории образцов CVD-алмаза**

Образец	Средняя интенсивность изнашивания по массе, мг/км
D1	0,18
D2	0,43
D3	0,17
D4	0,41

Из табл. 1 следует, что наиболее износостойкими материалами являются пластины CVD-алмаза, имеющие явно выраженную столбчатую структуру.

Поэтому в дальнейшем для изготовления гибридной АТП использовали пластины CVD-алмаза с явно выраженной столбчатой структурой.

На рис. 6 показан алмазный поликристаллический слой АТП, армированный CVD-алмазом, размером 0,3×1,0×4,0 мм. Пластина CVD-алмаза была ориентирована в алмазном слое как боковой стороной (1), так и зародышевой стороной (2). Ширина зародышевой стороны составляла 1,0 мм, а боковой – 0,3 мм.

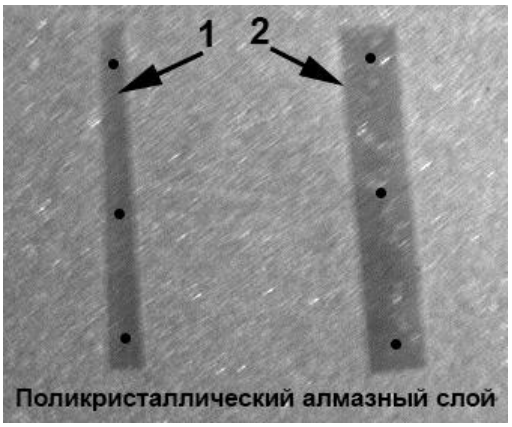


Рис. 6. Алмазный поликристаллический слой АТП, армированный CVD-алмазом: 1 – CVD-алмаз, ориентированный боковой стороной; 2 – CVD-алмаз, ориентированный зародышевой стороной

Твердость определяли в точках, отмеченных на рис. 6 черными кружками. Установлено, что значение твердости по длине пластины изменяется незначительно и составляет при ориентации боковой стороной 88–92 ГПа, а при ориентации зародышевой стороной – 105–112 ГПа.

Исходная твердость пластины CVD-алмаза, измеренная на зародышевой стороне (до спекания) составила 77 ГПа, следовательно, твердость CVD-алмаза после спекания в алмазном слое в условиях НРНТ увеличилась на 32–45%.

Твердость алмазного поликристаллического слоя в различных областях АТП составила 51–60 ГПа, трещиностойкость – 9–10 МПа·м$^{1/2}$.

Трещиностойкость CVD-алмаза установить не удалось, так как при нагрузке на индентор 50 Н пластина разрушалась.

Интенсивность изнашивания (износостойкость) АТП, армированной пластинами CVD-алмаза и без них была практически одинакова и составила при пути резания 2 км соответственно 0,12 и 0,13 мг/км.

Характер износа алмазного слоя гибридной АТП показан на рис. 7.

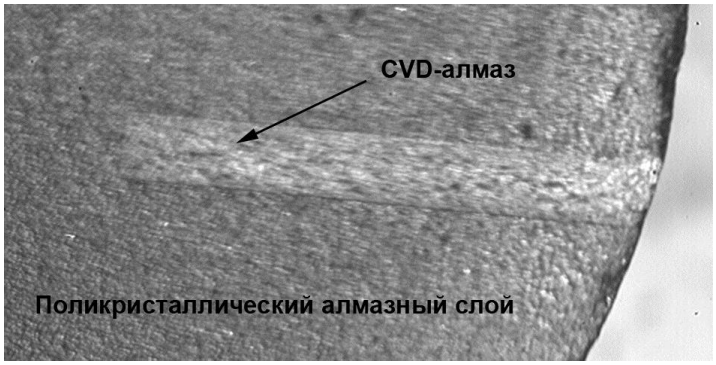


Рис. 7. Характер износа алмазного слоя АТП, армированного пластинами CVD-алмаза (0,5×0,5×4,0 мм)

Как видно из рис. 7, пластины CVD-алмаза, размером 0,5×0,5×4,0 мм, практически не износилась. Следы износа заметны только на алмазном поликристаллическом слое (справа и слева от пластины CVD-алмаза).

Влияние армирования алмазного слоя пластинами CVD-алмаза можно определить по изучению размера зерен шлама, образовавшегося при разрушении породы алмазно-твердосплавными пластинами.

Результаты рассева шлама горной породы АТП, рабочий торец алмазного слоя которых оснащался пластинами CVD-алмаза, и без оснащения, представлен в таблице.

Таблица 2. **Результаты рассева шлама гранита по фракциям**

Зернистость частиц шлама, мкм	АТП	Гибридная АТП	Изменение размера частиц породы в шламе при точении гранита гибридной АТП, кол-во раз
	Содержание частиц в шламе, %	Содержание частиц в шламе, %	
+250	0,58	0,93	1,6
250/200	0,05	0,06	1,2
200/160	0,05	0,06	1,2
160/125	0,06	0,07	1,2
125/100	0,63	0,70	1,1
100/80	1,90	2,10	1,1
80/63	5,46	5,39	1,0
63/50	7,65	8,42	1,1
50/40	17,63	19,87	1,1
-40	65,99	62,40	0,9
Всего	100	100	

Как видно, при разрушении гранита элементами АТП с разным вариантом оснащения рабочего торца основной размер частиц шлама составляют зерна меньше 40 мкм. На их долю приходится от 62,40% до 65,99% от всего объема шлама.

При разрушении породы элементами гибридной АТП шлам в диапазоне +240 мкм до 50/40 мкм в процентном соотношении более крупный, чем шлам, полученный при разрушении породы элементами АТП.

С уменьшением раз мера частиц имеет место тенденция постепенного уравнивания их процентного содержания в шламе, полученном как от разрушения породы АТП, рабочий торец алмазного слоя которых оснащался пластинами CVD-алмаза, так и без оснащения.

Согласно ранее выполненным исследованиям установлено, что увеличение размеров частиц шлама при бурении сопровождается уменьшением работы, затрачиваемой на разрушение породы [3]. Таким образом, полученные данные свидетельствуют о более эффективном разрушении породы элементами гибридной АТП, так как при этом происходит отделение от породы в большем объеме частиц шлама более крупного размера.

Сравнительные испытания на износостойкость гибридных АТП, армированных CVD-алмазом размером 0,5×0,5×4,0 мм и размером 0,3×1,0×4,0 мм, показали, что использование пластин CVD-алмаза толщиной 0,3 мм приводит к резкому снижению износостойкости за счет скалывания пластин CVD-алмаза в процессе испытаний (рис. 8).

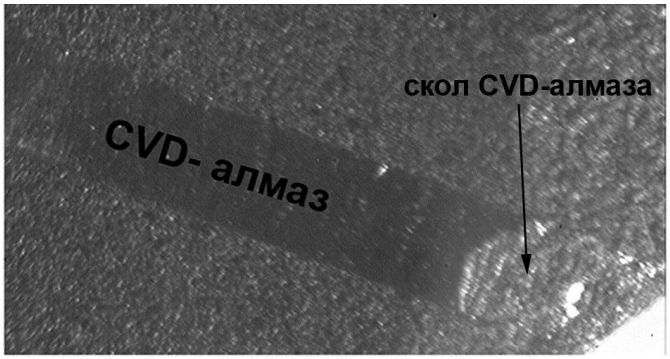


Рис. 8. Характер износа алмазного слоя АТП, армированного CVD-алмазом (0,3×1,0×4,0 мм)

Таким образом, как видно из приведенных выше экспериментальных данных, износостойкость пластин CVD-алмаза в алмазном поликристаллическом слое АТП зависит не только от геометрических размеров пластины, но в большей мере от ее структуры и физико-механических свойств, а также от свойств алмазного поликристаллического слоя.

Выводы

1. Установлено увеличение твердости на 32-45% в CVD-алмазе в гибридной алмазно-твердосплавной пластине, расположенной в поликристаллическом алмазном слое, сформированном в процессе спекания АТП (P ~ 7-8ГПа, T ~ 1800°C).

2. Определен характер износа алмазного слоя АТП, армированного пластинами CVD-алмаза размером 0,5×0,5×4,0мм. Показано, что пластины CVD-алмаза (при пути резания 2 км) практически не износились, а следы износа зафиксированы только в алмазном поликристаллическом слое (справа и слева от пластины CVD-алмаза.

3. Измерение размеров частиц шлама при разрушении породы пластина АТП, армированной CVD-алмазом, показало, что шлам состоит из более крупных частиц, чем шлам, полученный от породы пластинами АТП, неармированных CVD-алмазом, что свидетельствует о более эффективном разрушении породы.

4. Для армирования алмазно-поликристаллического слоя АТП, пластинами CVD-алмаза, рекомендован CVD-алмаз, характеризующийся явно выраженной столбчатой структурой.

Наведено результати експериментальних досліджень по створенню гібридних алмазно-твердосплавних пластин для оснащення ними бурового інструменту. Визначено фізико-механічні властивості алмазного полікристалічного шару АТП, армованого CVD-алмазом. Вивчено характер зносу алмазного полікристалічного шару АТП.

***Ключові слова**: твердість, структура, зносостійкість, тиск, температура, CVD-алмаз.*

The results of experimental studies on the creation of hybrid diamond-carbide inserts for tipping in drilling tools are shown. Physical and mechanical properties of ATP polycrystalline diamond layer reinforced with CVD-diamond were defined. The wear character of ATP diamond polycrystalline layer was studied.

***Key words**: hardness, texture, wear resistance, pressure, temperature, CVD-diamond.*

Литература

1. А. Н. Соколов, А. А. Шульженко, В. Г. Гаргин, А. В. Котко, В. П. Брикса, Р. К. Богданов, А. П. Закора, М. Г. Лошак, Л. И. Александрова. Структура и физико-механические свойств CVD-алмаза различного кристаллического совершенства в материале гибридайт // Сверхтвердые материалы. – 2013. – № 2. – С. 29–40.
2. Патент на корисну модель № 83326 Україна. МПК B22F 7/04 (2006.01), B22F 3/15 (2006.01). Алмазно-твердосплавна пластина // М. В. Новіков, О. О. Шульженко, В. Г. Гаргін та ін. – Опубл. 10.09.13, Бюл. № 17.
3. Глазов В. М., Вигдорович В. Н. Микротвердость металлов и полупроводников. – М.: Металлургия, 1969. – 248 с.
4. Сверхтвердые материалы в геологоразведочном бурении: Монография / Р. К. Богданов, А. П. Закора, А. М. Исонкин, П. В. Зыбинский. – Донецк: Норд-пресс, 2007. – 244 с.

Поступила 26.05.14

УДК 621.921.34-022.513.2:539.89:621.941

А. А. Бочечка, д-р техн. наук; **Н. Е. Стахнив,** канд. техн. наук; **Л. Н. Девин,** д-р техн. наук; **С. Н. Назарчук,** канд. техн. наук

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

ПОЛУЧЕНИЕ НАНОКОМПОЗИТА АЛМАЗ – КАРБИД ВОЛЬФРАМА И ЕГО ПРИМЕНЕНИЕ ДЛЯ ЧИСТОВОГО ТОЧЕНИЯ СПЛАВОВ АЛЮМИНИЯ

Описан процесс получения нанокомпозита алмаз – карбид вольфрама. Приведены результаты исследования чистового точения сплавов алюминия инструментом, оснащенным круглой режущей вставкой из полученного материала. Установлено влияние технологических режимов обработки на составляющие силы резания, вибрацию, шероховатость и волнистость обрабатываемой поверхности. Даны практические рекомендации по выбору режимов и условий обработки.

***Ключевые слова**: нанокомпозит алмаз – карбид вольфрама, нанопорошки, спекание при высоком давлении, чистовое точение, сплавы алюминия, режимы обработки.*

Перспективным способом повешения эфективности спекания алмазных порошков является введение в них добавок, которые при спекании образуют химические соединения с углеродом и таким образом связывают алмазные частицы. В ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины впервые установили принципиальную возможность реакционного спекания в условиях высокого давления и высокой температуры нанопорошков алмаза и вольфрама [1]. В результате их взаимодействия при спекании в порах между алмазными наночастицами образуются наночастицы карбида вольфрама, химически связанные с алмазными, что усиливает взаимосвязь зерен полученного композита.

Для исследования использовали алмазный нанопорошок статического синтеза АСМ5 0,1/0 и нанопорошок триоксида вольфрама. Введение в алмазный порошок вольфрамосодержащей добавки производили проведением ряда физико-химических операций, описанных в [1]. Полученную смесь подвергали термической обработке в среде водорода до восстановления вольфрама. На следующем этапе эксперимента из полученной смеси формировали компакты, которые прессовали в стальной пресс-форме при комнатной температуре.

Непосредственно перед спеканием проводили десорбцию газов путем термической обработки компактов в вакууме при температуре 500 °С в течение 30 мин до давления остаточных газов 10^{-3} Па. Герметизацию рабочего объема аппарата высокого давления (АВД) осуществляли механически. Спекание проводили в АВД типа «тороид» [2] при начальном давлении 8 ГПа продолжительностью 20 с и широком температурном интервале.

Следует отметить, что введение в смесь с более крупным алмазным порошком нанопорошка вольфрама по способу, приведенному в [1], способствует улучшению физико-механических характеристик образцов спеченного композита по сравнению с образцами, полученными механическим смешиванием, причем максимально твердые образцы имеют максимальную трещиностойкость [3]. Значения этих величин и для композита на основе алмазного нанопорошка УДА, и для композита на основе алмазного нанопорошка статического синтеза АСМ5 0,1/0 при оптимальном соотношении компонентов и параметров спекания практически совпадают и составляют соответственно $HV5$ = 25 ГПа, K_{IC} =6,6 МПа·м$^{1/2}$. Такое сочетание важных механических характеристик достигается вследствие формирования структуры композита, для которой характерно равномерное распределение частиц образованного карбида вольфрама в промежутках между алмазными. Образцы указанных композитов имеют также высокую термостабильность (при температуре 1100 ºС K_{TC} = 0,86) [4].

Работоспособность резцов из нанокомпозита алмаз – карбид вольфрама изучали с использованием автоматизированного стенда на базе токарного станка с ЧПУ модели ТПК 125ВМ [5]. Экспериментальные исследования выполняли при чистовом точении образца (диаметром d = 60–65 мм) из алюминиевого сплава АК6. Резец с механическим креплением круглой режущей пластины диаметром 7($\pm$0,025) мм имел следующие геометрические параметры: передний угол γ = 0°; задний угол α = 10°. Выполнилы несколько серий экспериментов с постоянной глубиной резания t = 0,1 мм. В каждой серии фиксировали один из режимов резания (например, подачу S), дискретно изменяя другой (например, скорость резания V). При фиксированной скорости резания V дискретно изменяли подачу S. Значение подачи находилось в диапазоне [0,07; 0,29] мм/об; значение скорости резания [0,48; 5,87] м/с. Составляющие силы резания P_x, P_y и P_z измеряли динамометром УДМ-100. Акселерометром (датчиком KD-35 фирмы «MMF», Германия) преобразовывали механические колебания резца в электрические сигналы, пропорциональные ускорению колеблющегося инструмента, определяли параметры вибрации. Датчик закрепляли в нижней части резца максимально приближенно к зоне резания. Рабочий диапазон частоты датчика составлял 10–10000 Гц. Сигналы от динамометра по трем каналам через усилитель и от акселерометра поступали на АЦП ADA-1406. Управление АЦП ADA-1406 осуществлялось

программой Power Graph. Частота опроса составляющих сил резания и акселерометра составляла 50 кГц. Для исследования шероховатости обработанной поверхности применяли аналоговый прибор Surtronic-3 (фирмы «Renk Teylor Hobson», Великобритания), соединив его с ПК. Разработали специальную программу, которая позволяла на основании записанных профилограмм обработанных поверхностей выделять шероховатость и волнистость, а также рассчитывать их параметры. После каждого выполненного опыта для составляющих силы резания P_x, P_y, P_z и колебаний резца проводили обработку полученных данных, которая включала корригирование данных (исключение погрешностей измерений), статистические расчеты, определение корреляционных функций, спектральной плотности, аппроксимацию тригонометрическими рядами Фурье.

Результаты предварительной обработки полученных данных показали, что при измерении составляющих силы резания искажаются систематической погрешностью установки нуля, а также дрейфом нуля во время обработки. Такие погрешности исключали программными методами [6]. Для этого эксперимент начинали с измерений параметров до врезания резца в заготовку и продолжали после выхода инструмента из детали. Так получали информацию о врезании в заготовку, непрерывном процессе резания и выходе инструмента из зоны резания. Для последующего анализа из массива данных с помощью программы удаляли не имевшие отношения к стационарному процессу резания.

На рис. 1 приведены осциллограммы составляющих силы резания. Из их анализа следует, что составляющие P_x, P_y, P_z и равнодействующая R сила резания с течением времени t непрерывно изменяются, причем составляющая P_x существенно меньше составляющих P_y и P_z.

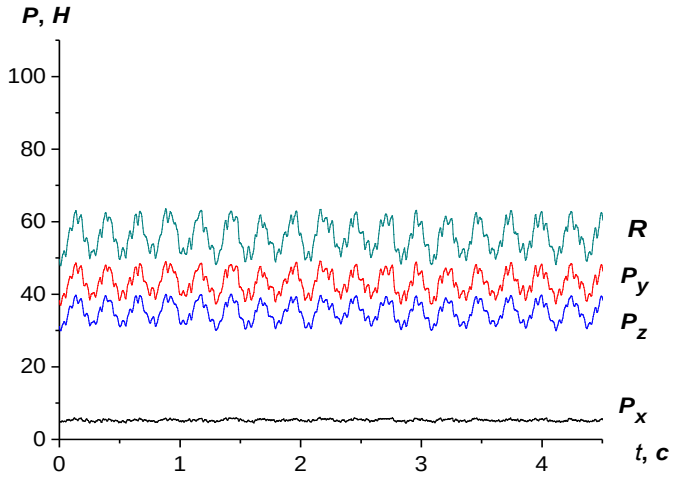
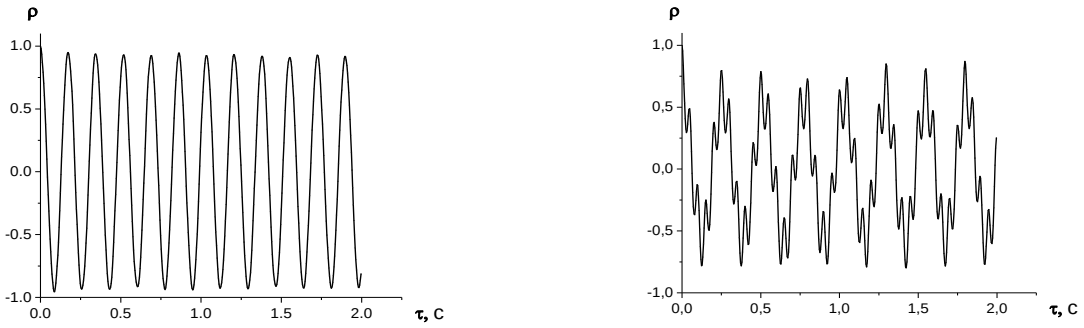


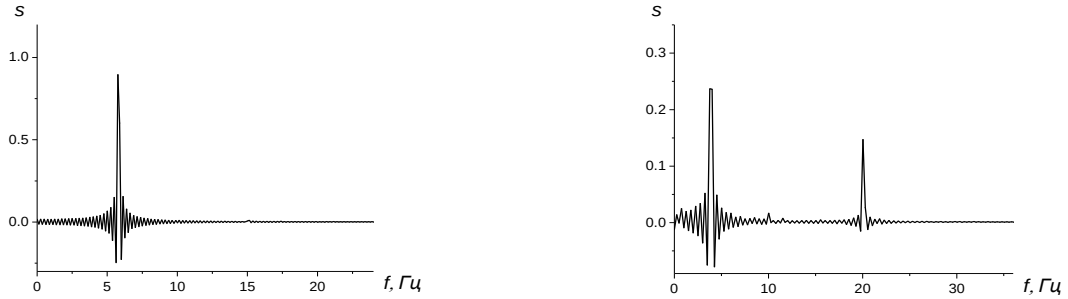
Рис. 1. Осциллограммы составляющих силы резания Px, Py, Pz и результирующей R при режимах обработки V=2 м/с; t = 0,1 мм, S = 0,15 мм/об

В результате корреляционного и спектрального анализов установили, что корреляционная функция ρ (рис. 2) и спектральная плотность s (рис. 3) равнодействующей силы резания R для приведенных экспериментов имели один из двух характерных видов. Результаты корреляционного анализа показали, что изменения равнодействующей силы резания с течением времени носят закономерный (регулярный) характер. Стохастическое возмущение сил резания в экспериментах не превышало 5–7% (рис. 2).



а *б*

Рис. 2. Корреляционные функции ρ равнодействующей силы резания R при режимах обработки: V = 2,93 м/с, S = 0,1 мм/об (а); V = 2 м/с, S = 0,295 мм/об (б)

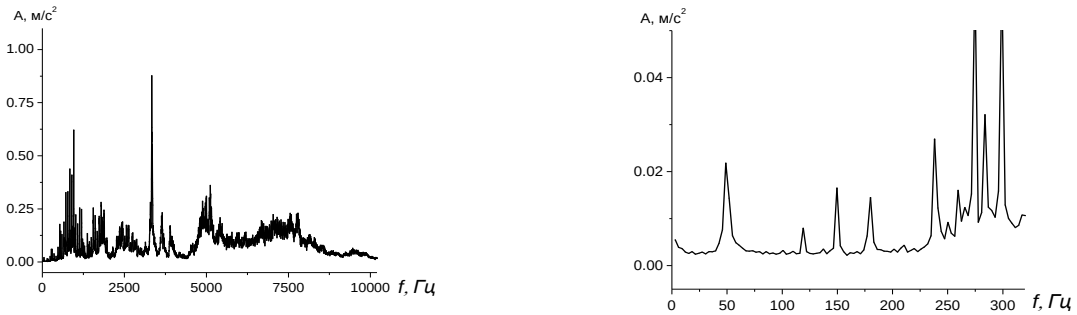


а *б*

Рис. 3. Графики спектральной плотности равнодействующей силы резания R при режимах обработки: V = 2,93 м/с, S = 0,1 мм/об (а); V = 2 м/с, S = 0,295 мм/об (б)

Результаты спектрального анализа показали (рис. 3), что во всех проведенных экспериментах доминирующая составляющая равнодействующей силы резания соответствовала частоте $f_1 = 0.382f$, где f – частота вращения шпинделя станка. В спектре изменения равнодействующей силы резания также присутствовали составляющиее соответствовавшие частотам $f_2 = f$ и $f_3 = 2f$ (рис. 3 *б*).

На рис. 4, *а* приведен характерный график спектра ускорений вибраций, который измерял акселерометр.

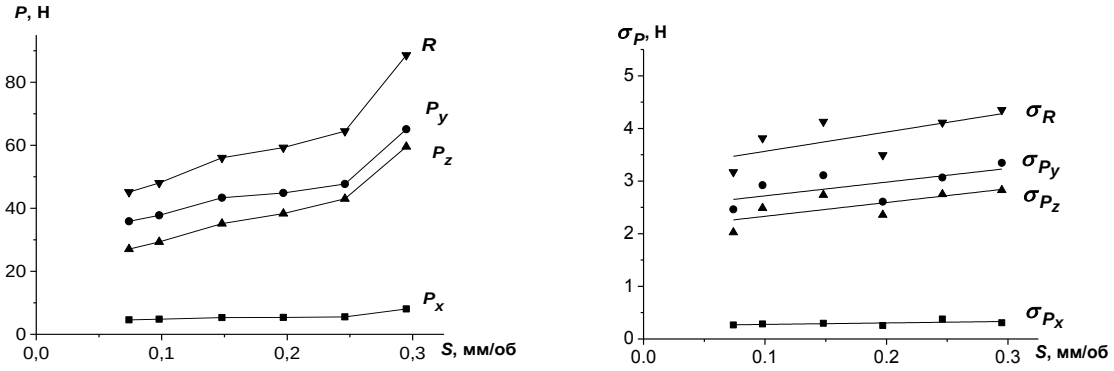


а *б*

Рис. 4. Спектр амплитуд вибраций A при режиме обработки V = 5,87 м/с, S = 0,1 мм/об в частотном диапазоне: 0–10000 Гц (а); 0–350Гц (б)

По оси абсцисс откладывалась частота вибраций, по оси ординат – ускорение. В низкочастотной области (рис. 4, *б*) при частоте 48–54 Гц наблюдался всплеск амплитуд, которые доминирующе влияют на формирование микропрофиля обрабатываемой поверхности [7]. Поэтому, для анализа вибраций, возникающих при обработке, целесообразно выбрать амплитуду, соответствующую частоте 48–54 Гц, а также среднеквадратическое отклонение (СКО) амплитуды вибраций [8].

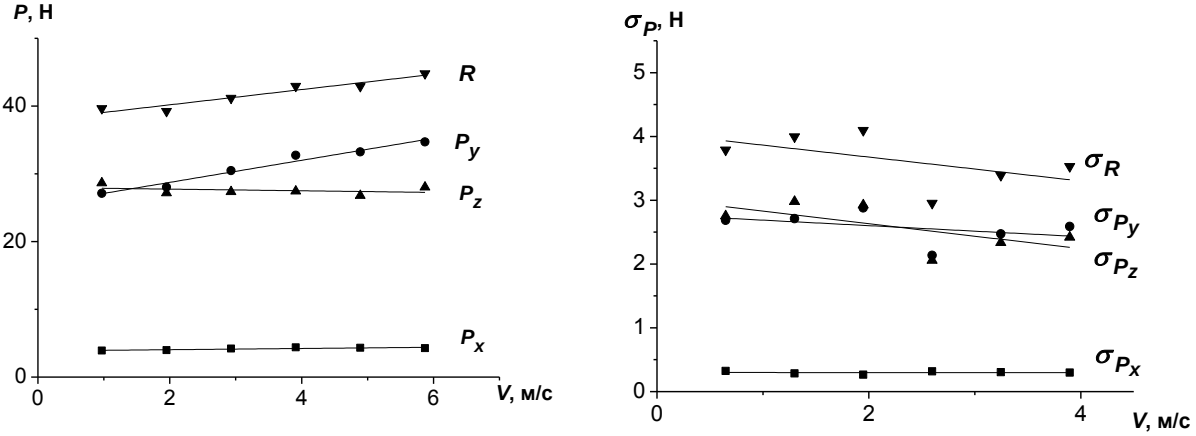
На рис. 5 приведены графики изменения средних значений и СКО составляющих и равнодействующей силы резания в зависимости от величины подачи. Эксперименты проводили при скорости резания V = 2 м/с. Из графиков (рис. 5, *а*) видно, что следует выделить два диапазона подачи – [0,05; 2,50] и [2,50; 3,00] мм/об, которые отличаются скоростью нарастания сил. Из данных (рис. 5, *б*) следует, что при изменении подачи динамический диапазон равнодействующей силы резания изменяется незначительно.



а *б*

Рис. 5. Изменение средних значений (а) и СКО (б) составляющих сил резания P_x, P_y, P_z и равнодействующей R от величины подачи S

На рис.6 приведены графики изменения средних значений и СКО составляющих и равнодействующей силы резания от скорости резания.

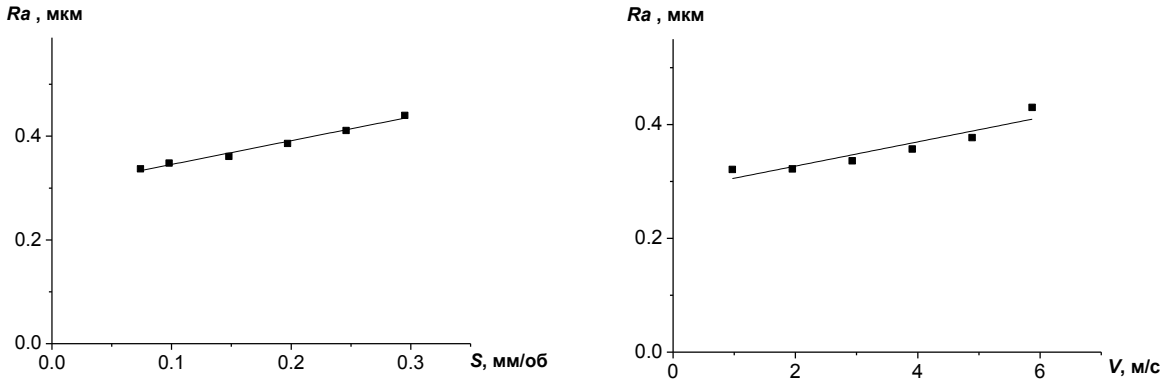


а *б*

Рис. 6. Изменение средних значений (а) и СКО (б) составляющих сил резания P_x, P_y, P_z и равнодействующей R от скорости резания V

Эксперименты проводили при подаче S = 0,1 мм/мин. Из данных (рис. 6) видно, что при изменении скорости резания средние значения и динамический диапазон силы резания изменяются незначительно.

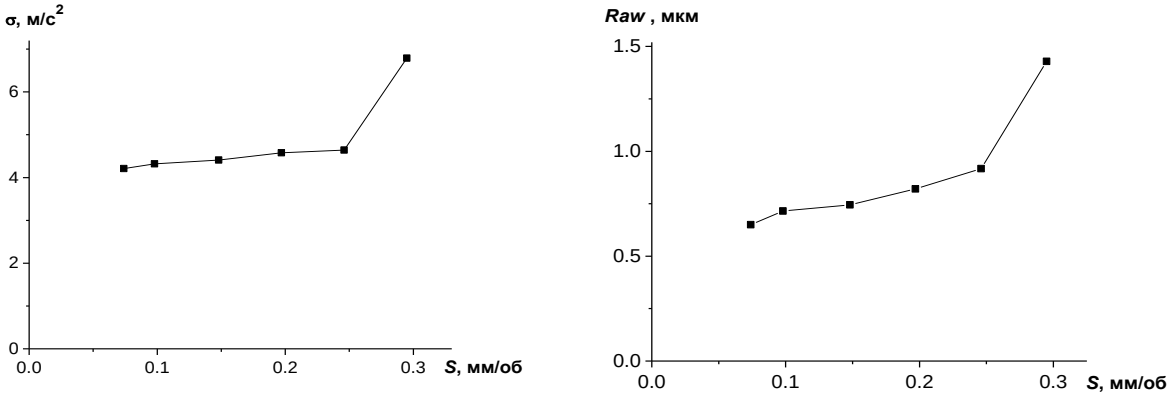
Результаты исследования показали, что шероховатость *Ra* при увеличении подачи (рис. 7, *а*) и скорости резания (рис. 7, *б*) увеличиваэтся незначительно.Установлено, что резцы из нанокомпозитов алмаз – карбид вольфрама при чистовом точения сплавов алюминия обеспечивают шероховатость поверхности *Ra* = 0,4 мкм.



а *б*

Рис. 7. Изменение параметров шероховатости Ra от подачи S (а) и от скорости резания V (б)

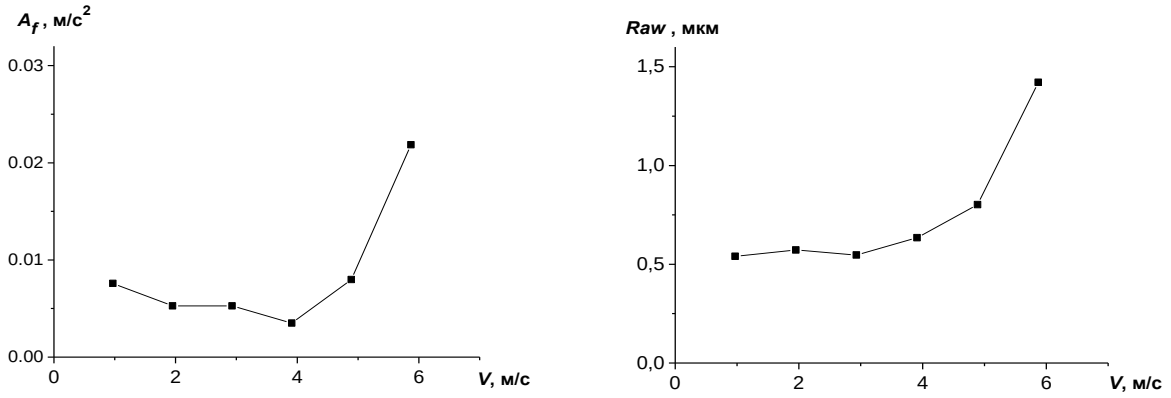
Результаты исследования показали, что волнистость *Raw* существенно увеличивается при увеличении величины подачи (рис. 8, б) и скорости резания (рис. 9, б).



а *б*

Рис. 8. Изменение СКО амплитуды вибраций (а) и волнистости Raw (б) от подачи S

При этом наблюдали корреляционную связь волнистости *Raw* с СКО амплитуды вибраций (рис. 8), а также с амплитудой вибраций на частоте 48–54 Гц (рис. 9).



а *б*

Рис. 9. Изменение амплитуды вибраций на частоте 48–54 Гц (а) и волнистости Raw (б) от скорости резания V

Результаты анализа данных (рис. 8, 9) показали, что при чистовом точении сплавов алюминия резцами из нанокомпозитов алмаз – карбид вольфрама подача не должна превышать 0,25 мм/об, а скорость резания – 4,5 м/с. При таких условиях обеспечивалась волнистость обрабатываемой поверхности *Raw* = 0,7 мкм.

Выводы

1. Исследовано применение в качестве рабочего элемента режущего инструмента алмазного поликристаллического нанокомпозита алмаз–карбид вольфрама на основе алмазного нанопорошка статического синтеза, в котором сочетаются высокая твердость (*HV*5 = 25 ГПа), трещиностойкость (K_{Ic} = 6,6 МПа·м$^{1/2}$) и термостабильность (при температуре 1100 °С K_{TC} = 0,86). Эти характеристики достигаются вследствие образования между алмазными частицами наночастиц карбида вольфрама, химически связанных с алмазными.
2. При чистовом точении сплавов алюминия резцами из нанокомпозитов алмаз – карбид вольфрама подача не должна превышать 0,25 мм/об, а скорость резания не должна превышать 4,5 м/с. При таких условиях обеспечиваются шероховатость *Ra* = 0,4 мкм и волнистость *Raw* = 0,7 мкм.

Описано процес отримання нанокомпозиту алмаз–карбід вольфраму. Наведено результати дослідження чистового точіння сплавів алюмінію інструментом, оснащеним круглою ріжучою вставкою з отриманого матеріалу. Встановлено вплив технологічних режимів обробки на складові сили різання, вібрацію, шорсткість і хвилястість обробленої поверхні. Подано практичні рекомендації щодо вибору режимів і умов обробки.

***Ключові слова**: нанокомпозит алмаз–карбід вольфраму, нанопорошки, спікання при високому тиску, чистове точіння, сплави алюмінію, режими обробки.*

The article describes the obtaining diamond–tungsten carbide nanocomposite, and the investigation results of the finish turning of aluminum alloy using instrument with a circular cutting insert made of this material. The influence of technological processing modes on components of the cutting force, the magnitude of vibration, roughness and waviness of the machined surface has been researched. Practical recommendations on the choice of modes and processing conditions are presented.

***Key words**: diamond - tungsten carbide nanocomposite, nanopowders, HP-HT sintering, finish turning, aluminum alloys, treatment regimens.*

Литература

1. Пат. на винахід № 93803 Україна, М. кл.[6] МПК, B24D 3/02, B22F 3/14. Спосіб отримання алмазного композиційного матеріалу / М.В. Новіков, О.О. Бочечка, С.М. Назарчук, В.С. Гаврилова, Г.С. Олєйник, Л.О. Романко, І.А. Свєшніков, С.Д. Заболотний. – Опубл. 10.03.11; Бюл. № 5.
2. Поликристаллические материалы на основе алмаза / А.А. Шульженко, В.Г. Гаргин, В.А. Шишкин, А.А. Бочечка. – К.: Наук. думка, 1989. – 192 с.
3. Поликристаллический композиционный материал алмаз–карбид вольфрама / С.Н. Назарчук, А.А. Бочечка, В.С.Гаврилова и др. // Сверхтвердые материалы. - 2011. - № 1. - С. 3-17.
4. Бочечка О.О., Свєшніков І.А., Назарчук С.М, Заболотний С.Д., Гаврилова В.С., Боженок В. М., Луцак Е.М., Романко Л.О., Ільницька Г.Д., Смекаленков С.В. Алмазний полікристалічний композиційний матеріал алмаз – карбід вольфраму для бурового інструменту / О.О. Бочечка, І.А. Свєшніков, С.М. Назарчук та ін. // Інструментальний світ. – К.: ІПЦ АЛКОН НАН України, 2011. – № 1–2 (49–50). – С. 50–52.
5. Девин Л.Н. Прогнозирование работоспособности металлорежущего инструмента – К.: Наукова думка, 1992. – 131 с.
6. Стахнив Н.Е., Сулима А.Г. Закономерности изменения силы резания при врезании и выходе инструмента из заготовки при точении силуминов резцами с круглыми АТП // Сверхтвердые матер. – 2009. – № 1. – С. 75–83.
7. Стахнив Н.Е. Девин Л.Н., Исследование влияния износа резца, оснащенного пластиной из композита на основе КНБ на его вибрации при чистовом точении // Сверхтвердые матер. – 2012. – № 3. – С. 62–69.
8. Васин С.А. Прогнозирование виброустойчивости инструмента при точении и фрезеровании – М.: Машиностроение, 2006. – 384 с.

Поступила 03.06.14

УДК 621.921.34-492.2:536.421.5:539.89

Е. М. Луцак; О. О. Бочечка, д-р техн. наук

Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, м. Київ

ЗАЛИШКОВІ НАПРУЖЕННЯ В КОМПОЗИТІ, УТВОРЕНОМУ ШЛЯХОМ ПРОСОЧЕННЯ КОБАЛЬТОМ АЛМАЗНОГО НАНОПОРОШКУ УДА ПРИ ВИСОКИХ ТИСКУ І ТЕМПЕРАТУРІ

В роботі розглядається вплив об'ємного вмісту кобальту та графіту на значення залишкових напружень в алмазній фазі композиту, утвореного шляхом просочення кобальтом алмазного нанопорошку детонаційного синтезу УДА під дією високого тиску.

***Ключові слова**: просочення, залишкові напруження, алмазний нанопорошок, багатофазний матеріал*

Вступ

Проведення спікання алмазних мікропорошків в присутності розчинників вуглецю, таких, як нікель чи кобальт активує процес спікання, дозволяє знизити температуру спікання

й одержати полікристали з поліпшеними фізико-механічними властивостями. Але при використанні алмазних нанопорошків для спікання полікристалів шляхом просочення їх кобальтом, вже на етапі механічної обробки алмазного нанокомпозиту виникають мікротріщини, а інколи відбувається навіть руйнування зразків, що вказує на їхній напружений стан.

У цій роботі проведено теоретичний розрахунок залишкових напружень для алмазного нанокомпозиту, утвореного шляхом просочення кобальтом алмазного порошку УДА. Мікроструктура таких композитів являє собою, як правило, каркас із алмазних частинок (85–90 % від загального об'єму), між якими знаходиться кобальт. Крім алмазної і кобальтової фази в такому композиті зазвичай присутня також незначна кількість неалмазного вуглецю, тому було розглянута також трьохфазна система алмаз-кобальт-графіт і вплив наявності графіту на залишкові напруження в композиті.

Методика роботи

Оскільки формування композитів відбувається при високих температурі і тиску, то при охолоджені і знятті тиску в матеріалі виникають залишкові напруження, обумовлені різницею термопружних властивостей фаз і деформацій усадки. Розрахунок залишкових напружень в багатофазних матеріалах ґрунтується на припущенні про випадковий розподіл в них структурних елементів, макроізотропності матеріалу, ізотропності компонентів, виконанні рівнянь рівноваги та відсутності флуктуацій деформації в межах фази [1].

У випадку двофазного матеріалу в роботі [2] для середніх залишкових напружень в фазах $\langle y^i \rangle$ та $\langle y^j \rangle$ при температурі T отримані вирази:

$$\langle y^i \rangle = C_j \eta, \langle y^j \rangle = - C_i \eta,$$

де C_i, C_j – об'ємні концентрації фаз,

$$\eta = \frac{\gamma}{K_i K_j + \langle K \rangle \gamma} \left\{ \left(K_i - K_j \right) p_S - 3 K_i K_j \left[\left(\alpha_i - \alpha_j \right) \left(T - T_S \right) + e_i - e_j \right] \right\}, \quad (1)$$

K_i, K_j – модулі об'ємного стиску, α_i, α_j – коефіцієнт лінійного температурного розширення фаз, e_i, e_j– усадки компонентів за рахунок фазових перетворень $\frac{\Delta V_i}{V_i}$,

$$\gamma = \frac{4}{3} \langle \mu \rangle, \langle \mu \rangle = C_i \mu_i + C_j \mu_j, \langle K \rangle = C_i K_i + C_j K_j, \quad (2)$$

μ_i, μ_j – модулі зсуву компонентів.

В реальному композиті на основі алмазу та кобальту алмазні частинки утворюють неперервний каркас, а в міжалмазних проміжках знаходяться включення кобальту і графіту (рис. 1).

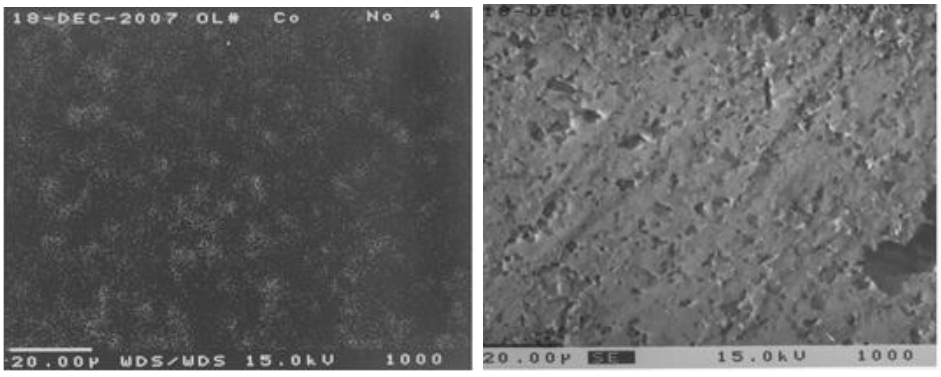


Рис. 1. Структура зразка, одержаного просоченням нанопорошку УДА: а) в характеристичному випромінюванні кобальту, б) у вторинних електронах

Для об'ємних концентрацій кобальту, графіту і алмазу в композиті C_1, C_2 C_3 і, відповідно, констант вказаних речовин K_1, K_2, K_3, μ_1, μ_2, μ_3, α_1, α_2, α_3, e_1, e_2, e_3. на основі припущення про включення як деяку «ефективну» фазу і приведених в [2] виразів для ефективних сталих двофазного матеріалу (1.5) і зв'язку між середніми за фазами напруженнями і середнім напруженням в двофазному матеріалі (1.7) було отримано наступні вирази для середніх залишкових напруг в фазах трифазного матеріалу [3]:

$$\left\langle \sigma^1 \right\rangle = \overline{K}_1 \left\langle \sigma^4 \right\rangle + C_2^{ef} \overline{\eta}, \tag{3}$$

$$\left\langle \sigma^2 \right\rangle = \overline{K}_2 \left\langle \sigma^4 \right\rangle - C_1^{ef} \overline{\eta}, \tag{4}$$

$$\left\langle \sigma^3 \right\rangle = -\eta C_4, \tag{5}$$

де верхні індекси 1, 2, 3 відповідають кобальту, графіту і алмазу. Константи, що входять до правих частин останніх трьох рівнянь виражаються за допомогою співвідношень:

$$\overline{K}_1 = \frac{K_1\left(K_2 + \gamma^{ef}\right)}{K_1 K_2 + \left\langle K^{ef} \right\rangle \gamma^{ef}}, \quad \overline{K}_2 = \frac{K_2\left(K_1 + \gamma^{ef}\right)}{K_1 K_2 + \left\langle K^{ef} \right\rangle \gamma^{ef}},$$

$$\left\langle \sigma^4 \right\rangle = \eta C_3, \; C_2^{ef} = \frac{C_2}{C_1 + C_2}, \; C_1^{ef} = \frac{C_1}{C_1 + C_2}, \; C_4 = C_1 + C_2,$$

$$\overline{\eta} = \frac{\gamma^{ef}}{K_1 K_2 + \left\langle K^{ef} \right\rangle \gamma^{ef}} \left\{ \left(K_1 - K_2\right) p_s - 3K_1 K_2 \left[\left(\alpha_1 - \alpha_2\right)\left(T - T_s\right) + e_1 - e_2 \right] \right\},$$

а η визначається у відповідності з формулами (1) і (2) при i=4, j=3. В свою чергу, ефективні значення констант обраховуються наступним чином:

$$\left\langle e^{ef} \right\rangle = C_1^{ef} e_1 + C_2^{ef} e_2, \; \left\langle \mu^{ef} \right\rangle = C_1^{ef} \mu_1 + C_2^{ef} \mu_2,$$

$$\gamma^{ef} = \frac{4}{3}\left\langle \mu^{ef} \right\rangle, \; \left\langle K^{ef} \right\rangle = C_1^{ef} K_1 + C_2^{ef} K_2,$$

$$\left\langle \alpha^{ef} \right\rangle = C_1^{ef} \alpha_1 + C_2^{ef} \alpha_2, \; \left\langle K^{ef} \alpha^{ef} \right\rangle = C_1^{ef} K_1 \alpha_1 + C_2^{ef} K_2 \alpha_2,$$

$$\left\langle K^{ef} e^{ef} \right\rangle = C_1^{ef} K_1 e_1 + C_2^{ef} K_2 e_2, \quad \delta^{ef} = \frac{\left(9\left\langle K^{ef} \right\rangle + 8\left\langle \mu^{ef} \right\rangle\right)\left\langle \mu^{ef} \right\rangle}{6\left(\left\langle K^{ef} \right\rangle + 2\left\langle \mu^{ef} \right\rangle\right)},$$

$$K_4 = \frac{K_1 K_2 + \left\langle K^{ef} \right\rangle \gamma^{ef}}{C_1^{ef} K_2 + C_2^{ef} K_1 + \gamma^{ef}}, \; \mu_4 = \frac{\mu_1 \mu_2 + \left\langle \mu^{ef} \right\rangle \delta^{ef}}{C_1^{ef} \mu_2 + C_2^{ef} \mu_1 + \delta^{ef}},$$

$$\alpha_4 = \frac{K_1 K_2\, \alpha^{ef} + \left\langle K^{ef}\, \alpha^{ef} \right\rangle \gamma^{ef}}{K_1 K_2 + \left\langle K^{ef} \right\rangle \gamma^{ef}},\ e_4 = \frac{K_1 K_2 e^{ef} + \left\langle K^{ef} e^{ef} \right\rangle \gamma^{ef}}{K_1 K_2 + \left\langle K^{ef} \right\rangle \gamma^{ef}}.$$

Для проведення розрахунків була написана програма на мові Turbo Basic. В таблиці приведені вихідні дані для розрахунку. Усадкою компонентів після фазових перетворень було знехтувано.

Вихідні дані для розрахунку залишкових напружень в трифазному алмазному композиті

Назва константи	Одиниці вимір.	Значення		
		алмаз	кобальт	графіт
Модуль об'ємного стиску *K*	ГПа	442	17,5	5,03
Модуль зсуву μ	ГПа	576	437	70
Коефіцієнт лінійного температурного розширення α	$K^{-1}\cdot 10^{-6}$	3,7	12	7,9

Обговорення результатів

Проведені теоретичні розрахунки залишкових напружень на основі виразів (3–5) показали, що алмазна фаза нанокомпозиту, утвореного шляхом просочення кобальтом алмазного нанопорошку УДА при високому тиску і температурі, піддається значним залишковим напругам розтягу, які досягають 1 ГПа при об'ємному вмісті кобальту 13–14 % (рис. 2).

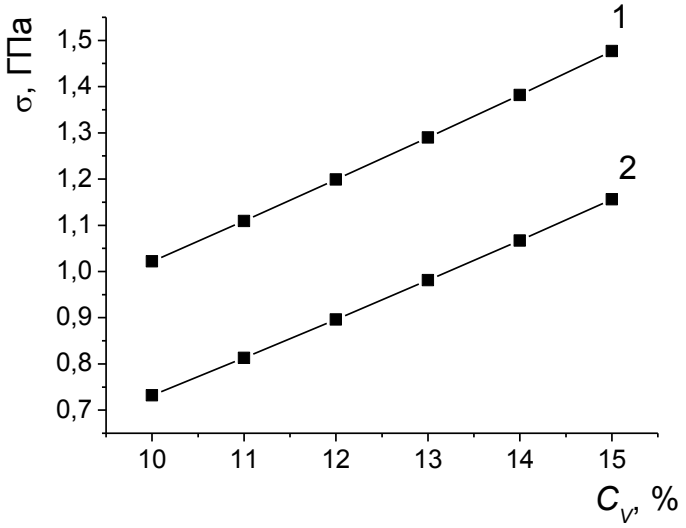
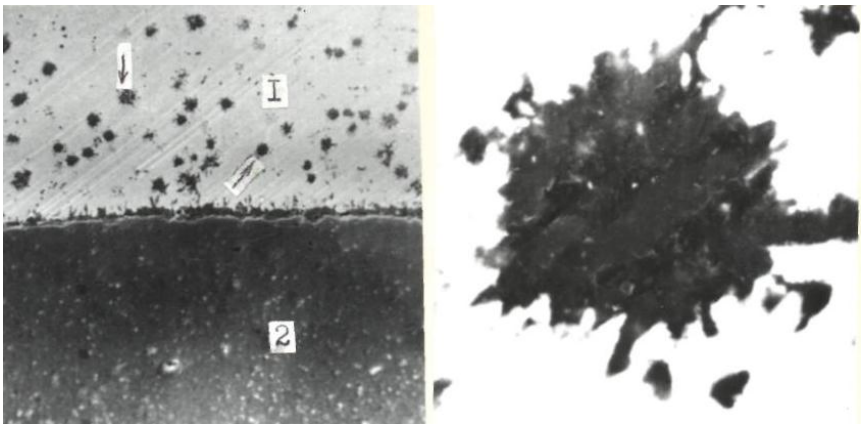


Рис. 2. Вплив об'ємного вмісту включень кобальту на залишкові напруження в алмазному каркасі композитів алмаз + кобальт+3 % графіту (1) і алмаз + кобальт (2)

Спираючись на результати роботи [4] (с. 146–152) і враховуючи хімічну близькість кобальту і нікелю можна припустити, що при охолодженні розчинений в металі вуглець виділяється у вигляді графітових включень (рис. 3).



а *б*

Рис. 3. Структура зразка, отриманого в результаті просочення нікелем алмазного порошку: а) перехідна зона нікель-полікристал алмазу; б) кристаліти вуглецю в нікелі

Приймаючи до уваги, що в умовах спікання композиту наявна також незначна графітизація алмазного вуглецю, було розглянуто вплив графіту на залишкові напруження в композиті. Встановлено, що збільшення об’ємної частки графіту від 0,5 до 3 % за постійної частки кобальту, призводить до збільшення залишкових напружень розтягу алмазної фази в 1,3 рази (рис. 4.).

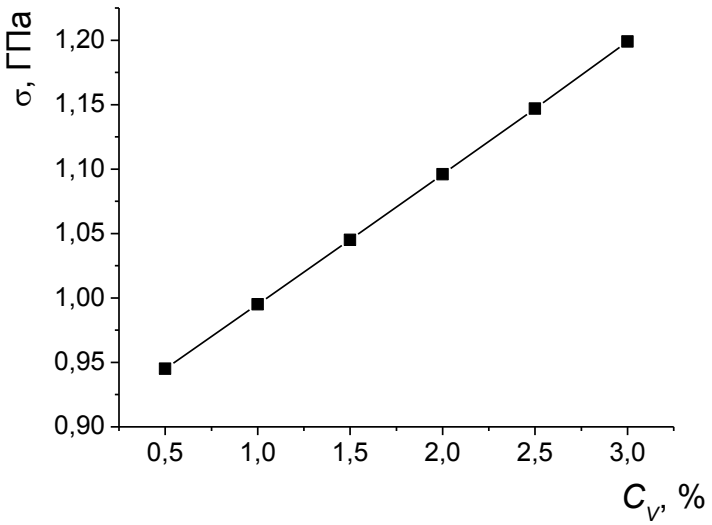


Рис. 4. Вплив об’ємного вмісту включень графіту на залишкові напруження в алмазному каркасі композиту з об’ємним вмістом кобальту 12%

Висновки

Розрахунки залишкових напружень показали, що алмазна фаза нанокомпозиту піддається значним залишковим напругам розтягу, які досягають 1 ГПа при об’ємному вмісті кобальту 13-14 %

Збільшення об'ємної частки графіту від 0,5 до 3 % за постійної частки кобальту, призводить до збільшення залишкових напружень розтягу алмазної фази в 1,3 рази.

В работе изучается влияние объемного содержания кобальта и графита на значение остаточных напряжений в алмазной фазе композита, образованного путем пропитки кобальтом алмазного нанопорошка детонационного синтеза УДА под действием высокого давления .

***Ключевые слова**: пропитка, остаточные напряжения, алмазный нанопорошок, многофазный материал*

The effect of volume content of cobalt and graphite on value of residual stresses in the diamond phase composite formed by high pressure cobalt impregnation of detonation synthesized diamond nanopowder UDD have been studied.

***Key words**: impregnation, residual stresses, diamond nanopowder, multiphase material*

Література

1. Хорошун Л. П. Методы теории случайных функций в задачах о макроскопических свойствах микронеоднородных сред // Прикладная механика. – 1978. – 14, № 2. – С. 3–17.
2. Григорьев О. Н., Трефилов В. И., Хорошун Л. П. Остаточные напряжения в двухфазных керамических материалах // Материалы III Всесоюзного симпозиума «Технологические остаточные напряжения». Москва: Изд-во АН СССР. – 1988. – С. 129–133.
3. Бочечка А. А. Остаточные напряжения в композите, полученном пропиткой кремнием алмазного порошка при высоком давлении // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля, ИПЦ АЛКОН НАН Украины, 2004. – С. 32–135.
4. Шульженко А. А., Гаргин В. Г., Шишкин В. А., Бочечка А. А. Поликристаллические материалы на основе алмаза.– К.: Наук. думка, 1989. – 192 с.

Надійшла15.07.14

УДК 621. 921:661.65

Н. О. Олійник, Г. Д. Ільницька, кандидати технічних наук; **І. О. Боримський;**
О. І. Боримський, канд. техн. наук; **В. М. Ткач,** д-р фіз-мат. наук;
Г.А. Базалій, В.В. Тимошенко, І.М. Зайцева

Институт надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, м. Київ

ПЕРСПЕКТИВИ РОЗВИТКУ ПЕРЕРОБКИ ПРОДУКТІВ СИНТЕЗУ КУБІЧНОГО НІТРИДУ БОРУ, СИНТЕЗОВАНИХ ЗА НЕТРАДИЦІЙНИМИ ТЕХНОЛОГІЯМИ

Досліджено продукт синтезу і полідисперсний порошок кубічного нітриду бору, отриманий за нетрадиційними технологіями синтезу. Показано, що кристали порошку мають розмір менше 20 мкм, для переробки продукту синтезу з економічною і екологічною перевагами доцільно застосовувати ультразвукову обробку.

***Ключові слова**: порошки кубічного нітриду бору, продукт синтезу, ультразвукова обробка, екологічні та економічні переваги переробки.*

Вступ

Для розроблення нових інструментальних матеріалів та абразивного інструменту з використанням порошків кубічного нітриду бору (cBN) є потреба вдосконалення переробки його продуктів синтезу (ПС) з метою підвищення екологічної безпеки.

Продукт синтезу cBN – це компакт щільно зрощених кристалів і зростків кубічного нітриду бору (24–26 мас.%), гексагонального нітриду бору (hBN) (50–52 мас.%) та ~24 мас.% фаз, що містять метал. У продукті синтезу cBN, отриманому за традиційною технологією, мыстяться $Mg_3B_2N_4$, MgB_2, h-Mg_3BN_3, l-Mg_3BN_3 і фази домішок Mg_2O, B_2O_3, $B(OH)_3$, HBO_2, C (графіт) [8]. Розміри синтезованих частинок cBN різні, як правило, не перевищують 300 мкм. За нетрадиційними технологіями синтезу можна отримувати ПС, з вмістом металомістких фаз до 40%, до 10% hBN, до 50% cBN. Розміри частинок cBN можуть становити 60–0,1 мкм, колір може бути чорний, сірий, білий або жовтий.

Традиційна переробка ПС cBN складається з трьох етапів: розчинення фаз, що містять метал, з попереднім подрібненням компактів; окислення hBN; фінішне очищення сировини cBN (полідисперсного порошку cBN, придатного для виготовлення кондиційних порошків КНБ різної зернистості) від домішок [1–7].

Зміна хімічного складу ПС та зменшення розмірів кристалів cBN можуть ускладнити застосування традиційної переробки ПС.

Відомо, що хімічна дія агресивних середовищ (розплавів лужних металів, суміші сірчаної кислоти та сульфату калію) спричиняє зміну структури поверхні кристалів cBN. При цьому знижується адсорбційна активність порошку, в окремих випадках зменшуються розміри кристалів [9].

Для скорочення тривалості контакту кристалів cBN з хімічними реагентами застосовують комплексну переробку ПС. Вона включає фізичний та хімічний впливи, спрямовані на розкриття ПС та отримання вільних частинок cBN і hBN. Для їх розподілу застосовують методи збагачення: флотаційний або гравітаційний розподіл на концентраційних столах [9].

Як відомо, ефективність переробки ПС залежить від ступеня розкриття і розподілу за розмірами частинок дисперсного ПС. Для максимального розкриття ПС та отримання однорідної за розмірами суміші частинок cBN, hBN і графіту застосовують стадійне подрібнення ПС з проміжним хімічним розчиненням фаз, що містять метал, та подальшу хімічну дезінтеграцію.

Відомо, що для розкриття тонковкраплених корисних копалин, які містять зерна мікронних розмірів, застосовують різні електрофізичні методи, наприклад, ультразвукову обробку. Для отримання концентрату корисного компонента та його подальшого вилучення застосовують флотацію [10].

Мета цієї роботи – дослідити вплив фізичних та хімічних дій на характеристики продуктів переробки ПС cBN, синтезованих за нетрадиційними технологіями, та визначити перспективи вдосконалення переробки цього ПС.

Мета дослідження передбачає розв'язання низки завдань:

1. Дослідження топографії, форми, розмірів та елементного складу сировини cBN.

2. Визначення можливості застосування ультразвукової обробки після розчинення фаз, що містять метал, для дезінтеграції ПС cBN при його переробці та дослідження її впливу на технологічні характеристики (ступінь розкриття і розподіл за розмірами частинок дисперсного ПС).

3. Оцінювання еколого-економічного стану різних типів переробки ПС cBN.

Методика дослідження

Досліджували ПС, з вмістом тонкозернистих порошків КНБ, синтезованих у лабораторії № 7/1 ІНМ ім. В.М. Бакуля НАН України.

Схему підготовки зразків ПС cBN для дослідження показано на рис. 1.

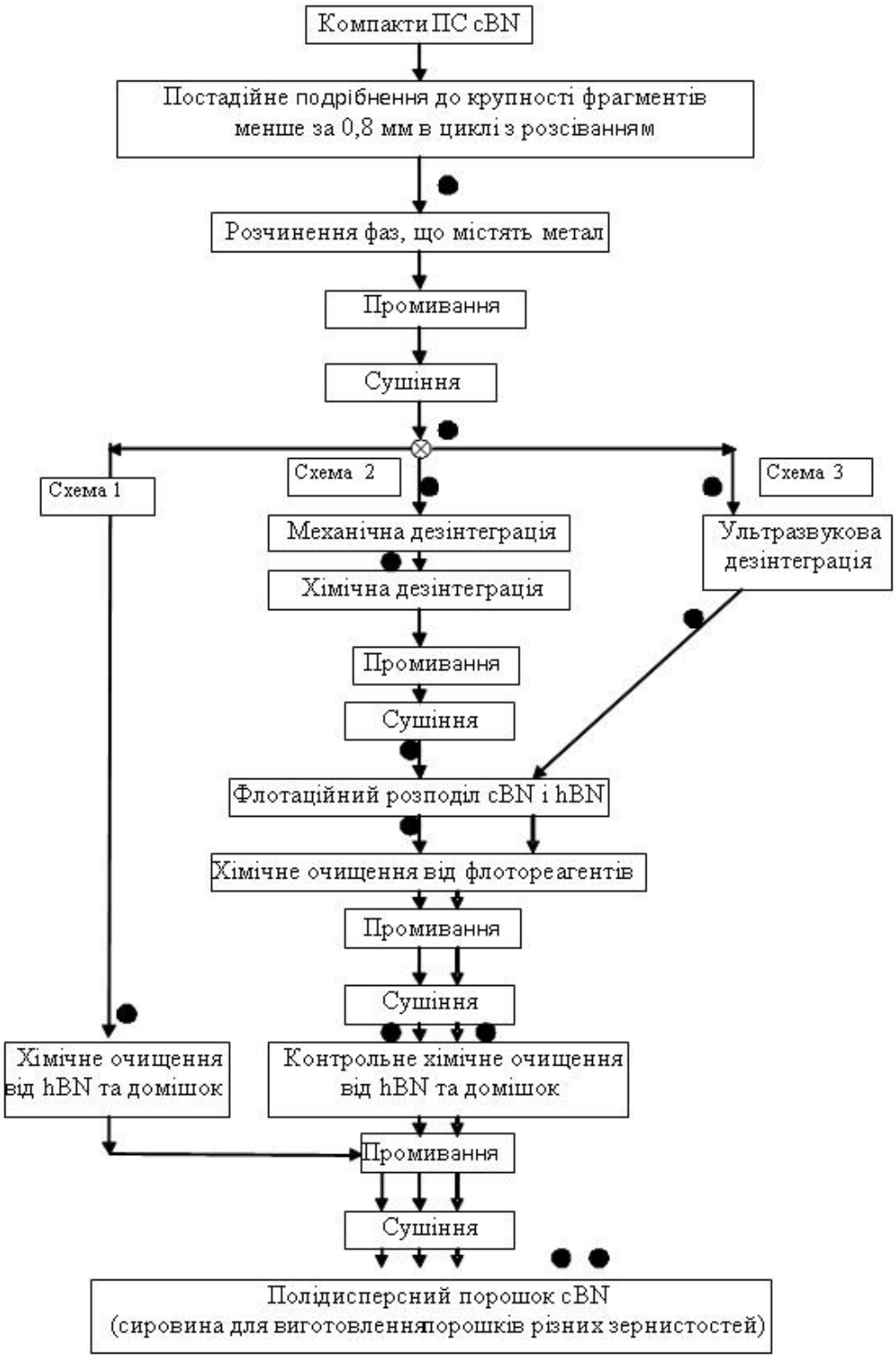


Рис. 1. Принципова схема підготовки зразків ПС cBN для дослідження: • – місця відбору проб для дослідження

Для дослідження дисперсного ПС використовували відомі експериментальні методи: хімічний та гравіметричний для дослідження хімічного складу зразків. З метою визначення розподілу частинок дисперсного ПС cBN за розмірами та належності до класів крупності застосовували ситовий аналіз. Класом крупності вважають продукт, який просіявся крізь сито та залишився на наступному ситі з меншими отворами або на піддоні. Для позначення класу крупності в цьому дослідженні застосовували метод «мінус–плюс» за методикою, наведеною в [10].

Масову частку компонентів ПС визначали за методикою, викладеною в [11]. Ступінь розкриття матеріалу визначали за результатами флотаційного розподілу за критерієм Фоменка, який дорівнює добутку витягу cBN до камерного продукту на витяг hBN до пінного продукту [12]. Методами електронної мікроскопії з застосуванням мікроскопа РЕМ ZEISS EVO 50 з енергодисперсійним аналізатором рентгенівських спектрів INCA Penta FETx3 (OXFORD) вивчали форму, розміри, топографію поверхні, та елементний склад полідисперсних порошків cBN.

При підготуванні зразків продуктів оброблення ПС та сировини cBN застосовували таке обладнання:

– лабораторну щокову та роторну дробарки для механічного подрібнення компактів ПС;

– ультразвукову ванну ELMA Transsonsc Tl 10H MF3 (Німеччина) для ультразвукової дезінтеграції зразків матеріалу. Тривалість оброблення зразків матеріалу масою 20 г становила 15, 30, 45, 60 та 90 хв. Параметри експериментів: напруга – 220 В, сила струму – 4,5 А, частота – 35 КГц, інтенсивність 100%;

– лабораторну імпеллерну флотомашину для флотаційного розподілу продуктів оброблення ПС.

Результати дослідження та їх обговорення

Результати дослідження форми, розмірів та елементного складу сировини cBN

Результати дослідження сировини, видобутої з ПС cBN хімічним методом наведено на рис. 2, та в табл. 1, 2.

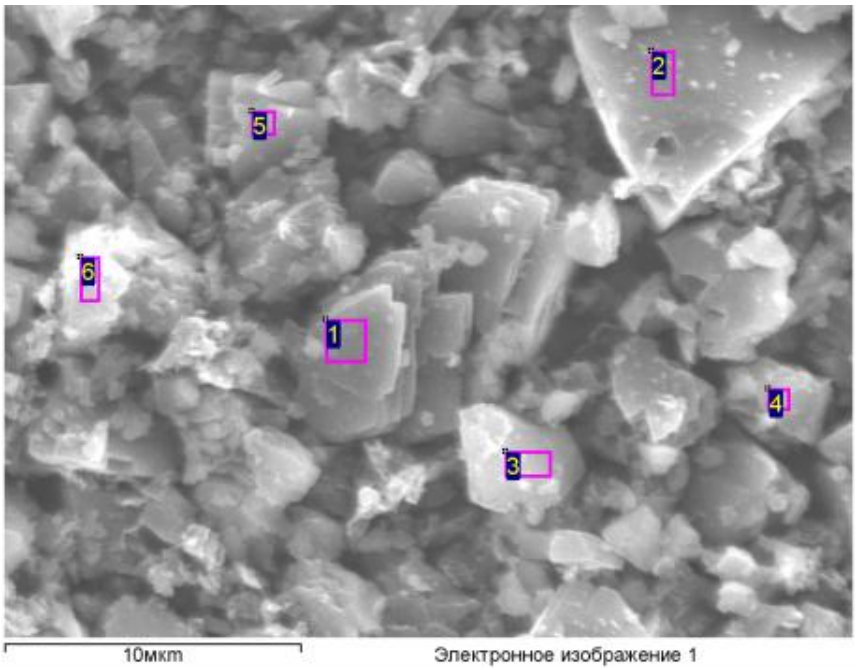


Рис. 2. РЕМ-зображення загального виду сировини (полідисперсного порошку cBN)

Таблиця 1. **Результати мікрорентгеноспектрального аналізу кристалів зразка сировини cBN**

Номер спектра	Вміст елемента (нормалізовано), мас. %			
	B	N	Mg	Разом
1	34,58	61,99	3,43	100,0
2	37,16	61,69	1,15	100,0
3	34,92	64,26	0,82	100,0
4	35,06	64,09	0,85	100,0
5	36,60	62,62	0,78	100,0
6	34,91	64,79	0,30	100,0
Середнє	35,54	63,24	1,22	100,0
Стандартне відхилення	1,07	1,31	1,12	–

Таблиця 2. **Економічні витрати на хімічні реагенти при переробці ПС cBN з урахуванням витрат на нейтралізацію промислових стоків**

Хімічні реагенти	Сумарні витрати (грн.) на хімічні реагенти для оброблення 1 кг ПС cBN за схемами					
	1		2		3	
	грн	у.о.	грн	щодо способу 1, у.о.	грн	щодо способу 1, у.о.
Кислоти	26,6	1,0	20,2	0,8	19,7	0,7
Ангідрид хромовий	8,0	1,0	0	0	0	0
Луги	91,0	1,0	25,9	0,3	18,9	0,2

За дослідженням проб сировини за допомогою растрово-електронного мікроскопа виявили області з дрібними кристалами і частинки порошку зі значно більшою площею поверхні. У результаті рентгеноспектрального аналізу площини поверхонь великих частинок виявили, що ці частинки є домішками , що містять хімічні елементи: B, C, N, O, Mg, Si, S,Cl, K, Ca, Cr, Fe, Ni.

Дослідивши форму і розміри кристалів cBN, зафіксували, що це окремо розташовані кристали розміром до 20 мкм та пластинчасті розміром до 10 мкм чіткой геометричной форми з гранями і кутами (рис. 2). На поверхні цих кристалів розміщуються дуже дрібні кристали (менше 0,5 мкм), скупчення дрібних кристалів у вигляді пластинчастих зростків розміром 1–3 мкм і дуже дрібних кристалів розміром менше 1 мкм.

У результаті мікрорентгеноспектрального аналізу поверхні кристалів, результати якого наведено в табл. 1, виявили, що на поверхні кристалів cBN міститься Mg.

Слід зазначити: що дрібніший кристал або зросток, містить менше Mg.

Результати дослідження можливості застосування ультразвукової обробки для дезінтеграції ПС при його переробці та дослідження її впливу на технологічні характеристики (ступінь розкриття і розподіл за розмірами частинок дисперсного ПС)

Результати дослідження наведено на рис. 3, 4, та в табл. 2.

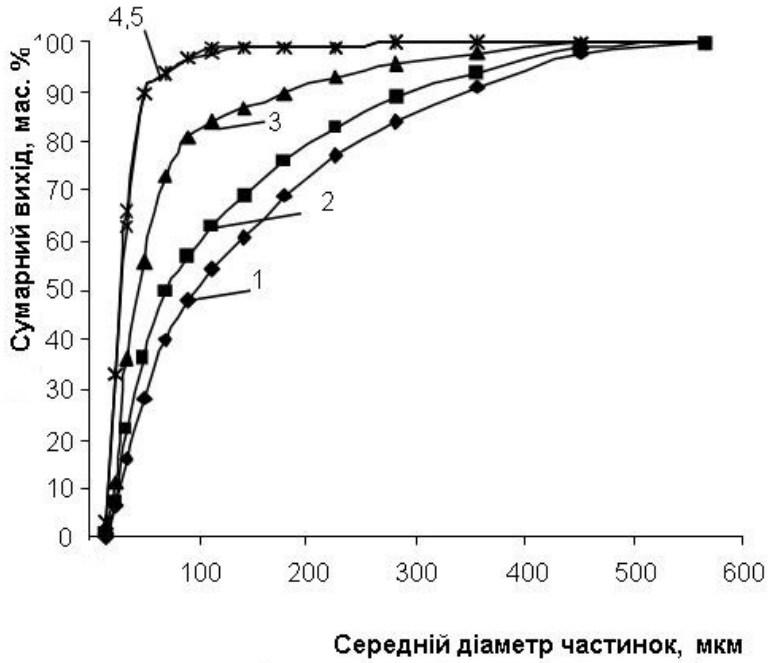


Рис. 3. Розподіл за розмірами частинок дисперсного ПС cBN після постадійного подрібнення, розчинення фаз, що містять метал та ультразвукової дезінтеграції (35 кГц) за різної тривалості: 1 – 15 хв. ; 2 – 30 хв.; 3 – 45 хв .; 4 – 60 хв.; 5 – 75 хв.

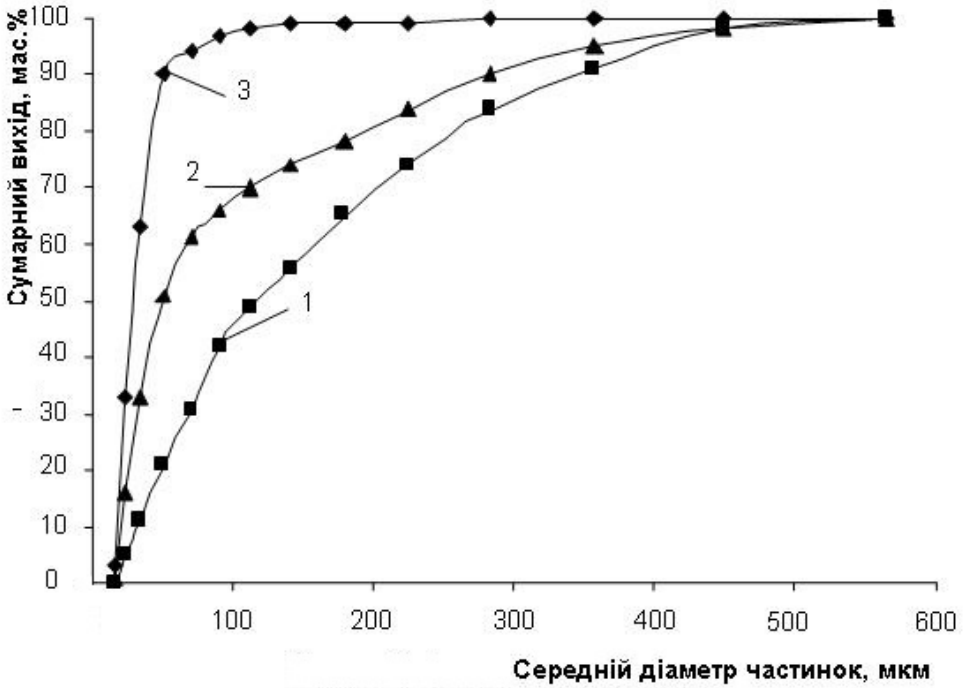


Рис. 4. Розподіл за розмірами частинок дисперсного ПС cBN після постадійного подрібнення, розчинення фаз, що містять метал (1) та; послідовності таких видів оброблення:сушіння, механічна, хімічна дезінтеграція, промивання (2); ультразвукова дезінтеграція (35 кГц; 60 хв.)

Розподіл за розмірами частинок дисперсного ПС cBN після постадійного подрібнення, розчинення фаз, що містять метал та ультразвукової дезінтеграції (35 кГц) за різної тривалості оброблення показано на рис. 3.

Як випливає з даних рис. 3, послідовне оброблення ПС, що включає подрібнення, розчинення фаз, які містять метал та ультразвукову дезінтеграцію впродовж 15; 30 і 45 хв., спричиняє концентрацію матеріалу до 75 мас.% у класі крупності менше 500 мкм. Максимальна однорідність за крупністю дисперсного ПС (концентрація маси матеріалу 90 мас.%) досягається після 60 та 75 хв. ультразвукової дезінтеграції. Для порівняння розподілу за розмірами частинок після ультразвукової дезінтеграції впродовж 60 хв. (крива 4) на рис. 3 показано розподіл за розмірами частинок дисперсного ПС cBN після постадійного подрібнення, розчинення фаз, що містять метал (крива 1) та послідовності таких видів оброблення: сушіння, механічна, хімічна дезінтеграція, промивання (крива 2), що виконують при переробці ПС за схемою 2.

Для порівняння на рис. 4 показано розподіл за розмірами частинок дисперсного ПС cBN після постадійного подрібнення, розчинення фаз, що містять метал, послідовності таких видів оброблення: сушіння, механічна, хімічна дезінтеграція, промивання, а також; ультразвукової дезінтеграції (35 кГц; 60 хв.).

Як випливає з даних рис. 4 застосування ультразвукової дезінтеграції після розчинення фаз, що містять метал, так само як послідовне застосування сушіння, механічної та хімічної дезінтеграції з промиванням ПС cBN, спричиняє концентрацію продуктів оброблення до 90 мас.% у класі крупності менше 500 мкм.

Ступінь розкриття ПС cBN, який розрахували згідно з критерієм Фоменка за результатами флотаційного розподілу продуктів за видами оброблення, становив: після розчинення фаз, що містять метал – 0,6; після послідовного застосування механічного та хімічного оброблення – 0,85; після ультразвукового оброблення – 0,9.

У результаті розподілів за розмірами частинок сировини cBN, яку отримали за схемою з ультразвуковою дезінтеграцією (схема 3) та схемою 2, встановили, що ці розподіли різняться неістотно. Матеріал (97 мас.%) концентрується у класі крупності менше 100 мкм.

Результати оцінювання еколого-економічного стану різних типів переробки ПС cBN

Екологічний вплив на довкілля та економічні витрати на переробку ПС cBN оцінювали згідно з розрахунком фактичних витрат хімічних реагентів та їх ціни у 2014 р. при розфасуванні для підприємств. Витрати хімічних реагентів на переробку ПС з урахуванням витрат на нейтралізацію промислових стоків та їх відносне значення до суми витрат на хімічні реагенти при переробці ПС cBN за схемою 1, які взято за одиницю наведено в табл. 2

Як випливає з даних табл. 2 загальні витрати на хімічні реагенти при переробці ПС cBN за схемами 2 та 3 відносно схеми 1 вдається значно знизити та виключити з процесу застосування хромового ангідриду (речовини 1-го класу небезпеки).

З порівняння витрат на хімічні реагенти для переробки ПС cBN випливає, що схема 3 (з ультразвуковою дезінтеграцією) найбільшою мірою ресурсозберігаюча та екологічна.

У разі застосування ультразвукової обробки ПС можна скасувати послідовність видів оброблення, які традиційно застосовують при переробці ПС cBN (зокрема сушіння, механічну та хімічну дезінтеграцію, промивання).

Висновки

1. Експериментально встановлено, що при застосуванні ультразвукової дезінтеграції ПС cBN після розчинення фаз, що містять метал, можна отримати однорідну (з концентрацією 98 мас.%) масу матеріалу розміром менше 130 мкм та розкриту суміш cBN+hBN+графіт, ступінь розкриття якої за критерієм Фоменка становить 0,9.

2. У результаті растрово-електронної мікроскопії та мікрорентгеноспектрального аналізу встановлено, що порошок cBN, який синтезовано з використанням нових ініціаторів перетворення, полідисперсний з розмірами кристалів та їх зростків менше 20 мкм; кристали

порошку містять у різних співвідношеннях хімічні елементи: B, C, N, O, Mg, Si, S, Cl, K, Ca, Cr, Fe, Ni; у порошку містяться домішки переважно з кальцію, вуглецю та кисню.

3. Для розкриття ПС cBN перспективне застосування ультразвукової дезінтеграції за рахунок скасування трьох стадій оброблення. Удосконалення переробки ПС з використанням ультразвукової дезінтеграції та подальшої флотації сприяє зменшенню витрат хімічних реагентів: мінеральних кислот – на 30%, лугів – на 80% та виведення з процесу речовини 1-го класу небезпеки, що, у свою чергу, поліпшить екологічний стан навколишнього середовища.

Исследованы продукт синтеза и полидисперсный порошок кубического нитрида бора, полученные по нетрадиционным технологиям синтеза. Показано, что кристаллы порошка имеют размеры менее 20 мкм, для переработки продукта синтеза с экономическим и экологическим преимуществами целесообразно применять ультразвуковую обработку.

***Ключевые слова**: порошки кубического нитрида бора, продукт синтеза, ультразвуковая обработка, экологические и экономические преимущества переработки*

The article is dedicated to the investigation of the product of synthesis and polydisperse powder of cubic boron nitride which have been synthesizedthat receive non-traditional technologies synthesis. The crystals of the powder are sized less than 20 micron. Ultrasonic treatment should be used to improve the environmental and economic characteristics of the synthesis product processing

***Key words**: cubic boron nitride powders, product of synthesis, ultrasonic processing, environmental and economic benefits of processing.*

Література

1. Муханов В. А., Гурьев А. В., Гурьев В. В. Извлечение кубического нитрида бора из спеков // Сверхтвердые матер. – 2005. – № 4. – С. 80–83.
2. Инструменты из сверхтвердых материалов / под ред. Н.В. Новикова. – М.: Машиностроение, 2005. – 555 с.
3. Лапшин А. В., Германский А. М., Богданов С. П. Кинетика взаимодействия кубического нитрида бора с расплавом гидроксида натрия/ // Журн. прикладной химии. – 2004. – Т. 77. – Вып. 1. – С. 3−6.
4. Пат. 2216509 Россия, C01B31/06, C30B29/04. Способ очистки кубического нитрида бора / В. Г. Казаков, М. В. Казаков, С. А. Кожухова и др. – Опубл. 20.11.2003. – Бюл. № 9.
5. Пат. 2163222 Россия, C01B21/064. Способ очистки кубического нитрида бора / С. П. Богданов, А. М. Германский – Опубл. 20.02.2001.– Бюл. № 1.
6. Пат. 93019102 Россия, C01B21/064. Способ очистки кубического нитрида бора от примесей гексагональной модификации / А. Ф. Редькин, Ю. А. Литвин– Опубл. 09.07.1995. – Бюл. № 5.
7. О химическом взаимодействии кубического нитрида бора с агрессивными средами / Г. П. Богатырева, Н. В. Котова, В. Л. Гвяздовская, Г. А. Подзярей // Докл. акад. наук Украины. – 1994. – № 10. – С. 110–119.
8. Исследование фазового состава продукта синтеза кубического нитрида бора / В. З. Туркевич, Г. П. Богатырева, О. Г. Кулики др. // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: Изд-во ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2005. – Вып. 8. – С. 132–135.

9. Звіт про НДР за темою 1.6.7.1073 «Дослідження впливу активного фізико-хімічного середовища на ефективність процесу одержання порошків кубічного нітриду бору цілеспрямованого призначення». – К.: ІНМ ім. В.М. Бакуля НАН України, 2007. – 263 с.
10. Подготовительные процессы: Справочник по обогащению руд / под ред. О. С. Богданова, В. А. Олевского. – М.: Недра, 1982. – 366 с.
11. Методика М 26.8-273:2007. Метод определения массовой доли компонентов в технологических партиях продукта синтеза кубонита. – К.: ИСМ НАН Украины, 2007. – 12 с.
12. Системный анализ в обогащении полезных ископаемых / Л. А. Барский, В. З. Козин– М.: Недра, 1978. – 486 с.

Надійшла 12.05.14

УДК 536.421.1:620.187:661.057.5

І. А. Петруша[1], д-р техн. наук; **О. С. Осіпов[1], В. М. Бушля[2], Т. І. Смірнова[1], Ю. О. Мельнійчук[1]**, кандидати техн. наук; **С. Ю. Муковоз[1]**

[1]Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, м. Київ
[2]Лундський університет, м. Лунд, Швеція

КЕРАМО-МАТРИЧНІ КОМПОЗИТИ НА ОСНОВІ КУБІЧНОГО НІТРИДУ БОРУ ДЛЯ ШВИДКІСНОЇ ОБРОБКИ ЗАГАРТОВАНИХ СТАЛЕЙ ТИПУ ШХ15

Шляхом спіканням мікропорошків при високих температурах (2000–2100 °С) під тиском 7,7 ГПа одержано керамо-матричні композити на основі кубічного нітриду бору в системах cBN-TiC-Si_3N_4 і (wBN→cBN)-TiC-Si_3N_4. Результати випробувань різального інструменту з одержаних композитів при чистовому точінні загартованої сталі ШХ15 (62 HRC) за швидкості до ~300 м/хв засвідчили, що за основними показниками працездатності вони значно перевищують матеріал групи ВН типу Борсиніт та не поступаються кераміці групи BL типу CBN100 (SECO).

Ключові слова: *кубічний нітрид бору, карбід титану, нітрид кремнію, високий тиск, висока температура, спікання, керамо-матричний композит, різальний інструмент.*

Вступ

Продуктивність обробки загартованих сталей та жароміцних сплавів значно підвищується при використанні нових інструментальних матеріалів на основі кубічного нітриду бору (КНБ, *c*BN), серед яких сучасна кераміка групи *BL* за ISO 513:2004 (E) з 45–65 об. % *c*BN найперспективніша. В 2007 р. фахівці з національної вищої школи мистецтв і ремесел (ENSAM, Франція) здійснили порівняльні дослідження працездатності інструментів з керамо-матричними композитами (КМК) на основі *c*BN з метою визначення оптимального варіанта різального матеріалу для фінішної обробки жароміцного сплаву *Inconel 718*. Вивчали КМК з матрицею на основі різних сполук: TiN, TiC, Ti(C,N) з (Al, Co)-сполуками, TiN зі сполуками Al та ін. Дисперсність *c*BN-компонента становила 2–8 мкм. Ключовий результат полягав у тому, що низький вміст *c*BN (50–65 об. %) з дрібними зернами (2–3 мкм) у керамічній матриці найоптимальніший [1]. Домінуючим механізмом зносу інструменту при точінні за швидкості різання 250–300 м/хв є адгезія та дифузія внаслідок хімічної спорідненості елементів оброблюваних деталей і різальної вставки з подальшим механічним винесенням продуктів взаємодії із зони різання.

Вміст *c*BN у КМК, як правило, адаптують до умов обробки і хімічного складу оброблюваних матеріалів і він може значно змінюватись: 1) 45–65 об. % *c*BN у матриці на основі сполук елементів Ti, C, N, B, Al , O (група *BL, low-CBN grades*); 2) 70–95 об. % *c*BN переважно з металевою матрицею Co і Ni (група *BH, high-CBN grades*). Для використання як матричні матеріали найпридатніші сполуки: TiN, Ti(C,N), TiC, TiB_2, Si_3N_4, SiC, MAX-фази (наприклад Ti_3SiC_2), що зумовлено їх високою твердістю, значним модулем пружності, хімічною стабільністю, високим опором корозії та високою зносостійкістю.

Для матеріалів групи *BL* характерний підвищений знос задньої поверхні інструмента при важкому переривчастому точінні, у той час як матеріали групи *BH* не такі чутливі до переривань, але швидко зношуються за високої швидкості різання [2–4]. Зарубіжні дослідники [5] з'ясовували механізми зносу та причини різної поведінки матеріалів груп *BL* і *BH* при безперервчастій, напів-переривчастій і переривчастій обробці загартованої сталі (HRC 52) AISI 4340. Застосовували три види КМК: PCBN-50 (50 об. % *c*BN у матриці TiC), PCBN-65 (65 об. % *c*BN у матриці TiCN) і PCBN-90 (90 об. % *c*BN у матриці Co-Ni). Компонент *c*BN зношувався при різанні внаслідок хімічних реакцій, які термічно активуються. Зі збільшенням об'ємного вмісту *c*BN у композиті підвищується швидкість його зносу при безперервчастій обробці сталі, особливо за високої швидкості різання. Компоненти TiC і TiCN у КМК в умовах безперервчастого точіння зношуються повільніше в умовах, що в результаті визначає зменшений загальний знос інструменту з матеріалів групи *BL*. При безперервчастому оброблені інтенсивно зношується задня поверхня інструменту з PCBN-90, в той час як PCBN-50 зношується значно повільніше. У цьому разі кращим виявився інструмент з PCBN-65. При жорсткому переривчастому точінні термічно індукований знос зерен *c*BN зменшується, проте зв'язуючі фази видаляються з інструментального матеріалу з підвищеною швидкістю. Інструмент з PCBN-90, який містить 90 об. % *c*BN, у цих умовах виявив найдовший термін служби.

В нашій роботі досліджували КМК групи *BL* на базі двох основних компонентів (*c*BN і TiC) з додаванням невеликої кількості мікродисперсного Si_3N_4 (5 об. %). Функціонально використання Si_3N_4 пов'язано зі специфічною превентивною дією цієї сполуки, внаслідок якої суттєво зменшується вірогідність забруднення зразків домішками з навколишнього середовища при спіканні КМК [6, 7]. Матриця в КМК, відповідно до концепції матеріалу групи *BL*, повинна суттєво стримувати оксидування і захищати *c*BN від руйнівної дії кисню за високою температури різання. Відомо, що через низьку точку плавлення B_2O_3, яка становить ~450 °C, стійкість до оксидування фази BN дуже низька. З огляду на це додавання Si_3N_4 так само може сприяти підвищенню стійкості різального матеріалу, оскільки, як і у випадку SiC, після оксидування Si_3N_4 утворюється щільний шар SiO_2, який перешкоджає дифузії кисню аж до температури ~1600 °C. Аналогічні процеси спостерігаються в покриттях типу *nc*-TiN/*a*-Si_3N_4, де *nc* – нанокристалічний стан; *a* – аморфний стан. Підвищена стійкість покриттів до оксидування зумовлена наявністю міцних і щільних міжфазних границь TiN з Si_3N_4, що стримують дифузію кисню в об'ємі плівкового матеріалу [8].

Одержання керамо-матричних композитів на основі *c*BN

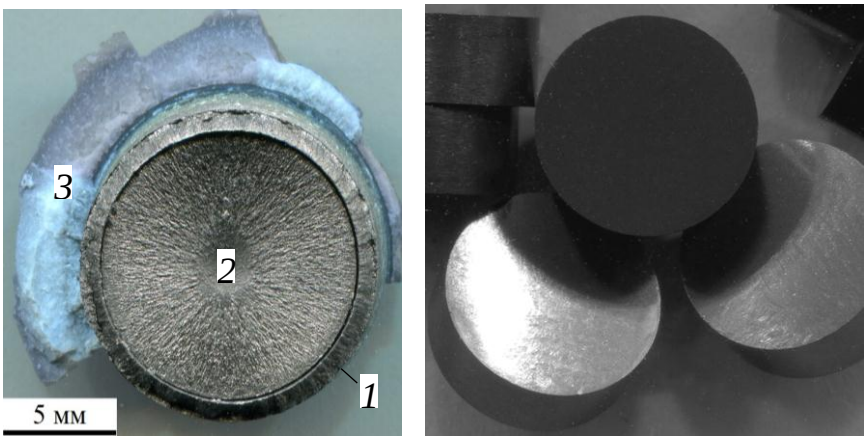
При одержанні КМК використовували апарат високого тиску тороїдального типу АВТ-30 та стандартні методики термобаричних експериментів у спеціальних комірках високого тиску (КВТ) з контейнером з травертину та графітовим нагрівачем. Конструкція КВТ уможливлює спікання за тиску 7–8 ГПа і температури до 2400 °C. Тривалість *p,T*-дії складає t = 30–90 с.

Суміші готували з комерційно доступних порошків фірми H.C. Starck GmbH KG, зокрема TiC марки HV 250 та Si_3N_4 марки M11 з розмірами частинок відповідно 4,5–7 і 0,3–1,5 мкм. Вихідний нітрид бору використовували у вигляді як готової фази (порошок *c*BN

марки КМ 2/1 ІНМ НАН України за ТУ 88.090.018-98), так і проміжної фази вюрцитного BN (ультрадисперсний *w*BN виробництва ПАТ «Запоріжабразив» за ТУ У 26.8-00222226-007-2003). В останньому випадку за оптимальної температури спікання КМК щодо досягнення максимальної густини композиту 2030 °С (t = 45 с) спостерігалось майже повне перетворення *w*BN→ *c*BN (~ 98,5 %).

У вихідних сумішах для спікання КМК вміст компонентів *c*BN (або *w*BN)–TiC–Si_3N_4 становив 55–40–5 об. %. Гомогенізації сумішей досягали при дезагрегації порошків ацетоном з одночасним перемішуванням шихти в поворотному кульовому змішувачі з поліпропілену, який заповнювали на третину кульками з диоксиду цирконію. Загальна місткість поліпропіленового змішувача становила 200 мл, діаметр кульок не перевищував 10 мм. Тривалість змішування дорівнювала 30 хв. За цей час суміш порошків з ацетоном перетворювалась на сметаноподібну масу. Ацетон видаляли з одержаної маси випаровуванням за кімнатної температури, після чого суміш додатково пропікали за температури 100 °С протягом 10–12 год.

Суміш у вигляді прес-гранулята із самозв'язаних гранул розміром ≤0,5 мм брикетували у сталевій прес-формі під тиском 1 т/см^2. У результаті одержали циліндричні зразки діаметром 13 мм і товщиною 7 мм для розміщення в КВТ. Діаметр спечених заготовок становив ~11,5, товщина – 5 мм, що дало змогу після їх механічного оброблення одержати різальні пластини типу RNMN 09T300 відповідно до вимог міжнародних стандартів. У разі використання вихідного *c*BN одержані композити позначали КМК-1, у разі використання *w*BN – КМК-2 (рис. 1).



а *б*

Рис. 1. Загальний вигляд КМК-1: а – після спікання в КВТ (1– графітовий нагрівач; 2 – спечена заготовка; 3 – фрагмент контейнера з травертину); б –різальні пластини RNMN 09T300F (ISO)

Структура, фізико-механічні та різальні властивості КМК

Вивчення структур одержаних КМК здійснювали за стандартними процедурами рентгенівського та електронно-мікроскопічного дослідження. Вибірково вимірювали густину, пружні модулі методом УЗ тестування та твердість за Берковичем тільки зразків КМК-1 (рис. 2).

У структурі КМК-1 розміри областей з фазою TiC в 3–5 разів перевищували розміри зерен *c*BN (~1–2 мкм), що є наслідком використання недостатньо дисперсних вихідних порошків карбіду титану (розміром 4,5–7 мкм). Цю обставину можна розцінювати як певний недолік структури КМК, який у подальшому необхідно усунути. Візуально нові фази не виявлялись у композиті. Водночас результати рентгенофазового аналізу засвідчили незначний вміст у зразку сполук TiCN і TiB_2, що, ймовірно, свідчить про відносно слабку

хімічну взаємодію основних компонентів суміші в процесі термобаричного спікання. На макрорівні структура КМК-2 аналогічна структурі КМК-1.

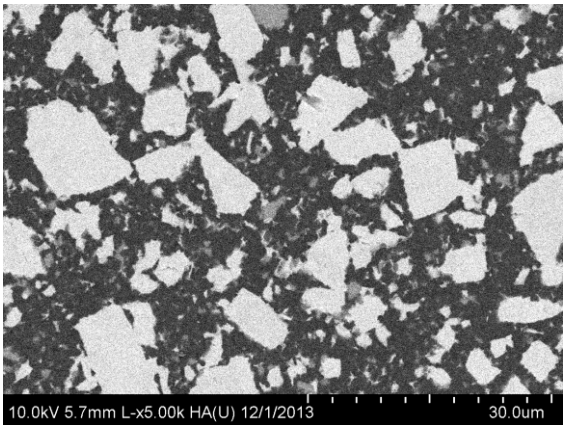


Рис. 2. Електронно-мікроскопічне зображення структури КМК-1: світлі області – TiC; темні зони – cBN; сіра фаза серед частинок cBN – Si_3N_4

Середнє значення густини зразків КМК-1 $\bar{d}$ = 4,02 ± 0,01 г/см^3 з довірчою ймовірністю P = 95 %. Модуль Юнга E = ~630 ГПа, модуль зсуву G = ~270 ГПа та модуль всебічного стискання B = ~320 ГПа. Коефіцієнт Пуассона η = 0,17. У результаті дослідження навантажувальних характеристик (здійснювали 5 вимірювань кожного зразка) встановили, що при навантаженні 5 Н для трьох зразків КМК-1 заглиблення індентора Берковича h_c = 2,66±0,08 мкм, розрахована твердість HB0,5 = 49±3,9 ГПа при P = 95 %.

Дослідження працездатності КМК при точінні загартованої сталі ШХ 15 (62 HRC).

Хімічний склад сталі наведено в табл. 1.

Таблиця 1. **Хімічний склад сталі ШХ15***

Вміст хімічного елемента у сталі ШХ15, мас. %								
C	Si	Mn	Ni	S	P	Cr	Cu	Fe
0,95–1,05	0,17–0,37	0,2– 0,4	До 0,3	До 0,02	До 0,027	1,3–1,65	До 0,25	~96

** Зарубіжні аналоги сталі ШХ15: 1.3505, 100Cr6 (ЄС); 2258 (Швеція); LH15 (Польща).*

Твердість оброблюваних заготовок вимірювали динамічним твердоміром ТДМ -1 (НПФ «Промприлад») і контролювали через кожні 2 мм знятого припуску. Лезову обробку здійснювали на токарно-гвинторізальному верстаті ФТ-11. Пластини встановлювали у прохідний різець з механічним кріпленням. Геометричні параметри різальної частини: передній кут γ = –10°, задній α = 10°. Дослідження здійснювали за постійної подачі S = 0,1 мм/об. та глибини різання t = 0,2 мм.

Порівняльну працездатність одержаних КМК при точінні сталі ШХ15 оцінювали за результатами аналогічних випробувань стандартних пластин групи *BL* CBN100 (Seco, Швеція) з ~50 об. % *c*BN та пластин групи *BH* типу Борсиніт з 96,7 об. % *c*BN (ІНМ НАН України).

Кінетику зношування різальних пластин при точінні в режимі реального часу вивчали з урахуванням зміни складових сили різання, які вимірювали універсальним динамометром УДМ-1200. Одержані дані фіксували в апаратно-програмному комплексі з модулем вимірювання з АЦП та опрацьовували на персональному комп'ютері.

Точіння з швидкістю різання до v = 140 м/хв характеризується поступовим рівномірним зношуванням пластин та монотонним збільшенням сил різання. У разі обробки пластинами CBN100 відзначається вищий рівень складових сил різання порівняно з ККМ-1. З підвищенням швидкості різання до v = 175 м/хв зношування різальних пластин з Борсиніту мало вкрай нестабільний та інтенсивний характер. Різке ступінчасте збільшення сил різання засвідчило про утворення мікросколів на кромках і контактних поверхнях інструменту. Дані реєстрації сил різання інструменту з КМК та CBN100 свідчить про відносно низьку швидкість зношування. У свою чергу, зміна складових сили різання при точінні сталі ШХ15 зі швидкістю v = 225 м/хв свідчить про високу працездатність КМК-1 і КМК-2. Інтенсивність зростання *Y*-компоненти сили при обробці пластиною з КМК-1 навіть нижча порівняно з CBN100, проте характеризується деякими коливаннями.

За отриманими даними побудували залежність швидкості зношування дослідних зразків від швидкості різання на початковій стадії зносу, що свідчить про перспективність застосування розроблених КМК групи *BL* для різання з високими швидкостями (рис. 3).

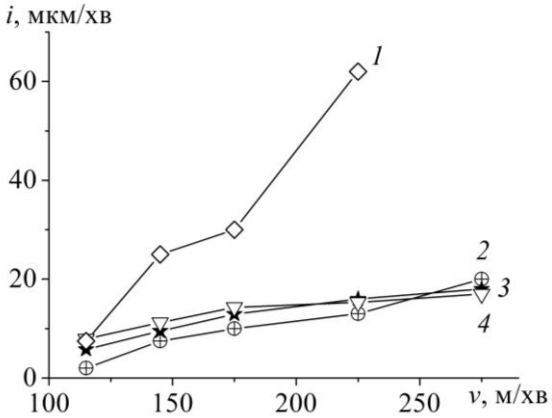


Рис. 3. Залежності швидкості зношування різального інструменту з різних матеріалів від швидкості точіння на початковій стадії зносу при точінні сталі ШХ15 (62 HRC) (S = 0,1 мм/об.; t = 0,2 мм): 1 – Борсиніт; 2 – CBN100; 3 – КМК-2; 4 – КМК-1

Висновки

Результати дослідження показали, що одержані керамо-матричні композити на основі *c*BN групи *BL* КМК-1 і КМК-2 (вміст *c*BN – 55 об. %) дають змогу ефективно обробляти загартовані сталі твердістю 62 HRC типу ШХ15 за високої швидкості різання v = 250–275 м/хв при чистовому точінні. За швидкості різання понад 250 м/хв композити за працездатністю не поступаються світовим аналогам (CBN100 фірми SECO).

Спеканием микропорошков при высокой температуре (2000–2100 °С) под давлением 7,7 ГПа получены керамо-матричные композиты на основе кубического нитрида бора в системах cBN-TiC-Si3N4 и (cBN→wBN)-TiC-Si3N4. Результаты испытаний режущего инструмента из полученных композитов при чистовом точении закаленной стали ШХ15 (62 HRC) при скоростях до ~300 м/мин показали, что по основным показателям работоспособности они значительно превосходят материал группы ВН типа Борсинит и не уступают керамике группы BL типа CBN100 (SECO).

***Ключевые слова**: кубический нитрид бора, карбид титана, нитрид кремния, высокое давление, высокая температура, спекание, керамо-матричный композит, режущий инструмент*

Ceramic-matrix composites based on cubic boron nitride have been manufactured by micropowders sintering at temperature of 2000–2100 °C under pressure of 7,7 GPa using cBN-TiC-Si3N4 and (wBN→cBN)-TiC-Si3N4 systems. Cutting tests at finish turning of the hardened ShH15 steel (62 HRC) at speeds up to ~300 m/min showed that the produced composites in terms of

efficiency significantly exceed the BH group material like Borsinit and not inferior the ceramic of BL group CBN100 type (SECO).

***Key words**: cubic boron nitride, titanium carbide, silicon nitride, high pressure, high temperature, sintering, ceramic-matrix composite, cutting tool.*

Література

1. Costes J.P., Guillet Y., Poulachon G., Dessoly M. Tool-life and wear mechanisms of CBN tools in machining of Inconel 718 // Intern. J. of Machine Tools & Manufacture. – 2007. – V. 47. – P. 1081–1087.
2. Chou Y. K. Hard turning of M50 steel with different microstructures in continuous and intermittent cutting // Wear. – 2003. –V. 255. – P. 1388–1394.
3. Chou Y. K., Evans C. J. Cubic boron nitride tool wear in interrupted hard cutting // Wear. – 1999. – V. 225–229. – P. 234–245.
4. Diniz A. E., Gomes D. M., Braghini A. Jr. Turning of hardened steel with interrupted and semi-interrupted cutting // Mater. Processing Technol. – 2004. – V. 129, N2. – P. 240–248.
5. Halpin T., Byrne G., Barry J., Ahearne E. The performance of polycrystalline cubic boron nitride tools in continuous, semi-interrupted, and interrupted hard machining // Proc. IMechE. – 2009. – V. 223. – Part B: J. Eng. Manufacture. – P. 947–953.
6. Инфильтрационные явления в условиях высокого давления при спекании кубического нитрида бора / И. А. Петруша, М. В. Никишина, И. А. Боримский и др. // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2009. – Вып. 12. – С. 265–270.
7. Никишина М. В., Петруша И.А., Смирнова Т.И. Высокотемпературное спекание кубического нитрида бора с участием механизма рекристаллизационной ползучести // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2013. – Вып. 16. – С. 280–287.
8. Погребняк А.Д., Шпак А.П., Азаренков Н.А., Береснев В.М. Структура и свойства твёрдых и сверхтвёрдых нанокомпозитных покрытий // Успехи физ. наук. – 2009. – Т. 179, № 1. – С. 35–64.

Поступила 19.06.14

УДК 661.657.5

Т. А. Гарбуз, канд.техн. наук

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

ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ СВЕРХТВЕРДЫХ КОМПОЗИТОВ В СИСТЕМЕ cBN-B_6O-Al

Приведены результаты исследования композитов, полученных в системе cBN-B6O-Al при спекании в аппаратах высокого давления типа «чечевица» при 4,2 ГПа и 1750 К. Установлено, что реакционное взаимодействие происходит с участием всех компонентов шихты. Определено оптимальное содержание субоксида бора в шихте – до 10 мас. %, при содержании 10 мас. % Al

***Ключевые слова**: кубический нитрид бора (cBN), субоксид бора (B6O), аппарат высокого давления (АВД) типа «чечевица», сверхтвердая фаза, параметры кристаллической решетки, твердость, плотность.*

Введение

Поликристаллические сверхтвердые материалы на основе кубического нитрида бора (PCBN) широко известны как инструментальные материалы высокой твердости, термостойкости, теплопроводности, химически инертные к железоуглеродистым сплавам. Такие свойства предопределяют эффективное применение поликристаллов на основе cBN для обработки закаленных сталей и чугунов, когда их нельзя заменить более твердыми алмазными материалами, и их успешное конкурирование с оксидной керамикой и твердыми сплавами. Получают такие материалы спеканием при высоком давлении и высокой температуре (HPHT) порошков кубического нитрида бора с добавками. Спектр добавок – металлы (Al, Ti, Co и др.) и тугоплавкие бескислородные соединения (TiN, TiC, TiCN, WC и др.). Кислород способствует фазовому превращению cBN в hBN, поэтому соединения кислорода как добавки используют редко, но иногда такой опыт успешный. Так, зарубежные исследователи [1] в системе Al_2O_3–cBN получили композит твердостью 26 ГПа и трещиностойкостью до 4,1 МПа·м$^{1/2}$. Успешнее оказались опыты в системе cBN-Al_6O [2], когда при высоком давлении (6 ГПа) получили материал твердостью 46 ГПа.

В последнее время синтезированы новые сверхтвердые фазы: cBC_xN, cBC_5, γ-B_{28}, B_6O [3] и др., основные характеристики которых приведены в табл. 1.

Таблица 1. **Физико-механические характеристики сверхтвердых фаз на основе бора** [4–6]

Сверхтвердая фаза	**cBN**	**$B_{13}N_2$**	**B_4C**	**cBC_5**	**BC_x**	**B_6O**	**β-B_2O_3**
Твердость HV, ГПа	62	40	45; 38	71	–	**38**; **40–45**	16
Твердость HKN, ГПа	44		–	–	–	–	–
Трещиностойкость K_{1c}, МПа·м$^{1/2}$	3,0; 6,8	–	3–4	9,5	–	**4,5**	–
Плотность ρ, г/см$^{-3}$	3,489	2,666	2,487	3,267	–	**2,620**	3,111
Модуль Юнга E, ГПа	909	–	–	–	–	–	–
Модуль объемного сжатия K, ГПа	377; 395	200	245; 199	335	20–30	**181**	170

Субоксид бора B_6O является одним из сверхтвердых соединений бора. Твердость по Виккерсу B_6O составляет 40–45 ГПа; при этом B_6O имеет повышенную трещиностойкость (4,5 МПа·м$^{1/2}$), низкую плотность (2,62 г/см^3), высокую химическую стойкость в агрессивной жидкости или окислительной атмосфере. Такие высокие физико-химические свойства субоксида бора обеспечивают короткие и сильные ковалентные связи в кристаллической решетке [6].

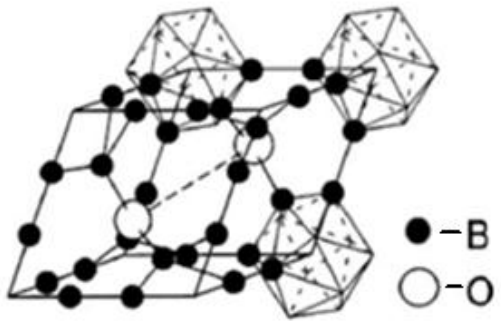


Рис. 1. Кристаллическая структура фазы B_6O [7]

Структура субоксида бора (B_6O) относится к типу α-B_{12} и пространственной группе R-3m (тригональная сингония a = 0,53902 нм, c = 1,23125 нм). У B_6O сложная кристаллическая структура – в вершинах ромбоэдрической решетки размещены 8 икосаэдров, каждый икосаэдр состоит из 12 атомов бора, два атома кислорода расположены в промежутках вдоль ромбоэдрического направления (рис. 1).

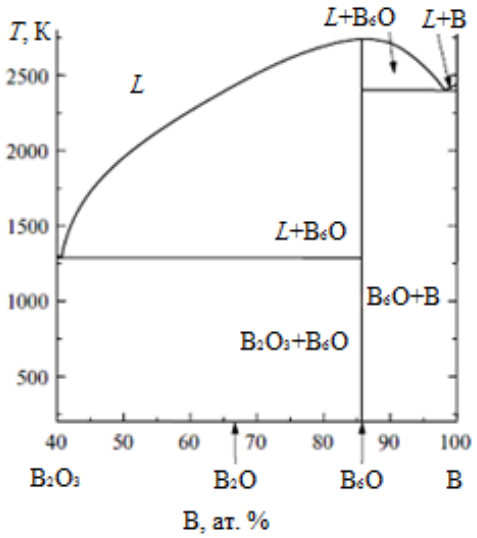


Рис. 2. Фазовая диаграмма системы $B–B_2O_3$ при 5 ГПа [3]

Фазовая диаграмма системы $B–B_2O_3$, полученная при 5 ГПа, показана на рис. 2 [3]. Согласно фазовой диаграмме субоксид бора устойчив до температуры выше 2500 К и не имеет области гомогенности. Однако, B_6O – нестехиометрическое соединение с широкой областью гомогенности при атмосферном давлении 0,72–0,839 [6], а при высоком давлении можно получить почти стехиометрического фазу $B_6O_{0,95}$ (5 ГПа; 1700 ºС) [6]. Содержание кислорода в субоксиде бора влияет на параметры кристаллической решетки фазы (табл. 2). Объем кристаллической решетки уменьшается по мере приближения к стехиометрическому составу субоксида бора.

Таблица 2. **Гомогенность фазы субоксида бора**

Фаза	*c*/*a*	*V*, нм^3	Условия получения	Литературный источник
$B_6O_{0,72}$	2,301	0,30744	Давление окружающей среды	Lundstrom, Bolmgren (1994 г.)
$B_6O_{0,76}$	2,297	0,30753		M. Kobayashi et al. (1993 г.)
$B_6O_{0,77}$	2,295	0,30777		H. Hubert et al. (1998 г.)
$B_6O_{0,78}$	2,289	0,30915		Lundstrom, Andreev (1996 г.)
$B_6O_{0,839}$	2,293	0,30852		Lundstrom, Andreev (1996 г.)
$B_6O_{0,89}$	2,286	0,30953	5,5 ГПа, 1800 ºС	H. Hubert et al. (1998 г.)
$B_6O_{0,95}$	2,284	0,30978	5,5 ГПа, 1700 ºС	
B_6O_x x<1	2,284	0,31760	3,5 ГПа, 1200 ºС	X. Liu et al. (1995 г.)
B_6O_x $x < 1$	2,296	–	Давление окружающей среды	Shabalala (2007 г.)

Зависимость теоретической плотности (данные взяты с International Centre for Diffraction Data (ICDD) card) от содержания кислорода x в B_6O_x показана на рис. 3. Как видим с увеличением содержания кислорода повышается теоретическая плотность. Установлено [8, 9], что присутствие соединения B_2O_3 в исходном порошке субоксида бора может снижать плотность спеченных компактов. Теоретическая плотность субоксида бора зависит от стехиометричности фазы: наиболее плотный материал получается при приближении к стехиометрии соединения.

Сопоставив известные данные плотности субоксида бора и график на рис. 3, установили, что плотность 2,62 г/см^3 несколько завышена, а это означает, что в расчетах не учитывали стехиометрию фазы.

Благодаря высоким физико-механическим свойствам (твердость, трещиностойкость, тугоплавкость) субоксид бора является перспективным инструментальным материалом в соответствии с требованием высокой абразивной износостойкости. Характеристики спеченных композиционных материалов на основе субоксида бора приведены в табл. 3. В таких материалах можно достичь высокой твердости (до 46 ГПа); при этом трещиностойкость составляет ~1,5 МПа·м$^{1/2}$. Оптимальное содержание сверхтвердого соединения (cBN, B_4C) – 40 мас. %.

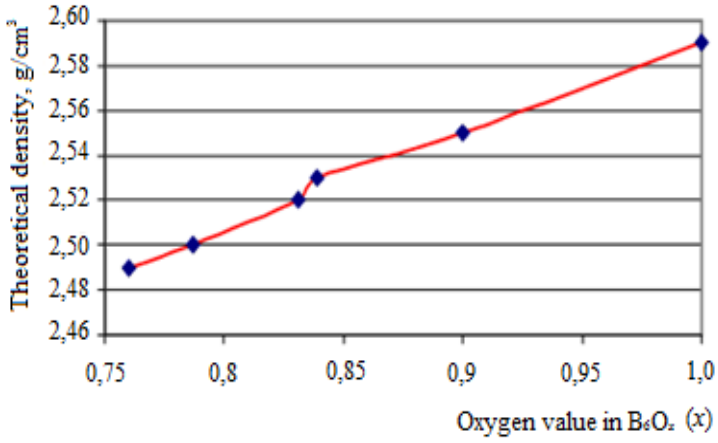


Рис. 3. Зависимость теоретической плотности субоксида бора от x в B_6O_x [6]

В данной работе рассмотрим формирование структуры и свойств материала системы cBN-B_6O-Al при спекании в условиях высокого давления.

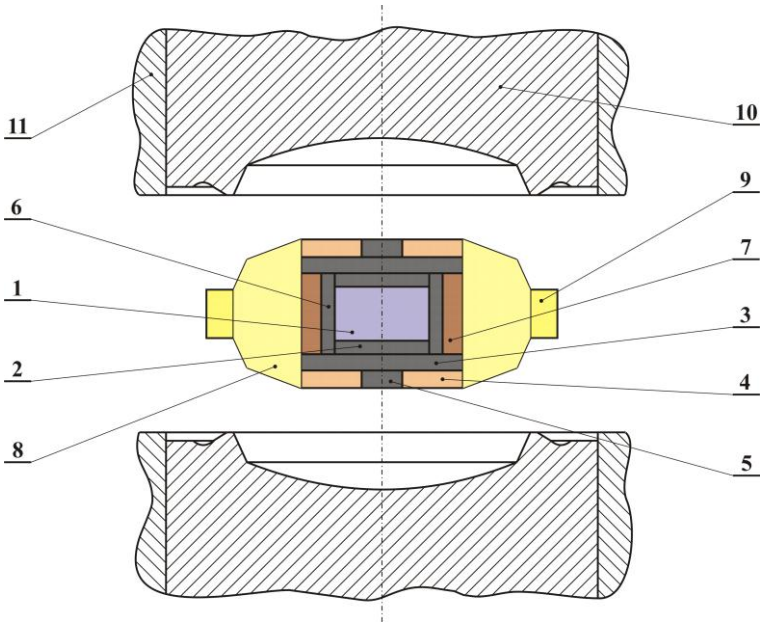


Рис. 4. Схема аппарата высокого давления типа «чечевица»: 1 – шихта для спекания; 2, 3 – прессованные диски с графита; 4 – шайба с литографского камня; 5 – торцевой нагреватель; 6 – трубчатый графитовый нагреватель; 7 – втулка с пирофиллита; 8 – контейнер с литографского камня; 9 – муфта (полихлорвинил); 10 – матрица (Р6М5 или Р18); 11 – блок скрепляющих колец

Материалы и методы исследования

В настоящей работе использовали порошки cBN марки КМ 10/7 (средний размер зерен *d* = 8 мкм), алюминия фракции -80 (*d* = 26 мкм) и субмикронного B_6O (*d* = 0,5 мкм). Образцы получали реакционным спеканием гомогенной смеси в аппарате высокого давления типа «наковальня с углублением» («чечевица») (рис. 4) при давлении 4,2 ГПа и температуре 1750 К.

Полученные образцы подготовили к структурным исследованиям путем алмазного шлифования и полировки с такими конечными размерами: диаметром 10 мм и высотой 4 мм. Фазовый состав и структуру образцов исследовали методами рентгеноструктурного анализа (ДРОН-3, CuKα–излучение) и электронной микроскопии (Zeiss Ultra plus, Польша, UNIPRESS).

Таблица 3. **Композиционные материалы на основе субоксида бора**

Характеристика	Материал				
	B_6O–B_4C		B_6O–cBN	B_6O–$xC_{алмаз}$ (x = 0–80 об. %)	B_6O–Al_2O_3
Условия получения: давление p температура T время τ	4 ГПа 1800 °С 20 мин	4,5 ГПа 1700 °С 30 мин	6 ГПа 1800 °С –	3–5 ГПа 1400–1800 °С –	B_6O покрывали порошком Al_2O_3 в разном количестве. Горячее прессование. Атмосфера аргона; 50 МПа; 1900 °С; 20 мин
Количество сверхтвердой фазы, % об.	30	B_2O_3, $B_{аморф.}$, $C_{граф.}$	40	60	2,2 Al / 3,7 Al / 5,6 Al (об. %)
Размер зерен B_6O / сверхтвердой фазы, мкм	–	–	1,5 / 0,5	– / 0,25	3,5 (покрытого B_6O)
Твердость HV, ГПа	46 (200 г)	–	46	60 (200 г)	29,3 / 28,2 / 27,8 (5 кг)
Трещиностойкость K_{1c}, МПа·м$^{1/2}$	1,0	–	1,5	–	3,11 / 3,23 / 3,37
Литературный источник	[10]	[11]	[2]	[12]	[9]
Примечание	Новые фазы не образовывались	–	–	–	Образовывалась фаза $Al_4B_2O_9$

Спеченные компакты были правильной геометрической формы, поэтому плотность образцов рассчитывали по геометрическим размерам и массе. Твердость определяли методом индентирования с использованием алмазной пирамиды Кнупа на твердомере ПМТ-3 при нагрузке 9,8 Н.

Результаты исследования и их обсуждение

Фазовый состав шихты и данные XRD о фазовом составе композитов приведены в табл. 4. Образцы 5 и 6 были контрольные, полученные в системе cBN–Al без B_6O. Образец 5 содержал 5 инт. % графитоподобного гексагонального BN.

Таблица 4. **Фазовый состав шихты и полученных из нее композитов**

Номер образца	Состав шихты, мас.%			Состав композита, инт. %						
	cBN	Al	B_6O	cBN	AlN	AlB_2	B_6O	αAlB_{12}	βAlB_{12}	AlB_{10}
1	91,7	5,1	3,2	87	4	5	2	2	–	–
2	88,4	5,2	6,4	82	7	1	6	3	–	1
3	82	5,4	12,6	73	3	3	19	–	–	2
4	62	6,9	31,1	71	1	19	4	–	4	–
5	95	5	–	89+5*	4	1	–	–	–	1
6	90	10	–	91	5	3	1	1	–	–

* Графитоподобный гексагональный BN.

Зависимости фазового состава композитов по данным XRD от содержания субоксида бора в шихте показаны на рис. 5.

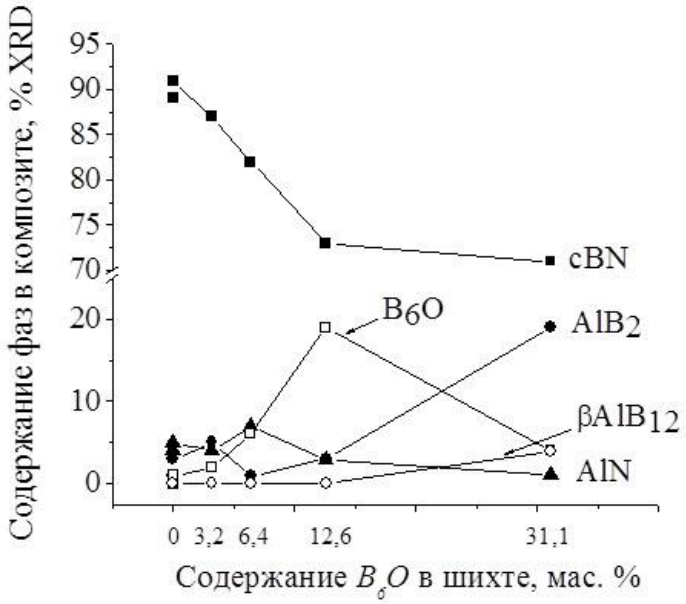


Рис. 5. Зависимости фазового состава композитов, полученных в системах cBN–Al и cBN–Al–B6O, от содержания субоксида бора в шихте

Результаты XRD анализа (табл. 4, рис. 5) указывают на химическое взаимодействие компонентов шихты при HPHT спекании. Спеченные композиты имеют многофазную структуру и содержат cBN, AlN, AlB_2, B_6O, в некоторых образцах в небольшом количестве (~1–2 инт. %) присутствуют фазы AlB_{10}, α-AlB_{12}, β-AlB_{12} (табл. 4).

Наиболее вероятные реакции в шихте:

$$\mathrm{Al}+\frac{2}{3}\mathrm{BN}=\frac{2}{3}\mathrm{AlN}+\frac{1}{3}\mathrm{AlB_2}; \quad (1)$$

$$\mathrm{Al}+\frac{12}{13}\mathrm{BN}=\frac{12}{13}\mathrm{AlN}+\frac{1}{13}\mathrm{AlB_{12}}; \quad (2)$$

$$\mathrm{Al}+\frac{3}{11}\mathrm{B_6O}=\frac{9}{11}\mathrm{AlB_2}+\frac{1}{11}\mathrm{Al_2O_3}; \quad (3)$$

$$\mathrm{Al}+\frac{6}{7}\mathrm{B_6O}=\frac{3}{7}\mathrm{AlB_{12}}+\frac{2}{7}\mathrm{Al_2O_3}. \quad (4)$$

Рассчитанный по балансу массы в химических реакциях (1) – (4) фазовый состав композитов приведен в табл. 5, а определенная экспериментально и рассчитанная по фазовому составу плотность композитов – в табл. 6 (нумерация композитов как в табл. 4).

Таблица 5. **Рассчитанный фазовый состав композитов с учетом того, что реакционное взаимодействие осуществляется по одной из реакций (1)–(4)**

Номер образца	Рассчитанный состав композита, мас. %						Расчет по реакции
	cBN	AlN	AlB_2	B_6O	AlB_{12}	Al_2O_3	
1	88,6	5,2	3,1	3,2	–	–	(1)
	87,4	7,2	–	3,2	2,3	–	(2)
2	85,2	5,3	3,1	6,4	–	–	(1)
	84	7,3	–	6,4	2,3	–	(2)
3	78,7	5,5	3,2	12,6	–	–	(1)
	77,4	7,6	–	12,6	2,4	–	(2)
4	57,8	7	4,1	31,1	–	–	(1)
	56,1	9,7	–	31,1	3,1	–	(2)
	62	–	10,2	25,5	–	2,4	(3)
	62	–	–	13,4	17,2	7,4	(4)

Таблица 6. **Экспериментальная и рассчитанная по фазовому составу плотность шихты и композитов**

Номер образца	Расчетная плотность шихты	Рассчитанная плотность композита		
		по данным XRD	по балансу массы в реакциях (1) – (4)	экспериментально
1	3,40	3,39	3,40	3,35
2	3,37	3,30	3,37	3,31
3	3,30	3,15	3,30	3,21
4	3,11	3,17	3,18	3,05

Результаты анализа данных табл. 4, 5 и рис. 5 указывают на то, что в процессе HPHT спекания шихты cBN–B_6O–Al одновременно осуществляется взаимодействие по нескольким из реакций (1) – (4). Особенно это видно на примере образца 4 (см. табл. 4) с содержанием субоксида бора в шихте 31,1 мас. %, где наряду с AlN (который образуется при взаимодействии BN с Al) содержится много AlB_2 (19 инт. %) и появляется фаза βAlB_{12} (4 инт. %). Это возможно только при взаимодействии B_6O с Al по реакциям (3) и (4). Методом

XRD не выявлено Al_2O_3, которого согласно реакциями (3) и (4) должно быть достаточно для выявления. Причина может состоять в наличии нескольких структурных модификаций Al_2O_3, которые могли одновременно синтезироваться в композите. Особого внимания заслуживает образец 6 (см. табл. 4), в композите которого, полученного из шихты состава cBN–Al, обнаружен 1 инт. % фазы B_6O. С учетом того, что в cBN может образовываться твердый раствор кислорода путем гетеровалентного замещения им азота, компоненты могут взаимодействовать по следующей реакции:

$$Al + 0{,}92B_{0{,}97}N_{0{,}9}O_{0{,}1} = 0{,}83AlN + 0{,}17AlB_2 + 0{,}09B_6O\,. \qquad (5)$$

Рассмотрим кристаллическую структуру, а именно объемы кристаллических решеток фаз cBN, B_6O, AlN и AlB_2, которые идентифицировали методами XRD в композитах после HPHT спекания (рис. 6–8). Согласно литературным данным объем кристаллической решетки субоксида бора, полученного при давлении 5 ГПа и температуре 1700 ºС, равен 0,30978 нм^3 и соотношение c/a = 2,284 [6]. При этом содержание кислорода в B_6O составляет 0,95 (см. табл. 2). Как видим на рис. 6, во всех исследуемых в системах cBN–Al и cBN–Al–B_6O образцах объем кристаллической решетки B_6O значительно превышает установленный в [6]: $V_{ср.}^{B_6O}$ = 0,33475 нм^3. В этом случае наблюдается общая тенденция к снижению объема кристаллической решетки субоксида бора, что свидетельствует об отклонении стехиометричности этого соединения. С учетом литературных данных, предположим, что в проведенных в данной работе экспериментах субоксид бора был нестехиометричен по кислороду.

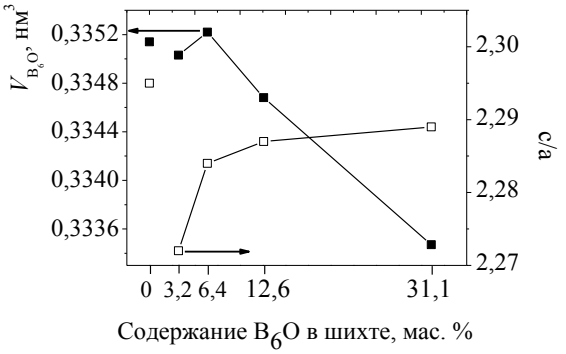


Рис. 6. Зависимости объема кристаллической решетки и соотношение c/a фазы B_6O в композитах после HPHT спекания от содержания субоксида бора в шихте

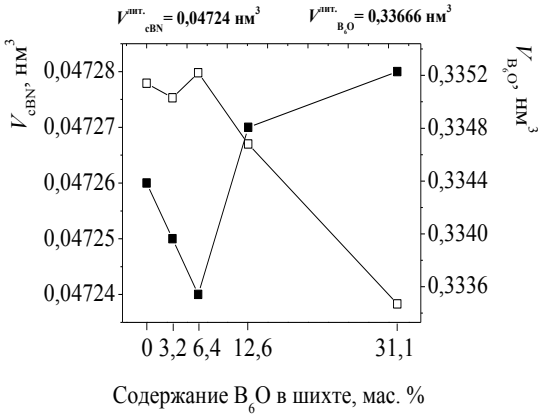


Рис. 7. Зависимости объемов кристаллических решеток фаз cBN и B_6O в композитах после HPHT спекания от содержания субоксида бора в шихте

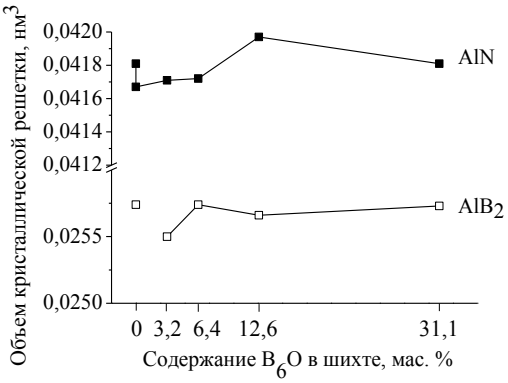


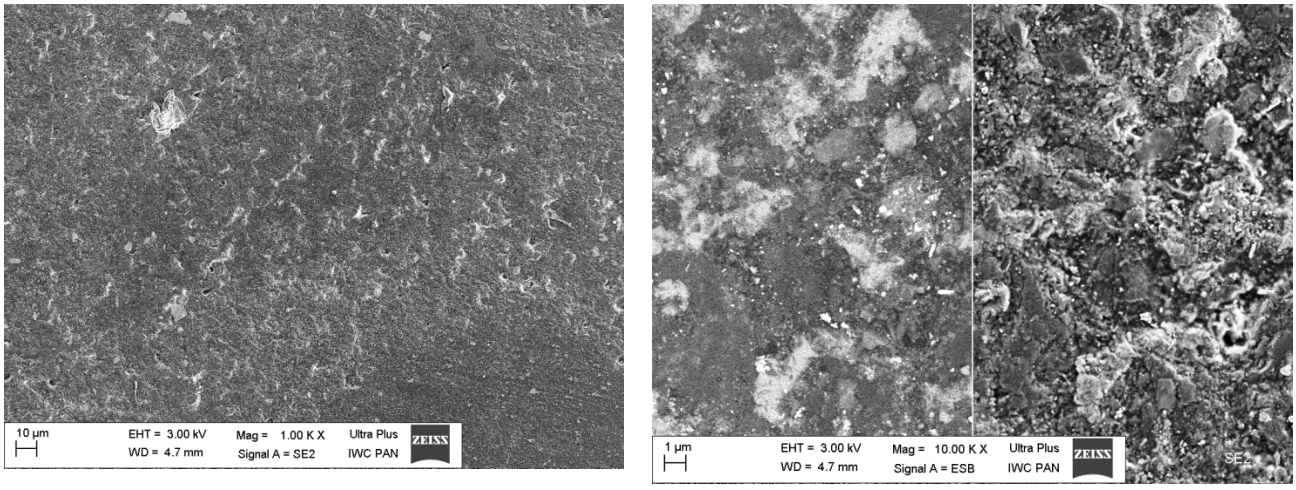
Рис. 8. Зависимости объемов кристаллических решеток фаз AlN и AlB2 в композитах после HPHT спекания от содержания субоксида бора в шихте

При небольшом содержании субоксида бора в шихте фаза B6O приближается к стехиометричному составу, при большом стехиометричность ниже, что обусловлено недостаточностью источников кислорода. Кроме того, при высоком содержании субоксида бора в исходной смеси порошков площадь контакта с Al в B6O больше, чем в cBN.

Объемы кристаллических решеток cBN и B6O изменялись противоположно (см. рис. 7). Объем кристаллической решетки B6O незначительно изменялся при небольшом содержании B6O в шихте (до 6,4 мас. % B6O). Это означает, что в процессе спекания происходят химические превращения, возможно образование твердых растворов на основе cBN. При содержании в шихте 6,4 мас. % и более B6O, кристаллическая решетка cBN увеличивается, а B6O уменьшается. Этот факт также указывает на то, что в процессе спекания осуществляется химическое взаимодействие по реакции (3) – (5) с образованием оксида, ди/додекаборида алюминия и B2O3 либо твердого раствора Al–B–O.

Рис. 8 показывает изменение объемов кристаллических решеток нитрида и боридов алюминия, образовавшихся в процессе HPHT спекания. Добавка B6O в шихту cBN–Al в количестве 6,4 % масс. и выше обеспечивает образование стабильных фаз AlN и AlB2.

Микроструктура полученных образцов в системе cBN–Al–6,4 B6O показана на рис. 9. Как видим, композиты имеют однородную структуру, образованную в процессе реакционного спекания. Зерна кубического нитрида бора изолированы друг от друга наноразмерной связкой.



а *б*

Рис. 9. Общий вид микроструктуры композита, полученного в системе cBN–Al–B_6O с добавлением 6,4 мас. % субоксида бора при разном увеличении

Свойства композитов, полученных в системах cBN–Al и cBN–Al–B_6O при давлении 4,5 ГПа и температуре 1750 К, показаны на рис. 10. Плотность (рис. 10*а*) и твердость (рис. 10*б*) композитов снижается при уменьшении в них содержания сверхтвердой фазы cBN. Очень низкие твердость и плотность композита, полученного без добавок субоксида бора, обусловлены содержанием в композите около 5 инт. % фазы hBN (твердость – менее 1 ГПа) и высокой пористостью (5%).

В работе в качестве исходной бралась шихта с 5 мас. % Al, т.е. важно уменьшить пористость, подавить фазовое превращение cBN→hBN, повысить твердость. Перспективным является использование шихты с содержанием 10 мас. % Al и до 10 мас. % B_6O. Такой состав шихты будет благоприятным для химического взаимодействия прежде всего между cBN и Al, а содержащийся B_6O будет способствовать его дальнейшему образованию из кислорода,

адсорбированного на поверхности и связанного в кристаллической решетке cBN. Такая структура будет дисперсионно упрочнена субмикронным B_6O и иметь высокую твердость.

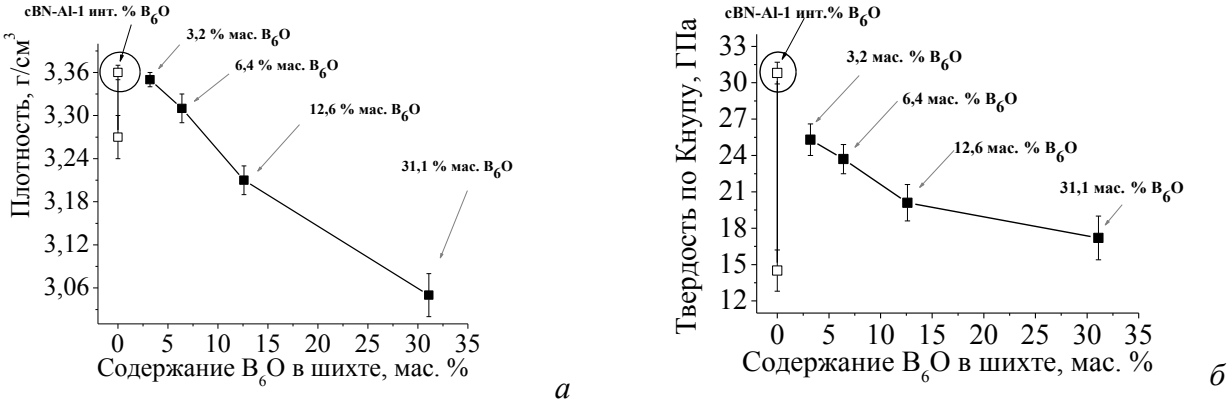


Рис. 10. Зависимости плотности (а) и твердости по Кнупу (б) полученных композитов от содержания субоксида бора в шихте

Выводы

1. В системе cBN–B_6O–Al при давлении 4,5 ГПа и температуре 1750 К происходит реакционное взаимодействие с участием всех компонентов шихты. Тип реакционного взаимодействия определяется содержанием фаз в шихте и их удельной поверхностью.

2. Экспериментально измеренная плотность композитов близка к расчетной; в расчете учитывали данные XRD анализа и баланс масс в композите после реакционного спекания.

3. Твердость композитов снижалась с 26 до 18 ГПа при увеличении содержания субоксида бора в шихте. У композитов, полученных из шихты, содержащей 3,2 – 6,4 мас. % субоксида бора, отмечены высокая твердость и однородная на микроуровне структура, в которой зерна cBN окружены наноразмерной связкой (продуктами реакционного взаимодействия).

4. Перспективным является использование шихты с содержанием 10 мас. % Al и до 10 мас. % B_6O. Такой состав шихты благоприятен для химического взаимодействия прежде всего cBN и Al, а содержащийся B_6O способствует его образованию из кислорода, адсорбированного на поверхности и связанного в кристаллической решетке cBN. Такая структура дисперсионно упрочнится субмикронным B_6O и будет иметь высокую твердость.

Наведено результати дослідження композитів, отриманих у системі cBN-B6O-Al при спіканні в апаратах високого тиску (АВТ) типу «чечевиця» при 4,2 ГПа і 1750 К. Встановлено, що реакційна взаємодія відбувається за участю всіх компонентів шихти. Визначено оптимальний вміст субоксиду бору у шихті – до 10 мас. % при вмісті 10 мас.% Al.

***Ключові слова**: кубічний нітрид бору (cBN), субоксид бору (B6O), апарат високого тиску (АВТ) типу «чечевиця», надтверда фаза, параметри кристалічної ґратки, твердість, густина.*

The results of studies of composites obtained in the system cBN-B6O-Al by sintering in the high-pressure apparatus «lentils» at 4.2 GPa and 1750 K. It is found that all the components of mixture participate in the reactionary interaction. The optimum content of the boron suboxide in mixture is up to 10 wt. %, when an amount of aluminium is 10 wt.%.

***Key words**: cubic boron nitride (cBN), boron suboxide (B6O), high-pressure apparatus (HPA) «lentils», superhard phase, lattice parameters, hardness, density.*

Литература

1. Makinori Hotta. Densification and microstructure of Al_2O_3–cBN composites prepared by spark plasma sintering / Hotta Makinori, Goto Takashi // J. of the Ceramic Soc. of Japan. – 2008. – V. 116. – N 6. – P. 744–748.
2. Hideaki Itoh. B_6O–cBN Composites Prepared by High-Pressure Sintering / Itoh Hideaki, R. Yamamoto, H. Iwahara // J. of the American Ceramic Soc. – 2000. –V. 83. – P. 501–506.
3. Куракевич А.А. Сверхтвердые фазы простых веществ и двойных соединений системы B–C–N–O: от алмаза до последних результатов (обзор) // Сверхтвердые матер. – 2009. – № 3. – С. 3–25.
4. Ultimate metastable solubility of boron in diamond: Synthesis of superhard diamond-like BC_5 / V.L. Solozhenko, O.O. Kurakevych, D. Andrault et al. // Phys. Rev. Lett. – 2009. – **102**. – N 6. – P. 015506.
5. Boron suboxide: As hard as cubic boron nitride / D.W. He, Y.S. Zhao, L. Daemen et al. // Appl. Phys. Lett. – 2002. – **81**. – N 4. – P. 643–645.
6. Johnson O.T. Improvement on the mechanical properties of boron suboxide (B_6O) based composites using other compounds as second phase / O.T. Johnson // Dissertation for the degree of Master of Science in Engineering, Faculty of Engineering and the Built Environment, University of the Witwatersrand. – Johannesburg, 2008. – 175 p.
7. Thermoelectric Properties of Hot-pressed Boron Suboxide (B_6O) / Takaya Akashi, Tsuyoshi Itoh, Itaru Gunjishima et al. // Mater. Transactions. – 2002. – V. 43. – N 7. – P. 1719–1723.
8. Hard and tough boron suboxide based composites / T.C. Shabalala, D.S. McLachlan, I. Sigalas, M. Herrmann // Ceramics International. – 2008. – V. 34. – Is. 7. – P. 1713–1717.
9. Shabalala T.C. The preparation and characterization of boron suboxide (B_6O) based composites / T.C. Shabalala // PhD thesis, Univer. of the Witwaterstand. – 2007.
10. Itoh H. Microstructure and mechanical properties of B_6O–B_4C sintered composites prepared under high pressure / H. Itoh, I. Maekawa, H. Iwahara // J. of Mater. Sci. – 2000. – V. 35. – P. 693–698.
11. High-Pressure, High-Temperature Synthesis and Characterization of boron suboxide (B_6O) / H. Hubert, L. Garvie, B. Devouard, et al. // Chemistry of mater. – 1998. – V. 10. – P. 1530–1537.
12. High pressure consolidation of B_6O-diamond mixtures / R. Sasai, H. Fukatsu, T. Kojima, H. Itoh // J. of Mater. Sci. – 2001. – V. 36. – P. 5339–5343.

Поступила 27.05.2014

УДК 661.657.5;621.762.5

Я. М. Романенко, М. П. Беженар, д-р техн. наук

Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, м. Київ

ГУСТИНА І ФАЗОВИЙ СКЛАД НАДТВЕРДИХ КОМПОЗИТІВ СИСТЕМИ cBN–Al ЗАЛЕЖНО ВІД ЗЕРНОВОГО СКЛАДУ ШИХТИ

Досліджено вплив зернового складу на густину та фазовий склад надтвердих PCBN композитів системи cBN–Al. Встановлено, що збільшення крупної фракції cBN у шихті сприяє збільшенню густини композиту, найбільша густина при вмісті 70% крупної фракції. Фазовий склад композиту змінюється зі збільшенням частки крупної фракції в шихті, фаза дибориду алюмінію фіксується тільки при вмісті крупної фракції 70% і більше.

***Ключові слова**: нітрид бору, тиск, температура, спікання, ущільнення, структура, густина, шихта, фазовий склад.*

Полікристалічні надтверді матеріали на основі кубічного нітриду бору відомі на світовому ринку як інструментальні матеріали PCBN. До переваг PCBN належать висока термічна стійкість та хімічна нейтральність до сплавів на основі заліза, тому як інструментальний матеріал вони не мають конкурентів у лезовому інструменті при обробленні вуглецевих і легованих сталей, чавунів, високолегованих спеціальних сплавів [1].

Спікання в умовах високого тиску порошків кубічного нітриду бору з алюмінієм – загальновизнаний у світовій практиці метод одержання полікристалічних матеріалів на основі cBN [2–5]. Підставою для цього є відносно невисока температура плавлення алюмінію та оптимальні фізико-механічні властивості кераміки, що утворюється при взаємодії cBN та Al (AlN, AlB_2, AlB_{12}) і забезпечує міцність зв'язків по границях зерен полікристалу [6]. Найвідоміші інструментальні матеріали, що одержані в цій системі – різальні пластини PCBN Амборит фірми «ElementSix» [3; 4], а також розроблений в Україні матеріал киборит [7].

Для кожної марки PCBN матеріалів характерні сталий фазовий склад та свій набір фізичних і фізико-механічних властивостей, що визначаються технологією одержання PCBN. Слово «технологія» включає обладнання (пресова установка, апарат високого тиску, складові комірки високого тиску), сировину (вихідні порошки, їх зернистість і реальна структура, склад шихти для спікання) та способи оброблення (тиск, температура, тривалість спікання).

Фізичною характеристикою матеріалу, тісно пов'язаною з його фазовим складом і пористою структурою, є густина. Інструментальні PCBN матеріали, які одержують спіканням при високому тиску порошків системи cBN–Al, практично безпористі. Цьому сприяють особливості технології одержання таких матеріалів, а саме застосування високого тиску (понад 4 ГПа), і наявність при температурі спікання рідкого алюмінію, який спочатку просочує стиснений каркас з кубічного нітриду бору, а потім хімічно взаємодіє з cBN, утворюючи нові сполуки – складові зв'язки PCBN композиту. Підтвердженням безпористості таких композитів є дані металографічних досліджень матеріалів амбориту і кибориту. З огляду на це можна вважати, що на густину PCBN композитів, одержаних в системі cBN–Al з дотриманням умов технології щодо тиску, температури та тривалості спікання, найбільшою мірою впливають фазовий склад композиту та дефектність вихідних і одержаних у результаті реакційного спікання фаз.

Для інструментальних PCBN матеріалів одним з жорстко регламентованих технологічних чинників є розмір зерен надтвердої фази. Наприклад, характеристики продукції PCBN фірми «ElementSix» наведено в табл. 1. Для кожного з чотирьох наведених

продуктів розмір зерен вихідного cBN доволі обмежений. Густину своїх продуктів вказана фірма теж приводить з високою точністю (0,1 – 0,15%). Водночас, діапазон розмірів зерен вихідного cBN матеріалів групи кибориту (табл. 2) ширший, особливо для кибориту-2; відхилення за густиною також значиміші (до 0,5% для кибориту-2 і до 0,8% для кибориту–1). Можливо, саме розмір зерен cBN у вихідній шихті є значимим чинником впливу на фазовий склад композиту і відповідно на його густину.

Метою даного дослідження – вивчити вплив розмірів зерен вихідних порошків кубічного нітриду бору на фазовий склад і густину композитів, одержаних при спіканні порошків системи cBN–Al.

Таблиця 1. **Характеристики продукції PCBN фірми «ElementSix» (ПАР) [3; 4]**

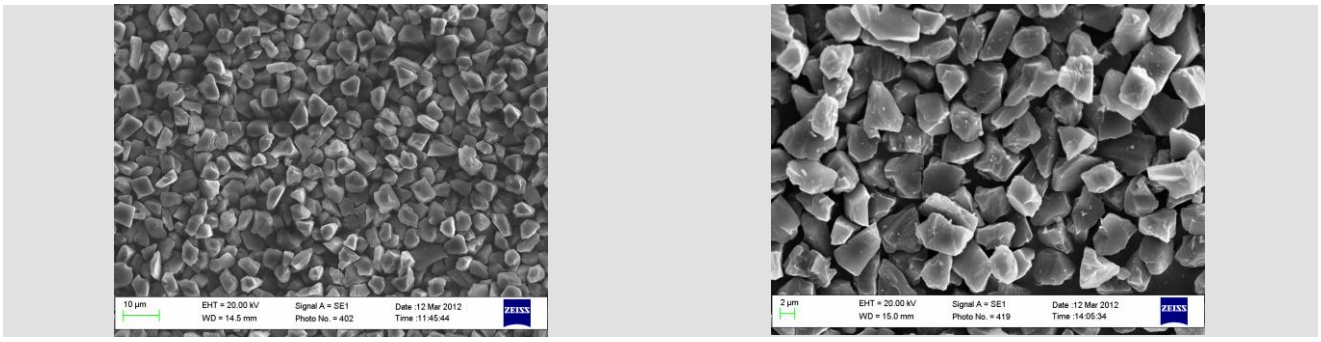
Марка	AMB90	DBA80	DBC50	DCN450
Вміст cBN, %	90	80	50	45
Інші фази	Сполуки Al	Сполуки Ti та Al	TiC	TiN
Розмір зерен cBN, мкм	7–9	5–7	1,5–2	0,5–1
Густина, г/см^3	3,42	3,52	4,28	–

Таблиця 2. **Характеристики продукції PCBN ІНМ НАН України Киборит [7; 8]**

Марка	Киборит-1	Киборит-2	Киборит-3
Вміст cBN, %	96–97	84	70–75
Інші фази	AlN, AlB_{12}	AlN, AlB_2	TiC, AlN, AlB_2
Розмір зерен cBN, мкм	3–14	5–60	3–7
Густина, г/см^3	3,40–3,45	3,35–3,38	3,65–3,67

Отримання зразків і методики дослідження

Для приготування шихти використовували порошки cBN марки КМ зернистістю 3/2 і 60/40 (рис. 1) виробництва концерну «АЛКОН» НАН України та порошок алюмінію марки АСД (фракція – 40).



а *б*

Рис.1. Загальний вигляд порошків cBN марки КМ зернистістю: а – 3/2 мкм; б – 60/40 мкм

В якості вихідної шихти досліджували 5 варіантів суміші: *а*) КМ 3/2 + Al - 40 (9:1); *б*) КМ 3/2 + КМ 60/40 + Al - 40 (7:2:1); *в*) КМ 3/2 + КМ 60/40 + Al - 40 (9:9:2); *г)* КМ 3/2 + КМ 60/40 + Al - 40 (2:7:1); *д*) КМ 60/40 + Al - 40 (9:1).

Питома поверхня порошку cBN марки КМ 3/2 становила 2,80 м^2/г, а порошку КМ 60/40 – 0,11 м^2/г [9]. Питому поверхня порошку cBN для кожного варіанта шихти наведено в табл. 3. Як бачимо, зі збільшенням частки крупної фракції питома поверхня порошків cBN зменшується.

Таблиця 3. **Питома поверхня порошків cBN у шихті**

Шихта	***а***	***б***	***в***	***г***	***д***
S, м^2/г	2,80	2,2	1,46	0,71	0,11

Технологічна схема одержання PCBN матеріалів така: складання комірки високого тиску (КВТ); переміщення її до апарату високого тиску (АВТ); пресування за кімнатної температури шихти в робочому об'ємі КВТ (холодне пресування), спікання за високого тиску. У разі спікання з участю рідкої фази можливий проміжний етап просочення рідиною стисненого порошку cBN.

Композит одержували із застосуванням проміжного етапу – просочення порошку cBN рідким алюмінієм. Для дослідження зібрали по 7 контейнерів з кожної шихти, в усіх складаннях по два зразки (рис. 2). Термобаричне оброблення (холодне пресування, просочення, спікання) здійснювали у сталевому АВТ «ковадло з заглибленням» (КЗ) з діаметром лунки 40 мм (рис 2).

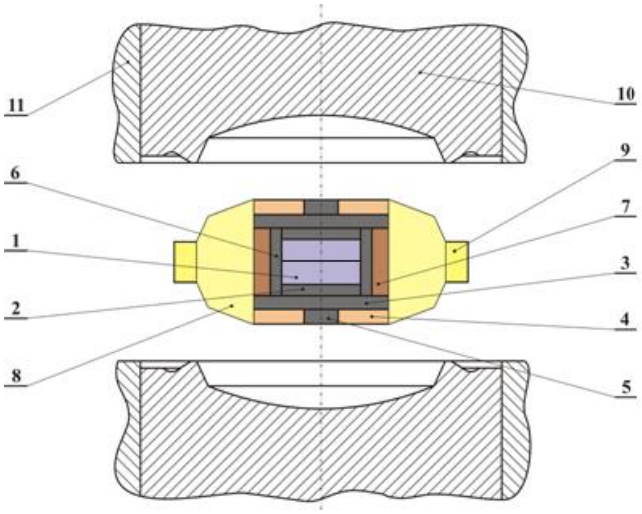


Рис. 2. Схема зборки комірки високого тиску в АВТ типу «ковадло з заглибленням»:1 – шихта для спікання; 2, 3 – пресовані диски з графіту; 4 – шайба з літографського каменю; 5 – торцевий нагрівач; 6 – трубчастий графітовий нагрівач; 7 – втулка з пірофіліту; 8 – контейнер з літографського каменю; 9 – муфта (поліхлорвініл); 10 – матриця (Р6М5); 11 – блок скріплюючих кілець

З кожної шихти одержали 14 зразків: два зразки після холодного пресування (p = 4,2 ГПа; T = 300 К), два зразки після просочення (p = 2,5 ГПа; T = 1100 К) та 10 зразків після остаточного спікання (дві стадії: просочення при p = 2,5 ГПа; T = 1100 К; t = 30 с; спікання при p = 4,2 ГПа; T = 1750 К; t = 4 хв).

Одержані зразки піддавали механічному обробленню (плоске шліфування і заокруглювання вільним та зв'язаним абразивом) для очищення поверхні, надання зразкам необхідної форми і якості поверхні відповідно до методик подальших досліджень. Після механічного оброблення визначали густину всіх зразків і фазовий склад їх частини (по 7 з партії, по одному з вихідної шихти, після холодного пресування, просочення і 4 після остаточного спікання – разом 35 зразків). Зразки після механічного оброблення мали правильну геометричну форму (циліндр діаметром 10 мм і висотою 4 мм), тому густину визначали точним вимірюванням їх діаметра, висоти та маси; точність визначення густини становила 0,3%. Для

зразків, що не підлягали механічному обробленню через низьку міцність (після складання і холодного пресування), точність вимірювання густини становила 3%.

Фазовий склад композитів визначали рентгеноструктурним аналізом на рентгенівському дифрактометрі «ДРОН-3» у Cu K_α- випромінюванні.

Результати дослідження та їх обговорення

Результати дослідження фазового складу та густини експериментальних зразків подано в табл. 4. Наведено середні значення густини за двома зразками на етапах складання, холодного пресування та просочення і за 10 зразками, одержаними після остаточного двостадійного спікання.

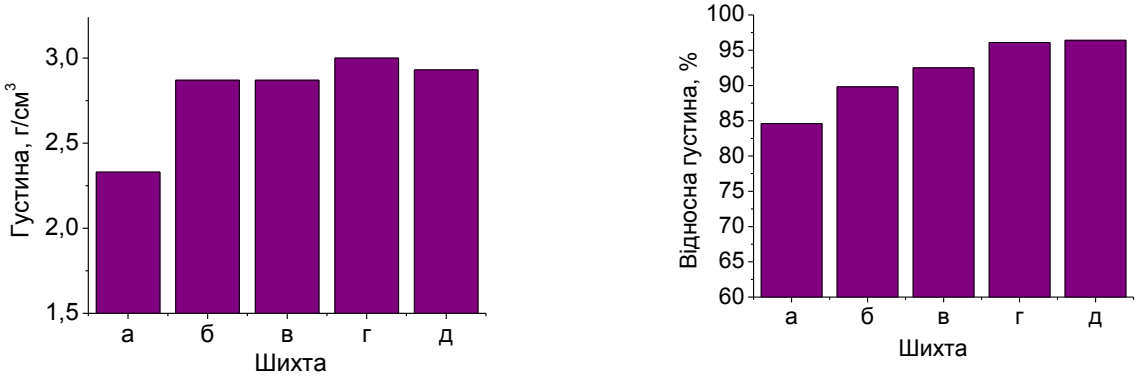
Таблиця 4. **Густина та фазовий склад дослідних зразків**

Параметр	Значення для зразка шихти				
	а	**б**	**в**	**г**	**д**
Після зборки (набивання)					
ρ, г/см^3	**1,92**	**2,14**	**2,39**	**2,34**	**1,98**
ρ, %	55±3	63±3	70±3	69±3	58±3
Після холодного пресування (4,2 ГПа; 300 К)					
ρ, г/см^3	**2,33**	**2,87**	**2,87**	**3,00**	**2,93**
ρ, %	70,9±4	87±4	84±4	88±4	86±4
Фазовий склад, мас. %	84 cBN 10 Al 6 hBN	85 cBN 10 Al 5 hBN	90 cBN 10 Al	90 cBN 10 Al	90 cBN 10 Al
Після просочення (2,5 ГПа; 1100 К, 30 с)					
ρ, г/см^3	**2,87**	**3,05**	**3,14**	**3,26**	**3,27**
ρ, %	84,6±0,7	89,8±0,7	92,5±0,7	96,1±0,7	96,4±0,7
Фазовий склад, мас. %	90 cBN 10 Al	90 cBN 10 Al	90 cBN 10 Al	90 cBN 10 Al	90 cBN 10 Al
Після спікання (4,2 ГПа; 1750 К, 4 хв)					
ρ, г/см^3	**3,315**	**3,337**	**3,349**	**3,356**	**3,353**
ρ, %	97,5	98,1	98,5	99,6	99,5
Фазовий склад, мас. %	90 cBN 10AlN	90 cBN 10AlN	87 cBN 13AlN	78 cBN 10AlN 1 AlB_2 1Al	86,7cBN 10AlN 3 AlB_2 0,3 Al

Після *зборки* найвищу густину – 2,34 г/см^3 (69%) – мали зразки з шихти *г,* найнижчу – 1,92 г/см^3 (55%) – зразки з шихти *а*. Слід зазначити незначну відмінність в густині для дослідів, в яких використовували монофракції порошків cBN (зразки з шихти *а* і *д*), для варіантів шихти, де використовували суміш фракцій cBN (КМ 3/2 і КМ 60/40, зразки з шихти *б, в* і *г*), щільність упаковки частинок порошку після засипання і утрясання значно вища. Фазовий склад вихідної шихти скрізь однаковий – 90% за масою cBN і 10% за масою алюмінію.

Після оброблення *холодним пресуванням* (p = 4,2 ГПа, T = 300К) найвищу густину (3,00 г/см^3, 88%) мали зразки з шихти *г* і (2,93 г/см^3, 86%) *д*, найнижчу – (2,33 г/см^3, 70,9%) зразки з шихти *а* (рис. 3). Висока густина зразків з шихти *д* зумовлювалась значним подрібненням зерен порошку cBN (КМ 60/40) при холодному пресуванні: дрібні порошки cBN (КМ 3/2) за таких умов практично не подрібнювались [10]. Висока густина зразків з шихти з використанням суміші порошків cBN крупної і дрібної фракцій зумовлювалась

потраплянням дрібних зерен до пор між великими частинками. Модель такого ущільнення показано в [11], причому така ситуація характерна як для етапу насипання-утрясання, так і холодного пресування.



а *б*

Рис. 3 – Густина зразків, отриманих з шихти а–г: а) – після холодного пресування (p = 4,2 ГПа, T = 300 К); б) – після просочення (p = 2,5 ГПа; T = 1100 К; t = 30 с)

Згідно з даними рентгеноструктурного аналізу після холодного пресування хімічної взаємодії між BN та Al не відбувається, проте виявлено вміст графітоподібного BN в кількості 6 і 5 % у зразках шихти *а* і *б* відповідно (див. табл. 4). Зразки з шихти *в, г, д* двофазні (cBN + Al).

Експериментально [12] встановлено можливість фазового перетворення cBN → hBN у субмікронних і нанорозмірних порошках cBN за кімнатної температури під тиском 1,6–7,7 ГПа, тобто в області термодинамічної стабільності сфалеритної модифікації нітриду бору. Таке перетворення відбувається внаслідок взаємопов'язаного механізму інтенсифікації генерації дислокацій з фазовим перетворенням у субмікронній фракції порошку, за високого тиску. Цьому сприяє і наявність зсувної компоненти напруження на контактах зерен cBN внаслідок неізостатичності холодного пресування в АВТ [12]. Стимулює фазовий перехід cBN → hBN наявність адсорбованих і хемосорбованих атомів кисню на поверхні порошків cBN. Крім того, атоми кисню можуть утворювати тверді розчини у кристалічній гратці cBN шляхом гетеровалентного заміщення атомів азоту [13]. Утворення розчинів заміщення азоту киснем зумовлює зміщення лінії рівноваги на *p,T*-діаграмі в бік нижчих температури, що призводить до дестабілізації сфалеритної фази [14].

Після *просочення* (p = 2,5 ГПа; T = 1100 К; t = 30с) найвищу густину – 3,27 г/см^3 (96,4%) – мають зразки шихти *г* і *д*, найнижчу – 2,87 г/см^3 (84,6%) – зразки шихти *а* (див. рис. 3, б). Високу густину зразків шихти *г, д* спричиняє вища густина на попередніх етапах одержання композитів, а саме при зборці та холодному пресуванні. Усі зразки двофазні (cBN + Al), фазовий склад композитів відповідає складу вихідної суміші (див. табл. 4).

На завершальному етапі спікання (p = 4,2 ГПа; T = 1750 К; t = 4 хв) завершують формуватись структура і фазовий склад PCBN композиту. На рис. 4 показано густину для відповідних зразків шихти: *а* – 3,32 г/см^3 (97,5%); *б* – 3,34 г/см^3 (98,1%); *в* – 3,35 г/см^3 (98,5%); *г* – 3,36 г/см^3 (99,6%); *д* – 3,35 г/см^3 (99,5%). Наведені в дужках значення відносної густини характерні для випадку, коли хімічна взаємодія компонентів шихти відбувається за реакцією:

$$\mathrm{Al} + \frac{2}{3}\mathrm{cBN} \rightarrow \frac{2}{3}\mathrm{AlN} + \frac{1}{3}\mathrm{AlB_2} \qquad (1)$$

У цьому разі фазовий склад композиту такий: 84% cBN, 10 % AlN, 6% AlB_2, густина безпористого композиту 3,40 г/см^3.

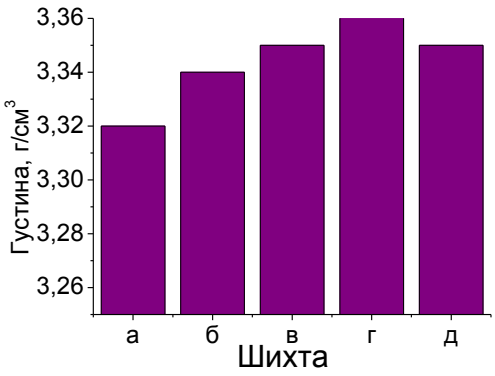


Рис. 4. Густина зразків, отриманих після остаточного спікання (дві стадії: просочення при p = 2,5 ГПа, T = 1100 К, t = 30 с; спікання при p = 4,2 ГПа, T = 1750 К, t = 4 хв)

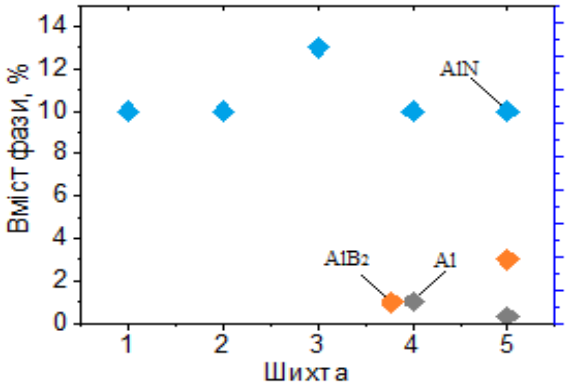


Рис. 5. Фазовий склад зразків, отриманих після повного спікання (дві стадії, просочення при p *= 2,5 ГПа,* T *= 1100 К,* t *= 30 с; спікання при* p *= 4,2 ГПа,* T *= 1750 К,* t *= 4 хв)*

Густину зразків після остаточного *спікання* наведені в табл. 4 і показано на рис. 4, за фазовим складом – відповідно в табл. 4 і на рис. 5. Як випливає, фаза AlB_2 ідентифікована тільки у зразках шихти *г* і *д*: відповідно1 і 3 мас.%. За даними XRD, зразки шихти *а*, *б* і *в* двофазні, складаються з cBN та AlN. Найімовірніше це зумовлюється вмістом у композиті боридних фаз, які через низький атомний фактор і фактор повторюваності не фіксуються на рентгенограмах. Серед таких αAlB_{12}, βAlB_{12}, γAlB_{12}, AlB_{10}, B_6N, B_6O, можливо, модифікації Al_2O_3.

Найбільш ймовірні реакції, які могли відбуватися в шихті наведені нижче:

$$Al + \frac{6}{5}cBN \rightarrow AlN + \frac{1}{5}B_6N \quad (2)$$

$$Al + \frac{12}{13}cBN \rightarrow \frac{12}{13}AlN + \frac{1}{13}AlB_{12} \quad (3)$$

$$Al + 1{,}19\,cB_{0,93}N_{0,86}O_{0,14} \rightarrow AlN + 0{,}12\,B_6O + 0{,}07\,B_6N \quad (4)$$

$$Al + 1{,}11\,cB_{0,93}N_{0,86}O_{0,14} \rightarrow 0{,}95\,AlN + 0{,}05\,AlB_2 + 0{,}15\,B_6O \quad (5)$$

$$Al + 1{,}15\,cB_{0,93}N_{0,86}O_{0,14} \rightarrow 0{,}99\,AlN + 0{,}16\,B_6O + 0{,}01\,AlB_{12} \quad (6)$$

Слід зауважити, що при спіканні одночасно може відбуватись хімічна взаємодія за кількома реакціями. Це особливо показово для зразків шихти *г* і *д*, де поряд із взаємодією за реакцією (1) повинна відбуватись реакційна взаємодія за однією з реакцій (2) – (6), тому що дибориду алюмінію в композиті виявлено значно менше (1 і 3 %), ніж повинно бути (6% за реакцією (1)).

Розраховані значення густини композитів для випадків, коли хімічна взаємодія у компонентів шихти відбувається тільки за однією реакцією (1) – (6), а безпористого композиту та вільного алюмінію не міститься, наведено в табл. 5. Випливає з даних, поява в складі композитів боридів низької густини (AlB_{12}, AlB_{10}, B_6N, B_6O) призводить до зниження його розрахункової (теоретичної) густини.

Таблиця 5. **Значення теоретичної густини без пористого композиту залежно від виду хімічної взаємодії при реакційному спіканні**

Номер реакції	1	2	3	4	5	6
Теоретична густина ρ, г/см^3	3,40	3,37	3,38	3,35	3,35	3,35

Отже, експериментальне значення густини композитів становило 3,32 –3,36 г/см^3 (див. табл. 4), розраховане за балансом маси реакцій (1) – (6) – 3,35 – 3,40 г/см^3. Менше експериментальне значення густини порівняно з розрахованим може зумовлюватись дефектністю фаз – складових композиту, серед яких найзначущіші є тверді розчини на базі боридних і нітридних фаз, утворені шляхом гетеровалентного заміщення з вакансіями в одній з підграток кристалічної сполуки.

Висновки

1. При одержанні PCBN матеріалів у системі cBN – Al використання в шихті суміші порошків cBN крупної (КМ 60/40) і дрібної (КМ 3/2) фракцій є дієвим засобом управління їх фазовим складом і густиною.

2. Збільшення вмісту крупної фракції cBN у шихті сприяє підвищенню густини на всіх етапах одержання композиту, а саме зборки, холодного пресування, просочення під тиском, остаточного спікання.

3. Після холодного пресування в АВТ при p = 4,2 ГПа і T = 300 К у зразках із вмістом дрібнозернистої фракції cBN (КМ 3/2) понад 70% міститься до 6% графітоподібного BN. Це може спричинюватись значними зсувними напруженнями на контактах зерен cBN, а також вмістом адсорбованого та хемосорбованого кисню на поверхні зерен cBN і розчину кисню у кристалічній гратці cBN у поверхневому шарі зерна.

4. Найвищою 3,36 г/см^3 була густина композитів, у шихті яких співвідношення дрібної і крупної фракцій становило 2:7, найнижчою (3,32 г/см^3) – композитів, у шихті яких містилася тільки дрібна фракція (КМ 3/2).

5. В композитах з часткою дрібної фракції в шихті 50% і більше рентгеноструктурним аналізом ідентифікували тільки дві фази – cBN та AlN, при вмісті в шихті крупної фракції понад 50% фіксували ще фазу AlB_2. Такі результати дають підстави вважати, що під час реакційного спікання утворюється в малій кількості одночасно кілька боридних фаз, серед яких можуть бути αAlB_{12}, βAlB_{12}, γAlB_{12}, AlB_{10}, B_6N, B_6O, але чутливості рентгеноструктурного аналізу недостатньо для їх ідентифікації.

Исследовано влияние зернового состава на плотность и фазовый состав сверхтвердых PCBN композитов системы cBN – Al. Установлено, что увеличение крупной фракции cBN в шихте способствует увеличению плотности композита, наивышая плотность при содержании 70% крупной фракции. Фазовый состав композита изменяется с увеличением крупной фракции в шихте, фаза диборида алюминия фиксируется только при содержании крупной фракции 70% и более.

Ключевые слова: *нитрид бора, давление, температура, спекание, уплотнение, структура, плотность, шихта, фазовый состав.*

The effect of density on grain composition and phase structure of superhard PCBN composites cBN – Al has been investigated. Its was established that increasing of large fraction

cBN in the mixture increases density of the composite and the highest density at the content of large fraction 70%. The phase composition of the composite varies with increasing of the content of large fraction in the mixture, aluminum diboride phase is fixed only when the content of large fraction is 70% or more.

Key words: *boronnitride, pressure, temperature, sintering, compaction, structure, density, charge, phasecomposition.*

Література

1. Инструменты из сверхтвердых материалов / под ред. Н.В. Новикова. – М.: Машиностроение, 2005. – 556 с.
2. Pat. 2048927 GB IC3 C 09 K 3/14 B22 F3/00.Abrasive Compacts / W.I. Wilson. – Publ. Dec. 17, 1980.
3. Amborite – the first fifteen years // Ind. Diam. Rev. – 1995. – Vol.55.– N. 567 (4/95). – P. 151 – 153.
4. New developments for Amborite PCBN // Ind. Diam. Rev. – 1999. – Vol.59. – N. 580 (1/99). – P. 20 – 21.
5. Беженар М.П. Фізико-хімічна взаємодія при спіканні кубічного нітриду бору з алюмінієм в умовах високого тиску // Сверхтвердые матер. – 1999. – № 2. – С. 4 – 11.
6. Синтез, спекание и свойства кубического нитрида бора / А.А. Шульженко, С.А. Божко, А.Н. Соколов и др. – К.: Наук. думка, 1993. – 256 с.
7. Киборит: получение, структура, свойства, применение / Н.В. Новиков, А.А. Шульженко, Н.П. Беженар и др. // Сверхтвердые матер. – 2001. - № 2. – С. 40 – 51.
8. Исследование особенностей формирования структуры поликристаллов кубического нитрида бора при сверхвысоких давлениях и разработка новых материалов / Н.П. Беженар, Т.А. Гарбуз, С.М. Коновал //Актуал. Пробл. физики твердого тела: сб. докл. Междунар. науч. конф. (Минск, 15 – 18 окт. 2013). – 2013. – Т. 3. С. 215 – 216.
9. Холодное прессование порошков кубического нитрида бора при высоких давлениях / О.Н. Андреев, Н.П. Беженарь // Сверхтвердые матер. – 1991. – № 1. – С. 6 – 11.
10. Технология изготовления и контроль качества алмазных порошков / Ю.И. Никитин. – К.: Наук. думка, 1984. – 264 с.
11. Прессование и спекание / В.Д. Джонс. – М:Мир, 1965. – 403 с.
12. Фазовое превращение cBN – hBN под высоким давлением при комнатной температуре в порошках кубического нитрида бора, содержащих фракции нанодиапозона/ Н.П. Беженар, С.А. Божко, А.А. Шульженко и др. // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и пременения: сб. науч. тр. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2006. – С. 197 – 203.
13. Структурні вакансії в кристалічній гратцісфалеритного нітриду бору / О.О. Шульженко, М.П. Беженар, О.М. Соколов, С.А. Божко. // Доп. НАН України – 2000. – № 7. – С. 108 – 114.
14. The parameters of equilibrium between oxygen solid solution in cubic and graphite-like hexagonal boron nitride /*Turkevich V.Z.*// Diamond and Relat. Mater. – 1999. – V. 8. – P. 2032 – 2035.

Надійшла 25.06.14

УДК 004.942:62-978

А. А. Лещук, д-р техн. наук; **В. В. Лысаковский, М. А. Серга**, кандидаты технических наук; **С. А. Гордеев, Т. А. Псярнецкая, В. В. Нагорный, Т. С. Панасюк, В. А. Каленчук, А. В. Бурченя, О. С. Гуцу**

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

МОДЕЛИРОВАНИЕ ТЕМПЕРАТУРНЫХ ПОЛЕЙ ПРИ ИЗМЕНЕНИИ СИСТЕМЫ НАГРЕВА В АВД ТИПА «ТОРОИД»

Проведены расчеты температурных полей в реакционной ячейке АВД типа «тороид» ТС-40, в результате которых определена конфигурация и оптимизированы размеры графитовых нагревателей реакционных ячеек, обеспечивающих необходимое распределение температуры в ростовом объеме при выращивании кристаллов алмаза методом температурного градиента.

***Ключевые слова**: алмаз, высокое давление, поле температуры, аппарат высокого давления, компьютерное моделирование.*

В настоящее время выращивание монокристаллов алмаза в области термодинамической стабильности методом температурного градиента является основным методом получения крупных кристаллов технического назначения, предназначенных для использования в электронике, лазерной технике, прецизионной обработке материалов.

Определение температурных полей в аппарате высокого давления (АВД) при синтезе сверхтвердых материалов методами экспериментальной термометрии является достаточно трудоемким. Применение методов компьютерного моделирования дает возможность получать достаточно полную картину распределения температуры в объеме в зависимости от применяемой конструкции резистивной системы нагрева. Целесообразность такого подхода для определения распределения температуры в ячейке высокого давления неоднократно доказана при решении широкого класса задач повышения эффективности процессов создания новых сверхтвердых материалов и изделий на их основе [1, 2].

Целью настоящей работы было компьютерное моделирование тепловых полей при изменении конструкции резистивной системы нагрева ростовых ячеек для аппарата высокого давления (АВД) типа «тороид» ТС-40. На основе полученных расчетных данных выполняли оптимизацию формы и размеров нагревательной резистивной системы и зависящих от нее конфигурации температурного поля и значений градиентов температуры в ростовом объеме с последующим применением рассчитанных схем нагрева для проведения экспериментов по выращиванию алмазов типа IIа.

Схема ростовой ячейки с контейнером, использованной для расчетов и экспериментов, показана на рис. 1. Резистивная система ячейки представляет собой электрическую цепь проводников и резисторов (*6–8, 10*), при этом основными элементами для нагрева ячейки и определения конфигурации температурного поля и значений градиентов температуры являются торцевые нагреватели *6* и цилиндрический резистор *10*.

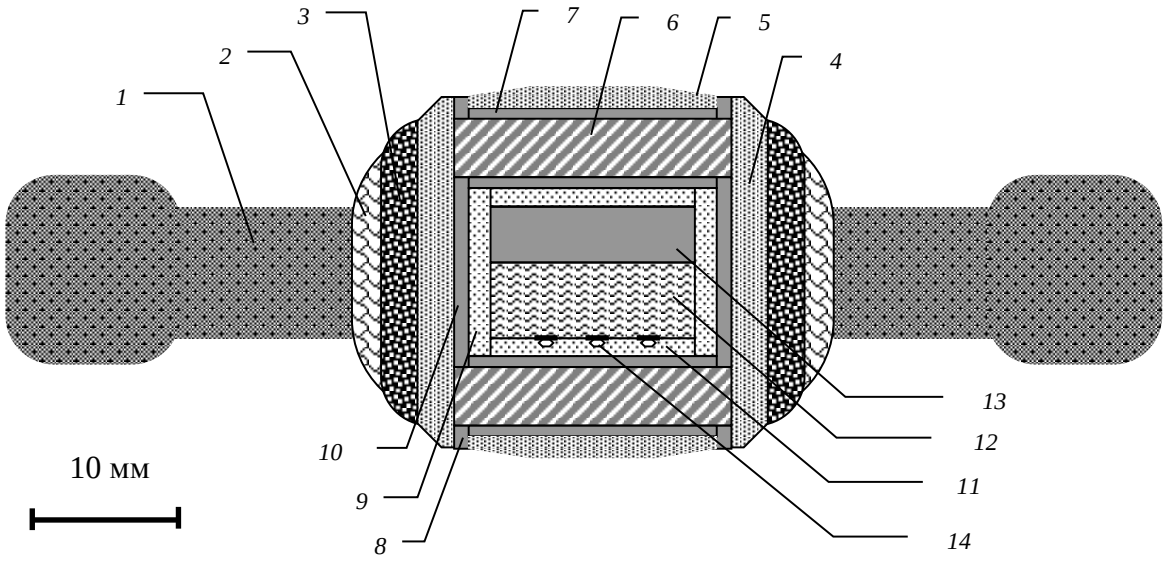


Рис. 1. Ячейка высокого давления АВД типа «тороид» ТС-40: 1 – тороидальное кольцо (литографский камень); 2 – внешняя втулка (литографский камень); 3 – внешняя теплоизоляционная втулка (пирофиллит); 4 – внутренняя теплоизоляционная втулка (хлорид цезия); 5 – теплоизоляционный диск (хлорид цезия); 6 – нагревательный элемент (смесь диоксида циркония и графита); 7 – токопроводящий диск (графит); 8 – токовводы (графит); 9 – изоляционная втулка (хлорид цезия); 10 – трубчатый нагревательный элемент (графит); 11 – изоляционные диски (хлорид цезия); 12 – металл-растворитель; 13 – источник углерода (графит); 14 – система ориентированных затравок с барьерным слоем

Ранее экспериментально было установлено, что в ростовом объеме используемых ячеек высокого давления необходимо создавать значения перепада температуры ~ 50 ºС, обеспечивающих величины градиентов температуры 4–18 °С/мм. При изготовлении торцевых нагревателей *6* из мелкодисперсных композиционных материалов с различным содержанием электропроводной и электроизоляционной компонент [3] эти требования достаточно легко выполнить, задавая соотношение их концентрации в пределах 6–12 и 88–94 об. % (для нижнего и верхнего нагревателей соответственно). Однако стабильность работы торцевых нагревателей оказывается недостаточно высокой по причине сложности воспроизведения их структуры за счет отклонения от однородности состава при смешивании и прессовании мелкодисперсных частиц (15–30 мкм), особенно для материалов с сильно различающимися значениями плотности.

С целью улучшения стабильности создания температуры и замены дисперсно-композиционных материалов торцевых нагревателей *6* были использованы кольцевые нагреватели из графита, конфигурация которых, определялась наружным, внутренним диаметрами и высотой – *D*, *d* и *h* (рис. 2). Варьируя значениями *D*, *d* и *h*, возможно задавать различные распределения тепловыделения в объеме при пропускании переменного электрического тока через ячейку и таким образом получать необходимые температурное поле и величины осевых и радиальных градиентов температуры.

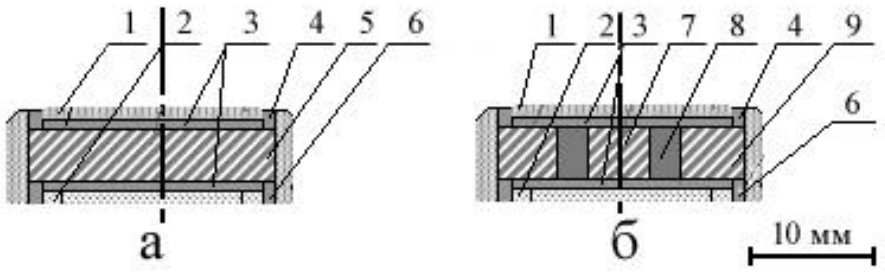


Рис. 2. Схема замены дисперсно-композиционных нагревательных элементов (а) на кольцевые графитовые нагреватели (б): 1 – теплоизоляционный диск; 2 – изоляционные диски; 3 – токопроводящий графитовый диск; 4 – токоввод; 5 – нагревательный элемент из дисперсно-композиционного материала (смесь диоксида циркония и графита); 6 – трубчатый нагревательный элемент; 7 – теплоизоляционный диск; 8 – кольцевой нагревательный элемент; 9 – теплоизоляционное кольцо

Путем компьютерного моделирования температурных полей в ростовой ячейке были определены конфигурация и размеры кольцевых графитовых нагревателей, обеспечивающих необходимое распределение температуры при выращивании монокристаллов алмаза на затравке. Поля температуры в АВД моделировали с помощью методики конечно-элементного решения связанной задачи электро- и теплопроводности [1, 2]. Математическая формулировка такой задачи приведена в [4]. Постановка задачи электро- и теплопроводности для конкретной конструкции АВД типа «тороид» ТС-40 включала в себя конечно-элементную дискретизацию аппарата, формулирование условий электроподвода к АВД, формулирование условий теплообмена аппарата с окружающей средой и системой охлаждения, задание температурных зависимостей коэффициентов электро- и теплопроводности используемых материалов.

Учитывая осевую симметрию АВД и граничных условий на его поверхности, при расчетах рассматривали 1/2 часть поперечного сечения аппарата, которая была дискретизирована на 8484 треугольных элемента, соединенных между собой в 4353 узлах. В области реакционной ячейки, где имеют место максимальные градиенты электрического потенциала и температуры, было проведено сгущение конечно-элементной сетки. На эту область приходится около 80 % элементов и узлов.

При решении задачи электро- и теплопроводности задавали следующие граничные условия:

– на поверхностях верхней и нижней подкладных плит: значения электрического потенциала подбирали таким образом, чтобы расчетная температура в характеристической точке ростового объема (центр нижней поверхности сплава-растворителя) составляла ~ 1400 ^{o}C; значение температуры – 40 ^{o}C;

– на участках внешней поверхности аппарата, охлаждаемых воздухом: нулевое значение плотности тока, что соответствует условию электроизоляции; конвективный теплообмен с воздухом – коэффициент теплоотдачи α = 50 Вт/(м^2·°C), температура окружающей среды Θ = 30 °C;

– на участках внешней поверхности аппарата, охлаждаемых водой: нулевое значение плотности тока; конвективный теплообмен с водой – α = 7600 Вт/(м^2·°C), Θ = 20 °C.

Для расчетов использовали электро- и теплофизические свойства материалов, приведенные в [5].

Рассчитаны различные схемы нагрева ростового объема с применением кольцевых нагревателей (см. рис. 2, б) при одновременном варьировании геометрических размеров элементов реакционной ячейки (рис. 3–5).

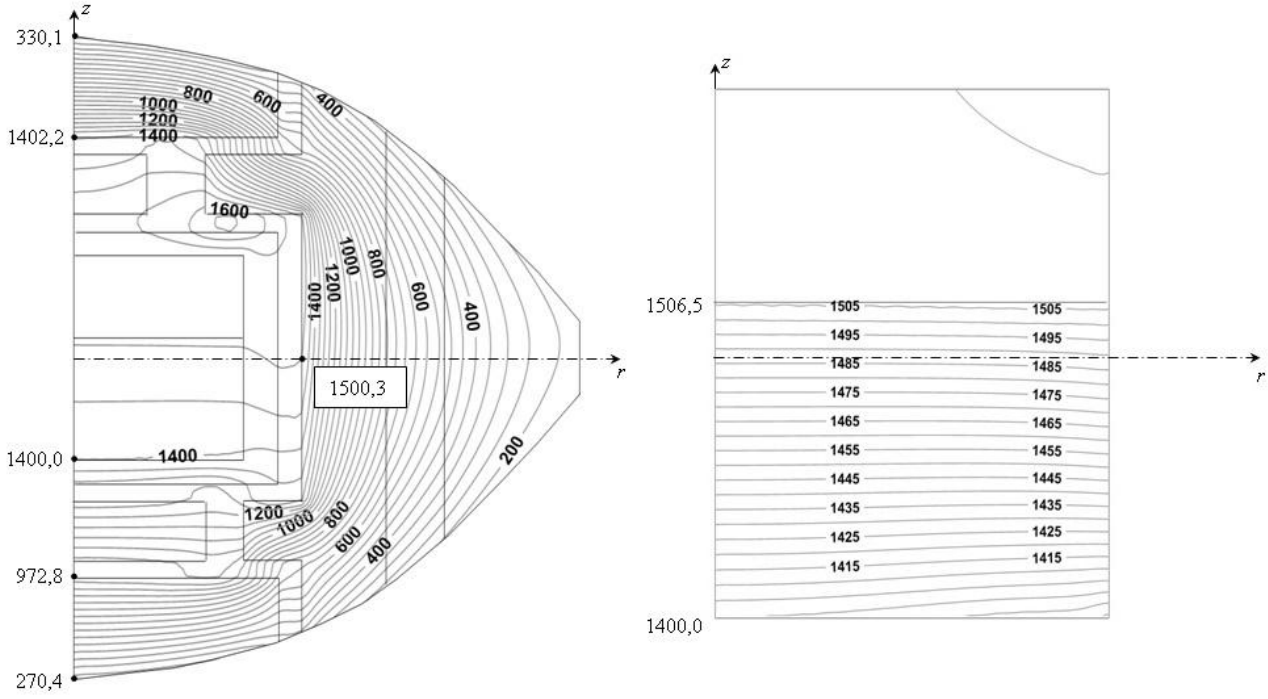


Рис. 3. Распределение температуры в реакционной ячейке АВД типа «тороид» ТС-40 с кольцевыми графитовыми нагревательными элементами для площади сечения верхнего кольцевого нагревательного элемента 0,6 см^2, D=10,5 мм, d=5,5 мм

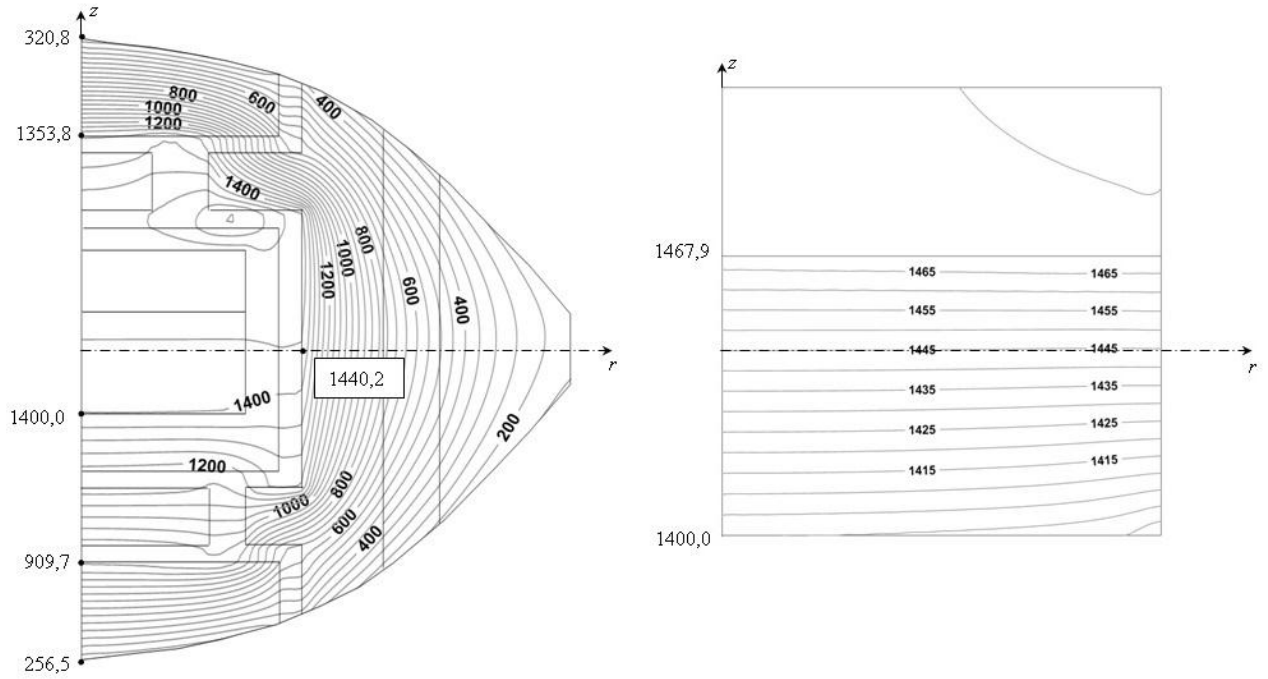


Рис. 4. То же, что на рис. 3 для площади сечения верхнего кольцевого нагревательного элемента 0,7 см^2, D=11,0 мм, d=5,5 мм

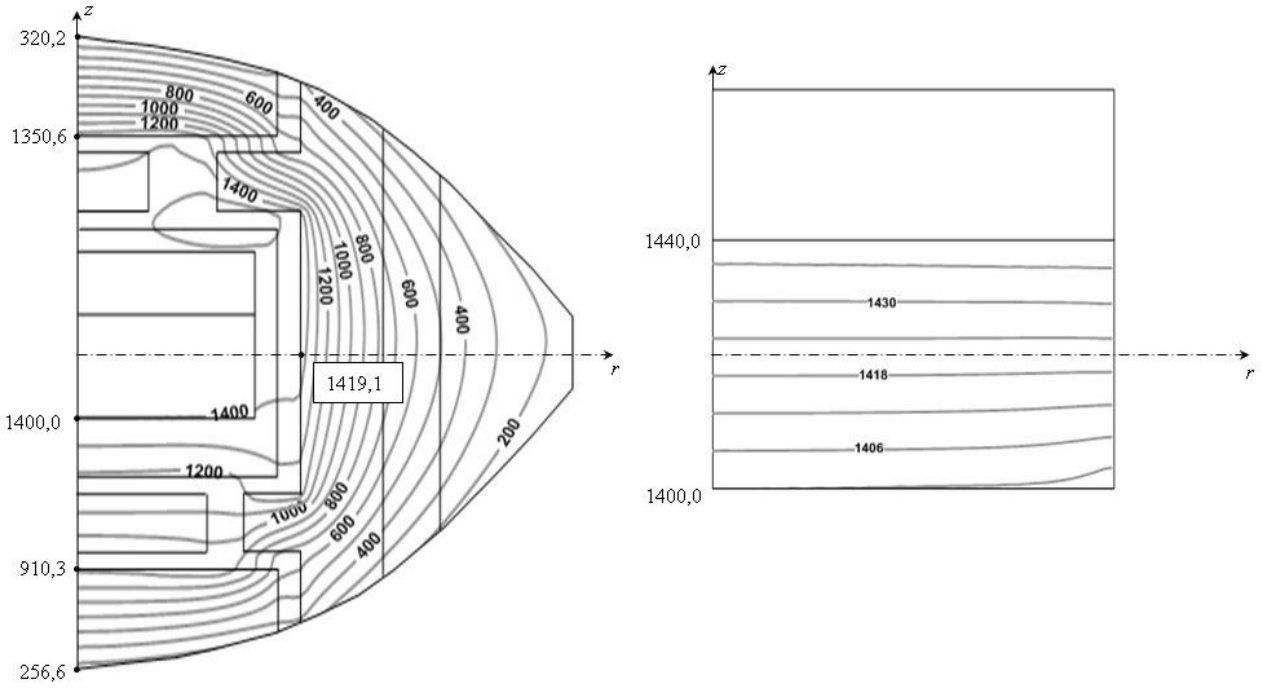


Рис. 5. То же, что на рис. 3 для площади сечения верхнего кольцевого нагревательного элемента 0,8 см^2, D=11,5 мм, d=5,0 мм

Расчеты показали, что изменение линейных размеров кольцевых нагревателей приводит к существенным изменениям тепловых полей в реакционном объеме. Так, если площадь сечения верхнего кольцевого нагревательного элемента составляет менее чем 0,6 см2, D=10,5 мм, d=5,5 мм (см. рис. 3), значение перепада температуры достигает 100 °С и более.

Для случая, когда площадь сечения верхнего кольцевого нагревательного элемента превышает значение 0,8 см^2, *D*=11,5 мм, *d*=5,0 мм (см. рис. 5), перепад температуры в реакционном объеме составляет 40 °С. Хороший эффект, заключающийся в параллельности изотермических поверхностей к плоскости расположения затравок, однородности осевого градиента практически по всей высоте растворителя и близком к нулю его значению, достигается при использовании резистивной системы, площадь сечения верхнего кольцевого нагревательного элемента которой составляет 0,7 см^2, *D*=11,0 мм, *d*=5,5 мм (см. рис. 4). Как видно из результатов расчетов, такие соотношения площади сечения и диаметров верхнего и нижнего нагревательных элементов позволяет создать в реакционном объеме перепад температур порядка 68 °С, что является близким к требуемому значению, обеспечивающемуся ранее используемыми композиционными нагревательными элементами (рис. 6).

Сравнение результатов моделирования тепловых полей для ростовых ячеек с кольцевыми нагревателями (см. рис. 3–5) с данными для резистивных элементов из дисперсно-композиционных материалов (см. рис. 6) показывает, что нагрев ячейки с помощью кольцевых нагревателей позволяет достаточно легко обеспечить, с конструктивной точки зрения, требуемые условии для выращивания алмазов на затравке методом Стронга-Венторфа [6, 7].

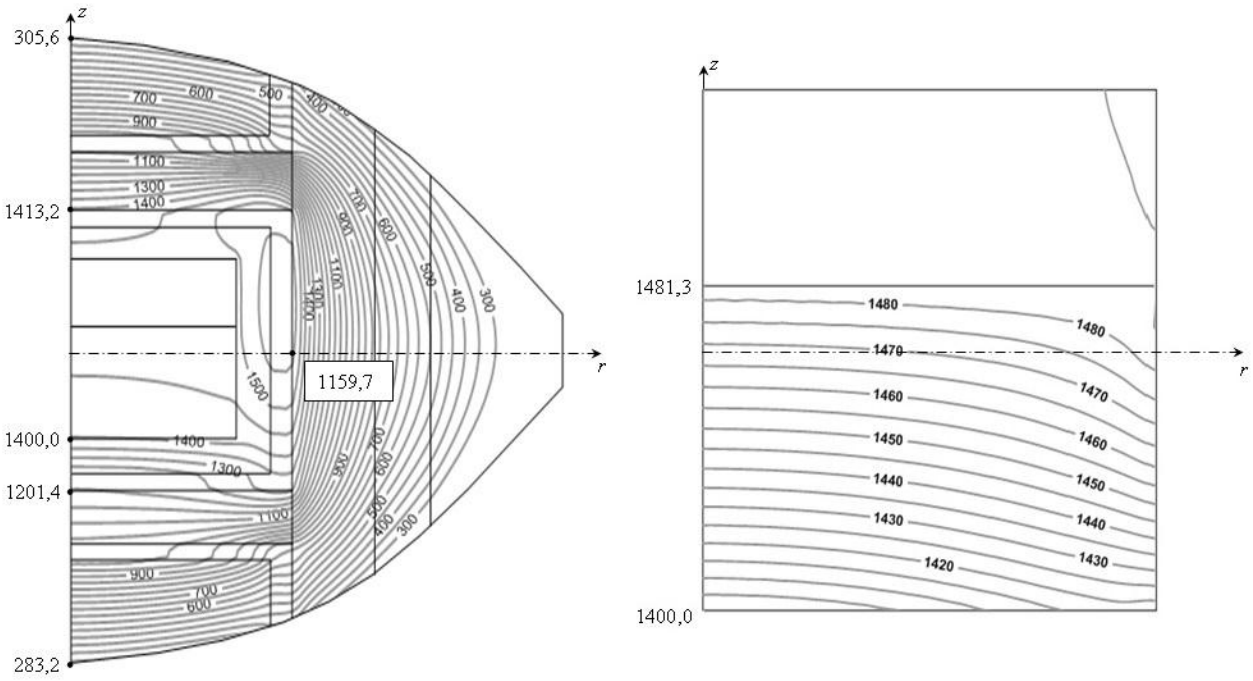


Рис. 6. Распределение температуры в реакционной ячейке АВД типа «тороид» ТС-40 с композитным нагревательным элементом для сборки ячейки высокого давления, представленной на рис. 1

Практические испытания разработанных кольцевых резистивных элементов различной конфигурации для реакционных ячеек показали значительное улучшение качества выращиваемых кристаллов, а также стабильность и повторяемость результатов. Для выращивания монокристаллов алмаза в области термодинамической стабильности алмаза были использованы сплав-растворитель Fe–Al и источник углерода на основе графита с минимальным содержанием азота. Процесс выращивания монокристаллов проводили при давлении 6±0,2 ГПа в температурном диапазоне (1400–1450)±5 ºС. Сплавы-растворители заданного состава были получены методом вакуумно-индукционной плавки компонентов с последующим формированием слитков разливом в чугунные изложницы необходимого диаметра; из полученных слитков вырезали образцы сплавов диаметром 15 мм. Затравочная система состояла из 1–3 алмазных затравок. В качестве затравок применялись монокристаллы алмаза размером 0,4–0,5 мм, полученные путем спонтанной кристаллизации, которые ориентировали к сплаву-растворителю гранью куба с изоляцией от него барьерным слоем платины толщиной порядка 0,02 мм. Длительность циклов выращивания составляла 100–150 часов. После цикла выращивания монокристаллы извлекались из затвердевшего расплава путем раскалывания или, при необходимости, химического травления в неорганических кислотах H_2SO_4–HCl–HNO_3.

На рис. 7 представлены результаты четырех последовательно проведенных экспериментов. Все выращенные кристаллы имеют высокое структурное совершенство и кубоктаэдрический габитус (соотношение площадного развития граней куба и октаэдра 50/50); некоторые кристаллы имеют включения металла-растворителя размером 0,2–0,5 мм в периферической области.

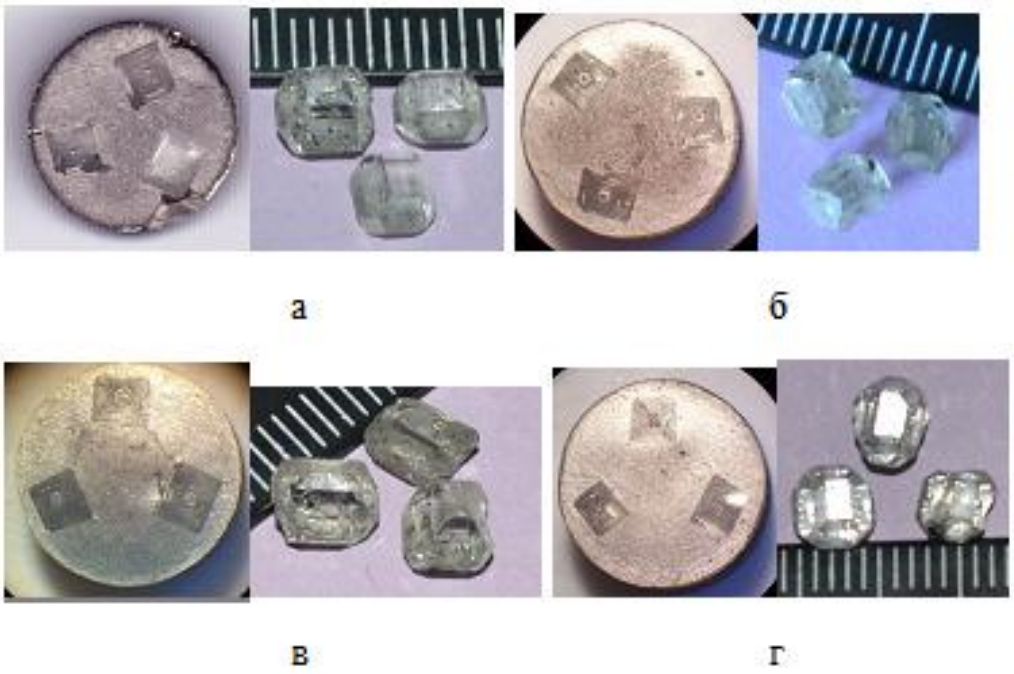


Рис. 7. Монокристаллы алмаза, выращенные при использовании резистивной системы нагрева с кольцевыми нагревательными элементами: а) – алмазы массой 0,8, 0,86 и 1,1 карата в сплаве-растворителе и после их извлечения (продолжительность цикла выращивания 110 часов); б) – 0,75, 0,79 и 0,82 карата (105 часов); в) – 1,1, 1,21 и 1,28 карата (150 часов); г) – 0,69, 0,78 и 0,88 карата (100 часов)

Проведенные исследования позволяют сделать следующие выводы:

– применение кольцевых графитовых нагревателей в схеме нагрева ячеек высокого давления для выращивания алмаза на затравках методом температурного градиента позволяет получить в ростовом объеме необходимое распределение температуры;

– изменение линейных размеров кольцевых нагревателей приводит к изменениям значений градиентов температуры в широких пределах без конструктивного изменения состава резистивной цепи нагрева; в том случае, когда площадь сечения верхнего кольцевого нагревательного элемента последовательно увеличивать с 0,6 до 0,8 см2, значение перепада температуры в реакционном объеме уменьшается от 100 до 40 °С;

– применение кольцевых резистивных элементов различной конфигурации для ростовых ячеек позволяет значительно улучшить качественные показатели выращиваемых кристаллов, стабильность и повторяемость результатов.

Проведені розрахунки температурних полів у реакційній комірці АВТ типу «тороїд» ТС-40, в результаті яких визначена конфігурація і оптимізовані розміри графітових нагрівачів реакційних комірок, що забезпечують необхідний розподіл температури в ростовому об'ємі при вирощуванні кристалів алмазу методом температурного градієнту.

***Ключові слова**: алмаз, високий тиск, температурне поле, апарат високого тиску, комп'ютерне моделювання.*

Temperature fields in the reaction cell of TS-40 type high-pressure apparatus have been calculated which have resulted in determination of configuration and optimization of dimensions of reaction cell graphite heaters, providing the required temperature distribution in the growth volume at growing diamond crystals by temperature gradient method.

***Key words**: diamond, high pressure, temperature field, high-pressure apparatus, computer modeling.*

Литература

1. *Lyeshchuk O.* Computational modeling of superhard materials synthesis // Comp. Mater. Sci. – 2010. – **49**, N 1S. – P. 85–94.
2. *Lyeshchuk O. O.*, Polotniak S. B., Novikov M. V. Thermomechanical approach to the modeling of HP–HT material processing // J. Phys.: Conf. Ser. – 2012. – **377**. – 012095.
3. *Патент* на винахід № 200512707, Україна, МПК B01J 3/06, H05B 3/12. Шихта для виготовлення нагрівача комірки високого тиску / В. В. Лисаковський, С. О. Івахненко, І. С. Білоусов, А. І. Марков. – Опубліковано 15.01.2007. – Бюл. № 1.
4. *Панасюк Т. С.*, Лещук А. А., Лысаковский В. В. и др. Компьютерное моделирование условий кристаллизации алмаза в аппаратах высокого давления большого объема // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – Киев: Ин-т сверхтв. материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2013. – Вып. 16. – С. 251–257.
5. *Лещук А. А.* Термомеханика спонтанной кристаллизации алмазов в аппаратах высокого давления: дис. … д-ра техн. наук. – К., 2004. – 324 с.
6. *Strong H. M.*, Wentorf R. H. The growth of large diamond crystals // J. Naturwissenschften. – 1972. – **59**, N 1. – P. 1–7.
7. *Wentorf R. H.* Some studies of diamond growth rates // J. Phys. Chem. – 1971. – **75**, N 12. – P. 1833–1837.

Поступила 12.06.14

УДК 621.762.5, 004.94

С. М. Коновал, канд. техн. наук

Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, м. Київ

ВИВЧЕННЯ ДИНАМІКИ ТЕМПЕРАТУРНОГО ПОЛЯ В РОБОЧОМУ ОБ'ЄМІ АПАРАТІВ ВИСОКОГО ТИСКУ ПРИ ОДЕРЖАННІ НАДТВЕРДИХ КОМПОЗИТІВ СИСТЕМ cBN-Al

Висвітлено результати дослідження нестаціонарного теплового поля в апаратах високого тиску методом комп'ютерного моделювання. Показано, як змінюються теплове поле та напрямки теплових потоків в залежності від часу спікання, зміни електропровідності суміші КНБ з алюмінієм внаслідок просочення та хімічної взаємодії. Описано внесок випромінювання в загальний тепловий потік та можливість зменшення теплових втрат шляхом екранування робочого об'єму.

***Ключові слова:** апарат високого тиску, температурне поле, тепловий потік, кубічний нітрид бору, алюміній, просочення, реакційне спікання, теплопровідність, випромінювання, екранування.*

Вступ

Композиційні матеріали кубічного нітриду бору, які широко відомі основною продукцією – різальними пластинами (PCBN), в усьому світі виробляють з застосуванням техніки і технологій високого тиску. Якість композитів багато в чому визначається рівномірністю

температурного поля в об'ємі виробу. На рівномірність поля впливають багато чинників. Насамперед це геометричні розміри комірки високого тиску (КВТ), системи її нагріву і зовнішнього теплообміну, теплофізичні властивості елементів комірки та апарату високого тиску (АВТ). Забезпечення низькоградієнтного теплового поля в робочому об'ємі КВТ є необхідною передумовою отримання однорідних за структурою і властивостями композитів.

Експериментальне дослідження розподілу температури в реакційній комірці досить трудомістке, тому зазвичай використовують комп'ютерне моделювання теплового поля основане на вирішенні зв'язаної задачі електро- і теплопровідності методом скінченних елементів. Наші попередні розрахунки зводились до отримання картини температурного розподілу після встановлення стаціонарного температурного поля. У багатьох випадках, коли теплова рівновага встановлюється швидко, порівняно із тривалістю спікання, і надалі відбувається невелике (5-10 К/хв.) підвищення температури, це припустимо. Проте, наприклад, при короткотривалому спіканні або використанні КВТ із великим робочим об'ємом, де стаціонарне теплове поле встановлюється за десятки секунд, такий підхід не є обґрунтованим. Також при розв'язанні задачі теплопровідності враховуються лише дві складові – теплопередача і конвекція на границі тверде тіло–повітря і не враховується випромінювання, внесок якого стає значним при високих температурах.

Головна причина, по якій статичний опис теплового поля недоцільно застосовувати полягає в технології одержання надтвердого матеріалу «киборит» та йому подібних [1], яка передбачає реакційне спікання суміші порошків кубічного нітриду бору і алюмінію в два етапи. На першому етапі відбувається просочення шихти розплавом алюмінію і утворення електропровідного каркасу, внаслідок чого електропровідність композиту зростає на 10-11 порядків. Це призводить до часткового зміщення джерел тепловиділення з нагрівника в об'єм композиту і змінює картину температурного поля. На другому етапі відбувається реакційна взаємодія Al з cBN з утворенням неелектропровідних сполук на основі AlN, цей процес більш тривалий і зменшення електропровідності відбувається досить повільно, десятки і сотні секунд. Тому статичний підхід дозволяє отримати надто спрощену і не завжди правильну картину температурного розподілу.

Матеріали і методи досліджень

Для дослідження динаміки теплового поля в реакційному об'ємі та його найважливіших характеристик використовувалась безкоштовна версія програмного забезпечення для моделювання фізичних процесів Elcut 5 [2]. Дана версія володіє тими ж можливостями та методами аналізу, що й професійна версія, але має обмеження на кількість вузлів при побудові сітки скінченних елементів.

Основний функціонал Elcut для вирішення поставленої задачі:

• Можливість задавати залежність електро- і теплопровідності матеріалів від температури;

• Можливість враховувати втрати тепла за рахунок конвекції на границі тверде тіло – повітря, та втрати тепла за рахунок випромінювання;

• Розв'язання нестаціонарної зв'язаної задачі електро- і теплопровідності, що включає в себе виведення в графічному, табличному та у вигляді зображення розподіл в будь-який момент часу:

– густини струму та питомого тепловиділення в об'ємі;
– температурного поля;
– векторів теплового потоку;
– градієнтів температур;
– теплопровідності;

– інтегральних значення теплового потоку крізь вибраний контур та середньої температури поверхні;
– локальних значень температури, температурного градієнту у вибраному напрямку, теплового потоку, теплопровідності.

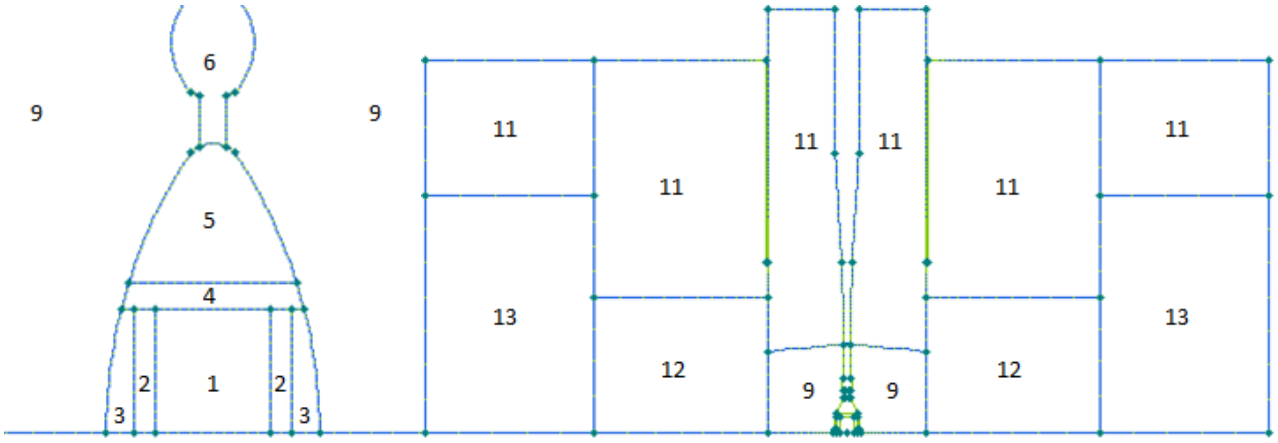
Фізичні властивості елементів конструкції КВТ і АВТ та їх температурні залежності були взяті з довідників [3–7] та електронних ресурсів [8]. Для отримання картини розподілу густини струму та джерел тепловиділення в задачі електропровідності задавалися температурні залежності питомого опору елементів та напругу, яка подавалася на блок-матриці. Електро- і теплофізичні властивості елементів комірки високого тиску додатково корегували з врахуванням даних експериментів по вольт-амперним характеристикам процесу електронагріву і замірам температури в центрі КВТ та на периферії блок-матриць.

Раніше при моделюванні теплових полів програмне забезпечення, яке використовувалось нами, не дозволяло враховувати внесок випромінювання в загальний тепловий потік. Потужність випромінювання на одиницю площі для абсолютно чорного тіла, що описується законом Стефана–Больцмана $F=\sigma T^4$, різко зростає із підвищенням температури. В результаті це призводить до нелінійної залежності температури в робочому об’ємі від потужності нагріву та швидшого встановлення стаціонарного теплового поля в комірці. В попередніх програмах збільшення теплових втрат при високих температурах можна було враховувати методом підгонки температурної залежності теплопровідності елементів КВТ, завищуючи значення при високих температурах таким чином, щоб результати моделювання збігалися з експериментальними.

Температурні поля та графіки залежності температури від часу в центрі комірки та крайніх точках реакційного об’єму отримували на першому етапі до моменту просочення шихти алюмінієм і після того, як просочення завершилось (на другому етапі, відповідно, до моменту реакційної взаємодії і після її завершення). Початок просочення та хімічної взаємодії фіксували експериментально за зміною величини струму. Напругу корегували так, щоб загальна потужність струму не змінювалась. Таким чином, за зміщенням температурних кривих та зміною температурних градієнтів можна судити про перерозподіл джерел тепла в КВТ.

Результати досліджень

Схема зборки КВТ та загальна схема досліджуваних АВТ показана на рис.1. Матеріали і властивості конструктивних елементів наведено в таблиці.



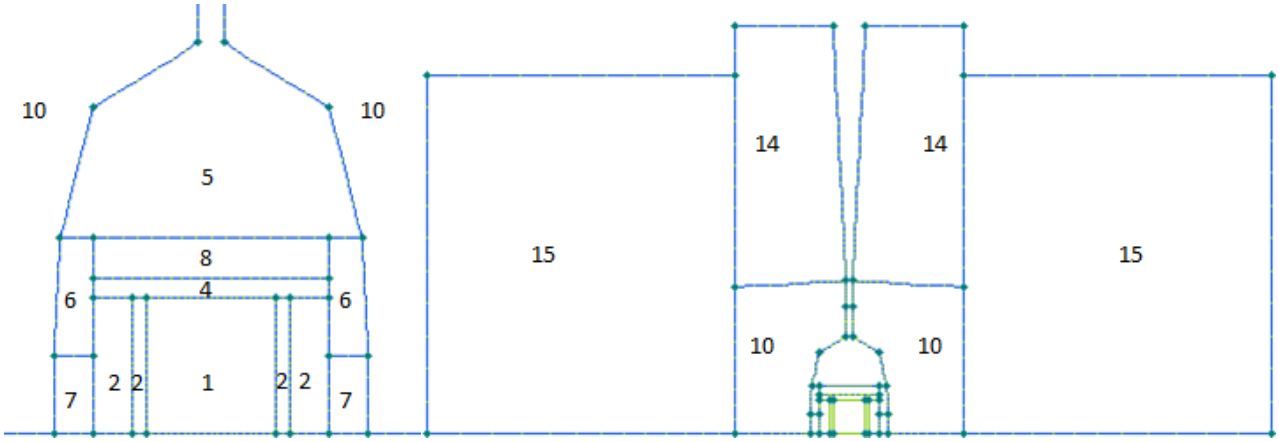


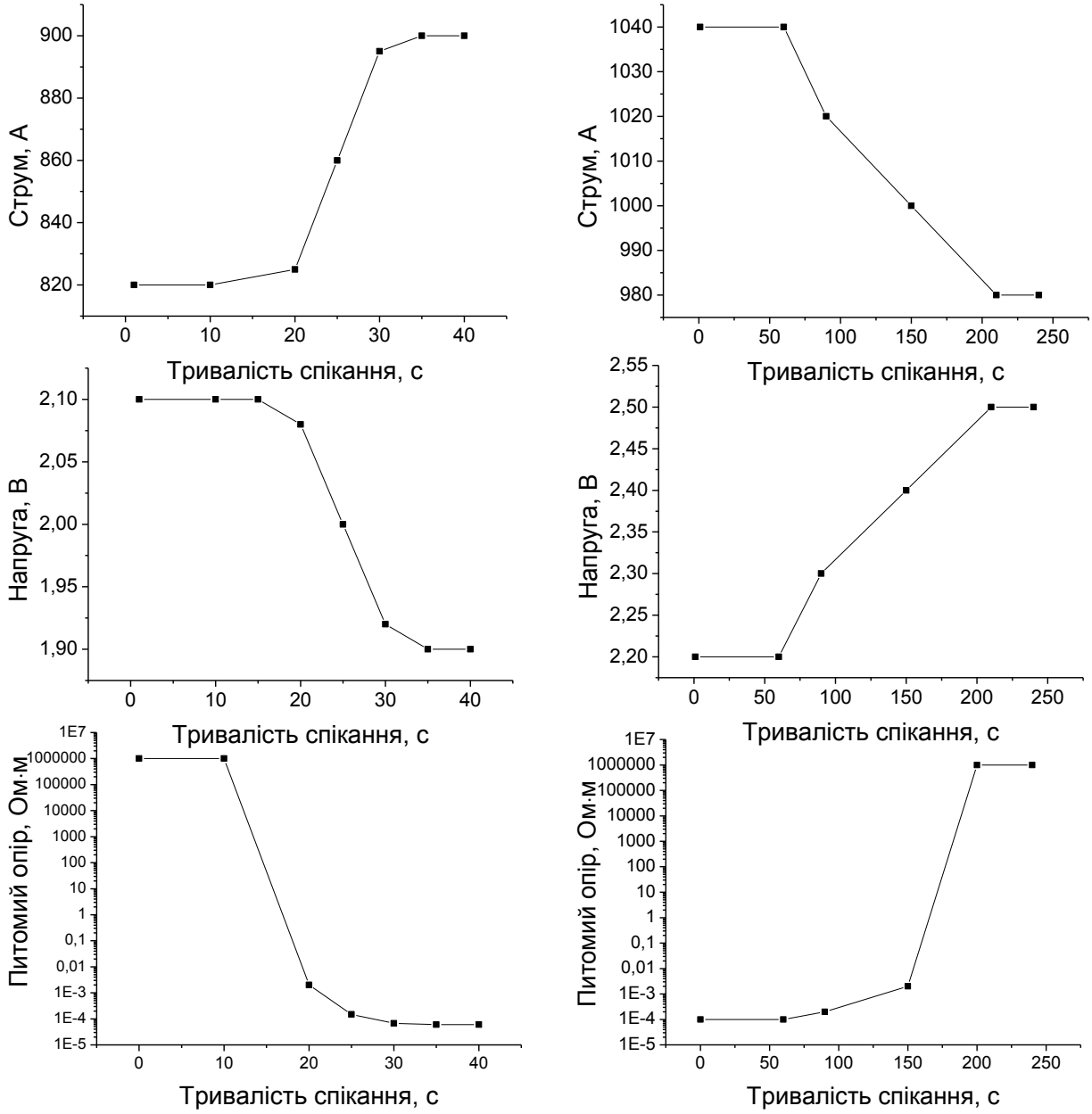
Рис. 1. Схема зборки КВТ (а) та конструкція АВТ (б) ковадло з заглибленням «КЗ-55» (I) та «тороїд-20» (II): 1 – шихта для спікання; 2 – пресований диск з графіту МГ; 3 – теплоізоляційний диск з пірофіліту; 4 – трубчатий графітовий нагрівник з графіту ГСМ; 5 – контейнер з літографського каменю; 6 – спресоване кільце з літографського каменю; 7 – торцевий нагрівник, суміш графіту з літографським каменем; 8 – теплоізоляційне кільце з пірофіліту; 9 – вставка блок-матриці АВТ «тороїд-20» (ВК6); 10 – блок-матриця АВТ «КЗ-55» (сталь Р6М5); 11 – блок кілець (сталь 35 ХГСА); 12 – плита опорна, вставка (ВК15); 13 – плита підкладна, корпус (сталь ШХ 15); 14 – блок кілець (сталь 35 ХГСА); 15 – плита опорна, корпус (сталь 35ХГСА)

Фізичні властивості елементів АВТ та спорядження

Матеріал	Температура, °С	λ (Т), Вт/(м·К)	Питомий електроопір, ρ, Ом·м	Питома теплоємність С, Дж/(кг·К)	Густина, ρ, г/см^3
Літограф-ський камінь		1-2	1	170	2,8
Пірофіліт		1-1,5	1	780	2,9
Графіт МГ ОСЧ	20–600–1000–1600–2400	12–11–12–14–17	7–9,1–10,6–12,7–15,6·10^{-6}	300–1390–1600–2040–2140	1,7
Графіт ГМЗ	20–200–400–600–800	157–118–93–70–64	7,9–8,8–9,6–10,4–11,2·10^{-6}	300–420–1000–1390–1600	1,7
Графіт 50%, катлініт 50%	20–200–400–600–800	13–11–10–9–8	7,9–8,8–9,6–10,4–11,2·10^{-6}	500	2,5
ВК-6		62,8	1,39·10^{-7}	176	14,8
ВК-15		67	1,39·10^{-7}	176	14,0
Сталь 35 ХГСА	27–327–527–927	39–38–37–35	9,04·10^{-8}	500	7,8
Сталь ШХ15	200–400–500	40–37–32	9,04·10^{-8}	500	7,8
Сталь Р6М5	100–300– 500–700–900	27–29–32–34–29	9,04·10^{-8}	440–500–580–900	7,8
Шихта КНБ + Al		40-80	10^{-4}–10^{6}	50	3,3

Як зазначалось, процес просочення на першій стадії спікання характеризується утворенням електропровідного каркасу з розплавленого алюмінію. Початок та кінець утворення такого каркасу фіксували за зміною струму відносно якого корегували значення напруги для підтримання сталої потужності.

Друга стадія – процес реакційного спікання КНБ з алюмінієм з утворенням неелектропровідних сполук на основі нітриду алюмінію. По заданим значенням струму і напруги на кожному етапі можна розрахувати зміну питомого опору композиту протягом спікання (рис. 2).



а *б*

Рис. 2. Зміна струму і напруги при спіканні киборит-2 і розраховані значення питомого опору композиту на першому (а) і другому (б) етапах в АВТ «КЗ-55»

На рис. 3 показано характер зміни температурного поля в комірці високого тиску АВТ «тороїд-20» на першому етапі спікання з урахуванням зміни електроопору композиту, що спікається. За рахунок зменшення електроопору композиту зростає тепловиділення в робочому об'ємі. Експериментально зафіксоване значення напруги зменшується від 2,24 до 2,06 В. Для отримання тієї ж теплової потужності необхідне значення струму – 994 А, питомий опір композиту зменшується від 10^6 до 10^{-4} Ом·м, що на порядок більше, ніж питомий опір графітового нагрівника ($1{,}24\cdot10^{-5}$ Ом·м), тому і густина струму через композит теж на порядок менша – максимальна біля нагрівника 3,1–3,6 А/мм^2 і мінімальна 2,4–2,7 А/мм^2 біля центральної частини композиту проти 25 А/мм^2 через боковий нагрівник.

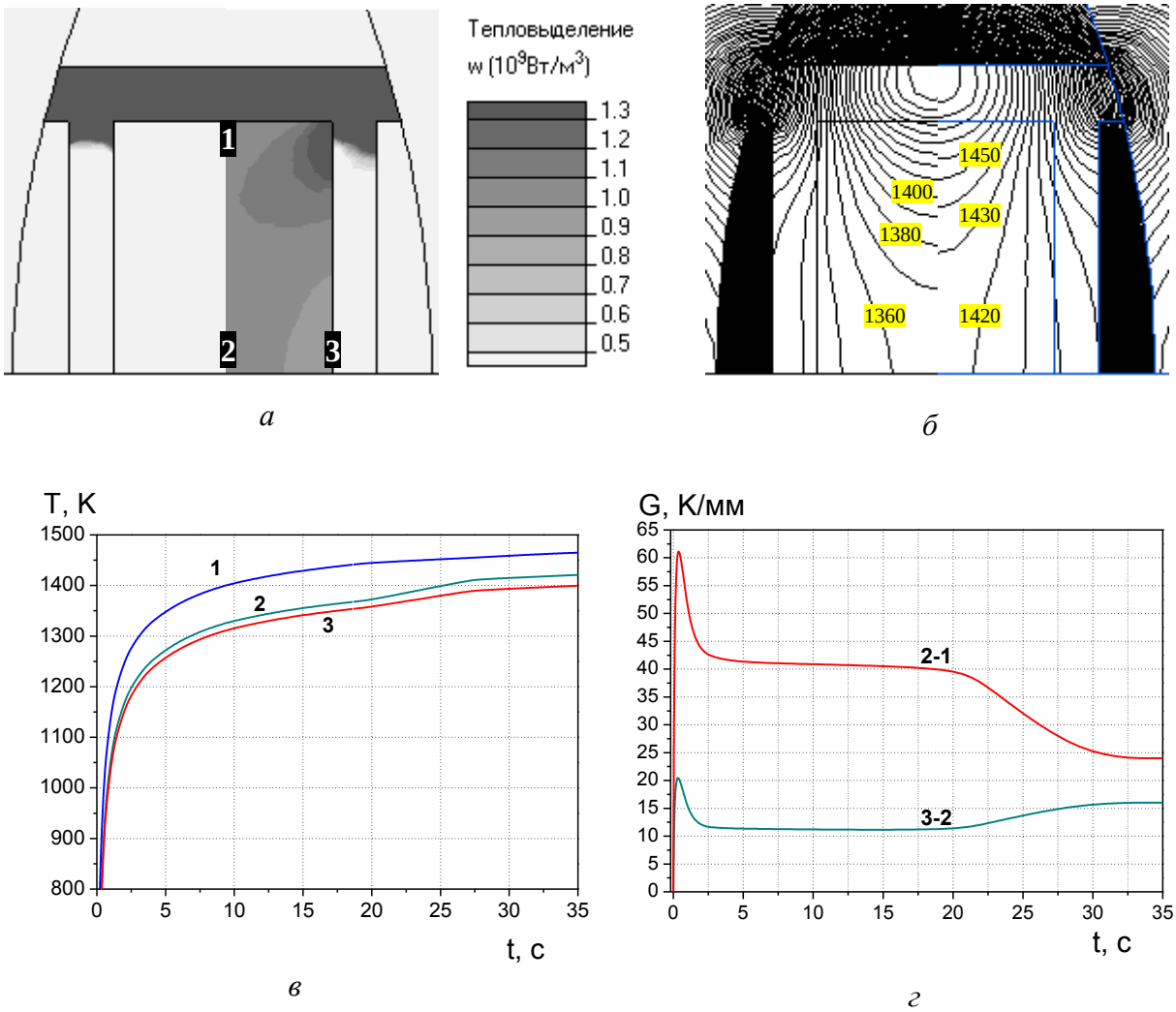
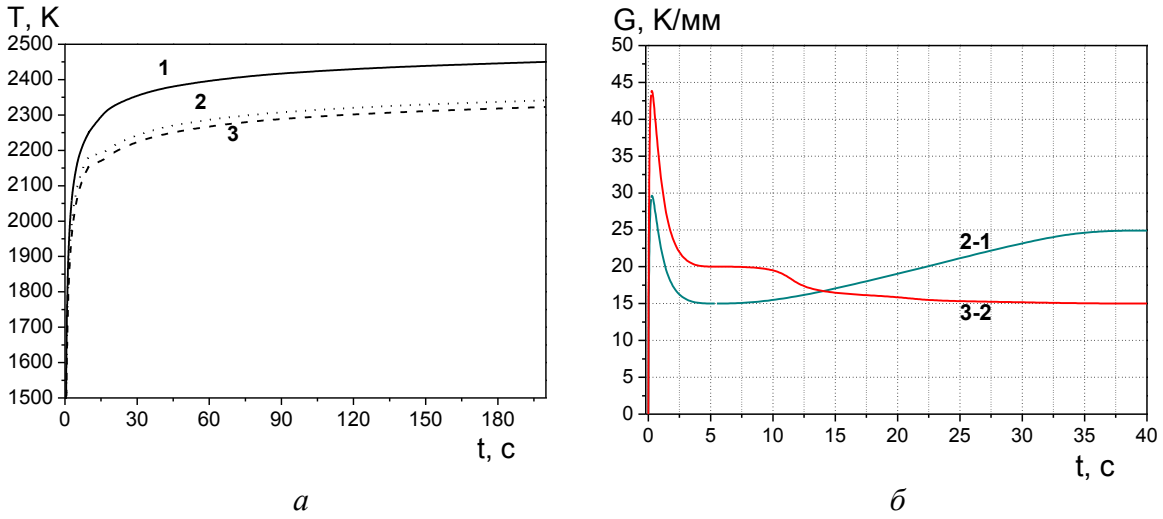


Рис. 3. Перша стадія спікання в АВТ «тороїд-20»: а) порівняння питомого тепловиділення при неелектропровідній (на 19 с., ліворуч) та електропроівідній (на 30 с., праворуч) шихті; б) температурне поле до (ліворуч) і після (праворуч) просочення; в) графіки зміни температури в різних точках робочого об'єму (рис. 3а); г) графіки зміни температурних градієнтів 2-1 – радіального, 3-2 – осьового

Зміщення джерел тепловиділення до центру КВТ відбувається, але не дуже суттєво. Середнє значення тепловиділення в боковому нагрівнику 8,3 Вт/мм^3, в графітових дисках по 0,4 Вт/мм^3 в об'ємі композиту – 0,86 Вт/мм^3. Потужність тепловиділення в об'ємі композиту

на етапі просочення становить ~7% від усієї кількості тепла, на графітові вставки приходиться ~2,3%, основна частина – більше 90% - виділяється в нагрівнику. Тим не менше, навіть такий перерозподіл джерел тепла призводить до зменшення радіального градієнта температури з 40 до 24 К/мм і невеликого збільшення осьового – від 10 до 16 К/мм.

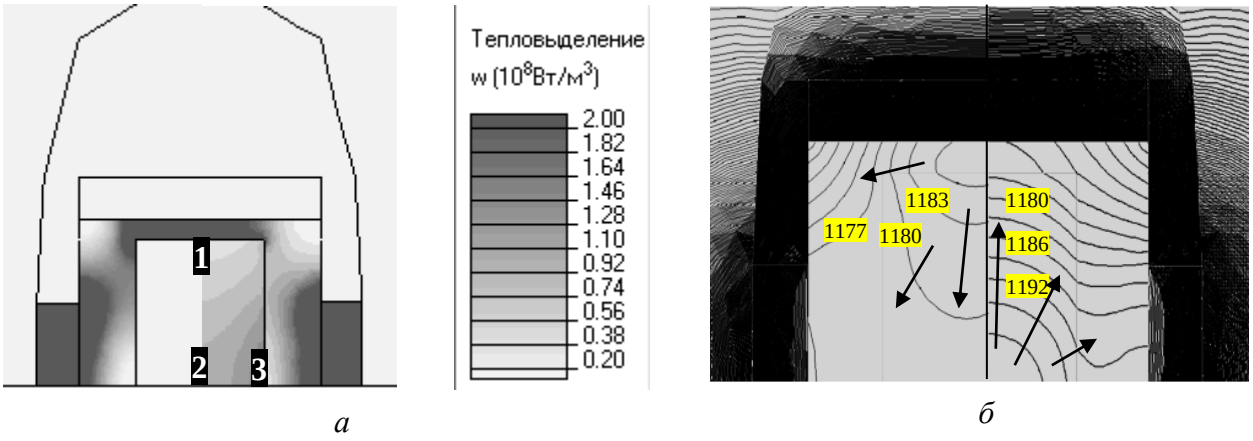
На другому етапі спікання реакційна взаємодія КНБ з алюмінієм призводить до зворотнього процесу – зміщення джерел тепла в сторону бокового нагрівника за рахунок зростання електроопору композиту, що призводить до зменшення осьового градієнту температури від 20 до 15 К/мм та зростання радіального градієнту – від 15 до 25 К/мм (рис. 4).



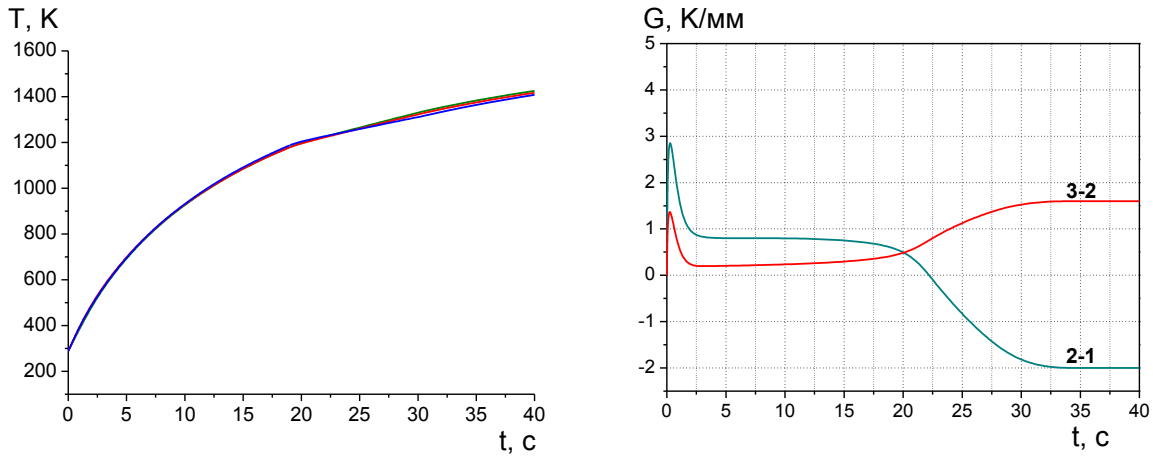
а *б*

Рис 4. Графіки зміни: а) температури в різних точках робочого об'єму (див. рис. 3а) АВТ «тороїд-20» на другому етапі спікання; б) температурних градієнтів 2–1 – радіального, 3–2 – осьового

Температурне поле в АВТ «КЗ-55» має певні особливості. По-перше, зміщення джерел тепла до центру робочого об'єму при електропровідній шихті має більший внесок в картину температурного поля порівняно з тороїдом, у композиті виділяється близько 15% загальної теплоти (рис. 5*а*), що призводить до зміщення максимальної температури із центру бокового нагрівника в центр робочого об'єму і зміни напрямків теплових потоків (рис. 5*б*). По-друге, за рахунок більшого робочого об'єму, для встановлення стаціонарного температурного поля потрібно значно більше часу, як показують результати моделювання, 40 секунд на стадії просочення недостатньо для цього (рис. 5*в*). По-третє, на порядок нижчі градієнти температур (рис. 5*г*), порівняно з тороїдом, що пов'язано з іншою конструкцією КВТ і наявністю торцевого нагрівника, осьовий градієнт 0,2 → 1,6 К/мм, радіальний 0,8 → – 2 К/мм.



а *б*



в *г*

Рис. 5. Перша стадія спікання в АВТ «КЗ-55»: а) порівняння питомого тепловиділення при неелектропровідній (на 20 с., зліва) та електропроівідній (на 35 с., справа) шихті; б) температурне поле до (зліва) і після (справа) просочення, стрілками показано напрямки теплових потоків; в) графік зміни температури в робочому об'ємі; г) графіки зміни температурних градієнтів 2-1 – радіального, 3-2 – осьового

На етапі спікання картина протилежна: реакційна взаємодія між компонентами шихти відбувається повільніше, ніж просочення, початок взаємодії фіксується приблизно на 60-й с. і закінчується на 200-й с. Зменшення тепловиділення в центрі КВТ призводить до зниження осьового градієнта температури від 5,2 до 2,6 К/мм і збільшення радіального градієнта від –0,9 до 2,4 К/мм (рис. 6).

Для врахування випромінювання в програмі на границі двох середовищ необхідно задати приведений коефіцієнт чорноти, який можна розрахувати за формулою $\varepsilon_{\text{пр}} = \frac{1}{\frac{1}{\varepsilon_1}+\frac{1}{\varepsilon_2}-1}$, де ε_1 і ε_2 – ступінь чорноти (поглинальна здатність) відповідно першого і другого матеріалу [8]. Для запобігання теплових втрат внаслідок випромінювання, пірофіліт у теплоізоляційному кільці (рис.1, деталь 8) та літографський камінь (рис. 1, деталь 6) заміняють сумішшю NaCl або CsCl з графітом, екрануючи таким чином випромінювання, що йде від нагрівника.

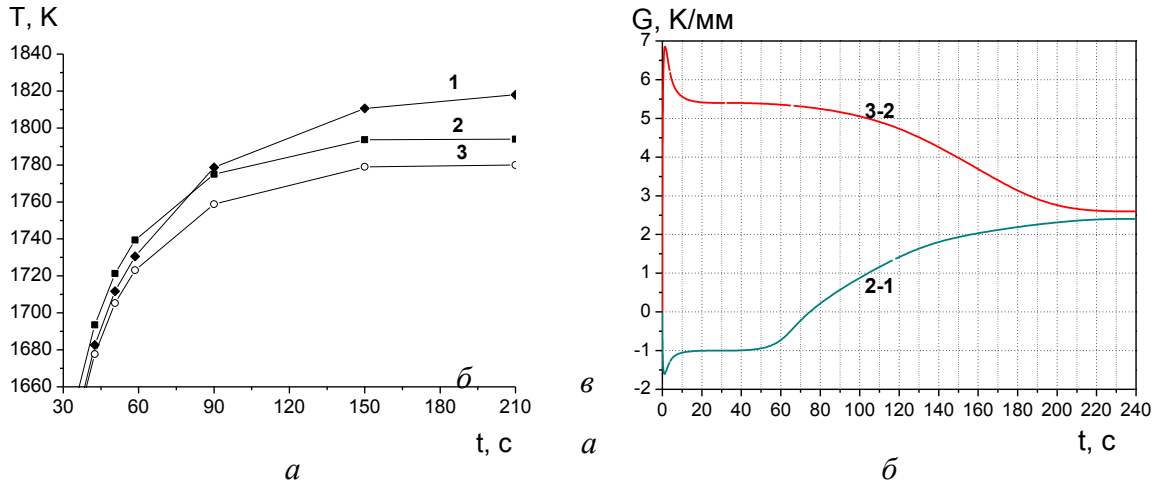


Рис.6. Графіки зміни температури (а) в точках 1, 2 і 3 (див. рис. 5а) реакційного об'єму АВТ «КЗ-55» та температурних градієнтів 2-1 – радіального, 3-2 – осьового на другому етапі

На рис. 7 показано, яка буде температура в центрі КВТ, згідно з розрахунками залежно від потужності нагріву, при використанні зборки без екрану (*а*), та з екраном (*б*). Ступінь чорноти екрану приймався рівним 0,2 , пірофіліту – 0,8. Таким чином, застосування екрану дає змогу зменшити на чверть споживану потужність для досягнення температури 1800 К і на третину для досягнення температури 2200 К. Для порівняння також показана розрахована температура в центрі КВТ, якщо випромінювання не враховувати взагалі (*в*).

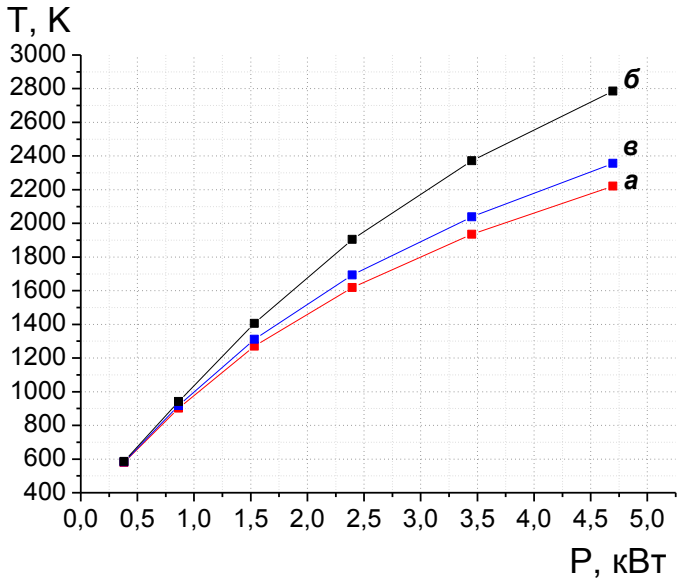


Рис. 7. Розраховані температури в центрі КВТ апарату «КЗ-55» при врахуванні втрат на випромінювання без екрану (а), з екраном (б), та без урахування теплових втрат на випромінювання (в)

Висновки

1. Різке збільшення електропровідності композиту на 10–11 порядків призводить до перерозподілу джерел теплоти в КВТ. Результати моделювання дають відносне значення тепловиділення в об'ємі композиту ~7% загальної кількості теплоти в АВТ «тороїд-20» і ~15% в АВТ «КЗ-55». Така відмінність при однакових параметрах зовнішнього тиску і температури може бути пов'язана із різним способом нагріву – в «тороїді» – боковий нагрів, в «КЗ» – комбінований.

2. Зміщення джерел теплоти до центру КВТ на етапі просочення призводить до зменшення радіального градієнта температури в АВТ «тороїд-20» від 40 до 24 К/мм і невеликому зростанню осьового градієнта температури від 10 до 16 К/мм. Реакційна взаємодія на другому етапі спікання призводить до зворотного процесу: зменшення осьового градієнту температури від 20 до 15 К/мм та зростання радіального градієнту – від 15 до 25 К/мм. В АВТ «КЗ-55» такі перепади значно менші: після просочення осьовий градієнт збільшується від 0,2 до 1,6 К/мм, а радіальний – від 0,8 до –2 К/мм. На другому етапі спікання до і після завершення реакційної взаємодії, осьовий градієнт зменшується від 5,4 до 2,6 К/мм а радіальний збільшується від –0,9 до 2,4 К/мм.

3. Екранування робочого об'єму матеріалом з низькою поглинальною здатністю значно зменшує теплові втрати. Згідно з розрахунками, для досягнення робочої температури в АВТ «КЗ-55» 1750–1800 К, екранування робочого об'єму дає змогу знизити потужність нагріву на 25%.

Освещены результаты исследования нестационарного теплового поля в аппаратах высокого давления методом компьютерного моделирования. Показано, как изменяются тепловое поле и направления тепловых потоков в зависимости от времени спекания, изменения электропроводности смеси КНБ с алюминием в результате пропитки и химического взаимодействия. Описан вклад излучения в общий тепловой поток и возможность уменьшения тепловых потерь путем экранирования рабочего объема.

Ключевые слова: *аппарат высокого давления, температурное поле, тепловой поток, кубический нитрид бора, алюминий, пропитка, реакционное спекание, теплопроводность, излучение, экранирование.*

This article describes a research process of unsteady thermal field in the high-pressure apparatus by computer simulation method. It shows how the heat field and the direction of the heat flow changes as a function of the sintering time, the conductivity change of cBN mixture, resulting aluminum infiltration, and chemical interactions. Displaying radiation contribution to the total heat flow and the ability to reduce heat loss by shielding the working volume.

Key words: *a high pressure apparatus, the temperature field, the thermal flow, cubic boron nitride, aluminum, infiltration, reaction sintering, thermal conductivity, radiation, shielding.*

Література

1. Пат. 25281А, Україна, МКВ С04В35/5831. 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. Компьютерная программа для проведения инженерного анализа и двумерного моделирования методом конечных элементов ELCUT. – Режим доступа: http://elcut.ru/
3. Компьютерное моделирование и сравнительный анализ эффективности слоистого и объемнораспределенного размещения фазовых составляющих в ячейках различных

типов АВД при синтезе алмазов: отчет о НИР / ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины; № ГР 0195U027176. – К., 1996. – 161 с.
4. Марочник сталей и сплавов / под ред. В.Г. Сорокина. – М.: Машиностроение, 1989. – 640 с.
5. Физические свойства сталей и сплавов, применяемых в энергетике: справочник / Под ред. Б.Е. Неймарк. – М.; Л.: Энергия, 1967. – 240 с.
6. Материалы для электротермических установок: справочное пособие / под ред. М.Б. Гутмана. – М.: Энергоатомиздат, 1987. – 296 с.
7. Физические величины: справочник / А.П. Бабичев, Н.А. Бабушкина, А.М. Братковский и др.; под ред. И.С. Григорьева, Е.З. Мейлихова. – М.: Энергоатомиздат, 1991. – 1232 с.
8. Справочник теплофизика. Режим доступа: http://thermalinfo.ru/
9. Болгарский А. В., Мухачев Г. А., Щуки В. К. Термодинамика и теплопередача. 2-е изд. перераб. и доп. – М.: Высш. шк., 1975. – 495 с.

Надійшла 02.07.14

УДК 539.89

С. А. Виноградов, канд. техн. наук; **В. М. Доценко, Т. А. Сороченко**

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

КРИТЕРИЙ КАЧЕСТВА МАТЕРИАЛА КОНТЕЙНЕРА И ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ОЦЕНКА ВЕРОЯТНОСТИ РАЗГЕРМЕТИЗАЦИИ АВД

Приведены результаты исследование явления взрывного разрушения контейнера АВД при синтезе сверхтвердых материалов. Предложено рассматривать это явление в качестве аналогии хорошо исследованного явления землетрясения. Определена комплексная характеристика вероятности взрывного разрушения – критерий качества материала контейнера, учитывающий упругие и пластические свойства материала, и предложен простой экспресс-метод ее определения. На основании результатов производственных испытаний показана корреляция (с вероятностью 95%) этой характеристики с вероятностью взрывного разрушения контейнера в течение полного цикла синтеза сверхтвердых материалов. Приведены рекомендации по снижению разгерметизаций реакционного объема АВД на основе анализа, с применением методов моделирования, факторов, существенно влияющих на склонность контейнера к взрывному разрушению.

Ключевые слова: *аппарат высокого давления, взрывное разрушение, вероятность разгерметизации*

Аппараты высокого давления типа наковальни с углублением (АВД) широко используют для синтеза сверхтвердых материалов и научных исследований при сверхвысоких давлении и температуре. Существенный недостаток аппаратов этого типа состоит в возможности разгерметизации реакционного объема (взрывное разрушение контейнера) в процессе генерирования давления и нагрева реакционной ячейки. Этот процесс сопровождается выделением большого количества энергии и негативно влияет на целостность как АВД, так и сопряженных с ним узлов пресса. Явление взрывного разрушения контейнера АВД – один из основных факторов, определяющих непроизводительное использование исходного сырья и преждевременный выход из строя

силовых элементов АВД. Причины этого явления целях его устранения не исследовали. В ряде работах, где упоминается это явление, утверждается, что причиной разрушения является недостаточная прочность деформируемого уплотнения, которое образуется в процессе деформации контейнера при нагружении. При этом контейнер разрушается тогда, когда напряжения, действующие на уплотнение со стороны углубления, превысят предел прочности материала уплотнения. Однако экспериментального обоснования этого вывода не приводится. Следует отметить, что прочность уплотнения является, вероятно, не единственным фактором, определяющим или исключающим возможность разгерметизации. Правомерно предположить, что механические свойства материала в углублении также влияют на склонность контейнера к взрывному разрушению.

В настоящей работе приведены результаты экспериментального исследования явления взрывного разрушения контейнера АВД, предложен критерий качества материала контейнера и на основе методов моделирования предложены пути уменьшения разгерметизаций реакционного объема.

Критерий качества материала контейнера

На опытном заводе ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины нами был проведен статистический анализ взрывных разрушений контейнеров при промышленном синтезе алмазов на двух режимах синтеза в стальных АВД типа наковальня с углублением диаметром 55 мм, различающихся величиной давления и температуры синтеза (режимы 1412 и 1430) [1]. Синтез проводили на прессах усилием до 20 МН. В результате анализа 4500 опытов установили, что наиболее вероятно разрушение контейнера в процессе нагружения (около 55 %). После включения нагрева разгерметизация происходит в основном в течение первых 3 минут нагрева (около 40%). При дальнейшем нагревании разгерметизация происходит сравнительно редко (2–5%). Усредненная для различных режимов синтеза эмпирическая функция плотности вероятности разрушения контейнера показана на рис. 1. Вероятность разрушения рассчитывали как отношение количества разрушившихся контейнеров к общему количеству контейнеров в исследованной партии.

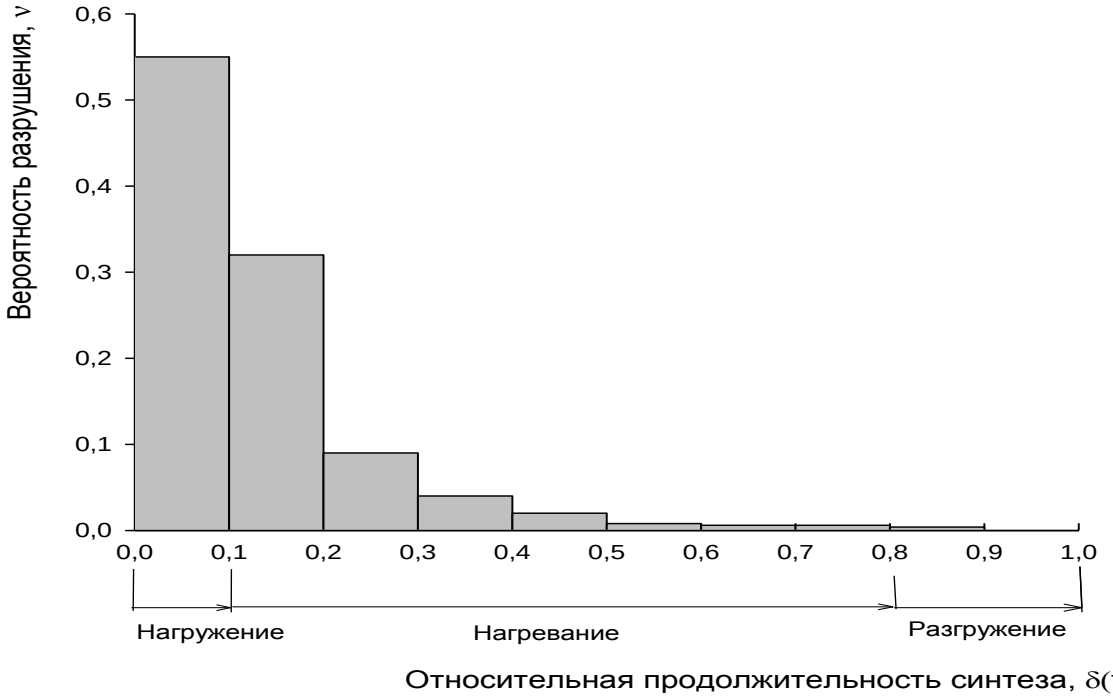


Рис. 1. Вероятность взрывного разрушения контейнера на различных этапах цикла синтеза

Так как в процессе нагружения и первых минут нагревания физико-механические свойства материала контейнера существенно не изменяются, можно заключить, что разрушение обусловлено напряженно-деформированным состоянием контейнера в процессе нагружения и первых минут нагревания. Разгерметизация во всех случаях наблюдается при усилиях пресса, превышающих уровень, при котором «запирается» рабочий объем (P = 0,1–0,2 от максимальной нагрузки). Под «запиранием» рабочего объема понимается условие, при котором материала не вытесняется из полости углубления в область деформируемого уплотнения. Простой расчет показывает, что при рабочих параметрах эксплуатации АВД типа наковальни с углублением в около 40% действующего на АВД усилия поглощается деформируемым уплотнением и соответственно 60% усилия приходится на объем контейнера в полости углубления. При этом только около 15% усилия, приходящегося на полость углубления, поглощается непосредственно реакционным объемом и преобразуется в «полезное» давление, т.е. К. П. Д. составляет около 10 %. Таким образом, около 90 % общего усилия поглощается материалом контейнера, что приводит к возникновению в материале контейнера напряжений, значительно превышающих предел его прочности при нормальных условиях.

Как отмечалось, принято считать, что причиной «взрыва» является недостаточная прочность материала деформируемого уплотнения. Однако материалом контейнера внутри углубления поглощается почти такое же усилие, как и уплотнением, поэтому его физико-механические свойства также играют важную роль в сохранении системы «нагруженный контейнер» в равновесии.

При разработке критерия качества материала контейнера следует знать, какие факторы являются определяющими для сопротивления материала разрушению, приводящему к разгерметизации реакционного объема. Указанные факторы можно определить с помощью физической модели разрушения контейнера. Так как экспериментально этот процесс не исследовали, то представляется логичным использовать по методу физической аналогии модель уже изученного процесса. По нашему мнению, в качестве физической модели разрушения контейнера, приводящего к разгерметизации реакционного объема, можно принять явление внезапного разрушения горных пород, приводящее к известному геологическому явлению, называемому землетрясением. Основанием для этого являются следующие факторы:

1. Контейнер АВД изготовляют из материалов типа горных пород.
2. Материал контейнера, как и горные породы в недрах земли, находится в условиях неравномерного всестороннего сжатия напряжениями одного порядка.
3. Результаты анализа поверхностей разрушения контейнера свидетельствуют об аналогии механизма разрушения материала контейнера и горных пород при землетрясении.
4. Причины и механизм землетрясения изучены достаточно полно, и полученные результаты можно использовать для разработки способов снижения или устранения явления разгерметизации АВД.

Разработанные в последнее время модели землетрясения основаны на том, что подготовка и непосредственно процесс землетрясения происходят постадийно. Стадии различаются характером и скоростью изменения деформаций и напряжения. Важное значение имеет формирование из отдельных трещин, рассеянных по объему породы, трещины магистрального разрыва и изменение объема на рассматриваемом участке в результате открытия и закрытия пор. Явление землетрясения рассматривается как последовательность циклического накопления и разрядки напряжений в определенном объеме земной коры [2]. Показано, что упругие, пластические и хрупкие деформации параллельны или последовательны во времени, взаимосвязаны и происходят в рамках единого цикла, кульминацией которого является момент хрупкого разрушения или

пластического проскальзывания. Причина землетрясения состоит в резкой деформации в результате *внезапного снятия внутреннего напряжения,* когда пластичность горных пород недостаточна для аккомодации (рассеивания) последних [3]. Следовательно, вероятность разрушения при прочих равных условиях тем выше, чем меньше пластичность (деформируемость) при высоком давлении и сильнее способность материала накапливать энергию упругой деформации.

Если принять эту модель для описания взрывного разрушения контейнера, при прогнозировании вероятности его взрывного разрушения следует учитывать как пластические (способность к аккомодации напряжения), так и упругие (способность накапливать упругую энергию) свойства его материала. При этом необходимо учитывать свойства материала, в области как углубления, так и уплотнения.

На основании изложенного был предложен критерий качества материала контейнера, учитывающий упруго–пластические свойства материала и коррелирующий с вероятностью разрушения, и методика его определения методом индентирования. В качестве характеристики пластичности (деформируемости) при высоком давлении предложено использовать величину отпечатка индентора под нагрузкой, в качестве характеристики упругих свойств – величину восстановления отпечатка после снятия нагрузки. Испытания можно проводить на любом приборе, позволяющем измерять глубину внедрения индентора в материал [4]. В ИСМ им. Н.В. Бакуля НАН Украины разработали и опробовали методику экспресс оценки этой характеристики по результатам испытания материала с помощью прибора Супер-Роквелл, позволяющего измерять глубину внедрения индентора. В качестве критерия качества материала контейнера характеризующего упруго–пластические свойства его материала при высоком давлении, использовали величину, имеющую размерность твердости, которую в отличие от классической твердости H_1 назвали условной твердостью $H_у$ и рассчитывали по формуле:

$$H_у = kH_1 \qquad (1)$$

где H_1 – невосстановленная твердость по Мейеру; k – коэффициент, отражающий способность накапливать энергию упругой деформации и характеризующийся восстановлением отпечатка после снятия нагрузки.

Невосстановленную твердость определяли как отношение нагрузки, действующей на индентор, к площади проекции отпечатка на поверхность образца под нагрузкой. Коэффициент k определяли как отношение площади восстановленного отпечатка к площади невосстановленного отпечатка. При отсутствии упругих свойств, то площадь отпечатка после снятия нагрузки равна его площади под нагрузкой и $к = 0$. Если отпечаток полностью восстанавливается, т.е. отсутствуют пластические свойства, то $к = 1$.

Зная глубину погружения индентора под действием основной нагрузки P ($P =$ 45 кг по шкале Т) и после ее снятия под предварительной нагрузкой ($P = 3$ кг), а также радиус индентора ($R = 1{,}588$ мм) можно определить соответствующие площади отпечатка и условную твердость рассчитать по формуле:

$$H_у = \frac{[h_1(2R - h_1) - h_2(2R - h_2)]}{\pi h_1^2 (2R - h_1)^2} P,$$

где h_1 и h_2 определяются по показаниям индикатора прибора Супер-Роквелл при действии нагрузки соответственно основной и предварительной нагрузки после снятия основной; R– радиус шарика-индентора; P–-основная нагрузка.

Используя характеристику $H_у$ нами было проведено испытание более 1000 контейнеров при синтезе алмазов по режиму 1412 в стальных АВД с лункой диаметром 55 мм [1], на прессах усилием 20 МН. Для каждого контейнера прибором Супер-Роквелл

определяли условную твердость H_y и при синтезе фиксировали результат (отсутствие или возникновение разгерметизации). На основании полученных результатов построили зависимость вероятности разгерметизации от условной твердости H_y (рис.2).

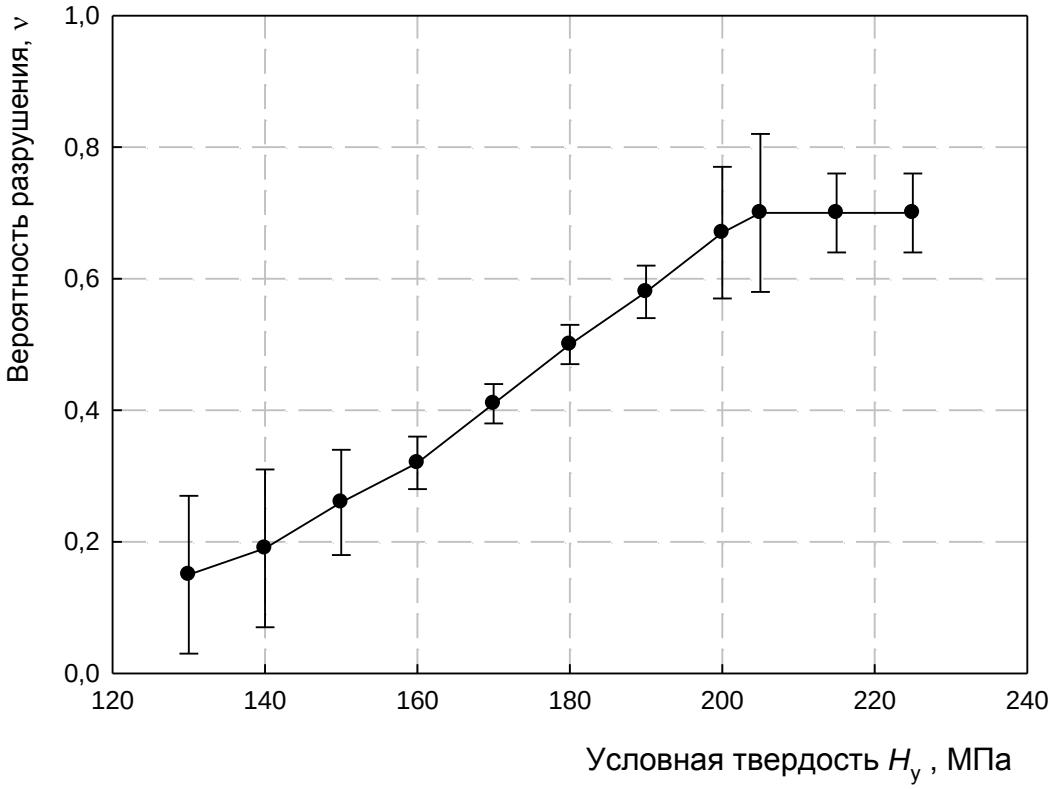


Рис.2. Зависимость вероятности разрушения от условной твердости

Вероятность разрушения рассчитывали как отношение разрушившихся контейнеров с заданным значением H_y (±5 МН) к общему количеству контейнеров с этим значением. Как видим, наблюдается прямопропорциональная зависимость вероятности разрушения от H_y, что свидетельствует о повышении вероятности взрывного разрушения контейнера с увеличением упругих свойств материала и снижением его способности релаксировать напряжение путем пластической деформации, что согласуется с принятой моделью внезапного разрушения пород при явлении землетрясения.

Таким образом условная твердость H_y является комплексной характеристикой пластических и упругих свойств материала контейнера и ее можно предложить как критерий качества материала контейнера, определяющий способность материала удерживать давление и сопротивляться “взрывному” разрушению, приводящему к разгерметизации реакционного объема.

Анализ факторов разгерметизации реакционного объема АВД

Приведенные результаты влияния упруго–пластических свойств материала контейнера на вероятность разгерметизации были получены при использовании АВД одного типоразмера, когда размеры и материал контейнера оставались одними и теми же. Изменения H_y в широких пределах (от 130 до 230 МПа) обусловлены тем, что контейнеры изготовляли прессованием из природного материала (известняка), свойства которого не постоянны. В качестве связки применяли бакелитовый лак, свойства которого также зависели от партии и возможных изменений параметров режима термообработки. Однако из опыта известно, что существенными факторами надежности удержания давления в полости углубления и способности материала контейнера выдерживать давление без разрушения “взрывом” являются также геометрия и размеры углубления, толщина и ширина уплотнения,

сформированного в результате деформации контейнера. В настоящее время влияние этих факторов на сопротивление контейнера взрывному разрушению остается не исследованным, несмотря на большое количество экспериментальных результатов, позволяющих сделать некоторые качественные выводы.

В настоящей работе предлагается способ количественной оценки указанных факторов на склонность материала контейнера к взрывному разрушению, приводящему к разгерметизации реакционного объема. В качестве числовой характеристики надежности удержания давления примем вероятность разгерметизации реакционной ячейки.

Вероятность ν разгерметизации можно выразить функцией определяющих параметров

$$\nu = f\left(H_{\text{уп}} H_{\text{уг}}, S_{\text{уп}}, V_{\text{уг}}, h_{\text{уп}}, F\right) \tag{2}$$

где $H_{\text{уп}}$, $H_{\text{уг}}$ –условная твердость материала соответственно в полости деформированного уплотнения и в полости углубления после их предварительного сжатия; $S_{\text{уп}}$ – площадь уплотнении;, $V_{\text{уг}}$ – объем контейнера в полости углубления; $h_{\text{уп}}$ – толщина уплотнения; F – усилие сжатия АВД.

Очевидно, что вероятность разгерметизации зависит не от каждого фактора отдельно, но от их взаимодействия, т. е. выражение (2) следует представить в виде зависимости от комплексов, составленных из существенных факторов. Метод определения таких комплексов приведен в теории подобия [5]. Эти комплексы безразмерные величины, что позволяет обобщить полученные результаты на класс подобных процессов. Воспользуемся методами, предлагаемыми теорией подобия. На основании π – теоремы теории подобия [5] зависимость между факторами, характеризующими физическое явление, можно представить в виде зависимости между составленными из этих факторов безразмерными комплексами – критериями подобия. В рассматриваемом случае задача сводится к построению критериев подобия из величин правой части выражения (2). Используем один из методов построения критериев подобия – метод анализа размерностей [5]. В зависимости (2) содержатся шесть размерных факторов. Размерности этих факторов, выраженные через первоначальные (основные) единицы – метр ([L]), килограмм P ([F]), секунда ([T]), приведены в таблице:

Размерности факторов, выраженные через первоначальные (основные) единицы – метр ([*L*]), килограмм *P* ([*F*]), секунда ([*T*])

Фактор	Размерность		
ν	L^0	M^0	T^0
$H_{\text{уп}}$	L^{-1}	M^1	T^{-2}
$H_{\text{уг}}$	L^1	M^1	T^{-2}
$S_{\text{уп}}$	L^2	M^0	T^0
$h_{\text{уп}}$	L^1	M^0	T^0
$V_{\text{уг}}$	L^3	M^0	T^0
F	L^1	M^1	T^{-2}

В выражении (2) семь величин, значит из них можно получить четыре независимых комплекса, составленных из комбинации первоначальных единиц [5]. Используя методику нахождения критериев подобия на основании условия нулевой размерности критериев [5] можно получить четыре независимых критерия подобия:

$$\Pi_1 = \frac{H_{\text{уп}}}{H_{\text{уг}}};$$
$$\Pi_2 = \frac{H_{\text{уп}}}{F} S_{\text{уп}};$$
$$\Pi_3 = \frac{V_{\text{уг}}}{S_{\text{уп}} h_{\text{уп}}};$$
$$\Pi_4 = \frac{S_{\text{уп}}}{h_{\text{уп}}^2}. \quad (3)$$

Тогда на основании π – теоремы зависимость (2) можно записать в виде

$$\nu = f(\Pi_1, \Pi_2, \Pi_3, \Pi_4) \quad (4)$$

Вид зависимости (4) и степень влияния каждого критерия следует определять экспериментально. Анализируя критерии (3) и используя накопленный опыт, можно осуществить некоторый предварительный анализ и предложить рекомендации для уменьшения вероятности взрывного разрушения контейнера.

Прежде всего следует определить какие факторы и как будут влиять на изменение этой величины. Допустим, что для некоторого типоразмера АВД подобран материал контейнера с технологически допустимым средним количеством разгерметизаций реакционного объема. Тогда для сохранения физического подобия явления взрывного разрушения необходимо выполнить условие постоянства критериев подобия. Это означает, что можно варьировать значения определяющих параметров в (2), однако если при этом значения критериев подобия (3) остаются постоянными, относительное количество разъгерметизаций ν также не изменяется. Основываясь на этом утверждении, рассмотрим каждый из критериев (3).

Критерий Π_1 показывает, что можно брать материал с более высокими упругими свойствами для части контейнера в области углубления, однако при этом необходимо повысить упругие свойства материала уплотнения.

Критерий Π_2 показывает, что можно уменьшать площадь уплотнения, тогда при неизменном материале контейнера усилие, при котором происходит разгерметизация, снижается.

Критерий Π_3 показывает, что отношение объема материала, вытесненного в область уплотнения, и остающегося в полости углубления должно быть неизменным для сохранения вероятности разгерметизации на неизменном (прогнозируемом) уровне.

Критерий Π_4 показывает, что соотношение площади уплотнения к его толщине должно быть неизменным для сохранения неизменной вероятности разгерметизации.

Полученные выводы полностью подтверждаются результатами многолетнего опыта использования АВД типа наковальни с углублениями.

В качестве примера использования полученных результатов проанализируем частный случай использования АВД одного типоразмера. Рассмотрим, какие рекомендации по выбору материала контейнера можно дать в целях уменьшения количества разгерметизаций. Так как контейнеры изготовлены из одного материала, то можно предположить, что разгерметизация происходит при $V_{\text{у г}}$= const, $S_{\text{уп}} \approx$ const; $h_{\text{уп}} \approx$ const, поскольку взрыв происходит при усилии после момента «запирания» реакционного объема при сформировавшемся уплотнении. Следовательно, критерии Π_3 и Π_4 можно считать постоянными величинами, тогда вероятность разгерметизации ν в выражении (4) можно рассматривать как функцию только двух критериев:

$$\nu = f(\Pi_1, \Pi_2) \quad (4)$$

Таким образом, вероятность разрушения контейнера в рассматриваемом случае зависит от соотношения упруго–пластических свойств материала контейнера в уплотнении и полости углубления ($П_1$), а также от соотношения усилия сжатия и площади уплотнения ($П_2$) в сочетании с упруго–пластическими свойствами его материала. Так как разгерметизация происходит после «запирания» полости углубления, т. е. при сформированном уплотнении, площадь которого задается размерами вставки блок-матрицы АВД, т. е. можно принять $S_{уп} \approx$ const). В этой связи на этой стадии нагружения критерий $П_2$ будет зависить только от соотношения усилия F и упруго–пластических свойств материала уплотнения и определяет усилие, при котором происходит разрушение. Вероятность разгерметизации будет зависеть только от критерия $П_1$, т. е.

$$\nu = f(\Pi_1) \tag{5}$$

Для разных конструкций АВД зависимость (5) следует определять экспериментально. Критерий $П_1$, при которой вероятность разгерметизации находится в допустимых пределах может служить еще одним критерием качества материала контейнера. Так, экспериментально было определено, что для АВД с углублением в виде конуса, сопряженного со сферой, $П_1 \approx 1$, а для АВД с углублением в виде сферы $П_2 \approx 1{,}2$.

Таким образом, с помощью полученного критерия можно определить пути повышения надежности удержания давления в рабочем объеме АВД. Как показали результаты приведенных выше производственных испытаний, вероятность разрушения контейнера усиливается с повышением условной твердости материала прессованного контейнера в исходном состоянии, например в результате изменения режима термообработки. Однако при этом условная твердость материала, вытесненного в область уплотнения, остается постоянной и равной условной твердости наполнителя – блочного известняка. Следовательно, при этом значение критерия $П_1$ также уменьшится. Таким образом, для сохранения вероятности разгерметизации следует сохранить постоянным критерий $П_1$, т. е. повысить условную твердость материала уплотнения. Наиболее просто это можно осуществит путем изготовления составного контейнера, т. е. его часть, вытесняемую в область уплотнения, изготовлять из материала с более высокой условной твердостью по сравнению с условной твердостью материала части, остающейся в полости углубления. Это позволит независимо подбирать материалы соответствующих частей контейнера с необходимым соотношением значений условной твердости.

Другим способом изменения критерия $П_1$ является введение в шихту контейнера перед прессованием добавок материала с другими свойствами. Введение добавок влияет прежде всего на условную твердость уплотнения. Небольшое количество добавок изменяет условную твердость материала в полости углубления незначительно. Этот способ был проверяли экспериментально. Для этого изготовили партии контейнеров, прессованных из известняка со связкой на основе бакелитового лака с добавками окиси железа, окиси алюминия и карбида кремния. Эти материалы имеют более высокие упругие свойства по сравнению с блочным известняком. Результаты производственных испытаний показали, что с введением добавок количество разгерметизаций уменьшается в 1,5 – 2 раза.

Выводы

1. Впервые осуществлен статистический анализ вероятности разгерметизации реакционного объема АВД при синтезе сверхтвердых материалов в пределах полного цикла синтеза.
2. Предложена физическая модель разгерметизации в результате взрывного разрушения контейнера.

3. Предложены комплексная характеристика H_y упруго–пластических свойств материала контейнера и метод ее измерения прибором Супер-Роквелл.

4. Экспериментально показана корреляция вероятности разгерметизации с условной твердостью H_y.

5. Предложенную методику и метод измерения H_y можно рекомендовать для экспресс-оценки вероятности разрушения контейнера АВД, что позволяет снизить материальные потери вследствие взрывного разрушения контейнера.

6. С использованием методов теории подобия получены безразмерные комплексы, состоящие из существенных параметров, определяющих склонность контейнера к разрушению, что позволило сформулировать рекомендации по выбору материала контейнера и его конструкции в целях снижения вероятности разгерметизации реакционного объема.

Приведені результати досліджень вибухового руйнування контейнера АВТ при синтезі надтвердих матеріалів. Запропоновано розглядати це явище як аналогію добре відомого явища землетрусу. Визначена комплексна характеристика вірогідності вибухового руйнування – критерій якості матеріалу контейнера, який враховує пружні та пластичні властивості матеріалу, та запропонований простий експрес-метод її визначення. На підставі результатів виробничих досліджень показана кореляція (з вірогідністю 95 %) цієї характеристики з вірогідністю вибухового руйнування контейнера на протязі повного циклу синтезу надтвердих матеріалів. Наведені рекомендації по зниженню разгерметизацій реакційного об'єму на підставі аналізу, з використанням методів моделювання, факторів, що суттєво впливають на схильність контейнеру до вибухового руйнування.

***Ключові слова**: апарат високого тиску, вибуховий руйнування, ймовірність розгерметизації*

The results of the explosive destruction of the HPA container have been presented. This phenomenon was proposed to be considered as an analogy of an earthquake. The complex characteristic of the explosive destruction probability (the material's quality criterion) taking into account elastic and plastic properties of the material have been determined. On the basis of the industrial tests there have been shown the correlation of this characteristic (probability of 95 %) with a container's explosive destruction probability during the process of superhard materials synthesis. Analyzing with simulation theory methods the significant factors effecting the explosive destruction probability, the recommendation on explosions decrease have been offered.

***Key words**: high-pressure, explosive destruction, the probability of loss of pressurization*

Литература

1. Патент 5070 Украина, МПК BO1j/06. Аппарат высокого давления / Прихна А.И., Боримский А.И., Нагорный П.А.– Опуб. 28.12.1994, Бюл. №7-1.
2. А. Аллисон, Д. Палмер. Геология.–М.: Мир, 1984.–565 с.
3. Дж.А. Эйби. Землетрясения – М.: Недра – 1982. – 264 с.
4. М.Л. Бернштейн, В.А Займовский. Механические свойства металлов. – 2-е изд. – М.: Металлургия, 1979. – 496 с.
5. П.М. Алабужев, В.Б. Геронимус, Л.М. Минкевич, Б.А. Шеховцов. Теория подобия и размерностей. Моделирование. М.: Высш. шк.,1968. – 206 с.
6. Виноградов С.А., Герасимов А.Ю. Применение метода индентирования для определения механических свойств материалов контейнера АВД // Сверхтвердые и тугоплавкие матер. –К.: ИСМ АН УССР, 1986. – С. 73–76.

Поступила 22.05.14

УДК 621.921.343

В. В. Тимошенко

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

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ГАЗОФАЗНОЙ РЕКОНСТРУКЦИИ ПОВЕРХНОСТИ НАНОПОРОШКОВ АЛМАЗА

Приведены результаты реконструкции поверхности нанопорошков алмаза марок АСУД 99 и АСУД 80. Показано, что в результате такой обработки удельная площадь поверхности нанопорошков алмаза увеличивается вследствие увеличения пористости слоя углерода sp^2-гибридизаци, что способствует повышению стабильности водных суспензий на их основе.

Ключевые слова: *нанопорошки алмаза, адсорбционно-структурные характеристики, удельная площадь поверхности, объем пор, пористость.*

Введение

В последние годы нанодисперсные порошки алмаза широко применяют для изготовления полирующих суспензий, паст, адсорбентов, добавок к смазочным маслам, полимерам и гальваническим покрытиям [1–3]. Одно из основных требований, предъявляемых к создаваемым материалам – получить узкий диапазон зернового состава нанопорошков алмаза с заданными физико-химическими свойствами поверхности.

В Институте сверхтвердых материалов им. В.Н. Бакуля НАН Украины в течение последних десяти лет подробно изучают физико-химические свойства нанодисперсных порошков статического и детонационного синтеза алмаза. Было установлено, что поверхностные свойства нанопорошков алмаза связаны с химическим составом их поверхности, природой функциональных групп [3]. Как известно, алмаз представляет собой полиуглеродное вещество, моновалентной формы образованное атомами углерода в состоянии sp^3-гибридизации с молекулярной структурой в виде трехмерной сетки. Методами низкотемпературной адсорбции азота (метод БЭТ) и ИК-спектроскопии установлено, что наночастицы алмаза детонационного синтеза имеют надмолекулярную структуру переменной активности, которая зависит от природы и количества функциональных групп, адсорбированных при синтезе и химической очистке порошка. Нанопорошки алмаза сильно агрегированы вследствие взаимодействия поверхностных групп, размер агрегатов алмазных частиц составляет 1 – 14 мкм (рис. 1) [4].

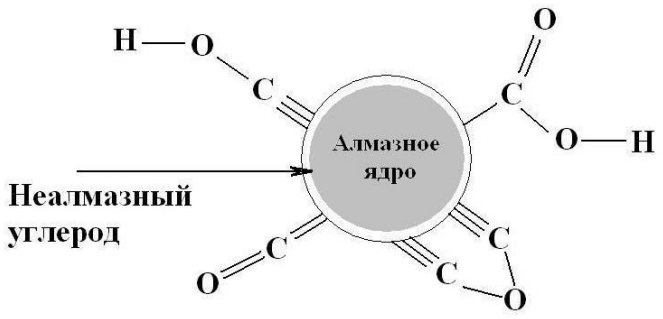


Рис. 1. Схема наночастицы алмаза детонационного синтеза [4]

Размеры макромолекул алмаза определяются размерами его монокристальных частиц и могут принимать значения от нескольких ангстрем до нескольких миллиметров или сантиметров при переходе от наноалмазов к монокристаллам [5; 6]. Независимо от размеров структура монокристальных частиц алмаза следующая: в объеме частиц все атомы углерода взаимосвязаны ковалентными σ-связями; атомы углерода на поверхности имеют незанятые

орбитали (“свободные” валентности, “оборванные” связи). Возможно замыкание этих “свободных” валентностей у соседних атомов углерода вследствие рекомбинации соседних радикальных центров с образованием двойных С=С связей, сопровождающихся изменением гибридизации валентного состояния соответствующих атомов углерода до sp^2-состояния и реконструкцией поверхности. Разупорядочение поверхностного слоя можно рассматривать как структурное последствие сильного деформирующего воздействия поверхности на объемные соседние слои кристалла.

Процессы агрегации наночастиц алмаза связаны с физико-химическими свойствами их поверхности. К основным методам снижения скорости агрегации нанодисперсных порошков алмаза относятся уменьшение количества примесей, особенно металлических и углеродных, и нейтрализация энергетических зарядов их поверхности.

Как правило, с повышением дисперсности порошков увеличивается их агрегативная и седиментационная устойчивость. При этом соответственно увеличивается свободная и межфазная энергия, а согласно принципу Гиббса – Гельмгольца в дисперсных системах эта энергия стремится к самопроизвольному уменьшению. Свободная межфазная энергия уменшается вследствие коагуляции – укрупнения частиц. Так, нанопорошки алмаза, размеры единичных зерен которых составляют 4–6 нм, в суспензиях агрегатов составляют 3–20 мкм. Как известно, в реальных условиях суспензии наноалмазных порошков относятся к тонким размерами 100–0,5 мкм. Размеры коллоидныъх растворов менее 100 нм.

На каждую частицу в системе действуют сила тяжести (гравитационная сила)

$$F_g = mg = vg\rho \qquad (1)$$

и подъемная сила Архимеда

$$F_a = vg\rho_0, \qquad (2)$$

где m – масса частиц; g – ускорение свободного падения; v – обьем частиц; ρ – плотность частиц дисперсной фазы; ρ_0 – плотность дисперсной среды.

Эти силы постоянны и разнонаправлены. При этом равнодействующая сила, вызывающая седиментацию,

$$F_{сед} = F_g - F_A = m_{от}g = v(\rho - \rho_0)\, g, \qquad (3)$$

где $m_{от}$ – относительная масса частицы.

Малый размер частиц нанопорошка алмаза обусловливает их большую удельную площадь поверхности, что приводит к увеличению свободной поверхностной энергии. Свободная поверхностная энергия может уменьшаться также вследствие агрегации частиц.

Для получения нанопорошков с большой удельной площадью поверхности используют специальные методы формирования поверхностных свойств. Формируют поверхностные свойства путем специальной реконструкции. Реконструкция поверхности является составным физико-химическим процессом, включающим ряд обработок поверхности нанопорошков алмаза, таких как термохимическая, химическая и электрохимическая. Как правило, на поверхности нанопорошков алмаза находится большое количество кислородсодержащих групп, которые во многом определяют агрегационные свойства порошков. В этой связи для увеличения удельной площади поверхности нанопорошков алмаза и снижения агрегативной способности алмазных частиц необходимо уменьшить содержание на поверхности частиц нанопорошков алмаза кислородсодержащих групп путем разработки новых схем реконструкции поверхности этих нанопорошков.

Цель настоящей работы – определить схему реконструкции поверхности нанопорошков алмаза, обеспечивающую увеличение удельной площади поверхности

порошков и снижение их агрегативной способности, а также исследовать адсорбционно-структурные характеристики обработанных по этой схеме нанопорошков алмаза.

Методика эксперимента

Исследовали образцы нанопорошков алмаза марок АСУД 99 и АСУД 80, изготовленные по ТУ У 26.8-05417377-177:2007.

Адсорбционно-структурные и физико-химические исследования поверхности порошков осуществляли классическим методом адсорбции газов при низкой температуре в соответствии с принципом БЭТ с помощью газоадсорбционных анализаторов «NOVA 2200» («Quantachrome», USA) и «Культроникс» («Accusorb 2100»), предназначенных для измерения пористости, удельной площади поверхности, радиуса пор и других показателей.

Гранулометрические характеристики, средний размер агрегатов алмазных частиц и их распределение по размерам изучали на основании данных лазерного микроанализатора размера зерен «LMS-30» фирмы «Seishin» (Япония).

Результаты исследования и их обсуждение

На основании результатов экспериментов разработали схему двустадийной газофазной реконструкции поверхности нанопорошков алмаза, которая позволяет очистить поверхность от кислородсодержащих групп путем графитизации в атмосфере аргона при температуре 1000 °С и удаления образовавшегося углеродного слоя путем термоокисления кислородом воздуха. Температуру окисления углеродного слоя выбрали 450 °С как такую при которой окисляется углеродная фаза, а алмазы еще не окисляются [7]. Продолжительность графитизации составляла 10 мин, а термоокисление – 2 ч. Схема разработанной двустадийной газофазной реконструкции поверхности нанопорошков алмаза показана на рис. 2. Отобрали пробы для исследований нанопорошков алмаза от исходных порошков (образец 1), после графитизации их поверхности (образец 2) и термоокисления графитизированной поверхности (образец 3).

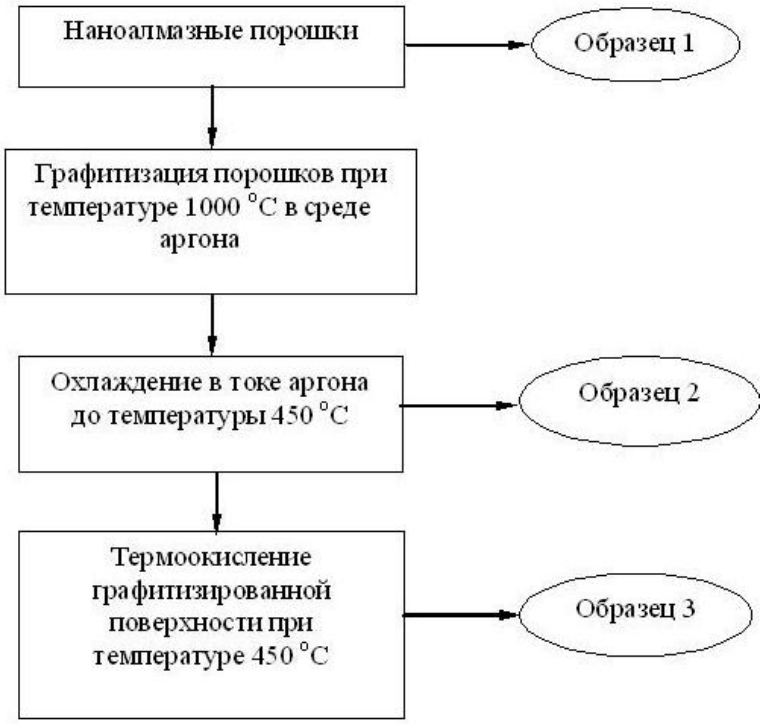


Рис. 2. Схема двустадийной газофазной реконструкции поверхности нанопорошков алмаза

Основные адсорбционно-структурные характеристики наноалмазных порошков марки АСУД 99, прошедших двустадийную газофазную реконструкцию поверхности, приведены в таблице.

Физико-химические свойства поверхности исходных и реконструированных порошков АСУД 99

Показатель	Значение для порошков		
	АСУД 99 исходный	Образец 1	Образец 2
Удельная площадь поверхность $S_{БЭТ}$, м^2/г	242	245,0	256,4
Объем пор V, мл/г	1,045	1,0	1,816
Средний радиус пор R, Å	86	80,0	141
Средний диаметр частиц $d_{ср}$,мкм	12,6	2,28	4,764
Адсорбционный потенциал A, Дж/г	12,2	12	14

Из данных таблицы следует, что после двустадийной газофазной реконструкции поверхности наноалмазных порошков по описанной схеме удельная площадь поверхности порошков и их адсорбционный потенциал несколько увеличились, а также в 1,7 раза увеличился объем пор. Аналогичные результаты получили после обработки нанопорошков алмаза марки АСУД 80. Если удельная площадь поверхности исходного нанопорошка алмаза марки АСУД 80 составляла 265 м^2/г, то после двустадийной газофазной реконструкции поверхности наноалмазных порошковсоставила 301 м^2/г. При этом объем пор увеличился 1,5 раза. Таким образом, получили нанопорошки алмаза с более развитой поверхностью.

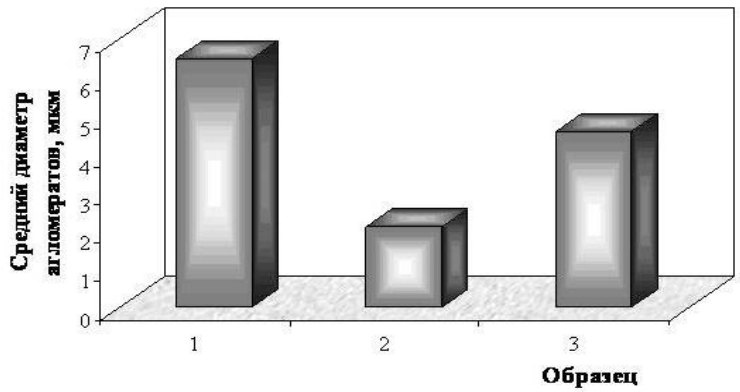


Рис. 3. Диаграмма средних диаметров частиц нанопорошков алмазаразличных образцов

Значения среднего диаметра частиц нанопорошков алмаза образцов 1–3 сопоставлены на рис. 3.

Из данных рис. 3 следует, что средний диаметр частиц нанопорошков алмаза после двустадийной газофазной реконструкции поверхности нанопорошков алмаза уменьшается.

Из нанопорошков алмаза АСУД 99 (образец 3) изготовили водную суспензию концентрацией 0,64% и объемом 250 мл. Исследовали седиментационную устойчивость этой суспензии во времени. В течение часа дважды выделился осадок, после чего суспензия приобрела устойчивость.

В осадках и готовой суспензии определили распределение агломератов алмазных частиц и их средний диаметр. Средний диаметр агломератов первого осадка составил 12,509 мкм, второго – 5,171 мкм, а готовой суспензии – 0,373 мкм.

Таким образом, после двустадийной температурной обработки в результате графитизации неалмазного углерода и последующего окисления в воздушной среде получили агломераты частиц нанопорошков алмаза со средним размером $d_{ср}$ = 0,403 мкм, что

более чем в 5 раз меньше по сравнению со средним размером исходных порошков ($d_{ср}$ = 2,288 мкм), а также устойчивые суспензии нанопорошков алмаза. Полученные суспензии переданы на кафедру экологии и технологии растительных полимеров Киевского политехнического института для изготовления фильтров.

Выводы

Изучено влияние графитизации поверхности нанопорошков алмаза в среде Ar при температуре 1000 °С с последующим окислением углерода кислородом в воздушной среде при температуре 450 °С на структуру и химическую однородность поверхностного слоя наноалмазов. Установлено, что в результате такой обработки удельная площадь поверхности нанопорошков алмаза увеличивается вследствие увеличения пористости слоя углерода sp^2-гибридизации и увеличения стабильности водных суспензий на их основе.

Наведені результати реконструкції поверхні нанопорошків алмазу марок АСУД 99 і АСУД 80. Показано, що в результаті такого оброблення питома площа поверхні нанопорошків алмазу збільшується в наслідок підвищення пористості шару вуглецю sp^2-гібридизації, що сприяє підвищенню стабільності водних суспензій на їх основі.

Ключові слова: *нанопорошки алмазу, адсорбційно-структурні характеристики, питома площа поверхні, об'єм пор, пористість.*

The results of reconstruction a surface nanopowders of diamond of the ASUD 99 and ASUD 80 brands are provided in the article. It is shown that as a result of such processing the specific surface area of nanopowders of diamond increases at the expense of increase in porosity of a layer of carbon of sp^2-hybridization and that promotes increase in stability of water suspensions on their basis.

Key words: *diamond nanopowders, adsorption and structural characteristics, specific surface area, volume of pores, porosity.*

Литература

1. Даниленко В. В. Синтез и спекание алмаза взрывом/ В.В. Даниленко. – М.: Энергоатомиздат, 2003. – 272 с.
2. Новиков Н. В., Богатырева Г. П., Волошин М. Н Детонационные алмазы в Украине // Физика твердого тела. –2004 . – Т. 46. – № 4. – С. 585 – 591.
3. Новиков Н. В., Богатырева Г. П. Наноалмазы статического и детонационного синтеза и перспективы их применения // Сверхтвердые матер. – 2008. – № 2. – С. 3 – 12.
4. Наноалмазы: синтез, свойства, применение/ Н. В. Новиков, В. В. Даниленко, Г. П. Богатырева, В. И. Падалко // Труды международной Академии Контенант. – М.: КОНТЕНАНТ, 2010. – С. 4–22.
5. Олейник Г. С., Бочечка А. А. К механизму формирования наночастиц алмаза детонационного синтеза, получаемого из продуктов разложения взрывчатых веществ // Сверхтвердые матер. – 2008. – № 3. – С. 3 – 30.
6. Сорбционные свойства пористого дисперсного алмаза / И. И. Кулакова, В. В. Корольков, А. В. Карпец и др. // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения. – Сб. науч. тр. – Вып. 11. – Киев: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2008 – С. 123 – 129.
7. Стаціонарні режими каталітичного окиснення сажі / В. Я. Забуга, Г. Г. Цапюк, В. Л. Бударін та ін.// Укр. хім. журн. – 2004. – Т. 70. №3 – С. 32 – 35.

Поступила 13.06.14

УДК 621.921.343

В. Г. Полторацкий; **А. Н. Панова**, канд. техн. наук, **В. А. Билоченко**;
А. А. Бочечка, д-р техн. наук, **М. А. Маринич**, канд. хим. наук;
Г. С. Грищенко, О. В. Лещенко

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

ИССЛЕДОВАНИЕ СОСТАВА ГАЗА И УГЛЕРОДНОЙ СВЯЗКИ В ПРОЦЕССЕ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОГО СИНТЕЗА КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

В процессе физико-химического синтеза при низких параметрах p–T исследован состав газа и углеродной связки синтезируемых компактов на основе смеси: алмаз АС6 – кубический нитрид бора КМ 3/2. Установлено, что при физико-химическом синтезе с использованием метана происходит разложение метана до углерода, ацетилена и водорода. Выделяющийся при этом углерод состоит из аморфного углерода, пирографита и углеродных нанотрубок. Показана зависимость содержания ацетилена в смеси газов от продолжительности процесса синтеза.

***Ключевые слова**: физико-химический синтез, углеродные материалы, метан.*

Образование структурированной углеродной связки в процессе получения сверхтвердых алмазосодержащих композиционных материалов при низком давлении рабочей среды $1.5 \cdot 10^4$ – $5.1 \cdot 10^4$ Па в интервале температур 900 – 1500 К вследствие разложения углеродсодержащих газов является новым направлением создания материалов со свойствами поликристаллов и композитов. Композиционные материалы, синтезированные при пониженных *p, T* – параметрах, имеют повышенные значения некоторых свойств, например, таких как термостабильность и термостойкость [1].

В процессе физико-химического синтеза композиционных углеродсодержащих материалов с использованием CH_4 метан разлагается и выделяется углерод. Такой процесс является многостадийным, может осуществляться по разным схемам с образованием различных газообразных продуктов. Исследуя состав газов, образующихся при физико-химическом синтезе, можно получить представление о реакциях разложения метана и составить приблизительный баланс количества поступающего метана и выделяющегося углерода, осаждаемого на образцах, а также других соединений, образующихся из CH_4 в установке синтеза. Полученные данные можно использовать для определения оптимальных условий образования компактов с заданной степенью заполнения пор и заданными физико-механическими свойствами.

Методика исследования

Анализ газов, выделяющихся в процессе физико-химического синтеза, проводили путем отбора проб при синтезе компакта из смеси алмаза и кубонита – АС6 + КМ3/2 в установке, описанной в работе [2], при следующих условиях: давление метана – $5{,}1 \cdot 10^4$ Па, расход метана – $4{,}7 \cdot 10^{-5}$ м^3/с, вакуум – 10^{-4} мм рт. ст., продолжительность подачи метана – 1 ч, температура – 1523 К. На разных стадиях синтеза пробы газов отбирали на выходе из реактора и вводили в пробоотборник хроматографа ЛХМ-80. Условия работы хроматографа описаны в [2].

Результаты исследования и их обсуждение

При нагревании спрессованных компактов в вакууме на хромато-граммах проб газа были отмечены пики воздуха (время удерживания – 56 с). После введения в систему CH_4 наблюдались пики (время удерживания – 35с), предположительно, ацетилен C_2H_2 (рис. 1).

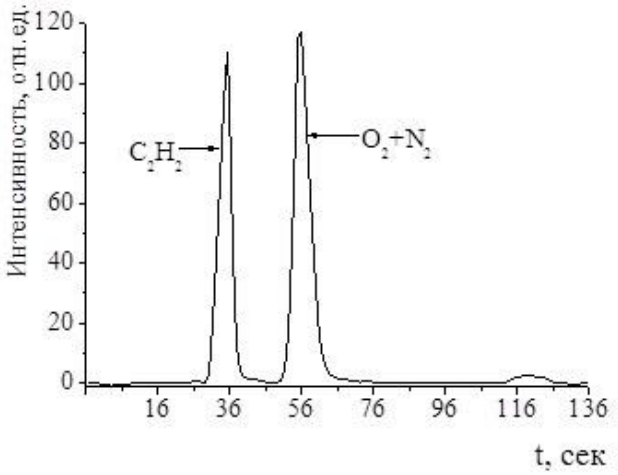


Рис. 1. Хроматограмма пробы газов, отобранной на выходе из реактора установки

Для идентификации данного пика был получен ацетилен реакцией карбида кальция CaC_2 с водой:

$$CaC_2 + 2H_2O = Ca(OH)_2 + C_2H_2$$

Пробы выделяемого газа, который представляет собой смесь ацетилена и воздуха, вводили в хроматограф. На хроматограмме (рис. 2) виден пик ацетилена (время удерживания – 35 с) перед основным пиком воздуха. Таким образом, это подтверждает выделение ацетилена при нагревании компактов в среде метана.

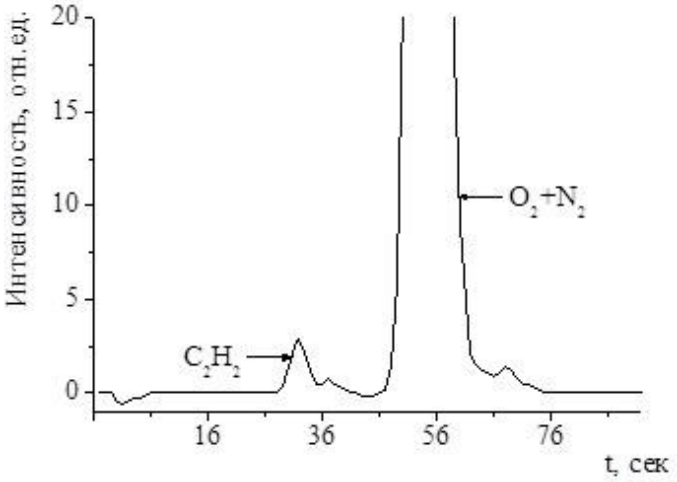


Рис. 2. Хроматограмма пробы газа, полученного при реакции карбида кальция с ацетиленом

На хроматограммах проб, отобранных в процессе синтеза (рис. 1), пики CH_4 не отмечены (время удерживания – 97 с). Этот факт указывает на то, что в процессе синтеза метан почти полностью разлагается и в отходящих газах содержатся только ацетилен, кислород, азот и водород.

Зависимость содержания ацетилена, рассчитанная по площади пиков на хроматограммах смеси газов после синтеза, от времени с начала процесса синтеза показана на рис. 3.

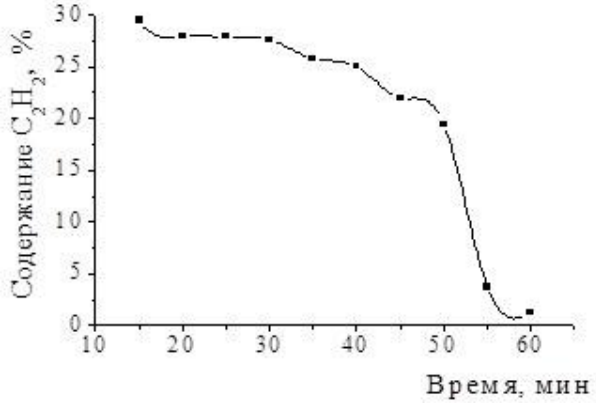


Рис. 3. Содержание ацетилена в выходящих газах при синтезе компактов из смеси АС6 – КМ 3/2

После прекращения подачи метана содержание C_2H_2 резко снижается.

Из полученных данных следует, что во время подачи метана в рабочий объем установки происходит разложение метана до углерода, ацетилена и водорода. Углерод осаждается на образцах и служит связкой в образующихся компактах. Метан разлагается полностью и в отходящих газах не содержится.

Таким образом, в процессе физико-химического синтеза метан разлагается по схеме Касселя [3], т. е. при пиролизе метана углерод высвобождается при последовательном дегидрировании исходного вещества и на конечных стадиях пиролиза метана образуется ацетилен и выделяются углерод и водород.

С учетом данных о расходе и времени подачи метана, было рассчитано содержание углерода в подаваемом объеме CH_4 (169 л), которое составило 90 г. Углерод осаждается на компактах в виде углеродной связки.

Полученные компакты обладают большой адсорбционной способностью, что позволяет использовать эти материалы в качестве накопителей водорода [4].

Содержание углеродной составляющей в композиционном материале оценивали путем растворения углерода смесью хромового ангидрида CrO_3 и серной кислоты H_2SO_4 по реакции

$$3C + 2CrO_3 + 3H_2SO_4 \rightarrow Cr_2(SO_4)_3 + 3CO + 3H_2O$$

Массовая доля углеродной составляющей в образцах композитов, синтезированных на основе шлифпорошка алмаза АС6 и микропорошков cBN зернистостью 3/2, 3/1, 2/1 и 1/0, составляет 10-15 %**.** Необходимо отметить, что в композитах, синтезированных только на основе порошков cBN, обнаружено наличие двух углеродных фаз, одна из которых растворима в смеси CrO_3 + H_2SO_4, а вторая – химически стойкая. Это позволило предположить, что первая фаза состоит из аморфного углерода, а вторая относится к стойким составляющим – углеродным нитям, углеродным нанотрубкам, глобулам.

Выводы

При физико-химическом синтезе метан разлагается до углерода, ацетилена и водорода. Выделяющийся углерод состоит из аморфного углерода, углеродных нитей, нанотрубок и глобул.

Композиционные материалы, структурированные углеродом, можно использовать, как в шлифовальном инструменте, пастах, так и в качестве накопителей водорода.

В процесі фізико-хімічного синтезу при низьких параметрах p – T досліджено склад газу та вуглецевої зв'язки компактів, що синтезуються на основі суміші: алмаз АС6 – кубічний нітрид бору КМ 3/2. Встановлено, що при фізико-хімічному синтезі з використанням метану відбувається розкладання метану до вуглецю, ацетилену та водню. Вуглець, що виділяється, складається з аморфного вуглецю, піrографіту і вуглецевих нанотрубок. Показано залежність вмісту ацетилену в суміші газів від тривалості процесу синтезу.

***Ключові слова**: фізико-хімічний синтез, вуглецеві матеріали, метан.*

During the physical-chemical synthesis at low p – T parameters the chemical composition of gas and carbon binder of compacts synthesized from diamond AC6 and cubic boron nitride KM 3/2 mixture was studied. It is ascertained that during physical-chemical synthesis using methane the one decomposes to carbon, acetylene and hydrogen. Released carbon consists of amorphous carbon, pyrolytic graphite and carbon nanotubes. The dependence of acetylene content in the gas mixture on the duration the synthesis process is presented.

***Key words**: physical-chemical synthesis, carbon materials, methane.*

Литература

1. Пат. на корисну модель № 63614 Україна МПК С 01 В 31/06. Спосіб виготовлення інструментального композиційного надтвердого матеріалу // В. Г. Полторацький, Г. П. Богатирьова, Г. С. Грищенко та ін. – Опубл. 10.10.11; Бюл. № 2.
2. Изучение термостойкости и абразивных свойств шлифпорошков из композиционных материалов, полученных при низких давлениях, на основе cBN и синтетических алмазов с углеродной связкой / В. Г. Полторацкий, А. А. Бочечка, А. Н. Панова и др. // Породо-разрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: ИСМ им.В.Н.Бакуля НАН Украины, 2013. – Вып. 16. – С. 295–300.
3. Конструкционные материалы на основе графита: Сб. тр. – М.: Металлургия, 1967. – № 3. – С. 96–103.
4. Электрохимические свойства композиционных алмазно-углеродных материалов / Н. В. Новиков, Г. П. Богатырева, М. А. Маринич и др. // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: ИСМ им.В.Н.Бакуля НАН Украины, 2004. – Вып. 7. – С. 203–208.

Поступила 28.05.2014.

УДК 620.22 : 669.018.25

А. Ф. Лисовский, Н. А. Бондаренко, В. А. Мечник, доктора технических наук;
С. А. Давиденко, инженер[1]; **О.Э. Багиров**, канд. техн. наук[2]

[1]Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля, г. Киев
[2]SOCAR-AQSLLC, г. Баку, Азербайджан

ТЕРМОДИНАМИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ СИЛИЦИДОВ ПЕРЕХОДНЫХ МЕТАЛЛОВ С КОМПОЗИЦИЕЙ АЛМАЗ –Fe–Ni–Cu–Sn

Изучено взаимодействие силицидов $CoSi_2$, $NiSi_2$, $CrSi_2$ с композицией алмаз–Fe–Ni–Cu–Sn. Показано, что в композиции алмаз–Fe–Ni–Cu–Sn, формируются следующие стабильные фазы: CoSi, NiSi, FeSi, SiC, CrSi, Cr_3C_2, Cr_7C_3. Для легирования композиции алмаз–Fe–Ni–Cu–Snрекомендуется использовать силициды $CoSi_2$, $NiSi_2$, $CrSi_2$.

***Ключевые слова**: композиция алмаз–Fe–Ni–Cu–Sn, силициды $CoSi_2$, $NiSi_2$, $CrSi_2$.*

Введение

Композиционный алмазосодержащий материал алмаз–Fe–Ni–Cu–Sn

(далее КАМ), состоит из кристаллов алмаза размером 315–400 мкм, находящихся в металлической матрице Fe–Ni–Cu–Sn. Это материал широко применяют в инструменте для обработки природного камня и строительных материалов. Работоспособность инструмента определяется стойкостью к износу алмазных кристаллов и металлической матрицы [1; 2]. Металлическая матрица должна прочно удерживать кристаллы алмаза, непосредственно взаимодействующие с обрабатываемым материалом. В инструменте важно обеспечить определенное соотношение износостойкости кристаллов алмаза и матрицы, чтобы в процессе износа матрицы открывались и вступали в работу новые кристаллы алмаза.

Композиционные материалы алмаз–Fe–Ni–Cu–Sn в промышленных условиях изготовляют спеканием в свободном состоянии в течение 60–90 мин с последующим

горячим прессованием, а также непосредственно горячим прессованием с увеличением температуры от 298 до 1150 К и давления до 40 МПа в течение 12–15 мин [3]. В период горячего прессования при температуре 505 К олово плавится, обеспечивая хорошее скольжение и усадку твердых частиц. В дальнейшем жидкое олово образует станиды железа, никеля и меди. При температуре 1000–1150 К уплотнение КАМ завершается по механизму твердофазного спекания.

В период спекания на поверхности кристалла алмаза образуется графитовый слой, вследствие чего ухудшается удержание кристаллов алмаза матрицей. Для улучшения удержания алмазных частиц в КАМ вводят химические элементы с высоким сродством к углероду [3; 4]. Образуя карбиды, эти элементы уничтожают графитовый слой на поверхности кристаллов алмаза, в результате чего усиливается их удержание матрицей. По нашему мнению для дальнейшего повышения работоспособности КАМ необходимо обеспечить высокую адгезию кристаллов алмаза и матрицы при одновременном дисперсионном упрочнении Fe–Ni–Cu–Sn матрицы. Это достигается путем введения в композицию алмаз–Fe–Ni–Cu–Sn соединений, неустойчивых в КАМ, которые при взаимодействии с компонентами композиции алмаз–Fe–Ni–Cu–Sn образуют устойчивые карбидные и другие дисперсные фазы в объеме матрицы. В результате предварительных исследований было установлено, что такими соединениями для композиции алмаз–Fe–Ni–Cu–Sn являются силициды переходных металлов.

Цель настоящей работы – с помощью термодинамического метода, обосновать эффективность применения силицидов переходных металлов в композиции алмаз–Fe–Ni–Cu–Sn для решения сформулированной выше проблемы.

Методика исследования

Термодинамическое исследование осуществляли по методике, изложенной в [5]. Переходные металлы разделили на две группы. К первой группе отнесли металлы, которые в стандартных условиях не образуют карбидов, например Cu, Co, In, Re, Ru, ко второй – металлы, образующие карбиды, например Ti, Zr, V, Nb, Ta, Cr, Mo. Исследовали силициды металлов обеих групп, для которых наиболее надежны термодинамические характеристики $CoSi_2$, $NiSi_2$, $CrSi_2$ [6–11].

При взаимодействии силицидов $CoSi_2$, $NiSi_2$, $CrSi_2$ с композицией алмаз–Fe–Ni–Cu–Sn возможно образование новых карбидных и силицидных фаз. Возможность образования новых фаз оценивали по изменению свободной энергии Гиббса (ΔG). Значение ΔG реакций определяют с помощью приближенного энтропийного метода и точных методов М. И. Темкина – Л. А. Шварцмана и Л. П. Владимирова [5]. В отличие от энтропийного методы М. И. Темкина – Л. А. Шварцмана, а также Л. П. Владимирова учитывают влияние теплоемкости соединений на изменение свободной энергии Гиббса. Точные методы целесообразно применять для реакций, в результате которых появляются или исчезают газообразные и/или жидкие фазы.

В настоящей работе использовали энтропийный метод. Этот выбор обусловливался тем, что рассматривали только твердофазные реакции при температуре 1000 К. Результаты сопоставительного анализа примененного и точных методов показали, что расхождения значений изменения свободной энергии Гиббса не превышают 5%, т.е. находятся в пределах погрешностей экспериментальных значений стандартной энтальпии (ΔH°_{298}) и энтропии (S°_{298}) для силицидов переходных металлов. Кроме того, для некоторых силицидов переходных металлов зависимости изменения теплоемкости от температуры отсутствуют.

Изменение свободной энергии Гиббса рассчитывали по формуле

$$\Delta G_T^\circ = \Delta H_{298}^\circ - T\Delta S_{298}^\circ,$$

где T – температура, К.

Термодинамические исследования осуществляли для систем C–Fe–Ni–Cu–Sn+$NiSi_2$, C–Fe–Ni–Cu–Sn+$CoSi_2$, C–Fe–Ni–Cu–Sn+$CrSi_2$. Оценивали взаимодействие вводимых силицидов металлов с углеродом графитового слоя, железом и никелем. В результате предварительных расчетов установили, что медь и олово не взаимодействуют с силицидами $CoSi_2$, $NiSi_2$, $CrSi_2$. Изменение свободной энергии Гиббса рассчитывали для реакций, протекающих при температуре 1000 К. При этой температуре все взаимодействующие фазы находятся в твердом состоянии.

Результаты исследования и их обсуждение

Результаты исследования, приведенные в табл. 1, показали, что в системе C–Fe–Ni–Cu–Sn дисилицид кобальта $CoSi_2$ является неустойчивым соединением. При взаимодействии $CoSi_2$ с углеродом, железом и никелем образуются стабильные фазы SiC, CoSi, NiSi, FeSi. Образование SiC свидетельствует о том, что в зоне контакта $CoSi_2$ и графита последний связывается в карбид кремния, что способствует уничтожению прослойки графита в этой зоне. В местах контакта $CoSi_2$ с железом и никелем образуются новые фазы CoSi, FeSi и NiSi. Если в матрицу Fe–Ni–Cu–Sn вводить $CoSi_2$ в виде ультрадисперсных частиц, образовавшиеся новые фазы будут способствовать дисперсному упрочнению матрицы.

Таблица 1. **Изменение свободной энергии Гиббса при взаимодействии $CoSi_2$ с композицией алмаз–Fe–Ni–Cu–Sn**

Реакция	ΔG, кДж/моль, при 1000 К	Реакция с позиции термодинамики
$C + CoSi_2 = CoSi + SiC$	–43,9	Разрешена
$C + CoSi = Co + SiC$	55,6	Запрещена
$Ni + CoSi_2 = NiSi + CoSi$	–89.7	Разрешена
$Ni + CoSi_2 = NiSi_2 + Co$	53,8	Запрещена
$Ni + CoSi = NiSi + Co$	13,4	Запрещена
$Fe + 2CoSi_2 = FeSi_2 + 2CoSi$	–76,9	Разрешена
$Fe + CoSi_2 = FeSi_2 + Co$	31,3	Запрещена
$Fe + CoSi_2 = FeSi + CoSi$	–86,2	Разрешена
$3Fe + CoSi_2 = Fe_3Si + CoSi$	–76,6	Разрешена
$Fe + 2CoSi = FeSi_2 + 2Co$	128,2	Запрещена
$Fe + CoSi = FeSi + Co$	15,0	Запрещена
$3Fe + CoSi = Fe_3Si + Co$	12,6	Запрещена
$4C + 3FeSi = Fe_3C + 3SiC$	151,0	Запрещена
$Fe + FeSi_2 = 2FeSi$	–97,9	Разрешена
$FeSi + Ni = NiSi + Fe$	~0	Маловероятна

В системе C–Fe–Ni–Cu–Sn + $NiSi_2$ дисилицид никеля $NiSi_2$ является неустойчивой фазой. В результате его взаимодействия с графитом образуются стабильные фазы NiSi и SiC, при взаимодействии с железом – фазы FeSi и Fe_3Si (табл. 2). Новые образовавшиеся фазы влияют на структуру композиции алмаз–Fe–Ni–Cu–Sn так же, как описанные ранее фазы, образованные при взаимодействии $CoSi_2$ с компонентами композиции алмаз–Fe–Ni–Cu–Sn. В системе C–Fe–Ni–Cu–Sn +$CrSi_2$ дисилицид хрома $CrSi_2$ является неустойчивой фазой. При его взаимодействии с графитом, железом и никелем образуются стабильные фазы SiC,

Cr_3C_2, Cr_7C_3, CrSi, FeSi, Fe_3Si, NiSi (табл. 3). Введение в композицию алмаз–Fe–Ni–Cu–Sn дисилицида хрома позволяет активнее воздействовать на графитовый слой, образующийся на поверхности кристаллов алмаза. Силициды CrSi, FeSi, Fe_3Si, NiSi являются дисперсно упрочняющими фазами относительно матрицы композиции.

Таблица 2. **Изменение свободной энергии Гиббса при взаимодействии $NiSi_2$ с композицией алмаз–Fe–Ni–Cu–Sn**

Реакция	ΔG, кДж/моль, при 1000 К	Реакция с позиции термодинамики
$C + NiSi_2 = NiSi + SiC$	–44,2	Разрешена
$C + NiSi = Ni + SiC$	40,1	Запрещена
$Ni + NiSi_2 = 2NiSi$	–83,7	Разрешена
$Fe + NiSi_2 = FeSi_2 + Ni$	~0	Маловероятна
$3Fe + NiSi_2 = Fe_3Si + NiSi$	–92,0	Разрешена
$Fe + NiSi_2 = FeSi + NiSi$	–86,8	Разрешена
$Fe + NiSi = FeSi + Ni$	~0	Маловероятна
$3Fe + NiSi = Fe_3Si + Ni$	–5,2	Маловероятна

Таблица 3. **Изменение свободной энергии Гиббса при взаимодействии $CrSi_2$ с композицией алмаз–Fe–Ni–Cu–Sn**

Реакция	ΔG, кДж/моль, при 1000 К	Реакция с позиции термодинамики
$C + CrSi_2 = CrSi + SiC$	–30,6	Разрешена
$8C + 3CrSi_2 = Cr_3C_2 + 6SiC$	–79,9	Разрешена
$5C + 3CrSi = Cr_3C_2 + 3SiC$	–4,9	Маловероятна
$17C + 7CrSi_2 = Cr_7C_3 + 14SiC$	–155,1	Разрешена
$10C + 7CrSi = Cr_7C_3 + 7SiC$	–12,6	Разрешена
$Fe + CrSi_2 = FeSi_2 + Cr$	16,7	Запрещена
$Fe + CrSi_2 = FeSi + CrSi$	–63,6	Разрешена
$3Fe + CrSi_2 = Fe_3Si + CrSi$	–66,1	Разрешена
$Fe + 2CrSi = FeSi_2 + 2Cr$	47,9	Запрещена
$Fe + CrSi = FeSi + Cr$	–5,2	Маловероятна
$3Fe + CrSi = Fe_3Si + Cr$	–11,5	Разрешена
$Ni + CrSi_2 = NiSi_2 + Cr$	10,0	Запрещена
$Ni + CrSi_2 = NiSi + CrSi$	–62,8	Разрешена
$Ni + CrSi = NiSi + Cr$	–6,5	Маловероятна

В результате термодинамических исследований установили, что в композиции алмаз–Fe–Ni–Cu–Sn силициды $CoSi_2$, $NiSi_2$, $CrSi_2$ являются неустойчивыми фазами. При взаимодействии с компонентами композиции образуются устойчивые фазы SiC, CoSi, NiSi, FeSi, Fe_3Si, Cr_3C_2, Cr_7C_3. В равновесной термодинамике не приводится информации о кинетике и механизмах протекающих в системе процессов, в этой связи ответить на вопрос, действительно ли в композиции алмаз–Fe–Ni–Cu–Sn при температуре 1000 К образуются стабильные фазы и с какой скоростью этот процесс протекает, можно только в результате экспериментального исследования. Рассмотренные реакции относятся к твердофазным. Твердофазные реакции протекают на межфазных поверхностях и, как правило, имеют высокую энергию активации. Чтобы интенсифицировать протекание этих реакций,

необходимо снизить энергию активации и увеличить площадь взаимодействующих межфазных поверхностей. Это можно достичь путем применения нанодисперсных порошков силицидов переходных металлов. Поверхность нанодисперсных порошков высокоразвитая. Удельная площадь поверхности нанопорошков более чем в 1000 раз превышает удельную площадь микродисперсных порошков. Химический потенциал компонентов нанодисперсных порошков превышает химический потенциал микродисперсных порошков [12], что также способствует протеканию рассмотренных реакций.

Выводы

В композиции алмаз–Fe–Ni–Cu–Sn силициды $CoSi_2$, $NiSi_2$, $CrSi_2$ неустойчивы. При взаимодействии с компонентами композиции образуются устойчивые соединения SiC, CoSi, NiSi, FeSi, Fe_3Si, Cr_3C_2, Cr_7C_3. Образование карбидов кремния и хрома способствует удалению графита с поверхности кристаллов алмаза. Силициды CoSi, NiSi, FeSi играют роль дисперсно упрочняющих фаз. В композицию алмаз–Fe–Ni–Cu–Sn силициды $CoSi_2$, $NiSi_2$, $CrSi_2$ целесообразно вводить в виде нанодисперсных порошков.

Вивчено взаємодію силіцидів $CoSi_2$, $NiSi_2$, $CrSi_2$ з композицією алмаз-Fe–Ni–Cu–Sn. Доведено, що в композиції алмаз–Fe–Ni–Cu–Sn формуються наступні стабільні фази: CoSi, NiSi, FeSi, SiC, CrSi, Cr_3C_2, Cr_7C_3. Для легування композиції алмаз–Fe–Ni–Cu–Sn рекомендується використовувати силіциди $CoSi_2$, $NiSi_2$, $CrSi_2$.

Ключові слова: композиція алмаз-Fe-Ni-Cu-Sn, силіциди $CoSi_2$, $NiSi_2$, $CrSi_2$.

Interaction of silicides $CoSi_2$, $NiSi_2$, $CrSi_2$ with a composition Diamond–Fe–Ni–Cu–Sn is studied. Proved, that in a composition Diamond–Fe–Ni–Cu–Sn following stable phases CoSi, NiSi, FeSi, SiC, CrSi, Cr_3C_2, Cr_7C_3 are formed. It is recommended to use silicides $CoSi_2$, $NiSi_2$, $CrSi_2$ for alloying of a composition Diamond–Fe–Ni–Cu–Sn.

***Key words**: Composition Diamond–Fe–Ni–Cu–Sn, silicides $CoSi_2$, $NiSi_2$, $CrSi_2$.*

Литература

1. Температурное поле и износ неоднородного алмазного круга при конвективном теплообмене. Ч. 1 / В. А. Александров, А. Н. Жуковский, В. А. Мечник // Трение и износ. – 1994. – Т. 15. – № 1. – С. 27–35.
2. Температурное поле и износ неоднородного алмазного круга при конвективном теплообмене. Ч. 2 / А. Александров, А. Н. Жуковский, В. А. Мечник // Трение и износ. – 1994. – Т. 15 – № 2. – С. 196–201.
3. Основы создания алмазосодержащих композиционных материалов для породоразрушающих инструментов / Н .А. Бондаренко, А. Н. Жуковский, В. А. Мечник; под ред. Н .В. Новикова. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2008. – 456 с.
4. Прочность алмазометаллического контакта и пайка алмазов / Ю. В. Найдич, В. П. Уманский, И. А. Лавриненко – К.: Наук. думка. – 1988. – 136 с.
5. Термодинамическое исследование легирования композиции алмаз–WC–Co силицидами переходных металлов / А. Ф. Лисовский, Н. А. Бондаренко // Сверхтвердые матер. – 2012. – № 4. – С. 33–37.
6. А. Н. Крестовников, Л. П. Владимиров, Б. С. Гуляницкий, А. Я. Фишер. Справочник по расчетам равновесий металлургических реакций. – М.: Металлургиздат, 1963. – 410 с.
7. Термодинамические свойства индивидуальных веществ // под ред. В.П. Глушко. – М.: Наука, 1978–1979.

8. Тугоплавкие соединения. Справочник / В. Г. Самсонов, И.М. Винницкий – М.: Металлургия, 1976. – 560 с.
9. Основные термодинамические константы неорганических и органических веществ / М. Х. Карапетянц, М. Л. Карапетянц – М.: Химия, 1968. – 470 с.
10. Термодинамические свойства веществ. Справочник / В.А. Рябин, М. А. Остроумов, Т. Ф. Свит. – М.: Химия, 1977. – 389 с.
11. Термодинамические свойства индивидуальных веществ. / Л. В. Гуревич, И. В. Вейц, В.А. Медведев и др. – М. : Наука, 1982. – 560 с.
12. Кластеры и малые частицы / Ю. И. Петров – М.: Наука, 1986. – 367 с.

Поступила 01.04.14

УДК 621.9:539.89

В. И. Лавриненко, д-р техн. наук; **Г. Д. Ильницкая, В. В. Смоквина,** кандидаты технических наук; **И. Н. Зайцева, Е. Ф. Кузьменко**

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

ИССЛЕДОВАНИЕ МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ АЛМАЗОВ СИСТЕМЫ Ni–Mn–C КАК ФАКТОРА, ВЛИЯЮЩЕГО НА ИЗНОСОСТОЙКОСТЬ АЛМАЗНЫХ КРУГОВ

Рассмотрены вопросы повышения эффективности шлифовального инструмента, оснащенного алмазами, синтезированными в системе Ni–Mn–C. На примере шлифпорошков алмазов зернистостью 160/125 показана прочность порошков алмазов с высокой удельной магнитной восприимчивостью, которая в 1,2 раза превышает прочность порошков алмаза, выделенных в немагнитный продукт. Установлено, что в шлифпорошках алмазов зернистостью 160/125 элементы сплава-растворителя во включениях преобладают и составляют 77,4% общего содержания включений в порошках алмаза немагнитной фракции, а в магнитной фракции (первая магнитная) несколько выше и составляют 94,5%. Определено, что с увеличением на порядок удельной магнитной восприимчивости алмазов существенно повышается прочность зерен при термообработке и почти в два раза износостойкость алмазных кругов.

***Ключевые слова**: синтетический алмаз, удельная магнитная восприимчивость, износостойкость, шлифовальный круг.*

Введение

В промышленности при обработке изделий из твердого сплава, керамики, стекла и других хрупких материалов широко применяют порошки синтетического алмаза марок АС4 и АС6. Алмаз при синтезе в системе *Ме*–С получают в специальных аппаратах при высоких *р, Т* условиях. Синтез порошков алмаза марок АС4 и АС6, как правило, непродолжительный и осуществляется при высокой скорости роста. Чаще всего растущий кристалл алмаза захватывает все побочные фазы, находящиеся в реакционной камере. Включения и примеси внутри кристалла алмаза становятся объемными дефектами и существенно влияют на эксплуатационные свойства изготовленного из них инструмента [1; 2]. Результаты выполненных ранее исследований показали, что предварительная термическая обработка шлифпорошков алмаза способствует повышению износостойкости шлифовального инструмента [3; 4].

Цель настоящей работы – исследовать возможность повышения эффективности шлифовального инструмента.

Методика исследования

Исследовали порошки алмаза, полученные в системе Ni–Mn–C. Порошки алмазов дробили для устранения двойников, друз, слабых и дефектных зерен, затем рассевали по зернистостям. Полученные алмазы зернистостью 160/125, 125/100 и 100/80 разделяли в магнитном поле различной напряженности на магнитные фракции с разной удельной магнитной восприимчивостью и различным содержанием внутрикристаллических примесей и включений. Алмазы зернистостью 160/125 после разделения в магнитном поле (магнитные и немагнитная фракции) термообрабатывали в инертной среде при температуре 800 ºС.

С помощью растровой электронной микроскопии (РЭМ) оценивали содержание в алмазах с различной магнитной восприимчивостью примеси и включения, их элементный состав. Прочность шлифпорошков алмаза (P, Н) в виде разрушающей нагрузки при статическом сжатии определяли по методике ДСТУ 3292 [5]. Магнитную восприимчивость измеряли по методике, разработанной в ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины ($\chi \cdot 10^{-8}$, м^3/кг) [6].

Шлифпорошки алмаза зернистостью 125/100 после термической обработки использовали для изготовления шлифовальных кругов. При работе этих кругов исследовали эксплуатационные показатели работоспособности: удельный расход алмазов (q_p) (износостойкость кругов) и шероховатость обработанной поверхности R_a, которые определяли по методике, приведенной в [7].

Результаты исследования и их обсуждение

В результате исследования алмазы, полученные в системе Ni–Mn–C, разделились по крупности на узкие зернистостью от –40 до 250/200 мкм. Зерна алмаза сконцентрировались преимущественно в порошках зернистостью 63/50–160/125 (рис. 1).

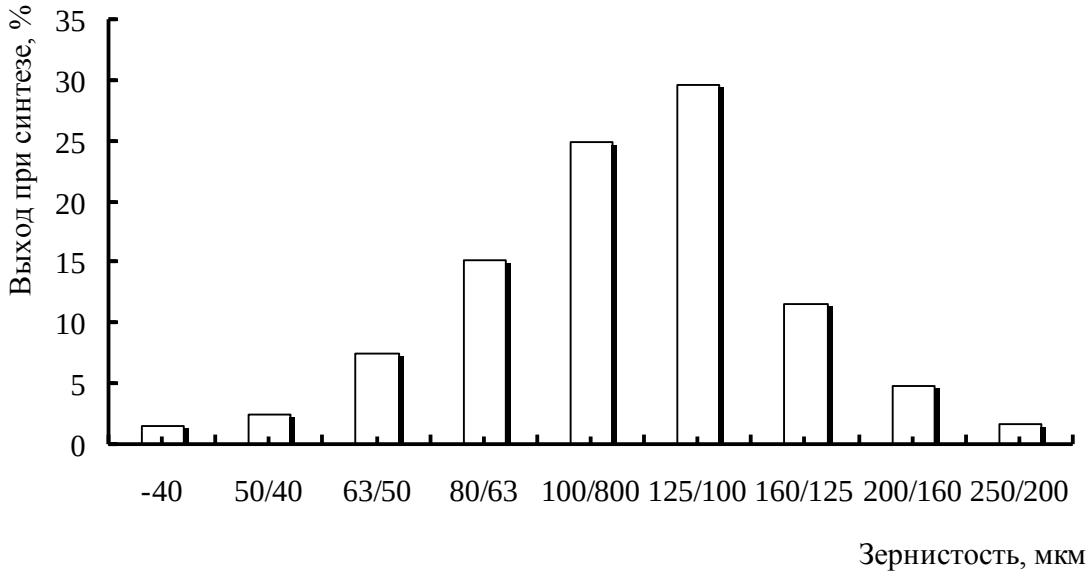


Рис. 1. Распределение порошков алмаза, полученных в системе Ni–Mn–C, по зернистости.

Измеряли прочность, удельную магнитную восприимчивость, массу каждой отдельной зернистости полученных шлифпорошков алмаза каждой зернистости. Результаты измерений приведены в табл. 1.

Из данных табл. 1 следует, что по прочности порошки алмаза всех зернистостей относятся к марке АС6 согласно ДСТУ 3292-95 [5].

Таблица 1. **Результаты рассева на узкие зернистости порошков алмаза, синтезированых в системе Ni–Mn–C**

Зернистость	Выход, %	Прочность *P*, Н	Удельная магнитная восприимчивость, $\chi \cdot 10^{-8}$, м^3/кг
+250	0,6		
250/200	1,8	9,1	29,1
200/160	4,8	8,5	25,3
160/125	11,6	7,1	20,3
125/100	29,6	6,7	17,7
100/80	24,9	6,1	16,2
80/63	15,2	5,8	14,3
63/50	7,5	5,2	10,5
50/40	2,5	4,7	6,2
-40	1,5	–	–
Итого	100,0		

Удельная магнитная восприимчивость шлифпорошков алмаза различной зернистости показана на рис. 2.

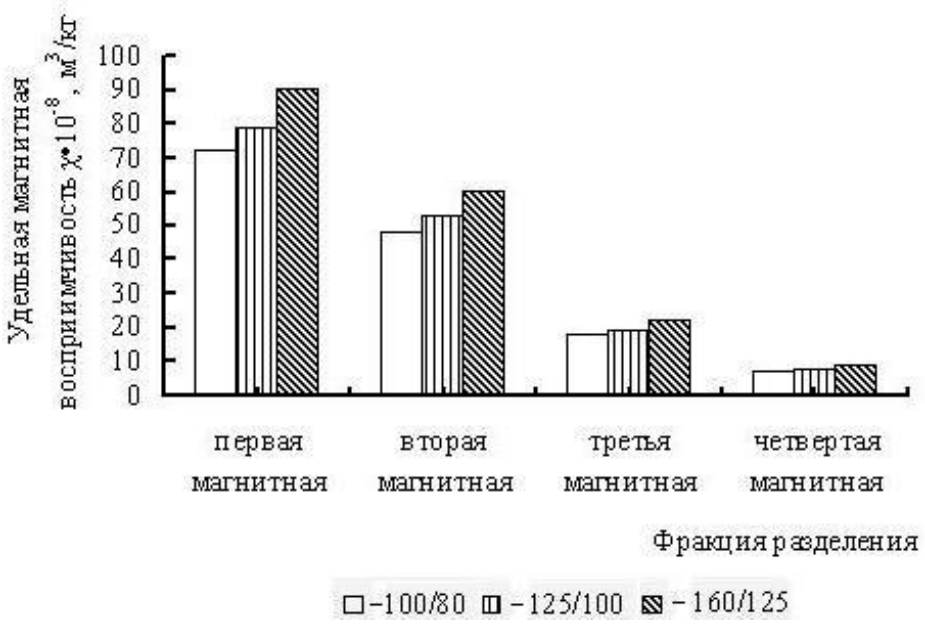


Рис. 2. Удельная магнитная восприимчивость шлифпорошков алмаза различной зернистости, синтезированных в системе Ni–Mn–C.

Результаты разделения шлифпорошков алмаза марки АС6 зернистости 160/125-100/80, синтезированных в системе *Ni–Mn–C*, в магнитном поле разной напряженности приведены в табл. 2.

В процессе изучения шлифпорошков алмаза зернистости 160/125 марки АС6 с помощью рентгенофлуоресцентного анализа определяли общий и элементный состав включений и примесей (табл. 3). Сумма всех обнаруженных элементов соответствует общему содержанию включений, а сумма элементов сплава-растворителя дает возможность

оценить их содержание в порошке алмаза. По разработанной ранее методике [8] произведен расчет магнитной восприимчивости примесей и включений ($\chi_{вкл.}$) для алмазов зернистости 160/125 магнитной и немагнитных фракций (табл. 2).

Таблица 2. **Характеристики магнитных свойств алмазов зернистостей 160/125-100/80, синтезированных в системе Ni–Mn–C.**

Зернистость	Фракция разделения	Удельная магнитная восприимчивость, $\chi \cdot 10^{-8}$, м^3/кг	
		алмаза	включений
160/125	первая магнитная	90,3	1810
	вторая магнитная	60,5	787,7
	третья магнитная	22,1	253,5
	четвертая магнитная (немагнитная)	8,8	83,6
125/100	первая магнитная	78,7	1333,3
	вторая магнитная	52,8	687,3
	третья магнитная	19,3	218,9
	четвертая магнитная (немагнитная)	7,7	61,3
100/80	первая магнитная	72,1	911,3
	вторая магнитная	48,3	445,5
	третья магнитная	17,6	128,6
	четвертая магнитная (немагнитная)	7,0	48,8

Таблица 3. **Общий и элементный состав примесей и включений в магнитных фракциях шлифпорошков алмаза марки АС6 зернистостью 160/125 после разделения в магнитном поле**

Фракция разделения	Общее содержание примесей и включений, масс. %	Элементный состав примесей и включений, масс. %						
		магнитных					немагнитных	
		сумарный		сплава-растворителя Ni–Mn		Fe	сумарный	Si
		в алмазе	во включениях	в алмазе	во включениях			
первая магнитная	3,631	3,427	94,5	3,337	91,9	0,070	0,204	0,112
вторая магнитная	3,102	2,870	92,5	2,806	90,5	0,044	0,232	0,187
третья магнитная	2,643	2,357	89,2	2,340	88,5	0,011	0,286	0,255
четвертая магнитная (немагнитная)	2,569	1,014	77,9	1,569	77,4	–	0,445	0,386

Из данных табл. 2 следует, что алмазы зернистостью 160/125–100/80 магнитных и немагнитных фракций, синтезированные в системе Ni–Mn–C, различаются магнитными свойствами. Алмазы магнитной и немагнитной фракций различаются удельной магнитной восприимчивостью примерно в 10 раз.

Результаты исследования показали, что алмазы зернистостью 160/125 магнитных и немагнитных фракций, синтезированные в системе Ni–Mn–C, различаются магнитными свойствами, и содержанием в зернах алмаза примесей и включений. При этом установлено, что элементы сплава-растворителя во включениях преобладают и составляют 77,4% общего содержания включений в порошках алмаза немагнитной фракции, а в магнитной фракции (первая магнитная) несколько выше и составляют 94,5%. Это обеспечивается разделением зерен алмаза в магнитном поле по содержанию в алмазе элементов сплава-растворителя.

Согласно данным табл. 3 содержание Ni в сплаве-растворителе не изменяется. Это свидетельствует о том, что в процессе синтеза сплав-растворитель захватывается во включения без расслоения.

Исходные алмазы зернистостью 160/125 и алмазы магнитных и немагнитной фракций термообрабатывали при температуре 800 ºС. Прочность и удельную магнитную восприимчивость порошков измеряли до и после термической обработки. Результаты измерений приведены в табл. 4.

Таблица 4. **Физико-механические характеристики шлифпорошков алмаза марки АС6 зернистостью 160/125 (исходные и магнитных и немагнитной фракций) после термической обработки**

Фракция разделения	Удельная магнитная восприимчивость, $\chi \cdot 10^{-8}$, м^3/кг		Прочность, Н	
	до термо-обработки	после термо-обработки	до термо-обработки	после термо-обработки
первая магнитная	90,3	127,9	7,7	8,2
вторая магнитная	60,5	93,6	–	–
третья магнитная	22,1	59,9	–	–
четвертая магнитная (немагнитная)	8,8	10,1	6,5	6,1

Из данных табл. 4 следует, что удельная магнитная восприимчивость алмазов исходных и магнитных и немагнитных фракций после термической обработки повышается. Возможно, это обусловлено фазовым состоянием включений сплава-растворителя. После разделения в магнитном поле прочность алмазов магнитной фракции повышается в 1,2 раза по сравнению с прочностью немагнитной фракции. После термической обработки прочность алмазов магнитной фракции повышается с 7,7 до 8,2 Н.

Порошки алмаза марки АС6 зернистостью 160/125 (магнитных и немагнитной фракции) исходные и после термической обработки использовали для изготовления экспериментальных шлифовальных кругов на металлической связке марки М1-10 формы 12А2-45° 100х5х3х32. Полученные круги испытывали на модернизированном универсальном заточном станке модели 3В642 при шлифовании образцов твердого сплава марки ВК8 размером 63х15х7. Производительность обработки составляла 200 и 500 мм^3/мин. Исследовали износостойкость экспериментальных кругов по удельному расходу алмазов (q_p). Результаты испытания приведены в табл. 5–8.

Таблица 5. **Данные алмазной обработки твердого сплава ВК8 кругами, содержащими алмазы, выращенные в системе Ni–Mn–C (Q = 200 мм^3/хв)**

№ п/п	Шлифовальный инструмент	$\chi \cdot 10^{-8}$, м^3/кг	Удельный расход алмазов, $q_р$, мг/г
1	12A2-45° AC6 160/125 M1-10 50% (первая магнитная)	90,3	3,25
2	12A2-45° AC6 160/125 M1-10 50% (вторая магнитная)	67,1	2,8
3	12A2-45° AC6 160/125 M1-10 50% (третья магнитная)	44,4	3
4	12A2-45° AC6 160/125 M1-10 50% (четвертая немагнитная)	8,8	2,33

Таблица 6. **Данные электроэрозионной обработки твердого сплава ВК8 кругами, содержащими алмазы, выращенные в системе Ni–Mn–C (Q = 200 мм^3/хв)**

№ п/п	Шлифовальный инструмент	$\chi \cdot 10^{-8}$, м^3/кг	U, В	I, А	Удельный расход алмазов, q_p, мг/г
1	12A2-45° AC6 160/125 M1-10 50% (первая магнитная)	90,3	30	1	2,27
2	12A2-45° AC6 160/125 M1-10 50% (вторая магнитная)	67,1	30	1	3,03
3	12A2-45° AC6 160/125 M1-10 50% (третья магнитная)	44,4	30	1	3,66
4	12A2-45° AC6 160/125 M1-10 50% (четвертая немагнитная)	8,8	30	1	3,69

Таблица 7. **Данные алмазной обработки твердого сплава ВК8 кругами, содержащими алмазы, выращенные в системе Ni–Mn–C (Q = 500 мм^3/хв).**

№ п/п	Шлифовальный инструмент	$\chi \cdot 10^{-8}$, м^3/кг	Удельный расход алмазов, q_p, мг/г
1	12A2-45° AC6 160/125 M1-10 50% (первая магнитная)	90,3	3,35
2	12A2-45° AC6 160/125 M1-10 50% (вторая магнитная)	67,1	3,2
3	12A2-45° AC6 160/125 M1-10 50% (третья магнитная)	44,4	2,3
4	12A2-45° AC6 160/125 M1-10 50% (четвертая немагнитная)	8,8	2,5

Таблица 8. Данные электроэрозионной обработки твердого сплава ВК8 кругами, содержащими алмазы, выращенные в системе Ni–Mn–C (Q = 500 мм^3/хв).

№ п/п	Шлифовальный инструмент	$\chi \cdot 10^{-8}$, м^3/кг	U, В	I, А	Удельный расход алмазов, q_p, мг/г
1	12А2-45° АС6 160/125 М1-10 50% (первая магнитная)	90,3	30	1	3,9
2	12А2-45° АС6 160/125 М1-10 50% (вторая магнитная)	67,1	30	1	4,2
3	12А2-45° АС6 160/125 М1-10 50% (третья магнитная)	44,4	30	1	4,95
4	12А2-45° АС6 160/125 М1-10 50% (четвертая немагнитная)	8,8	30	1	4,4

Результаты испытания показали, что износостойкость шлифовальных кругов с использованием алмазов, синтезированных в системе Ni–Mn–C магнитных фракций значительно выше немагнитных. При этом относительный расход алмазов магнитных фракций меньше. Износостойкость кругов с алмазами первой магнитной фракции, синтезированными в системе Ni–Mn–C, по сравнению с износостойкостью кругов с алмазами немагнитной фракции выше при электроэрозионном шлифовании, а при шлифовании без дополнительной энергии износостойкость немагнитной немагнитной фракции выше первой магнитной.

Выявлено, что для алмазных зерен марки АС6, синтезированных в системе Ni–Mn–C, эффект повышения прочности зерен при тепловом воздействии срабатывает только при достаточном содержании примесей в алмазах. Магнитные алмазы системы Ni–Mn–C с большим содержанием примесей дают ощутимый эффект в повышении прочности зерен при термообработке и поскольку имеют существенную базу при термообработке для «залечивания» дефектов поверхности алмазов изменением примесного состава этой поверхности, позволяют почти в 2 раза повысить износостойкость алмазных кругов при шлифовании с дополнительной энергией.

Выводы

Шлифпорошки алмазов зернистостью 160/125, синтезированные в системе Ni–Mn–C и разделенные в магнитном поле, различаются прочностью. Прочность порошков алмазов с высокой удельной магнитной восприимчивостью приблизительно в 1,2 раза выше прочности порошков алмаза выделенных в немагнитный продукт.

Установлено, что в шлифпорошках алмазов зернистостью 160/125 элементы сплава-растворителя во включениях преобладают и составляют 77,4% общего содержания включений в порошках алмаза немагнитной фракции, а в магнитной фракции (первая магнитная) несколько выше и составляют 94,5%.

Установлено также, что с повышением на порядок удельной магнитной восприимчивости алмазов износостойкость шлифовальных кругов, оснащенных этими алмазами, повышается приблизительно в 2 раза.

Розглянуто питання підвищення ефективності шліфувального інструменту, оснащеного алмазами, синтезованими в системі Ni–Mn–C. На прикладі шліфпорошків алмазів зернистістю 160/125 показано міцність порошків алмазів з високою питомою

магнітною сприйнятністю, що в 1,2 раза перевищує міцність порошків алмазу, виділених у немагнітний продукт. Встановлено, що у шліфпорошках алмазів зернистістю 160/125 елементи сплаву-розчинника у включеннях переважають і становлять 77,4% загального вмісту включень у порошках алмазу немагнітної фракції, а в магнітній фракції (перша магнітна) дещо вищі й становлять 94,5%. Визначено, що зі збільшенням на порядок питомої магнітної сприйнятності алмазів значно підвищується міцність зерен при термообробленні та майже вдвічі зносостійкість алмазних кругів.

Ключові слова: *синтетичний алмаз, питома магнітна сприйнятність, зносостійкість, шліфувальний круг.*

This article discusses issues of increasing the efficiency of the grinding tool equipped with diamond synthesized in the system Ni–Mn–C. In the example, grinding powder of diamond grit 160/125, shows the strength of diamond powders with a high specific magnetic susceptibility approximately 1.2 times higher than the strength of the diamond powder in a non-magnetic product is isolated. It was established that the diamond grit in the grinding powder 160/125 alloy elements solvent inclusions dominate , and account for 77.4 % of total inclusions available in the non-magnetic fraction of diamond powder , and the magnetic fraction (1st magnetic) above and comprise 94,5% .

Found that with an increase of the order of specific magnetic susceptibility diamonds produce a significant effect in increasing the strength of the grains during heat treatment, and allows up to 2 times the wear resistance of diamond wheels.

Key words: *synthetic diamond, magnetic susceptibility, wear resistance, grinding wheel.*

Литература

1. Сверхтвердые материалы. Получение и применение: монография: в 6 т. Т. 1: Синтез алмаза и алмазоподобных материалов //под общей редакцией Н.В. Новикова; отв. ред. А.А. Шульженко. – К: ИСМ им. В.Н. Бакуля, ИПЦ «АЛКОН» НАН Украины, 2003. – 309 с.
2. Боримский А.И., Делеви В. Г., Нагорный П.А Кинетика образования и роста алмазов в системе Fe-Si-C // Сверхтвердые матер. – 1999. – № 3. – С. 9 – 14.
3. Низкопрочные синтетические алмазы на основе феррокремния в шлифовальном инструменте / В. И. Лавриненко, Г. Д. Ильницкая, А. И. Боримский и др. // Прогресивні технології і системи машинобудування: міжнарод. зб. науков. пр. – Донецьк: ДонНТУ, 2010. – Вип. 40. – С. 99–104.
4. Пат. на корисну модель № 67305 Україна, МПК (2006) C10M 159/00, Спосіб підвищення зносостійкості алмазного шліфувального інструменту / В. І. Лавріненко, В. В. Смоквина, Г. Д. Ільницька, А. М. Бровченко, І. В. Лєщук; заявник і патентовласник ІНМ ім. В.М. Бакуля НАН України. – № 201109752; Заявл. 05.08.12; Опубл. 10.02.12, Бюл. № 3.
5. ДСТУ 3292–95. Порошки алмазні синтетичні. – К: Держстандарт України, 1996. – 70 с.
6. М88 Украины 90.256-2004. Методика определения удельной магнитной восприимчивости порошков сверхтвердых материалов. – К.: ИСМ им. В.М. Бакуля НАН Украины, 2004. – 9 с.;
7. Справочник по алмазной обработке металлорежущего инструмента. / под общ. ред. В.Н. Бакуля. – К.: Техніка, 1971. – 208 с.
8. Физические свойства алмазов: справочник / Под ред. Н.В. Новикова. – К.: Наук. думка, 1987.

Поступила 03.06.14

УДК 621 793: 546 26

О. М. Куцай, С. П. Старик, кандидати технічних наук; **О. Г. Гонтар, В. В. Гаращенко**, кандидати фізико-математичних наук; **В. М. Ткач**, д-р фіз.-мат. наук; **Т. М. Бєляєва, В. Ю. Горохов**

Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, м. Київ

ОСОБЛИВОСТІ ВИКОРИСТАННЯ АЛМАЗОПОДІБНИХ ВУГЛЕЦЕВИХ ПЛІВОК ЯК ПРОСВІТЛЮЮЧИХ ТА ЗАХИСНИХ ПОКРИТТІВ

Наведено результати аналізу впливу технологічних параметрів синтезу на структуру та фізичні властивості аморфних гідрогенізованих вуглецевих плівок отримуваних методом ВЧ-стимульованого хімічного осадження з газової фази при використанні вуглецеводневої робочої суміші. Розглянуто практичні питання використання таких аморфних вуглецевих плівок як функціонально просвітлюючих і водночас захисних покриттів для кремнієвих оптоелектронних елементів та германієвих вікон тепловізійних систем нічного бачення.

***Ключові слова**: алмазоподібні вуглецеві плівки, хімічне осадження з газової фази, просвітлююче покриття.*

В оптоелектроніці широко застосовують кремнієві сонячні елементи, детектори ультрафіолетового випромінювання та германієві зовнішні вікна приладів нічного бачення. Разом з тим незважаючи на дуже мале поглинання в ІЧ-спектральному діапазоні при застосуванні оптичних деталей із таких матеріалів відбуваються великі втрати енергії світлового потоку через значний коефіцієнт френелівського відбивання в усьому УФ-видимому та ІЧ діапазоні. Зменшити ці втрати можна шляхом застосування одношарових чвертьхвильових просвітлюючих алмазоподібних покриттів [1–5] та багатошарових різнотипних нестійких просвітлюючих інтерференційних структур із зовнішнім просвітлюючим і водночас функціонально захисним алмазоподібним шаром, що забезпечуватиме високі механічні характеристики [6]. Основна проблема при осадженні оптичних покриттів на основі a-C:H плівок полягає в забезпеченні їх однорідності на великій площі, належного адгезійного контакту із підкладкою, мінімального вмісту сторонніх домішок, досягненні та стабільному відтворенні певної структури, що забезпечить необхідні оптичні характеристики [7]. Метод осадження вуглецевих плівок з плазми стимульованої ВЧ-розрядом, задовольняє наведеним вимогам.

Дослідження мало на меті встановлення узагальненої залежності структурних та оптичних характеристик алмазоподібних вуглецевих плівок від фізико-технологічних чинників процесу осадження шарів гідрогенізованих вуглецевих конденсатів.

Осаджували аморфні гідрогенізовані вуглецеві плівки (a-C:H) у плазмохімічному реакторі з ємнісним ВЧ-розрядом, рівнорозмірними плоскопаралельними дисковими електродами з алюмінію та радіальними потоками робочої газової суміші. Конструкція установки забезпечувала можливість варіації хімічного складу і структури осаджуваних плівок та відповідно сприяла отриманню покриття заданого складу і структури в можливих межах їх зміни. Розроблена технологія отримання алмазоподібних вуглецевих плівок уможливила мінімізацію дефектів, неконтрольованих домішок, величину внутрішніх напружень та водночас забезпечила однорідність фізичних властивостей плівки за площею підкладки. Технологічний процес доволі енергоефективний. Використання вибраної конфігурації плазмохімічного реактора внаслідок конструктивно реалізованої високої

однорідності плазмового розряду сприяло отриманню покриттів однорідних за товщиною та фізичними властивостями при нанесенні на підкладки значних геометричних розмірів. Конструктивні особливості установки забезпечували можливість осадження вуглецевих покриттів при температурі підкладки до 300°С. Для збудження плазми в реакторі використовували ВЧ-генератор із робочою частотою 13,56 МГц і вихідною потужністю 2,5 кВт. Генератор облаштували плавним регулюванням вихідної потужності та узгодженням його з плазмохімічним реактором. Для визначення густини a-C:H плівки осаджували на кремнієві пластини діаметром 750 мм. Пластини зважувались до та після нанесення вуглецевих шарів на лабораторних терезах ВЛР-200. Товщину a-C:H покриттів визначали за інтерференційними характеристиками спектральної залежності коефіцієнтів відбиття виміряних в УФ-видимому діапазоні за допомогою спектрофотометра “Specord M400” (ФРН) та в ІЧ-діапазоні за допомогою комплексу ІЧ-Фур’є спектроскопії Nicolet Instrument Corporation – Nexus (США). Цей комплекс складається із ІЧ-Фур’є спектрометра Nicolet 6700 та з’єднаного з ним ІЧ-мікроскопу Nicolet Continuμm. Коефіцієнт відбиття вимірювали за допомогою ІЧ-мікроскопу в дзеркальній геометрії відбитого променя. Як калібрувальний еталон використовували алюмінієве дзеркало. Показник заломлення a-C:H покриттів вимірювали лазерним нуль-еліпсометром ЛЕФ-3М на довжині хвилі $\lambda = 632{,}8$ нм.

У результаті дослідження встановили, що діапазон зміни значення показника заломлення (n) в a-C:H плівках перекриває область від 1,6 до 2,4 (рис. 1) та визначається структурними характеристиками отримуваних покриттів. Напруга автозміщення у плазмохімічному реакторі варіювалась від –100 до –700 В внаслідок зміни прикладеної ВЧ-потужності. Наведеному діапазону зміни технологічного параметра напруги автозміщення відповідає діапазон зміни середньої енергії іонів у плазмовому розряді реактора $E_i = 50$ - 270 еВ.

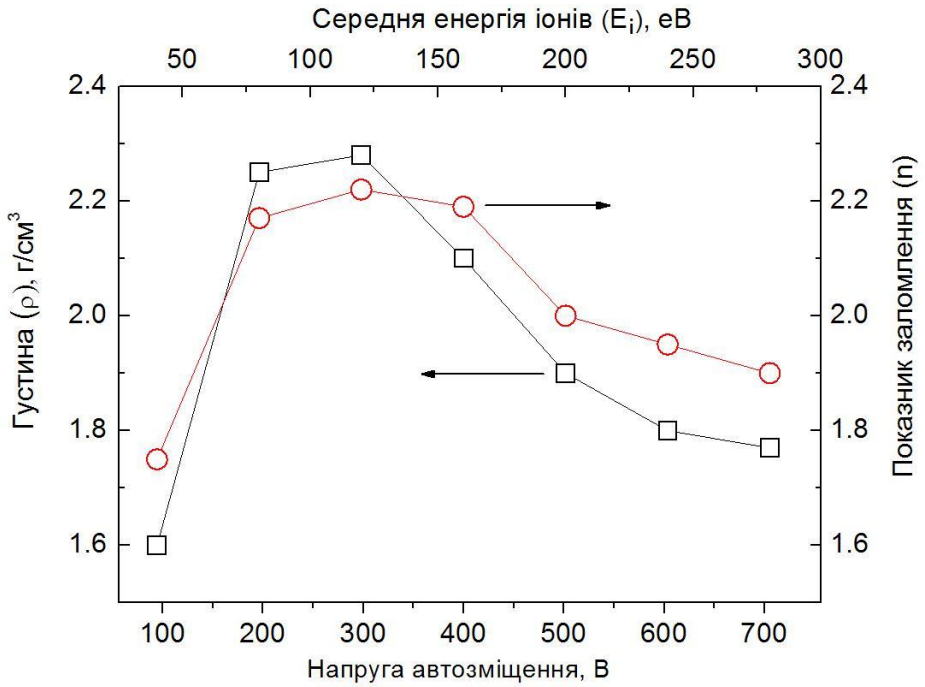


Рис. 1. Загальна залежність структурних та оптичних характеристик алмазоподібних вуглецевих плівок від фізико-технологічних чинників

Підсумовуючи результати попередніх досліджень в [1-5] та отримані залежності, які показано на рис.1. доходимо висновку, що найвпливовішим фізико-технологічним чинником, що визначає структурні та оптичні характеристики алмазоподібних вуглецевих плівок, є середня енергія іонів у плазмохімічному реакторі. Особливу увагу привертають максимальні значення показника заломлення та густини отримуваних a-C:H покриттів при E_i = 100 еВ. Це значення корелює із значенням порогу дефектоутворення в алмазах. Таким чином, за мінімальної енергії іонів близько 50 еВ осаджуються вуглецеві покриття, структурно наближені до полімерних матеріалів. З подальшим підвищенням енергії іонів отримують алмазоподібні вуглецеві плівки. Подальше зростання E_i визначає наближення структури вуглецевої плівки до скловуглецю та відповідно до зменшення її густини. Встановили також, що в плівках товщиною до 2 мкм відсутній градієнт *n*, як по товщині, так і по об'єму зразка в цілому. При використанні a-C:H плівки як просвітлюючого покриття оптоелектронного елемента за одношарового варіанта важливо забезпечити кореневу залежність *n* плівки від *n* матеріалу підкладки, на яку вона осаджується. Для просвітлення кремнієвих оптоелектронних елементів з $n \approx 3{,}6$ потрібні чвертьхвильові a-C:H покриття з $n \approx 1{,}9$. Відповідно для германієвих елементів з $n \approx 4$ потрібні чвертьхвильові a-C:H покриття з $n \approx 2$. Просвітлюючі властивості алмазоподібних гідрогенізованих вуглецевих плівок оцінювали за результатами вимірювання коефіцієнта відбиття a-C:H плівки, осадженої на кремнієву підкладку залежно від енергії фотонів (рис. 2.) та довжини хвилі (рис. 3) в УФ-видимому діапазоні.

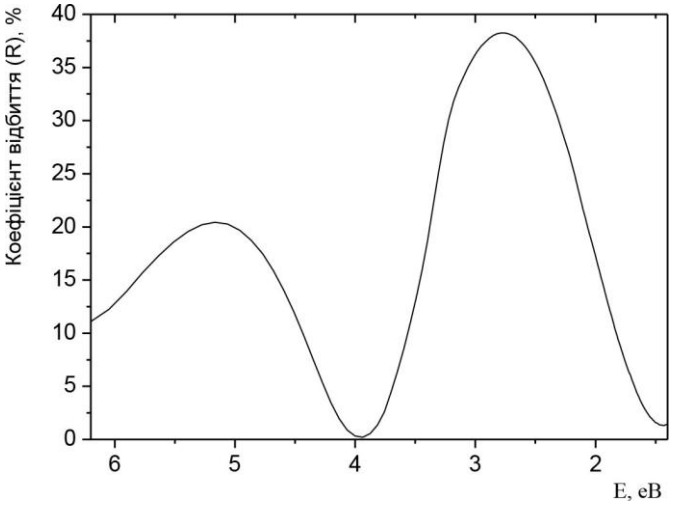


Рис. 2. Спектральна залежність коефіцієнта відбиття a-C:H плівки, осадженої на кремнієву підкладку, залежно від енергії фотонів в УФ-видимому діапазоні

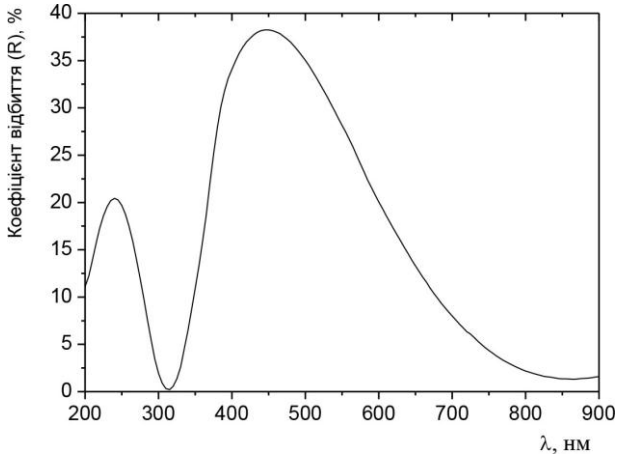


Рис. 3. Спектральна залежність коефіцієнта відбиття a-C:H плівки, осадженої на кремнієву підкладку, залежно від довжини хвилі в УФ-видимому діапазоні

Інтерференційний характер спектральних характеристик визначається нанесенням на кремній алмазоподібної вуглецевої плівки товщиною 110 нм, осадженої при $E_i \approx 70$ еВ. Особливо зауважимо, що для другого інтерференційного мінімуму відбиття при 310 нм (4 еВ) просвітлюючий ефект виявляється навіть сильніше, ніж для першого при 870 нм (1,7 еВ). У загальному випадку цей результат свідчить про перспективність застосування a-C:H покриттів навіть для просвітлення ультрафіолетових детекторів на основі легованих кремнієвих структур. Просвітлюючі властивості чвертьхвильових a-C:H покриттів в ІЧ-діапазоні оцінювали за результатами вимірювання спектральної залежності коефіцієнта відбиття a-C:H плівки товщиною 2 мкм і осадженої при $E_i \approx 200$ еВ на германієву підкладку.

Коефіцієнта відбиття подано залежно від хвильового числа (рис. 4) та довжини хвилі (рис. 5). Характерною особливістю наведених спектрів поряд з наявністю інтерференційних мінімумів відбиття є також смуги пов'язані з валентними при 2900 $см^{-1}$ (3,5 мкм) та деформаційними при 1400 $см^{-1}$ (7,3 мкм) коливаннями вуглеводневих зв'язків CH_x.

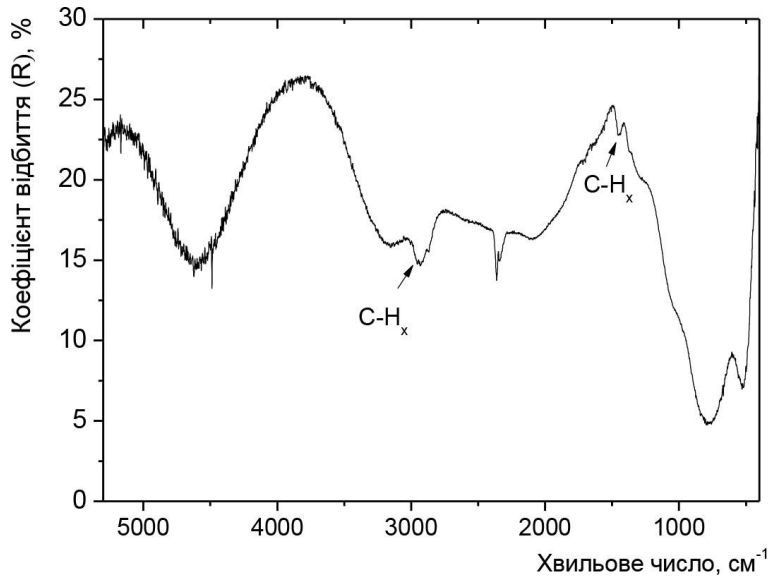


Рис. 4. Спектральна залежність коефіцієнта відбиття a-C:H плівки, осадженої на германієву підкладку, залежно від хвильового числа в ІЧ-діапазоні

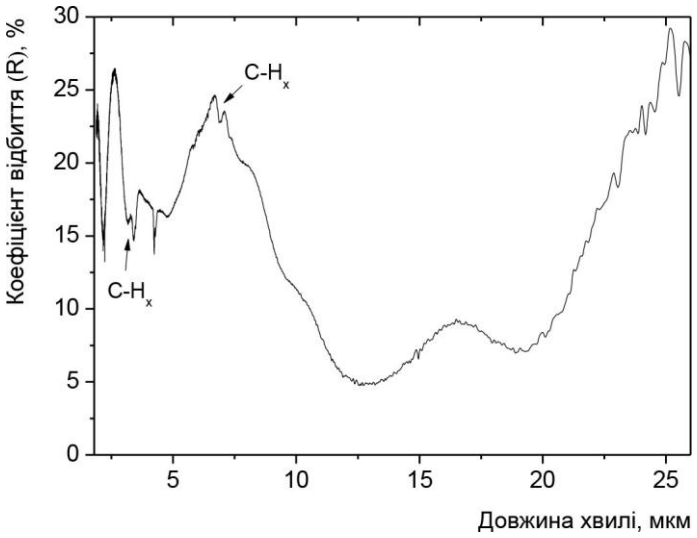


Рис. 5. Спектральна залежність коефіцієнта відбиття a-C:H плівки, осадженої на германієву підкладку, залежно від довжини хвилі в ІЧ-діапазоні

У загальному випадку необхідно зазначити, що для УФ-видимого спектрального діапазону достатньо прийнятним є застосування одношарових просвітлюючих покриттів. Для ІЧ-спектрального діапазону використовують, як правило, багатошарові інтерференційні структури. Плівкоутворювальні матеріали цих структур недостатньо стійкі до зовнішнього впливу. Для підвищення їх зносостійкості доцільно застосовувати верхній захисний шар з алмазоподібної плівки товщиною 100 - 200 нм, осадженої при E_i = 100 – 200 еВ. Конструкцію багатошарового просвітлюючого покриття теоретично розраховують відповідним програмним забезпеченням. Водночас можливим технологічним рішення є використання на зовнішній поверхні германієвих вікон тепловізійних систем чвертьхвильових алмазоподібних покриттів.

При формуванні належного адгезійного контакту до кремнієвих чи германієвих підкладок алмазоподібні вуглецеві плівки, маючи вдвічі більшу від матеріалу основи твердість (до 20 ГПа), забезпечують високу зносостійкість зовнішньої поверхні цих елементів. Оптичні характеристики систем плівка-підкладка за результатами розглянутих досліджень свідчать про перспективність використання аморфних гідрогенізованих вуглецевих плівок як просвітлюючих та одночасно захисних покриттів оптоелектронних приладів з кремнію та германію.

Представлены результаты анализа влияния технологических параметров синтеза на структуру и физические свойства аморфных гидрогенизированых углеродных пленок,

получаемых методом ВЧ-стимулированного химического осаждения из газовой фазы при использовании углеводородной рабочей смеси. Рассмотрены практические вопросы использования таких алмазоподобных углеродных пленок в качестве функционально просветляющих и одновременно защитных покрытий для кремниевых оптоэлектронных элементов и германиевых окон тепловизионных систем ночного видения.

***Ключевые слова**: алмазоподобные углеродные пленки, химическое осаждение из газовой фазы, просветляющее покрытие.*

The analysis of the influence of process parameters on the synthesis of structure and physical properties of amorphous hydrogenated carbon films obtained by RF - stimulated chemical vapor deposition (CVD) from the methane-hydrogen gas mixture have been presented. The practical issues of using these diamond-like carbon films as a functional antireflective while protective coatings for silicon optoelectronic elements and germanium external windows of the thermal night vision devices have been considered.

***Key words**: diamond-like carbon films, chemical vapor deposition, antireflective coating.*

Література

1. Moravec T. J., Lee J. C. The development of diamond-like (*i*-carbon) thin films as antireflecting coatings for silicon solar cells // J. Vac. Sci. Technol. – 1982. – **20**, № 3. – P. 338–340.
2. Savvides N. Diamondlike thin films and their properties // Materials Science Forum. – 1989. – **52 & 53**. –P. 407–426.
3. Gontar A. G., Doroshenko A. A., Kutsay A. M., Khandozhko S. I. Synthesis and Optical Properties of (a-C:H) Diamond-Like Films for Anti-Reflection Coatings // Journal of Chemical Vapor Deposition. – 1995. – **4**, № 1. – P. 15–21.
4. Aivazova L. S., Novikov N. V., Khandozhko S. I., Gontar A. G. Kutsay A. M. The Effect of (a-C:H) Films on the Properties of the n-Si/p-(a-SiC:H) Solar Cells // Journal of Chemical Vapor Deposition. – 1997. – **6**, № 1. – P. 52–56.
5. Novikov N. V., Gontar A. G., Khandozhko S. I., Kutsay A. M., Tkach V. N., Gorokhov V. Yu., Belitsky G. M., Vasin A. V. Protective diamond-like coatings for optical materials and electronic devices // Diamond and Related Materials. – 2000. – **9**, № 3–6. – P. 792–795.
6. Kutsay O. M., Gontar A. G., Novikov N. V., Dub S. N., Tkach V. N., Gorshtein B. A., Mozkova O. M. Diamond-like carbon films in multilayered interference coatings for IR optical elements // Diamond and Related Materials. – 2001. – **10**, № 9–10. – P. 1846–1849.
7. Oliveira Jr. M. H., Silva D. S., Cortes A. D. S., Namani M. A. B., Marques F.C. Diamond like carbon used as antireflective coating on crystalline silicon solar cells // Diamond and Related Materials. – 2009. – **18**, № 5–8. – P. 1028–1030.

Надійшла 25.06.14

УДК 621 315. 592

Д. В. Соколюк; О. М. Куцай, С. П. Старик, кандидати технічних наук;
В. М. Ткач, д-р фіз.-мат. наук; **О. О. Стаценко, В. В. Білорусець**

Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, м. Київ

ЕЛЕМЕНТНИЙ СКЛАД ТА СТРУКТУРНІ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПЛІВКОВИХ СТРУКТУР НА ОСНОВІ КАРБІДУ КРЕМНІЮ, ОТРИМАНИХ МЕТОДОМ МАГНЕТРОННОГО РОЗПИЛЕННЯ

Наведено особливості впливу технологічних параметрів на елементний склад та структурну будову плівок карбіду кремнію отриманих методом фізичного осадження з газової фази. Досліджені плівкові структури розглянуто як перспективні захисні, зносостійкі, хімічно інертні та біосумісні покриття для оптики, електроніки, машинобудування та медицини на основі комплексного вивчення їх структурних та фізичних властивостей.

***Ключові слова**: плівки карбіду кремнію, фізичне осадження з газової фази, захисне покриття.*

Тонкоплівкові покриття з карбіду кремнію - перспективний засіб модифікації поверхні для підвищення твердості та зносостійкості різних експлуатаційних деталей, механізмів та конструкцій у машино- та приладобудуванні. Плазмохімічна модифікація поверхні і тонкоплівкові технології в машинобудуванні та інструментальному виробництві ефективні для поліпшення експлуатаційних ресурсів інструментів та деталей машин [1]. Висока твердість плівкових структур на основі карбіду кремнію [2] поряд з їх високою оптичною прозорістю може сприяти зміцненню поверхні скляних та пластикових елементів. Такі плівки належать до перспективних покриттів, здатних перешкоджати появі подряпин на поверхні, продовжувати довговічність різального інструменту та штампів холодного пресування, сприяти хімічній пасивації поверхні та відігравати роль антикорозійних покриттів. Технологія отримання плівкових конденсатів карбіду кремнію методом фізичного осадження з газової фази є екологічно чистою, безпечною і мінімально енергомісткісною. Її реалізація не потребує застосування токсичних, чи вибухонебезпечних газових реагентів. Для практичного застосування плівкових структур карбіду кремнію потрібно всебічно вивчити структурні особливості та властивості їх плазмових конденсатів [3].

Плівки карбіду кремнію осаджували методом реактивного магнетронного розпилення композитної мішені зі спеченого порошку карбіду кремнію в установці ВУП-5. Магнетрон мав загальний діаметр 60 мм, а робочий - 45 мм. Отримали і дослідили зразки двох типів. Перший – попереднє відкачування вакуумної камери до тиску 10^{-5} мм рт. ст. з подальшим розпиленням мішені в атмосфері аргону за тиску $2 \cdot 10^{-3}$ мм рт. ст. У другому випадку мішень розпилювали в атмосфері залишкових газів за тиску $3 \cdot 10^{-3}$ мм рт. ст. Швидкість осадження в аргоні становила близько 20 нм/хв, у залишкових газах – 3 нм/хв. Підкладкотримач в обох випадках перебував під плаваючим потенціалом.

Особливості елементного складу різнотипних плівкових конденсатів на основі карбіду кремнію із застосуванням енергодисперсійного (ЕДС) рентгенівського мікроаналізатора INCA ENERGY 450 (Велика Британія) у розширеному діапазоні детектованих елементів (Be-Pu) з використанням каліброваних еталонів вивчали за допомогою растрового електронного мікроскопа (РЕМ) ZEISS EVO 50XVP (Німеччина). Спектральні вимірювання в ІЧ-діапазоні виконували за допомогою комплексу ІЧ-Фур'є спектроскопії Nicolet Instrument Corporation –

Nexus (США). Комплекс складається з ІЧ-Фур'є спектрометра Nicolet 6700 та з'єднаного з ним ІЧ-микроскопу Nicolet Continuμm. Для спектроскопічних досліджень зразки осаджували на оптично прозорий кремній.

Типові ЕДС спектри, отримані при вивченні елементного складу плівок на основі карбіду кремнію, показано на рис. 1.

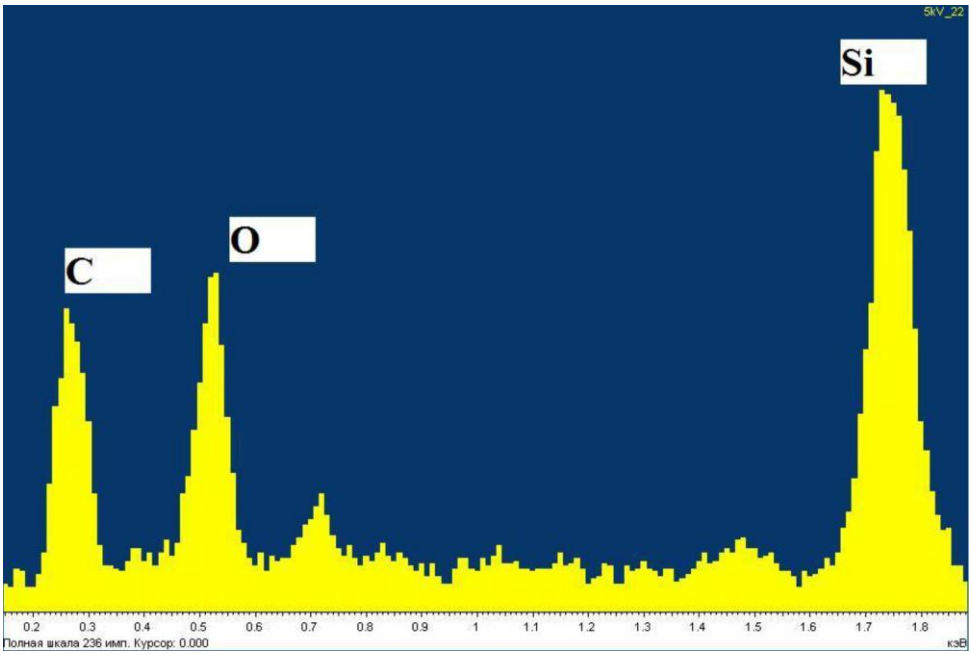


Рис. 1. Типовий енергодисперсійний спектр плівки, осадженої в атмосфері аргону розпиленням мішені з карбіду кремнію

Для усунення впливу матеріалу підкладки на результати елементного аналізу досліджувані плівкові структури осаджували на полікристалічні матеріали з кубічного нітриду бору. При цьому використовували значення прискорюючої напруги електронного променя 5 та 3 кВ. За таких значень глибина аналітичної області ЕДС аналізу становила відповідно близько 500 та 200 нм. Такий методичний підхід доволі ефективний при аналізі тонкоплівкових структур.

Результати енергодисперсійного рентгенівського мікроаналізу двох типів плівкових конденсатів на основі карбіду кремнію наведено в таблиці.

Елементний склад плівкових структур на основі карбіду кремнію

Зразок	Вміст, ат. %			
	C	Si	O	N
Атмосфера аргону	39,43	39,13	21,44	–
Атмосфера залишкових газів	16	33	56	5

Визначили, що для плівок, осаджуваних з робочих газових сумішей з додаванням аргону, спостерігається входження в їх структуру близько 20 ат. % кисню. Водночас відношення кремнію до вуглецю стехіометричне.

Таким чином, отримані результати засвідчують, що технологічно складно забезпечити відсутність у плівці карбіду кремнію домішок кисню. Джерелом кисню є наявна у вакуумній камері залишкова атмосфера з водяної пари та монооксиду вуглецю і відповідно їх десорбція

з внутрішньої поверхні камери та конструкційних деталей при розігріванні та горінні плазмового розряду.

Додатковим підтвердженням наведеного є елементний склад плівки, отриманої розпиленням магнетронної мішені з карбіду кремнію в атмосфері залишкових газів. У результаті того, що плазмоутворюючими складовими були іони кисню та азоту, сформувалась композитна плівкова структура з карбіду кремнію та оксиду кремнію, інкорпорованих азотом. У цьому разі входження азоту у структуру плівки свідчить про відокремлення впливу залишкової атмосфери від впливу десорбції гідроксильних та карбоксильних радикалів зі стінок та деталей вакуумної камери.

Для деталізації структурних характеристик плівкових конденсатів на основі карбіду кремнію застосовували метод коливальної ІЧ-спектроскопії. Як випливає, досліджувані плівкові структури значно вирізняються не лише елементним складом, а й коливальними характеристиками. Як видно на рис. 2, на спектрі плівки, яку осаджено в атмосфері аргону, є широка безструктурна смуга з максимумом при 800 $см^{-1}$, що зумовлюється і підтверджується домінуючою кількістю зв'язків Si–C у структурі плівки. В одночас наявність у широкої основної смуги плеча при 1000 $см^{-1}$ свідчить про наявність у структурі плівки зв'язків Si–O. За ІЧ-спектром плівки, осадженої розпиленням мішені з карбіду кремнію в атмосфері залишкових газів добре видно наявність в її структурі переважно Si–O зв'язків, особливо в Si–O–Si конфігурації, про що свідчить виразна смуга із максимумом при 1050 $см^{-1}$. Слабо інтенсивна, але виразна смуга при 800 $см^{-1}$ свідчить про наявність у цій плівці великої кількості зв'язків Si–C.

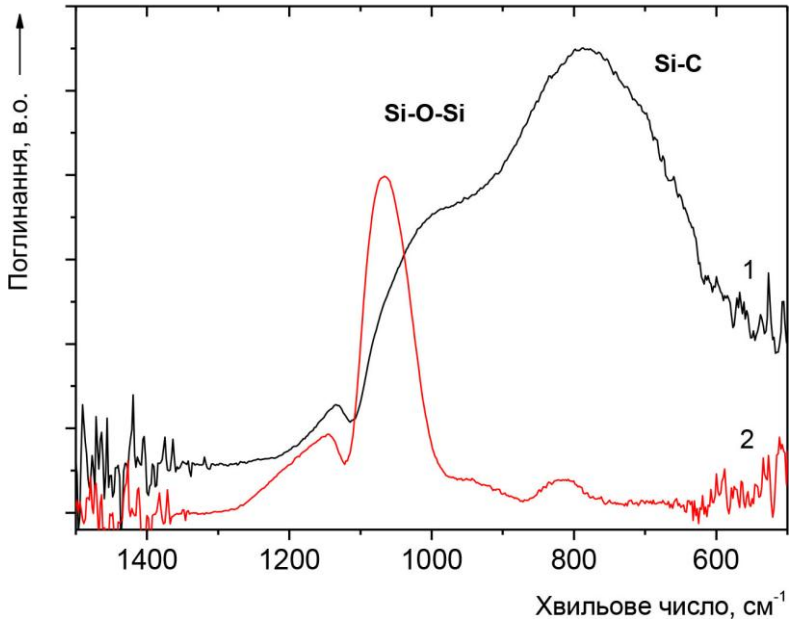


Рис. 2. Інфрачервоні спектри плівок на основі карбіду кремнію, осаджених в атмосфері: 1 - аргону; 2 – залишкових газів

Коливальні ІЧ характеристики досліджуваних плівкових структур у так званій області відбитків пальців (500–1500 $см^{-1}$) так само показано на рис. 2. Під час ІЧ-досліджень виміряли також спектральні характеристики в області 7000–1500 $см^{-1}$. У загальному випадку жодних характерних спектральних особливостей у цьому діапазоні не зафіксовано. Тільки на спектрі плівки, осадженої в атмосфері аргону, зафіксували слабкі смуги при 2870 та 2920 $см^{-1}$, характерні для валентних коливань різнотипних CH_x груп. Вочевидь, вони з'явились в структурі плівки через вміст у вакуумній камері пари вуглеводнів з масла дифузійного насоса.

Таким чином, за результатами дослідження виявили вплив атмосфери залишкових газів та поверхневої десорбції на елементний склад і структуру плівкових структур, отримуваних реактивним магнетронним розпиленням мішеней, спечених з порошків карбіду кремнію. Для плівки, осадженої в атмосфері аргону, характерний вміст неконтрольованих домішок кисню близько 20 ат.%. Розпилення мішені з карбіду кремнію в атмосфері залишкових газів призводить до формування плівкових конденсатів комплексного складу з карбіду кремнію та оксиду кремнію, інкорпорованих азотом. Висока твердість, оптична прозорість, енергоефективність процесу отримання свідчить про успішне застосовування таких плівкових конденсатів як захисних та декоративних інтерференційно забарвлених функціональних покриттів.

Приведены особенности влияния технологических параметров на элементный состав и структурное строение пленок карбида кремния полученных методом физического осаждения из газовой фазы. Исследованные пленочные структуры рассмотрены как перспективные защитные, износостойкие, химически инертные и биосовместимые покрытия для оптики, электроники, машиностроения и медицины на основании комплексного изучения их структурных и физических свойств.

***Ключевые слова**: пленки карбида кремния, физическое осаждение из газовой фазы, защитное покрытие.*

The elemental analysis of silicon carbon film produced by physical vapor deposition (PVD) has been presented. The silicon carbon films proposed as protective, wear-resistive, 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.

***Key words**: silicon carbon films, physical vapor deposition, protective coating.*

Література

1. Васин А. В., Венгер Е. Ф., Матвеева Л. А., Гонтарь А. Г., Куцай А. М., Косско И. А. Влияние остаточной атмосферы на формирование структуры пленок a-SiC при осаждении с помощью магнетронного распыления // Сверхтвердые материалы. – 1999. – № 3. – С. 18–25.
2. Vasin A. V., Rusavsky A. V., Starik S. P., Kushnirenko V. I., Kutsay A. M., Nazarov A. N., Lysenko V. S., Semenov A. V., Puzikov V. M., Gontar A. G., Dub S. N. Comparative analysis of thin films of hydrogenated and unhydrogenated amorphous silicon carbide // Journal of Superhard Materials. – 2004. – № 3. – С. 36–46.
3. Oh T., Choi C. K. Comparison between SiOC Thin Films Fabricated by Using Plasma Enhance Chemical Vapor Deposition and SiO_2 Thin Films by Using Fourier Transform Infrared Spectroscopy // Journal of the Korean Physical Society. – 2010. – **56**, № 3. – С. 1150–1155.

Надійшла 03.07.14

УДК 621.762.5–022.532

А. А. Шульженко, член-кор. НАН Украины; **В. Г. Гаргин, А. Н. Соколов, А. М. Куцай**, кандидаты технических наук; **В. Н. Ткач**, д-р техн. наук

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

СВОЙСТВА ОКСИДНОЙ ОПТИЧЕСКОЙ НАНОКЕРАМИКИ, ПОЛУЧЕННОЙ В УСЛОВИЯХ ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ И ТЕМПЕРАТУРЫ

Изучены свойства оптических оксидных нанокерамик из нанопорошков иттрий-алюминиевого граната, оксида алюминия, а также оксида цинка с добавкой 5 % (по массе) алюминия, полученных при высоких статических давлениях и температурах. Показано, что наиболее прозрачной в видимой области является керамика с добавкой 5% (по массе) Nd_2O_3 и она может быть рекомендована для использования как оптическая керамика в видимом диапазоне длин волн.

Ключевые слова: *керамика, нанопорошок, оксиды, высокое давление, спекание, оптические свойства*

Введение

В настоящее время ведущими научными н техническими направлениями становятся работы в области материаловедения, направленные на создание материалов с уникальными свойствами на базе использования нанотехнологий. Одним из наиболее перспективных объектов исследования в этом плане является оптическая оксидная нанокерамика. Такая керамика может быть использована, например, при создании изделий, работающих при высоких температурах, в силу весьма малой ползучести при таких условиях, в качестве колб газоразрядных ламп с различным спектром свечения, оптических окон с широким интервалом прозрачности, в качестве оптических и люминесцирующих элементов, чувствительных элементов детекторов рентгеновского излучения, магнитооптических элементов, быстродействующих сцинтилляционных детекторов и особенно в качестве активных элементов мощных и сверхмощных твердотельных лазеров [1].

Установлено, что оптические свойства нанокерамик, являясь структурно-чувствительными, могут значительно отличаться от характеристик традиционных керамик с зерном микронного размера. При этом возможно их значительное улучшение, однако характер изменения свойств с размером зерна очень индивидуален и зависит как от физической природы исследуемого свойства, так и от физико-химических особенностей используемой керамики.

В связи с этим особую актуальность приобретают фундаментальные исследования по разработке методов получения оптической нанокерамики, обеспечивающих предотвращение интенсивного роста зерна при ее формировании при одновременном обеспечении практически беспористой структуры.

Для предотвращения роста зерна обычно используют два основных метода: 1) введение в исходный порошок (шихту) добавок-ингибиторов, локализующихся на границах зерен и препятствующих их рекристаллизации; 2) использование специальных методов и режимов уплотнения и спекания керамики, позволяющих значительно уменьшить продолжительность и/или температуру высокотемпературных стадий ее получения.

Как известно [2], спекание при высоком давлении позволяет консолидировать нанопорошки за счет возникающих сжимающих и сдвиговых деформаций, способствующих разрушению агломератов, взаимному перемещению частиц и уменьшению пористости

компактов. Этот метод является перспективным для изготовления высокоплотной керамики с одновременной возможностью управления ее структурой на наноуровне [3].

Очевидно, что наибольший положительный эффект будет достигнут только при использовании совокупности указанных приемов в технологической схеме получения нанокерамики (использование нанопорошков, изготовление из них высокоплотных компактов и проведение активированного спекания, ограничивающее процесс рекристаллизации).

Этот подход был реализован в настоящей работе при получения ряда оптических оксидных нанокерамик.

Цель данной работы – исследование свойств оптических оксидных нанокерамик, полученных при высоких статических давлениях и температурах (HPHT).

Материалы и методики исследований

В качестве исходного материала для спекания керамики использовали нанопорошки иттрий-алюминиевого граната (*YAG*), оксида алюминия, а также оксида цинка с добавкой 5 % (по массе) алюминия.

В качестве добавок-ингибиторов применяли CeO, Nd_2O_3.

Нанокерамика формировалась в условиях высокого давления (~ 7,5 ГПа) и температуре (300-1000 °С) в течение 3 мин. в аппарате типа «тороид».

Спекание проводили с использованием прессовой установки ДО-043, развивающей усилие до 20 МН.

Специально разработанная схема снаряжения ячейки высокого давления (рис. 1) обеспечила сохранение химической чистоты нанокерамики [4].

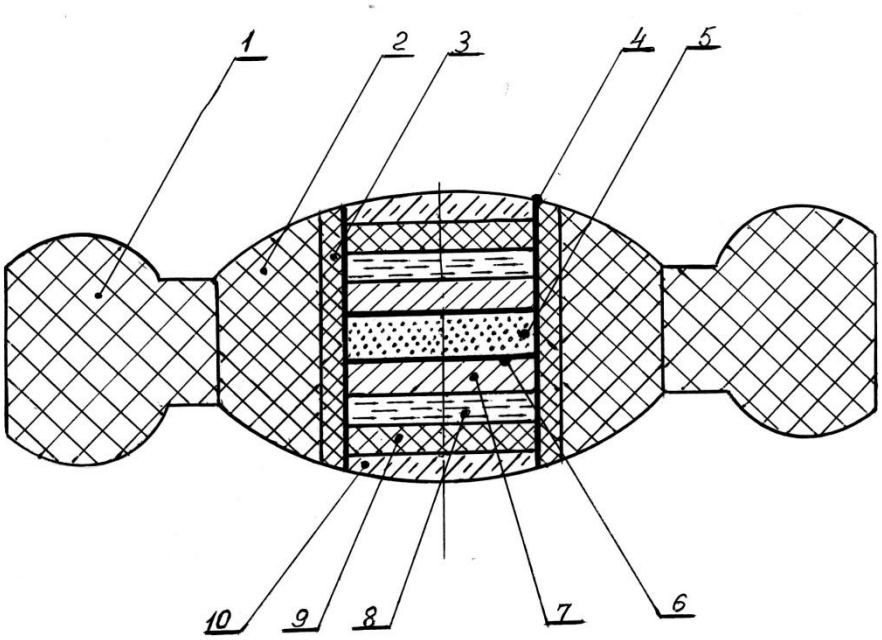


Рис. 1 Схема снаряжение ячейки высокого давления: 1 – кольцо, 2 – втулка, 3 – трубчатый нагреватель, 4 – экран из танталовой фольги, 5 – нанопорошок YAG, 6 – диск молибденовый, 7 – диск твердосплавный (ВК6) 8 – диск из гексагональной нитрида бора, 9 – диск графитовый, 10 – диск пирофиллитовый

Визуально оценку качества полученных образцов оксидной оптической керамики осуществляли с помощью стереомикроскопа NBHG ZTX-3E с возможностью цифровой

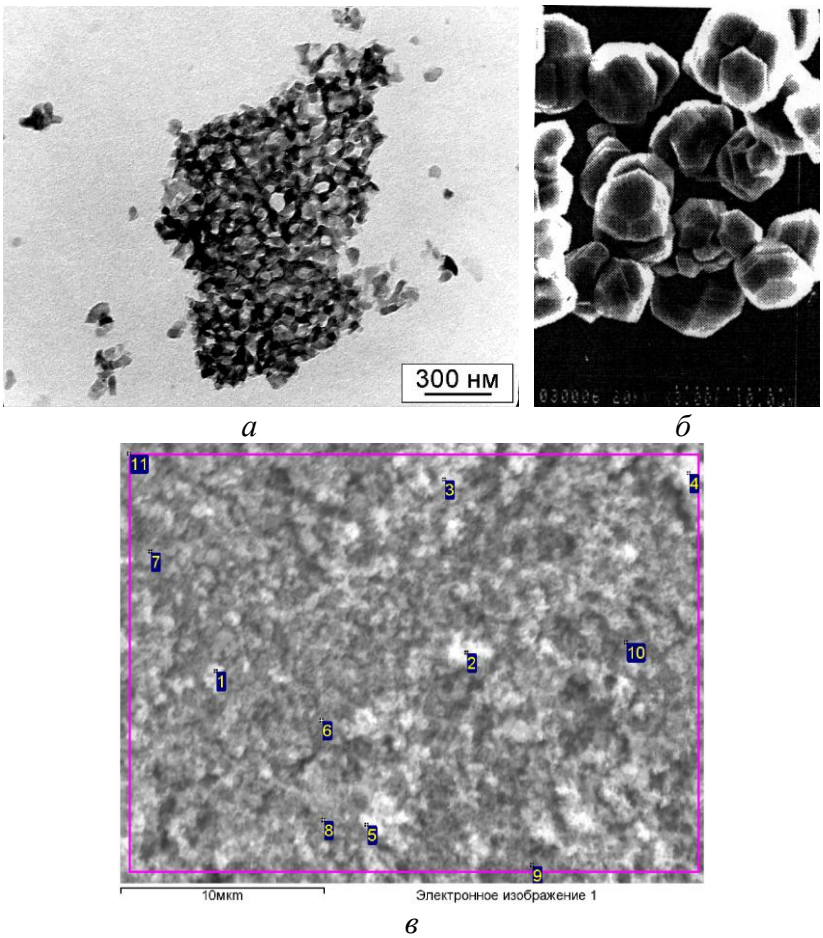
фиксации изображений исследуемых объектов с последующей их обработкой с помощью программно-аппаратного комплекса IMAGE ANALYSE (фирма Glory).

Изображение во вторичных электронах и элементный анализ керамики получены на растровом электронном микроскопе ZEISS EVO 50XVP фирмы «ZEISS», укомплектованного энергодисперсионным анализатором рентгеновских спектров INCA450 с детектором INCAPentaFETx3 с рабочей площадью Si(Li) детектора 30 мм^2 и системой HKL CHANNEL-5 для дифракции отраженных электронов фирмы «OXFORD» [5].

Измерение спектральных характеристик образцов нанокерамики выполнено с использованием комплекса ИК-Фурье спектроскопии Nicolet Instrument Corporation – Nexus (США). В него входит ИК-Фурье спектрометр Nicolet 6700 и сопряженный с ним ИК-микроскоп Nicolet Continuμm. Измерение коэффициента отражения выполнялось с помощью ИК-микроскопа в зеркальной геометрии отраженного луча. В качестве калибровочного эталона использовалось алюминиевое зеркало. Спектры нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО) записывались в базовом Фурье спектрометре на приставке, оснащенной алмазным однолучевым НПВО кристаллом.

Результаты исследований и их обсуждение

На рис. 2 показаны электронно-микроскопические изображения используемых в экспериментах нанопорошков оксидов.



а *б* *в*

Рис. 2. Электронно-микроскопическое изображение нанопорошков оксидов: а – YAG [4]; б – δ-Al_2O_3 [6]; в – ZnO с добавкой 3% (по массе) Al

Электронно-микроскопическими исследованиями исходного нанопорошка YAG установлено, что он представляет собой агрегаты размером порядка 1–5 мкм, а также отдельные частицы размером от 30 до 100 нм (рис. 2 *а*). Агрегаты частиц достаточно жесткие и имеют форму пластин. По-видимому, агрегаты повторяют форму тех первичных частиц, из которых, в результате синтеза были образованы частицы *YAG*. Отдельные частицы *YAG* (распавшиеся агрегаты) представляют собой монокристаллы в виде пластин неправильной формы.

Полученный по технологии химического факультета МГУ нанопорошок δ-Al_2O_3 состоит из нанокристаллов, имеющих характерную огранку (рис. 2 *б*).



Рис. 3. Керамика из нанопорошка YAG, полученная при 450 °С [4]

Выбор для спекания смеси нанопорошка ZnO с 3% (по массе) Al основывается на литературных данных [7], согласно которым алюминий играет роль активирующей добавки улучшающие эксплуатационные характеристики керамики из оксида цинка.

Как показали результаты исследований по HPHT спеканию нанопорошка *YAG*, наилучшие оптические характеристики достигаются при спекании при 450 °С (рис. 3).

Исследования спектров пропускания образцов керамики показали, что наибольшие значения пропускания достигаются в диапазоне 350–700 нм.

Значение полного и спектрального пропускания образцов на соответствующих длинах волн представлены на рис. 4.

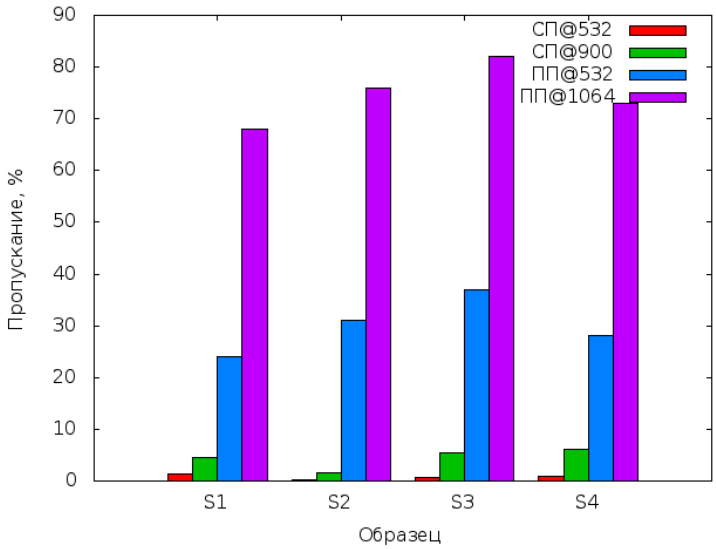


Рис. 4. Сравнение полного и спектрального пропускания образцов YAG на соответствующих длинах волн (ПП – полное пропускание, СП – спектральное пропускание)

Большая разница между полным и спектральным пропусканием образцов объясняется различными способами измерения [8]. В процессе измерения полного пропускания образец устанавливался на диоде для уменьшения потерь на рассеяние. В случае измерения

спектрального пропускания детектор устанавливался по образцу, то есть значительное количество излучение не регистрировалось.

Результаты исследования как линейно-оптических так и нелинейно-оптических свойств полученной керамики [4] позволяют сделать вывод о ее перспективности для применения в нелинейной оптике.

Степень прозрачности некоторых образцов оптической керамики из *YAG* с активирующими добавками иллюстрируется рис. 5.

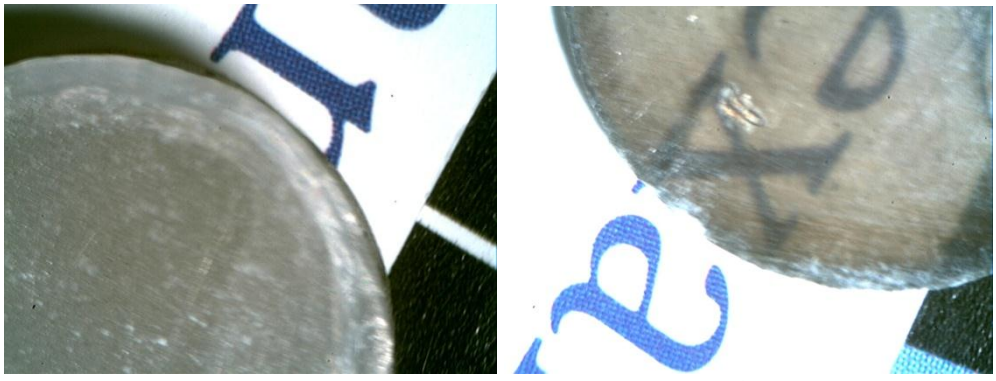


а *б* *в*

Рис. 5. Степень прозрачности образцов оптической керамики из YAG с активирующими добавками: а – 3% (по массе) Nd_2O_3; б – 5% (по массе) Nd_2O_3; в – 2% (по массе) CeO (параметры спекания: р = 7,5 ГПа; Т = 500 °С; τ = 2,5 хв.)

Как следует из рис. 5, наиболее прозрачной является керамика с добавкой 5% (по массе) Nd_2O_3, а керамика с добавкой 2% (по массе) CeO имеет тёмно-жёлтый цвет и не может быть рекомендована для использования в качестве оптической керамики в видимом диапазоне длин волн [9].

Результаты НРНТ спекания нанопорошка δ-Al_2O_3 в широком интервале температур показали, что наиболее прозрачными в видимой области являются образцы, полученные при 1000 °С (рис. 6).



а *б*

Рис. 6. Оценка степени прозрачности керамики, полученной из нанопорошков δ-Al_2O_3 при температуре 200 °С (а) и 1000 °С (б) (образцы не подвергались механической обработке) [10]

Рентгенографическими исследованиями было также установлено, что модификационных изменений в нанопорошке оксида алюминия при давлении 7,5 ГПа не происходит до 1000 °С, а выше наблюдается появление других фаз и имеет место кристаллографических преобразования δ-Al_2O_3 в α-Al_2O_3.

На рис. 7 приведен спектр оптического поглощения образца нанокерамики из оксида алюминия, полученный при температуре 1000 °С.

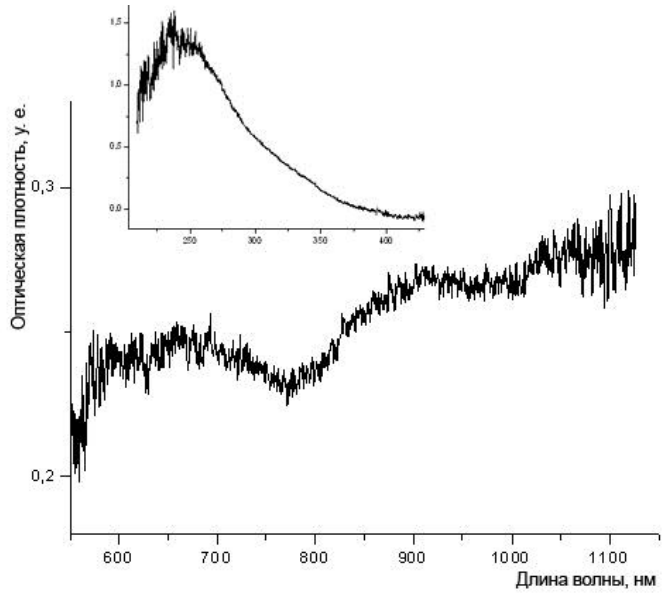


Рис. 7. Спектр оптического поглощения образца нанокерамики из оксида алюминия, полученный при температуре 1000 °С [11]

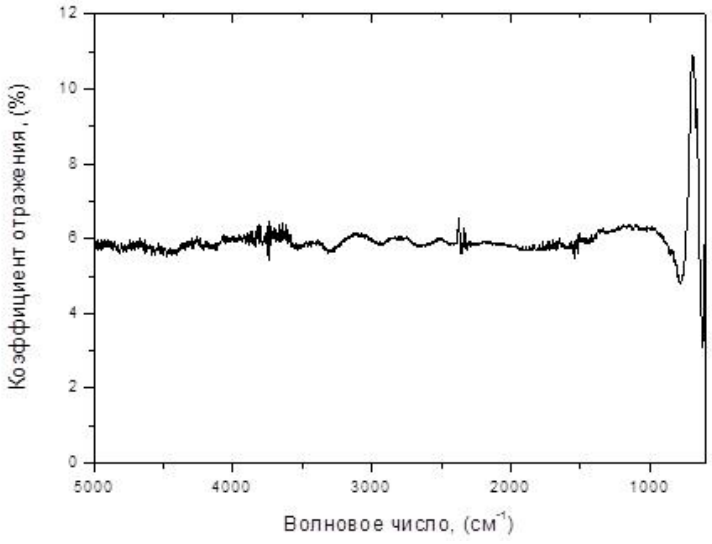


Рис. 8. Коэффициент Френелевского отражения керамики на основе ZnO

В спектре поглощения образца оксида алюминия отчетливо наблюдается минимум поглощения при 773,5 нм и слабая особенность в области 340 нм.

Анализ спектров комбинационного рассеяния света образцов оксидных нанокерамик показал, что в случае образца Al_2O_3 в спектре КРС зарегистрирована только одна слабая полоса с максимумом ~97 нм.

Таким образом, полученная керамика пропускает свет в видимой области спектра (от 400 до 800 нм). Установлено также, что при измерении спектров поглощения существенным является толщина образца.

Керамика, полученная в результате HPHT спекания нанопорошка ZnO с добавкой 3% (по массе) Al, оказалась непрозрачной.

На рис. 8 показан характерный спектр Френелевского отражения керамики, полученной HPHT спеканием нанопорошка ZnO с добавкой 3% (по массе) Al, записанный в области ближнего и среднего ИК диапазона 5000–600 $см^{-1}$ (2,0–16,6 мкм).

Типичное значение для отражения от границы раздела ZnO–воздух около 6,0 % характерно как для кристаллов ZnO так и соизмеримо с расчетным значениям этой величины согласно формул Френеля и значения типичного коэффициент преломления ZnO. Спектральные полосы поглощения в области 600–700 $см^{-1}$ по-видимому связаны с колебаниями Zn–O связи или даже возможно Al–O связи.

Спектры нарушеного полного внутреннего отражения (НПВО) исходного нанопорошка ZnO с добавкой 3% (по массе) Al и полученной из него керамики, записанные в диапазоне 5000–500 $см^{-1}$ (2,0–20,0 мкм), показаны на рис. 9.

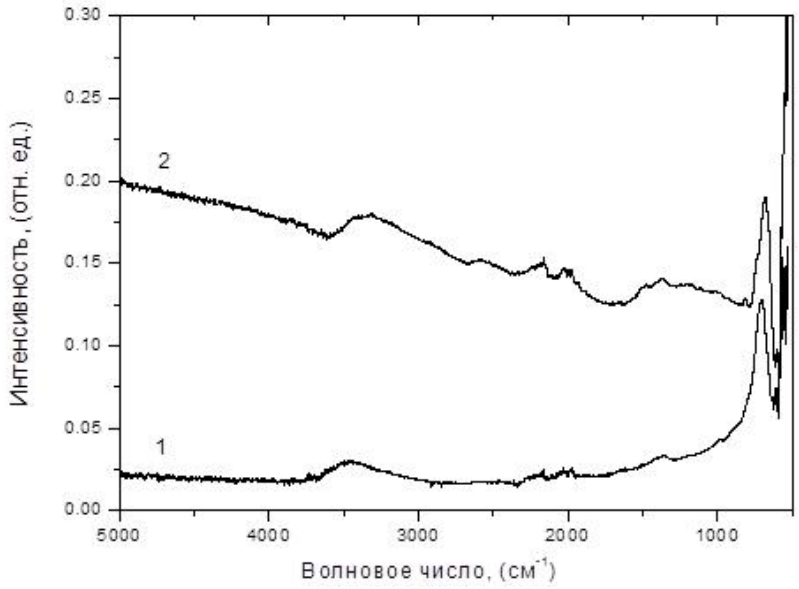


Рис. 9. НПВО спектральные характеристики: 1 – исходный порошок, 2 –керамика

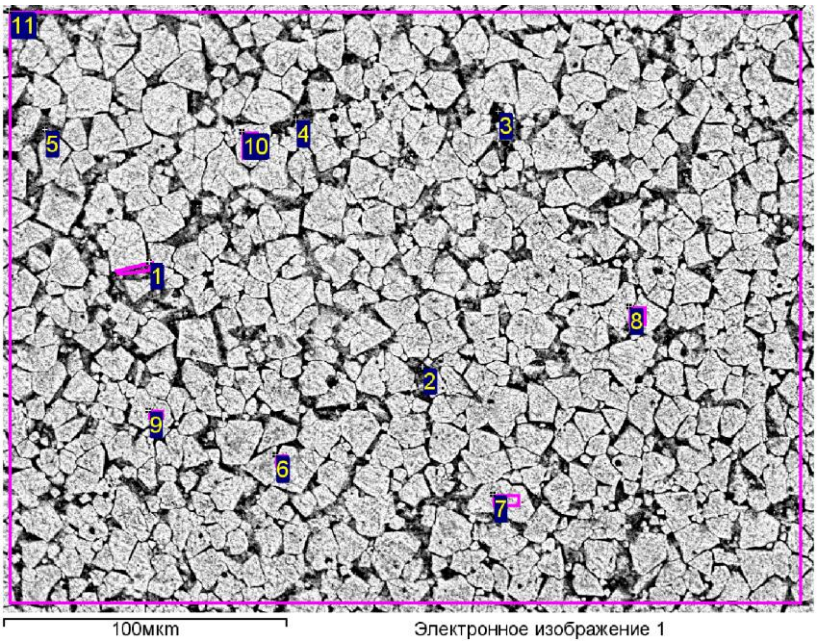


Рис. 10. Изображение во вторичных электронах зеренной структуры керамики, спеченной в НРНТ условиях смеси нанопорошка ZnO и 3% (по массе) Al

Относительная идентичность спектров по характеру полос поглощения указывает на стабильность исходной структуры материала после НРНТ обработки. Увеличение интенсивности НПВО сигнала, по-видимому, связано с увеличением размеров зерен полученного материала, что подтверждается результатами сканирующей электронной микроскопии (рис. 2 *в* и 10).

Как и в спектрах зеркального отражения полосы в области 700–500 $см^{-1}$ также по-видимому связаны с колебаниями Zn–O связи или Al–O связи.

Анализируя НПВО спектры на присутствие воды в различных ее состояниях, можно выделить следующее. Полоса поглощения около 1400 $см^{-1}$, соответствует деформационным колебаниям гидроксильных групп OH^-. Частоты в области 3100–3700 $см^{-1}$ относятся к валентным колебаниям этих OH^-групп. Появление таких полос вызвано наличием в образцах адсорбированной и капиллярной воды.

Причиной непрозрачности полученной керамики является присутствие в исходной смеси примеси углерода, равномерно распределенной по объему шихты, которая в процессе НРНТ спекания сегрегируется по границам зерен (табл. 1 и 2).

Таблица 1. **Элементный анализ исходной смеси нанопорошка ZnO с добавкой 3% (по массе) Al**

Спектр	В стат.	C	O	Al	Zn	Итог
1	Да	3.30	23.83	2.65	70.22	100.00
2	Да	3.21	23.55	2.98	70.26	100.00
3	Да	3.41	23.44	2.87	70.28	100.00
4	Да	4.48	24.83	2.82	67.86	100.00
5	Да	2.39	21.07	3.23	73.31	100.00
6	Да		18.31	2.95	78.74	100.00
7	Да	3.28	22.28	3.31	71.12	100.00
8	Да	2.97	20.23	3.18	73.62	100.00
9	Да	3.71	21.38	3.84	71.07	100.00
10	Да	2.39	18.38	2.87	76.35	100.00
11	Да	2.90	21.09	3.23	72.78	100.00

Все результаты в весовых %

Таблица 2. **Элементный анализ керамики из нанопорошка ZnO с добавкой 3% (по массе) Al, полученной HPHT методом**

Спектр	В стат.	C	O	Al	S	Zn	Mo	Итог
1	Да	7.01	26.32	13.56	0.00	47.13	5.98	100.00
2	Да	3.58	31.30	21.85	0.59	42.68		100.00
3	Да	3.53	31.14	21.23	0.86	43.24		100.00
4	Да	6.64	26.78	17.35	5.98	43.25		100.00
5	Да	5.06	27.57	14.70	4.42	48.25		100.00
6	Да	3.42	21.08	4.65		70.86		100.00
7	Да	3.13	20.56	3.78		72.53		100.00
8	Да	3.17	20.67	3.01		73.15		100.00
9	Да	2.41	20.54	2.18		74.87		100.00
10	Да	3.07	20.30	2.36		74.27		100.00
11	Да	3.63	21.90	6.26	0.67	67.54		100.00

Все результаты в весовых %

Спектры, приведенные в табл. 1 и 2, получены в точках, указанных соответственно на рис. 2 *в* и 9.

Как видно из табл. 2, содержание углерода в точках 1, 4 и 5, соответствующих границам зерен, существенно выше.

Второй причиной потери прозрачности может быть рекристаллизация зерен в процессе спекания, размер которых в конечном итоге многократно возрастает (рис. 2 *в* и рис. 9).

Следовательно, предварительная очистка исходной шихты от примеси углерода, а также выбор технологической схемы спекания, препятствующей рекристаллизации зерен, в совокупности могут обеспечить получение керамики, прозрачной в видимой области.

Таким образом, из анализа свойств ряда оптических оксидных нанокерамик, полученных при высоких статических давлениях и температурах, следует, что наиболее прозрачной в видимой области является керамика с добавкой 5% (по массе) Nd_2O_3 и она может быть рекомендована для использования как оптическая керамика в видимом диапазоне длин волн.

Авторы выражают благодарность сотруднику института физики твердого тела Латвийского университета, профессору Ларисе Григорьевой за предоставленные для исследований порошки оксида цинка.

Работа выполнена при финансовой поддержке Национальной академии наук Украины (проект № 95/14-Н).

Вивчено властивості оптичних оксидних нанокерамік з нанопорошків ітрій-алюмінієвого граната, оксиду алюмінію, а також оксиду цинку з добавкою 5% (по масі) алюмінію, отриманих при високих статичних тисках і температурах. Показано, що найбільш прозорою у видимій області є кераміка з добавкою 5% (по масі) Nd_2O_3 і вона може бути рекомендована для використання як оптична кераміка у видимому діапазоні довжин хвиль.

***Ключові слова**: кераміка, нанопорошок, оксиди, високий тиск, спікання, оптичні властивості*

Properties optical oxidic nano ceramics from nanopowders yttrium - aluminum pomegranate, aluminum oxide, and also zinc oxide with an additive of 5% (on weight) the aluminum, received are studied with high static pressures and temperatures.. It is shown that the most transparent in the visible region is a ceramic supplemented with 5% (by weight) Nd_2O_3, and it can be recommended for use as a ceramics in the visible optical range of wavelengths.

***Key words**: ceramic, nanopowder, oxides, high pressure sintering, the optical propertiess*

Литература

1. Багаев С. Н., Каминский А. А., Копылов Ю. Л., Кравченко В. Б. Оксидная лазерная нанокерамика: технология и перспективы [Электронный ресурс]. – Режим доступа: http://85.142.23.144/packages/mifi/82AC9389-D035-43A7-93D3-DC0084004D75/1.0.0.0/1.pdf.
2. Получение прозрачной наноструктурированной керамики $Y_3Al_5O_{12}$ / Е, А, Вовк, Т, Г, Дейнека, А, Г, Дорошенко и др, // Сверхтвердые материалы, – 2009, – № 4, – С, 55–63,
3. Почему диоксидциркониевая керамика может быть прозрачной? / Т, Е, Константинова, А, Д, Шевченко, А, А, Шульженко и др, // Тезисы докладов 10-й Международной конференции «Высокие давления-2008, Фундаментальные и прикладные вопросы» 16–20 сентября 2008 г, Судак, Крым. – Донецк, 2008. – С. 122.

4. Оксидная оптическая нанокерамика, полученная в условиях высокого давления и температуры / А. А. Шульженко, А. С. Попов, В. Я. Гайворонский и др. // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника, технология его изготовления и применения. Вып. 16. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2013. – С. 357–367.
5. Центр колективного користування науковими приладами (ЦККП) «Скануюча електронна мікроскопія і мікроаналіз (СЕММА)» [Электронный ресурс].– Режим доступа: http://www.ism.kiev.ua/site/ tools/russ/center2.html.
6. Новая наукоемкая технология мелкокристаллических материалов. Рекламный проспект. – М:, Хим. факультет МГУ им. М.В. Ломоносова, 2000. – 8 с.
7. Патент № 232875 Россия МПК G01T1/20, C04B35/453. Способ получения прозрачной керамики и сцинтиллятор на основе этой керамики // П. А. Родный, Е. И. Горохова, В. А. Демиденко и др. – Опубл. 10.07.08, Бюл. № 19.
8. The effect of sintering temperature on linear and nonlinear optical properties of YAG nanoceramics / V.Ya. Gayvoronsky, A.S. Popov, M.S. Brodyn, A.V. Uklein, V.V. Multian, O.O. Shul'zhenko // Nanocomposites, Nanophotonics, Nanobiotechnology, and Applications, Edition: Springer Proceedings in Physics, Vol. 156, Chapter: 13, Publisher: Springer, Editors: O.Fesenko, L.Yatsenko [Series: Springer Proceedings in Physics, Vol. 156 Fesenko, Olena, Yatsenko, Leonid (Eds.)2014, I, 460 p.].
9. Шульженко А. А., Гаргин В. Г., Соколов А. Н., Александрова Л. И. Оксидная оптическая нанокерамика, полученная в условиях высокого давления и температуры // Материаловедение тугоплавких соединений: IV-я международная Самсоновская конференция , г. Киев, Украина, 21 – 23 мая 2014 г. – К.: ИПМ НАН Украины, 2014. – С. 144.
10. Шульженко А. А., Шевченко А. Д., Уваров В. Н. и др. Оптическая оксидная нанокерамика, полученная в условиях высокого давления и температуры // Современные проблемы математики, механики и информатики. Сборник статей / Под ред. Н. Н. Кизиловой, Г. Н. Жолткевича. – Харьков: Вид-во ФОП Вировець А. П. Видавнича група «Апостроф», 2011. – С. 218–224.
11. Шульженко А. А., Шевченко А. Д., Соколов А. Н. и др. Особенности оптических свойств оксидных нанокерамик ZrO2 и Al2O3, полученных в условиях высокого давления // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника, технология его изготовления и применения. Вып. 14. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2011. – С. 409 413.

Поступила 11.06.14

УДК 544.146.5

Т. О. Шпадківська; **О. О.Бочечка**, д-р. техн. наук; **С. М. Назарчук**, канд. техн. наук; **В. М. Ткач**, д-р. фіз.-мат. наук; **М. В. Мельник**

Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, м. Київ

ВПЛИВ СЕДИМЕНТАЦІЇ НА ФОРМУВАННЯ В РІДКОМУ СЕРЕДОВИЩІ СУМІШІ НАНОПОРОШКІВ АЛМАЗУ ТА ОКСИДУ ВОЛЬФРАМУ WO_3

Досліджено седиментацію частинок оксиду WO_3 в етиловому спирті. Виділено частинки WO_3 розміром менше 500 нм. Показано як досягти рівномірного розподілу складових при приготуванні суміші алмазного нанопорошку статичного синтезу АСМ5 0,1/0 з добавкою 1% нанопорошку оксиду WO_3.

***Ключові слова**: алмаз, оксид вольфраму WO_3, нанопорошок.*

Вступ

В Інституті надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України створено нанокомпозит "алмаз – карбід вольфраму" шляхом спікання в умовах високого тиску та високої температури алмазних нанопорошків детонаційного та статичного синтезу з добавками наночастинок вольфраму, введеними хімічним способом [1]. Одним із варіантів введення в вихідну суміш для спікання нанокомпозиту вказаних наночастинок є виділення з порошку оксиду вольфраму WO_3 нанорозмірної фракції, змішування її з алмазним нанопорошком в рідкому середовищі, висушування та обробка в атмосфері водню для відновлення оксиду до металевого вольфраму.

Хоча осідання частинок мікронних розмірів у в'язких рідинах лежить в основі методів класифікації порошків, в літературі практично відсутні дані про седиментацію порошку оксиду вольфраму WO_3 в рідинах, які використовують для приготування його сумішей з нанопорошком алмазу, та її вплив на гомогенність одержаних сумішей.

Методика дослідження

Вивчення процесу осідання (седиментації) дрібних частинок в рідинах проводять як для седиментаційного аналізу – отримання кривих розподілу, які показують відносний вміст частинок в заданих інтервалах діаметрів [2, 3], так і для класифікації – виділення порошків певного розміру із порошкового продукту[4]. Осідання дрібних частинок твердих тіл в рідинах відбувається під дією сили тяжіння. Протидіють цій силі сила опору руху у в'язкій рідині, яка описується законом Стокса [2], та виштовхувальна сила. При досягненні певної швидкості руху u рівнодійна вказаних сил стає рівною нулю. Це означає, що частинки у в'язкій рідині рухаються рівномірно з цією швидкістю. Оскільки всі три сили залежать від радіусу частинки r, то із умови їхньої рівноваги одержують співвідношення між r та u:

$$2(\rho_т - \rho_р)g\,\tau\,r^2 = 9\eta\,u,$$

де η – в'язкість середовища; $\rho_т$ і $\rho_р$ –густина дисперсної фази і рідкого середовища, відповідно; g — прискорення сили тяжіння. Очевидно, що $u = H/\tau$, де H – висота осідання частинок; τ – час осідання частинок. Отже,

$$r = \sqrt{\frac{9\eta H}{2(\rho_т - \rho_р)g\,\tau}}\ .$$

Згідно з [2] взаємозв'язок між абсолютною температурою T та в'язкістю рідини η описується залежністю: $T = A(1/\eta)+C-(B/A)$; де A, B, C – константи.

Осадження частинок оксиду WO_3 проводили в етиловому спирті при температурі 15 ºС. Для етилового спирту A = 0,28395; B = 2398,6; C = 298,89. Висота стовпа рідини становила H = 5 см.

Після зливання рідину з частинками, які не осіли, висушували у сушильній шафі. Дані частинки використовували для приготування зразків.

Електронно-мікроскопічні зображення, за допомогою яких визначали розміри частинок, отримували в мікроскопі Zeiss EVO 50XVP.

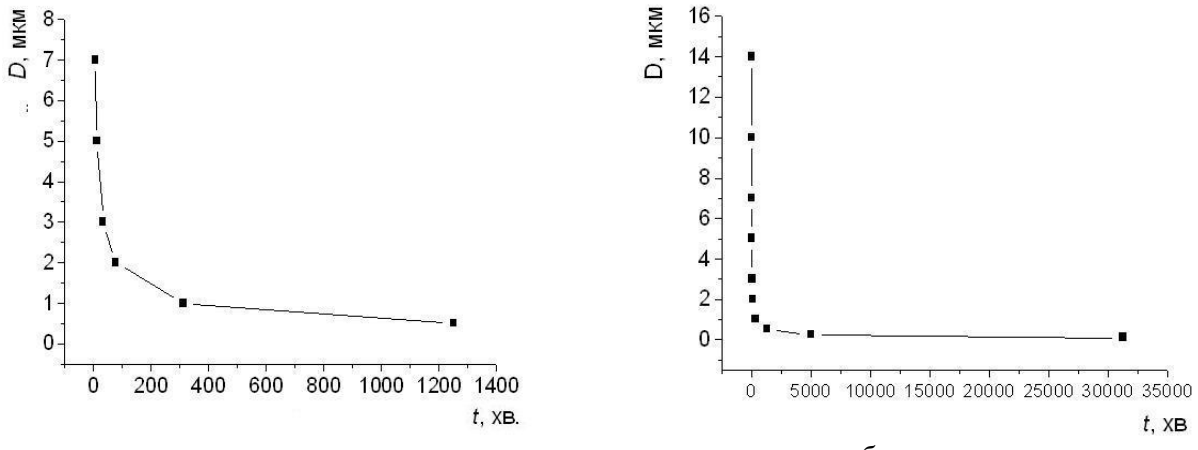
Визначення маси здійснювали швейцарськими терезами Precisa XT220A.

Для приготування суміші використовували алмазний нанопорошок статичного синтезу АСМ5 0,1/0. За даними виробника – ТОВ НВП "Прецизійні абразиви", основну його фракцію складають частинки розміром до 0,1 мкм. Питома площа поверхні становить 81950 $м^2$ /кг, вміст негорючих домішок – 4,29 % (мас.). Оскільки розмір частинок основної фракції алмазного порошку становить 0,091–0,128 мкм [5], то оксид WO_3 за розмірами має йому відповідати. Отриманні нами шляхом седиментації частинки WO_3 розміром менше 500 нм, в певній мірі, задовольняють цю вимогу.

Було приготовано 2 зразки суміші нанопорошків алмазу та триоксиду вольфраму. До складу зразка № 1 входили алмазний нанопорошок та добавка WO_3. Вміст добавки становив 1% (мас.). З вихідного матеріалу робили суміш шляхом перемішування в етиловому спирті з одночасною дією ультразвукового випромінювання. Зразок готували упродовж 1 години, після чого його висушували у сушильній шафі при температурі 110ºС. Зразок № 2 відрізняється від зразка № 1 рідиною, в якій проводили змішування. Для нього використовували дистильовану воду, а не спирт.

Результати досліджень та їх обговорення

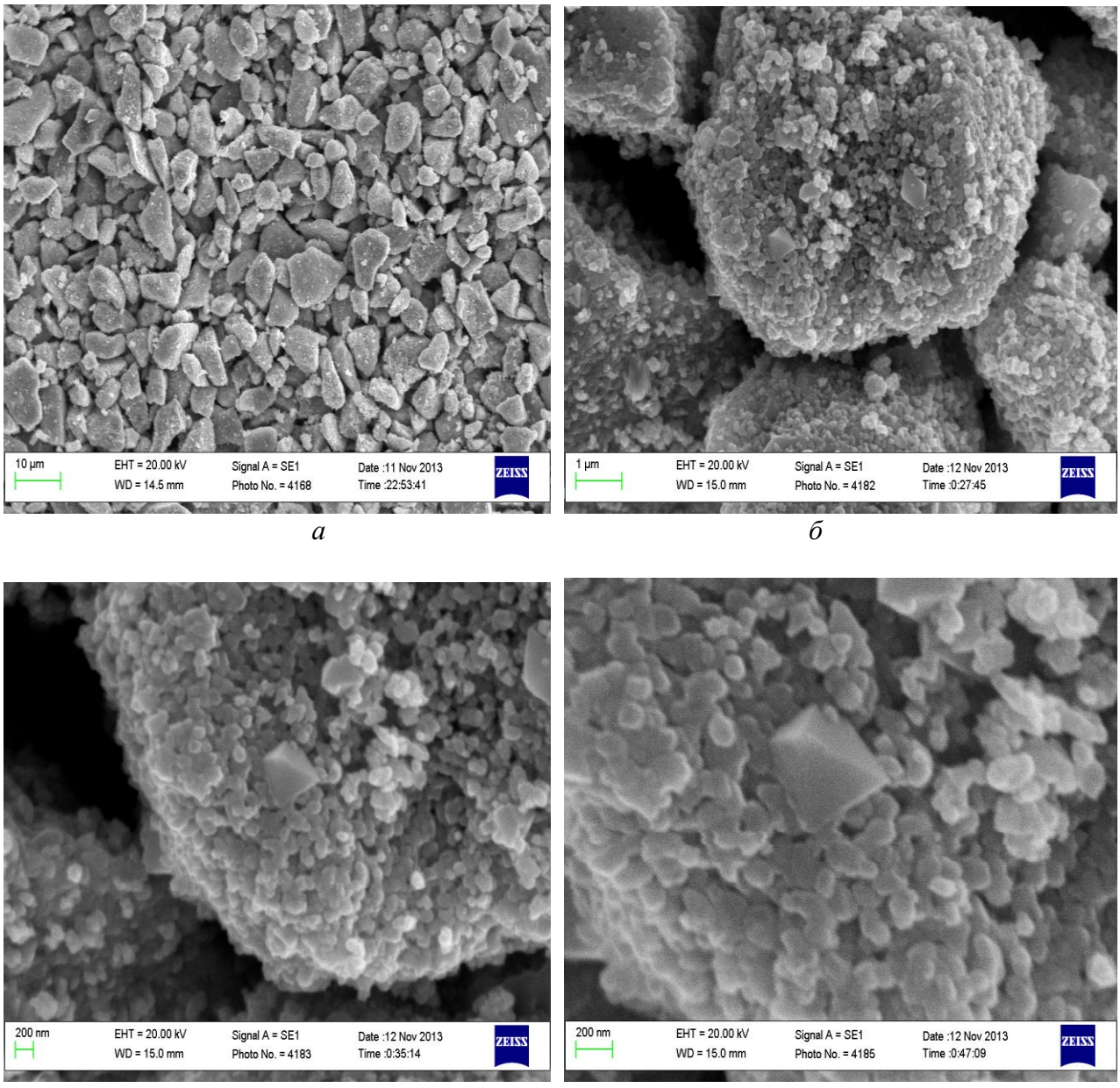
Оцінка седиментації порошків у рідинах. За вище наведеною формулою була оцінена залежність середнього розміру осаджених частинок WO_3 від часу осідання (рис. 1). Зливання рідини проводили після 6, 30 хв., 1, 5, 24 год. Згідно з проведеними розрахунками мінімальний розмір частинок, які осідають упродовж вказаних інтервалів часу становить, відповідно, 7, 3, 2, 1 і 0,5 мкм, тобто, наприклад, після осадження упродовж 24 год. залишаються неосадженими частинки розміром 500 нм і менше.



а *б*

Рис. 1. Залежність мінімального розміру осаджених частинок WO_3 від часу осідання в етиловому спирті при короткочасному (а) та довготривалому (б) осадженні

На рис. 2 наведено зображення порошку оксиду WO_3, який залишився в осаді після 30 хв. осадження злитої після 6 хв. рідини.



а *б*

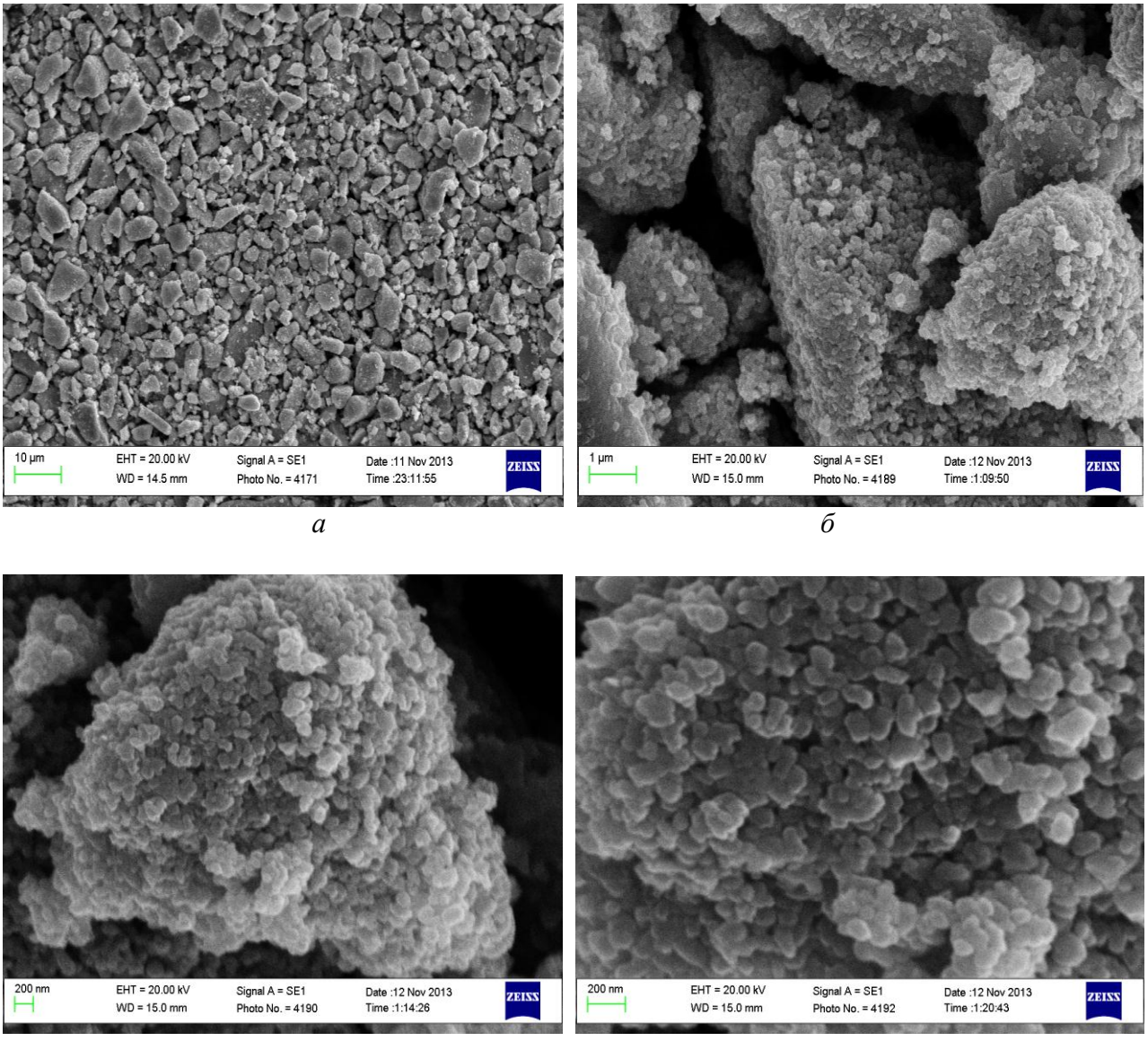
в *г*

Рис. 2. Електронно-мікроскопічні зображення осаджених частинок оксиду WO_3 після 30 хв. осадження: а – збільшення 2500; б – збільшення 25000; в – збільшення 50000; г – збільшення 100000

Оскільки перше зливання рідини відбулося після 6 хв. від початку процесу, і за проведеними розрахунками частинки розміром 7 мкм і більше в рідині уже відсутні, то в інтервалі між першим і другим зливанням в рідині мали б залишатися частинки розміром 3 – 7 мкм. При збільшенні 2500 (рис. 2 *а*) ми спостерігаємо порошок, розміри частинок якого відповідають розрахункам. Проте спостереження при більших збільшеннях (рис. 2 *б* – 2 *г*) показує, що вказані частинки є, по суті, полікристалічними агломератами, які складаються з монокристалів розміром від 100 до 500 нм, зв'язок між якими в значній частині об'єму

агломерату носить точковий характер. Таким чином, за вказаний період в рідині осіли агломерати триоксиду вольфраму, які в подальшому під час сушіння осаду в сушильній шафі після зливання в'язкого середовища практично не змінили своїх розмірів.

На рис. 3 зображено порошок оксиду WO_3, виділений з рідини після 1 год. осадження. За даний період згідно з проведеними розрахунками мали б спостерігатися частинки розміром 2 – 3 мкм. Електронно-мікроскопічні зображення показують, що частинки таких розмірів є агломератами, як і в попередньому випадку, проте ступінь ущільнення монокристалів в них більший.



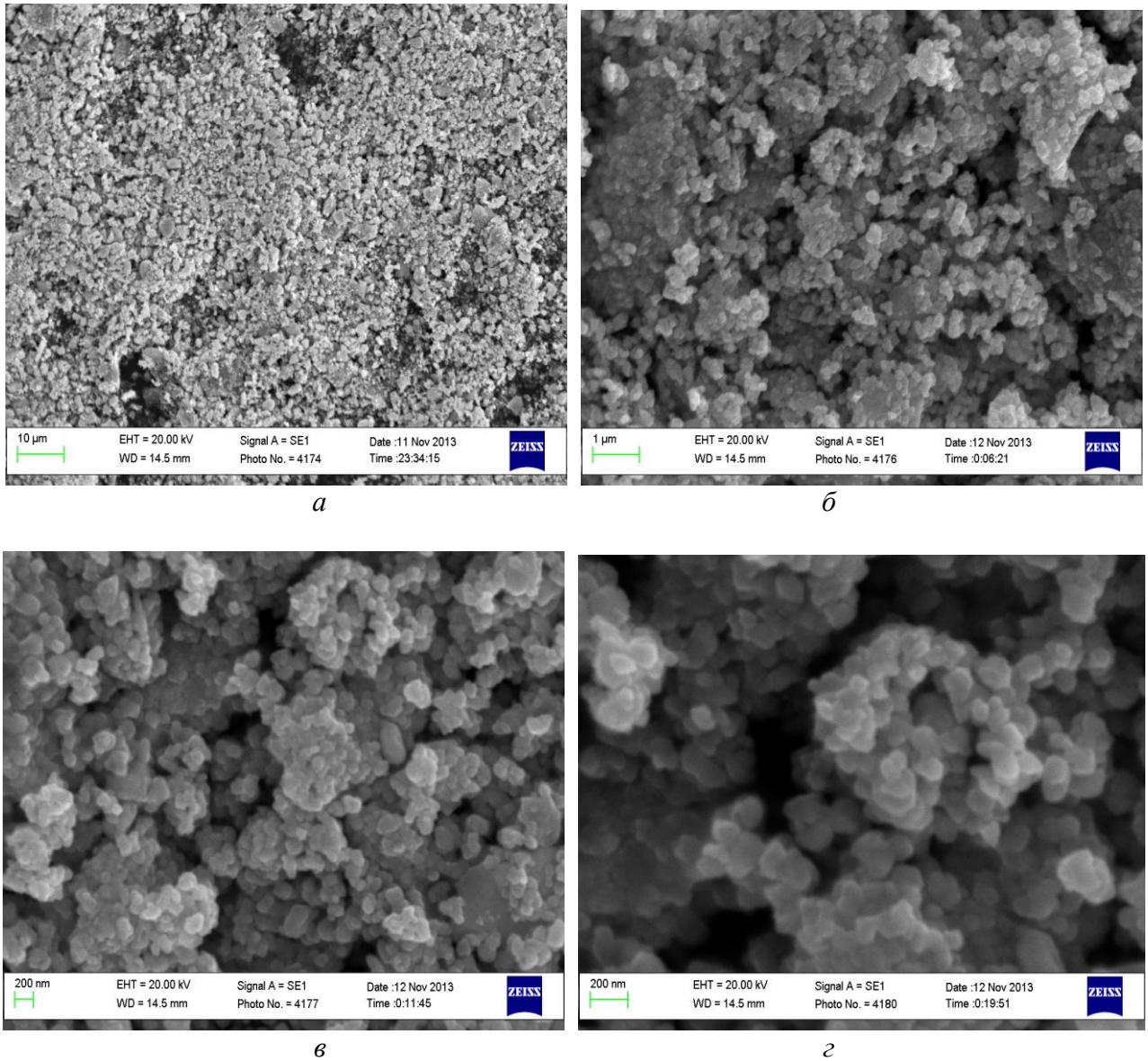
а *б*

в *г*

Рис. 3. Електронно-мікроскопічні зображення осаджених частинок оксиду WO_3 після 1 год осадження: а – збільшення 2500; б – збільшення 25000; в – збільшення 50000; г – збільшення 100000.

На рис. 4 показано порошок оксиду WO_3 після 24 год. осадження. Оскільки перед цим відбулося зливання рідини після 5 год. від початку процесу, розмір частинок має становити 0,5 ÷ 1 мкм. В цілому, розміри агломератів лежать в цих межах (рис. 4 *а*), проте подекуди зустрічаються агломерати більших розмірів (рис. 4 *б*). Звертає на себе увагу те, що

монокристали в агломератах розміром до 1 мкм «упаковані» досить щільно – там практично відсутні пори (рис. 4 *в*), тоді як більші за розміром агломерати являють собою слабо зв'язані агломерати менших розмірів (рис. 4 *г*). Імовірно, такий зв'язок сформувався під час висушування осаду.

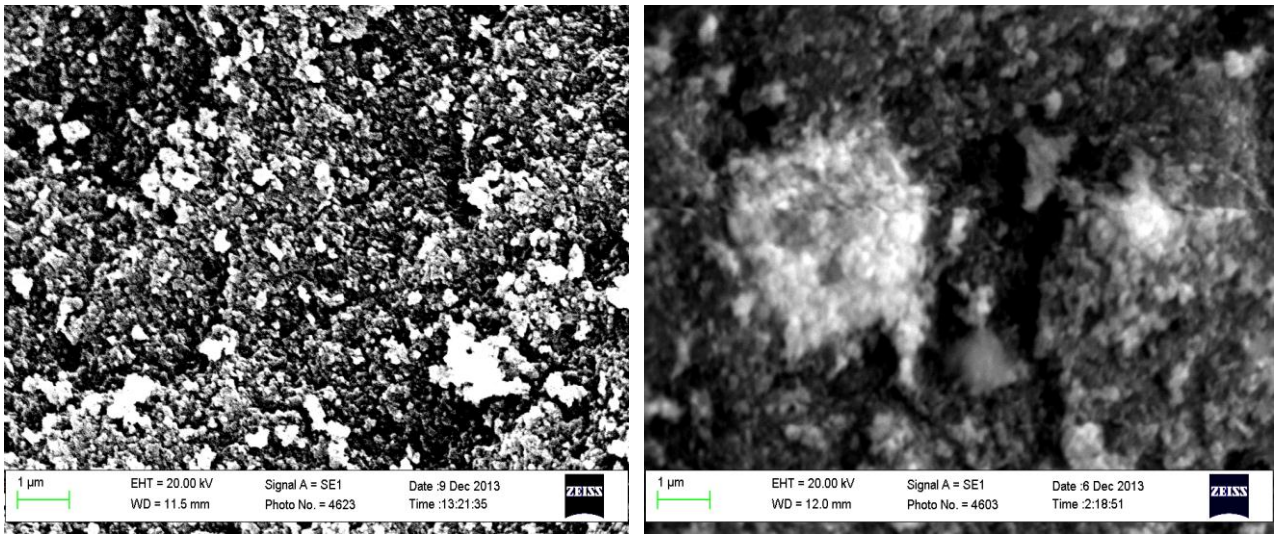


а *б*

в *г*

Рис. 4. Електронно-мікроскопічні зображення осаджених частинок оксиду WO_3 після 24 год. осадження: а – збільшення 2500; б – збільшення 25000; в – збільшення 50000; г – збільшення 100000

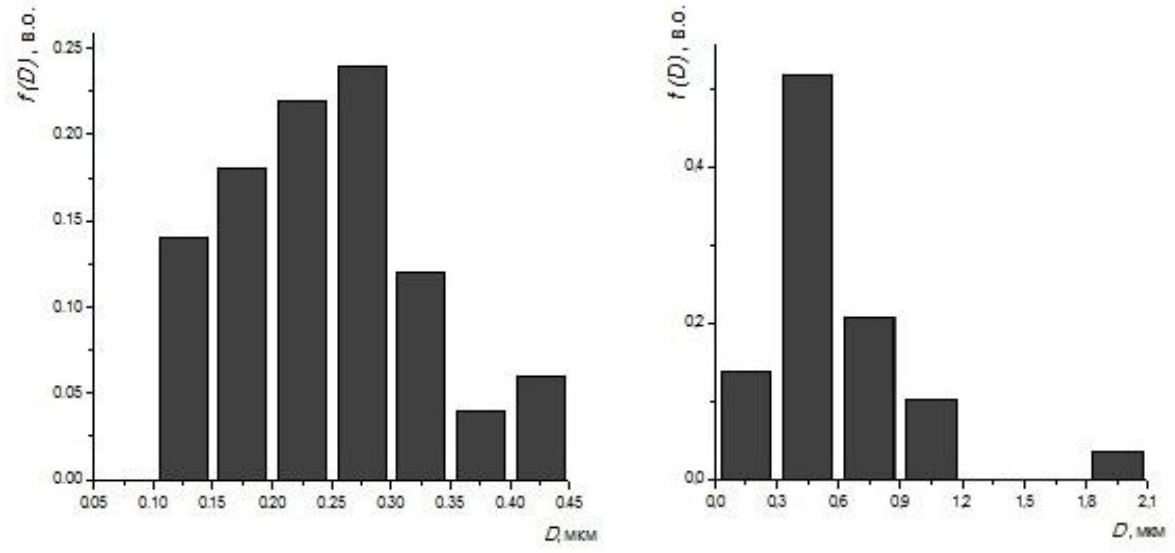
Однорідність сумішей нанопорошків алмазу та триоксиду вольфраму. На рис. 5 наведено електронно-мікроскопічні зображення (у відбитих електронах) зразків суміші нанопорошку алмазу та порошку триоксиду вольфраму, виділеного з рідини після доби осідання. Як уже зазначалось, зразки відрізняються середовищем, в якому вони готувались (№ 1 – спирт, № 2 – дистильована вода).



а *б*

Рис. 5. Електронно-мікроскопічні зображення сумішей нанопорошку алмазу та порошку триоксиду вольфраму: а - зразок №1; б - зразок №2.

Для кількісної оцінки розмірів частинок в суміші із зображень наведених ділянок в характеристичному випромінюванні вуглецю та вольфраму було одержано контрастні зображення, з яких в подальшому за допомогою програми «PhaseAnalysis», розробленої на інженерно-фізичному факультеті НТУУ «КПІ», одержано дані про розподіл частинок WO_3 в сумішах (рис. 6).



а *б*

Рис. 6. Розподіл частинок WO_3 в сумішах нанопорошку алмазу та порошку триоксиду вольфраму за розмірами: а – зразок № 1; б – зразок № 2, D – розмір частинок, f(D) –густина імовірності розподілу

Як видно, в зразку № 1 основною фракцією порошку триоксиду вольфраму в суміші є частинки розміром 0,10 – 0,36 мкм, присутня незначна кількість більш крупних частинок, але їх розмір не перевищує 0,45 мкм, тоді як в зразку № 2 більшість частинок WO_3 мають розміри 0,3 – 0,9 мкм, спостерігаються також частинки величиною 1,2 та 2,1 мкм.

Оскільки в обох випадках для приготування сумішей було використано порошок WO_3 з розміром частинок до 0,5 мкм, це означає, що при приготуванні суміші в спирті практично не відбувається агломерації частинок WO_3, а використання дистильованої води як середовища для змішування нанопорошків алмазу та триоксиду вольфраму призводить до утворення агломератів WO_3 і нерівномірного розподілу фаз в структурі суміші і, в подальшому, в структурі спеченого з неї нанокомпозиту алмаз – карбід вольфраму.

Висновки

На основі порівняння результатів розрахунків розмірів частинок від часу осідання з експериментальними даними, одержаними методом скануючої електронної мікроскопії, показано, що процес седиментації порошку триоксиду вольфраму в етиловому спирті описується на основі класичних уявлень про рівномірний рух дрібних частинок твердих тіл в рідинах під дією сили тяжіння, якій протидіють виштовхувальна сила та сила опору руху у в'язкій рідині, яка визначається законом Стокса.

Частинки триоксиду вольфраму, виділені із вихідного порошку за рахунок дезінтеграції під дією ультразвукового випромінювання та седиментації в етиловому спирті, являють собою полікристалічні агломерати, утворені з монокристалів розміром від 100 до 500 нм. Ступінь зв'язку між монокристалами в агломератах зростає із зменшенням розмірів частинок агломератів від 7 до 1 мкм.

Використання етилового спирту як середовища для формування суміші нанопорошків алмазу та триоксиду вольфраму забезпечує формування однорідної структури суміші, тоді як змішування в дистильовані воді призводить до утворення агломератів WO_3, нерівномірного розподілу фаз в структурі суміші і, в подальшому, в структурі спеченого з неї нанокомпозиту алмаз – карбід вольфраму.

Исследована седиментация частиц оксида WO_3 в этиловом спирте. Выделены частицы WO_3 размером менее 500 нм. Показано каким образом достичь равномерного распределения составляющих при приготовлении смеси алмазного нанопорошка статического синтеза АСМ5 0,1/0 с добавкой 1% нанопорошка оксида WO_3.

***Ключевые слова**: алмаз, оксид вольфрама WO_3, нанопорошок.*

The oxide WO_3 particles sedimentation in ethanol was investigated. The WO_3 particles smaller than 500 nm are allocated. It is shown how to distribute uniform the components by a mixture preparation of the diamond static synthesized nanopowder ASM5 0.1/0 with the addition of 1% oxide WO_3 nanopowder.

***Key words**: diamond, tungsten oxide WO_3, nanopowder.*

Література

1. Пат. на винахід № 93803 Україна, М.кл.[6] МПК, B24D 3/02, B22F 3/14. Спосіб отримання алмазного композиційного матеріалу / М. В. Новіков, О. О. Бочечка, С. М. Назарчук, В. С. Гаврилова, Г. С. Олєйник, Л. О. Романко, І. А. Свєшніков, С. Д. Заболотний. – Опубл. 10.03.11. Бюл. № 5.
2. Наумов В. Н., Королев Д. В. Седиментационный анализ суспензий: Методические указания к лабораторной работе. – СПб.: ГОУ ВПО СПбГТИ(ТУ), 2005. – 30 с.
3. Сивухин Д. В. Общий курс физики. Учеб. пособие для вузов. В 5 т. Т. I. Механика. – 4-е изд., стереот. – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2005. – 560 с.
4. Никитин Ю. И. Технология изготовления и контроль качества алмазных порошков. – К.: Наук. думка, 1984. – 264 с.

5. Шпадківська Т. О., Цапюк Г. Г., Назарчук С. М. та ін. Вплив добавок наночастинок вольфраму на окиснення нанопорошку алмазу в атмосфері повітря // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технологии его изготовления и применения, 2013. – Вып. 16. – С. 343–351.

Надійшла 14.07.14

УДК 539.26541.1

И. Н. Зайцева, В. С. Шамраева, Г. Г. Пюра

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

ИССЛЕДОВАНИЕ ГИДРОФИЛЬНОСТИ МИКРОПОРОШКОВ СИНТЕТИЧЕСКИХ АЛМАЗОВ

Приведены результаты исследования гидрофильности поверхности микропорошков синтетических алмазов. Установлено, что любое физико-химическое (химическое, термическое) воздействие на микропорошок алмаза марки АСМ приводит к изменению способности поверхности микропорошков синтетического алмаза адсорбировать пары воды и показано, что чем больше абсолютная свободная энергия насыщения парами воды (ΔCS) микропорошков синтетических алмазов, тем гидрофильнее их поверхность.

***Ключевые слова**: микропорошок синтетических алмазов, физико-химическое воздействие, удельная площадь поверхности, гидрофильность поверхности.*

Введение

Во многих отраслях промышленности широко применяют порошки синтетических алмазов материалов и инструменты из них, ставшие важным фактором научно-технического прогресса. Известно, что работоспособность инструмента в значительной мере определяется свойствами порошков алмаза. Свойства порошков алмаза, в свою очередь, обусловливаются технологиями синтеза, извлечения, обработки, сортировки по физико-химическим свойствам [1; 2]. Результаты исследования свойств порошков алмаза показали, что для повышения эффективности инструмента целесообразно использовать микропорошки алмаза с заданными физико-химическими характеристиками и прежде всего адсорбционно-структурными, такими как удельная площадь поверхности, пористость, радиус пор, степень гидрофильности [3; 4]. Известно, что при взаимодействии поверхности порошков алмаза с жидкими средами на микропорошки синтетических алмазов существенно влияет поверхностная энергия (поверхностное натяжение), тесно взаимосвязанная с гидрофильностью поверхности этих порошков. При этом адсорбция твердыми телами паров воды существенно зависит от состояния и химического состава их поверхности. Как правило, предпочтительными центрами адсорбции являются функциональные группы на поверхности твердого тела, способные образовывать с молекулами воды химические связи. Порошки синтетических алмазов при извлечении и обработке их поверхности подвергаются различным химическим воздействиям, таким как обработка сильными окислителями и концентрированными кислотами, высокотемпературная обработка, воздействие расплавов щелочей. В результате этих воздействий изменяется качество поверхности микропорошков алмаза, ее адсорбционно-структурные характеристики, в том числе гидрофильность поверхности.

В этой связи цель настоящей работы – исследовать гидрофильность поверхности микропорошков синтетических алмазов после различных способов обработки их поверхности.

Методика исследования

Исследовали микропорошки синтетического алмаза различной зернистости. Адсорбционно-структурное и физико-химическое исследования поверхности порошков осуществляли классическим методом адсорбции газов при низкой температуре в соответствии с принципом БЭТ с помощью газоадсорбционных анализаторов NOVA 2200 («Quantachrome», США) и «Accusorb 2100» («Культроникс»), предназначенных для измерения пористости, удельной площади поверхности, радиуса пор и пр.

Степень гидрофильности оценивали по изменению свободной энергии насыщения поверхности порошков парами воды. Адсорбцию паров воды определяли при комнатной температуре и влажности, близкой к 100%. Объем адсорбированной порошками алмаза влаги определяли взвешиванием навески материала до начала эксперимента и через определенные промежутки времени после помещения навески во влажную среду. После прекращения изменения массы навески активные центры поверхности молекулами паров воды насыщаются и адсорбция считается завершенной.

Степень гидрофильности поверхности порошков алмаза оценивали по значению свободной энергии насыщения водой 1 г исследуемого порошка (ΔC_S) (Дж/(моль·г)), которую рассчитывали по формуле

$$\Delta C_S = RTn\ln\frac{P_{\text{парц}}}{P_{\text{нас}}}, \quad (1)$$

где R – газовая постоянная, R=8,31 Дж/моль·К; Т – температура, К; n – количество молей воды, адсорбированной 1 г исследуемого порошка алмаза; $P_{\text{парц}}$ – парциальное давление паров воды,

$$P_{\text{парц}} = P_{\text{нас}} - 0{,}0065(t_{\text{с}} - t_{\text{м}})P, \quad (2)$$

где $P_{\text{нас}}$ – давление насыщенных паров воды в условиях эксперимента (справочные данные о давлении паров воды в зависимости от температуры приведены в справочнике химика); 0,0065 – температурный коэффициент, 1/град.; $t_{\text{с}}$, $t_{\text{м}}$ – показание термометра соответственно «сухого» и «мокрого»; P – атмосферное давление, мм рт. ст.

Количество молей воды, адсорбированной 1 г исследуемого порошка, определяли по формуле

$$n = \frac{m_2 - m_1}{M_{\text{H}_2\text{O}}(m_1 - m_0)}, \quad (3)$$

где $M_{\text{H}_2\text{O}}$ – моль воды (18 г); m_0 – масса высушенного стаканчика (бюкса), г; m_1 – масса стаканчика (бюкса) с высушенным порошком алмаза, г; m_2 – масса стаканчика (бюкса) с порошком алмаза после адсорбции паров воды, г.

Результаты исследования и их обсуждение

Исследовали гидрофильность поверхности микропорошков синтетического алмаза марки АСМ 5/3. От исследованного порошка методом квартования согласно ДСТУ 3292–95 отобрали пробы массой (50±0,5) г [5].

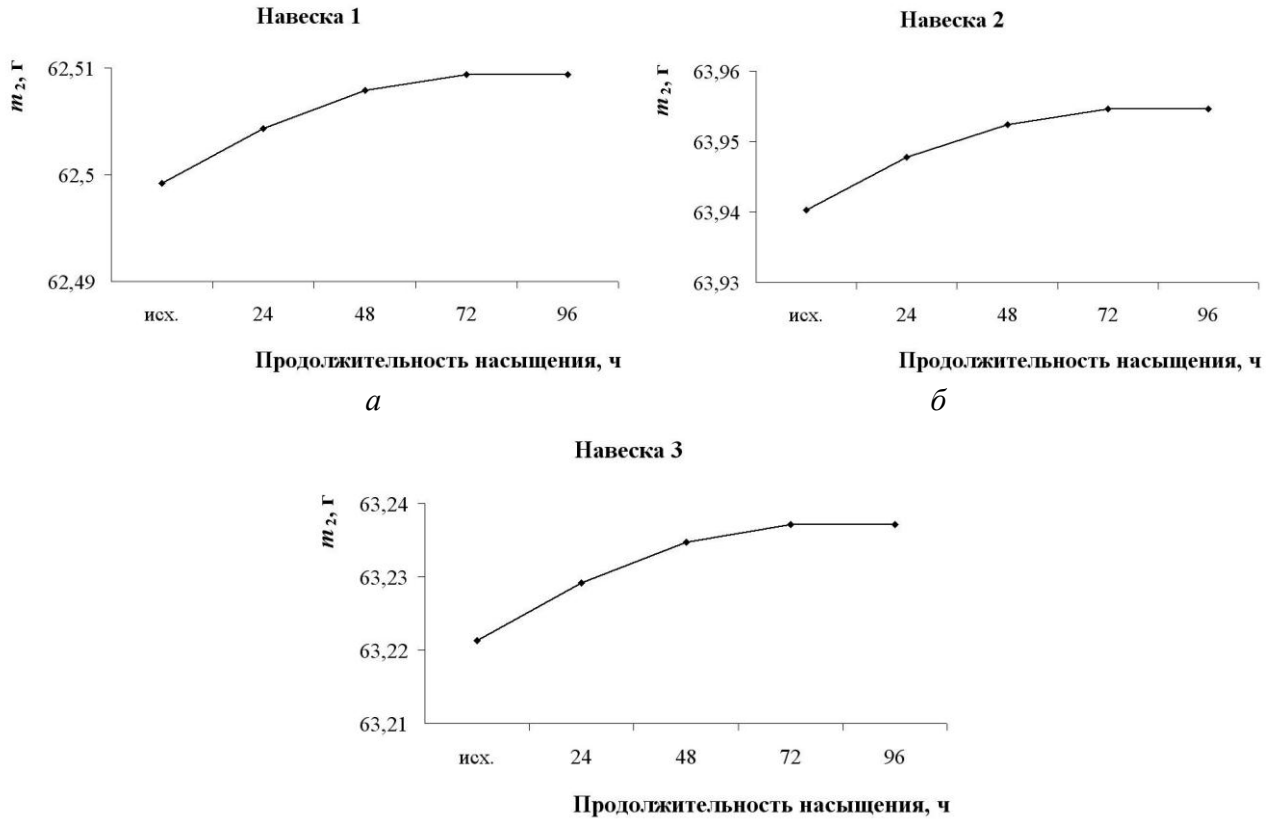
Предварительно подготовили эксикатор, в котором производится адсорбция паров воды на поверхность порошков алмаза, поместив в него прокаленный до полного удаления влаги хлористый кальций. В сушильном шкафу при температуре (150±10) $^{\text{o}}$С высушили

стеклянные стаканчики (бюксы) с притертыми пробками до постоянной массы (погрешность измерения массы $\pm 2 \cdot 10^{-4}$ г) и охладили в эксикаторе с высушивающим поглотителем - хлористым кальцием до температуры окружающей среды. Затем отобрали от пробы алмаза марки АСМ 5/3 три навески массой по (5±0,5) г каждая. Навески взвешивали в стеклянном стаканчике (бюксе). Открытые стеклянные стаканчики (бюксы) с пробами алмаза марки АСМ 5/3 поместили в сушильный шкаф, нагретый до температуры (150±10) °С, и высушивали до постоянной массы (2,5–3 часа). Перед каждым взвешиванием стаканчики закрывали крышками и охлаждали в эксикаторе с хлористым кальцием.

Для измерения температуры в объеме эксикатора в заполненный дистиллированной водой резервуар эксикатора вставили пробку с "сухим" термометром. Второй термометр с обернутым марлей резервуаром со ртутью размещали на фарфоровой вставке эксикатора. Конец марли опускали в воду ("мокрый" термометр). Охлажденные открытые стаканчики (бюксы) с исследуемым порошком алмаза марки АСМ 5/3 помещали на фарфоровую вставку эксикатора. Через разные промежутки времени (24±0,25) ч стаканчики с порошком алмаза вынимали из эксикатора, предварительно зафиксировав показания "сухого" ($t_с$) и "мокрого" ($t_м$) термометров и барометра (P). Стаканчики закрывали крышками и определяли их массу с порошком (m_1). Определение массы стаканчиков повторяли до завершения адсорбции, т. е. достижения постоянной массы (m_2). Полученные в результате испытания данные приведены в табл. 1 и показаны на рис. 1.

Таблица 1. **Изменение массы проб алмаза марки АСМ 5/3 исходного и после насыщения парами воды**

Номер навески	m_0, г	m_1, г	m_2, г	$t_с$, °С	$t_м$, °С	Продолжительность обработки, ч
1	57,3040	62,4992	62,5043	16,3	15,5	24
			62,5079	17,9	17,0	48
			62,5094	17,8	16,5	72
			62,5094	17,9	17,0	96
2	58,6385	63,9403	63,9478	16,3	15,5	24
			63,9524	17,9	17,0	48
			63,9546	17,8	16,5	72
			63,9546	17,9	17,0	96
3	57,9057	63,2213	63,2292	16,3	15,5	24
			63,2347	17,9	17,0	48
			63,2371	17,8	16,5	72
			63,2371	17,9	17,0	96



а *б* *в*

Рис. 1. Зависимости массы проб микропорошка алмаза марки АСМ 5/3 после насыщения их поверхности парами воды от продолжительности насыщения

Из данных табл. 1 и рис. 1 следует, что с увеличением продолжительности поглощения паров воды поверхностью микропорошка алмаза марки АСМ 5/3 увеличивается масса навесок после насыщения парами воды. По истечении 72 ч масса навесок после насыщения парами воды не изменилась, поэтому адсорбции можно считать завершенной.

По барометру определили атмосферное давление P=744 мм рт. ст. и установили по справочной литературе давление насыщенных паров воды в условиях эксперимента в зависимости от температуры: $P_{нас}$=15,29 мм рт. ст. Затем по формуле (2) рассчитали парциальное давление $P_{парц}$=9,0032 мм рт. ст., по формуле (3) – количество молей адсорбированной воды n для каждой навески порошка алмаза. Результат определения количества адсорбированного порошком алмаза марки АСМ 5/3 паров воды равен среднему арифметическому трех измерений:

$$n = \frac{n_1 + n_2 + n_3}{2} \qquad (4)$$

Используя полученные экспериментальные и рассчитанные по формуле (1) данные, определили свободную энергию насыщения парами воды микропорошка алмаза марки АСМ 5/3. Результаты приведены в табл. 2.

Таблица 2. **Свободная энергия насыщения парами воды поверхности микропорошка алмаза марки АСМ 5/3**

Номер навески	Объем адсорбированной воды		Давление, мм рт. ст.			Свободная энергия насыщения парами воды, ΔC_S, Дж/(моль·г)
	г	Количество молей адсорбированной воды, n	P	$P_{нас}$	$P_{парц}$	
1	0,0102	$1{,}09 \cdot 10^{-4}$	744	15,29	9,0032	0,45
2	0,0143	$1{,}50 \cdot 10^{-4}$				0,61
3	0,0158	$1{,}65 \cdot 10^{-4}$				0,68
Среднее значение	0,0134	$1{,}41 \cdot 10^{-4}$				0,58

На основании проведенного исследования разработали методику определения гидрофильности порошков сверхтвердых материалов. По разработанной методике оценивали гидрофильность микропорошков синтетических алмазов разной зернистости.

Микропорошок алмаза марки АСМ 5/3 подвергали различным физико-химическим обработкам: жидкофазное окисление поверхности смесью серной и хромовой кислот; расплав гидроксидов калия и нитрита калия; термообработке при температуре 900 °С в токе аргона. После обработок в микропорошках определяли удельную площадь и гидрофильность поверхности по изменению энергии насыщения парами воды. Результаты исследования приведены в табл. 3.

Таблица 3. **Изменение адсорбционно-структурных характеристик микропорошка алмаза марки АСМ 5/3 после физико-химических воздействий**

№ п/п	Вид обработки	Удельная площадь поверхности $S_{уд.}$, $м^2/г$	Свободная энергия насыщения парами воды ΔC_S, Дж/(моль·г)
1	Исходный порошок	1,38	0,58
2	Жидкофазное окисление смесью серной и хромовой кислот	2,08	0,87
3	Расплав гидроксидов калия и нитрита калия	0,87	0,36
4	Термообработка при температуре 900 °С в токе аргона	2,04	0,86

Из данных табл. 3 следует, что после различных видов обработок микропорошка алмаза марки АСМ 5/3 гидрофильность (ΔC_S - свободная энергия насыщения парами воды) изменяется по-разному. Жидкофазное окисление смесью серной и хромовой кислот приводит к увеличению удельной площади поверхности микропорошка и значительному увеличению его гидрофильности. Вероятно, это обусловлено частичным растравливанием поверхности и появлением на поверхности микропорошка новых адсорбционных центров, способных к образованию водородных связей, что приводит к повышению адсорбции водяного пара. Обработка расплавом щелочей (гидроксидов калия и нитрита калия) снижает гидрофильность микропорошка. При этой обработке удаление поверхностных примесей компенсируется дополнительной адсорбцией кислорода на дефектных участках поверхности,

возникающих при травлении поверхности микропорошка. Термообработка микропорошка при температуре 900 °С в токе аргона приводит к значительному увеличению его гидрофильности. Такого эффекта достигают путем окисления поверхности и увеличения ее площади из-за растрескивания при высокотемпературном нагревании.

В то же время оценивали гидрофильности микропорошков алмаза марки АСМ зернистостью 28/20–5/3. Результаты определения приведены в табл. 4.

Таблица 4. **Оценка гидрофильности микропорошков алмаза марки АСМ разной зернистости**

№ п/п	Зернистость	Удельная площадь поверхности $S_{уд.}$, $м^2/г$	Свободная энергия насыщения парами воды ΔC_S, Дж/(моль·г)
1	28/20	0,19	0,098
2	20/14	0,32	0,13
3	14/10	0,51	0,22
4	10/7	0,73	0,34
5	7/5	1,14	0,48
6	5/3	1,38	0,58

Как следует из данных табл. 4, с увеличением удельной площади поверхности микропорошков увеличивается их гидрофильность поверхности. Это проиллюстрировано на рис. 2.

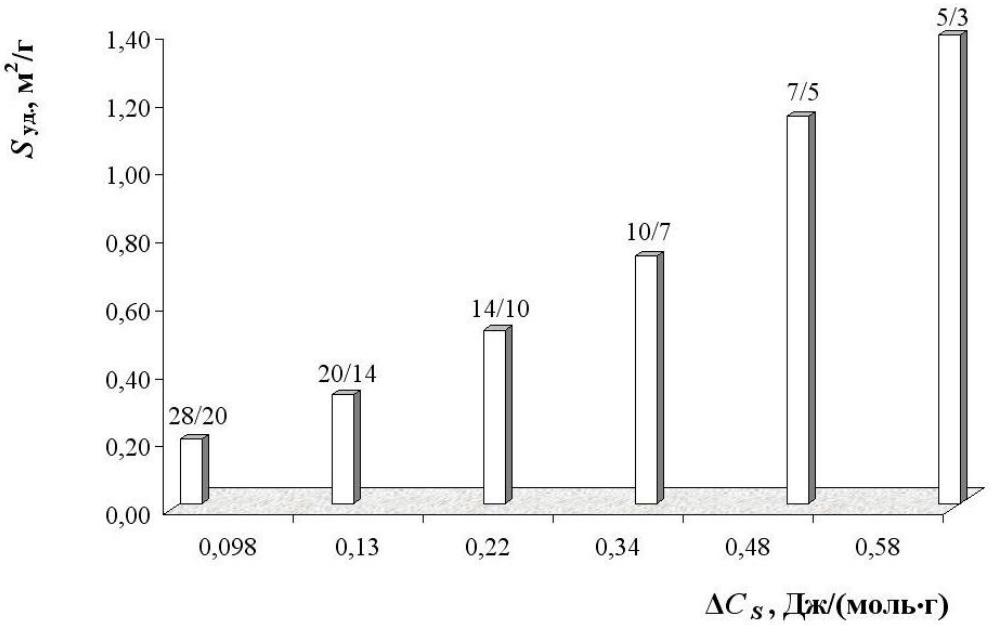


Рис. 2. Диаграмма изменения удельной площади поверхности и гидрофильности поверхности микропорошков синтетических алмазов марки АСМ разной зернистости

Таким образом, согласно результатам анализа экспериментальных данных исследования любое физико-химическое воздействие на микропорошок алмаза марки АСМ (химическое, термическое) приводит к изменению способности поверхности микропорошков синтетического алмаза адсорбировать пары воды.

Выводы

На основании исследований разработали методику определения показателя гидрофильности порошков сверхтвердых материалов. По разработанной методике оценили гидрофильность микропорошков синтетических алмазов разной зернистости. Установили, что чем существенно больше абсолютная свободная энергия насыщения парами воды (ΔC_S) микропорошков синтетических алмазов, тем гидрофильнее их поверхность.

Показали, что с увеличением крупности микропорошков синтетических алмазов снижаются их удельная площадь поверхности и гидрофильность поверхности этих порошков.

Наведено результати дослідження гідрофільності поверхні мікропорошків синтетичних алмазів. Встановлено, що будь-який фізико-хімічний (хімічний, термічний) вплив на мікропорошок алмазу марки АСМ призводить до зміни здатності поверхні мікропорошків синтетичного алмазу адсорбувати пари води і показано, що збільшення абсолютної вільної енергії насичення парами води (ΔC_S) мікропорошків синтетичних алмазів зумовлює гідрофільнішу їх поверхню.

Ключові слова: *мікропорошок синтетичних алмазів, фізико-хімічний вплив, питома площа поверхні, гідрофільність поверхні.*

The results of research of hydrophilicity of surface of micropowders of synthetic diamonds are presented in the article. It has been established that any physico-chemical impact on the diamond micropowder mark ACM (chemical, thermal) causes the change of ability of surface of micropowder of synthetic diamond to adsorb the water vapor, it is shown that the more absolute value of free energy of saturation the water vapor (ΔC_S) of micropowders of synthetic diamonds, the more hydrophilic their surface.

Key words: *micropowder of synthetic diamonds, physico-chemical impact, specific surface, hydrophilicity of surface.*

Литература

1. Сверхтвердые материалы. Получение и применение. Монография: в 6 т. – Синтез алмаза и подобных материалов / под общ. ред. Н.В. Новикова; отв. ред. А.А. Шульженко. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля, ИПЦ «АЛКОН» НАН Украины, 2003. – Т. 1. – Вып. 13.
2. Исследование поверхностной активности порошков синтетических алмазов / Г.П. Богатырева, В.Б. Крук, Л.А. Сохина, Г.Г. Пюра // Физико-химические пробл. синтеза сверхтвердых материалов. – К.: ИСМ АН УССР, 1978. – С. 80–83.
3. Химия поверхности алмаза / В.Г. Алешин, А.А. Смехнов, Г.П. Богатырева, В.Б. Крук; отв. ред. Н.В. Новиков; АН УССР, Ин-т сверхтвердых материалов. – К.: Наук. думка, 1990. – 200 с.
4. Грег С. Адсорбция, удельная поверхность, пористость: пер. с англ. / Грег С., Синг К. 2-е изд. – М.: Мир, 1984. – 306 с.
5. ДСТУ 3292-95. Порошки алмазні синтетичні. Загальні технічні умови. – К.: Держстандарт України, 1996. – 69 с.

Поступила 29.05.14

УДК 621.921:547.639

Е.А. Пащенко, д-р техн. наук, **О.В. Лажевская**, канд. техн. наук,
А.Н. Черненко, Д.А. Савченко., В.Н. Бычихин

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

СИНТЕЗ МОДИФИЦИРОВАННЫХ ЭПОКСИДНЫХ ОЛИГОМЕРОВ С ЗАМЕСТИТЕЛЯМИ НА ОСНОВЕ КАРКАСНЫХ СОЕДИНЕНИЙ И ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ИХ ОТВЕРЖДЕНИЯ

ЧАСТЬ 1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИНЕТИЧЕСКИХ ЗАКОНОМЕРНОСТЕЙ И ОТРАБОТКА ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ МОДИФИЦИРОВАНИЯ ЭПОКСИДНЫХ ОЛИГОМЕРОВ МАССИВНЫМИ ЗАМЕСТИТЕЛЯМИ

В статье рассматриваются кинетические закономерности модифицирования эпоксидных олигомеров заместителями на основе функционализированных производных каркасных углеводородов. Было показано, что такие функционализированные фрагменты способны образовывать комплексные соединения с солями различных металлов, которые могут играть роль молекулярных по масштабу (нанометрических) демпфирующих элементов при работе абразивного инструмента из алмазов и КНБ.

Ключевые слова: *полимерные композиты, адамантан, комплексы металлов*

Введение

Разная физико-химическая природа полимерных связующих и основных типов веществ наполнителей (в частности, порошков металлов, оксидных стекол) определяет механизмы рассеяния энергии контактных вибраций их структурными элементами. Что касается полимерных связующих, идея заключалась во введении в полимерные сетки, в первую очередь, эпоксидные, больших по размерам молекулярных фрагментов - заместителей на основе функционализированных производных каркасных соединений. Так как такие функционализированные фрагменты способны образовывать комплексные соединения с солями различных металлов, в подобных системах могут возникать переходы, связанные с изменением структурного состояния металла, а также изменениями свободного объема в процессе рассеяния материалом энергии вибраций. Это позволит композитам эффективно демпфировать колебания, сохраняя высокую твердость и жесткость.

Синтез исходных олигомеров, модифицированных массивными функциональными группами заместителя на основе каркасных углеводородов, в частности, производных адамантана, может быть осуществлен как в среде органических растворителей, так и в расплаве. Для дальнейших исследований был выбран второй вариант по причине большей технологичности. Кроме того, как показали предварительные эксперименты, в среде растворителей, вследствие высокой подвижности молекул реагентов и большой вероятности протекания различных побочных процессов, формируются олигомеры разветвленного строения. Также олигомерные продукты имеют высокую молекулярную массу и после удаления растворителя формируют высоковязкие расплавы, малопригодные для последующего введения солей металлов. Последние необходимы для получения групп–прекурсоров будущих металлокомплексных фрагментов в отвержденных сетчатых полимерах, образующих связку композитов.

Экспериментальные результаты

С учетом физико-химической природы реагентов, а именно, олигомеров на основе глицидиловых производных фенилолпропана и адамантана для получения модифицированных систем был выбран комбинированный двухкомпонентный инициатор, способный влиять на процессы, протекающие как по ионному, так и по радикальному механизму. В частности, были использованы смеси хлорида цинка с N–гидроксофталимидом в различных пропорциях. Оптимальным оказалось соотношение 1:1 что, по-видимому, соответствует неустойчивому соединению N–гидроксофталимида с хлористым цинком. Компоненты совмещали, растворяя их в диоксане, после чего удаляли растворитель, вакуумируя смесь при 10^{-2} атм, 120 ^{0}C.

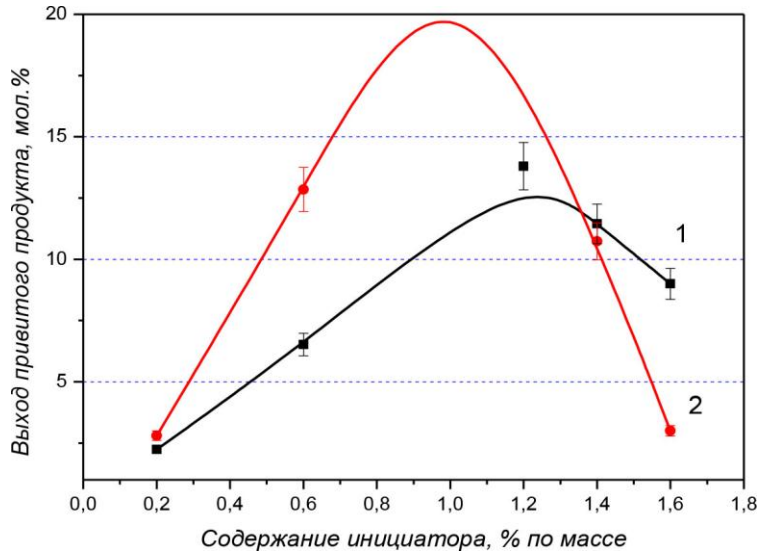


Рис. 1 – Прививка массивного адамантанового фрагмента к эпоксидному олигомеру при разных концентрациях инициатора в реакционной системе. 1 – температура синтеза 513 К, 2 – 553 К

На рис. 1 показано влияние соотношения компонентов в бинарном инициаторе на выход глицидилового эфира производного адамантана, привитого к исходному эпоксидному олигомеру, при различных температурах синтеза. Общее содержание инициатора в реакционной системе составляло 1,2% по массе. Выбор этой величины обусловлен тем, что при содержании инициатора менее 1,0–1,1% процесс прививки производного адамантана к эпоксидному олигомеру происходит крайне медленно. При содержании инициатора свыше 1,3–1,4% процесс увеличения молекулярной массы исходного эпоксидного олигомера за счет реакции молекул дифенилолпропана между собой начинает преобладать над процессом прививки адамантанового производного. Выход привитого продукта количественно контролировался методом ИК–спектроскопии.

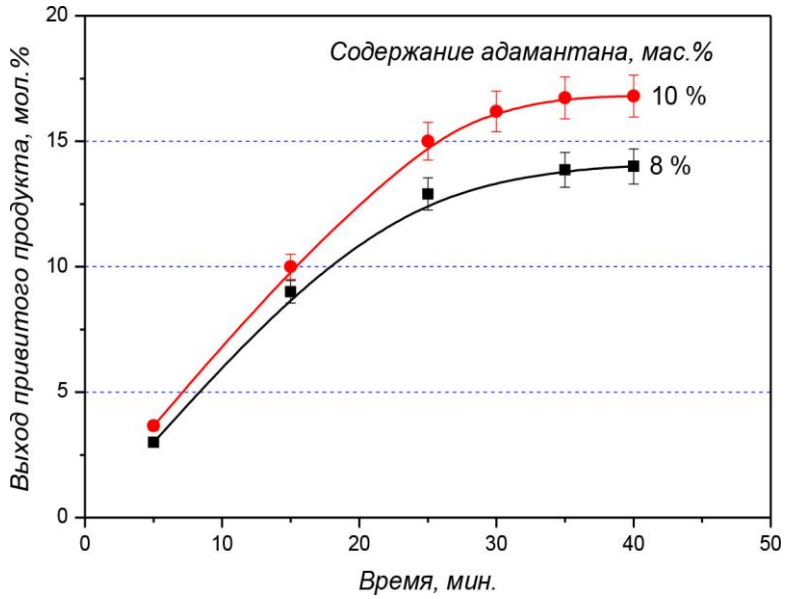


Рис. 2 – Кинетика прививки адамантанового фрагмента к эпоксидному олигомеру

Кинетические кривые, характеризующие процесс прививки адамантанового фрагмента к эпоксидному олигомеру, показаны на рис. 2. Интересно, что увеличение концентрации производного адамантана сверх некоторого предела приводит к замедлению процесса его вхождения в

олигомер, а также к уменьшению равновесного содержания адамантановых фрагментов в конечном продукте. По–видимому, данное явление связано с микроагрегацией компонентов расплава на стадии жидкофазных процессов.

Изменение соотношения меры содержания хлорида цинка и N–гидроксифталимида в комплексном инициаторе оказалось действенным способом регулирования молекулярной массы привитого олигомера. На рис. 3 приведены соответствующе зависимости для двух температур синтеза (210 ^{0}C и 280 ^{0}C).

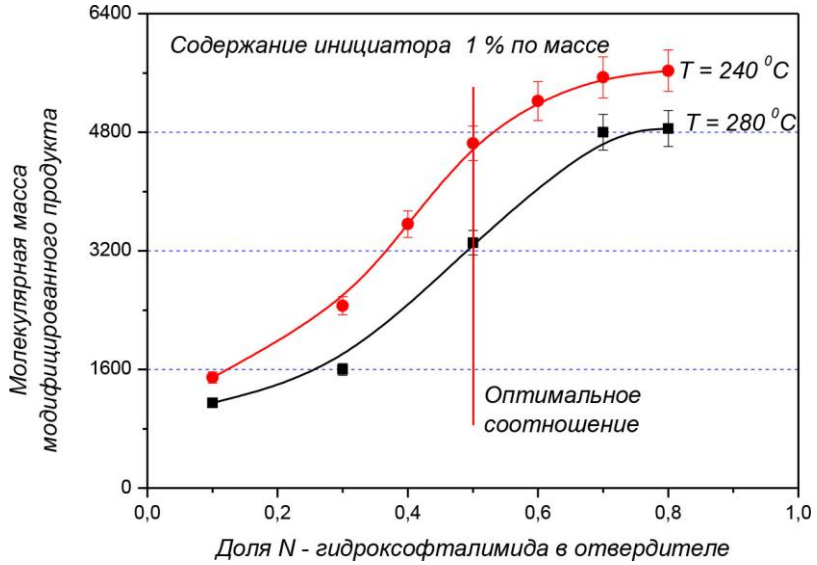


Рис. 3 – Влияние состава инициатора прививки адамантанового фрагмента на молекулярную массу модифицированного продукта.

В обоих случаях полученные экспериментальные зависимости представляют собой S–образные кривые. Оптимальным оказалось соотношение компонентов инициатора, соответствующие перегибу экспериментальных кривых. Критериями для определения оптимума был уровень внутренних напряжений в продуктах отверждения соответствующих образцов олигомеров (таблица).

Влияние температуры синтеза и состава инициатора на внутренние напряжения в продуктах отверждения модифицированных эпоксидных олигомеров

Температура синтеза, °С	Внутренние напряжения в полимере, МПа при содержании N-гидроксифенилена в инициаторе, мас.%					
	20	30	40	50	60	70
240	10,5	8,5	4,2	7,2	11,7	14,2
280	12,4	10,1	6,2	4,8	11,9	15,6

Приведенные данные свидетельствуют о том, что в исследуемой системе существуют граничные величины содержания привитых адамантановых фрагментов, обуславливающие изменения в структуре и динамике полимерных сеток, образующихся при отверждении. Сильно выраженное уменьшение внутренних напряжений в полимерах, которые наблюдается в узком диапазоне соотношений компонентов инициатора, свидетельствует о том, что в таких системах резко повышается склонность кинетических структурных единиц к кооперативному поведению. Согласованность смещений участков полимерных сеток в ответ

на изменение температур или на механическое нагружение способствует достижению менее наряженных конфигураций макромолекул исследованных сшивок.

Общее содержание инициатора прививки с оптимальным соотношением хлорида цинка и N–гидроксофталемида также существенно влияет на молекулярную массу олигомеров, образующихся при взаимодействии глицидиловых эфиров дифенилолпропана с производными адамантана. На рис. 4 приведены данные, свидетельствующие об экспериментальном характере изменения молекулярной массы привитого олигомера с уменьшением содержания инициатора. Снижение молекулярной массы после достижения максимума объясняется в данном случае наличием большого количества активных центров роста полимерных цепей, конкурирующих за молекулы олигомера.

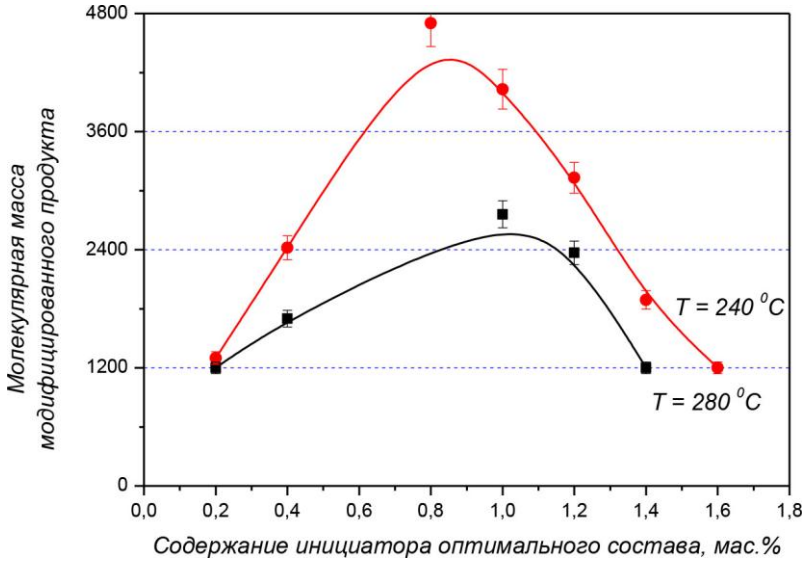


Рис. 4. Влияние содержание инициатора оптимального состава на молекулярную массу модифицированного продукта

В ходе экспериментов оценивали также кинетические параметры процесса модифицирования эпоксидных олигомеров производными адамантана. Температура зависимости кинетических параметров определялись для реакционных систем различного состава, в частности, для систем с различным содержанием инициатора прививки (рис. 5). В данном случае наблюдалось вполне ожидаемое ускорение реакции с ростом температуры, путем увеличения концентрации инициатора повышает чувствительность реакционной системы к изменению температуры.

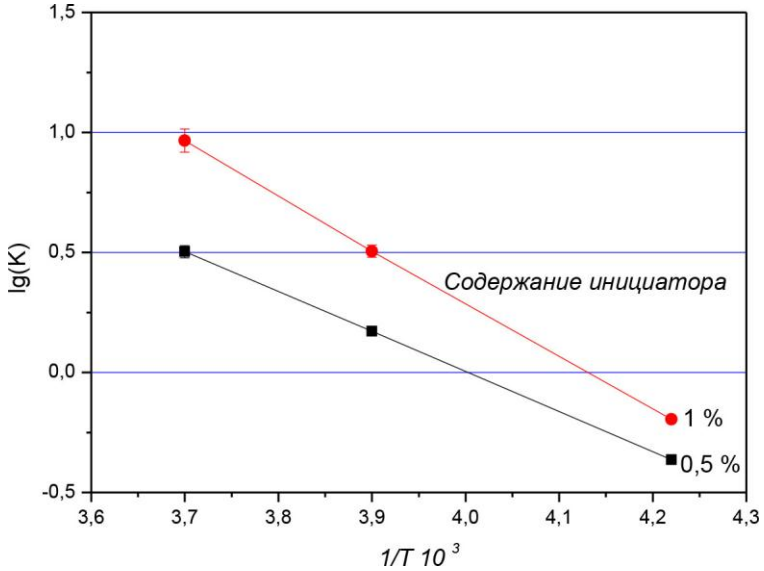


Рис. 5. Температурные зависимости константы скорости прививки адамантанового фрагмента к эпоксидному олигомеру при разных содержаниях инициатора в реакционной системе

Формирование молекулярных по масштабу (нанометрических) демпфирующих элементов в структуре модифицированных эпоксидных полимеров осуществляли путем формирования кластеров металлов, связанных с функциональными группами массивных адамантановых фрагментов. С этой целью производили реакцию олигомеров с солями

металлов. Конечная структура отвержденных связующих обусловлена сочетанием ковалентных связей полимерной сетки эпоксидного полимера с привитыми адамантановыми группами, с координационными связями между адамантановыми группами и кластерами металла, что обуславливает гибридную природу полимеров. Зависимость содержания металла (меди и марганца) в олигомере в виде кластеров от исходной концентрации их хлоридов в реакционной системе приведены на рис. 6. В обоих случаях зависимости имеют экстремальный характер. Это, по-видимому, связано со склонностью хлоридов металлов, растворенных в рассматриваемых олигомерах, к образованию цепочечных структур при превышении критических концентраций количеств металлов (Cu, Mn), вошедших в состав полимера в виде ионов или кластеров в этом случае составляло не более 5,0–7,5% по массе. Существенно увеличить содержание металлов в олигомерах и, соответственно, в полимерах, полученных путем отверждения последних, удалось при использовании комплексных соединений [1,2] .

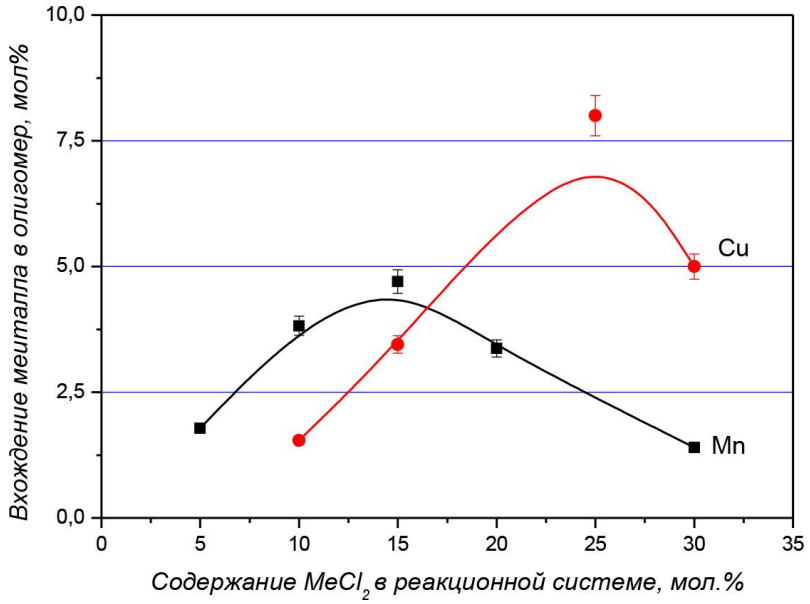


Рис. 6. Влияние концентрации хлорида металла в реакционной системе на его содержание в модифицированном олигомере

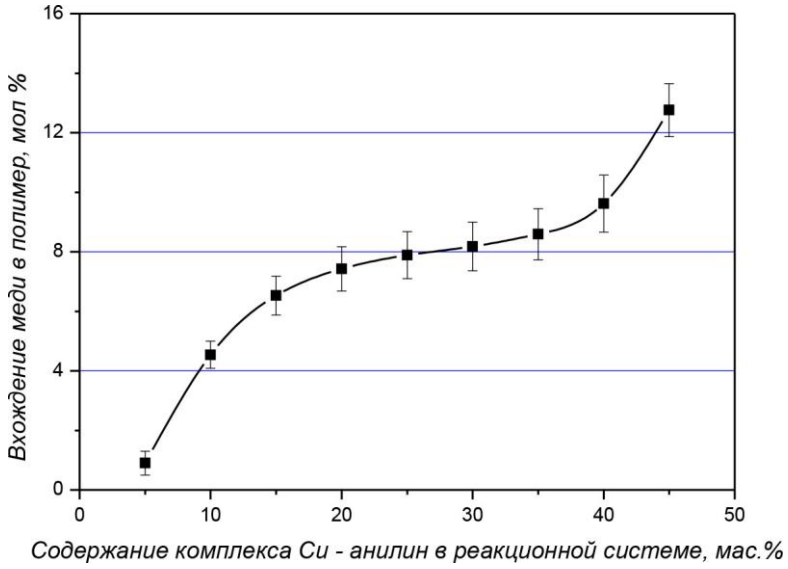


Рис. 7. – Влияние концентрации комплекса анилина с медью в реакционной системе на содержание меди в модифицированном олигомере

Так на рис. 7 показана зависимость концентрации меди, в составе полимера от содержания анилинового комплекса, полученного на основе $CuCl_2$, в реакционной системе. В данном случае экспериментальная кривая в разумном диапазоне концентраций металлокомплекса демонстрирует монотонный рост, с участком замедления в области 28–30 мас.% анилинового комплекса меди. Общее количество меди, вошедшей в состав полимера, в данном случае значительно выше 10% по массе.

Увеличение количества металла в составе полимера связано с изменением структурных особенностей металлосодержащих фрагментов. В частности, с увеличением

количества металла, инкорпорированного в полимер, равновесие явно смещается в сторону кластеров большего размера. Оценки, проведенные на основе данных рентгеновского малоуглового рассеяния, приведены на рис. 8.

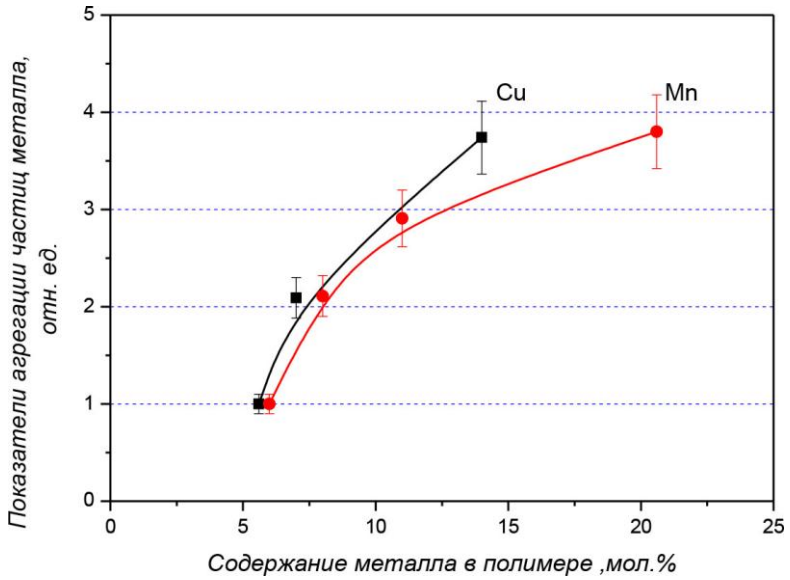


Рис. 8. Влияние содержания металла в полимере на степень агрегации частиц металла в полимере, оцененной по их среднему размеру

Степень агрегации частиц металла достаточно быстро усиливается по мере увеличения концентрации частиц, образовавшихся при распаде комплексных соединений соответствующих элементов в процессе полимеризации. При этом было бы неверным отождествлять свойства этих частиц и их влияние на поведение композита в целом со свойствами мелкодисперсных частиц металла, механически введенных в исходный олигомер. Большая часть частиц, формирующихся в структуре полимера при его модифицировании комплексными соединениями, является результатом эволюции промежуточных полиядерных комплексов. В таких соединениях на месте центрального иона находится кластер, образованный некоторым количеством атомов металла. Зарядовые состояния атомов в таких образованиях не изучены. Однако следует учитывать, что характер связей между атомами металла в кластерах часто рассматривают, как ковалентный, в отличие от так называемой металлической связи в более крупных частицах.

Выводы

Исследованы кинетические закономерности и процессы модифицирования олигомеров на основе дифенилолпропана производными адамантана и комплексными соединениями металлов. Формирование молекулярных по масштабу (нанометрических) демпфирующих элементов в структуре модифицированных эпоксидных полимеров осуществляли путем формирования кластеров металлов, связанных с функциональными группами массивных адамантановых фрагментов.

Показано, что эффективным катализатором привития массивных заместителей по гидроксильным группам олигомеров является комбинация хлорида цинка и N-гидроксофталимида в соотношении 1:3:–5:1 по массе.

Показано, что большие по размерам функционализированные фрагменты, введенные в полимерную эпоксидную сетку, способны образовывать комплексные соединения с солями различных металлов. Это могут быть как классические одноядерные комплексы, в которых металл находится в форме единичного иона, так и многоядерные комплексы, содержащие кластеры металла. В подобных системах переходы, связанные с изменением структурного состояния металла, а также изменениями свободного объема в процессе рассеяния материалом энергии вибраций, могут иметь обратимый характер. Это позволит композитам эффективно демпфировать колебания, сохраняя высокую твердость и жесткость.

У статті розглядаються кінетичні закономірності модифікування епоксидних олігомерів замісниками на основі функціоналізованих похідних каркасних вуглеводнів. Було показано, що такі функціоналізовані фрагменти здатні утворювати комплексні сполуки з солями різних металів, які можуть грати роль молекулярних за масштабом (нанометричних) демпфирующих елементів при роботі інструменту.

Ключові слова: *полімерні композити, адамантан, комплекси металів*

Paper focus on kinetic laws of modifying epoxy oligomers with substituents based on functionalized cage hydrocarbons. It has been shown that such functionalized fragments capable to forming complexes with various metal salts that can act as molecular scale (nanometer) as a damping elements of tools in abrasive machining .

Keywords: *polymer composites, adamantane, metal complexes*

Литература

1. Гибридные органо-неорганические полимеры, как новый класс инструментальных материалов. Синтез и физико-механические свойства/ Савченко Д.А., Пащенко Е.А., Нековаль Н.Н., Лажевская О.В., Черненко А.Н.// Сверхтвердые, композиционные материалы и покрытия: получение, свойства, применение: Тезисы докладов Седьмой конференции молодых ученых и специалистов, 27–31 мая 2013 г., пос. Морское. - К: ИСМ НАН Украины, 2013. – С. 90–91.
2. Савченко Д. А. Гибридные органо-неорганические полимеры как новый класс инструментальных материалов. Оптимизация синтеза и механизм реакции // Породоразрушающий и металлообраба-тывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения. - Киев: ИСМ им. В. Н. Бакуля, НАН Украины. 2013. – вып. 16. – С. 381–389.

Поступила 02.06.14

УДК 004.65:621.921.34

А. А. Лебедева, К. З. Гордашник, кандидаты технических наук, **В. Н. Колодницкий**, канд. физ.-мат. наук; **Е. М. Чистяков, В. Н. Кулаковский**, кандидаты технических наук; **Т. А. Сороченко, И. В. Скворцов, В. В. Цегельнюк, М. В. Дубенко**

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

ПРЕДСТАВЛЕНИЕ И АНАЛИТИЧЕСКАЯ ОБРАБОТКА ДАННЫХ В ПРЕДМЕТНОЙ ОБЛАСТИ «СТМ» НА ОСНОВЕ ОНТОЛОГО-ТЕЗАУРУСНОГО АНАЛИЗА

Изложен подход к программной реализации визуального представления информации в базе знаний предметной области «Сверхтвердые материалы» на основе онтолого-тезаурусного анализа.

Ключевые слова*: онтология, тезаурус, интеллектуальный анализ, информационная система, база знаний.*

Использование информационных технологий в области создания перспективных сверхтвердых материалов включает решение сложной задачи эффективного и оперативного анализа огромного массива несистематизированных данных. Это требует внедрения

автоматизированных процедур сбора, обработки, анализа и хранения как текстовой, так и количественной информации, а также применения технологий интеллектуального анализа данных, что позволяет выявлять «скрытые» знания с последующей адекватной оценкой их достоверности.

База знаний предметной области «Сверхтвердые материалы» (БЗ ПрО «СТМ»), разработанная в Институте сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины (ИСМ) [1], основана на модели ПрО «СТМ» [2], которая является объединением тезауруса и онтологии. Тематический электронный информационно-поисковый тезаурус [3] и онтология [1] спроектированы на основе фиксирования парадигматических соотношений лексических единиц (терминов). Для поиска, выбора и анализа информации разработана компьютерная программа объединения электронного тезауруса и онтологии с материаловедческими базами данных ИСМ.

Проведенные ранее исследования [4] показали, что оптимальным представлением данных является такое, которое, выявляя семантические взаимосвязи объектов, позволяет находить в БЗ семантически близкие метаданные. Под термином «семантически близкие метаданные» понимаем метаданные, описывающие с помощью понятий ПрО контекст объекта в информационной системе.

Решением приведенных проблем стала разработка программных средств, позволяющих на основе семантического (контекстного) представления данных реализовать поиск информации как в корпоративных базах данных, так и в сети Интернет. Для организации процедуры поиска и кластеризации (автоматического выявления групп семантически похожих данных) текстовых документов в БЗ ПрО «СТМ» реализована методика латентно-семантического анализа [5], основанная на применении классической векторной модели информационного поиска. Поисковая программа использует запрос в качестве исходных данных для получения выборки из коллекции документов. В результате семантического поиска пользователю предлагается список найденных объектов, упорядоченных по уровню семантической близости.

Однако в БЗ ПрО «СТМ» не отражена взаимосвязь свойств материалов, способа их получения и назначения. Однако подобные взаимосвязи существуют, и их определение и поиск закономерностей в них важны как при создании новых материалов, так и использовании старых; важны при патентном поиске и поиске направлений будущих исследований, а также для понимания новых тенденций исследований в этой области.

Для решения этой задачи в ИСМ была построена автоматизированная онтолого-тезаурусная система ПрО «СТМ» в виде совокупности подсистем. При таком подходе в каждой подсистеме устанавливается взаимосвязь информации чисто справочной (марки, характеристики материала), технической (способы получения материалов, оборудование, оснастка, исходные материалы) и научной (физико-механические и физико-химические свойства, патенты и научно-технические публикации) [6].

В качестве примера разработки онтолого-тезаурусной подсистемы автоматизированной онтолого-тезаурусной системы управления знаниями в ПрО «СТМ» рассмотрим подсистему «Порошки наноалмазные» (рис. 1, 2).

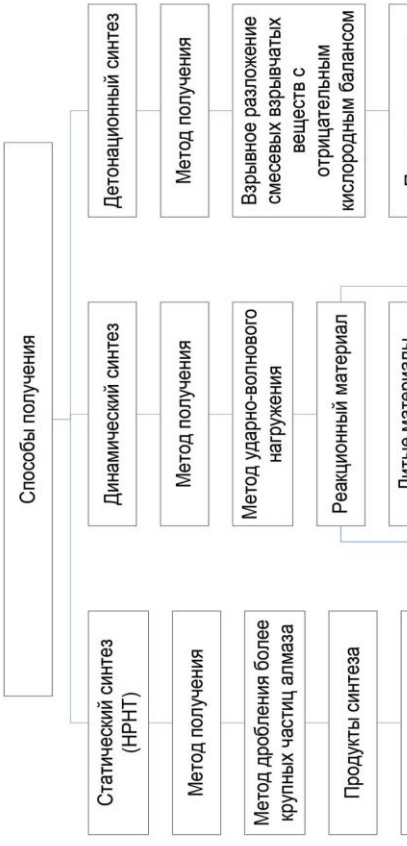


Рис. 1. Онтологическое представление подсистемы «Способы получения порошков наноалмазов»

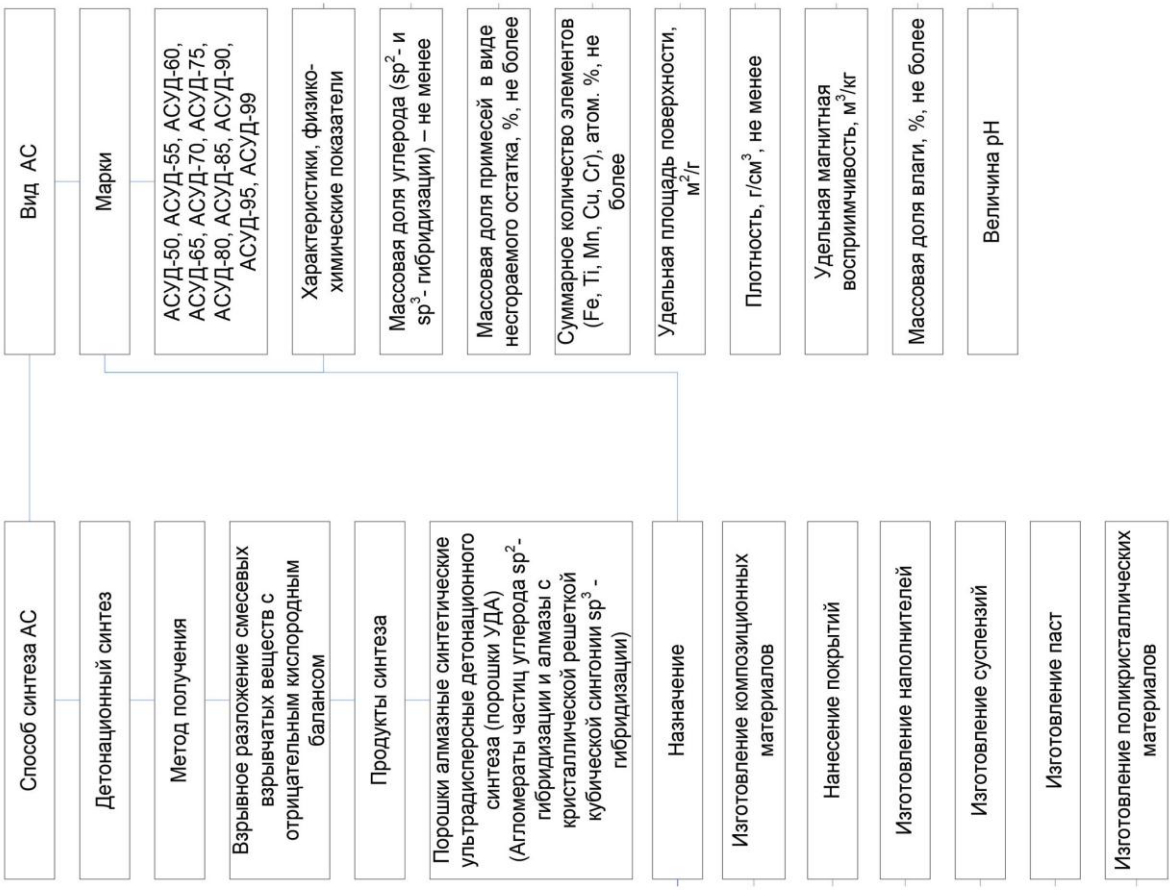


Рис. 2. Онтологическое представление подсистемы «Порошки алмазные ультрадисперсные»

Тезаурусное представление подсистемы «Способы получения порошков наноалмазов»

–В–

ВЗРЫВНОЕ РАЗЛОЖЕНИЕ СМЕСЕВЫХ ВЗРЫВЧАТЫХ ВЕЩЕСТВ С ОТРИЦАТЕЛЬНЫМ КИСЛОРОДНЫМ БАЛАНСОМ

B Метод получения

H Продукты синтеза

–Д–

ДИНАМИЧЕСКИЙ СИНТЕЗ

B Способы получения

H Метод получения

ДЕТОНАЦИОННЫЙ СИНТЕЗ

B Способы получения

H Метод получения

–С–

СПОСОБЫ ПОЛУЧЕНИЯ

H Статический синтез (HPHT)

H Динамический синтез

H Детонационный синтез

СТАТИЧЕСКИЙ СИНТЕЗ (HPHT)

B Способы получения

H Метод получения

–М–

МАРКИ

B Субмикропорошки

H АСМ5 0.1/0

H АСМ1 0.1/0

МЕТОД ПОЛУЧЕНИЯ

B Статический синтез (HPHT)

B Динамический синтез

B Детонационный синтез

H Метод дробления более крупных частиц алмаза

H Метод ударно-волнового нагружения

H Взрывное разложение смесевых взрывчатых веществ с отрицательным кислородным балансом

МЕТОД ДРОБЛЕНИЯ БОЛЕЕ КРУПНЫХ ЧАСТИЦ АЛМАЗА

B Метод получения

H Продукты синтеза

МЕТОД УДАРНО-ВОЛНОВОГО НАГРУЖЕНИЯ

B Метод получения

H Реакционный материал

–П–

ПОРОШОК АЛМАЗА ДО 100 мкм

B Продукты синтеза

ПОРОШКИ АЛМАЗНЫЕ СИНТЕТИЧЕСКИЕ УЛЬТРАДИСПЕРСНЫЕ ДЕТОНАЦИОННОГО СИНТЕЗА (УДА)

B Продукты синтеза

ПРОДУКТЫ СИНТЕЗА

B Метод дробления более крупных частиц алмаза

В Взрывное разложение смесевых взрывчатых веществ с отрицательным кислородным балансом
Н Субмикропорошки
Н Порошок алмаза до 100 мкм
Н Порошки алмазные синтетические ультрадисперсные детонационного синтеза (УДА)

–Р–

РЕАКЦИОННЫЙ МАТЕРИАЛ
В Метод ударно-волнового нагружения
Н Литые материалы (металл–графит)
Н Прессовые смеси (металл–графит)
Н Продукты синтеза

–С–

СУБМИКРОПОРОШКИ

В Продукты синтеза
Н Марки

Тезаурусное представление подсистемы «Порошки алмазные ультрадисперсные»

–А–

АСУД-50, АСУД-55, АСУД-60, АСУД-65, АСУД-70, АСУД-75, АСУД-80, АСУД-85, АСУД-90, АСУД-95, АСУД-99
В Марки

–В–

ВЗРЫВНОЕ РАЗЛОЖЕНИЕ СМЕСЕВЫХ ВЗРЫВЧАТЫХ ВЕЩЕСТВ С ОТРИЦАТЕЛЬНЫМ КИСЛОРОДНЫМ БАЛАНСОМ
В Метод получения
Н Продукты синтеза

ВИД АС
В Способ синтеза АС
Н Порошки алмазные синтетические ультрадисперсные детонационного синтеза (порошки УДА)

ВЕЛИЧИНА pH
В Характеристики, физико-химические показатели

–Д–

ДЕТОНАЦИОННЫЙ СИНТЕЗ
В Способ синтеза АС
Н Метод получения

–И–

ИЗГОТОВЛЕНИЕ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ
В Назначение

ИЗГОТОВЛЕНИЕ НАПОЛНИТЕЛЕЙ
В Назначение

ИЗГОТОВЛЕНИЕ СУСПЕНЗИЙ
В Назначение

ИЗГОТОВЛЕНИЕ ПАСТ
В Назначение

ИЗГОТОВЛЕНИЕ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ
В Назначение

–С–

СПОСОБ СИНТЕЗА АС
- Н Вид АС
- Н Детонационный синтез

–М–

МАРКИ
- В Порошки алмазные синтетические ультрадисперсные детонационного синтеза (порошки УДА)
- Н Назначение
- Н Характеристики, физико-химические показатели
- Н АСУД-50, АСУД-55, АСУД-60, АСУД-65, АСУД-70, АСУД-75, АСУД-80, АСУД-85, АСУД-90, АСУД-95, АСУД-99

МЕТОД ПОЛУЧЕНИЯ
- В Детонационный синтез
- Н Взрывное разложение смесевых взрывчатых веществ с отрицательным кислородным балансом

МАССОВАЯ ДОЛЯ УГЛЕРОДА (sp^2- И sp^3-ГИБРИДИЗАЦИИ), НЕ МЕНЕЕ
- В Характеристики, физико-химические показатели

МАССОВАЯ ДОЛЯ ПРИМЕСЕЙ В ВИДЕ НЕСГОРАЕМОГО ОСТАТКА, %, НЕ БОЛЕЕ
- В Характеристики, физико-химические показатели

МАССОВАЯ ДОЛЯ ВЛАГИ, %, НЕ БОЛЕЕ
- В Характеристики, физико-химические показатели

–Н–

НАЗНАЧЕНИЕ
- В Марки
- Н Изготовление композиционных материалов
- Н Нанесение покрытий
- Н Изготовление наполнителей
- Н Изготовление суспензий
- Н Изготовление паст
- Н Изготовление поликристаллических материалов

НАНЕСЕНИЕ ПОКРЫТИЙ
- В Назначение

–П–

ПОРОШКИ АЛМАЗНЫЕ СИНТЕТИЧЕСКИЕ УЛЬТРАДИСПЕРСНЫЕ ДЕТОНАЦИОННОГО СИНТЕЗА (ПОРОШКИ УДА)
- В Вид АС
- Н Марки

ПОРОШКИ АЛМАЗНЫЕ СИНТЕТИЧЕСКИЕ УЛЬТРАДИСПЕРСНЫЕ ДЕТОНАЦИОННОГО СИНТЕЗА (ПОРОШКИ УДА) (АГЛОМЕРАТЫ ЧАСТИЦ УГЛЕРОДА sp^2-ГИБРИДИЗАЦИИ И АЛМАЗЫ С КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ РЕШЕТКОЙ КУБИЧЕСКОЙ СИНГОНИИ sp^3-ГИБРИДИЗАЦИИ))
- В Продукты синтеза

ПРОДУКТЫ СИНТЕЗА
- В Взрывное разложение смесевых взрывчатых веществ с отрицательным кислородным балансом
- Н Порошки алмазные синтетические ультрадисперсные детонационного синтеза (порошки УДА) (агломераты частиц углерода sp^2-гибридизации и алмазы с кристаллической

решеткой кубической сингонии sp^3-гибридизации)
ПЛОТНОСТЬ, г/м^3, НЕ МЕНЕЕ

В Характеристики, физико-химические показатели

–С–

СУММАРНОЕ КОЛИЧЕСТВО ЭЛЕМЕНТОВ (Fe, Ti, Mn, Cu, O_2), ат. %, НЕ БОЛЕЕ

В Характеристики, физико-химические показатели

–У–

УДЕЛЬНАЯ ПЛОЩАДЬ ПОВЕРХНОСТИ, м^2/г

В Характеристики, физико-химические показатели

–Х–

ХАРАКТЕРИСТИКИ, ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ПОКАЗАТЕЛИ

В Марки
Н Массовая доля углерода (sp^2- и sp^3-гибридизации), не менее
Н Массовая доля примесей в виде несгораемого остатка, %, не более
Н Суммарное количество элементов (Fe, Ti, Mn, Cu, O_2), ат. %, не более
Н Удельная площадь поверхности, м^2/г
Н Плотность, г/м^3, не менее
Н Удельная магнитная восприимчивость, $1 \cdot 10^{-8}$, м^3/кг
Н Массовая доля влаги, %, не более
Н Величина pH

В целях графического представления онтолого-тезаурусной системы «СТМ» использована разработанная Институтом кибернетики им. В. М. Глушкова НАН Украины компьютерная программа «GraphEditor», которая представляет собой среду накопления и графического отображения информационных массивов в виде онтологий на основе электронных тезаурусов и баз знаний позволяет создавать новые и анализировать существующие сети понятий и закономерностей [7].

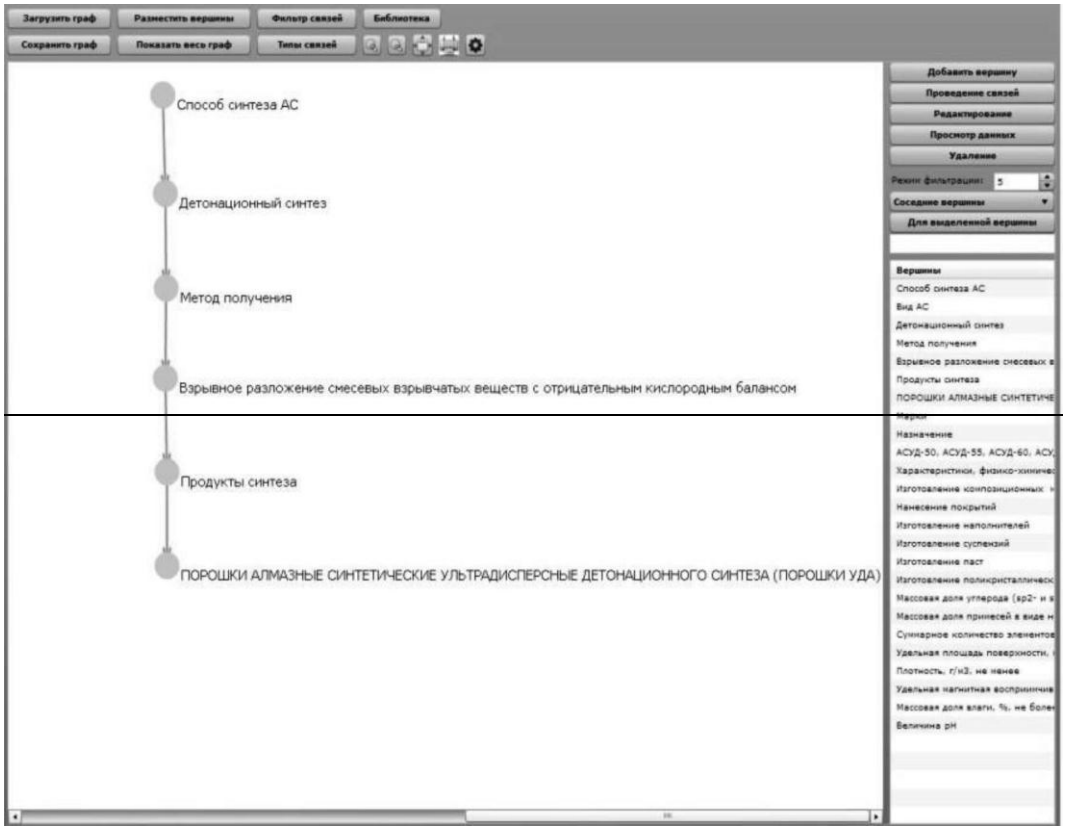
Для примера на рис. 3 показаны отдельные графы объектов приведенной онтолого-тезаурусной подсистемы «Наноалмазные порошки»: «Способ синтеза», «Марки, назначение» и «Марки, характеристики, физико-химические показатели», сформированные системой «GraphEditor». В экранной форме выводится термин, для которого строится дерево ассоциированных с ним понятий (дочерних элементов).

Выводы

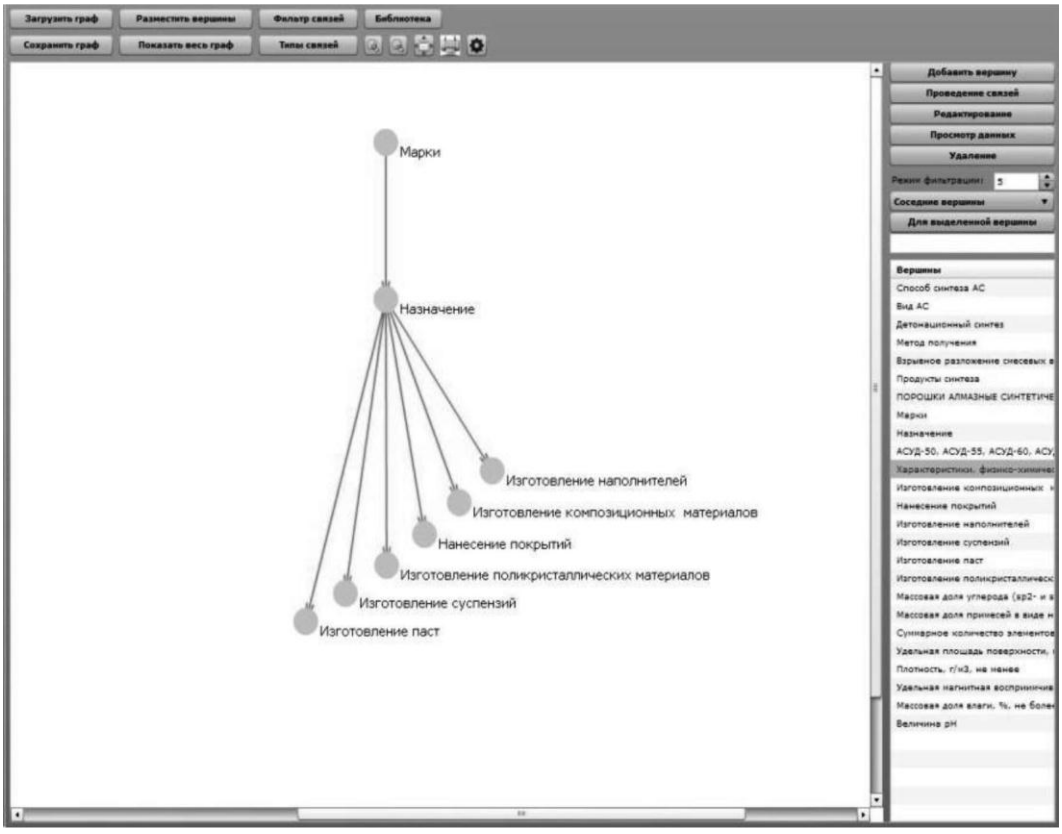
Разработанные программные продукты позволяют объединить электронный тезаурус, онтологию и корпоративные базы данных в единую систему их управления, упростить поиск и восприятие информации пользователем, а также повысить эффективность анализа данных как в материаловедческих (числовых), так и полнотекстовых базах данных (отчетов по научно-исследовательским работам, патентов, архивных файлов, информации в сети Интернет и др.).

Использование программы визуализации позволяет оптимизировать поиск, выборку и классификацию документов.

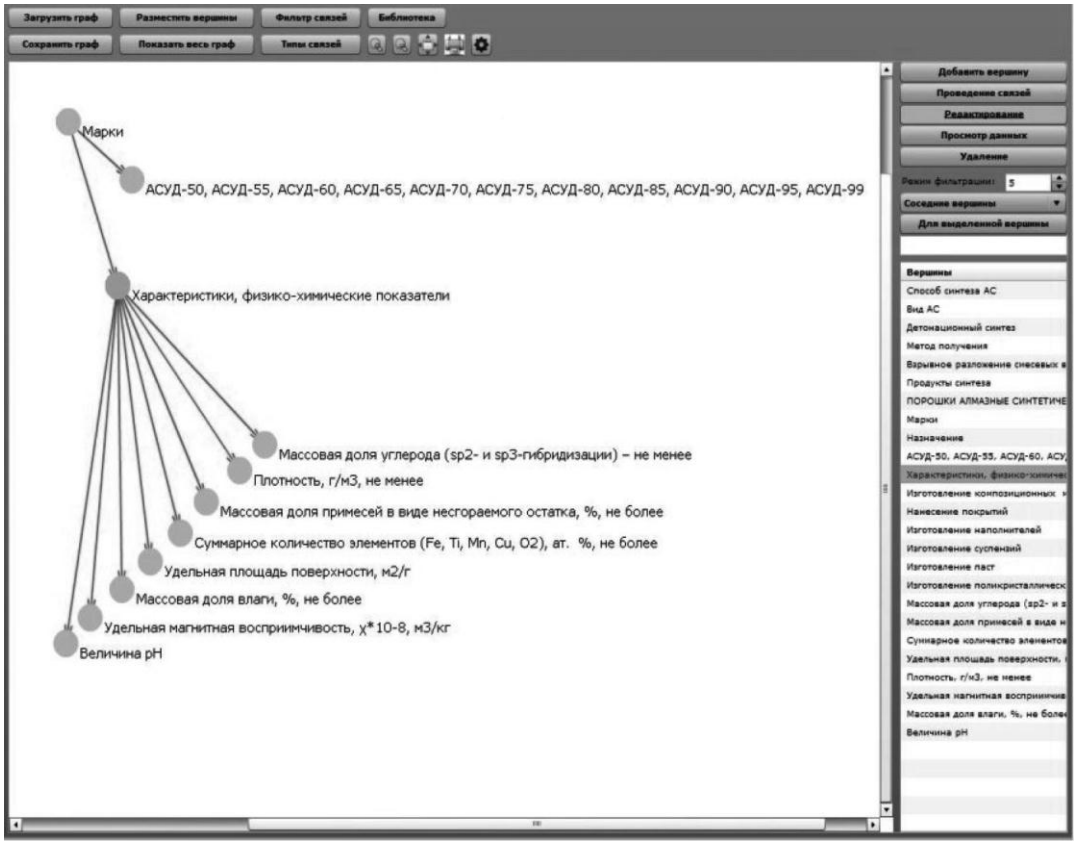
Создаваемые в ИСМ программные продукты для интеллектуального поиска и анализа информации позволяют организовать единое информационное пространство ИСМ, систематизировать и оптимизировать работу с большими массивами электронных информационных ресурсов, осуществлять интерактивный поиск и интеллектуальный анализ накопленных и новых данных в ПрО «СТМ».


Загрузить граф
Разместить вершины
Фильтр связей
Библиотека
Сохранить граф
Показать весь граф
Типы связей
Способ синтеза АС
Детонационный синтез
Метод получения
Взрывное разложение смесевых взрывчатых веществ с отрицательным кислородным балансом
Продукты синтеза
ПОРОШКИ АЛМАЗНЫЕ СИНТЕТИЧЕСКИЕ УЛЬТРАДИСПЕРСНЫЕ ДЕТОНАЦИОННОГО СИНТЕЗА (ПОРОШКИ УДА)
Добавить вершину
Проведение связей
Редактирование
Просмотр данных
Удаление
Режим фильтрации:
Соседние вершины
Для выделенной вершины
Вершины

а


Загрузить граф
Разместить вершины
Фильтр связей
Библиотека
Сохранить граф
Показать весь граф
Типы связей
Марки
Назначение
Изготовление наполнителей
Изготовление композиционных материалов
Нанесение покрытий
Изготовление поликристаллических материалов
Изготовление суспензий
Изготовление паст
Добавить вершину
Проведение связей
Редактирование
Просмотр данных
Удаление
Режим фильтрации:
Соседние вершины
Для выделенной вершины
Вершины

б



в

Рис. 3. Представление графов для объектов «Способ синтеза» (а), «Марки, назначение» (б) и «Марки, характеристики, физико-химические показатели» (в)

Presents software application for visual presentation for the subject area "Superhard Materials" based on ontology and thesaurus approach.

***Key words**: ontology, thesaurus, intelligent analysis, information system, knowledge base.*

Викладено підхід до програмної реалізації візуального подання інформації в базі знань предметної області «Надтверді матеріали» на базі онтолого-тезаурусного аналізу.

***Ключові слова**: онтологія, тезаурус, інтелектуальний аналіз, інформаційна система, база знань.*

Литература

1. Онтологический подход к построению базы знаний «Сверхтвердые материалы» / В. Н. Кулаковский, А. А. Лебедева, К. З. Гордашник и др. // Штучний інтелект. – 2008. – № 4. – С. 91–102.
2. Интегрированная модель предметной области «Сверхтвердые материалы» / В. Н. Кулаковский, А. А. Лебедева, И. В. Скворцов и др. // Сверхтвердые материалы. – 2009. – № 5. – С. 90–91.
3. Электронный информационно-поисковый тезаурус предметной области «Сверхтвердые материалы» как формальная система знаний / В. Н. Колодницкий, В. Н. Кулаковский, А. А. Лебедева и др. // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: сб. науч. тр. – К.: ИСМ НАН Украины, 2010. – Вып. 13. – С. 362–366.

4. Интеллектуальный анализ текстовой информации в системе управления базами знаний в области создания и применения сверхтвердых материалов / А. А. Лебедева, В. В. Цегельнюк, В. Н. Кулаковский и др. // Синтез, спекание и свойства сверхтвердых материалов: сб. науч. тр. / Н. В. Новиков (глав. ред.) и др. – К.: Логос, 2010. – С. 169–178.
5. Лебедева А. А., Гордашник К. З., Чистяков Е. М. Анализ информации в области создания и применения сверхтвердых материалов с использованием программного комплекса системы управления базами знаний // Интеллектуальные системы принятия решений и проблемы вычислительного интеллекта: материалы междунар. конф. – Херсон: ХНТУ, 2011. – Т. 2. – С. 50–53.
6. Построение автоматизированной онтолого-тезаурусной системы управления знаниями в предметной области «Сверхтвердые материалы»: отчет по теме 2204 / ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины. – № ГР 0111U000634. – К., 2013. – 207 с.
7. Величко Ю. В., Приходнюк В. В. Технологическое средство графического проектирования компьютерных онтологий // Междунар. науч.-практ. конф. «Актуальные проблемы подготовки специалистов ИКТ» (АППСИКТ-2013), 15–19 мая 2013 год, г. Хмельницкий. – Сумы: Сумск. гос. ун-т, 2013. – Ч. 2. – С. 38–43.

Поступила 03.06.14

УДК 621.921:547.639

Е. А. Пащенко, д-р техн. наук, **О. В. Лажевская**, канд. техн. наук,
А. Н. Черненко, Д. А. Савченко, А. Г. Довгань

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

СИНТЕЗ МОДИФИЦИРОВАННЫХ ЭПОКСИДНЫХ ОЛИГОМЕРОВ С ЗАМЕСТИТЕЛЯМИ НА ОСНОВЕ КАРКАСНЫХ СОЕДИНЕНИЙ И ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ИХ ОТВЕРЖДЕНИЯ

ЧАСТЬ 2. ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ОТВЕРЖДЕНИЯ МОДИФИЦИРОВАННЫХ ОЛИГОМЕРОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ИОННЫХ ИНИЦИАТОРОВ ПОЛИМЕРИЗАЦИИ. ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ КОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ МОДИФИЦИРОВАННЫХ ЭПОКСИДНЫХ ОЛИГОМЕРОВ И ПОРОШКОВ СТМ

В статье рассматриваются кинетические закономерности отверждения модифицированных эпоксидных олигомеров метакрилатом цинка. Показано образование в процессе отверждения мицеллоподобных группировок из 6–10 молекул метакрилата цинка. Исследованы физико-механические свойства отвержденных композитов. Показана их высокая теплостойкость, подтверждено непосредственное вхождение металлов (меди, марганца) в полимер в виде ионов, а также кластеров размером до 10 нм.

***Ключевые слова**: полимерные композиты, адамантан, комплексы металлов*

Введение

Было показано, что массивные функционализированные фрагменты, введенные в полимерную сетку эпоксидных олигомеров, способны образовывать комплексные соединения с солями различных металлов. В подобных системах переходы, связанные с

изменением структурного состояния металла, могут иметь обратимый характер, что позволит композитам эффективно демпфировать колебания, сохраняя высокую твердость и жесткость. Для регулирования процессов демпфирования необходимо изучить процессы полимеризации модифицированных олигомеров и физико-механические свойства композитов на их основе.

В качестве инициатора отверждения модифицированных олигомеров был выбран метакрилат цинка. Выбор данного агента обусловлен, во-первых, высоким уровнем физико-механических свойств эпоксидных полимеров, формирующихся при его участии. Кроме того, процессы отверждения исследуемых олигомеров метакрилатом цинка сопровождаются индукционным периодом, составляющим при температурах 180–250 ^{0}C от 12 до 30 мин. соответственно. На протяжении индукционного периода вязкость систем практически не увеличивается, что благоприятно сказывается на протекании капиллярных процессов. При этом формируется равновесная картина смачивания поверхности алмаза (КНБ) и других наполнителей расплавом олигомера. Образуется совершенная граница раздела полимер–наполнитель, с заполнением микронеровностей и микротрещин на поверхности твердых частиц. Разделения во времени стадий капиллярного растения связки по наполнителю, с одной стороны, и отверждения связки с формированием сетчатого полимера с другой, обеспечивает существенное уменьшение внутренних напряжений в композите.

Экспериментальные результаты

В качестве маркера глубины процесса отверждения модифицированных олигомеров метакрилатом цинка была выбрана конверсия эпоксидных групп (рис. 1). Наличие максимумов на экспериментальных кривых обусловлена склонностью молекул метакрилата цинка образовывать при растворении в эпоксидных олигомерах мицелоподобные структуры, состоящие их 6–10 молекул. Они возникают в системе при превышении определенных концентраций метакрилата цинка. Это явление формально эквивалентно уменьшению присутствия в олигомере активных молекул инициатора, способных запускать кинетические цепи.

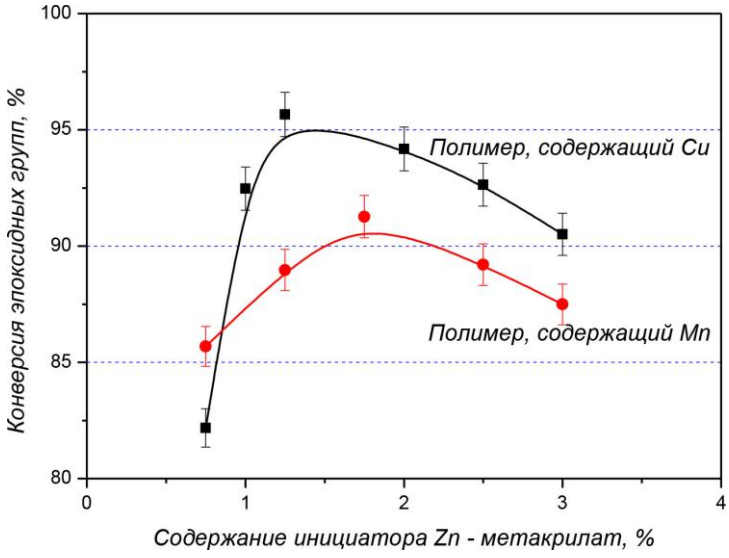


Рис. 1. Влияние содержания инициатора в олигомере на глубину его отверждения

Был исследован процесс структурирования модифицированных эпоксидных олигомеров, содержащих привитые адамантановые фрагменты и комплексные соединения металлов (в данном случае – меди) на основе данных рентгеновского малоуглового рассеяния. Существенно, что в рассматриваемом случае помимо процессов формирования полимерной сетки в ходе реакций эпоксидных групп происходят процессы, связанные с изменением степени упорядоченности полимера [1,2].

Модифицирование эпоксидных олигомеров, содержащих массивные группы заместителей на основе адамантана, комплексными соединениями металлов, может существенно влиять на физико-механические характеристики композитов. В частности, влияние моноэтиламиновых комплексов меди на модуль упругости алмазсодержащих композитов с различным объемным содержанием порошков алмаза АС 20 100/80 характеризуется данными, представленными на рис. 2. Результаты свидетельствуют о наличии, оптимума содержания комплексного соединения. В данном случае, это 10% по массе от общей массы эпоксидного олигомера. Уменьшение величины модуля упругости при большем содержании комплексного соединения в олигомере и, соответственно, при большем содержании высокодисперсных металлических частиц в композите, может быть связано с увеличением среднего размера частиц металла. Кроме того, возможно, также формирование неравномерного распределения металлических частиц в отвержденном связующем вследствие восходящей диффузии.

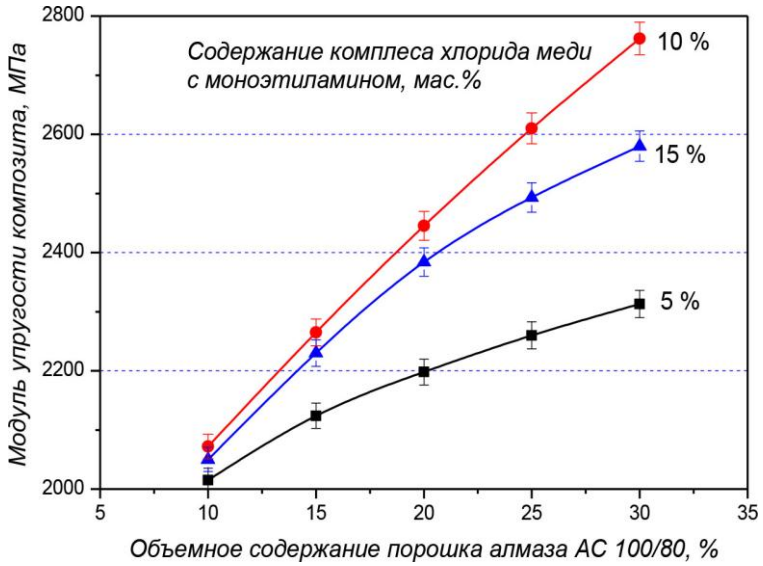


Рис. 2. Влияние объемного содержания наполнителя (АС 100/80) на модуль упругости композитов на основе олигомеров, модифицированных моноэтиламиновыми комплексами меди

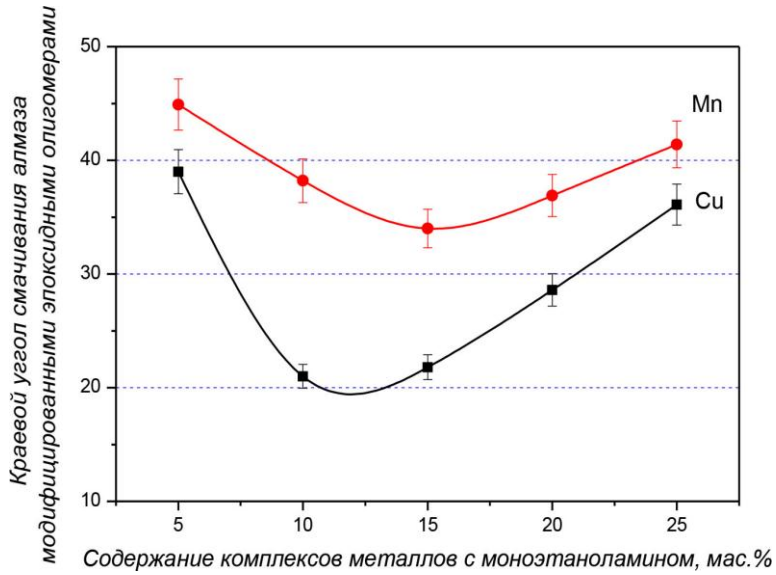


Рис. 3. Влияние содержания комплексного соединения металла в олигомере на смачивание поверхности алмазов при 90 °С

Поскольку важной стадией формирования композитов на основе модифицированных эпоксидных олигомеров является перераспределение расплава связующего на поверхности частиц наполнителя под действием капиллярных сил, смачивание алмаза олигомерами представляет собой важную характеристику системы. Зависимости краевого угла смачивания алмаза олигомерами, модифицированными комплексами меди и марганца, от содержания последних в реакционной системе, представлены на рис. 3. Качественное сходство зависимостей для олигомеров, содержащих Cu и Mn, свидетельствуют о принципиальной общности механизмов процессов, сопровождающих их растекание.

Наличие минимумов угла смачивания, соответствующих 10 мас.% комплекса меди в составе олигомера и 15 мас.% комплекса марганца, не может быть объяснено разницей в вязкости олигомеров. Увеличение содержания комплексов меди и никеля в реакционной системе на стадии модифицирования олигомера приводит к большему содержанию ультрадисперсных частиц металлов (оксидов) в готовом связующем. Подвижность молекул олигомера в окрестности таких частиц должна уменьшаться. Альтернативным объяснением повышенной склонности олигомеров определенного состава к растеканию на поверхности субстрата (в данном случае – алмаза) может послужить учет упорядоченности молекул олигомера в рассматриваемых материалах. При кооперативном перемещении упорядоченных коллективов (доменов) молекул, их растекания по твердой поверхности может облегчаться после действия адсорбционных сил ультрадисперсных частиц. В данном случае растекание облегчается настолько, что устанавливаются равновесные углы смачивания субстрата меньше, чем для олигомеров, не содержащих ультрадисперсных частиц металлов.

Межфазное взаимодействие между олигомерами и поверхностью наполнителя, в частности частиц алмаза, непосредственно влияет на физико-механические характеристики композитов [3]. В свою очередь, капиллярные процессы на поверхности раздела зависят от вида комплексного соединения металла, использованного для модифицирования олигомера. Поэтому выбор модифицирующего агента может существенно влиять на поведение композита в рабочих условиях. Так, на рис. 4 представлены температурные зависимости модуля упругости композитов.

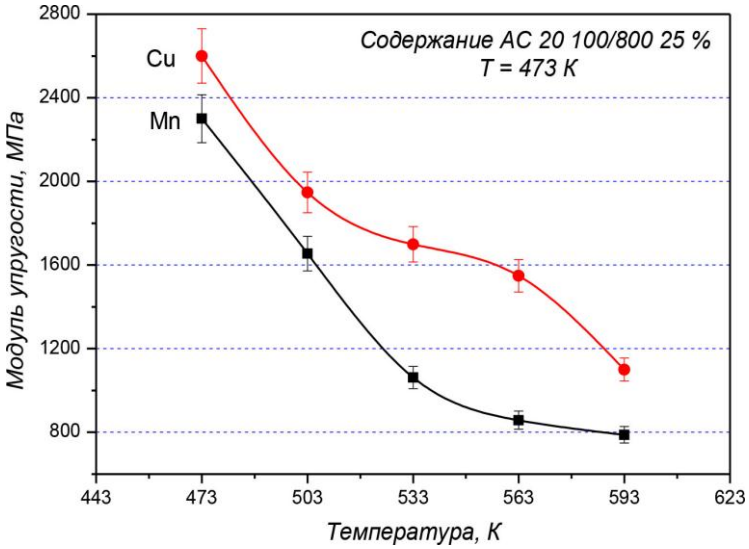


Рис. 4. Температурная зависимость модуля упругости композитов на основе олигомеров, модифицированных комплексными соединениями меди и марганца, наполненных АС20 100/80

Важной характеристикой системы выступает температурная зависимость ее физико-механических свойств. Следует отметить, что эпоксидные полимеры, модифицированные производными адамантана и комплексными соединениями металлов, обладают высокой теплостойкостью по сравнению с полимерами немодифицированных дифеновых олигомеров. Величины теплостойкости по Вика для полимеров на основе смол с разным содержанием комплексов соединения меди представлены в таблице:

Влияние комплекса меди в составе олигомера на теплостойкость композита

Содержание комплекса Cu в олигомере, мас.%	Немодифицированный олигомер	5	10	15	20
Теплостойкость по Вику, К	419	459	528	468	445

Довольно значительный диапазон показателей теплостойкости при относительно узких границах варьирования состава композитов свидетельствует о том, что упомянутые изменения состава (в пределах 5–20 мас.% соединения металла в составе реакционной системы исходного

олигомера) сопровождаются значительными структурными изменениями. В частности, в приведенном диапазоне содержания металлокомплексного соединения может существенно меняться форма вхождения металла полимер: от единичных ионов до кластеров разного размера. Далее, кластеры, являющиеся центральными частицами полиядерных комплексных фрагментов могут, присоединяя мигрирующие ионы или мельчайшие кластеров, переходить в статус ультрадисперсных частиц, включенных в полимер.

Выводы

Исследованы кинетические закономерности отверждения модифицированных эпоксидных олигомеров метакрилатом цинка. Обнаружена экстремальная зависимость глубины отверждения от содержания инициатора. Наличие максимума объясняется образованием мицеллоподобных группировок из 6–10 молекул метакрилата цинка.

Получены металлосодержащие теплостойкие полимеры на основе глицидилових производных адамантана. Подтверждено непосредственное вхождение металлов (меди, марганца) в полимер в виде ионов, а также кластеров размером до 10 нм.

Довольно значительный диапазон показателей теплостойкости при относительно узких границах варьирования состава композитов свидетельствует о том, что упомянутые изменения состава (в пределах 5–20 мас.% соединения металла в составе реакционной системы исходного олигомера) сопровождаются значительными структурными изменениями.

В частности, в приведенном диапазоне содержания металлокомплексного соединения может существенно меняться форма вхождения металла полимер: от единичных ионов до кластеров разного размера. Далее, кластеры, являющиеся центральными частицами полиядерных комплексных фрагментов могут, присоединяя мигрирующие ионы или мельчайшие кластеры, переходить в статус ультрадисперсных частиц, включенных в полимер.

Это позволит регулировать свойства отвержденного инструментального композита и его демпфирующие способности.

У статті розглядаються кінетичні закономірності затвердіння модифікованих епоксидних олігомерів метакрилатом цинку. Показано утворення в процесі затвердіння міцеллоподобних угруповань з 6-10 молекул метакрилату цинку. Досліджено фізико-механічні властивості композитів. Показана їх висока теплостійкість, підтверджено безпосереднє входження металів (міді, марганцю) в полімер у вигляді іонів, а також кластерів розміром до 10 нм.

***Ключові слова**: полімерні композити, адамантан, комплекси металів*

The paper deals with kinetic laws of curing modified epoxy oligomers with zinc methacrylate. The formation micelle groups of 6-10 molecules of zinc methacrylate during the curing process is shown. The physico-mechanical properties of the cured composites was studied. Their high thermal resistance is show., Directly joining metals (copper, manganese) in the form of ions and clusters of a size up to 10 nm to the polymer was confirmed.

***Key words**: polymer composites, adamantane, metal complexes*

Литература

1. Савченко Д. А.Гибридные органо-неорганические полимеры как новый класс инструментальных материалов. Оптимизация синтеза и механизм реакции // Породоразрушающий и металлообраба-тывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения. - Киев: ИСМ им. В. Н. Бакуля, НАН Украины. 2013. – вып. 16. – С. 381–389.

2. Synthesis of graphene-like structures in hybrid organic-inorganic polymers / D. Savchenko, E. Paschenko, A. Chernenko, O. Lazhevskaya // Internetional conf. EMRS–2013, Warsaw.
3. Получение низкотемпературных керамических композитов с СТМ на основе полиорганосилоксанов / Пащенко Е. А., Черненко А. Н., Шатохин В. В., Лажевская О. В., Савченко Д. А. // Породоразрушающий и металлообраба-тывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения. - Киев: ИСМ им. В. Н. Бакуля, НАН Украины. 2013. – вып. 16. – С. 535–544.

Поступила 02.06.14

УДК 621.921

Д. А. Савченко

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

ВЛИЯНИЕ ОСОБЕННОСТЕЙ ГИБРИДНЫХ ОЛИГОМЕРОВ НА ИХ КОНТАКТ С ПОВЕРХНОСТЬЮ КНБ

Рассмотрено влияние химических особенностей структуры гибридного олигомера на способность к удержанию зерен кубонита в связующих на его основе.

Приведены данные об изменении природы контакта между зерном и связкой, относительного расхода кубонита в зависимости от количества металла, вошедшего в состав гибридного связующего.

***Ключевые слова**: гибридный полимер, олигофенилен, ванадий, железо, медь, кубический нитрид бора, адгезия.*

Введение

Гибридные полимеры – особый класс инструментальных материалов способный объединять преимущества полимерных и керамических связующих. Разработанный класс гибридных полимеров на основе олигофенилена и комплексных соединений ванадия, железа и меди показал высокие результаты при использовании в качестве связок для изготовления абразивного инструмента [1]. Это достигается за счет того, что в их структуру входят не только органические фрагменты, представленные полимерными цепочками, но и фрагменты, представленные кластерами и частицами металла. Высокая режущая способность и триботехнические свойства достигаются как за счет особенностей непосредственно структуры материала, так и хорошего адгезионного контакта с зернами СТМ, обеспечиваемого структурными особенностями гибридного полимера.

Цель настоящей работы – исследовать взаимосвязь структурных особенностей гибридных материалов на основе ванадия, железа и меди, их адгезионного контакта и зерен СТМ с рабочими показателями разработанных инструментальных композитов на их основе.

Экспериментальная часть

В основе эксперимента лежала особенность гибридных олигомеров растворяться в неполярных высококипящих растворителях. Это позволяет предварительно покрывать зерна гибридными связующими и вводить их в шихту для абразивного инструмента на основе того же полимера. При формировании композита в одинаковых условиях спекания, но при различных условиях получения первичного адгезионного слоя рабочие свойства

инструмента зависят от характеристик слоя, что позволяет оценить его влияние на качественном и количественном уровнях.

Олигомеры на основе ванадия, железа, меди массой 100 г растворяли в 100 мл диметилсульфоксида, после чего в раствор помещали 10 г зерен СТМ. Для анализа использовали гибридные олигомеры на основе ванадия, железа и меди с различным содержанием металлических фрагментов (см. таблицу).

Содержание металла в гибридном олигомере

Металл – основа гибридного олигомера	Содержание металла в гибридном олигомере, мас. %			
Ванадий	1,8	9,36	16,92	20,64
Железо	5,25	15,3	29,25	40,2
Медь	7,05	12,76	18,48	20,13

Различное содержание металлических фрагментов связано с влиянием начальной концентрации раствора металла на образование гибридного олигомера [1]. В качестве сверхтвердых материалов использовали кубический нитрид бора марки КВ зернистостью 125/100. Смесь раствора олигомера и СТМ нагревали при температуре ниже температуры полимеризации гибридных олигомеров – 100 °С в течение 15 мин. При нагревании на зернах СТМ образовалась пленка из олигомера (неэкстрагируемый остаток), которую удалить растворителем невозможно. Адгезионный контакт связки и зерна оценивали по привесу неэкстрагируемого остатка на зернах, а также по данным ИК-спектроскопии и изменению краевого угла смачивания. ИК-спектры регистрировали на Фурье-спектрометре Nicolet is10. Покрытые зерна вводили в шихту, основу которой составляли гибридные олигомеры с производными тех же металлов с массой неорганического фрагмента 16,92 г (ванадия), 15,30 (железа), 12,76 (меди) на 100 г гибридного олигомера. Первичное покрытие зерен позволило нивелировать влияние различной вязкости расплавов различных олигомеров на адгезию связки к зернам, тем самым, мы старались проследить влияние структуры олигомера и межфазного контакта олигомер – зерно на рабочие характеристики инструмента. Для сравнения данных эксперимента использовали связку В2-01, а также связку на основе олигофенилена, не содержащую металлических кластеров. Испытания по удержанию зерен кубонита в связке проводили на модельном стенде.

Результаты исследования и их обсуждение

Зависимости доли неэкстрагируемого остатка гибридного олигомера на зернах кубонита от содержания металла, в олигомере показаны на рис. 1.

Результаты эксперимента свидетельствуют, что чем больше содержание металла, в гибридном олигомере, тем больше доля неэкстрагируемого остатка на зернах кубонита. Наибольшее содержание неэкстрагируемого остатка – 0,24; 0,28 и 0,29 мас. % – наблюдалось в олигомере содержащем в 100 г олигофенилена 20,64; 40,20 и 23,10 мас. % соответственно ванадия, железа и меди. Таким образом, максимальная степень вхождения металла обеспечивает наибольшую долю неэкстрагируемого остатка на зернах.

Влияние содержания металла, в олигомере при синтезе на расход зерен кубонита при шлифовании сплава ЖС-6У кругами 12А2–45 75×10×3 КВ 125/100 100% показано на рис.2.

Результаты эксперимента свидетельствуют о том, что увеличение содержания металла в гибридном олигомере способствует уменьшению расхода СТМ.

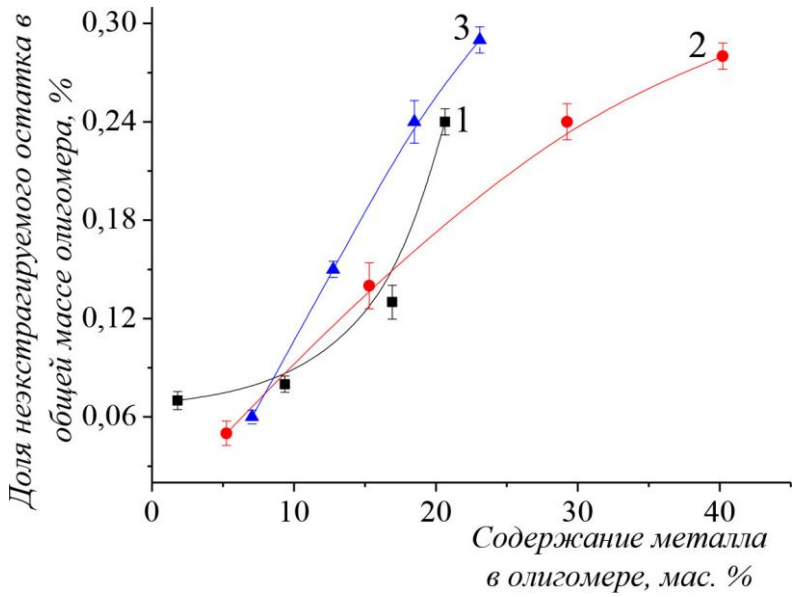


Рис. 1. Зависимости доли неэкстрагируемого остатка на зернах КВ 125/100 от содержания металла в гибридном олигомере на основе: 1 – ванадия; 2 – железа; 3 – меди

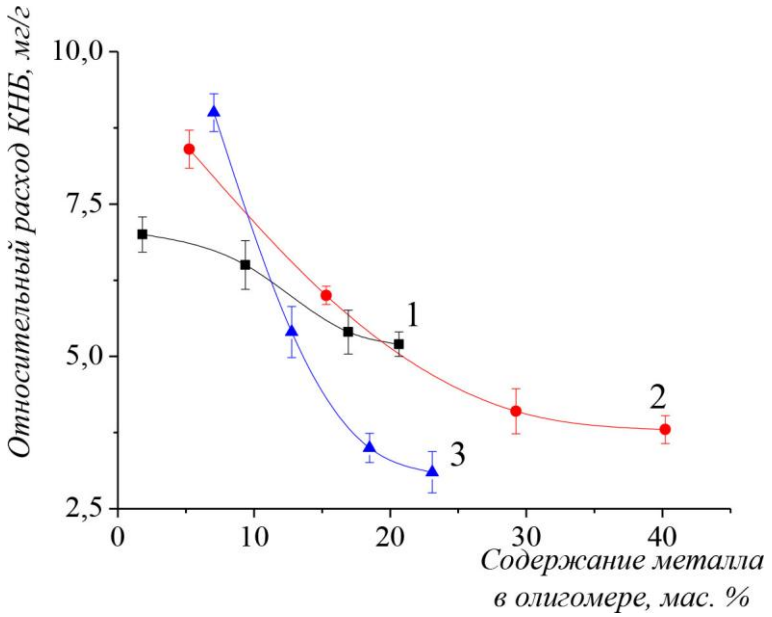


Рис. 2. Зависимости относительного расхода КВ 125/100 от содержания металла в олигомере на основе: 1 – ванадия; 2 – железа; 3– меди

Сравнив данные рис.1 и 2, приходим к выводу, что чем выше доля неэкстрагируемого остатка на обработанных зернах кубонита, тем выше интенсивность уменьшения расхода СТМ с увеличением содержания металла в олигомере. Так, для производных ванадия, железа и меди наибольшая доля неэкстрагируемого остатка и наивысшая чувствительность стойкости к содержанию металла в связующем наблюдались у меди, а затем у железа и ванадия. Возможно раскрыть причины такого явления смогут данные инфракрасной спектроскопии и измерение краевого угла смачивания обработанных зерен.

Результаты инфракрасной спектроскопии показаны на рис. 3.

В анализе данных инфракрасной спектроскопии особое внимание уделяли трем полосам, соответствующим колебаниям атомных групп C=C (1480 $см^{-1}$) в бензольном кольце олигофенилена, –C–O–B– (1400 $см^{-1}$) эфирных мостиков между бензольными кольцами олигофениленов и кубическим нитридом бора и OH-групп (1370, 1010 $см^{-1}$) олигофенолятов [2]. Изменение их интенсивности обусловлено влиянием неэкстрагируемого остатка олигомера на зернах КНБ и его расходом в инструменте. На рис. 3 видим снижение интенсивности полос, связанных с OH-группами (особенно по полосе 1010 $см^{-1}$), а также группами C=C и –C–O–B–. Снижение интенсивности колебаний OH-групп и, напротив, повышение интенсивности полос –C–O–B– согласно литературным данным [3–5] связано с образованием хемосорбционных контактов между функциональными группами олигофенилена и функциональными группами на поверхности кубонита.

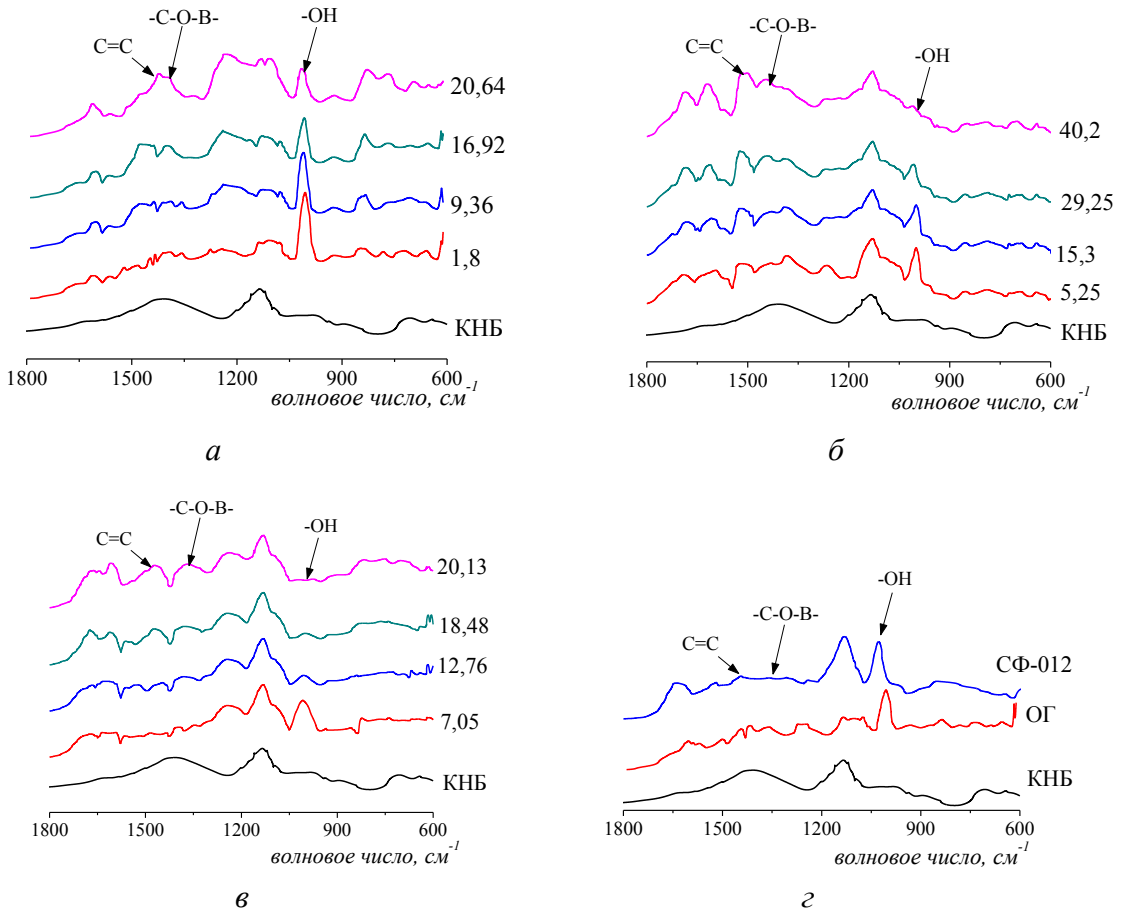
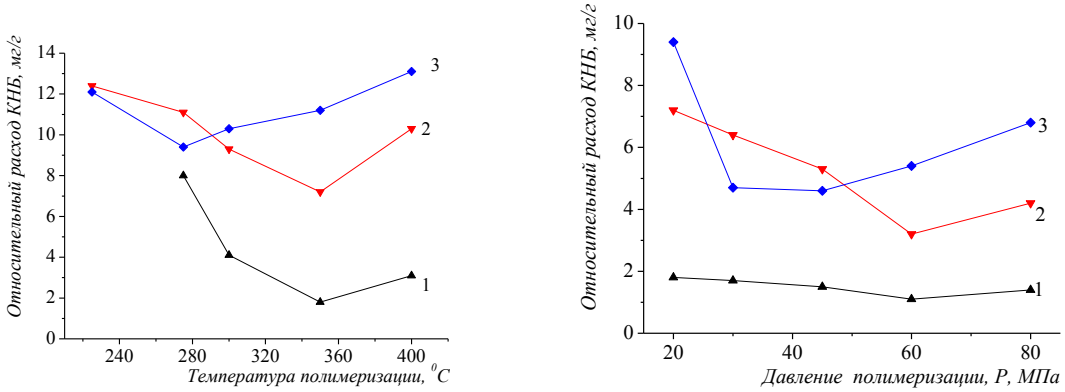


Рис. 3. ИК-спектры олигофенолятов: а – ванадия; б – железа; в–меди; г–олигофенилена, не содержащего кластеров металла и фенол-формальдегидной смолы; КНБ – спектр кубического нитрида бора непокрытого олигомером; ОГ – олигофенилен, не содержащий кластеров металла; СФ-012 – смола фенолформальдегидная; цифры возле спектров – массовое содержание металла в гибридном олигомере, покрывающем зерно

Гидроксильные группы, реагируя с функциональными группами на поверхности кубонита, образуют мостики –С–О–В–, причем интенсивность линий, соответствующих их колебаниям, повышается. Чем быстрее снижается интенсивность полос, связанных с колебаниями гидроксильных групп, тем быстрее переходит физическая адсорбция олигомера на зернах в химическую. Выбранные металлы по скорости такого перехода можно расположить следующим образом: медь, железо, ванадий. Такой ряд соответствует ранее показанному ряду увеличения доли нэкстрагируемого остатка на зернах СТМ и скорости уменьшения его расхода в инструменте. При этом также повышается интенсивность полос поглощения, связанных с группами С=С. Это означает [6], что происходит конденсация бензольных колец с образованием небольших сопряженных циклов (2–4 кольца на один сопряженный цикл), которые в дальнейшем при полимеризации могут служить прекурсорами графена и графана. В результате того, что слои графена и графана имеют делокализированную электронную плотность [7], они могут образовывать дополнительный прочный адсорбционный контакт с зернами кубонита за счет электростатических и Ван дер ваальсовых сил, что также способствует удержанию зерен в связке. Наибольшее повышение интенсивности полосы поглощения, связанной с колебаниями С=С связей, наблюдали для олигомеров на основе меди и железа, поэтому и расход СТМ в связке для них меньше. Результаты спектроскопии зерен, покрытых олигофениленом, не содержащих металла, а

также смолой СФ-012 указывают на образование адгезионного контакта между кубонитом и связующим, однако этот контакт менее совершенен, чем в случае гибридных олигомеров.

На основе гибридных олигомеров, инкорпорировавших при синтезе максимальное количество металла (при котором наблюдался наилучший адгезионный контакт с зернами кубонита), изготовили абразивный инструмент 12А2–45 75×10×3 КВ 125/100 100%. Исследовали влияние температуры и давления полимеризации на расход кубонита в связке. Для сравнения использовали инструмент на основе олигофенилена, не содержащего металл, и связки В2-01. Результаты эксперимента представлены показаны на рис. 4:

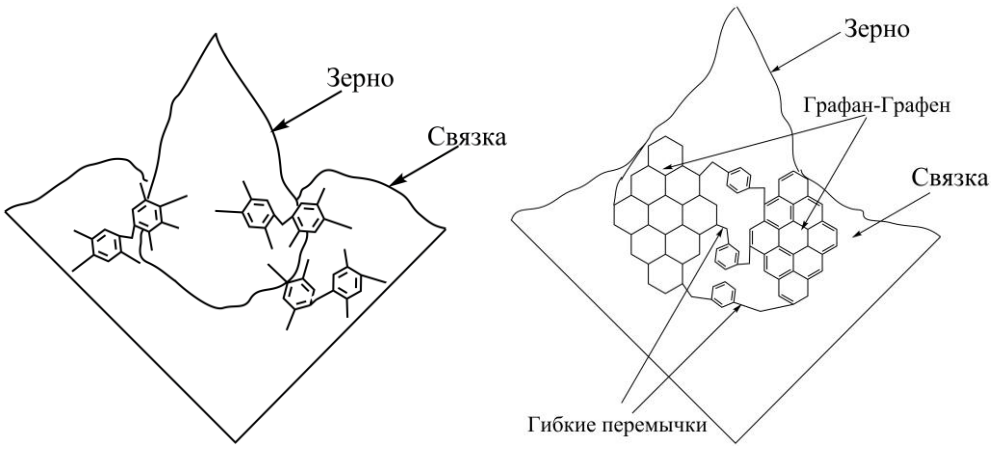


а *б*

Рис. 4. Зависимости расхода КНБ: а – от температуры; б – от давления полимеризации олигомеров; 1 – гибридный олигомер на основе меди; 2– олигофенилен, не содержащий металлических фрагментов; 3 – связка В2-01

Как видим работа инструмента на основе гибридного связующего и инструмента, на основе негибридного олигофенилена или связующего СФ-012 качественно различается. При полимеризации композитов на основе гибридных олигомеров с наибольшим содержанием металла существует комплекс взаимосвязанных причин уменьшения расхода СТМ, однако прежде всего, это обусловлено описанным сильным адгезионным контактом между зерном и гибридной связкой.

В целом интерпретация данных об адгезии схематически проиллюстрирована на рис. 5.



а *б*

Рис. 5. Схематическое изображение зерна КНБ, погруженного в связующее: а – негибридное; б – гибридное связующее

Качественное различие состоит в том, что в негибридном связующем (рис. 5*а*) существует небольшое количество сшивок между зернами СТМ и полимером. При использовании гибридного связующего (рис. 5*б*) зерно как бы «обжато» участками полимера, которые в случае гибридных связующих на основе ванадия, железа и меди представляют собой графеновые и графановые плоскости [6], соединенные гибкими перемычками из линейных участков полимера. Фрагменты металла, находящиеся в связке, имеют каталитические свойства [11–13] относительно процессов гидрирования-дегидрирования, и тем самым способствуют формированию графеновых и графановых плоскостей, улучшающих физическую адсорбцию. Металлические фрагменты, вероятнее всего, способствуют ориентированию функциональных групп гибридного олигомера в сторону поверхности зерен кубонита, тем самым способствуя образованию хемсорбционных контактов.

Выводы

Проанализированы причины уменьшения расхода зерен КНБ при использовании гибридного связующего. Предложен механизм формирования совершенного адгезионного контакта путем химической адсорбции функциональных групп гибридного олигомера и полимера на поверхности зерна. В свою очередь, это создает предпосылки для качественного смачивания КНБ олигомером. Способность к хемсорбции, и степень смачивания зависят от содержания металла, в гибридном связующем. Получено доказательство, что с увеличением содержания металла в гибридном связующем количество химических связей между олигомером и зерном увеличивается, в результате чего уменьшается расход СТМ при работе шлифовальных кругов на основе полученных композитов.

Розглянуто вплив хімічних особливостей структури гібридного олігомеру на здатність до утримання зерен кубоніту у зв'язуючих на його основі.

Наведено дані про зміну природи контакту між зерном та зв'язкою, відносну витрату кубоніту залежно від кількості металу, що увійшов до складу гібридного зв'язуючого.

Ключові слова: *гібридний полімер, олігофенилен, ванадій, залізо, мідь, кубічний нітрид бору, адгезія.*

The influence of chemical structural features of hybrid oligomers on cBN grains retention in hybrid binders was considered.

The data of contact nature changing between grains and bonds, the cBN relative flow rate were presented. It is shown that they were depend on metal amount in hybrid binders.

Key words*: hybrid polymer, oligophenylene, vanadium, iron, copper, cubic boron nitride, adhesion.*

Литература

1. Савченко Д. А. Гибридные органо-неорганические полимеры как новый класс инструментальных материалов. Оптимизация синтеза и механизм реакции / Д.А. Савченко // Сборник научных трудов. Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2013 –Вып. 16. – С. 381–396.
2. Raković D. IR spectra and structure of poly (p-phenylene)-a theoretical study / D. Raković // Solid State Communic. – 1982. – 43. – N 2. – C. 127–129.
3. Yoder M.N. Semiconductors of the future, and the future is now! / M.N. Yoder // Photonics West'95. – Intern. Soc. for Optics and Photonics, 1995. – P. 278–282.

4. Bhattacharya A. Band gap engineering by functionalization of BN sheet / A. Bhattacharya, S. Bhattacharya, G.P. Das. // Phys. Rev. B. – 2012. – 85. – N 3. – P. 35415–35430.
5. Shi Y. Synthesis of few-layer hexagonal boron nitride thin film by chemical vapor deposition / Y. Shi // Nano letters. – 2010. –10. – N 10. – P. 4134–4139.
6. Synthesis of graphene-like structures in hybrid organic-inorganic polymers / D. Savchenko, E. Paschenko, A. Chernenko, O. Lazhevskaya // Intern. conf. EMRS–2013. – Warsaw, 2013. – P. 33
7. Elias D.C. Control of graphene's properties by reversible hydrogenation: evidence for graphane / D.C. Elias // Sci. – 2009. –323. – N 5914. – P. 610–613.
8. Schönherr H. Self-assembled monolayers of symmetrical and mixed alkyl fluoroalkyl disulfides on gold. 1. Synthesis of disulfides and investigation of monolayer properties / H. Schönherr, H. Ringsdorf // Langmuir. – 1996. – 12. – N 16. – P. 3891–3897.
9. Kang J. F. Wetting and Fourier transform infrared spectroscopy studies of mixed self-assembled monolayers of 4'-methyl-4-mercaptobiphenyl and 4'-hydroxy-4-mercaptobiphenyl / J.F. Kang, R. Jordan, A. Ulman // Langmuir. – 1998. – 14. – N 15. – P. 3983–3985.
10. Липатов Ю.С. Физическая химия наполненных полимеров./ Ю.С. Липатов. – М.: Химия, 1977. – 303 с.
11. Mamedov E. A. Oxidative dehydrogenation of lower alkanes on vanadium oxide-based catalysts. The present state of the art and outlooks / E. A. Mamedov, V.Cortés Corberán // Applied Catalysis A: General. – 1995. – 127. – N 1. – P. 1–40.
12. Костынюк А. О. Каталитическое окисление метанола на диспергированном в инертной матрице оксидном железо-молибденовом катализаторе / А.О.Костынюк, Н.В.Николенко // Вопр. химии и хим. технологии. – 2009. – №. 5. – С. 25–32.
13. Tu Y.J. Effect of chromium promoter on copper catalysts in ethanol dehydrogenation / Y.J. Tu, C. Li, Y.W.Chen //J. Chem. Technol. and Biotechnol. – 1994. – 59. – N 2. – P. 141–147.

Поступила 02.06.14

УДК 621.921.343

А. П. Возняковский, д-р хим наук; **А. В. Калинин**, канд. хим наук; **Л. В. Агибалова**; **И. В. Шугалей**, д-р хим наук

ФГУП «НИИСК», Санкт-Петербург, Россия

НАНОАЛМАЗЫ ДЕТОНАЦИОННОГО СИНТЕЗА. ФУНКЦИОНАЛИЗАЦИЯ ПОВЕРХНОСТИ ПЕРФТОРИРОВАННЫМИ РАДИКАЛАМИ

Для улучшения диспергирования детонационных наноалмазов (ДНА) в малополярных жидких средах разработана методика функционализирования их поверхности химической прививкой перфторированных радикалов. Методом инфракрасной Фурье-спектроскопии показана эффективность функционализации поверхности ДНА. Методом динамического светорассеяния показана, возможность получения устойчивых нанодисперсных вторичных суспензий функционализированных ДНА в этилацетате. Продемонстрировано, что функционализация поверхности ДНА перфторированными радикалами обеспечивает формирование устойчивых вторичных суспензий ДНА в этилацетате.

***Ключевые слова**: Детонационные наноалмазы, функционализация поверхности, вторичные суспензии, седиментационная устойчивость суспензий*

Введение

Наноалмазы, получаемые детонационным синтезом (ДНА), являются объектом исследования многих исследовательских групп. Это связано с тем, что ДНА обладают уникальным сочетанием свойств нанодисперсного вещества и блочного алмаза. Однако, в реальной практике в высокодисперсном состоянии ДНА удается получить только в виде суспензий (преимущественно водных). Это обстоятельство является следствием характерной для высокодисперсных систем склонностью их частиц к самоорганизации. Следует отметить, что с точки зрения расширения областей практического применения предпочтительно иметь сухие высокодисперсные порошки ДНА, легко переводимые в суспензии в водных и, что особенно важно, неводных жидких средах. К настоящему времени разработаны разнообразные способы получения высокодисперсных суспензий ДНА [1–7]. В общем, они сводятся к двум методикам.

Первый метод – это механическое дробление исходных порошков ДНА. В основном используют выдержку суспензий порошков в поле УЗ. В ряде случаев, использовали и дробление исходных порошков в специальных планетарных мельницах с иридиевыми шариками.

Вторым распространенным методом является механохимическое диспергирование исходных порошков ДНА, сочетающее обработку исходных суспензий ДНА полем УЗ с одновременным введением в рабочую среду каких-либо поверхностно-активных веществ.

В идеальном случае, в результате процессов диспергирования должно достигаться узкое мономодальное распределение частиц ДНА по размерам (2–10 нм). Однако на практике получают достаточно широкое распределение (10–300 и более нм), причем, зачастую, значительное количество исходного порошка остается в неразрушимом остатке. Массовая доля осадка и параметры полидисперсности частиц в значительной мере зависят от предыстории образца ДНА.

С практической точки зрения наибольший интерес представляют сухие порошки ДНА. В этом случае заметно расширяются возможности поверхностной функционализации ДНА, что в настоящее время считается наиболее перспективным путем расширения спектра их практического применения. С точки зрения практики процесс функционализации должен способствовать получению устойчивых вторичных суспензий ДНА в жидких средах различной полярности.

Для достижения этой цели необходимо предложить модельный механизм стабилизации агрегатов частиц ДНА, возникающих в результате процессов самоорганизации. В работе [8] мы предположили, что основным механизмом стабилизирующим агрегаты ДНА являются водородные силы. При справедливости этого предположения, эффективным механизмом приводящим к дестабилизации агрегатов будет является поверхностная модификация частиц ДНА с заменой групп с лабильным протоном на иные (например, гидрофобные радикалы).

На настоящий момент в научной литературе описано достаточно большое число попыток химической модификации поверхности ДНА. Так, в работе [9] сообщается об успешной попытке этерификации поверхностных карбоксильных групп ДНА путем кипячения суспензии последних в органических спиртах (гомологи от метанола до гексанола включительно, также этилгексанол), в присутствии серной кислоты. Образование сложноэфирных фрагментов подтверждено приводимыми ИК-спектрами. В работе [10] сообщается об успешной попытке модификации поверхности фторсодержащими группами путем кипячения суспензия ДНА с перфторфторбутанолом в присутствии трифторметилсульфокислоты. Изменения в поверхностном слое ДНА также подтверждены методом ИКС. В работе описана попытка изменить энергетические характеристики поверхности ДНА путем замены лабильных протонов в поверхностном слое ДНА на

аллильную группу [11]. При этом удалось получить ДНА с амфифильной поверхностью. Так удалось получить устойчивые суспензии ДНА не только в воде, но и неполярной жидкости (толуоле). Было отмечено, что устойчивость водных суспензий возросла от нескольких минут (для исходных ДНА) до нескольких месяцев (для модифицированных ДНА). Данный факт связан с неполнотой протекания реакции замещения на поверхности ДНА в условиях эксперимента: количество «привитых» на поверхность ДНА аллильных радикалов оказалось достаточным, чтобы воспрепятствовать формированию крупноразмерных ассоциатов частиц ДНА за счет водородных связей, но недостаточным для полной гидрофобизации частиц.

В данной работе мы приводим описание функционализации поверхности ДНА более активными в реакции с лабильным протоном фторированными соединениями.

Ранее в работе [12] нами было показано, что при обработке поверхности ДНА сначала тионилхлоридом, а затем натриевым алкоголятом 2,2;3,3;4,4;5,5,5-нонафторамилового спирта достигается почти десятикратное уменьшение поверхностных групп с лабильным протоном, что привело резкому снижению массовой доли низкодисперсных агрегатов ДНА. Был сделан вывод, что использование фторированных спиртов представляет собой перспективное направление для получения высокодисперсных суспензий ДНА. Однако, 2,2;3,3;4,4;5,5,5-нонафторамиловый спирт является дорогостоящим продуктом и, с практической зрения, его применение не всегда оправдано.

В настоящей работе была поставлена задача разработать методику модификации поверхности ДНА, обеспечивающей получение вторичных высокодисперсных суспензий ДНА, но с использованием более доступных и дешевых реактивов.

Экспериментальная часть

Приборы и методы исследования

Для изучения дисперсности частиц ДНА использовали метод динамического светорассеяния. Измерения проводились на приборе Zetasizer ZS 3600 (Malvern Instruments Ltd.).

ИК-спектры получали на Фурье-спектрометре Spectrum 100 («Perkin Elmer»).

Реагенты и методика функционализации

В настоящей работе в качестве модифицирующих веществ мы использовали фторированные спирты различающихся стерическими размерами (числом атомов углерода) на коллоидные характеристики ДНА. Перечень основных реагентов и схемы реакции сведены в таблицу.

Результаты и их обсуждение

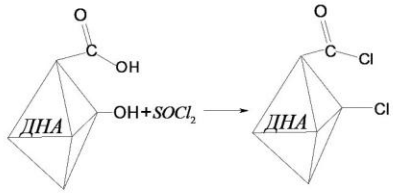
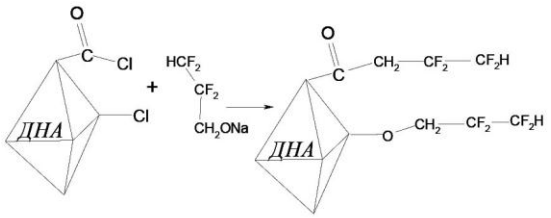
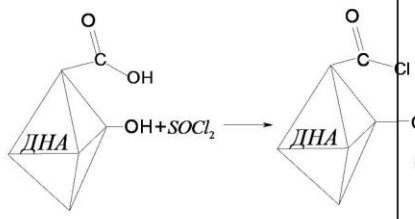
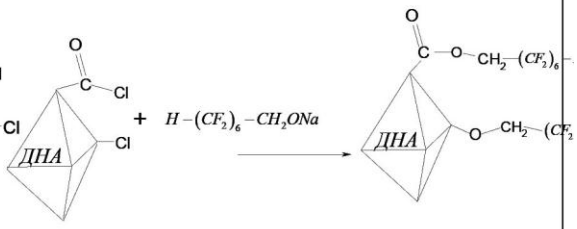
Функционализированные порошки ДНА, полученные по схемам 1 и 2 были подвергнуты температурной обработке (сочетание криогенной и вакуумной сушки [13]) и исследованы методами ИК Фурье-спектроскопии и динамического светорассеяния. С точки зрения целей и задач настоящей работы основное внимание было уделено эффективности замены групп с лабильным протоном на перфторированный радикал.

ИК спектры исходных и модифицированных ДНА приведены на рисунках 1–3.

На рис. 1 приведен ИК-спектр исходных ДНА. Наиболее интенсивный сигнал на нем с пиком в области 3400см-^{1} может быть интерпретирован, как сигнал колебаний гидроксильных групп, а также, вероятно, адсорбционной воды. Общий вид спектра находится в хорошем соответствии с представлениями о строении поверхности ДНА, описанными в литературе [14].

На рис. 2 показан ИК-спектр ДНА, (модификация 1). Хорошо видно существенное снижение мощности сигнала 3400см$^{-1}$, связанного с поверхностными гидроксильными группами. Рис. 3 (модификация 2), демонстрирует дальнейшее ослабление пика, связанного с колебаниями гидроксильных групп (3200-3600 см$^{-1}$).

Реагенты и схемы используемых реакций

Модифицирующий агент	Схема реакции:	
	Первая стадия	Вторая стадия
2,2;3,3-тетрафторпропиловый спирт (в виде натриевого алкоголята) **1**		
2,2;3,3;4,4;5,5;6,6;7,7-додекафторгептиловый спирт (в виде натриевого алкоголята) **2**		

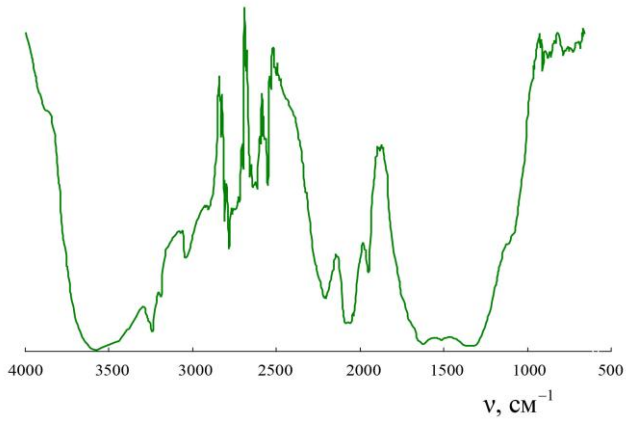


Рис. 1. Инфракрасный спектр исходных ДНА

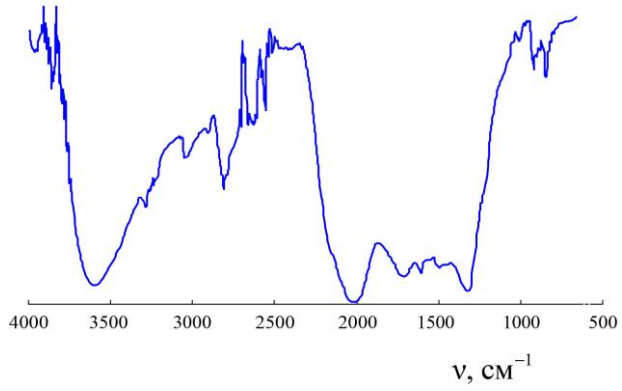


Рис. 2. Инфракрасный спектр ДНА, модифицированных фрагментом $-O-CH_2-CF_2-CF_2H$

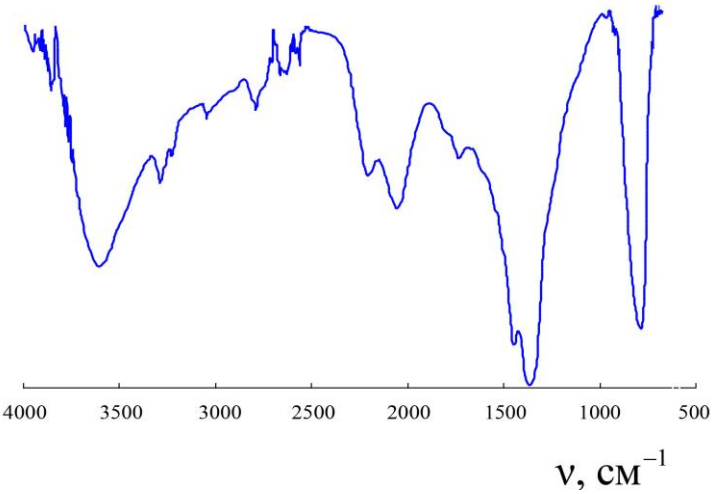


Рис. 3. Инфракрасный спектр ДНА, модифицированных фрагментом $-O-CH_2-CF_2-CF_2-CF_2-CF_2-CF_2-CF_2H$

Кривые полидисперсности ДНА в вторичных суспензиях этилацетате представлены на рис. 4–6. Получали среднечисленные и среднемассовые распределения. Сопоставление этих данных позволяет более строго судить о массовой доле ансамбля частиц ДНА находящихся в высокодисперсном диапазоне.

На рис.4 представлены кривые среднечисленного и среднемассового распределения частиц ДНА (метод 1) в этилацетате.

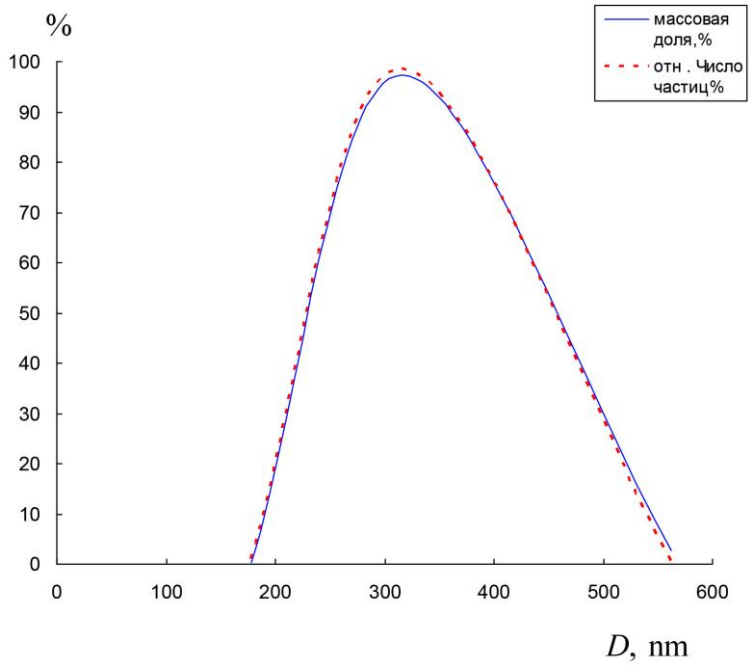
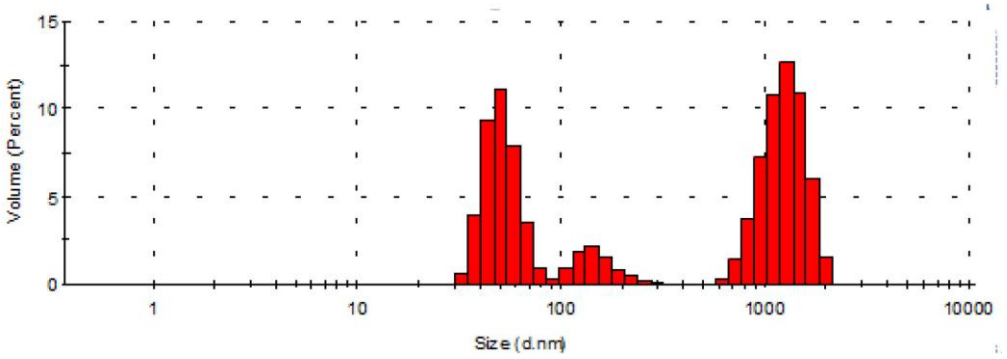
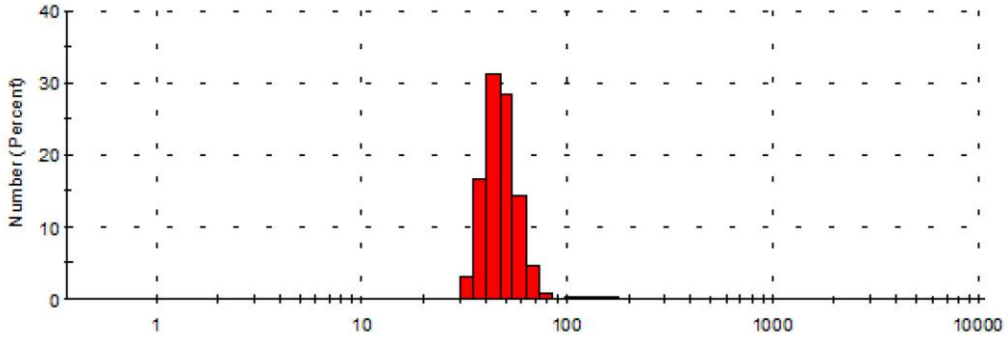


Рис. 4. Размерно - массовое распределение ДНА (метод 1)

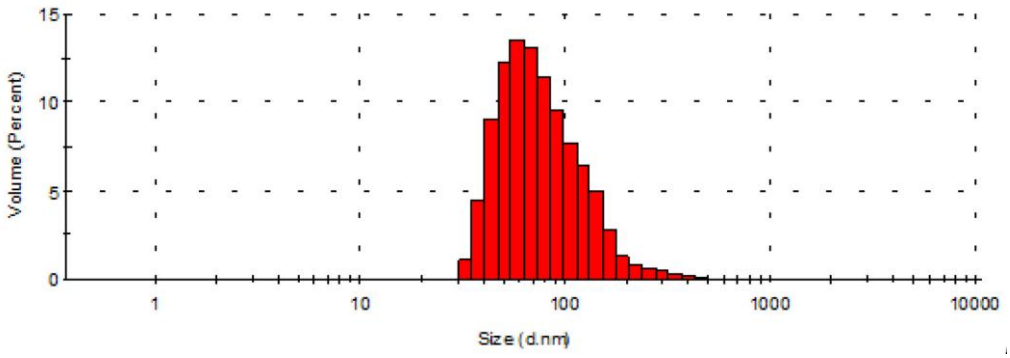


а

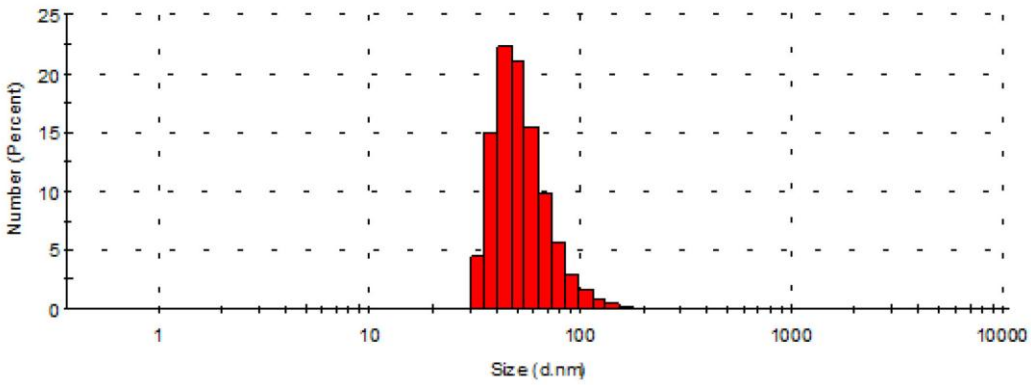


б

Рис. 5. Размерно - массовое распределение золя функционализированных ДНА в этилацетате (метод 2): а – средне-массовое распределение; б – средне-численное распределение



а



б

Рис. 6. Размерно - массовое распределение функционализированных ДНА в этилацетате (метод 2): а – средне-массовое распределение; б – средне-численное распределение

Как можно судить по данным рис. 5 модификация поверхности позволяет получить мономодальное достаточно узкое распределение частиц ДНА (150–550) нм. Отсутствие мод с большей и меньшей дисперсностью, естественно, связать с функционализацией поверхности. Можно предположить, что в процессе модификации 1 наиболее эффективно разрушает крупные наиболее рыхлые агрегаты ДНА (1000 и более нм). В результате ансамбль частиц ДНА обогащается среднеразмерными агрегатами (300–400) нм. Эти агрегаты с относительно невысокой скоростью диффузии являются центрами координации для высокодисперсных агрегатов ДНА (150 нм и ниже). Как результат, мы наблюдаем значительное сужение шкал как размерного, так и массового распределения.

Следует отметить, при функционализации ДНА по методу 2 часть ДНА сформировала устойчивый золь в этилацетате уже после стадии отмывки. С целью получения порошков ДНАф, необходимых нам для формирования вторичных суспензий, полученная суспензия была выдержана при повышенном поле тяжести (центрифугирование 6000 об/мин в течение 2.5 часов). В результате суспензия была разделена на устойчивый в данных условиях золь и осадок. Осадок был декантирован. Данные светорассеяния, полученные для золя, представлены на рис. 5. Как можно заключить из данных рисунков применение метода 2 функционализации поверхности ДНА позволяет резко снизить дисперсность частиц ДНА в сопоставлении с методом 1. Практически все агрегаты ДНАф золя находятся в интервале размеров менее 100 нм. Тем не менее, около 2 % мас находятся в субмикронном интервале размеров. Наличие осадка и низкодисперсной моды в золе мы связали с недостаточной эффективностью прииненного нами для данной системы метода отмывки ДНАф от алкоголята натрия. В качестве более эффективного метода отмывки использовали отмывку в экстракторе Сокслета. Полученный таким образом порошок ДНАф, был переведен во вторичную суспензию. Данные динамического светорассеяния полученные для этой суспензии представлены на рис.6. Как можно заключить из сопоставления данных рис.6) методика 2 позволяет получить порошки ДНАф, которые можно перевести в высокодисперсную (30-90) нм вторичную суспензию практически без остатка.

Выводы

1. Предложены новые методы замещения поверхностных гидроксильных групп ДНА на фторорганические группы.
2. Методом ИК-спектроскопии подтверждено эффективность функционализации поверхности порошка ДНА при химической прививке перфторированных радикалов
3. Получены устойчивые нанодисперсные вторичные суспензии функционализированных ДНА в малополярной жидкой среде (этилацетате)

Для поліпшення диспергування детонаційних наноалмазов (ДНА) в малополярних рідких середовищах розроблена методика функціоналізірованія їх поверхні хімічної щепленням перфторовані радикалів. Методом інфрачервоної Фур'є-спектроскопії показано ефективність функционализации поверхні ДНА. Методом динамічного світлорозсіювання показана, можливість отримання стійких нанодисперсних вторинних суспензій функціоналізованих ДНА в етилацетаті. Продемонстровано, що функціоналізація поверхні ДНА перфторовані радикалами забезпечує формування стійких вторинних суспензій ДНА в етилацетаті.

***Ключові слова**: Детонаційні наноалмази, функціоналізація поверхні, вторинні суспензії, седиментаційна стійкість суспензій*

In order to provide the fine desperation of detonation nanodiamonds (DND) in low polar media, a method of their surface functionalization by means of perfluoro radicals grafting was developed. The efficiency of a surface functionalization of DND was proved with the Fourier-transform spectroscopy. By the dynamic light scattering method an ability of a stable nanodispersed secondary suspension formation of functionalized DND in ethyl acetate media was demonstrated. It was shown that DND surface functionalization with perfluororadicals ensured the stable nanodispersed secondary suspension in ethyl acetate media

***Key words.** detonation nanodiamonds; surface functionalization; secondary suspension; suspension sedimentation stability*

Литература

1. Osawa E. Monodisperse single nanodiamond particulates // Pure Appl. Chem. – 2008. – **80**. – N 7. – P. 1365–1379.
2. Xu, X., Zhu, Y., Wang, B., Yu, Z., Xie, S. Mechanochemical Dispersion of Nanodiamond Aggregates in Aqueous Media //Journal of Materials Science and Technology. – 2005. – **21**. – N 1. – P. 109–112.
3. Кощеев А. П., Горохов П. В., Громов М. Д., Перов А. А., У. Отт Химия поверхности модифицированных детонационных наноалмазов различных типов //Журнал Физической Химии. -2008, -Т. 82. -№ 10. -С. 1908-1914
4. Xu X., Yu Z., Zhu, Y., Wang, B. Influence of surface modification adopting thermal treatments on dispersion of detonation nanodiamond //Journal of Solid State Chemistry. – 2005. – **178**. –P. 688–693
5. Xu X. Yu, Z., Zhu, Y., Wang B. Effect of sodium oleate adsorption on the colloidal stability and zeta potential of detonation synthesized diamond particles in aqueous solutions // Diamond and related materials. – 2005. – **14**. – N 2. – P. 206–212.
6. Кулакова И. И. Модификация поверхности и физико-химические свойства наноалмазов // Физика твердого тела. – 2004. – Т. 46. – №. 4. – С. 621–628.
7. Khalilnezhad P., Sajjadi S.A, Zebarjad S.M. Effect of nanodiamond surface functionalization using oleylamine on the scratch behavior of polyacrylic/nanodiamond nanocomposite // Diamond & Related Materials. – 2014. – **45**. –P. 7–11.
8. Voznyakovskii A. P. Self-organization in nanocomposites based on detonation nanodiamonds // Physics of the Solid State. – 2004. – *46*. – N 4. – C. 644–648.
9. Ah-Young Jee, Minyang Lee. Surface functionalisation and physicochemical characteisation of diamond nanoparticles // Current Applied Physics. – 2009. – N 9. – P. 144–147
10. Возняковский А. П., Калинин А. В., Мокеев М. В., Агибалова Л. В., Власова Е. Н. Поверхностная модификация наноалмазов перфторбутильным радикалом. // Журн. Прикл. Химии 2012. – Т.85. – № 7. – С. 1121–1125.
11. Возняковский А. П., Калинин А. В., Агибалова Л. В. Модификация наноалмазов детонационного синтеза углеводородным радикалом, как метод получения их

высокодисперсных водных суспензий // Сверхтвердые материалы. – 2011. – № 4. – С. 38–45.

12. Возняковский А. П., Калинин А. В., Мокеев М. В., Агибалова Л. В., Власова Е. Н. Поверхностная модификация детонационных нанонаноалмазов перфторбутильным радикалом // Журнал прикладной химии. – 2012. – Т. 85. – № 7. – С. 741–745.
13. Voznyakovskii A. P., Shugalei I. V. Surface Characterization of Detonation Nanodiamond Particles // Russian Journal of General Chemistry. – 2012. – **82**. – N 13. – P. 2256–2258.
14. Карбушев В. В. Реологические и механические свойства полимеров, наполненных наноразмерными частицами алмазов детонационного синтеза// Автореф. дисс. канд. хим наук. – М.: ИНХС РАН, 2010. – 24 с.

Поступила 18.07.14

Раздел 3

ТЕХНИКА И ТЕХНОЛОГИЯ ПРОИЗВОДСТВА ТВЕРДЫХ СПЛАВОВ И ИХ ПРИМЕНЕНИЕ В ИНСТРУМЕНТЕ ДЛЯ РАЗЛИЧНЫХ ОТРАСЛЕЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

УДК 669.27-935.4:548.73

В. П. Бондаренко, член-кор. НАН Украины; **П. П. Иценко,** канд. техн. наук;
Л. М. Мартынова, канд. хим. наук[1]; **С. Г. Руденький,** д-р. хим. наук[2],
А. А. Сытник, канд. техн. наук[3]

[1]Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев
[2]МФООО «Технокор», г. Харьков, Украина
[3]ООО НПФ «Карма», г. Светловодск, Украина

ТОНКАЯ КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА WC-ФАЗЫ РЕГЕНЕРИРОВАННЫХ ВОЛЬФРАМОКОБАЛЬТОВЫХ ТВЕРДЫХ СПЛАВОВ

Исследовано влияние технологических операций на тонкую структуру и морфологию карбидной WC-фазы регенерированных и серийных твердосплавных смесей марок ВК6 и ВК8, полученных различными методами переработки.

Ключевые слова: *Регенерированные твердые сплавы, тонкая структура, карбид вольфрама.*

Введение

Существует много способов переработки кусковых и пылевидных отходов вольфрамокобальтовых твердых сплавов в условиях крупно- и мелкосерийного производства [1]. Наиболее широко применяют гидрометаллургический, цинковый и термохимический способы, содержащие стадию приготовления смеси WC и Co.

В Украине для регенерации отходов твердых сплавов используют термохимический и цинковый методы [1]. Термохимический метод [2] используют в концерне «АЛКОН» (ГНПП «Алкон-Твердосплав», г. Киев, Украина), цинковый – в ООО «Карма» (г. Светловодск) и ООО «Технокор» (г. Харьков). Установлено [3], что на микроструктуру и физико-механические свойства регенерированных твердых сплавов влияют не только способы регенерации, но и технологические операции доведения продукта регенерации до стадии спеченных заготовок. Среди них наибольшее влияние оказывают размол полученного продукта регенерации и спекание спрессованных заготовок. В то же время тонкая кристаллическая структура частиц WC, полученных на разных операциях по различным технологиям, и связь с ней физико-механических свойств спеченных твердых сплавов не изучались. Отсутствие таких данных не позволяет обоснованно объяснить некоторые зависимости физико-механических свойств от условий регенерации. В этой связи цель настоящего исследования – выявить изменения параметров тонкой кристаллической структуры WC-фазы при технологических операциях регенерации твердых сплавов цинковым и термохимическим методами.

Методика исследования

Рентгенографический анализ исследуемых образцов осуществляли дифрактометром ДРОН-3м в фильтрованном Cu_{α}-излучении с вращением образца. Съемку проводили в дискретном режиме с шагом сканирования 0,05° (порошки WC и спеченные штабики) или 0,02° (твердосплавные смеси) и экспозицией в точке 10 с.

Полученные экспериментальные дифракционные спектры интерполировали функцией Лоренца. По ширине рассчитанных линий находили параметры тонкой кристаллической структуры карбида вольфрама: микродеформацию решетки и размеры ее зон когерентного рассеяния (блоков мозаики).

Следует заметить, что размер зон когерентного рассеяния для образцов в виде порошка, вычисленный по результатам рентгеновского анализа, слегка занижен из-за большей глубины проникновения рентгеновских лучей и соответственно дополнительного расширения линий. Вычисленные микродеформации решетки менее зависят от вышеуказанных условий.

Снимки структуры исследуемых порошков и спеченных твердых сплавов получали на растровом электронном микроскопе ZEISS EVO 50XVP с использованием фазочувствительного детектора отраженных электронов CZ BSD. Фотографировали шлифы, предварительно прошедшие стандартную металлографическую обработку. Элементный химический состав определяли микрорентгеноспектральным анализом на этом же микроскопе.

Физико-механические свойства твердых сплавов определяли по государственным стандартам [4], химический состав – по международным стандартам ISO 3907 [4].

В качестве исследуемых образцов выбрали регенерированные твердосплавные смеси марок ВК6Р и ВК8Р, полученные разными методами переработки: термохимическим и цинковым [1-3]. Для сравнения использовали стандартные твердосплавные смеси марок ВК6, ВК6С и ВК8 производства ОАО «КЗТС» (г. Кировоград, Россия). Тонкую кристаллическую структуру начинали исследовать с продуктов, полученных непосредственно после регенерации цинковым методом или карбидизации продуктов окисления отходов термохимическим методом (рис. 1).

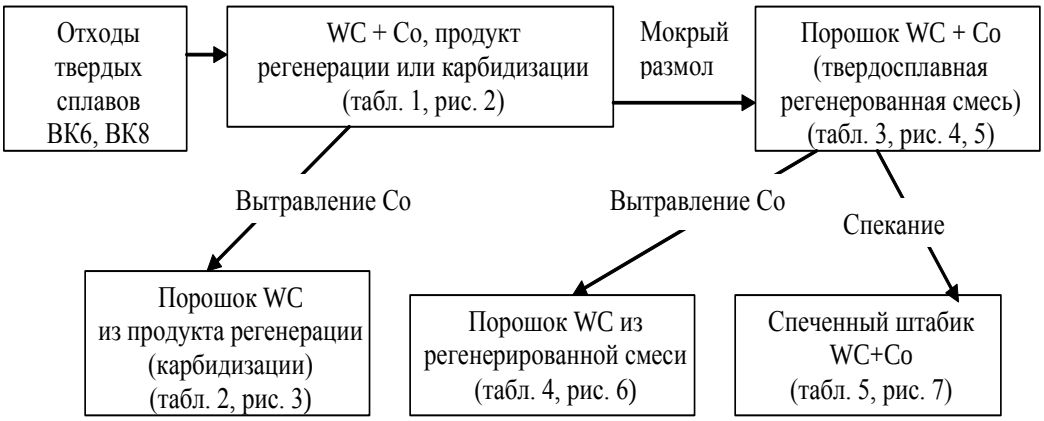


Рис. 1. Блок-схема исследования WC-фазы продуктов переработки твердых сплавов

Далее исследовали WC-фазу в смеси WC+Co, полученную мокрым размолом продукта регенерации (карбидизации), а также в спеченном из этих смесей твердом сплаве. Кроме того, изучали порошки карбида WC, полученные изъятием Co из продуктов регенерации (карбидизации) и из размолотой смеси.

Результаты микрорентгеноспектрального и химического анализов исследуемых образцов показали, что содержание в них W и C, а также примесей W2C, графита, Zn, Ti и Fe отвечают техническим требованиям и сертификатам производителя. По данным рентгеноструктурного анализа параметры решетки WC во всех материалах были одинаковыми и не отличались от эталонных [5].

Результаты исследования и их обсуждение

1. Исследование продуктов регенерации (карбидизации)

На первом этапе провели рентгеновский анализ неразмолотых продуктов регенерации (карбидизации) различных производителей (табл. 1). Рентгенограммы указанных продуктов характеризуются большим уровнем фона, что свидетельствует о значительном содержании в образцах кобальта. При использовании трубки с медным анодом в Co возникает вторичное характеристическое излучение, существенно увеличивающее фон. Это, а также большая атомная масса W (и соответственно интенсивные линии его карбида) сильно затрудняют идентификацию кобальта, как и примесей, содержащихся в небольшом количестве. Поскольку работа заключалась в исследовании WC-фазы, идентификации других фаз методами рентгенофазового анализа не проводились, за исключением W_2C с достаточно

интенсивными линиями. Среди представленных продуктов W_2C обнаружили только в продукте карбидизации сплава ВК8 ГНПП «Алкон-Твердосплав».

Таблица 1. **Параметры тонкой структуры WC-фазы продуктов регенерации (карбидизации) марок ВК6 и ВК8**

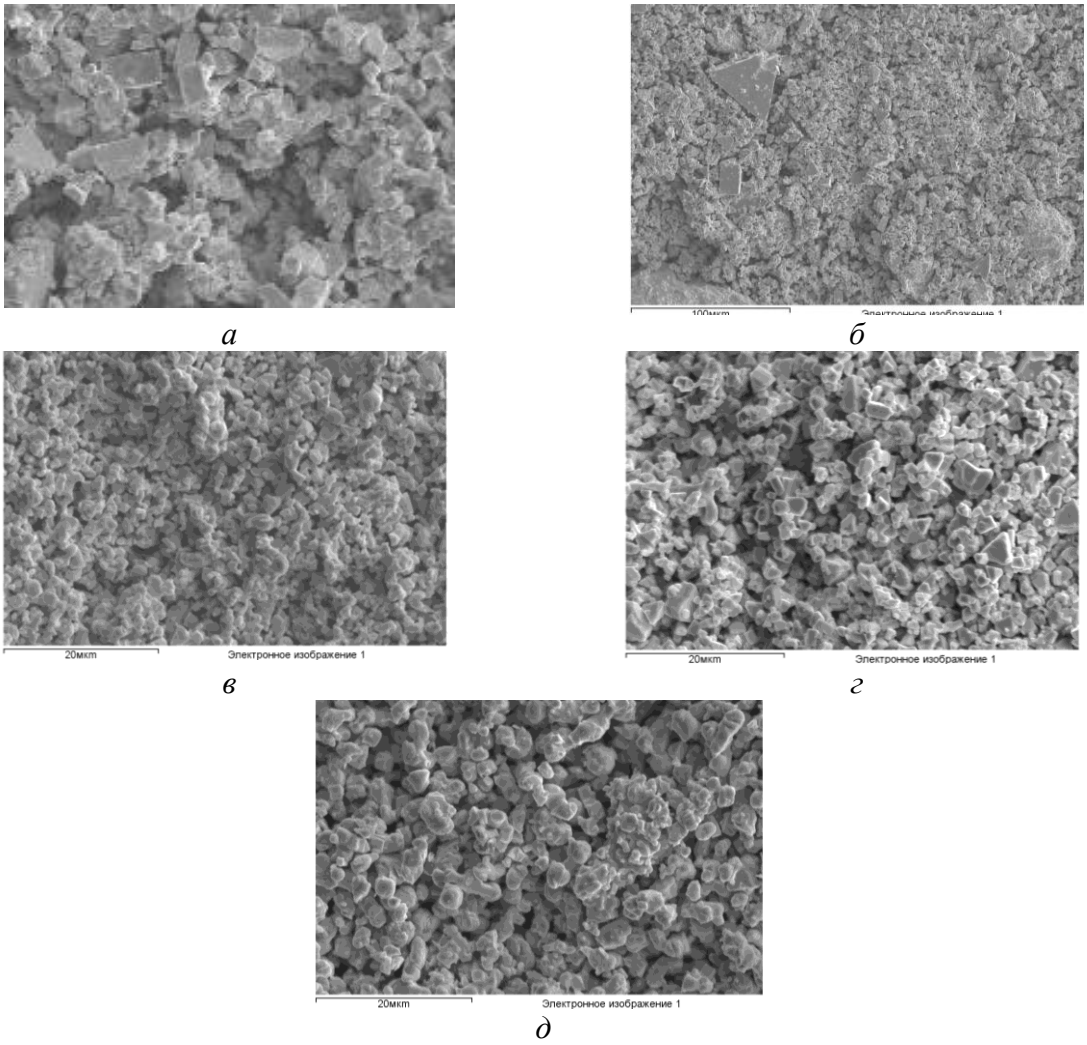
Марка сплава, метод, вид продукта	Производитель	Характеристики тонкой кристаллической структуры WC	
		D, Å	σ, %
ВК6Р, термохимический, продукт карбидизации	ГНПП «Алкон-Твердосплав»	700	0,05
ВК6, цинковый, продукт регенерации	ООО «Карма»	1000	0,06
ВК6, цинковый, продукт регенерации	ООО «Технокор»	800	0,04
ВК8Р термохимический, продукт карбидизации	ГНПП «Алкон-Твердосплав»	1000	0,02
ВК8, цинковый, продукт регенерации	ООО «Карма»	600	0,04
ВК8, цинковый, продукт регенерации	ООО «Технокор»	700	0,06

Примечание. D – средний размер блоков мозаики; σ – микродеформации

Продукты регенерации (карбидизации) разных производителей различаются размерами блоков мозаики WC (600–1000 Å) и в большей степени значениями микродеформаций – от 0,02 (ВК8Р, ГНПП «Алкон-Твердосплав») до 0,06 % (ВК6, ООО «Технокор», и ВК8, ООО «Карма»). Кристаллы WC продукта регенерации цинковым методом сплава ВК8 (ООО «Карма») по сравнению с продуктами других производителей имеют значительно меньшие блоки мозаики (600 Å) и промежуточные микродеформации (0,04 %).

Размеры блоков мозаики и микродеформации продуктов регенерации ВК6 и ВК8 ООО «Технокор» между собой различаются незначительно – 700–800 Å и 0,04–0,06 % соответственно.

Морфологические особенности промежуточных продуктов регенерации (карбидизации) показаны на рис. 2. Так, продукт карбидизации ВК6Р (ГНПП «Алкон-Твердосплав») имеет значительную неоднородность по размеру зерна WC (рис. 2 а, б). Значительное содержание мелкой фракции приводит к получению в среднем небольших блоков мозаики (700 Å), однако на некоторых повторных рентгенограммах их размеры колебались от 900 до 1500 Å. Продукт карбидизации ВК8Р (рис. 2 г) более однороден по размерам частиц. Содержание в нем 8% Со тормозит рост крупных зерен WC и одновременно стимулирует рост мелких. Поэтому продукт карбидизации ВК8Р более однороден по размерам блоков мозаики (1000 Å) с наименьшими микродеформациями (0,02 Å). Продукт регенерации ВК6 ООО «Технокор» однороднее по сравнению с ВК6Р, поэтому разброс значений D и σ у него также меньший, и они незначительно отличаются от D и σ ВК6Р.



а *б* *в* *г* *д*

Рис. 2. Морфологические особенности продуктов карбидизации (а, б, г) и регенерации (в, д): а, б – ВК6Р (ГНПП «Алкон-Твердосплав»); в – ВК6 (ООО «Технокор»); г – ВК8Р (ГНПП «Алкон-Твердосплав»); д – ВК8 (ООО «Карма»); а, в-д – ×1000, б – ×200

Частицы продукта карбидизации ВК8 ООО «Карма» в целом наиболее крупные и однородные по размерам, и являются агрегатами очень мелких частиц WC, скрепленных кобальтом. Поэтому этот продукт имеет наименьшее значение *D* и наибольшее σ.

Из продуктов регенерации (карбидизации) вытравливанием Co получили порошки чистого WC. Их рентгенограммы характеризуются высокими узкими пиками и низким уровнем фона. Это подтверждает то, что в предыдущем случае фон обуславливался кобальтом. В порошках WC с ВК6Р и ВК8 (ООО «Карма») наблюдали следы W_2C.

Теоретически рассчитанная дифрактограмма WC (функция Лоренца) практически совпала с полученными экспериментально, т. е., кристаллическая решетка WC, извлеченного из продуктов регенерации или карбидизации, приближается к совершенной, а форма зон когерентного рассеяния – к сферической. Учитывая очень низкий уровень фона, также считаем, что в частицах такого карбида очень мало фазы с нарушенной, или разупорядоченной структурой, в том числе мала пограничная зона зерна. Замечено, что чем меньше микродеформации, тем более близка к совершенной кристаллическая решетка. Параметры тонкой структуры всех карбидов (табл. 2) близки: микродеформации составляли 0,025–0,035 %, размеры блоков – 900–1350 Å. От прочих резко отличался WC из продукта карбидизации сплава ВК6Р, полученного термохимическим методом (D = 2000 Å; σ = 0,07 %), что вероятно обусловлено наличием в продуктах карбидизации крупных частиц WC (см.

рис. 2 б), из которых удаляли Со. Заметим, что WC из ВК8Р, полученный этим же методом, также имел несколько большие значения *D* и σ, чем WC цинковой регенерации.

Следовательно, на этапе вытравления Со из продуктов регенерации размер зон когерентного рассеяния увеличивается, а микродеформации уменьшаются, причем становятся близкими для разных продуктов. Исключением является WC, полученный термохимическим методом, в котором микродеформации возрастают. При этом значения *D* и σ WC из ВК8Р также приближаются к общим значениям, а WC из ВК6Р отличается от остальных полученных карбидов вдвое большими значениями *D* и σ.

Таблица 2. **Регенерированные порошки WC, полученные из продуктов карбидизации и регенерации разных производителей**

Марка сплава, метод	Производитель	*D*, Å	σ, %	Примечание
WC из ВК6Р, термохимический	ГНПП «Алкон-Твердосплав»	2000	0,070	Продукт карбидизации
WC из ВК6, цинковый	ООО «Технокор»	1000	0,030	Продукт регенерации
WC из ВК8Р, термохимический	ГНПП «Алкон-Твердосплав»	1350	0,035	Продукт карбидизации
WC из ВК8, цинковый	ООО «Карма»	1200	0,025	Продукт регенерации
WC из ВК8, цинковый	ООО «Технокор»	900	0,030	

Вероятно, при вытравливании кобальта на этапе промывания порошков происходит изъятие мельчайших частиц WC, что и приводит к увеличению среднего размера блоков мозаики. Продукт карбидизации ВК6Р имел наибольший процент мелких частиц, а также значительный процент крупных частиц WC (см. рис. 2 *б)*, поэтому значение *D* в его карбиде стало наибольшим.

Согласно результатам исследования необходимо отметить, что параметры тонкой структуры исследуемых образцов карбида WC, зависят как от способов регенерации, так и технологических тонкостей их выполнения. Так, на рис. 3 видно, что порошки WC, полученные цинковым методом ООО «Технокор», крупнозернистее и имеют более совершенную огранку, чем порошки WC, полученные ООО «Карма», однако параметры их тонкой структуры различаются незначительно (900–1200 Å), так как сформировались во время спекания изделий, из которых получили продукты регенерации. Это указывает на то, что наиболее ответственным за тонкую структуру карбида WC продуктов регенерации цинковым методом является спекание, которое для исследуемых марок твердых сплавов одинаково у всех производителей.

Термохимический метод регенерации принципиально отличается от цинкового. Отходы сначала окисляются до образования WC и шпинели $CoWO_4$. Далее продукты окисления размалываются в шаровой вибромельнице, после чего восстанавливаются и одновременно карбидизируются в метано-водородной среде, поэтому порошок WC-фазы ВК6Р, полученный термохимическим методом ГНПП «Алкон-Твердосплав», состоит из частиц разной формы и размеров (см. рис. 2 *а, б)*. В противоположность ему WC из ВК8 ООО «Технокор» (цинковый метод) однороден по форме и размерам (рис. 3 *д)*.

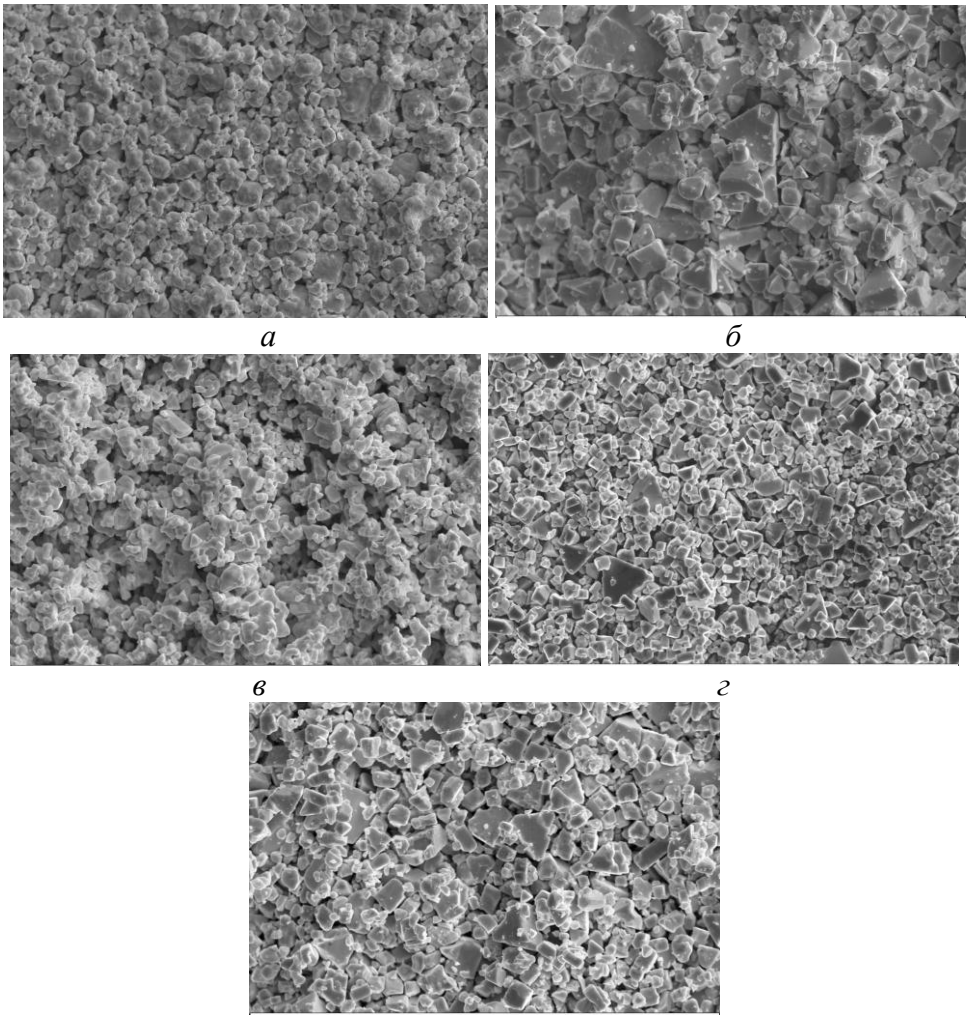


Рис. 3. Морфологические особенности порошков карбида WC, полученных путем вытравливания связки из продуктов регенерации и карбидизации: а – ВК6Р, б – ВК6 ООО «Технокор», в – ВК8Р, г – ВК8 ООО «Карма», д – ВК8 ООО «Технокор», ×150

2. Влияние размола на тонкую кристаллическую структуру WC-фазы

Результаты рентгеноструктурного и рентгенофазового анализов продуктов регенерации (карбидизации), размолотых в спирте при соотношении масса шаров – масса смеси 3:1, а также твердосплавных смесей, полученных по серийной технологии производства на ОАО «КЗТС», приведены в табл. 3.

Кроме основной фазы WC, все смеси содержат W_2C, причем его содержание больше в серийных сплавах (5–7 масс. %). Обусловленная фоном погрешность определения его содержания составляет 30 %, минимальное значение для количественного анализа – 2 масс. %. Увеличение содержания W_2C после размола может быть обусловлено не только химическими реакциями. Возможно, в неразмолотых образцах W_2C экранируется основной фазой (WC) – в таком случае частицы W_2C находятся внутри крупных кристаллов WC или их сростков.

Размер блоков мозаики и микродеформации WC-фазы в смесях после размола можно распределить по производителям отдельно для обеих марок исходных сплавов. Наибольшие значения *D* имеют частицы WC серийных смесей ОАО «КЗТС» и ООО «Технокор» (одинаковые в ВК6 и в порядке спадания в ВК8). Далее идут смеси, регенерированные ООО «Карма» и ГНПП «Алкон-Твердосплав». Наибольшие микродеформации у порошков WC серийных смесей, далее в порядке спадания – ООО «Карма» и «Технокор», и наименьшие – у ГНПП «Алкон-Твердосплав».

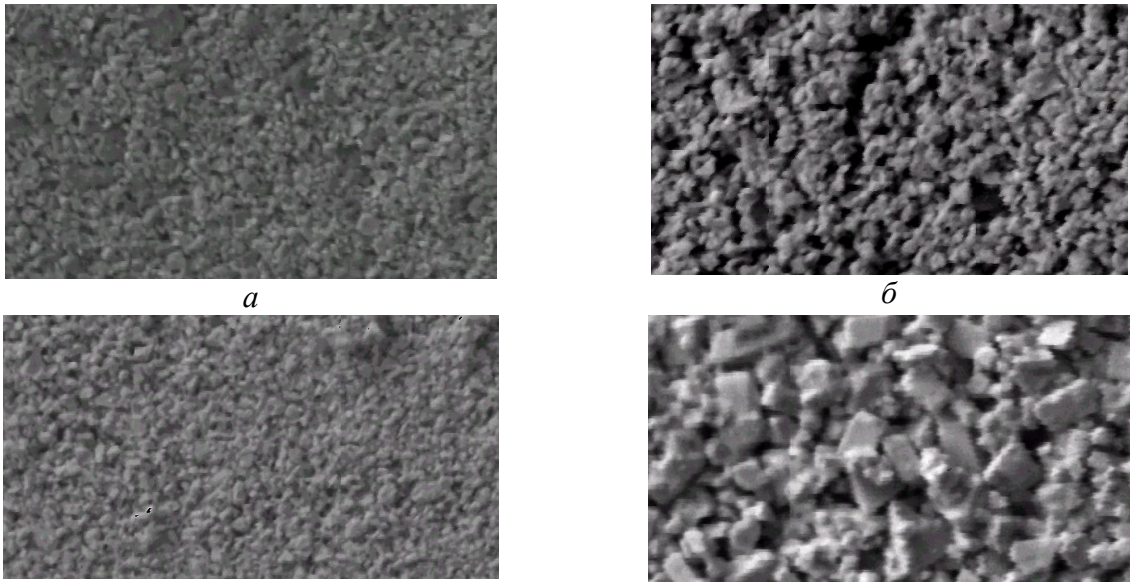
Таблица 3. **Фазовый состав и тонкая кристаллическая структура карбидной фазы твердосплавных смесей марок ВК6, ВК8 после размола**

Марка сплава, метод	Производитель	Текстура WC	Содержание W_2C, масс. %	*D*, Å	σ, %
ВК6, серийный	ОАО «КЗТС»	–	5 %	1700	0,24
ВК6С, серийный		–	7 %	1700	0,26
ВК6Р, термохимический	ГНПП «Алкон-Твердосплав»	–	3 %	1000	0,05
ВК6, цинковый	ООО «Карма»	(002) (200)	3 %	1200	0,20
ВК6, цинковый	ООО «Технокор»	(001)	следы	1700	0,08
ВК8, серийный	ОАО «КЗТС»	(100)	5 %	2600	0,18
ВК8Р, термохимический	ГНПП «Алкон-Твердосплав»	–	следы	1000	0,02
ВК8, цинковый	ООО «Карма»	(001)	следы	1400	0,16
ВК8, цинковый	ООО «Технокор»	–	следы	2100	0,10

Необходимо отметить, что у смесей ВК6Р и ВК8Р, полученных термохимическим методом, после размола значение σ не изменяется (см. табл. 1, 3). Вероятно, мокрый размол в этом случае не влияет на состояние кристаллической решетки и, как следствие, тонкой структуры. Вместе с тем влияние размола наблюдается в образцах, полученных цинковым методом с использованием как мокрого, так и сухого размола. У остальных смесей микродеформации после размола усиливаются. Общая тенденция следующая – чем меньше значение *D* в продукте регенерации (карбидизации), тем более оно увеличивается после размола – до 3 раз у продуктов с наименьшим значением *D*. Это обусловлено изъятием во время размола твердосплавных смесей самых мелких частиц, превращением малых ЗКР (измельчением или деформационным действием) в группы атомов без дальнего порядка, или образованием агломератов, в которых частицы WC ориентируются соответствующими осями параллельно друг другу. Для большей достоверности необходимо провести дополнительные опыты.

Текстура, которую демонстрируют дифрактограммы некоторых образцов, является наведенной при упаковке порошка в кювету для съемки, кристаллиты упорядочиваются указанными плоскостями перпендикулярно к поверхности отражения – соответственно плоскости усилия при упаковке. Текстура замечена лишь в образцах после стадии размола. Также интересен факт наведения различных текстур (в табл. 3 указаны плоскости отражения).

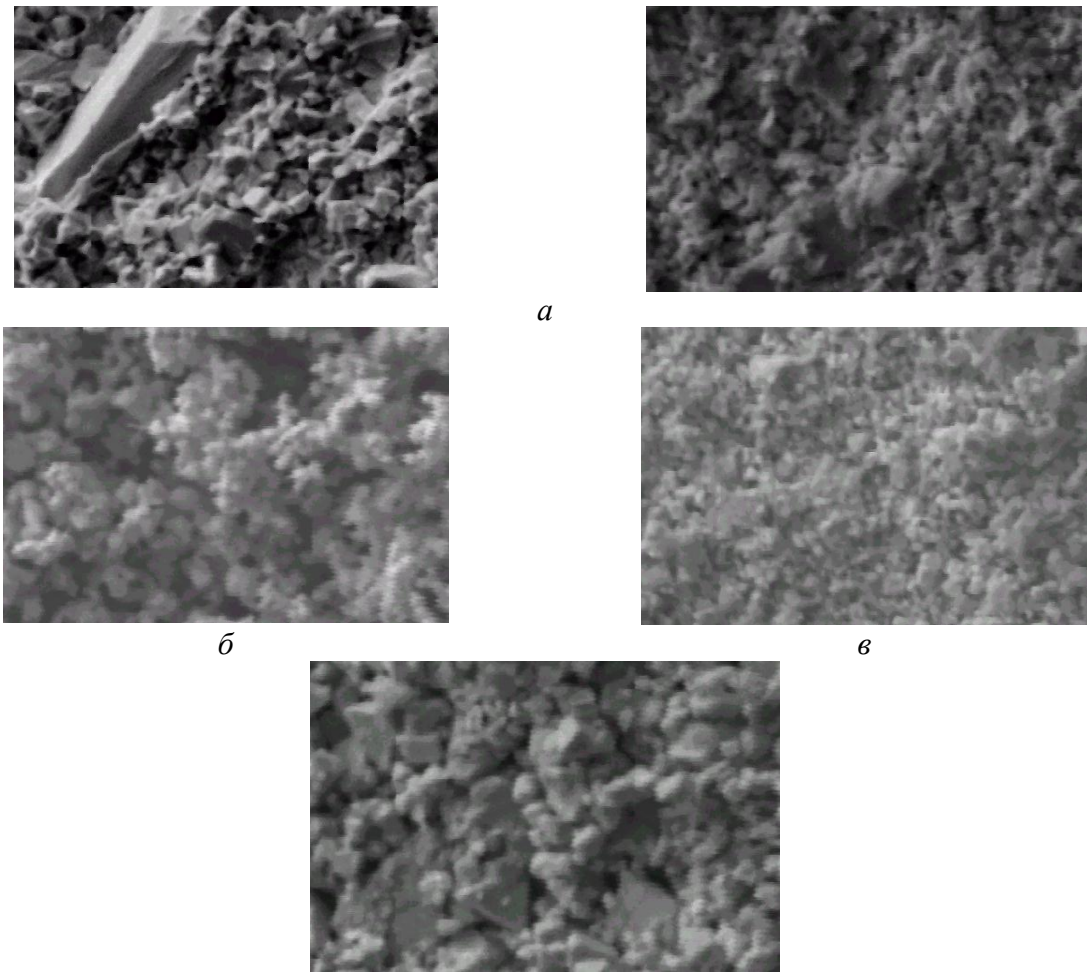
Морфологические особенности серийных и регенерированных размолотых порошковых смесей показаны на рис. 4, 5. У серийной смеси ВК8 на фоне мелкозернистой однородной основы видны отдельные большие включения зерен неопределенной формы (рис. 5 *а*). Смесь ВК6Р (рис. 4 *б*), регенерированная термохимическим методом, более крупнозерниста, чем смеси ВК6, полученные ОАО «КЗТС» и ООО «Карма» (рис. 4 *а*, *в*) но и более однородна по размерами частиц. Смесь ВК6, полученная ООО «Технокор», наиболее крупнозернистая (рис. 4 *г*) и содержит мелкие частицы WC, по форме близкие к сферам или частично овализованным кубам. Крупные частицы имеют форму, близкую к тригональным призмам, развернутым под различными углами. Такая структура регенерированных смесей обусловлена не только разными способами их регенерации, но и разным характером операции размола. В ООО «Технокор» используют сухой кратковременный размол регенерированной смеси, поэтому она наиболее крупнозерниста. Эта особенность способа приготовления смеси ВК6 ООО «Технокор» сохраняется и для смеси ВК8 (рис. 5).



а *б*

в *г*

Рис. 4 – Морфологические особенности твердосплавных смесей марки ВК6 серийной (а) и регенерированных (б–г), полученных: а – ОАО «КЗТС»; б – ГНПП» Алкон-Твердосплав»; в – ООО «Карма»; г – ООО «Технокор», ×2000



а

б *в*

г

Рис. 5. Морфологические особенности твердосплавных смесей марки ВК8 серийной (а) и регенерированных (б- г), полученных: а – ОАО «КЗТС»; б – ГНПП «Алкон-Твердосплав»; в – ООО «Карма»; г – ООО «Технокор», ×1000

Как видим, в целом размер частиц после размола уменьшился, стал более однородным для каждого продукта регенерации (карбидизации) отдельно и близким у разных продуктов. Особенно это видно на примере смеси ВК6 ГНПП «Алкон-Твердосплав», в которой исчезли одиночные большие зерна и сростки.

Между размерами зерен и блоков когерентного рассеяния в смесях ВК6 наблюдается некоторая корреляция. Наибольшие блоки – в смеси ООО «Технокор», с наибольшими частицами. Значительно меньше блоки в смеси ООО «Карма». Еще меньшие блоки в смеси ГНПП «Алкон-Твердосплав». Последняя смесь более крупная, но четко видно, что крупные частицы являются агломератами мелких. В серийных смесях ВК6 и ВК6С ОАО «КЗТС» блоки значительно крупнее. Для них можно предположить обратный эффект: мелкие зерна при упаковке в кювету формируют конгломераты, ориентированные в одном направлении – явление, подобное наведению текстуры.

Регенерированные смеси ВК8 по внешнему виду подобны смесям ВК6, но более крупнозернисты и содержат агломераты большего размера (рис. 4, 5).

Исследовали тонкую структуру частиц WC в порошках, изготовленных вытравливанием Co из твердосплавных смесей, регенерированных по разным технологиям (табл. 4). Часть образцов WC содержит небольшое количество W_2C. Это порошки WC, изготовленные из серийных смесей ОАО «КЗТС», с максимальным его содержанием, и WC из регенерированных смесей ГНПП «Алкон-Твердосплав».

Таблица 4. **Фазовый состав и параметры тонкой структуры частиц порошков WC, полученных изъятием Co из размолотых смесей ВК6**

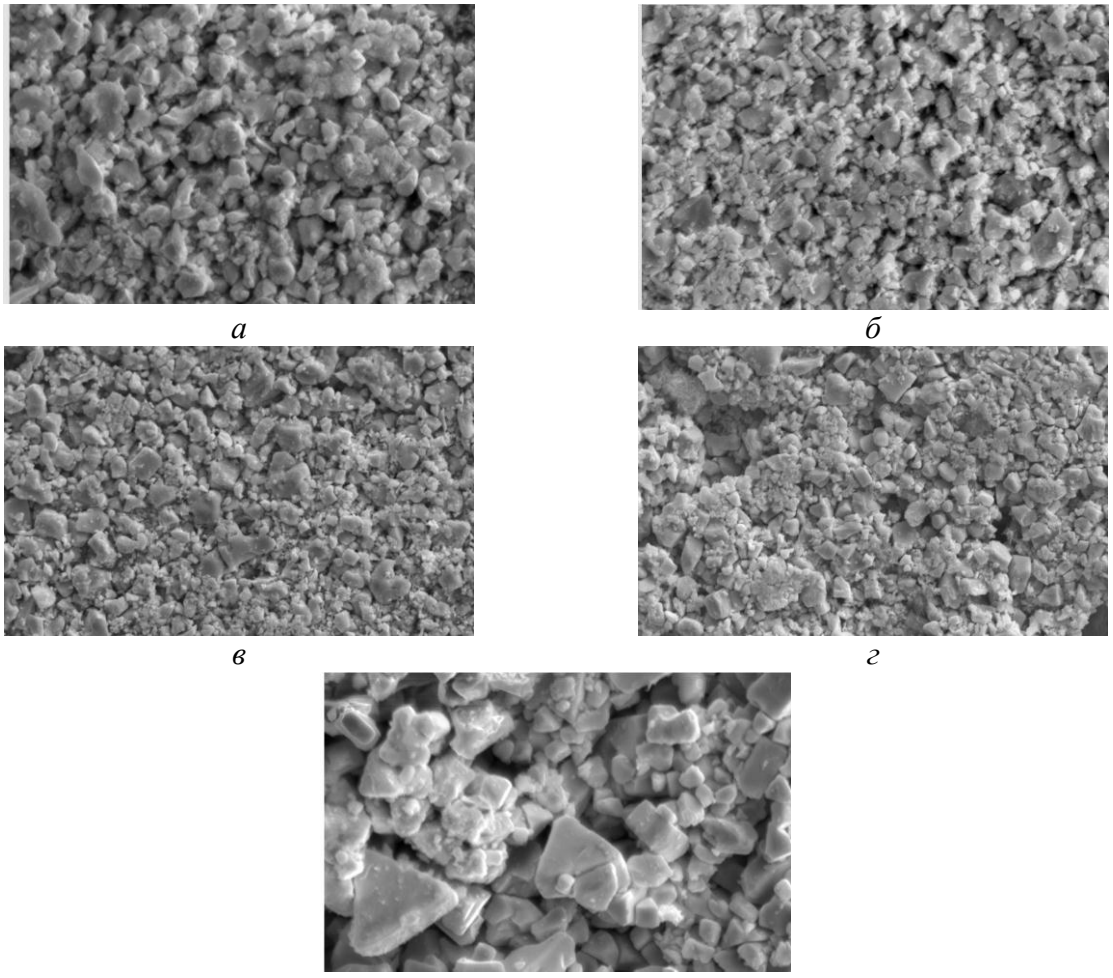
Марка WC, метод	Производитель	Содержание W_2C, масс. %	*D*, Å	σ, %
WC, серийный	ОАО «КЗТС»	7 %	700	0,23
WCC*, серийный	ОАО «КЗТС»	3 %	700	0,25
WCP, термохимический	ГНПП «Алкон-Твердосплав»	4-6 %	440	0,08
WC, цинковый	ООО «Карма»	–	440	0,09
	ООО «Технокор»	–	800	0,10

* Порошки WC, полученные изъятиям Co из серийной смеси ВК6С.

Как видим, наибольшие размеры блоков мозаики порошков WC и WCC, полученных из серийных смесей ВК6 и ВК6С производства ОАО «КЗТС» (D = 700 Å), и из регенерированной смеси ВК8 производства ООО «Технокор» (D = 800 Å), что свидетельствует о хорошо сформированных кристаллах WC (табл. 4). Это подтверждают также морфологические данные (рис. 6). При вытравливании Co во всех порошках размер блоков уменьшается, коррелируя с D в размолотой смеси. Микродеформации приобретают близкие значения (0,08–0,10 %) .

Микродеформации порошков WC, полученных из серийных смесей ВК6 и ВК6С, в несколько раз превышают микродеформации регенерированных порошков WC, полученных из регенерированных смесей, не измененяясь после вытравливания Co.

Параметры тонкой структуры карбидов WC, изъятых из смесей после размола, хуже, чем карбидов, полученных из продуктов регенерации до их размола: меньше размеры блоков мозаики и больше микродеформации (см. табл. 2, 4). Это является следствием интенсивного деформационного действия на карбидные частицы и химических реакций во время размола.



а *б* *в* *г* *д*

Рис. 6. Морфологические особенности порошков WC из смесей ВК6 серийных (а, б) и регенерированных (в–д), полученных: а – ОАО «КЗТС» – ВК6, б – ВК6С; в – ГНПП «Алкон-Твердосплав»; г – ООО «Карма»; д – ООО«Технокор», ×1500

Показанные на рис. 6 порошки WC мелкозернистые, полидисперсные, содержат частицы округлой формы, скопления агломератов. Морфология частиц повторяет морфологию твердосплавных смесей (см. рис. 4, 5). Среди регенерированных смесей наибольшие размеры зерен карбидов, полученных ООО «Технокор». Эти карбиды имеют наибольшие блоки мозаики, но не намного больше блоков серийного WC, из чего приходим к выводу, что большие зерна состоят из нескольких блоков. Данные карбиды также характеризуются наименьшими микродеформациями, т. е., совокупно имеют более совершенную структуру кристаллической решетки. Порошки WC, полученные из смеси ВК6С, также крупнозернистые, но имеют больше значение деформации решетки карбидов – 0,25 %, чем из регенерированных смесей (0,07–0,10 %), что, вероятно, обусловлено их интенсивным размолом.

3. Исследование тонкой кристаллической структуры WC-фазы спеченных сплавов

Средний размер когерентно-рассеивающего блока, микродеформации частиц WC и результаты механических испытаний спеченных твердых сплавов марки ВК6, изготовленных из регенерированных и серийных смесей, приведены в табл. 5. Образцы спекали при температуре 1470 °С со скоростью продвижения челнока 4,2 мм/мин.

Ранее отмечалось [6–8], что при спекании происходит усовершенствование тонкой структуры WC-фазы. Результаты настоящего исследования подтверждают это – микродеформации в спеченных сплавах в значительно меньше, чем в порошковых смесях, а размеры блоков мозаики значительно больше (см. табл. 3).

Размеры блоков мозаики и микродеформации спеченных сплавов приблизительно одинаковые, за двумя исключениями: частицы WC серийного сплава ВК6 имеют большие значения микродеформации (0,08 %), а у частиц сплава ВК6, полученного цинковым методом ООО «Технокор», большие блоки мозаики (2700 Å), микродеформации также несколько большие, чем у прочих, но с учетом погрешности, возможно, такие же. Микродеформации не находятся в прямой зависимости от размеров блоков мозаики, но коррелируют с ними – сплавы с наибольшими микродеформациями имеют наибольшие блоки мозаики.

Сплав ВК6, полученный ООО «Технокор», у частиц WC которого наибольший размер блока мозаики (2700 Å), имеет также наибольшую среди регенерированных сплавов трещиностойкость – $К_{1с}$ = 14,1 МПа·м$^{1/2}$ [10]. При этом он имеет наименьшую прочность на изгиб. Твердость сплавов, спеченных из регенерированных и серийных смесей, практически одинаковая (соответственно 89,2 и 89,0).

Таблица 5. **Тонкая кристаллическая структура частиц WC и механические свойства спеченных твердых сплавов марки ВК6**

Марка сплава, метод	Производитель	*D*, Å	σ, %	$К_{1с}$, МПа м$^{1/2}$	R_{bm}, МПа	*HRA*
ВК6, серийный	ОАО «КЗТС»	2000	0,08	13,2	1600	89,0
ВК6С, серийный	ОАО «КЗТС»	1800	0,05	15,0	1880	89,0
ВК6Р, термохимический	ГНПП «Алкон-Твердосплав»	1800	0,04	14,0	2100	89,2
ВК6, цинковый	ООО «Карма»	2000	0,04	12,7	1950	89,2
ВК6, цинковый	ООО «Технокор»	2700	0,06	14,1	1640	89,2

Чем больше микродеформации, тем меньше прочность на изгиб. Это свидетельствует о том, что, как характеристика тонкой структуры, микродеформации в большей степени влияют на механические свойства материала. В результате приходим в выводу, что во время нагрузки на изгиб в материале с большими исходными микродеформациями быстрее достигаются критические деформации, приводящие к разрыву межатомных связей – излому.

Плотность сплавов, полученных по разным технологиям, несмотря на различную зернистость исходных порошков, одинакова (14,7-14,8 г/см^3).

Структура исследованых сплавов представлена на рис. 7. Отметим, что пористость регенерированных сплавов марки ВК6 всех производителей и сплава ВК6С <0,1 % об., а серийного сплава ВК6 – 0,2 % об.

В структурах сплавов много зерен с сечениями в виде треугольников и прямоугольников, наблюдали также скопления зерен. Наиболее однородно распределялись зерна в структуре сплава ВК6Р (рис. 7*в*), наиболее неоднородно – в структуре сплава ВК6С (рис. 7 *б*). В структуре серийного сплава марки ВК6 (рис. 7 *а*) на фоне среднезернистой структуры содержатся большие зерна и их скопления.

Наличие больших зерен в сплаве ВК6С при их неоднородности и размерах блоков мозаики, подобных остальным сплавам (даже несколько меньших), свидетельствует о несовершенстве тонкой структуры крупных зерен, которые могут содержать несколько блоков мозаики или иметь большую пограничную зону с нарушенной структурой.

В результате рентгенофазового анализа в спеченных сплавах не выявили других фаз, кроме WC. Это подразумевает их отсутствие в приповерхностном слое (на глубине проникновения рентгеновских лучей). Результаты металлографического анализа свидетельствовали о содержании следов графита по всей поверхности шлифов до 0,2 об. %, что лежит вне границ чувствительности рентгенофазового анализа.

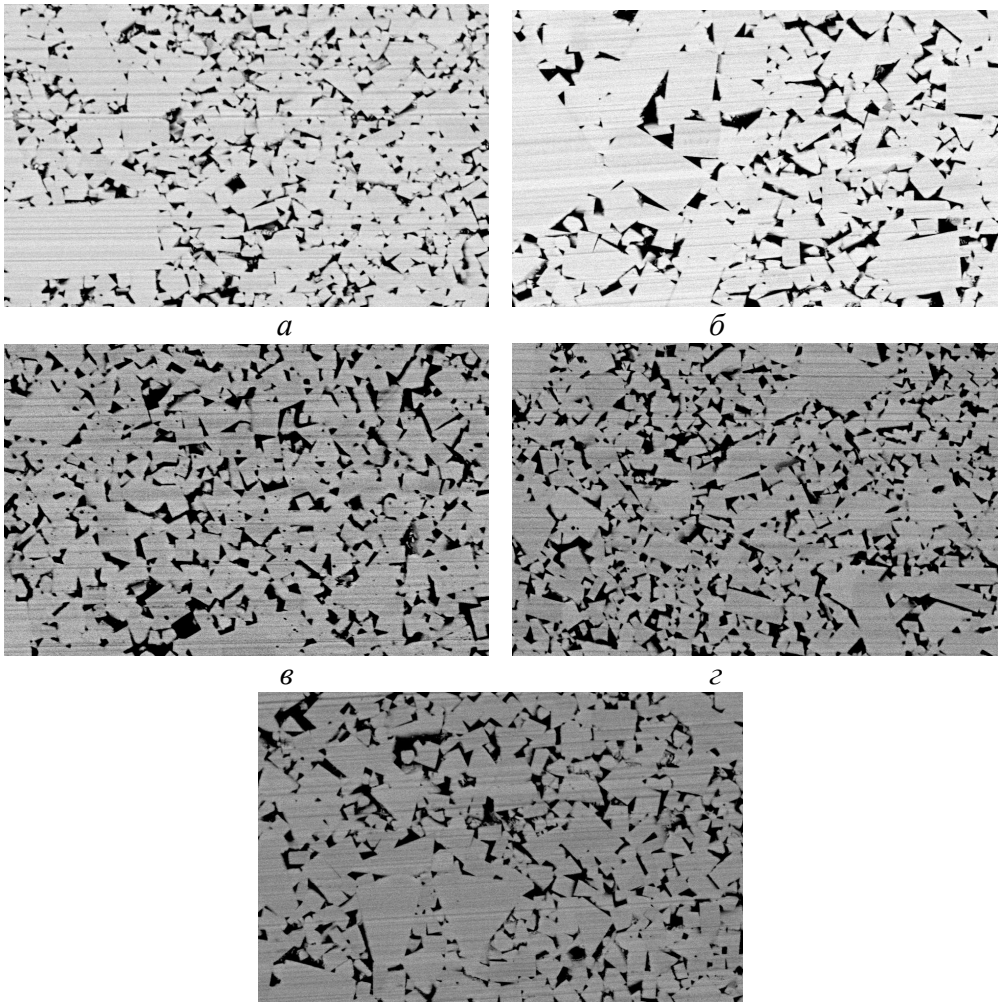


Рис. 7. Микроструктуры спеченных твердых сплавов марки ВК6, серийных, полученных ОАО «КЗТС» (а, б) и регенерированных (в-д): а – ВК6; б – ВК6С; в – ГНПП «Алкон-Твердосплав»; г – ООО «Карма»; д – ООО «Технокор», ×1500

В связи с широким использованием цинкового метода переработки твердых сплавов и соответственно влияния цинка на структуру и свойства продукта, определяли содержание Zn на границах зерен WC (растровым микроскопом ZEISSE EVO 50XVP). В результате выявили содержание Zn во всех образцах, даже в сплаве ВК6Р, спеченном из смеси, регенерированной термохимическим методом. На границах WC/WC и межфазных границах WC/Co среднее содержание цинка в массовых процентах составило: ВК6Р – 0,090±0,02 (WC/WC); 0,096±0,02 (WC/Co); ВК6 цинковый ООО «Карма» 0,057±0,07 (WC/WC); 0,045±0,06 (WC/Co); ВК6 цинковый, ООО «Технокор» 0,122±0,02 (WC/WC); 0,090±0,02 (WC/Co); ВК6 серийный ОАО «КЗТС» 0,180±0,04 (WC/WC); 0,211±0,04 (WC/Co); ВК6С серийный ОАО «КЗТС» 0,132±0,02 (WC/WC); 0,101±0,02 (WC/Co). Сравнивая полученные результаты с данными табл. 5, видим, что наибольшее содержание Zn на границах сплавов с наибольшими микродеформациями.

Выводы

1. Тонкая кристаллическая структура WC-фазы продуктов регенерации (карбидизации) из сплавов системы WC–Co с содержанием 6–8 масс. % кобальта зависит от многих факторов (содержания кобальта, метода переработки, производителя продукта), поэтому определить преимущества какого-либо способа переработки невозможно. Можно только отметить, что наиболее однородные по размерам блоков мозаики и микродеформациям продукты карбидизации получает ООО «Технокор», наименее однородные – ООО «Карма», несмотря на

то что эти производители используют один метод переработки (цинковый). Термохимический метод переработки ГНПП «Алкон-Твердосплав» позволяет получать тонкую кристаллическую структуру WC-фазы сплавов с содержанием 6–8 масс. % кобальта, близкую к получаемой при применении цинкового метода ООО «Карма».

2. По морфологическим характеристикам продукты регенерации (карбидизации) наиболее однородны при использовании цинкового метода. При использовании термохимического метода морфологические характеристики частичек продукта карбидизации тем более неоднородны, чем меньше в них содержание кобальта.

3. Тонкая кристаллическая структура частиц порошков WC, полученных удалением кобальта из продукта регенерации (карбидизации), идентично зависит от метода переработки и производителя, только размеры блоков мозаики существенно увеличиваются, а микродеформации незначительно уменьшается. Особенно значительно увеличение *D* (с увеличением σ) у продуктов карбидизации производства ГНПП «Алкон-Твердосплав», что, вероятно, обусловлено более значительным вымыванием мелкой фракции при удалении кобальта из продукта регенерации.

4. По морфологическим характеристикам порошков WC выделяются порошки ООО «Технокор»: они имеют хорошо ограненные зерна WC с наименьшими блоками мозаики и микродеформациями.

5. После размола в большинстве случаев увеличиваются блоки мозаики и микродеформации по сравнению с продуктами переработки и их значения приближаются к порошкам карбидов, изъятых из продуктов переработки, кроме продуктов ГНПП «Алкон-Твердосплав», которые после размола не изменяются. Вероятно, при размоле удаляются мелкая фракция WC при удалении спирта. В смесях ГНПП «Алкон-Твердосплав» частицы WC измельчаются по хрупкому механизму, так как эти продукты карбидизации получаются при наиболее низкой температуре (1075 °C). Наибольшие блоки мозаики наблюдаются в наиболее крупнозернистых смесях, изготовленных ООО «Технокор», и довольно крупнозернистых серийных смесях, изготовленных ОАО «КЗТС».

6. В порошках карбидов, полученных изъятием Co из размолотых смесей, значение *D* существенно уменьшается, а занчение σ не изменяется. Вероятно, содержание кобальта в смесях обеспечивает значительную текстуризацию, которая исчезает после его удаления.

7. После спекания сплава ВК6 из разных смесей значение *D* увеличивается, а σ уменьшается, и не зависит от производителя и способа переработки, т. е. коалесценция частичек WC и перекристаллизация через жидкую фазу, происходящие при спекании в присутствии жидкой фазы, приводят к формированию одинаковых по тонкой структурой частиц WC, хотя их размеры значительно различаются. Этот эффект приводит к одинаковой твердости. Прочность на изгиб сплава ВК6 зависит не от размеров блоков мозаики, а от однородности распределения зерен WC по размерам: наиболее крепкий при одинаковой твердости сплав ВК6Р, получаемый ГНПП «Алкон-Твердосплав». Наибольшую трещиностойкость имеет сплав, в структуре которого зерна WC наиболее крупные.

8. В целом необходимо отметить, что принятый способ спекания не позволяет использовать разницу зерен карбида WC по *D* и σ, поэтому целесообразно подробнее изучить влияние условий спекания на трансформацию тонкой кристаллической структуры карбида в целях получения сплавов со свойствами, обусловленными тонкой кристаллической структурой.

Досліджено вплив технологічних операцій на тонку структуру та морфологію карбідної WC-фази регенерованих твердосплавних сумішей ВК6 і ВК8, отриманих різними методами переробки.

Ключові слова: *Регенеровані тверді сплави, тонка структура, карбід вольфраму.*

Effects of technological operations on the fine structure and morphological characteristics of WC carbide phase in the WC-6Co and WC-8Co recycled and serial cemented carbide mixtures obtained with different reprocessing procedures have been studied.

***Key words**: Recycled cemented carbide, fine structure, tungsten carbide.*

Литература

1. Пат. 2624, Україна, МПК[5] В 22 F9/16, С 22 В 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. № 5–1.
2. Бондаренко В. П., Мартынова Л. М., Галков А. В. Переработка скрапа твердых сплавов группы ВК (Обзор) // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. / – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля, 2007. – Вып. 10. – С. 387–392.
3. Регенерированные твердосплавные смеси, полученные разными методами переработки техногенного сырья / В. П. Бондаренко, Л. М Мартынова., А. А. Сытник, С. Г. Руденький // там же., 2008. – Вып. 11. – С. 320–327.
4. Дослідження процесів структуроутворення і фізико-механічних властивостей твердосплавних виробів з техногенної сировини // Звіт ІНМ ім. В. М. Бакуля по темі 0463 – К.: ІНМ ім. В. М. Бакуля НАН України, 2011. – С. 251.
5. Миркин Л.И. Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристаллов. – М.: Изд-во физ.-мат., 1961. – 894 с.
6. Горбачева Т. В., Чапорова И. Н. Влияние кобальта на формирование тонкой структуры WC-фазы в сплаве // Твердые сплавы: сб. ВНИИТС. – М.: Металлургия, 1978. – Вып. 18. – С. 51–56.
7. Горбачева Т. В., Чапарова И. Н., Ивенсен В. А. О влиянии температурных условий получения W и WC на тонкую структуру порошков и WC-фазы в сплавах WC-Co // Порошковая металлургия. – 1977. – № 10. – С. 70–77.
8. Изменение тонкой структуры фазы WC в процессе спекания вольфрамокобальтовых сплавов / И. Н. Чапорова, Т. Б. Горбачева, В. А. Ивенсен и др. // Твердые сплавы и тугоплавкие металлы: сб. ВНИИТС. – М.: Металлургия, 1976. – Вып. 16. – С. 163–171.
9. Пілюшенко В. Л., Пашинський В. В. Проявлення ефектів спадковості в карбідній фазі спечених твердих сплавів. // Металознавство та обробка металів. – 2008. – № 4.– С. 22–25.
10. Бондаренко В. П., Мартинова Л. М.. Спечені тверді сплави марок ВК6, ВК8, отримані різними методами переробки техногенної сировини // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр.. – К: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2009. – Вып. 12. – С. 413–424.

Поступила 26.0614

УДК 621.762

В. Н. Шуменко[1], **В. В. Шуменко**[2], кандидаты технических наук

[1]*ФГОУ ВПО «Национальный исследовательский автономный технологический университет «МИСиС», г. Москва, Россия*
[2]*Российское общество автостраховщиков, г. Москва*

ПОЛУЧЕНИЕ НАНОРАЗМЕРНОГО ТВЁРДОГО СПЛАВА ВК5 ДЛЯ БУРОВОГО ИНСТРУМЕНТА

Для исследований взяты наноразмерные порошки карбида вольфрама и кобальта. Исследованы свойства исходных материалов. Разработан новый способ приготовления смеси, и последующего прессования, основанный на теории капиллярно пористого тела А.В. Лыкова. Наноразмерные смеси необходимо прессовать с введением жидкости (мокрое прессование). Спечённые твёрдосплавные изделия были использованы для оснащения бурового инструмента.

Ключевые слова: теория А.В. Лыкова, мокрое прессование, наноразмерный твёрдый сплав.

Цель работы – разработать технологию получения твёрдого сплава из наноразмерных порошков карбида вольфрама и кобальта.

В основу разработки нового способа получения спечённого твёрдого сплава была положена теорию капиллярно пористого тела А. В. Лыкова.

Основой теории является взаимодействие частиц твёрдого тела с жидкостью. Жидкость с частицами твёрдого тела образует два физических состояния: защемленная жидкость и защемленный воздух [1].

Первые работы практического применения теории А. В. Лыкова в процессах порошковой металлургии опубликованы [2, 4–9].

Работа [2] основанная на теории сушки А. В. Лыкова [3]. Введение лиофильной жидкости в засыпанную в матрицу пластифицированную смесь позволяет растворить пластификатор и размягчить гранулы. Это уменьшает внешнее и внутреннее трение, повышает равноплотность. После прессования, растворенный пластификатор, при сушке, по поровым каналам перемещается на поверхность, где он, после испарения жидкости, кристаллизуется (рис. 1).



Рис. 1. Выделение пластификатора на поверхности после сушки.

Удалить пластификатор последующим отжигом с такого образца намного легче и быстрее.

Работы [4–7] – это различные варианты мокрого прессования с лиофильной жидкостью, подаваемой различными способами в засыпанную матрицу, пластифицированную смесь: до прессования, во время прессования, при выпрессовке, под давлением, при нагреве, при смешении 2-х жидкостей.

В работе [8], в развитие теории А. В. Лыкова, обосновано и экспериментально подтверждено применение для мокрого прессования лиофобной жидкости.

Введение жидкости в засыпанную в матрицу пластифицированную смесь не требует дополнительных операций, так как распылитель находится на внешней стороне бункера дозатора и вводит жидкость в момент перемещения его на столе пресса.

Используя теорию перемещения жидкости в капиллярно пористом теле А. В. Лыкова, был разработан способ введения пластификатора методом фильтрации [9]. Этот метод позволяет ввести минимальное количество пластификатора, не толще пограничного слоя Людвига Прандтля, равномерно и на каждую частицу смеси.

Характеристика исходных материалов и методика эксперимента

На рис. 2 представлена форма и размер частиц кобальта.

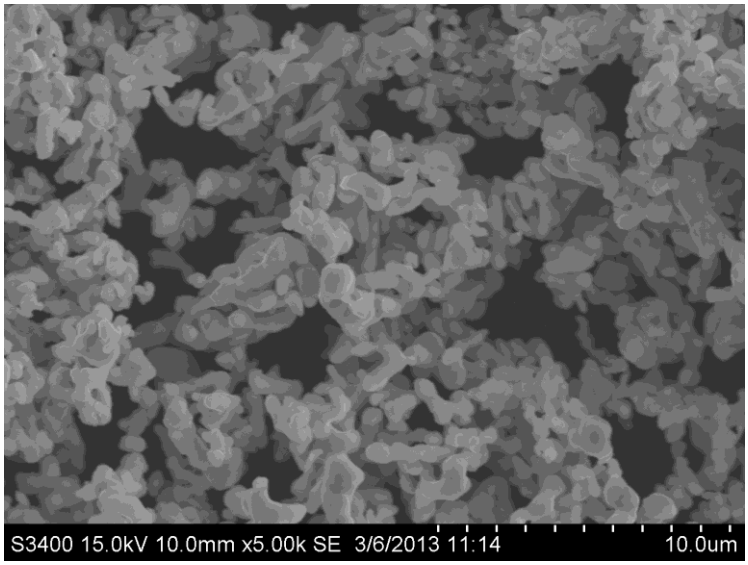


Рис. 2. Форма и размеры частиц кобальта, увеличение 5000

Форма частиц не подпадает под обще принятую классификацию. Внешний вид частиц напоминает кусочки ломаных кораллов. Они цилирдрические и искривленные.

Химический состав порошка кобальта 99,97 (масс.%), со средним размером частиц 1,25 мкм производства компании «Nanjing Hanrui Cobalt Co, Ltd.» (Китай).

На рис. 3 представлена форма и размер частиц карбида вольфрама.

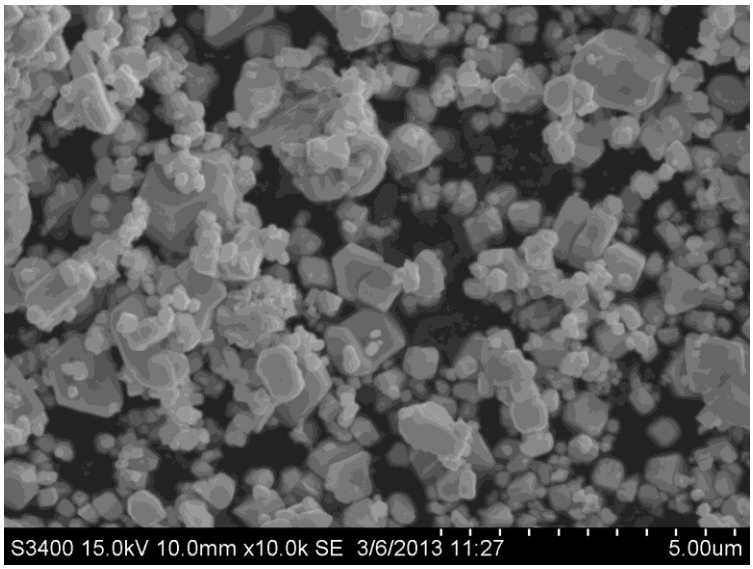


Рис. 3. Форма и размеры частиц карбида вольфрама, увеличение 10000

Форма частиц карбида вольфрама – многогранники.

Химический состав карбида вольфрама (масс. %): $C_{общ.}$ – 6,13; $C_{своб.}$ – 0,08; O – 0,08.

Технологию получения наноразмерного твёрдого сплава разрабатывали по двум вариантам: традиционному и не традиционному, основанному на теориях А. В. Лыкова.

Традиционная технология, включала введение лиофильной жидкости.

Порошки карбида вольфрама и кобальта смешивали в шаровой мельнице, футерованной твёрдосплавными пластинами, при отношении шаров к материалу 10:1, в изопропиловом спирте, в течение 24 часов. Затем смесь отделяли от шаров и сушили. Пластификатор, 12% раствором парафина в изопропиловом спирте, вводили на вакуумном фильтре [9], сушили, гранулировали, протиркой через сито и прессовали.

Прессование проводили в стальной пресс-форме с заданной формой зубка, с введением после засыпки смеси, 1,4 5масс.% изопропилового спирта.

Введение изопропилового спирта, как сказано выше, приводит к размягчению гранул за счет растворения парафина, снижению внешнего и внутреннего трения и повышению равноплотности.

Спекание проводили в две стадии. Первое спекание при 450 °С для удаления пластификатора. Второе спекание в вакууме спеканию брикетов проводили в вакуумной печи ВСл-16-22-У (производства «ВакЭто», Россия) по следующему режиму: нагрев до 800 °С со скоростью v = 20 град/мин, выдержка при этой температуре в течение τ = 30 мин, дальнейший нагрев с v = 15 град/мин до температуры спекания и выдержка при ней 30 мин.

Плотность определяли методом гидростатического взвешивания по ГОСТ 20018-74 с использованием аналитических весов фирмы A&D (Япония).

Нетрадиционная технология получения наноразмерного твёрдого сплава.

Порошки карбида вольфрама и кобальта смешивали в шаровой мельнице, футерованной твёрдосплавными пластинами, при отношении шаров к материалу 10:1, в изопропиловом спирте, в течение 24 часов. Затем смесь отделяли от шаров и сушили.

После того, как авторами было установлено, что наноразмерная смесь, после сушки на подвержена сегрегации, из-за проявления меж молекулярных сил между отдельными частицами, то было принято решение не использовать пластификатор, а вводить в матрицу увлажненную смесь, тем более, что в ИПМ им. И. Н. Францевича НАН Украины (г. Киев) разработана подобная система дозирования [10, 11].

Увлажненные прессовки обладают достаточной прочность для переноски их на противень для последующего спекания.

Перед спеканием, увлажненные прессовки сушили для удаления изопропилового спирта. Сушка возможна на воздухе под вытяжным зонтом, сушильном шкафу с вытяжкой, или в печи в низкотемпературной зоне перед спеканием.

Мы сушили увлажненные прессовки по режиму А. В. Лыкова, описанному в работе [3]. Миграция изопропилового спирта, в виде пленочной жидкости, по капиллярно пористому телу прессовки, может быть по любому варианту [12].

Сушку проводили при 90°С в электрическом сушильном шкафу. Спекание в вакууме проводили аналогично первому варианту.

Прессование смеси без пластификатора имеет большое преимущество. Исключаются технологические операции, связанные с введением и последующим удалением пластификатора.

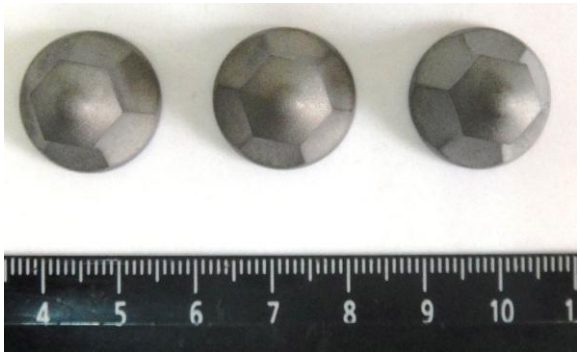


Рис. 3. Внешний вид зубков. Слева по варианту один, в центре и справа по второму варианту, без пластификатора

На рис. 3 представлены зубки для дорожного инструмента. Слева по первому варианту технологии, два образца справа – по второму варианту.

Свойства зубков, полученных по двум различным вариантам, не отличаются. Отклонения числовых значений свойств спечённых изделий лежат в диапазоне доверительных значений для измеряемых величин.

На рис. 4 представлены зубки для бурового инструмента, а на рис. 5 – оснащенный ими буровой инструмент.

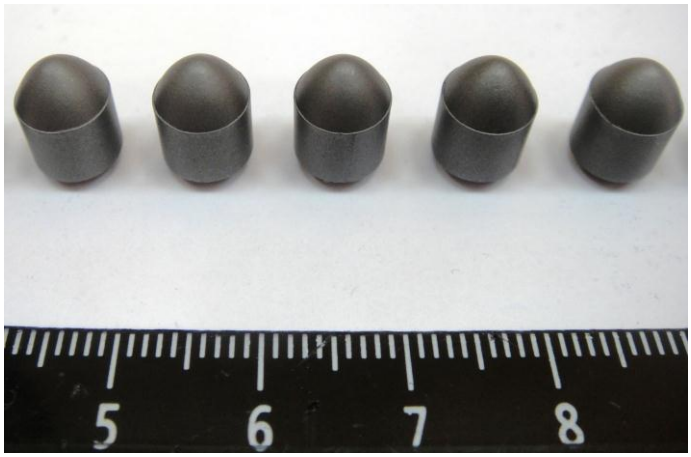


Рис. 4. Внешний вид зубков. Два зубка справа по первому варианту технологии, в центре и справа по второму варианту, без пластификатора



Рис. 5. Буровой инструмент

Проведенные эксперименты и сравнение свойств полученных изделий, позволили предложить новую технологию получения наноразмерных твёрдых сплавов [13].

Выводы

Подтверждена экспериментальная значимость теории А. В. Лыкова в порошковой металлургии.

На основании теории А. В. Лыкова усовершенствован способ введения пластификатора и способ прессования пластифицированных смесей твёрдого сплава.

Разработана технология получения наноразмерного твёрдого сплав без использования пластификатора.

Для досліджень взяті нанорозмірні порошки карбіду вольфраму і кобальту. Досліджено властивості вихідних матеріалів. Розроблено новий спосіб приготування суміші, і подальшого пресування, заснований на теорії капілярно пористого тіла А.В. Ликова. Нанорозмірні суміші необхідно пресувати з введенням рідини (мокре пресування). Спечені твердосплавні вироби були використані для оснащення бурового інструменту.

***Ключові слова**: теорія А.В. Ликова, мокре пресування, нанорозмірний твердий сплав.*

Research taken nanoscale powders of tungsten carbide and cobalt. Investigated the properties of the raw materials._New method of preparation of the mixture and subsequent

compression based on the theory of capillary porous body A.V. Lykov. Nanoscale mixture must be pressed with the introduction of a liquid (wet pressing). Sintered carbide products were used to equip the drilling tool.

***Key words**: the* theory A.V. Lykov, the wet pressing, *the nanosized* hard alloy.

Литература

1. Лыков А. В. Тепломассобмен. Справочник 2-е изд. – М: Энергия, 1978. – 479 с.
2. Пат. 2373547 РФ МПК B22F 3/02 (2006.01). Способ удаления пластификатора / В. В. Шуменко, В. Н. Шуменко и др. – Заявл. 18.04.04; Опубл. 10.04. 06, Бюл. № 10.
3. Лыков В.А. Теория сушки. – М.: Энергия, 1968. – 471 с.
4. Пат. 2275274 РФ МПК B22F 3/02 (2006.01). Способ прессования порошковых материалов и устройство для его осуществления / В. В. Шуменко, В. Н. Шуменко и др. – Заявл. 18.11.04; Опубл. 27.04.06, Бюл. № 12.
5. Пат. 2321474 РФ МПК B22F 3/02 (2006.01). Способ мокрого прессования и устройство для его осуществления (варианты) / В. В. Шуменко, В. Н. Шуменко и др. – Заявл. 14.08.06; Опубл. 10.04.08, Бюл. № 10.
6. Пат. 2323803 РФ МПК B22F 3/02 (2006.01). Способ мокрого прессования (варианты) и устройство для его осуществления / В. В. Шуменко, В. Н. Шуменко и др. – Заявл. 10.07.06; Опубл. 10.05.08, Бюл. № 13.
7. Пат. 2442674 РФ МПК B22F 3/02 (2006.01). Способ мокрого прессования и устройство для его осуществления (варианты) / В .В. Шуменко, В. Н. Шуменко и др. – Заявл. 09.07.10; Опубл. 20.02.2012, Бюл. № 5.
8. Пат. 2476293 РФ МПК B22F 3/02 (2006.01). Способ мокрого прессования пластифицированных гранул с лиофобной жидкостью / В. В. Шуменко, В. Н. Шуменко и др.– Заявл. 21.04.11. Опубл. 27.02.13, Бюл. № 6.
9. Пат. 2496605 РФ МПК B 22F 1/00 (2006.01). Способ введения пластификатора и устройство для его осуществления / В. В. Шуменко, В. Н. Шуменко и др. – Заявл. 10.05.12; Опубл. 27.10.13, Бюл. № 30.
10. А. с. 551123 СССР. Устройство для загрузки порошка в пресс-форму / И.В. Забашта, Е.Т. Селезев и др. – Заявл. 05.01.76. Опубл. 25.03.77, Бюл. № 11 (45).
11. Web – сайт: http://www1.fips.ru/fips_servl/fips_servlet
12. Лыков А. В. Тепло и массообмен в капиллярно-пористых телах. – М.: Гостехиздат, 1954. – 296 с.
13. Заявка 2014121208 РФ. МПК B22F 3/02 (2006.01). Способ изготовления наноразмерного твёрдого сплава / В.В. Шуменко, В.Н. Шуменко и др. – Заявл. 20.05. 14.

Поступила 01.07.14

УДК 621.921.343-492.2.541.128.13

В. С. Панов, Ж. В. Еремеева, доктора технических наук; **Р.А. Скориков,** аспирант

ФГОУ ВПО "Национальный исследовательский технологический университет "МИСиС" Москва, Россия

ЭЛЕКТРОИМПУЛЬСНОЕ СПЕКАНИЕ ПОРОШКОВОЙ УГЛЕРОДИСТОЙ СТАЛИ, УПРОЧНЕННОЙ НАНОЧАСТИЦАМИ

Статья посвящена изучению процесса электроимпульсного спекания, при введении в порошковую смесь наноразмерных упрочняющих добавок различной природы и концентрации. В работе были определены наиболее благоприятные режимы электроимпульсного спекания.

***Ключевые слова**: порошковая смесь, наноразмерные упрочняющее добавки, электроимпульсное спекание, режимы электроимпульсного спекания, механические свойства, испытания, структура материала.*

В машиностроении широкое применение находят порошковые углеродистые конструкционные материалы с высокими механическими свойствами. Однако получить такие материалы обычными способами порошковой металлургии не всегда возможно. С помощью метода электроимпульсного спекания удается получать порошковые стали с высокими механическими свойствами и плотностью [1]. В работе электроимпульсное спекание проводили на установке искрового плазменного спекания (Spark Plasma Sintering - Labox 650, Sinter Land, Япония).

Для изготовления образцов использовались:

- железный порошок марки ПЖР2.200.28;
- графит искусственный специальный малозольный ГИСМ ТУ;
- нанопорошок нитрида кремния;
- нанопорошок Al_2O_3;
- порошок наноуглеродных волокон.

Целью исследований являлось определение наиболее благоприятных режимов электроимпульсного спекания, а именно температуры и времени, а также состава порошковых смесей, содержащих различное количество наноразмерных добавок, обеспечивающих наилучшее сочетание прочностных и эксплуатационных свойств.

Для определения оптимальных времени и температуры нагрева электроимпульсного спекания проводили исследования на следующих составах шихт (Fe+0,6 мас. % С) с содержанием наноупрочняющих добавок: 0,1; 0,25; 0,5; 0,75 и 1 мас. % [2]. Свойства определяли на призматических образцах размером 6×5×50 мм и на цилиндрических образцах размером диаметром 10 мм, высотой 5 мм.

Электроимпульсное спекания осуществляли в графитовых пресс-формах в вакууме, при 3 т. Шихта перемешивалась в планетарно-центробежной мельнице в течение 5 мин. Определялись следующие механические свойства: твердость по Бринеллю, прочность на изгиб, ударная вязкость. Результаты испытаний представлены в таблице.

Результаты, представленные в таблице, показывают, что исследованные свойства от времени электроимпульсного спекания проходят через максимум, что вероятно связано с полученной структурой.

Механические свойства порошковой стали, содержащей различные упрочняющие добавки от времени электроимпульсного спекания при Т=1000^{o}С

Материал добавка	Количество упрочняющей наноразмерной добавки, мас.%.	Время нагрева, мин.	$\sigma_{изг}$, МПа	Ударная вязкость, Дж/см^2	Твердость, НВ
Si_3N_4	0,1	5	210	180	220
		10	260	280	260
		20	245	260	240
	0,25	5	255	260	240
		10	350	330	270
		20	280	310	250
	0,5	5	240	250	235
		10	310	320	250
		20	290	300	240
	0,75	5	235	220	210
		10	305	310	230
		20	285	290	220
	1,00	5	220	190	200
		10	300	280	220
		20	270	260	210
углеродные нановолокна	0,1	5	200	170	200
		10	245	270	250
		20	225	250	230
	0,25	5	245	250	230
		10	320	310	260
		20	270	280	240
	0,5	5	240	230	225
		10	260	300	250
		20	250	270	240
	0,75	5	225	190	210
		10	265	280	230
		20	245	260	220
	1,00	5	215	170	190
		10	250	270	210
		20	220	230	200
Al_2O_3	0,1	5	184	150	190
		10	225	260	230
		20	210	240	210
	0,25	5	225	180	220
		10	275	310	250
		20	250	280	230
	0,50	5	210	170	215
		10	260	300	240
		20	230	270	230
	0,75	5	215	160	200
		10	265	280	220
		20	225	250	210
	1,00	5	205	160	190
		10	260	260	220
		20	220	240	200

При температуре Т=1000 ^{o}С за время нагрева 10 минут происходит растворение углерода в исследуемых образцах, в свободном состоянии остается лишь 0,01 мас%. Газовый (РФА) анализ показал, что образцы исследуемой стали 60П содержат (в %): O_2=0,07-0,11; N_2=0,003-0,004; H_2=0,0008-0,0012 при остаточной пористости 94%. Содержание кислорода и водорода в порошковой стали, выше, чем у компактной стали, подобного состава. Газы находятся в порах и неметаллических включениях, которые располагаясь по границам зерен, ухудшают механические свойства, особенно ударную вязкость, что согласуется с результатами приведенными в работе [3].

Данные исследований влияния температуры электроимпульсного спекания на свойства порошковой стали 60П с наноразмерными добавками показали, что наилучшие свойства получаются при температуре электроимпульсного спекания 1100 ^{o}С .

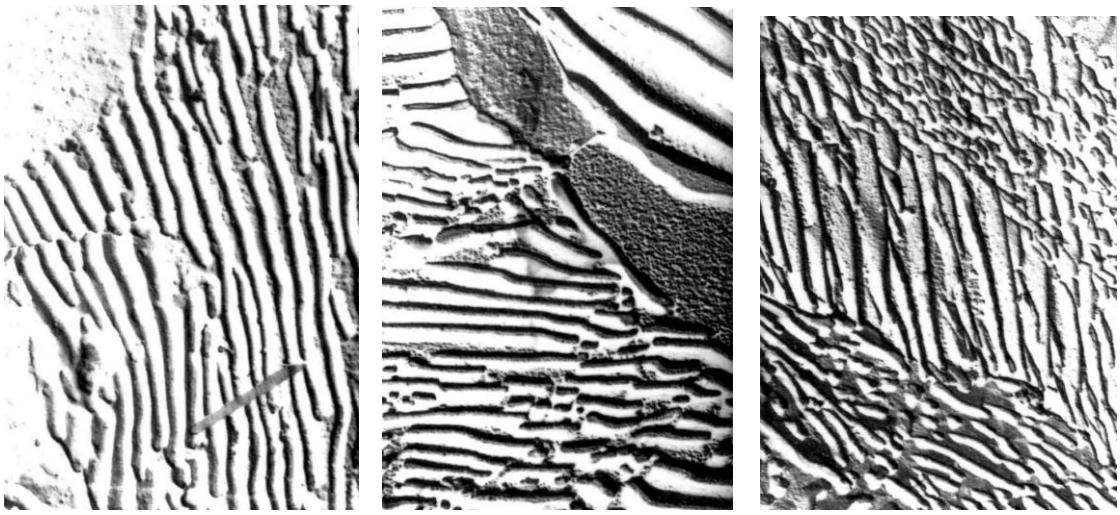
Температура спекания 1000^{o}С при времени спекания 10 и 20 мин. обеспечивает высокий уровень механических свойств. Увеличение температуры нагрева до 1100^{o}С приводит к некоторому повышению прочности и твердости. Это происходит за счет ускоренного протекания диффузионных процессов. Дальнейшее увеличение температуры электроимпульсного спекания до 1200 ^{o}С при времени 10 мин. может привести к росту зерна, а при времени выдержки 20 мин. к частичному оплавлению торцов образца.

Природа упрочняющих наноразмерных добавок, а также увеличение размера зерна от периферии к центру объясняет различия в твердости и прочности при изгибе.

Ударная вязкость снижается с увеличением содержания упрочняющих наноразмерных добавок свыше 0,5 мас.%. При содержании от 0,1 до 0,5 показатели ударной вязкости заметно изменялись в зависимости от вида упрочняющей нанодобавки. Наиболее низкую ударную вязкость имела сталь при введении нанопорошка Al_2O_3.

Проведенный анализ показал, что основная часть вводимого углерода при T = 1100^{o}С и времени спекания 20 мин. растворяется в аустените и при распаде последнего в процессе охлаждения образуется структура состоящая из мелкоглобульного перлита и мелкозерного феррита.

При изучении микроструктуры образцов с наноуглеродными волокнами «Таунит» было обнаружено, что перлит в этих образцах имеет тонкопластинчатое строение (рис. 1 *в*). Также были выявлены и участки цементита (рис. 1 *б*) и отдельные углеродные волокна, находящиеся между пластинами цементита (рис.1 *а*).

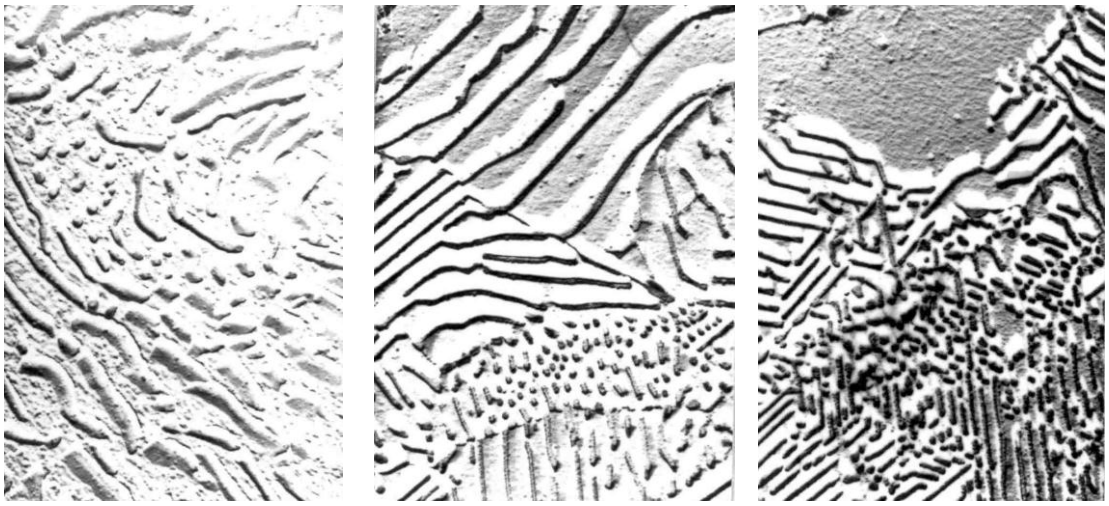


а *б* *в*

Рис. 1 Микроструктура образцов с углеродными нановолокнами, ×16000

При изучении микроструктуры с помощью электронной микроскопии было выявлено более тонкое строение перлита в образцах содержащих в шихте наночастицы Si_3N_4**.** Это можно объяснить тем, что наночастицы нитрида кремния имеют гораздо меньшие размеры, чем сами частиц являясь центрами зародышеобразования.

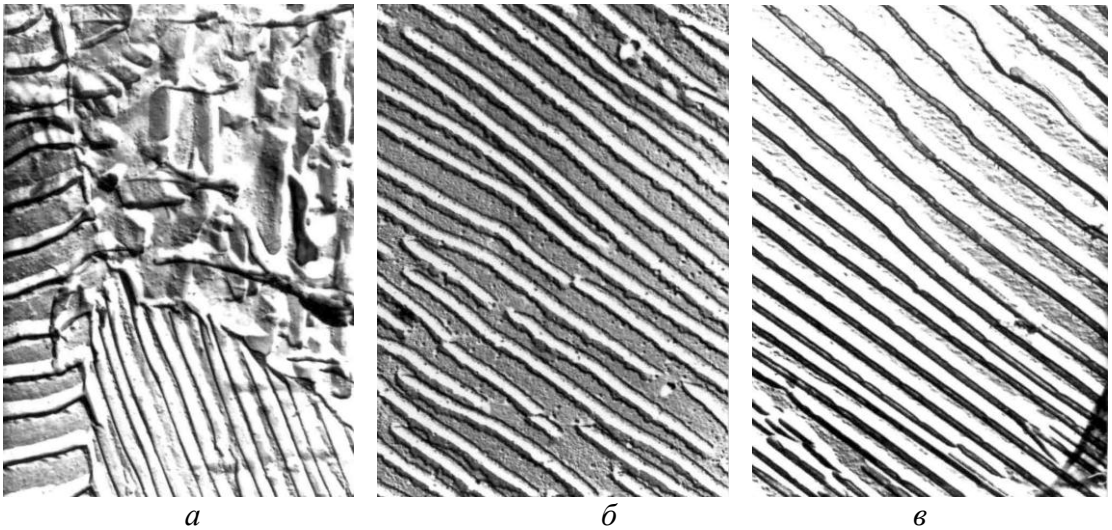
При смешивании в ПЦМ происходит увеличение дефектности частиц, что ускоряет спекание и приводит к образованию мелкой структуры зернистого перлита (рис. 2 *а–в*).



а *б* *в*

Рис. 2 Микроструктура образцов с нано Si_3N_4, ×16000

Структура после спекания стали с добавками нанопорошка Al_2O_3 имеет строение крупнопластинчатого перлита (рис. 3 *а–в*).



а *б* *в*

Рис. 3 Микроструктура образцов с Al_2O_3, ×16000

В результате диффузионного распада аустенита цементитная составляющая перлита может иметь пластинчатую, ленточную, стержневую и зернистую морфологии [4]. Изучение их распределения в порошковой стали позволяет получить данные для оценки и прогнозирования свойств материала на различных стадиях обработки.

С помощью электронной микроскопии было определено влияние малых добавок нитрида кремния при одинаковом содержании углерода на морфологию перлитной составляющей углеродистых сталей.

При обычном увеличении дисперсность перлитной составляющей в исследуемых сталях не различима. С уменьшением содержания углерода наблюдается лишь незначительное увеличения α-фазы. Различия в размере зерен не носит стабильного характера.

Сравнение тонкой структуры перлита исследуемых сталей показало, что как межпластинчатое расстояние $S_{ср}$, так и морфологические особенности перлита при малых добавках наночастиц нитрида кремния или углеродных нановолокон заметно меняются. Так введение наночастиц нитрида кремния межпластинчатое расстояние возрастает на 0,2 мкм, а при введении наночастиц Al_2O_3 на 0,5 мкм, введение нановолокон «Таунит» практически не сказывается на межпластинчатом расстоянии перлита. При сравнении тонкой структуры перлита стали при смешивании в ПЦМ с концентрацией нитрида кремния 0,5 мас.% наблюдается более грубое строение, преобладает ленточный и пластинчатый перлит, несколько возрастает количество ферритной составляющей. При меньшем содержании добавок кремния перлит имеет более дисперсное строение. При сопоставлении скорости роста колоний перлита в углеродистых сталях показало, что добавки нанопоршка нитрида кремния уменьшают скорость роста перлита в 10 раз. Это уменьшение обусловлено необходимостью перераспределения кремния между фазами при эвтектоидном распаде, поскольку кремний мало растворим в цементите.

При сравнении тонкой структуры перлита углеродистой стали 60П, содержащей углеродные нановолокна наблюдается изменение межпластинчатого расстояния и грубое строение перлита. В перлите при содержании наночастиц нитрида кремния, или углеродных нановолокон наблюдается значительное количество нерегулярных колоний. Это колонии, в которых пластины имеют зигзагообразный и стрежневидный характер.

При неизменном межпластинчатом расстоянии в колонии постепенный переход от пластинчатой морфологии цементита к ленточному и далее к стержневидной морфологии энергетически оправдан, т.к. при этом, несмотря на некоторое утолщение лент, уменьшается суммарная площадь межфазных границ и связанная с ней поверхностная энергия системы. В ряде колоний наблюдались зоны перехода цементита от пластинчатого к ленточному, а также от ленточного к стержневидному. Поэтому, при определенном межпластинчатом расстоянии процесс развития цементитной составляющей перлитной колонии происходит в несколько стадий: зародышеобразование – ветвление – формирование пластин – расчленение на ленты – образование стержней.

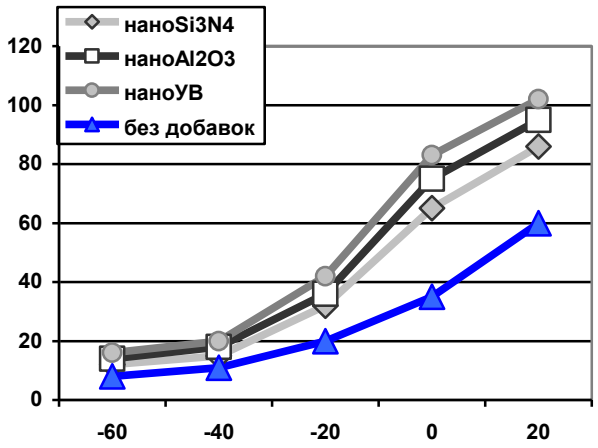


Рис. 4. Результаты ударных испытаний образцов стали 60П с наноразмерными добавками и без

Важной характеристикой исследуемых порошковых сталей является ударная вязкость при пониженных температурах и критическая температура хрупкости (порог хладноломкости). За критическую температуру хрупкости принимали минимальную температуру, при которой ударная вязкость хотя бы одного надрезанного образца исследуемых порошковых сталей была равна или меньше 2 кгм/см^2. Для определения ударной вязкости при низких температурах образцы перед испытанием нужно охладить. Охлаждение производится в ванне с жидкостью с низкой температурой затвердевания. Ванна изготавливается из материала с низкой теплопроводностью. Для охлаждения ванны и поддержания в ней нужной температуры применяется жидкий азот. Температура образцов в ванне должна быть на 3–

5 ^{o}C ниже температуры испытания. Результаты ударных испытаний представлены на рис. 4. Из представленных зависимостей видно, что порошковые стали, содержащие нанодобавки имеют более высокие показатели ударной вязкости при различных температурах, чем порошковая сталь без нанодобавки. Наиболее высокие значения имеет сталь содержащая в исходной поршковой смеси наноуглеродные волокна.

Значения ударной вязкости исследуемых порошковых сталей с понижением температуры испытания – уменьшаются. Однако это уменьшение носит замедленный характер как результат мелкозернистой структуры, измельчения субзеренной структуры и наличия упрочняющих частиц. В результате порог хладноломкости исследуемых порошковых сталей смешается в строну низких температур.

Выводы

1. Определены наиболее благоприятные режимы получения электроимпульсным спеканием среднеуглеродистых сталей, упрочненных наноразмерными добавками: T=1100 ^{o}C и время выдержки 20 мин.

2. На основании экспериментальных данных оптимизированы составы порошковых смесей. При введении упрочняющей добавки в количестве 0,25 мас.% наблюдается наилучшее сочетание механических свойств порошковых углеродистых сталей при T=1100 ^{o}C и времени выдержки 20 мин.

3. Определен порог хладноломкости порошковых сталей, позволяющий судить о возможности применения их для работы с ударными нагрузками в условиях низких температур.

Работа выполнена при финансовой поддержки РФФИ, проект номер 13-08-0257.

Стаття присвячена вивченню процесу електроімпульсно спікання, при введенні в порошкову суміш нанорозмірних зміцнюючих добавок різної природи і концентрації. У роботі були визначені найбільш сприятливі режими електроімпульсно спікання.

***Ключові слова**: порошкова суміш, нанорозмірні зміцнюючі добавки, електроімпульсне спікання, режими електроімпульсно спікання, механічні властивості, випробування, структура матеріалу.*

The article is devoted to investigation of spark plasma sintering (SPS) of a powder mixture with various nanosized reinforcing additives of different nature and concentration. The most favourable SPS parameters are determined.

***Key words**: powder mixture nanoscale hardening additives electropulse sintering, sintering modes of electro-mechanical properties, the test structure of the material.*

Литература

1. Райченко А. И. Основы процесса спекания порошков пропусканием электрического тока. – М.: Металлургия, 1987. – 206 с.
2. Еремеева Ж. В., Ниткин Н. М., Шарипзянова Г. Х. Особенности применения наноразмерных порошков углерода и хрома на процессы подготовки шихты и прессования порошковых сталей // Известия МГТУ «МАМИ». – 2011. – № 2. – С. 139–144.
3. Роман О. В., Габриелов И. П. Справочник по порошковой металлургии: порошки, материалы, процессы. – Минск: Беларус, 1988. – 175 с.
4. Особенности применения нетрадиционных углеродсодержащих компонентов в технологии порошковых сталей. Сообщение 3. Влияние технологических факторов на структурообразование и свойства горячедеформированных порошковых сталей / Ж. В. Еремеева, В. И. Костиков, Ю. Г. Дорофеев и др. //Порошковая металлургия и функциональные покрытия. – 2009. – № 1. – С. 17–22.

Поступила 31.03.14

УДК 661.878-492.2:548.2

В. П. Бондаренко, член-корр. НАН Украины,
А. А. Матвейчук, **Л. М. Солодова**, **В. М. Ткач**, д-р физ.-мат. наук

Институт сверхтвердых материалов НАН Украины, г. Киев

СОСТОЯНИЕ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ КРУПНЫХ МИКРОКРИСТАЛЛОВ WC, ВЫРАЩЕННЫХ ИЗ РАСПЛАВА WC + 65 мас. % Co

Показаны результаты исследования состояния поверхностных слоев крупных микрокристаллов WC, выращенных из расплава WC + 65 мас % Co. Показано, что на поверхности крупных микрокристаллов WC, выращенных из этого сплава формируются узоры из пластин WC и бесформенные кислородсодержащие образования, обусловленные распадом эвтектики и наличием в расплаве растворенного кислорода. Механизм формирования подобных поверхностных слоев требует уточнения.

***Ключевые слова**: поверхностный слой, микрокристаллы, карбид вольфрама.*

Введение

Крупные (миллиметрового диапазона) микрокристаллы WC являются перспективными наполнителями в широко используемых алмазных буровых инструментах, деталях пар трения, ударо- и вибростойких материалах, радиационно-защитных и антивандальных композитах. Однако технологии получения таких микрокристаллов только начинают разрабатывать [1]. Как показано в [1], рост микрокристаллов WC при охлаждении расплава WC + 65 мас. % Co довольно интенсивно развивается, достигая 1,5 мкм/с. Однако механизм роста крупных микрокристаллов остался не выясненным. Следовательно, отсутствие знаний о механизме роста не позволяет управлять процессом роста, чтобы обеспечить высокое качество микрокристаллов. По мере увеличения размеров микрокристаллов механизм роста может изменяться несколько раз [2]. Особенно сложен он тогда, когда размеры микрокристаллов в несколько раз превышают размеры кристаллического зародыша [3]. Так, размеры микрокристаллов WC, полученных в [1], превышают размеры критического зародыша в сотни тысяч раз, поэтому следует ожидать, что механизм роста таких микрокристаллов и механизм роста критического зародыша значительно отличаются. Одним из показателей механизма роста крупных микрокристаллов WC может служить состояние поверхности их граней.

В этой связи цель настоящей работы – изучить состояние поверхностей граней крупных микрокристаллов WC, извлеченных из затвердевшего расплава WC + 65 мас. % Co.

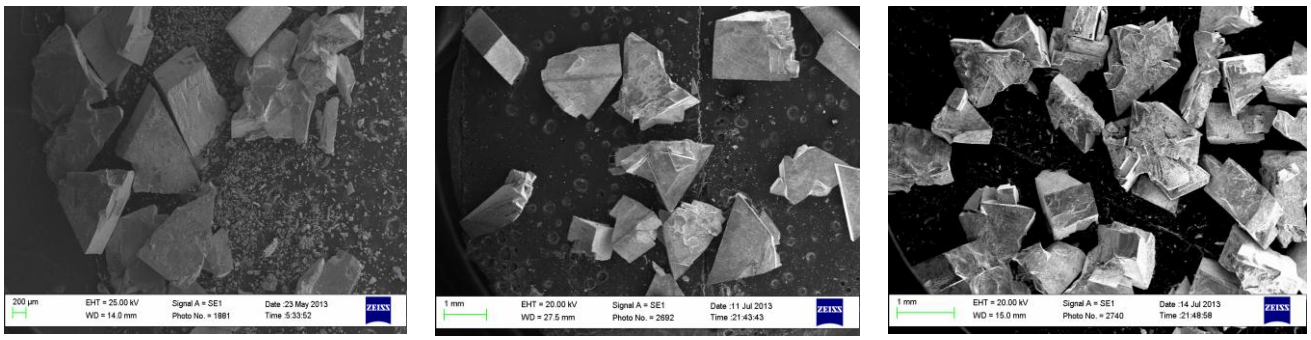
Методика исследования

Крупные микрокристаллы WC (рис. 1) получили после вытравливания кобальта из компактного сплава WC + 65 мас. % Co, спеченного при температуре 1800 °C в течение 10 мин и охлажденного вместе с печью. Более подробно методика получения микрокристаллов приведена в [1].

Результаты исследования и их обсуждение

Из данных рис. 1 видно, что размеры микрокристаллов WC могут превышать 1000 мкм, быть различной формы и степени совершенства. Форма одних кристаллов близка к форме совершенной трехгранной призмы, других – совершенного параллелепипеда. Некоторые образования представляют собой бесформенные сростки менее крупных микрокристаллов. На многих микрокристаллах видны сколы. Следует подчеркнуть, что полученные крупные микрокристаллы имеют *острые ребра* и *вершины*. Притупления ребер и вершин, наблюдавшегося в спеченных твердых сплавах с содержанием до 20 мас. % Co, [4; 5], не обнаружено. Полученные результаты указывают на то, что в такой ростовой среде в

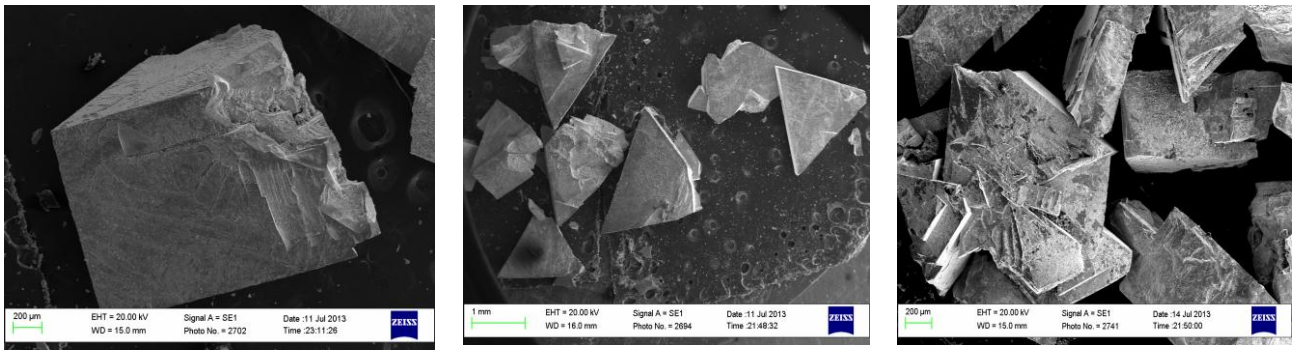
определенных условиях роста, ограничивающие ребра и вершины грани развиваются стремительно, поэтому в процессе роста микрокристаллов быстро исчезают, а потому проявляются микрокристаллы с медленно растущими гранями. Грани совершенных микрокристаллов *гладкие*, т.е. ступеней и центров роста не видно. Это свидетельствует об отсутствии в них выходящих на поверхность дислокаций. Наиболее вероятно, в этом случае рост кристаллов осуществляется по нормальному закону. Обычно такой механизм реализуется при шероховатой поверхность грани. Вероятно, шероховатость при этом так незначительна, что при таком увеличении (100) невидна.



а *б* *в*

Рис. 1. Общий вид микрокристаллов WC миллиметрового диапазона: а–в – партии микрокристаллов

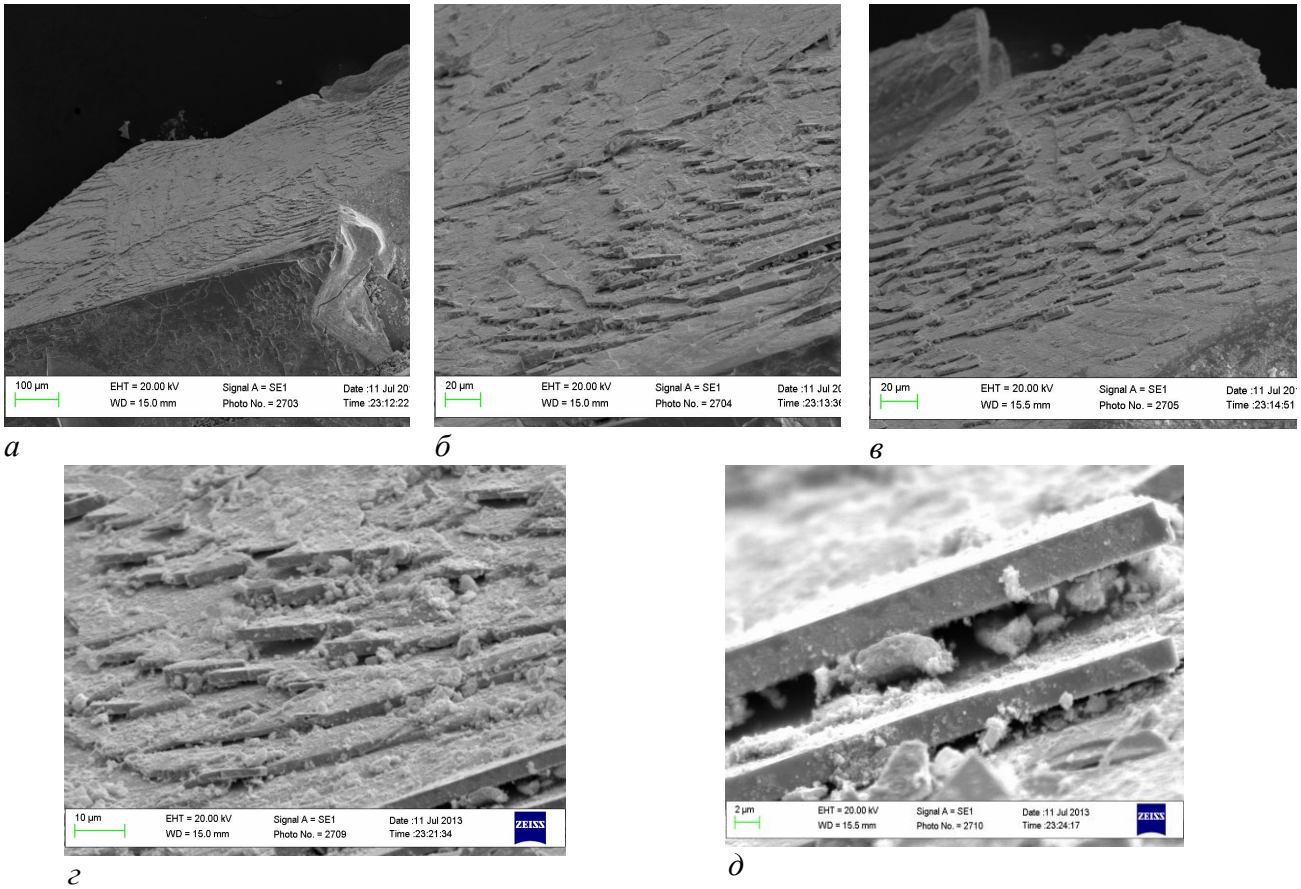
Поверхность некоторых микрокристаллов (рис. 2) изучали с помощью растрового электронного микроскопа ZEISS EVO 50XVP, укомплектованного энергодисперсным анализатором рентгеновских спектров INCA450 с детектором INCAPentaFETx3 и системой HKL CHANNEL-5 для дифракций отраженных электронов при увеличениях в 100–3000 раз.



а *б* *в*

Рис. 2. Общий вид изученных микрокристаллов WC: а – крупного; б – плоского (в центре фото); в – бесформенного сростка

На микрокристаллах, образующих *сростки*, четко видны *слои*, не достигшие краев микрокристаллов. Чаще всего они имеют форму треугольников с острыми вершинами, но часть из них представляют вытянутые в одном направлении пластины с заостренными краями. На некоторых треугольниках наблюдаются притупленные вершины. Из данных рис. 2 *в* следует, что вершины притупляться тогда, когда упираются в соседний зародыш или микрокристалл. *Толщина отдельных слоев* достигает нескольких *десятков микрометров*. Это свидетельствует о том, что при росте некоторых микрокристаллов реализуются два механизма: нормальный и послойный, так как новый зародыш образуется быстрее, чем слой достигает края микрокристалла.



а *б* *в* *г* *д*

Рис. 3. Общий вид узоров на базисной поверхности микрокристалла WC при разном увеличении

Особый интерес представляют узоры, сформировавшиеся на гранях хорошо ограненных крупных микрокристаллов простой формы. Строение узора, сформировавшегося на *базисной* грани, хорошо видно на рис. 3. Он представляет собой наслоенные друг на друга длинные с четкими краями пластины толщиной несколько микрометров (рис. 3 *б–д*). Интересно, что большинство из этих пластин с заостренными концами (рис. 3 *г*), направленными от центра грани к вершинам треугольника. В зазорах между пластинами, толщина которых примерно равна толщине пластин, расположены бесформенные скопления очень мелких частиц (несколько десятков нанометров).

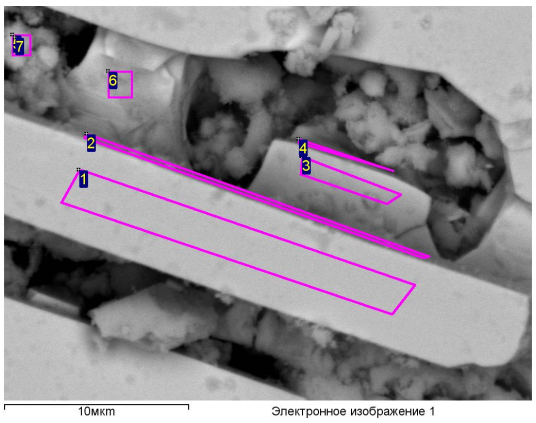


Рис. 4. Общий вид мест определения химического состава в структурных элементах узора

Содержание химических элементов в пластинах и бесформенных образованиях приведено в табл. 1 для областей, указанных на рис. 4. Как видим, пластины представляют собой чистый WC (область 1). Слой, сформировавшийся на внутренней поверхности пластин (область 2), кроме W содержит много углерода и кислорода. Близка по составу области 1 область 3, области 2 область 4. В областях 5 и 7 обнаружено очень высокое содержание кислорода. Область 6 занимает промежуточное положение в сравнении с областями 2, 4, 5 и 7. Интересно, что в областях с содержанием кислорода из металлов содержится только W. Кобальт, в расплаве которого выращивали исследуемые микрокристаллы, не обнаружены ни в одной области.

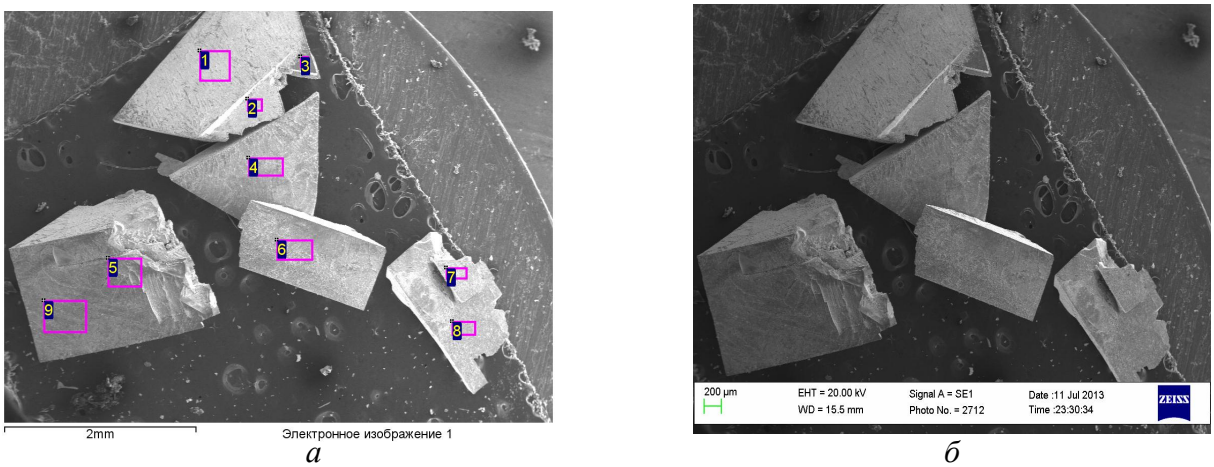
Таблица 1. **Химический состав в областях, показанных на рис. 4**

Спектр	Содержание, %						
	C		O		W		Суммарное
	мас.	ат.	мас.	ат.	мас.	ат.	
1	6,35	50,92	–	–	93,65	49,08	100,0
2	8,56	38,85	10,93	37,27	80,51	23,88	100,0
3	7,83	46,60	4,30	19,22	87,87	34,18	100,0
4	6,14	34,93	7,76	33,10	86,10	31,98	100,0
5	3,66	13,13	***26,13***	70,41	70,21	16,46	100,0
6	4,69	24,14	12,40	47,95	82,92	27,91	100,0
7	3,99	15,82	***21,82***	64,96	74,19	19,22	100,0

Таблица 2. **Химический состав поверхностей микрокристаллов, показанных на рис. 5**

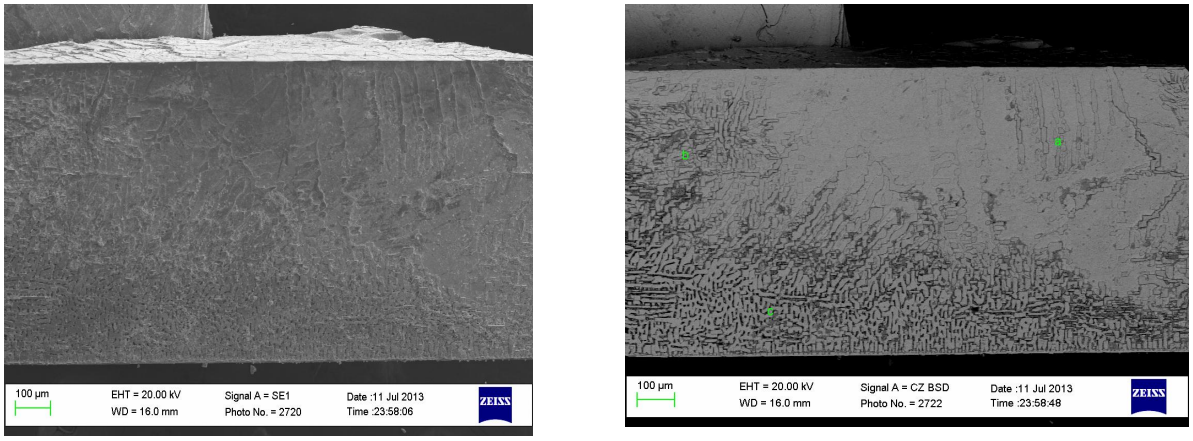
Спектр	Содержание, %				
	C	O	Co	W	Суммарное
1	3,84	14,41	0,92	80,83	100,0
2	4,11	14,36	–	81,53	100,0
3	6,59	–	–	93,41	100,0
4	6,45	6,27	–	87,27	100,0
5	4,89	5,40	–	89,72	100,0
6	5,37	7,18	–	87,45	100,0
7	5,77	8,09	–	86,14	100,0
8	7,93	5,67	–	86,40	100,0
9	4,88	3,73	–	91,38	100,0

Строение и состав *боковой* грани микрокристалла, показанного на рис. 2 *а*, приведены слева на рис. 5 *а, б* и в табл. 2 (спектры 5, 9). Как следует из данных табл. 2, в областях 5 и 9 кобальт не обнаружен, а содержится только W, C и O, причем содержание C и O в областях 5 и 9 довольно близкое. Отличительной чертой поверхности этой грани является наличие на ней нескольких типов узоров (рис. 6): лабиринтный (внизу и слева), полосчатый (справа вверху) и пластинчатый (в центре вверху).



а *б*

Рис. 5. Общий вид микрокристаллов с точками определения их химического состава



а *б*

Рис. 6. Общий вид узоров на поверхности боковой грани микрокристаллов

Строение отдельных частей *лабиринтного* узора показано на рис. 7 *а-и, как видим,* части этого узора состоят из горизонтальных, вертикальных и наклоненных пластин разного размера и разной кривизны. Между пластинами расположены такие же мелкозернистые бесформенные включения, как на базисной грани. Большинство этих включений состоит из сфероподобных наночастиц размером 10–40 нм (рис. 7 *и-л*). Вместе с тем, среди сфероподобных наличествуют пластинчатые наночастицы с треугольными и квадратными гранями (рис. 7 *к*). Сфероподобные частицы, вероятно, являются оксидом вольфрама, пластинчатые – карбидом WC. В этой связи в точках, охватывающих несколько микрометров, фиксируется как кислород, так и углерод.

Отличительные признаки *полосчатого* узора: строчечное расположение пластин WC; в несколько раз большее расстояние между пластинами, чем в лабиринтном узоре, и сплошное заполнение карбидом WC межстрочного пространства имеющего вид длинных полос (рис. 8).

В области *пластинчатого* узора строчек частиц WC не обнаружено (см. рис. 6 *б*). Поверхность пластин в этом узоре подобна поверхности фазы, расположенной между строчками в области полосчатого узора.

Общий вид поверхностей граней микрокристаллов, расположенных справа от описанного микрокристалла (см. рис. 5), подобен ему: на базисных поверхностях (области 1, 2, 4) наблюдается пластинчатый узор, развивающийся от центра грани, на боковых (области 6, 8) – лабиринтный, полосчатый и пластинчатый. Только на небольшом участке (область 3) в поверхностном слое не зафиксировано кислорода. Вероятно, этот участок был закрыт расположенным над ним кристаллом от большого объема расплава, что препятствовало образованию на нем поверхностного слоя.

Аналогичные результаты по составу и строению поверхностного слоя микрокристаллов получили для групп микрокристаллов, показанных рис. 9 и 10 и в табл. 3, 4. Во всех случаях на поверхностях микрокристалла наблюдались узоры и кислород.

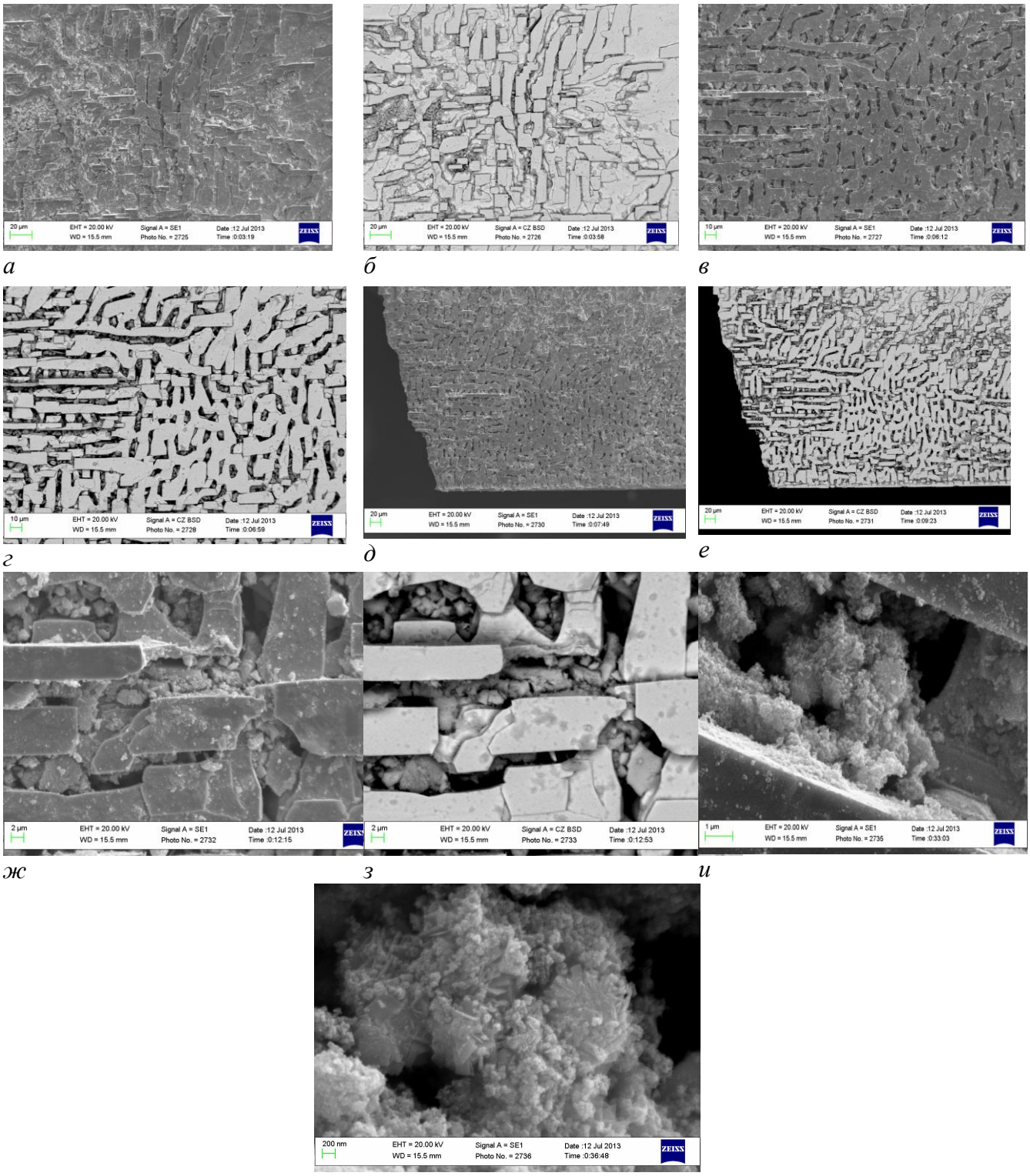
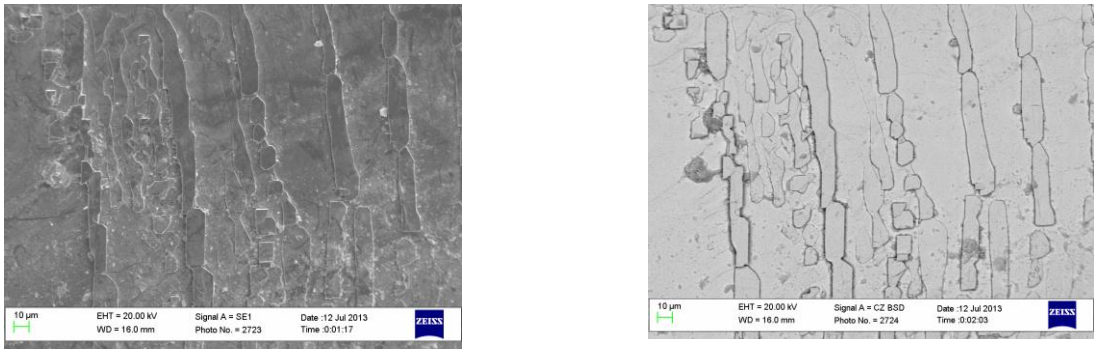
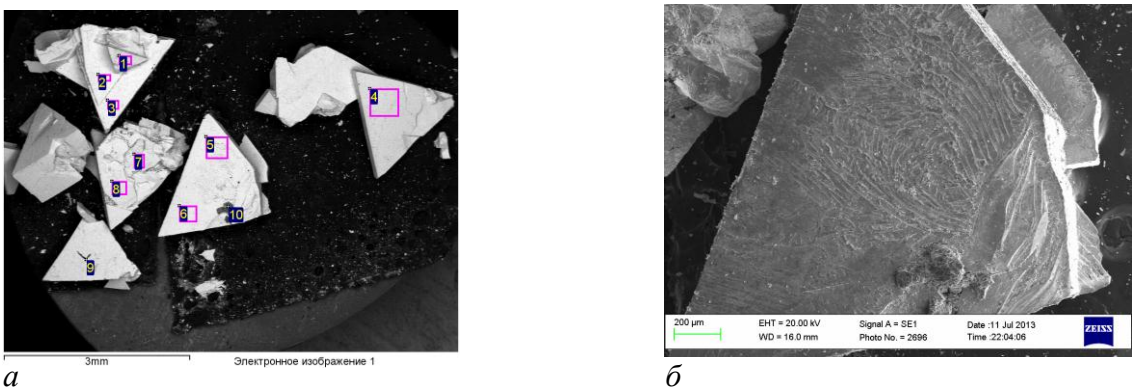


Рис. 7. Строение лабиринтного узора и бесформенных образований боковой грани микрокристалла WC (см. рис. 6) при разных увеличениях



а *б*

Рис. 8. Строение полосчатого узора на боковой поверхности микрокристалла, показанного на рис. 2. а



а *б*

Рис. 9. Общий вид микрокристаллов WC, показанных на рис. 2 б, с номерами спектров в точках определения химического состава (а) и узора на базисной грани микрокристалла с точками 5, 6, 10

Таблица 3. **Химический состав поверхностей микрокристаллов, показанных на рис. 9 *а***

Спектр	Содержание, мас. %					
	C	O	Al	Ca	W	Сумарное
1	11,56	5,84	–	–	82,60	100,0
2	5,65	3,78	–	–	90,58	100,0
3	6,18	2,64	–	–	91,18	100,0
4	8,91	6,93	–	–	84,15	100,0
5	4,71	4,92	–	–	90,37	100,0
6	5,40	2,97	–	–	91,63	100,0
7	6,22	10,38	–	–	83,40	100,0
8	6,21	9,43	–	–	84,35	100,0
9	7,69	4,41	–	–	87,90	100,0
10	12,63	25,47	4,12	1,18	56,59	100,0

В сечениях крупных микрокристаллов явлений, которые могли бы обуславливаться узорами, видимыми на поверхностях микрокристаллов, не обнаружено [1]. Вероятно, узоры и бесформенные образования с большим содержанием кислорода в них обусловлены процессами, происходящими только на поверхности сформировавшихся микрокристаллов при температуре солидус, когда распадается эвтектика, и ниже, когда распадается твердый раствор W и C в Co. Достаточно большой размер микрокристалла обеспечивает в данных условиях кристаллизации перепад температуры, как по высоте микрокристалла, так и по его ширине. В этой связи строение узоров на поверхности микрокристалла также изменяется как

по высоте, так и по ширине микрокристалла. В пользу того, что эвтектика распадается на поверхности микрокристалла, свидетельствует то, что в объеме остывшего расплава, из которого были извлечены исследуемые микрокристаллы, включений эвтектики не обнаруживается [1]. Очень мало также включений вторичного WC и C в Co. Как упоминалось, кобальт в бесформенных образованиях не обнаруживается, поскольку он удалился при кипячении образца в растворе (1:1) соляной кислоты в H_2O.

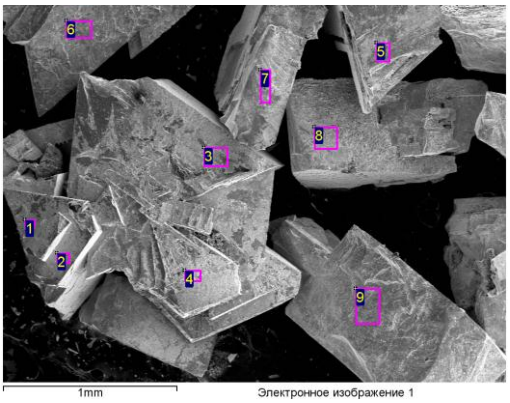


Рис. 10. Общий вид микрокристаллов, показанных на рис. 2 в, с номерами спектров определения химического состава

Таблица 4. **Химический состав в точках, показанных на рис. 10**

Спектр	Содержание, %								
	C		O		Al		W		Сумарное
	мас.	ат.	мас.	ат.	мас.	ат.	мас.	ат.	
1	2,94	21,30	6,59	35,86	–	–	90,47	42,84	100,0
2	3,14	21,06	7,92	39,92	–	–	88,95	39,03	100,0
3	17,29	52,96	12,99	29,88	2,75	3,76	66,97	13,40	100,0
4	4,73	17,91	20,59	58,57	3,50	5,90	71,19	17,62	100,0
5	7,27	46,25	3,48	16,63	–	–	89,26	37,12	100,0
6	7,06	43,89	4,31	20,12	–	–	88,63	35,99	100,0
7	7,69	42,65	6,28	26,15	–	–	86,04	31,20	100,0
8	5,29	26,81	12,04	45,81	–	–	82,68	27,38	100,0
9	3,64	28,76	3,97	32,54	–	–	92,39	47,70	100,0

Присутствие кислорода в бесформенных образованиях, расположенных между пластинами WC (см. рис. 4 и 7 *к*, *л*), вероятно, обусловлено наличием растворенного кислорода в расплаве кобальта, так как при температуре 1700 °C в жидком кобальте содержание кислорода составляет 0,52 мас. % [6]. В связи с тем, что WC практически ничего не растворяет, в объеме пластин WC кислород не содержится, а на их поверхности он накапливается в процессе роста пластин столько, что при остывании расплава может сформироваться оксид вольфрама.

Вместе с тем, можно утверждать, что кислородсодержащее соединение образовалось между пластинами WC и на их поверхности в процессе кипячения в растворе соляной кислоты в H_2O, поэтому механизм образования узоров на поверхностях микрокристаллов и механизм роста микрокристаллов требует уточнения.

Поскольку узоры из WC и бесформенные кислородсодержащие образования на поверхности микрокристаллов формируются в процессе распада эвтектики и твердого раствора W и C в Co, скорость охлаждения начиная с температуры 1800 °C до линии солидус и выдержка при температуре 1800 °C не должны влиять на размеры кристаллов. При этом

главное достаточно продолжительно выдержать кристаллы при этой температуре для полного растворения исходных частиц WC в расплаве, чтобы они не служили подложками при выделении WC из расплава. Для того, чтобы остатки частиц WC служили центрами кристаллизации, выдержки при температуре 1800 °С должны быть непродолжительными. В случае продолжительной выдержки при температуре 1800 °С размеры кристаллов будут изменяться только с изменением скорости охлаждения в двухфазной области WC+Co диаграммы состояния. В связи с тем, что температурный диапазон для сплава ВК65 очень узкий, управлять ростом кристаллов сложно, так как при этом скорость охлаждения следует изменять прецизионно. Таким образом представление о механизме роста кристаллов WC из полностью расплавленного состояния требует дальнейшего уточнения.

Выводы

На поверхности крупных микрокристаллов WC, выращенных из сплава WC + 65 мас. % Co, формируются узоры из пластин WC и бесформенные кислородсодержащие образования, обусловленные распадом эвтектики и наличием в расплаве растворенного кислорода. Механизм формирования подобных поверхностных слоев требует уточнения.

Показано результати дослідження стану поверхневих шарів великих мікрокристалів WC, вирощених з розплаву WC + 65 мас. % Co. Показано, що на поверхні великих мікрокристалів WC, вирощених з цього сплаву формуються візерунки з пластин WC і безформні кисневовмісні утворення, зумовлені розпадом евтектики і наявністю в розплаві розчиненого кисню. Механізм формування подібних поверхневих шарів потребує уточнення.

Ключові слова: *поверхневий шар, мікрокристали, карбід вольфраму.*

It is shown the results of the study of surface layers of large microcrystals of WC, grown from WC + 65% (by weight) Co melt. It is shown that on the surface of large microcrystals WC, grown from WC + 65% Co alloy, patterns from WC plates and shapeless oxygen containing formations form due to disintegration of the eutectic and the presence of dissolved oxygen in the melt. The mechanism of formation of such surface layers requires clarification.

Key words*: Surface layer, microcrystals, tungsten carbide.*

Литература

1. Бондаренко В.П., Матвейчук А.А., Солодова Л.М. Крупные микрокристаллы WC, выращенные из расплава WC + 65 мас. % Co // Сверхтвердые материалы 2014.
2. Кристаллизация: Физическая энциклопедия: в 2 т. – М.: Сов. энцикл., 1990. –Т. 2. – С. 496–502.
3. Современная кристаллография: в 3 т. – М.: Наука, 1980. – Т. 3. – 401 с.
4. Третьяков В.И. Основы металловедения и технологии производства спеченных твердых сплавов – М.: Металлургия, 1976. – 528 с.
5. Exner H.E. Physical and chemical nature of cemented carbides (review) // Современные спеченные твердые сплавы: сб. науч. трудов (под общ. ред. Н.В. Новикова. – К: ИСМ им. В.М. Бакуля НАН Украины, 2008. – С. 147–182.
6. Хансен М., Андерко К. Структура двойных сплавов – М.: Металлургиздат, 1962. – т. 1. – 1448 с.

Поступила 27.05.14

УДК 621.81:621.337

В. М. Волкогон, д-р техн. наук[1]; **Д. А. Котляр**[1], **С. К. Аврамчук**[1],
А. И. Белый, кандидаты технических наук[2]; **Ю. А. Федоран**[1]
[1]*Институт проблем материаловедения им. И. Н. Францевича НАН Украины, г. Киев*
[2]*Институт электросварки им. Е. О. Патона НАН Украины, г. Киев*

ВЛИЯНИЕ СОДЕРЖАНИЯ УГЛЕРОДА В ИСХОДНОЙ ШИХТЕ И ПОРИСТОСТИ ГОРЯЧЕПРЕССОВАННОЙ ЗАГОТОВКИ РЕЛИТА НА ГРАНУЛОМЕТРИЧЕСКИЙ СОСТАВ ПОРОШКОВ ПРИ РАСПЫЛЕНИИ

Приведены результаты показывающие возможность управления дисперсностью порошков распыленного релита при горячем прессовании заготовки для распыления путем изменения пористости и содержания ламповой сажи в исходной шихте.

***Ключевые слова**: распыление, горячее прессование, релит.*

Введение

В современной технике карбиды используют в производстве конструкционных и инструментальных материалов, способных работать при высокой температуре, в агрессивных средах и при больших нагрузках; успешно применяя при создании защитных и упрочняющих покрытий и т. п. Среди них наиболее применимый двойной карбид вольфрама содержащий карбид вольфрама WC, отличающийся термической стабильностью механических свойств, и полукарбид вольфрама W_2C, устойчивое высокотемпературное соединение, образующее тонкозернистые эвтектические сплавы с карбидом вольфрама [1]. При содержании WC в сплаве порядка 20 мас % (релит) материал приобретает оптимальные физико-механические характеристики, позволяющие использовать его в качестве наплавочной присадки для формирования износостойких поверхностей [2; 3]. Как наплавочная присадка релит должен обладать определенной дисперсностью. Одним из способов получения мелкодисперсных (~100 мкм) частиц релита является термоцентробежное распыление цилиндрических заготовок в инертной среде [4]. Заготовка получается плавлением смеси вольфрама с углеродом в электрической печи сопротивления с последующей отливкой в цилиндрическую форму при температуре ~ 3000 ºС. Рентгенофазовый количественный анализ [5] показывает наличие в отливке 35 мас % WC и 65 мас % W_2C. После распыления [6, 7] соотношение изменяется в сторону увеличения W_2C до 80 мас %. Для получения максимального выхода фракций с размером частиц < 100 мкм необходимо, чтобы в процессе распыления при данной мощности и скорости вращения заготовки оплавленная плазмой ванна имела постоянную вязкость и толщину расплавленного слоя из которого за счет центробежных сил формируется требуемый размер частиц [3; 8]. В настоящей работе использована методика получения цилиндрических заготовок для распыления горячим прессованием смеси порошка вольфрама и ламповой сажи, обеспечивающая необходимую степень однородности распределения компонентов по всему их объему.

Методика исследований и исходные материалы

Основой горячего прессования являлось твердофазное спекание смеси исходных порошков под давлением. Для двух – и многокомпонентной системы однородность получаемой заготовки определяется тщательностью перемешивания и дисперсностью компонентов. В данной работе для получения двойного карбида вольфрама использовали вольфрам металлический (см. табл.) и ламповую сажу в количестве 4,0 и 4,4 мас % [2].

Компоненты просушивали и смешивали в барабане в течении 24 часов. Заготовки стержней WC + W_2C получали в индукционной печи, совмещенной с гидравлическим прессом, диаметр нагревателя которой составлял 175 мм, а высота зоны однородного

розогрева соответствовала 60–70 мм. Исходная смесь вольфрама и сажи засыпались в графитовую прессформу из МПГ-7 контактная поверхность которой была защищена обмазкой на основе гексагонального нитрида бора. Максимальная температура горячего прессования составляла T = 1950 °С при скорости нагрева 125 ºС/мин под давлением 30 МПа.

Таблица. **Результаты эмиссионного анализа исходного порошка вольфрама**

Название материала	W	Co	Mo	Fe	Ni	Si	Al	Ti	Cr	Mg	Mn	B
W	Основа	<0,1	0,1	0,01	0,01	0,01	10^{-3}	10^{-3}	0,01	–	0,01	0,01

Микроструктуру полученных горячепрессованных заготовок изучали с помощью металлографического микроскопа «МИМ-10». Дифрактометрию образцов проводили с помощью дифрактометра «ДРОН-3М» в монохроматическом Cu$K\alpha$-излучении методом шагового сканирования (35 кВ, 35 мА; время экспозиции в точке 3–7 с, шаг 0,05°). Обработку данных дифрактометрического эксперимента с расчетом коэффициента текстуры фаз осуществляли с использованием программы для полнопрофильного анализа рентгеновских спектров от смеси поликристаллических фазовых составляющих PowderCell 2.4. Распыление цилиндрических заготовок проводили в инертной среде на установке ОБ-2723. Для ситового анализа килограммовой пробы распыленной смеси использовался стандартный набор сит: 630, 500, 400, 315, 250 и 200 мкм.

Результаты и их обсуждение

Из смеси порошка вольфрама и 4 мас % ламповой сажи были получены заготовки пористостью 20% и 30%. На рис. 1 показана микроструктура горячепрессованной заготовки после травления, на которой видны: светлые участки – WC, темные – W_2C, черные точки – поры.

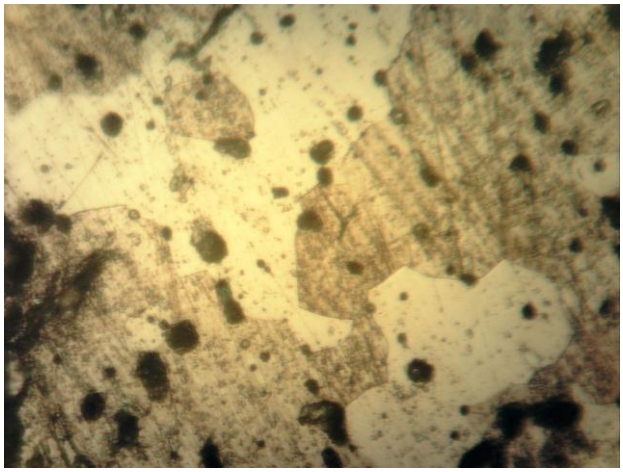


Рис. 1. Микроструктура горячепрессованного материала после травления (темные зерна – W_2C, светлые – WC) – ×1300

На дифрактограмме (рис. 2) наблюдаются только линии W_2C и WC что свидетельствует о полном переходе вольфрама в карбиды. Содержание W_2C для заготовки с 20 % пористостью составляло 76 мас %, а с 30% пористостью – 78 мас %.

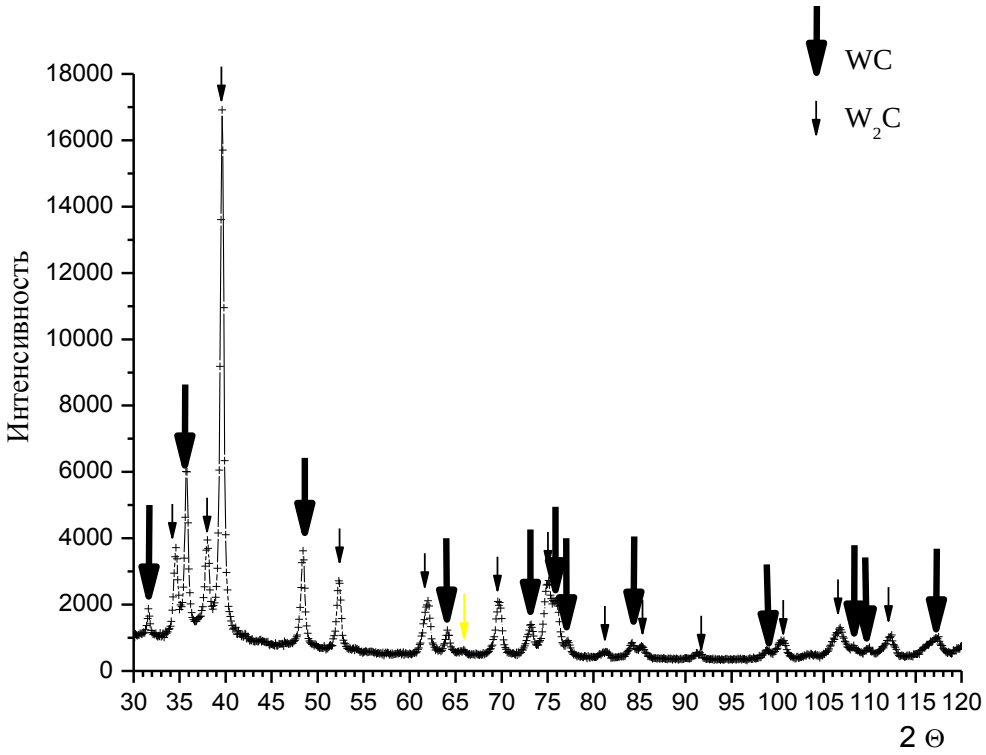


Рис. 2. Дифракторгамма смеси W–C после горячего прессования

Распыление горячепрессованных заготовок в установке проводили при тех же режимах, что и для плавленых стержней. Ситовой анализ распыленных порошков показал, что основная фракция для заготовки с 20% пористостью составляет 630/500 мкм, а с 30% пористостью – 500/400 мкм (рис. 3). При распылении заготовки с 4,4 мас % сажи (20 % пор) основная фракция – 315/250 мкм (рис. 3).

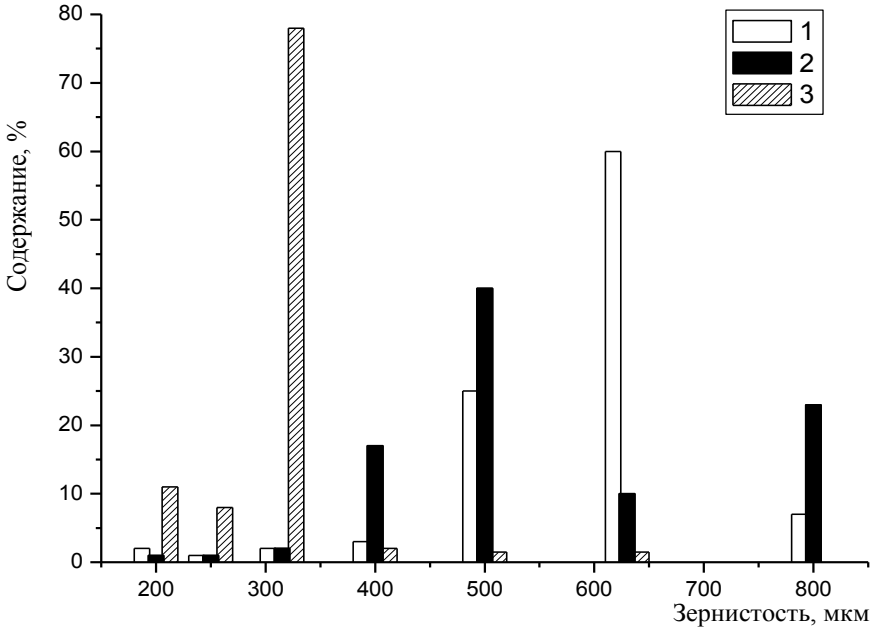


Рис. 3. Результаты ситового анализа распыленных горячепрессованных заготовок: 1–20% пор (4 мас % С); 2–30% пор (4 мас % С); 3–20% пор (4,4 мас. % С)

Снижение дисперсности основной фракции распыленных порошков с 630/500 мкм при 20 %-й пористости до 500/400 мкм при 30 %-й пористости связано с возростанием електросопротивления заготовки, поскольку в данном случае она является элементом

електрической цепи формирования плазменной дуги для разогрева торца заготовки. Следовательно с одной стороны при той же мощности плазменной дуги возрастет температура перегрева расплава на торце вращающейся заготовки релита, снижается вязкость расплава и дисперсность распыляемого материала [8], но с другой – недостаточная механическая прочность заготовки приводит к значительному количеству отходов (~26%). Распыление заготовки содержащей 4,4 мас % сажи при 20%-й пористости показало более существенное снижение дисперсности основной фракции порошков в силу термодинамических характеристик компонентов сплава [1; 2].

Выводы

1. Увеличение пористости заготовки с 20% до 30% способствует снижению дисперсности основной фракции порошков двойного карбида вольфрама получаемых термоцентробежным распылением, но при этом значительная часть заготовки (~26 %) уходит в отходы.

2. Существенное снижение дисперности распыляемого релита можно осуществить за счет введения в исходную шихту для получения двойного карбида сажи в количестве 4,4 мас %.

Наведено результати, що показують можливість управління дисперсністю порошків розпиленого реліту при гарячому пресуванні заготовок для розпилення шляхом зміни пористості та вмісту лампової сажі у вихідній шихті.

***Ключові слова**: розпилення, гаряче пресування, реліт.*

The obtained results indicate the possibility of dispersion management sprayed tungsten carbide powder by applying hot pressing blanks due to changes in porosity and content of the starting material lampblack.

***Key words**: spraying, hot pressing, tungsten carbide.*

Литература

1. Самсонов Г.В., Витрянюк В.К., Чаплыгин Ф.И. Карбиды вольфрама. – К.: Наук. думка, 1974. – 174 с.
2. Киффер Р., Бенезовский Ф. Твердые материалы. – М.: Металлургиздат, 1968. – 312 с.
3. Математическое моделирование процесса получения сферических гранул плавленых карбидов вольфрама / В.И. Махненко, Е.А. Великоиваненко, А.П.Жудра и др. // Автоматическая сварка. – 2004. – № 2. – С. 3–10.
4. Пат. На изобретение № 20516 А Кл. B22F 9/10. Украина. Способ получения гранулированных тугоплавких материалов / К. А. Ющенко, А. П. Жудра, А. И. Білий, В. И. Дзыкович. — Заявл. 14. 10. 94; Опубл. 15.07.97.
5. Дослідження процессів формування в умовах гарячого пресування електродів з подвійного карбіду вольфраму при його взаємодії звольфрамом і вуглецем / Д.А. Котляр, С.К. Аврамчук, Ю.О. Федоран та ін. Вісник матеріалознавства. – 2014. – Вып. № 7. – С. 75–79.
6. Дзыкович В.И. Влияние процесса термоцентробежного распыления на свойства сферических частиц карбидов вольфрама // Автоматическая сварка. – 2009. – № 4. – С. 52–55.
7. Дзыкович В.И., Жудра А.П., Белый А.И. Свойства порошков карбидов вольфрама, полученных по различным технологиям // Автоматическая сварка. – 2010. – № 4. – С. 28–31.
8. Прогнозирование дисперсности гранул и их производительности при термоцентробежном распылении сплавов / В.И. Махненко, А.П. Жудра, Е.А. Великоиваненко и тр. // Автоматическая сварка. – 2008. – №4. – С. 30–38.

Поступила 10.07.14

УДК 669.017.16

В. П. Бондаренко, член-кор. НАН України,
М. О. Юрчук, канд. техн. наук, **О. В. Галков**

Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М .Бакуля НАН України, м. Київ

ОСОБЛИВОСТІ СТРУКТУРИ ТА ВЛАСТИВОСТІ КАРБІДОВОЛЬФРАМОВОГО СПЛАВУ З НІКЕЛЕВОЮ ЗВЯ'ЗКОЮ ВН20 (80% WC + 20% Ni), СПЕЧЕНОГО У ВАКУУМІ ПІД ЗОВНІШНІМ ОДНООСЬОВИМ ТИСКОМ

Наведено результати дослідження впливу зовнішнього одноосьового статичного тиску при спіканні карбідовольфрамового твердого сплаву з нікелевою зв'язкою (80% WC + 20% Ni) ВН20 на зміну структурних та деяких фізико-механічних властивостей залежно від режиму попереднього спікання.

***Ключові слова**: твердий сплав, зв'язка, структура, спікання.*

У практиці твердосплавного виробництва широко застосовують метод спікання сплавів під дією зовнішнього навантаження, метод гарячого пресування при статичному та динамічному прикладанні тиску. Основна особливість цього методу полягає в тому, що твердосплавну заготовку спікають під тиском у графітовій формі, що надає заготовці відповідну форму та розміри. Проте використання графітової прес-форми призводить до надлишкового навуглецювання заготовки, погіршує умови праці, підвищує собівартість виробів.

Результати експериментів спікання твердих сплавів без графітової прес-форми під тиском у робочому об'ємі печі, коли тиск прикладається тільки до торця заготовки наведено в [1; 2]. За такої схеми спікання заготовка не обмежувалась з боків і могла вільно розтікатись в різні боки під дією тиску, який прикладали до верхнього торця заготовки. Досліджували сплави ВК6 і ВК15.

Мета цього дослідження – дослідити вплив одноосьового тиску на структуру і властивості карбідовольфрамового твердого сплаву з нікелевою зв'язкою (80% WC + 20% Ni) ВН20 при спіканні у вакуумі залежно від режиму попередньої термообробки (спікання). Температура кінцевого спікання становила 1400 °С, тривалість витримування – 30 хв, зовнішнє напруження стискання – 0,6 МПа. Особливість попередньої термообробки сплаву полягала в такому. Одну партію експериментальних зразків відпалювали в метановодневому середовищі за температури 1000 °С з метою випалювання зі зразків каучуку. Другу партію термооброблювали в такому режимі: аналогічне відпалювання в метановодневому середовищі і нормалізуюче та попереднє твердофазне спікання з дещо відмінною тривалістю витримування. У процесі такого оброблення при нормалізуючому спіканні був забезпечений стехіометричний склад сплаву (для досягнення стехіометричного складу сплаву нормалізуюче спікання здійснювали кілька разів). При такому попередньому твердофазному спіканні спостерігалось більш повне видалення газів з об'єму заготовки сплаву до «захлопування» пор. Третю партію експериментальних зразків після відпалювання та спікання в зазначених режимах повторно попередньо спікали у вакуумі за температури 1400 °С. Першу, другу та третю партії після попередньої термообробки спікали до кінця у вакуумі за температури 1400 °С з тривалістю витримування 30 хв без прикладання зовнішнього тиску. Аналогічно попередньо термооброблені четверта, п'ята та шоста партії спікались до кінця у вакуумі за температури 1400 °С з тривалістю витримування 30 хв під дією зовнішнього напруження стискання 0,6 МПа.

Для наочності технологічні режими одержання різних партій експериментальних зразків сплаву ВН20 наведено в табл. 1.

Таблиця 1. Технологічні режими попередньої термообробки (спікання) і кінцевого спікання в вакуумі твердого сплаву ВН20 без тиску та під дією зовнішнього напруження стискання 0,6 МПа за температури 1400 °С з тривалістю витримування 30 хв

Номер партії	Напруження стискання при кінцевому спіканні, МПа	Температура випалювання каучуку у метановодневому середовищі, °С	Температура нормалізуючого спікання у метановодневому середовищі, °С	Температура попереднього спікання у метановодневому середовищі, °С	Температура повторного попереднього спікання у вакуумі, °С	Температура кінцевого спікання у вакуумі, °С
1	0	1000	–	–	–	1400
2	0	1000	1100	1200	–	1400
3	0	1000	1100	1200	1400	1400
4	0,6	1000	–	–	–	1400
5	0,6	1000	1100	1200	–	1400
6	0,6	1000	1100	1200	1400	1400

Таблиця 2. Вміст загального вуглецю у вихідній суміші та спеченому сплаві ВН20

Марка сплаву	Вміст загального вуглецю $C_{заг}$, мас.%		
	при стехіометричному складі суміші	фактично в порошковій суміші	фактично в експериментальних зразках сплаву
ВН20	4,9	4,8–5,0	4,7–5,1

Методика дослідження

Для експериментів використовували вихідні порошки карбіду вольфраму ТУ 48-19-265-77 та нікелю марки ПНУ ДЗТС 9722-79. З метою очищення від небажаних сторонніх домішок вихідні порошки просіяли крізь сито з комірками розміром 40 мкм. Середній розмір зерна карбіду вольфраму визначали методом ртутної порометрії [3]. Середній розмір зерна карбіду вольфраму $\bar{d}_{WC}$ = 1,6±0,1 мкм, вміст зерен середнього розміру 0,6–4,0 мкм становив 82%, питома площа поверхні – 1,9±0,1 м^2/г.

Порошки перемішували у сталевих кулькових млинах, футерованих твердим сплавом, в середовищі спирту етилового C_2H_5OH згідно з ГОСТ 5962-67 (96%-вий розчин). Концентрація спирту становила 0,2 л в 1 кг суміші. Як тіла для перемішування порошків у млинах брали твердосплавні (твердий сплав марки ВК3) кулі діаметром 10–12 мм. Відношення твердосплавних куль до суміші становило 5:1. Тривалість перемішування – 10 год. Вивантажену з млинів перемішану суміш просушували в паровій шафі за температури ~120 °С протягом 24–30 год. Просушену суміш відокремлювали від твердосплавних куль за допомогою вібросита з розміром комірок сітки 100 мкм. З метою виключення можливості винесення потоком повітря з вібросита частинок суміші відокремлювання від куль здійснювали при виключеній місцевій витяжці.

Готували суміш до пресування згідно з вимогами технологічних інструкцій ІНМ НАН України [5; 6]. Перед замішуванням на пластифікаторі суміш повторно просіювали крізь сито з розміром комірок 0,1 мм. Просіяну суміш замішували на 5%-ному розчині синтетичного каучуку в бензині, додаючи до 1 кг суміші 150 мл розчину.

Для дослідження використовували заготовки у вигляді циліндрів діаметром 10 мм і висотою $H = 20$ мм. Пресували циліндри з підготовленої до пресування суміші на гідравлічному пресі у сталевих прес-формах. Масу наважки на один циліндр розраховували за загальноприйнятою методикою, забезпечивши пористість сирої пресовки ~50%. Відпресовані циліндри просушували в сушильній шафі за температури ~150 °С протягом 24 год. Випалювання каучуку та нормалізуюче спікання здійснювали в промисловій прохідній печі в контрольованому метановодневому середовищі – горизонтальній тризонній трубчатій печі безперервної дії з молібденовими нагрівачами конструкції ІНМ НАН України (ГП-130). Вимірювали температуру нагрівання вольфрамренієвою термопарою. Характерна особливість такого способу спікання полягає в тому, що шляхом регулювання вуглецевого потенціалу газового середовища у процесі спікання вдавалось досягти необхідного вмісту загального вуглецю у сплаві та зберегти його до завершення спікання. Кінцеве спікання здійснювали в електричній вакуумній печі моделі ОКБ-8086 згідно з ТУ 16-531.302-75. Залишковий тиск у камері спікання печі становив 0,13 Па. Температуру нагрівання вимірювали вольфрамренієвою термопарою.

Зовнішнє одноосьове напруження стискання здійснювали через графітові прокладки. З метою виключення контакту експериментального зразка з графітовим оснащенням, в якому здійснювали спікання, що призвело б до зміни його хімічного складу внаслідок дифузії вуглецю при високих температурах спікання, на торці заготовок наносили тонкий шар дрібнозернистого чистого корунду (Al_2O_3).

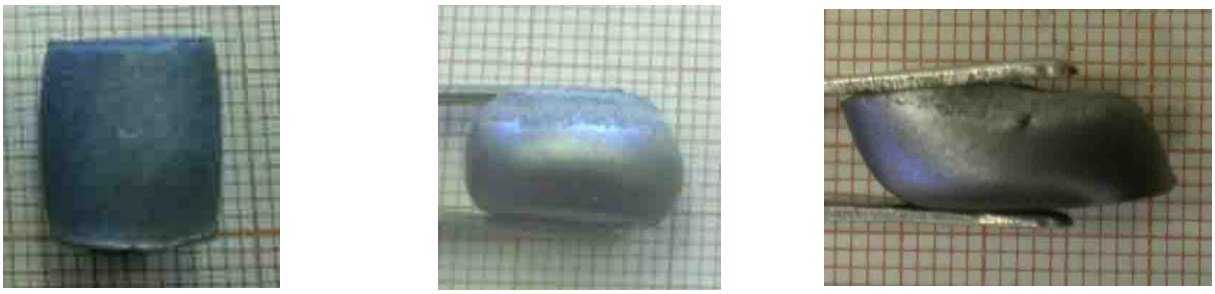
Вміст загального вуглецю $C_{заг}$ у вихідній суміші та спеченому сплаві визначали абсорбційно-газооб'ємним методом [4]. Для визначення вмісту загального вуглецю в експериментальних зразках спеченого сплаву (шліфованих штапиках) останні подрібнювали у твердосплавній ступці після визначення їх необхідних властивостей. Одержану крупку просіювали крізь сито з розміром комірок 0,1 мм. Вміст загального вуглецю в суміші та сплаві наведено в табл. 2.

Зовнішній вигляд зразків, попередньо спечених у відповідних режимах у метановодневому середовищі та вакуумі і вільно кінцево спечених у середовищі вакууму, показано на рис. 1.



Рис. 1. Типовий зовнішній вигляд зразка твердого сплаву ВН20, вільно кінцево спеченого в вакуумі після випалювання каучуку (партія 1), попереднього спікання у метановодневому середовищі (партія 2) і повторного попереднього спікання у середовищі вакууму (партія 3)

Зовнішній вигляд зразків попередньо термооброблених у відповідних режимах у метановодневому середовищі та вакуумі і кінцево спечених у вакуумі під впливом одноосьового тиску 0,6 МПа за температури 1400 °С з тривалістю витримування 30 хв показано на рис. 2.



а *б* *в*

Рис. 2. Зовнішній вигляд зразків твердого сплаву ВН20, кінцево спечених у вакуумі під впливом одноосьового тиску 0,6 МПа за температури 1400 °С з тривалістю витримування 30 хв: а – попередньо випалено каучук у метановодневому середовищі при температурі 1000 °С (партія 4); б – попередньо випалено каучук у метановодневому середовищі при температурі 1000 °С, проведено нормалізуюче спікання у метановодневому середовищі за температури 1100 °С та попереднє спікання у метановодневому середовищі за температури 1200 °С (партія 5);в – попередньо випалено каучук у метановодневому середовищі за температури 1000 °С, проведено нормалізуюче спікання у метановодневому середовищі за температури 1100 °С, попереднє спікання у метановодневому середовищі за температури 1200 °С та повторне попереднє спікання у вакуумі за температури 1400 °С (партія 6)

Усадку заготовок визначали шляхом вимірювання лінійних розмірів – діаметра і висоти.

Коерцитивну силу $H_{см}$ (кА/м), густину спечених заготовок ρ (г/см^3) та твердість за Роквеллом (шкала А) HRA визначали за стандартною методикою. Вміст вільного вуглецю у структурі сплаву, пористість, характер розподілу нікелевої фази, наявність η_1-фази та розміри зерен карбіду вольфраму – згідно зі стандартними вимогами.

Результати дослідження та їх обговорення

З даних рис. 1, 2 випливає, що з ускладненням режимів попередньої термообробки за незмінного одноосьового тиску та однієї температури спікання коефіцієнт усадки сплаву по висоті збільшується, а по діаметру зменшується і навіть приймає значення менші 1, для яких діаметр зростає.

Фізико-механічні властивості твердого сплаву ВН20 залежно від зміни режимів попереднього спікання в метановодневому середовищі та вакуумі і спеченого у вакуумі без тиску та під дією зовнішнього напруження стискання 0,6 МПа за температури 1400 °С з тривалістю витримування 30 хв наведено в табл. 3.

Дані табл. 3 показують, як змінюється коефіцієнт усадки сплаву, який визначали вимірюванням фактичних лінійних розмірів зразків, залежно від зміни режимів попереднього спікання в метановодневому середовищі та вакуумі і кінцевого спікання у вакуумі без тиску та під дією зовнішнього напруження стискання 0,6 МПа за температури 1400 °С з тривалістю витримування 30 хв. Ці дані підтверджують візуальні спостереження. Дані табл. 3. також

показують, що густина та твердість сплаву монотонно підвищуються, а коерцитивна сила зменшується з ускладненням режимів попереднього спікання сплаву.

Хімічний склад сплаву зі зміною режимів попереднього спікання не змінився і вміст вільного вуглецю становив 0,1–0,2 об.%. Вміст загального вуглецю в порошках, отриманих після подрібнення експериментальних зразків так само не змінився (див. табл. 2). В експериментальних зразках сплавів η_1-фази не виявлено.

Структурний стан твердого сплаву ВН20 залежно від зміни режимів попереднього спікання у метановодневому середовищі та вакуумі і кінцевого спікання у вакуумі без тиску та під дією зовнішнього напруження стискання 0,6 МПа за температури 1400 °С з тривалістю витримування 30 хв наведено в табл. 4. Як бачимо, пористість сплаву, спеченого під дією зовнішнього напруження стискання, зменшилась. Вміст пор розміром до 50 мкм зменшився від 0,04% В-2 до 0,02% А-1; вміст пор розміром 50–100 мкм зменшився від виявленої на шліфі зразка однієї пори розміром 54 мкм до відсутності пор такого розміру. З ускладненням режимів попередньої термообробки сплаву середній розмір зерна WC по перерізу $d_{сер}$ при вільному спіканні збільшився з 1,78 до 2,09 мкм, а при спіканні під дією зовнішнього напруження стискання – з 1,61 до 1,86 мкм. Важливо зауважити, що при всіх режимах попереднього спікання сплаву при спіканні під дією зовнішнього напруження стискання середній розмір по перерізу зерна WC зменшувався. Ця особливість зменшення розміру зумовлена тим, що при спіканні маса сплаву під дією напруження стискання переміщується і не дає можливості спочатку створюватись у сплаві конгломератам зерен карбіду, а в подальшому зрощуватись та збільшуватись. Проаналізувавши характер розподілу зерен WC за розмірами, дійшли висновку, що при спіканні сплаву під дією напруження стискання більшою мірою зберігаються (близько 50%) зерна розміром 1 мкм, що й забезпечує загалом менший розмір зерен у сплаві.

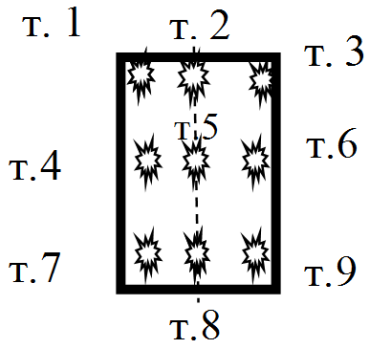


Рис. 3. Схема розміщення точок на перерізі зразка при дослідженні структурного стану твердого сплаву ВН20

Структурний стан сплаву ВН20 досліджували в дев’яти точках шліфа зразка (рис. 3).

У результаті аналізу структурного стану сплаву встановили, що середній розмір по перерізу зерна WC у точках 2, 5 та 8 більший ніж у периферійних точках (1, 3, 4, 6, 7, 9). При цьому з ускладненням режимів попередньої термообробки різниця розмірів зерен зменшується від 9 до 3%. Збільшення середнього розміру зерна WC сплаву в точках 2, 5 та 8 при спіканні під дією зовнішнього напруження стискання забезпечує підвищення міцності та пластичності сплаву. Подальші дослідження з виявлення особливостей зміни міцності сплаву при стисканні повинні підтвердитись розрахунками стереології – збільшенням коефіцієнта суміжності карбідних зерен.

У результаті дослідження структурного стану сплаву також встановили, що в разі вільного спікання при відповідних режимах попередньої термообробки структура сплаву практично не змінюється, за винятком невеликого збільшення середнього розміру по перерізу зерна WC (рис. 4).

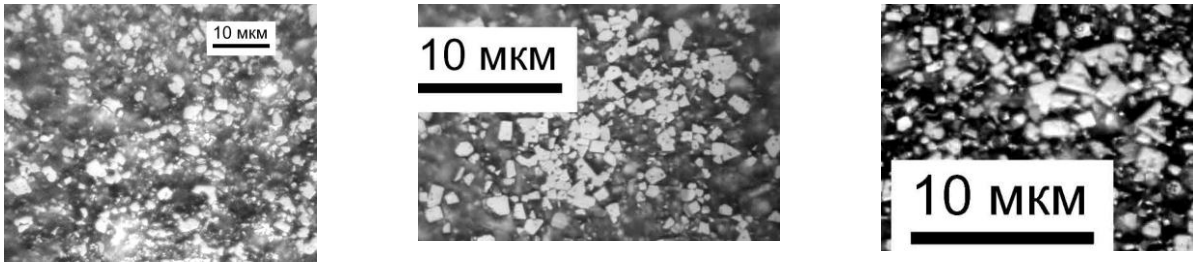
Як і при осадженні пластичної речовини (а твердий сплав ВН20 за вказаної температури стає достатньо пластичним, тому що зв’язка перебуває в рідкому стані), у різних периферійних точках зразка переміщення маси сплаву різне (а отже, можливі різні структурні зміни). При зміні режимів попередньої термообробки в метановодневому середовищі та вакуумі і кінцевому спіканні у вакуумі під дією зовнішнього напруження стискання 0,6 МПа за температури 1400 °С з тривалістю витримування 30 хв структура спеченого твердого сплаву ВН20 змінюється.

Таблиця 3. **Фізико-механічні властивості твердого сплаву ВН20 залежно від зміни режимів попереднього спікання у метановодневому середовищі та вакуумі і кінцевого спікання у вакуумі без тиску та під дією зовнішнього напруження стискання 0,6 МПа за температури 1400 °С з тривалістю витримування 30 хв**

Напруження стискання при кінцевому спіканні, МПа	Температура					Коефіцієнт усадки зразка по		Густина ρ, г/см³	Твердість, HRA	Коерцитивна сила $H_{см}$, кА/м
	випалювання каучуку у метановодневому середовищі, °С	нормалізуючого спікання у метановодневому середовищі, °С	Попереднього спікання у метановодневому середовищі, °С	повторного попереднього спікання у вакуумі, °С	кінцевого спікання у вакуумі, °С	діаметру	висоті			
0	1000	–	–	–	1400	1,19±0,03	1,19±0,03	12,60	81,3	1,1
0	1000	1100	1200	–	1400	1,23±0,03	1,21±0,03	12,65	81,7	1,0
0	1000	1100	1200	1400	1400	1,24±0,03	1,24±0,03	12,70	81,7	1,0
0,6	1000	–	–	–	1400	1,05±0,03	1,67±0,03	13,37	81,9	0,9
0,6	1000	1100	1200	–	1400	0,93±0,03	2,61±0,02	13,42	82,5	0,8
0,6	1000	1100	1200	1400	1400	0,72±0,03	3,35±0,03	13,58	82,5	0,7

Таблиця 4. **Структурний стан твердого сплаву ВН20 залежно від зміни режимів попереднього спікання в метановодневому середовищі та вакуумі і кінцевого спікання у вакуумі без тиску та під дією зовнішнього напруження стискання 0,6 МПа за температур 1400 °С з тривалістю витримування 30 хв**

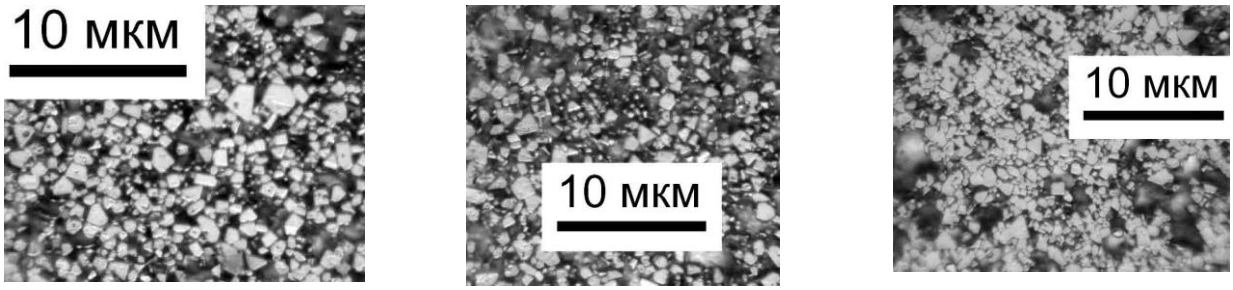
Напруження стискання при кінцевому спіканні, МПа	Температура, °С					Вміст пор розміром до 50 мкм, %	Кількість пор розміром від 50 до 100 мкм	Середній розмір зерна WC по перерізу $d_{сер}$, мкм	Розподіл перерізів зерен WC за розмірами, %				
	випалювання каучуку у метановодневому середовищі	Нормалізуючого спікання у метановодневом у середовищі	Попередньо-го спікання у метановодневому середовищі	повторного попередньо-го спікання у вакуумі	кінцевого спікання у вакуумі				1 мкм	2 мкм	3 мкм	4–5 мкм	6–7 мкм
0	1000	–	–	–	1400	В-2; 0,04	54	1,78	55	24	13	8	–
0	1000	1100	1200	–	1400	В-2; 0,04	–	1,80	45	40	10	4	1
0	1000	1100	1200	1400	1400	А-1; 0,02	–	2,09	36	34	20	10	–
0,6	1000	–	–	–	1400	А-1; 0,02	–	1,61	56	30	12	2	–
0,6	1000	1100	1200	–	1400	А-1; 0,02	–	1,74	50	34	11	5	–
0,6	1000	1100	1200	1400	1400	А-1; 0,02	–	1,86	50	26	16	8	–



а *б* *в*

Рис. 4. Структура твердого сплаву ВН20, вільно кінцево спеченого у вакуумі за температури 1400 °С, залежно від зміни режимів попереднього спікання: а – випалено каучук у метановодневому середовищі за температури 1000 °С (партія 1); б – випалено каучук у метановодневому середовищі за температури 1000 °С, проведено нормалізуюче спікання у метановодневому середовищі за температури 1100 °С та попереднє спікання у метановодневому середовищі за температури 1200 °С (партія 2); в – випалено каучук у метановодневому середовищі за температури 1000 °С, проведено нормалізуюче спікання у метановодневому середовищі за температури 1100 °С, попереднє спікання у метановодневому середовищі за температури 1200 °С та повторне попереднє спікання у вакуумі за температури 1400 °С (партія 3).

З ускладненням режимів попередньої термообробки за незмінного одноосьового тиску та однакової температури спікання структура сплаву значно текстуризується; це виявляється в тому, що у структурі спочатку створюються одиничні орієнтовані ланцюжки переважно з великих зерен WC (зерна розвертаються вздовж напрямку переміщення маси сплаву) (рис. 5 *а, б*), а з ускладненням режимів попереднього спікання утворюються спрямовані «гряди» із зерен WC (рис. 5 *в*). З огляду на виявлені особливості зміни структури сплаву в різних точках при виготовленні сплаву можна планувати умови бажаної зміни структури в потрібних місцях виробу, що спікається.



а *б* *в*

Рис. 5. Структура твердого сплаву ВН20, кінцево спеченого у вакуумі під дією зовнішнього напруження стискання 0,6 МПа за температури 1400 °С з тривалістю витримування 30 хв, залежно від зміни режимів попереднього спікання: а – випалено каучук у метановодневому середовищі за температури 1000 °С (партія 4); б – випалено каучук у метановодневому середовищі за температури 1000 °С, проведено нормалізуюче спікання у метановодневому середовищі за температури 1100 °С та попереднє спікання у метановодневому середовищі за температури 1200 °С (партія 5); в – випалено каучук у метановодневому середовищі за температури 1000 °С, проведено нормалізуюче спікання у метановодневому середовищі за температури 1100 °С, попереднє спікання у метановодневому середовищі за температури 1200 °С та повторне попереднє спікання у вакуумі за температури 1400 °С (партія 6)

Одержані у [2] зразки сплаву ВК15, які спікали під дією зовнішнього напруження стискання тестували щодо сухого тертя по сталі 45. У результаті експерименту встановили

підвищення стійкості експериментальних зразків на 35–40% порівняно з промислово одержаними зразками твердого сплаву ВК15.

Висновки

1. Способом спікання у вакуумі твердого сплаву під дією зовнішнього напруження одноосьового стискання можна відчутно зменшити пористість одержаного сплаву.

2. У разі значної зміни структурного стану спеченого під дією зовнішнього напруження одноосьового стискання сплаву твердість сплаву істотно не змінюється, тобто майже не виходить за межі похибки експерименту. Можливо, зміна стереологічних параметрів вплине на міцність сплавів, але для з'ясування цього питання необхідно провести додаткові дослідження.

3. Хімічний склад сплаву (насамперед вміст у ньому вуглецю) при спіканні під дією зовнішнього напруження одноосьового стискання практично не змінюється.

4. Метод спікання твердих сплавів під дією зовнішнього напруження одноосьового стискання доволі перспективний для виготовлення твердосплавних виробів конструкційного призначення, основа або серцевина яких повинна бути досить пластичною, а периферійна частина зносостійкою (бандажі прокатних валків, дискові ножі, фрези, пили та інший інструмент, що працює здебільшого периферійною частиною).

В работе приведены результаты исследования влияния внешнего одноосевого статического давления при спекании карбидовольфрамового твердого сплава на никелевой связке (80% WC + 20% Ni) ВН20 на изменение структурных и некоторых физико-механических свойств в зависимости от режима предварительного спекания.

Ключовые слова: *твердый сплав, связка, структура, спекание.*

This paper presents the results of investigations of the effect of external uniaxial static pressure during sintering of ВН20 (80% WC + 20% Ni) tungsten carbide hard alloy with nickel binder on structural and some physical and mechanical properties changes in dependence of the regime of the preliminary sintering.

Key word*: hard alloy, binder, structural, sintering.*

Література

1. Спекание твердого сплава ВК15 под действием сжимающего напряжения / В.П. Бондаренко, Н.А. Юрчук // Породоразрушающий и металообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2005. – Вып. 8. – С. 249–255.
2. Бондаренко В.П., Юрчук Н.А. Структурний стан та властивості твердих сплавів ВК6 і ВК15, спечених під зовнішнім одноосьовим тиском // Породоразрушающий и металообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2007. – Вып. 10. – С. 393–400.
3. Ермоленко Н.Ф., Эфрос М.Д. Регулирование пористой структуры оксидных адсорбентов и катализаторов. – Минск: Навука и техника, 1971. – 285 с.
4. Дымов А.М. Технический анализ (Методы определения содержания элементов). – М.: Металлургия, 1964. – С. 31–51.
5. Технологическая инструкция 25000.20063. Приготовление раствора синтетического каучука в бензине. – К.: ИСМ АН УССР, 1979. – 11 с.
6. Технологическая инструкция 25000.20072. Замешивание твердосплавных смесей. – К.: ИСМ АН УССР, 1980. – 10 с.

Надійшла 23.06.14

УДК 621.9.025.7

В. В. Бурыкин, **А. С. Мановицкий**, кандидаты технических наук[1], **В. В. Бурыкин**[2]

[1]Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев
[2]ООО «Деловое партнерство», г. Брянск, Россия

ПОВЫШЕНИЕ ЭФФЕКТИВНОСТИ ОБРАБОТКИ ДЕТАЛЕЙ С ПОКРЫТИЯМИ ИНСТРУМЕНТАМИ ИЗ ПСТМ

Рассмотрены вопросы обработки резанием деталей с хромоникелевыми покрытиями токарными инструментами, оснащенными поликристаллическими сверхтвердыми материалами на основе кубического нитрида бора.

Ключевые слова: *режущая пластина, защитное покрытие.*

В различных областях промышленности часто применяют технологии нанесения покрытий, упрочнения и модификации поверхности для защиты от воздействия окружающей среды, уменьшения трения и износа фрикционных пар, увеличения срока службы обрабатывающего инструмента и повышения эффективности восстановления изношенных деталей. Износ является одной из главных причин, ограничивающих ресурс рабочих поверхностей деталей машин. Интенсивность износа деталей зависит от типа машины, ее мощности, условий эксплуатации, материала деталей, применяемых способов защиты.

Эффективным методом решения задачи обеспечения высоких эксплуатационных характеристик машин и механизмов является нанесение жаропрочных, износо- и коррозионностойких покрытий на рабочие поверхности их деталей с использованием плазменных, электронно-лучевых, детонационных и других технологий. Для упрочнения и восстановления деталей машин широко применяют хромоникелевые порошки типа ПГСР-4, ПГ-10Н-01 [1].

Среди методов нанесения покрытий наиболее оптимальны низкотемпературные процессы (детонационное и плазменное напыления), обеспечивающие минимальное термическое воздействие на материал основы и возможность получения максимальных адгезионных характеристик.

Для обеспечения в результате восстановления высоких эксплуатационных свойств деталей с покрытиями актуальной задачей является совершенствование технологических процессов их обработки.

Низкая обрабатываемость хромоникелевых покрытий является следствием их высокой твердости, большой истирающей способности карбидных и боридных соединений, высокой температуры, возникающей в зоне резания, и других факторов. В таких условиях инструментальные материалы должны обладать высокой твердостью и прочностью в широком диапазоне температуры и нагрузок, достаточной ударной вязкостью, хорошей теплопроводностью, низкой склонностью к адгезии к обрабатываемому материалу и диффузии в него [2].

В настоящее время накоплен богатый производственный опыт использования сверхтвердых материалов [3–5] для обработки труднообрабатываемых покрытий. Наиболее широко в промышленности применяют композиты К10 и киборит.

Цель настоящей работы – повысить эффективность обработки при точении деталей с труднообрабатываемыми покрытиями путем усовершенствования конструкций резцов с механическим креплением режущих пластин ПСТМ на основе КНБ.

Высокая стойкость резцов с механическим креплением режущих пластин из ПСТМ при точении деталей с покрытиями обеспечивается выбором конструктивных характеристик режущей пластины. При условии, что радиусы сопряжений криволинейных образующих

впадин профиля обрабатываемой детали превышают радиус пластины, цилиндрическая форма режущей пластины позволяет обрабатывать сложнопрофильные детали типа тел вращения. Условия прочности режущего клина пластины из ПСТМ требуют наличия угла резания не менее 90°, а соответственно при плоскопараллельных торцах пластины ее необходимо закреплять с обеспечением отрицательного переднего угла. В этом случае достаточный задний угол обеспечивается в весьма узком диапазоне отклонений положения условной вершины резца, перемещающейся при резании по режущей кромке инструмента, примерно в секторе ±30° относительно продольной оси резца. При обработке деталей сложного профиля условная вершина резца перемещается и по образующей профиля, и непосредственно по режущей кромке. В этом случае важно выполнить условия постоянства передних и задних углов резца в любой точке образующей поверхности вращения сложного контура, что не обеспечивается резцами с фиксированными передним углом и углом наклона режущей кромки. Для выполнения указанных условий разработаны специальные режущая пластина из ПСТМ (рис. 1) и конструкция узла крепления режущей пластины в державке резца (рис. 2) [6]. Опорная поверхность режущей пластины коническая, устанавливается в соответствующее коническое гнездо на державке резца. За счет поворота в гнезде режущая пластина имеет четыре – пять периодов стойкости.

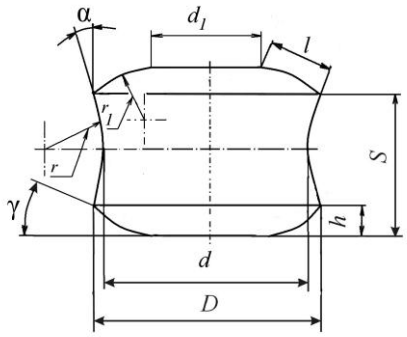


Рис. 1. Схема двусторонней тороидальной режущей пластины из ПСТМ

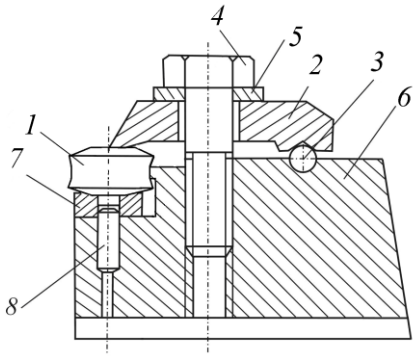


Рис. 2. Конструкция резцовой державки: 1 – режущая пластина; 2 – прижим; 3 – опорный шарик; 4 – винт; 5 – шайба; 6 – корпус; 7 – сепаратор; 8 – штифт

В целях упрочнения режущего клина пластины и упрощения профилирования заточных алмазных кругов при формировании передней и задней поверхностей круглых режущих пластин как вариант предлагается выполнять переднюю и заднюю поверхности режущей пластины тороидальной формы.

В случае применения таких пластин инструмент имеет неплоскую переднюю поверхность, что существенно влияет на процесс стружкообразования, изменяет угол схода стружки и условия деформирования в зоне резания. Фактически в этом случае имеется передняя поверхность с переменным передним углом в зависимости от толщины и ширины среза. В этой связи при точении изменится площадь контактных участков инструмента.

Механическое крепление режущей пластины осуществляется прижимом, который хвостовиком опирается на шарик. Режущая пластина устанавливается в коническое гнездо сепаратора в державке.

Наряду с преимуществами резцов, оснащенных режущими пластинами предлагаемой конструкции, имеются некоторые сложности как изготовления, так и использования такого инструмента. При изготовлении описанных пластин предъявляются повышенные требования к оборудованию, оснастке и шлифовальному инструменту, поскольку возникает необходимость вышлифовывания тороидальных или конических поднутрений на периферии пластины. В этом случае необходимо обеспечивать более высокую точность правки формообразующего алмазного круга, а также осевые перемещения затачиваемой пластины для получения качественной

режущей кромки. При эксплуатации резцов, оснащенных тороидальными пластинами, необходимо более точное позиционирование резца по высоте относительно продольной оси обрабатываемой детали, особенно большого диаметра, во избежание затирания задней поверхности нерабочего участка пластин и обрабатываемой заготовки.

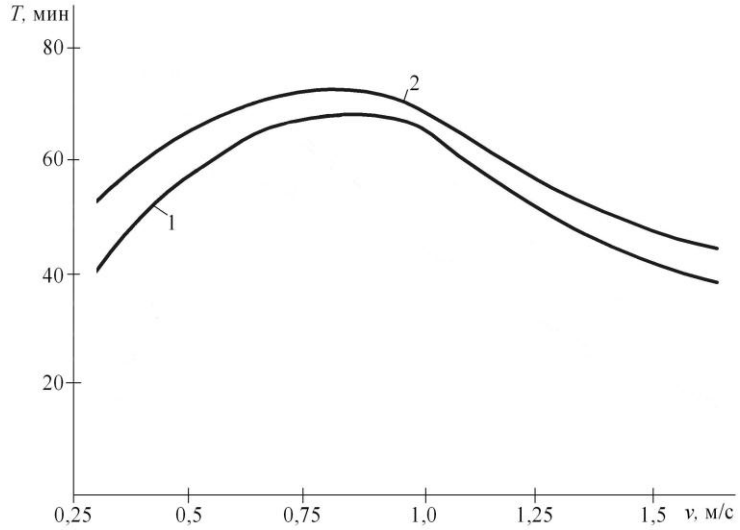


Рис. 3. Зависимости стойкости резцов от скорости резания при чистовом точении напыленного покрытия ПГ-10Н-01 (S = 0,1 мм/об.; t = 0,2 мм до $h_з$ = 0,4 мм): 1 – ПСТМ цилиндрической формы; 2 – ПСТМ тороидальной формы

Проверка разработанного инструмента показала надежное закрепление режущей пластины и высокую работоспособность в эксплуатации. Стойкость резцов, оснащенных режущими пластинами из ПСТМ цилиндрической и тороидальной форм, от скорости резания при чистовом точении покрытия ПГ-10Н-01 показаны на рис. 3.

Результаты комплексного исследования показали высокую работоспособность инструмента из ПСТМ при обработке хромоникелевых покрытий с использованием режущей пластины тороидальной формы. Оптимальные режимы резания хромоникелевых покрытий без применения СОТС режущим инструментом, оснащенным композитом тороидальной формы, следующие: v = 2,5–3,0 м/с; S = 0,07–0,12 мм/об.; t = 0,2–0,5 мм.

Выводы

В результате исследований разработаны новые конструкции резцов с пластинами из ПСТМ тороидальной формы для обработки восстановленных деталей, обеспечивающих постоянство геометрических параметров режущей части инструмента на всех участках обтачиваемого профиля независимо от угла наклона образующей обтачиваемого профиля детали и радиуса режущей пластины.

Розглянуто питання оброблення різанням деталей з хромонікелевими покриттями токарними інструментами, оснащеними полікристалічними надтвердими матеріалами на основі кубічного нітриду бору.

Ключові слова: *різальна пластина, захисне покриття.*

The subjects of parts coated by nickel-chromium compositions machining with cutters of polycrystalline superhard materials is disclosed in article.

Key words: *indexable insert, protective coating.*

Литература

1. Обробка деталей при відновленні і зміцненні: навч. посіб. / Ю.О. Харламов, С.А. Клименко, М.А. Будаг'янц, Л.Г. Полонський. – Луганськ: СНУ ім. Даля, 2007. – 500 с.
2. Сверхтвердые материалы. Получение и применение: в 6 т. – Т. 5. Обработка материалов лезвийным инструментом / под ред. С.А. Клименко; // под общ. ред. Н.В. Новикова. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2006. – 316 с.
3. Обработка износостойких покрытий / под общ. ред. Ж.А. Мрочека. – Минск: Дизайн ПРО, 1997. – 208 с.

4. Обработка резанием деталей с покрытиями / под общ. ред. С.А. Клименко. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2011. – 353 с.
5. Новиков Н.В. Инструменты с поликристаллическими сверхтвердыми материалами в технологиях механической обработки / Н.В. Новиков, С.А. Клименко // Процеси механічної обробки в машинобудуванні. – 2011. – № 10. – С. 3–22.
6. Пат. на корисну мод. № 86652. Осесиметрична різальна пластина / Н.В. Новиков, С.А. Клименко, О.С. Мановицький та ін. // Промислова власність. – 2014. – Бюл. № 1.

Поступила 26.05.14

УДК 621.923

В. І. Лавріненко, д-р техн. наук, **О. А. Дєвицький**, **Б. В. Ситник**, **В. Г. Полторацький**[1], **В. Ю. Солод**, канд. техн. наук[2]

[1]*Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, м. Київ*
[2]*Дніпродзержинський державний технічний університет, Україна*

ОЦІНЮВАННЯ ЗНОСОСТІЙКОСТІ АЛМАЗНИХ ШЛІФУВАЛЬНИХ КРУГІВ ІЗ ВВЕДЕННЯМ ЗЕРНИСТИХ ДОМІШОК ДО РОБОЧОГО ШАРУ ПРИ ШЛІФУВАННІ ТВЕРДОГО СПЛАВУ

Досліджено можливість використання напруженості електростатичного поля шламу як оцінювального критерію, за значенням якого можна судити про зносостійкість алмазних кругів із введенням до робочого шару зернистих домішок. Показано, що для зниження інтенсивності електризації в зоні шліфування і, як наслідок, підвищення зносостійкості шліфувальних кругів, заміну алмазних зерен в їх робочому шарі необхідно проводити за рахунок компактів мікропорошків КНБ і зернистого мінерального концентрату рутилу .

Ключові слова: *круги з надтвердих матеріалів, абразивне оброблення, електричні явища, що супроводжують шліфування.*

У сучасних умовах важливо застосовувати ефективні абразивні інструменти з надтвердих матеріалів (НТМ). Проте при продуктивному шліфуванні важкооброблюваних матеріалів не завжди вдається забезпечити необхідну різальну здатність такого інструменту і водночас уникнути значних витрат зерен НТМ. З огляду на це важливо застосовувати інструмент зі зміненими характеристиками робочого шару, що сприятиме підвищенню зносостійкості шліфувальних кругів.

Слід зауважити, що шліфування супроводжується трибоелектризацією, яка виникає внаслідок фрикційного контакту робочого шару інструменту та оброблюваної деталі. Цей ефект безпосередньо пов’язаний зі зносостійкістю кругів з НТМ, оскільки при шліфуванні внаслідок накопичення надлишкового заряду знос посилюється. Однією з характеристик, що визначає електризацію при шліфуванні, є напруженість електростатичного поля, створеного зарядами, що накопичуються на поверхні інструменту, деталі та шламі.

Мета цієї роботи – визначити можливість оцінювання зносостійкості алмазних шліфувальних кругів із введенням до робочого шару зернистих домішок при шліфуванні твердого сплаву за рахунок використання у якості оцінювального критерію напруженості електростатичного поля шламу.

У дослідженні напруженість електростатичного поля фіксували безконтактно вимірювачем параметрів електростатичного поля ИПЭП-1, який встановлювали на постійній

відстані до вимірювального об'єкта, на якому накопичувались заряди. Взаємозв'язок напруженості електростатичного поля та заряду, який створює це поле, можна визначити за формулою [1]:

$$E = K \cdot q,$$

де $K = \frac{1}{4\pi\varepsilon_0 r^2} = 2{,}2 \cdot 10^{13}$ В/(м·Кл) – коефіцієнт, $\varepsilon_0 = 8{,}85 \cdot 10^{-12}$ Ф/м – електрична стала, r = 20 мм – постійна відстань до об'єкта вимірювання.

Зносостійкість алмазних кругів оцінювали за напруженістю електростатичного поля продуктів шліфування (шламу), оскільки вони містять мікрочастинки як оброблюваного матеріалу, так і робочого шару алмазно-абразивного інструменту [2].

Оскільки на електризацію при обробленні впливає введення до абразивного шару інструменту домішок, на першому етапі визначали взаємозв'язок зносостійкості шліфувальних кругів та напруженості електростатичного поля шламу при шліфуванні твердого сплаву ВК6 алмазними кругами форми 12А2-45º, габаритних розмірів 125х5х3х32 на полімерному зв'язуючому В2-08 з концентрацією алмазних зерен 100%, а також із заміною 25% зерен від загальної концентрації на компакти мікропорошків кубічного нітриду бору (КНБ) зернистістю 160/125, попередньо металізовані нікелем (КМ 3/1)$_{метал.}$. Під час шліфування визначали напруженість електростатичного поля шламу, а також з метою оцінювання зносостійкості інструменту лінійним методом відносні витрати різальних зерен. Результати дослідження наведено в табл. 1.

Проаналізувавши дані табл. 1, зауважимо, що при шліфуванні твердого сплаву ВК6 алмазними кругами із введенням до робочого шару компактів мікропорошків КНБ напруженість електростатичного поля шламу, що характеризує електризацію при обробленні, знижується. Кореляційні залежності відносних витрат НТМ у шліфувальних кругах від напруженості електростатичного поля шламу показано на рис. 1.

Таблиця 1. **Зв'язок відносних витрат зерен НТМ з напруженістю електростатичного поля та продуктивністю оброблення**

Характеристика НТМ	Продуктивність оброблення Q, мм^3/хв	Напруженість електростатичного поля шламу $\|E\|$, кВ/м	Відносні витрати зерн НТМ q_p, мг/г
АС6 125/100–100%	106,5	2,0	2,90
	177,5	1,9	8,15
	266,25	1,7	5,64
	355	2,2	8,67
	532,5	2,1	21,72
	710	2,5	23,04
АС6 125/100–75%+(КМ 3/1)$_{метал.}$–25%	106,5	1,7	1,40
	177,5	1,1	2,82
	266,25	1,4	3,60
	355	1,9	6,05
	532,5	1,9	15,14
	710	2,2	19,79

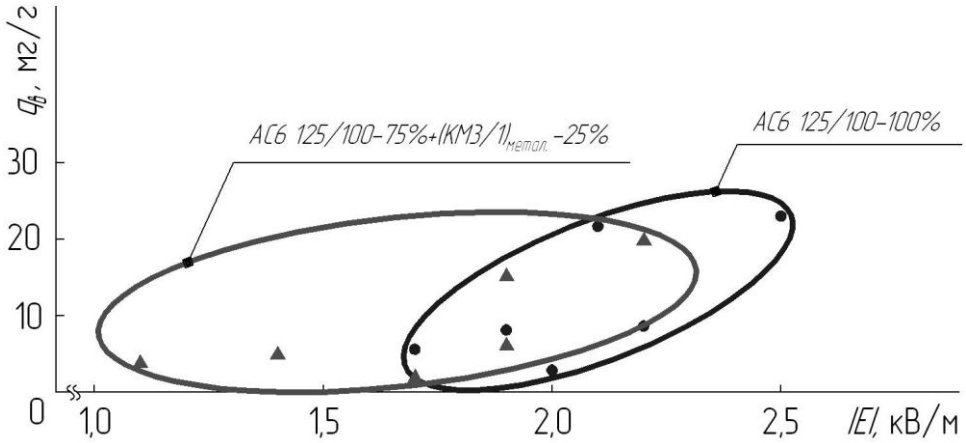


Рис. 1. Кореляційні залежності відносних витрат НТМ в алмазних кругах від напруженості електростатичного поля шламу

Згідно з рис. 1 із введенням до абразивного шару алмазних кругів компактів мікропорошків КНБ знижується напруженість електростатичного поля шламу та відповідно підвищується зносостійкість інструменту. Вищій напруженості електростатичного поля шламу відповідають більші відносні витрати НТМ, що підтверджує можливість її застосування як оцінювального критерію зносостійкості алмазно-абразивного інструменту.

Одним з випадків підвищення зносостійкості шліфувальних кругів є зміна структури робочого шару шляхом введення зернистих мінеральних концентратів [3]. До робочого шару шліфувального інструменту вводили зернисті мінеральні концентрати вітчизняного виробництва: рутил (TiO_2), ільменіт ($Fe_2O_3 \cdot TiO_2$), дистен ($Al_2[SiO_4]O$), циркон ($Zr[SiO_4]$), ставроліт ($Fe_2Al_9[SiO_4]O_7(OH)$) та кварц (SiO_2).

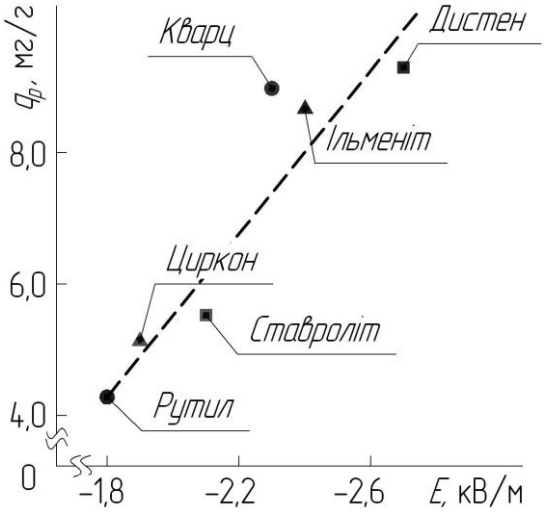


Рис. 2. Зв'язок між напруженістю електростатичного поля шламу та відносними витратами зерен при застосуванні алмазних шліфувальних кругів із введенням зернистих мінеральних концентратів

Твердий сплав Т15К6 шліфували кругами форми 12А2-45º, габаритних розмірів 125х5х3х32 на полімерному зв'язуючому В2-08 із введенням до робочого шару зернистих домішок при продуктивності оброблення Q = 500 мм^3/хв.

Зв'язок між напруженістю електростатичного поля шламу та відносними витратами НТМ при шліфуванні алмазними кругами з введенням до робочого шару зернистих мінеральних концентратів показано на рис. 2.

З даних рис. 2 випливає, що вищій напруженості електростатичного поля шламу відповідають більші відносні витрати НТМ. Отже, для зниження інтенсивності електризації в зоні шліфування і як наслідок підвищення зносостійкості шліфувальних кругів частково алмазні зерна в їх робочому шарі необхідно замінювати зернистим мінеральним концентратом рутилу.

Для додаткової перевірки зробленого висновку здійснили оцінне дослідження напруженості електростатичного поля шламу при шліфуванні твердого сплаву Т15К6 з різною продуктивністю оброблення для двох кругів з робочими шарами: АС6 125/100–В2-08–100 та АС6 125/100–75%+Рутил–25%–В2-08 (табл. 2).

Таблиця 2. **Залишкова напруженість електростатичного поля шламу при шліфуванні твердого сплаву Т15К6 за різної продуктивності шліфування**

Продуктивність шліфування Q, мм^3/хв	Залишкова напруженість електростатичного поля шламу $\|E\|$, кВ/м	
	АС6 125/100–100–В2-08	АС6 125/100–75%+Рутил–25% – В2-08
100	0,6	0,2
200	1,1	0,9
300	1,4	1,3
400	1,9	1,6
500	2,1	1,8

Результати аналізу даних табл. 2 свідчать, що із підвищенням продуктивності оброблення підвищується напруженість електростатичного поля шламу, але при цьому завжди вміст рутилу в робочому шарі призводить до її зниження, а це означає, що знос кругів з рутилом нижчий, ніж звичайних алмазних кругів. Для перевірки цього припущення дослідили зносостійкість зазначених шліфувальних кругів при шліфуванні твердого сплаву Т15К6 за продуктивності оброблення 500 мм^3/хв (поперечна подача – 0,1 мм/пдв.х). Результати дослідження показали, що відносні витрати алмазів при шліфуванні звичайними алмазними кругами для таких умов становили 8,4 мг/г, для кругів з рутилом у робочому шарі – 6,9 мг/г, що й прогнозували згідно з даними табл. 2.

Отже, з наведеного випливає, що при шліфуванні варто слідкувати за напруженістю електростатичного поля, оскільки вона є певним оцінювальним критерієм, за яким можна судити про зносостійкість кругів з НТМ. До переваг такого методу оцінювання зносостійкості інструменту належить те, що напруженість електростатичного поля вимірюється безконтактно, а це сприяє відмовленню від застосування додаткового громіздкого обладнання чи введення безпосереднього контакту в зону шліфування. Вимірювання напруженості електростатичного поля шламу за допомогою ИПЭП-1 не потребує подальших розрахунків та використання додаткового обладнання.

Висновки

Вищій напруженості електростатичного поля шламу відповідають більші відносні витрати НТМ, що підтверджує можливість її застосування як оцінювального критерію зносостійкості алмазно-абразивного інструменту.

Введення компактів мікропорошків КНБ до абразивного шару алмазних кругів зумовлює зниження напруженості електростатичного поля шламу та відповідно підвищення зносостійкості інструменту.

Для зниження інтенсивності електризації в зоні шліфування і, як наслідок, підвищення зносостійкості шліфувальних кругів алмазні зерна в робочому шарі слід замінювати на зернистий мінеральний концентрат рутилу.

Исследована возможность использования напряженности электростатического поля шлама в качестве оценочного критерия, по значению которого можно судить о износостойкости алмазных кругов с введением в рабочий слой зернистых примесей. Показано, что для снижения интенсивности электризации в зоне шлифования и, как следствие, повышения износостойкости шлифовальных кругов, замену алмазных зерен в их рабочем слое необходимо проводить за счет микропорошков КНБ и зернистого минерального концентрата рутила.

Ключевые слова: *круги из сверхтвердых материалов, абразивная обработка, электрические явления, сопровождающие шлифование.*

The possibility of using the magnitude of the electrostatic field of sludge as an assessment criterion, the magnitude of which can be seen on the wear resistance of diamond wheels with the introduction of the working layer of granular impurities. Shown to reduce the intensity electrization in the grinding zone and, as a consequence, to improve the durability of the replacement of grinding wheels diamond grains in their working layer should be carried out by CBN compacts micropowders and granular mineral concentrate rutile.

Key words: *wheels of SHM, abrasive grinding, electrical phenomena accompanying the process of grinding.*

Література

1. Підвищення ефективності шліфування матеріалів кругами з НТМ врахуванням електричних явищ, що супроводжують абразивну обробку // Автореф. дис. канд. техн. наук. / О.А. Дєвицький – К., 2014. – 20 с.
2. Вплив функціональних домішок у робочому шарі кругів з надтвердих матеріалів та покриттів зерен на процеси електризації при шліфуванні / В.І. Лавріненко, О.А. Дєвицький, Б.В. Ситник та ін. // Процеси механічної обробки в машинобудуванні: зб. наук. пр. ЖДТУ. – Житомир: ЖДТУ, 2010. – Вип. 9. – С. 92–98.
3. Исследование возможностей эффективного использования минеральных зернистых концентратов в качестве опорных элементов в рабочем слое алмазных кругов / В.И. Лавриненко, В.Ю. Солод, Б.В. Сытник и др. // Сверхтвердые матер. – 2012. – № 1. – С. 75–83.

Надійшла 03.06.14

УДК 621.941:534.647

Л. Н. Девин, д-р техн. наук, **А. А. Осадчий**, канд. техн. наук, **С. В. Рычев**[1], **А. В. Смерчинский**[2]

[1]*Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев*
[2]*Национальный технический университет Украины «Киевский политехнический институт»*

УЧЕТ АНИЗОТРОПИИ КРИСТАЛЛОВ АЛМАЗА ПРИ РАСЧЕТЕ ВЕРОЯТНОСТИ РАЗРУШЕНИЯ РЕЗЦОВ ИЗ НИХ

Исследована вероятность разрушения резцов из монокристаллов алмаза с учетом их анизотропии при тонком косоугольном точении алюминиевых сплавов. Приведены результаты расчета вероятности разрушения резцов из монокристаллов алмаза при различных значениях скорости резания и угла наклона режущей кромки.

Ключевые слова*: монокристаллы алмаза, анизотропия, вероятность разрушения, косоугольное точение, алюминиевые сплавы.*

Алмазные монокристаллы наиболее эффективно применяют в резцах для чистовых операций при обработке деталей из цветных сплавов [1]. Традиционные операции, для которых используют алмазные резцы – чистовые, т.е. алмазное тонкое или микроточение. При чистовой обработке сила резания не значительна, однако напряжение, возникающее в остро заточенном лезвии резца, может быть высоким. Кроме того, с учетом высокой хрупкости алмаза, его анизотропии и сравнительно незначительной прочности при растяжении [2] даже небольшие вибрации могут способствовать сколу вершины резца. В этой связи целесообразно оценить вероятность разрушения (сколов) вершины такого резца с учетом анизотропии его свойств.

Цель работы - количественно оценить вероятность разрушения резцов из алмазных монокристаллов с учетом их анизотропии при изменении скорости резания и угла наклона режущей кромки резца при косоугольном точении алюминиевых сплавов.

Напряжение, возникающее в опасных точках вершины резца при точении, обозначим S_R, прочность монокристалла алмаза при растяжении и сжатии – соответственно $S_\text{р}$ и $S_\text{с}$. В процессе обработки за счет неоднородности свойств материала детали и нестационарности процесса стружкообразования величина силf резания колеблется. С учетом этого максимальное напряжение в опасных точках резца на протяжении резания обозначим $S_R^{\max}$ [3].

Прочность монокристалла алмаза характеризуют средний предел прочности при растяжении и сжатии и среднеквадратические отклонения σ_{Sp}, σ_{Sc} [4]. Для учета анизотропии алмаза прочность со стороны передней грани [001] обозначим $S_p^{[001]}$ и $S_c^{[001]}$, со стороны задней [111] – соответственно $S_p^{[111]}$ и $S_c^{[111]}$.

Для упрощения расчетов допустим, что распределение прочности $S_\text{р}$ и $S_\text{с}$ подчиняется нормальному закону (рис. 1) [5].

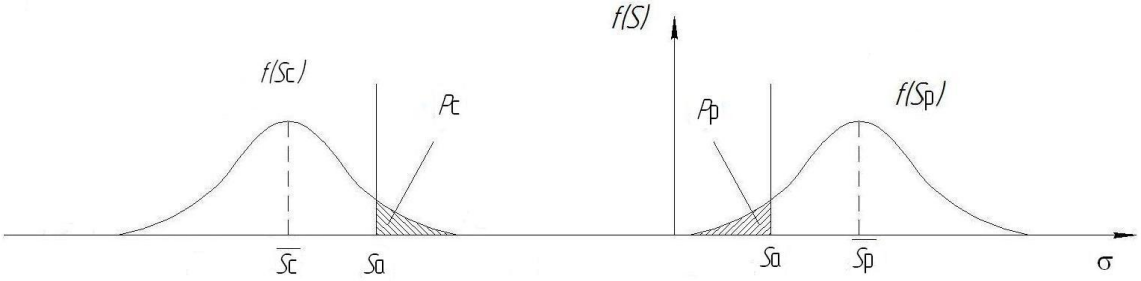


Рис.1. Дифференциальная функция распределения $S_\text{р}$ и $S_\text{с}$

Вероятность разрушения резца P равна площади фигуры, образованной пересечением $S_R^{\max}$ с одной из функций распределений прочности при растяжении $f(S_\text{р})$ и сжатии $f(S_\text{с})$ [5]. Тогда $P = \int_0^{S_a} f(S_\text{р})dS$ для растягивающего напряжения, $P = \int_{S_a}^{0} f(S_\text{с})dS$ – для сжимающего, где S_a – напряжение, соответствующее точке A пересечения дифференциальной функции $f(S_\text{р})$ или $f(S_\text{с})$ (в зависимости от знака) с максимальным напряжением при резании $S_R^{\max}$.

Напряжение на передней и задней гранях резца рассчитываем по формуле [6; 7]

$$S_R = -\frac{2R}{br}\left\{\frac{\cos\left[\nu_0 - \left(\frac{\beta}{2}+\gamma\right)\right]\cos\left[\theta - \left(\frac{\beta}{2}+\gamma\right)\right]}{\beta + \sin\beta} + \frac{\sin\left[\nu_0 - \left(\frac{\beta}{2}+\gamma\right)\right]\sin\left[\theta - \left(\frac{\beta}{2}+\gamma\right)\right]}{\beta - \sin\beta}\right\},$$

где r, θ – полярные координаты; R – равнодействующая сила резания; b – ширина среза; γ – угол резца соответственно передний и задний; υ_0 – угол, определяющий направление оси резания; β – угол заострения резца.

С учетом анизотропии свойств алмаза [8] в расчетах приняли $S_\text{р}^{[001]} = 150$ МПа, $S_\text{р}^{[111]} = 200$ МПа, $S_\text{с}^{[001]} = 1800$ МПа, $S_\text{с}^{[111]} = 1960$ МПа.

Для измерения сил резания при тонком косоугольном точении монокристаллами алмаза в ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины использовали автоматизированную систему измерения сил резания [9]. Блок-схема аппаратной части системы показана на рис. 2.

Для экспериментов по косоугольному точению разработали специальную конструкцию резцедержателя, позволяющую поворачивать режущую кромку резца на угол λ (рис. 3). Для

точения использовали резцовую вставку с монокристаллом синтетического алмаза фирмы «De Beers» массой 0,1 карат с ориентацией {111}. Монокристалл алмаза закрепляли в режущей вставке *1* методом пайки. Кристалл затачивали на станке ЗАР3637. Доводку осуществляли на чугунном притире, шаржированном алмазным порошком марки АМ 40. Геометрия резца после доводки следующая: радиус при вершине – 1 мм, углы $\gamma = 0°$, $\alpha = 1{,}5°$.

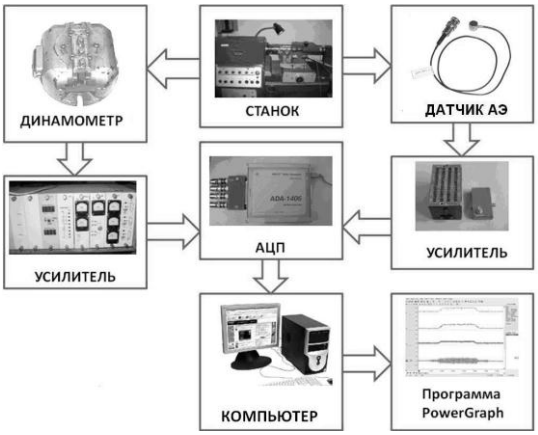


Рис. 2. Блок-схема автоматизированной измерительной системы

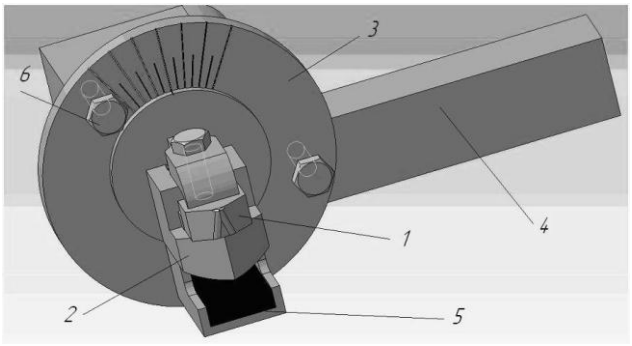


Рис. 3. Схема державки резца для косоугольного резания

Автоматизированная система измерения составляющих силы резания включала универсальный динамометр УДМ-100 конструкции ВНИИ(Россия), разработанный в ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины тензоусилитель «Топаз», АЦП ADA 1406 фирмы “HOLIT Data Systems” и персональный компьютер. Управление АЦП, регистрацию и предварительную обработку экспериментальных данных для сигнала АЭ и силы резания выполняли с помощью программы PowerGraph.

Силу резания исследовали с использованием высокоточного токарного станка ТПК-125ВМ с бесступенчатым регулированием частоты вращения шпинделя главного движения от 100 до 2400 об./мин. Применяли торцевое точение, обрабатываемый материал – алюминиевый сплав АМг6.

Поскольку сила резания была незначительна и соизмерима с возникающей от вибраций шпинделя и механизма подачи, приняли дополнительные меры по уменьшению вибраций путем ревизии и смазки подшипников. Датчики виброускорений (акселерометры) крепили к подшипникам привода шпинделя и подшипников привода коллектора передней бабки, а также на двухкоординатном суппорте.

Подшипники передней бабки смазывали консистентной смазкой ЦИАТИМ–201 согласно ГОСТ 6267-74. Заменяли смазку путем заполнения полостей трущихся пар согласно техническому паспорту станка. Трущиеся пары ходовых винтов и зубчатых колес редуктора электродвигателя РД-09 смазывали маслом «Индустриальное» И-20А (ГОСТ 20799-75) через специальные заливные отверстия, используя для этого пресс-масленку.

Виброускорение в подшипниках измеряли при частоте вращения 100–2500 об./мин. Зависимости среднеквадратического виброускорения от частоты вращения шпинделя до и после ревизии показаны на рис. 4, от перемещения суппорта – на рис. 5.

Виброускорение на двухкоординатном суппорте измеряли при частоте вращения шпинделя $n = 500$ об./мин., поперечной подаче $S = 30$ мм/мин. и продольной $S = 60$ мм/мин.

Как видим, с применением смазки в ключевых узлах станка амплитуда вибраций уменьшилась в 1,2–2,1 раза.

Максимальные значения составляющих силы резания показаны на рис. 6.

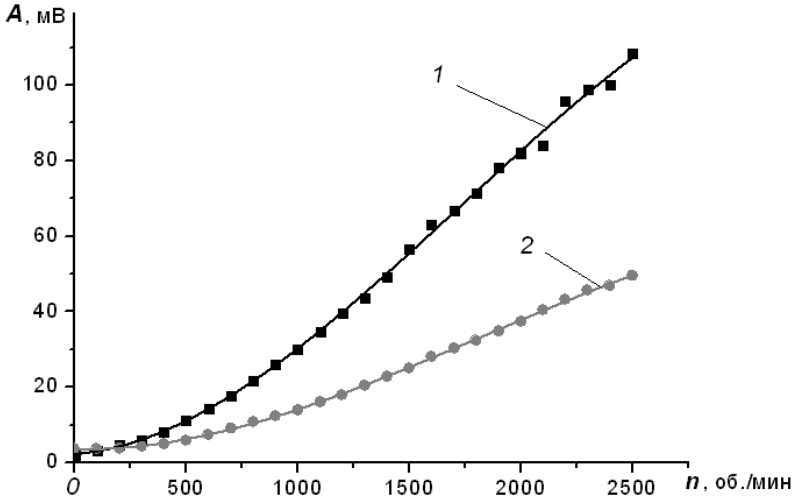
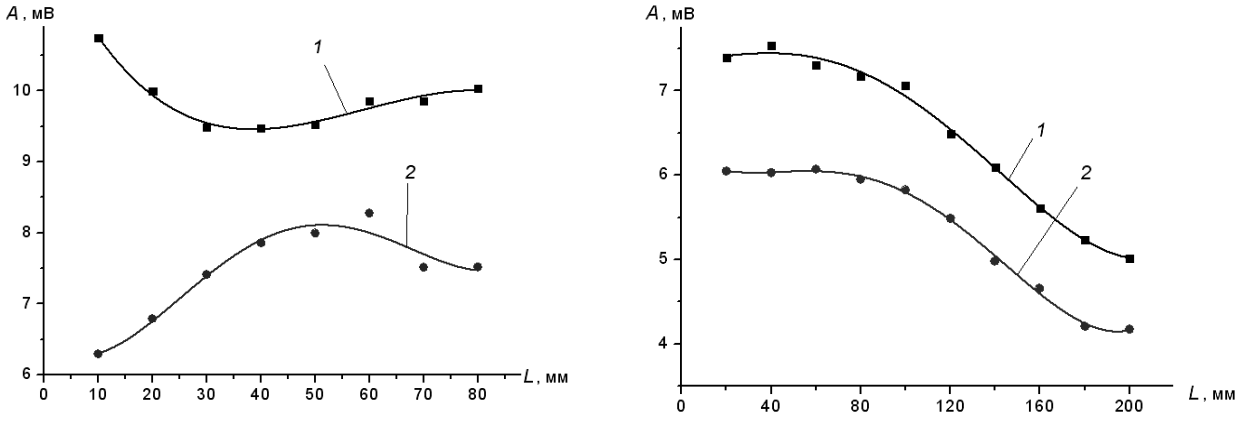
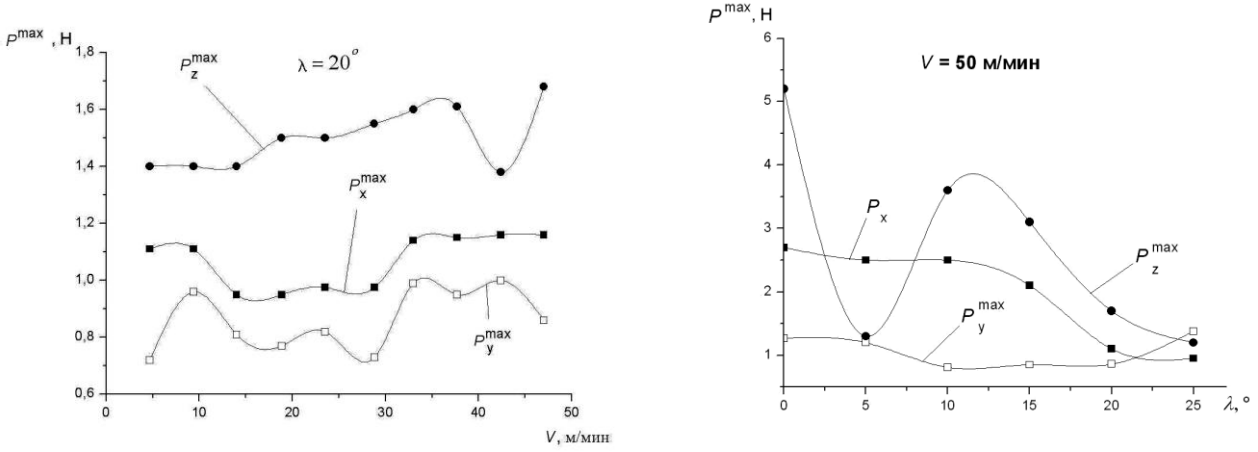


Рис. 4. Зависимости среднеквадратического значения виброускорения от частоты вращения шпинделя подшипников привода шпинделя: 1 – до смазки; 2 – после смазки



а *б*

Рис. 5. Зависимости среднеквадратических значений виброускорений от перемещения суппорта при подаче поперечной (а) и продольной (б): 1 – до смазки; 2 – после смазки



а *б*

Рис. 6. Зависимости составляющих силы резания от скорости резания V (а) и угла λ (б)

По полученным максимальным значениям силы резания рассчитали максимальное напряжение на гранях резца (рис. 7).

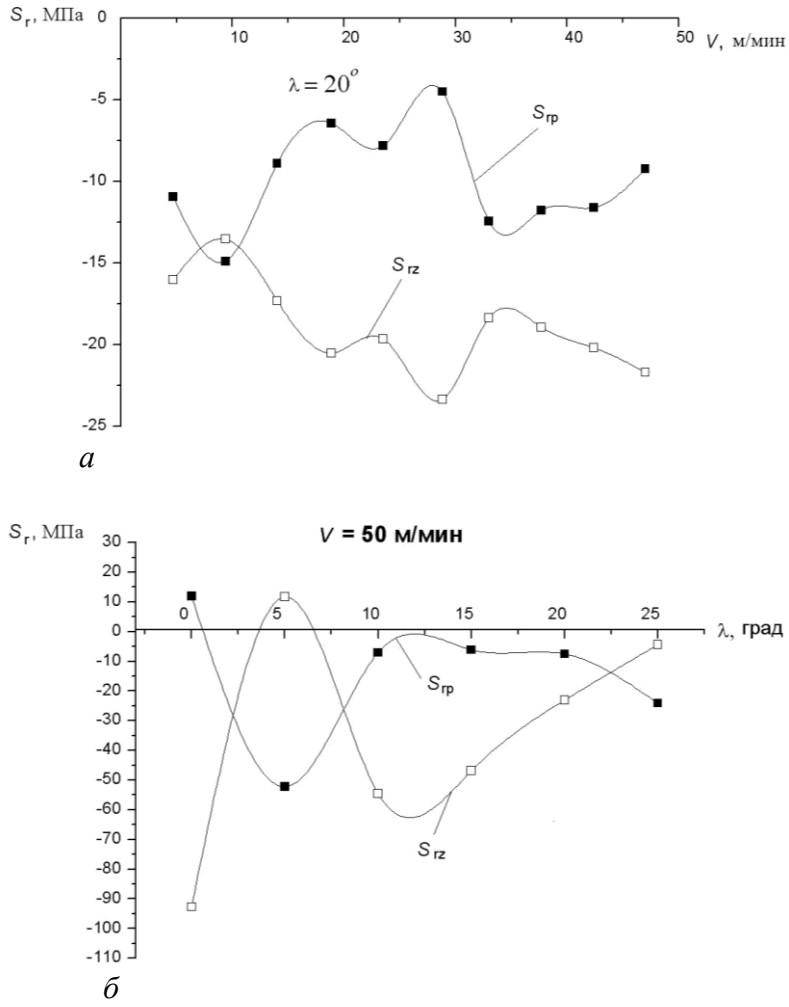


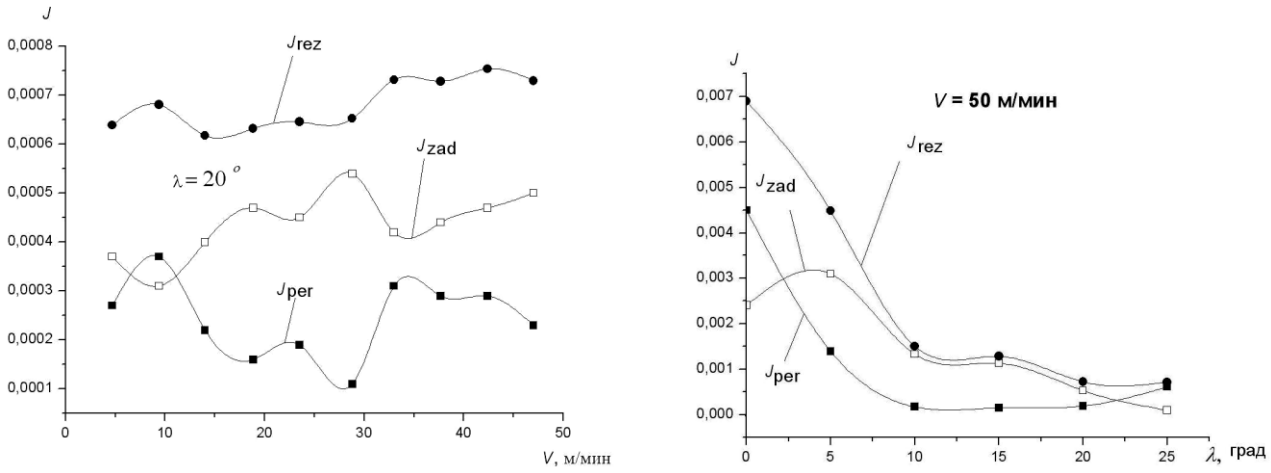
Рис.7. Зависимости напряжения на передней S_p и задней S_z гранях резца от скорости резания при λ = 20° (а) и от угла λ (б)

Поскольку в период стойкости резца могла разрушиться его передняя или задняя грань, для расчета вероятности разрушения напряжения на гранях резца сравнивали с соответствующим каждой грани пределом прочности при растяжении и сжатии, которые вследствие анизотропии алмаза различались.

Кроме того, поскольку вероятности разрушения передней и задней граней резца являются независимыми случайными величинами, вероятность его разрушения в целом рассчитывали по формуле $P = P_п + P_з – P_п P_з$ [10].

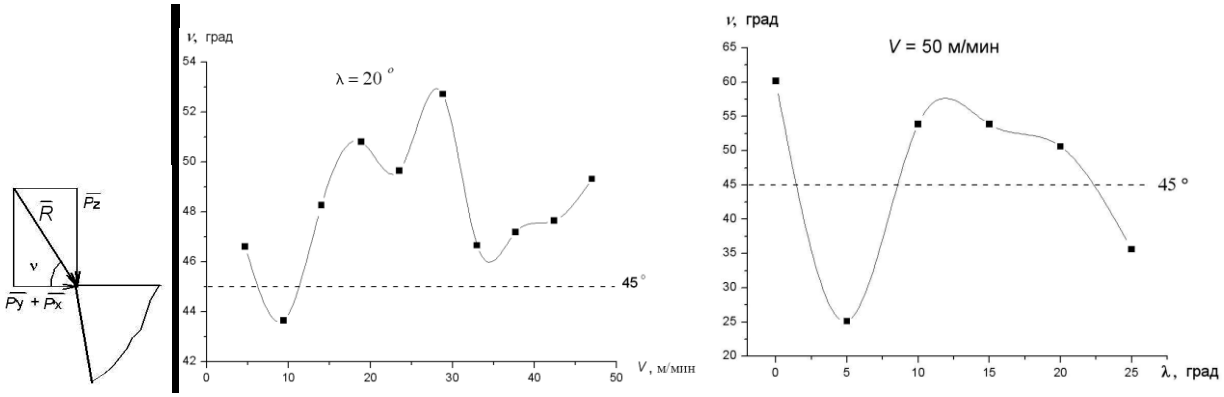
Зависимости вероятности разрушения резцов J, от скорости резания и угла λ показаны на рис. 8.

Как видим вероятность разрушения задней грани резца больше, чем передней и усиливается с повышением скорости резания. Только при V = 10 м/мин и λ = 20° (рис. 7*б*) вероятность разрушения задней грани ниже, чем передней. Для выяснения причин этого составили графики изменения угла ν от скорости и угла наклона режущей кромки (рис. 9). Из данных рис. 9 следует, что при любой скорости, кроме V = 10 м/мин угол, ν > 45° и вектор равнодействующей направлен к задней грани резца, что способствует увеличению напряжения на задней его грани. Именно в этой связи резко увеличивается вероятность сколов задней грани резца при V = 10 м/мин (рис. 9 *а*).



а *б*

Рис. 8. Зависимости разрушения резцов J от скорости резания при λ = 20° (а) и угла λ при скорости 50 м/мин (б)



а *б* *в*

Рис. 9. Графики изменения составляющих, равнодействующей силы резания R (а) и угла ν , определяющего напряжение при повышении скорости резания (б) и изменении угла λ (в)

Изменение угла наклона режущей кромки λ также существенно влияет на изменение угла ν (рис. 9 *в*) и при ν > 45° вектор равнодействующей направлен к задней грани резца, что также способствует повышению напряжения на задней его грани (рис. 7 *б*) и усилению вероятности сколов этой грани резца при λ = 0°. Высокая вероятность разрушения при *V* = 10 м/мин и *λ* = 0° связана с появлением растягивающего напряжения на передней грани резца (рис. 7 *б*).

Выводы

Таким образом, с учетом анизотропии прочности монокристалла алмаза, возможно, более точно определить влияние скорости резания и угла наклона режущей кромки резца при тонком косоугольном точении алюминиевых сплавов на вероятность разрушения резцов.

Установлено, что вероятность сколов на задней грани резца при повышении скорости резания от 15 до 50 м/мин повышается в 1,5 – 2 раза, а в случае косоугольного резания при увеличении угла λ от 0 до 10° в 3 раза снижается общая вероятность сколов. Максимальная вероятность сколов наблюдалась при λ = 0° вследствие появления растягивающего напряжения на передней грани резца.

Выявленные закономерности позволяют более обоснованно выбирать режимы резания и угол наклона резца из синтетических алмазов при тонком точении.

Выражаем благодарность сотрудникам лаборатории 18/1 ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины Н.Е. Стахниву и В.Н. Ничипоренко за помощь в проведении экспериментов, С.Н. Иванову и Н.Я. Карлюченко – за изготовление резцовых вставок из алмаза.

Досліджено ймовірність руйнування різців з монокристалів алмазу з урахуванням їх анізотропії при точінні алюмінієвих сплавів. Наведено результати розрахунку ймовірності руйнування різців з монокристалів алмазу за різних значень швидкості різання та кута нахилу різального леза.

***Ключові слова**: монокристали алмазу, анізотропія, ймовірність руйнування, косокутне точіння, алюмінієві сплави.*

We study the reliability of the cutters of diamond single crystals with oblique turning thin aluminum alloys. The research results of the cutting force and the probability of fracture of diamond single crystals cutters with different cutting speeds and angles of inclination.

***Key words**: single crystals diamond, anisotropy, probability of fracture, oblique angle cutting, aluminum alloys.*

Литература

1. Алмазные инструменты в промышленности / А.Ф. Несмелов. – М.: Машиностроение, 1964. – 277 с.
2. Физические свойства алмаза: справочник / Н.В. Новиков. – К.: Наук. думка, 1987. – 188 с.
3. Прочность режущего инструмента / Г.Л. Хает. – М.: Машиностроение, 1975. – 168 с.
4. Прочность материалов при высоких температурах / Г.С. Писаренко, В.Н. Руденко, Г.Н. Третьяченко, В.Г. Трощенко. – К. : Наук. думка, 1966. – 791 с.
5. Девин Л.Н., Стахнив Н.Е. Исследование влияния износа резца из композита на основе КНБ на вероятность его разрушения при чистовом точении закаленных сталей // Сверхтвердые матер. – 2012. - № 4. – С. 67 – 74.
6. Прочность и износостойкость режущего инструмента / Т.Н.Лоладзе. – М.: Машиностроение, 1982. – 320 с.
7. Расчет хрупкой прочности режущей части инструмента / А.И. Бетанели // Надежность режущего инструмента. – К. : Техника, 1972. – с. 96 – 105.
8. Новиков Н.В., Дуб С.Н., Мальнев В.И. Трещиностойкость кристаллов алмаза // Сверхтвердые матер. – 1992. – № 5. – С. 5–11.
9. Прогнозирование работоспособности металлорежущего инструмента / Л.Н. Девин. – К.: Наук. думка, 1992. – 131 с.
10. Введение в теорию вероятности и математическую статистику / В.Е. Гмурман. – М. : Высш. Шк., 1963. – 238 с.

Поступила 22.05.14

УДК 621.9.015

А. С. Мановицкий, канд. техн. наук

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

РАСЧЕТ ТОЛЩИНЫ СРЕЗА И ДЛИНЫ РЕЖУЩИХ КРОМОК ОСЕСИММЕТРИЧНЫХ КРУГЛЫХ РЕЖУЩИХ ПЛАСТИН ИЗ ПКНБ ПРИ ЧИСТОВОМ ТОЧЕНИИ ЗАКАЛЕННОЙ СТАЛИ

Приведены методы расчета длины режущих кромок и максимальной толщины среза при использовании круглых осесимметричных конических сменных режущих пластин из поликристаллического кубического нитрида бора с постоянными передними и задними углами для оснащения чистовых резцов при точении закаленной стали. Представлены конструкции сменных режущих пластин ирезультати практической проверки применения инструментов.

***Ключевые слова**: поликристаллический кубический нитрид бора, симметричные конические сменные пластины инструментов, чистовое точение, длина режущей кромки, максимальная толщина среза, передний угол, задний угол*.

Правильный выбор инструментального материала, конструкции инструмента и технологических параметров процесса резания определяют высокую производительность точения деталей из закаленных сталей и стабильно высокую размерную стойкость резцов. Механическое закрепление режущих пластин типа RNUN 070300 из поликристаллического кубического нитрида бора (ПКНБ) – киборита, борсинита, гетеронита и других известных марок, разработанных и изготовляемых в Институте сверхтвердых материалов им. В.Н. Бакуля НАН Украины, позволяет существенно повысить производительность обработки и обеспечить высокое качество обработанной поверхности при точении закаленных сталей.

Исходя из результатов многочисленных экспериментов, литературных данных и с учетом того, что обрабатываются изделия из труднообрабатываемых материалов, а также условий прочности режущего клина установлено, что передний угол на режущей пластине отрицательный.

На криволинейных участках детали сложного профиля вершина резца перемещается как по образующей профиля, так и непосредственно по режущей кромке. При этом должно соблюдаться условие неизменности передних и задних углов резца в каждой точке образующей поверхности вращения. Это невозможно соблюсти при точении негативными пластинами, фиксированные передний и задний углы, а также угол наклона режущей кромки которых обеспечиваются конструкцией державки; при этом передняя поверхность пластины является торцевой плоскостью цилиндра.

При этом действительные передние углы в левом и правом положениях (рис. 1) зависят от центрального угла пластины, определяемого ее положением на криволинейном контуре детали, и рассчитываются по формуле:

$$\gamma(\delta) = -\mathrm{arctg}(\mathrm{tg}\gamma_0 \cos\delta)$$

где γ_0 – конструктивно заданный передний угол резца;

$\gamma(\delta)$ – кинематический передний угол в зависимости от центрального угла пластины; δ – центральный угол пластины.

Соответственно действительные задние углы также зависят от центрального угла и определяются по формуле:

$$\alpha(\delta, \alpha_0) = \mathrm{arctg}(\mathrm{tg}\alpha_0 \cos\delta)$$

где α_0 – конструктивно образованный задний угол резца; $\alpha(\delta)$ – кинематический задний угол в зависимости от центрального угла пластины.

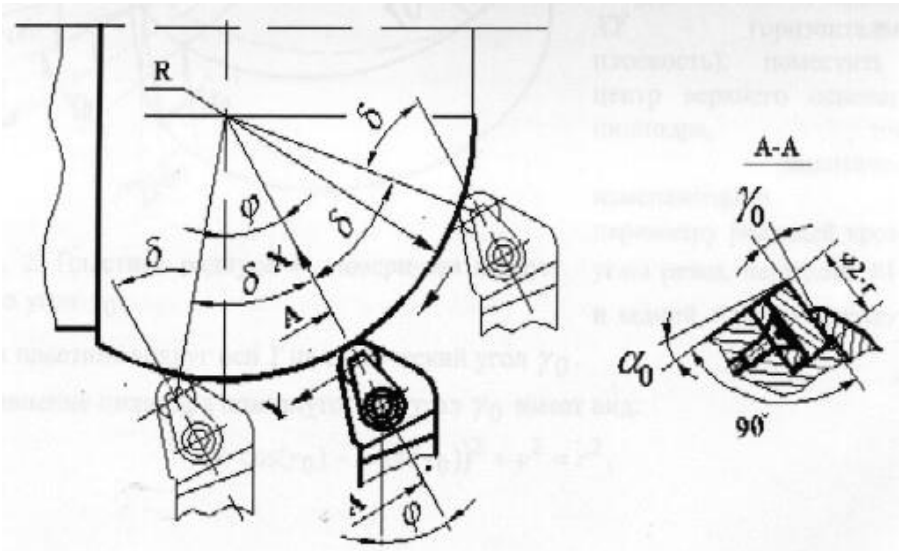


Рис. 1. Схема для определения положения вершины резца на контурной линии детали

Ограничением по назначению центрального угла δ в случае применения цилиндрических режущих пластин типа RNMN является нулевое значение заднего угла в точке контакта режущей кромки с образующей контура обрабатываемой детали. Применение таких пластин и конструкций резцов в промышленных масштабах вызвало необходимость определения эффективной длины режущих кромок, для чего предлагаются достаточно сложные модели, позволяющие с достаточной для практического применения точностью рассчитывать длину эффективной режущей кромки и толщину среза. Наиболее применимы модели предложили зарубежные исследователи Янг и Оксли, Колвелл и Ванг, [1–3] отечественные ученые также предлагают подобные модели.

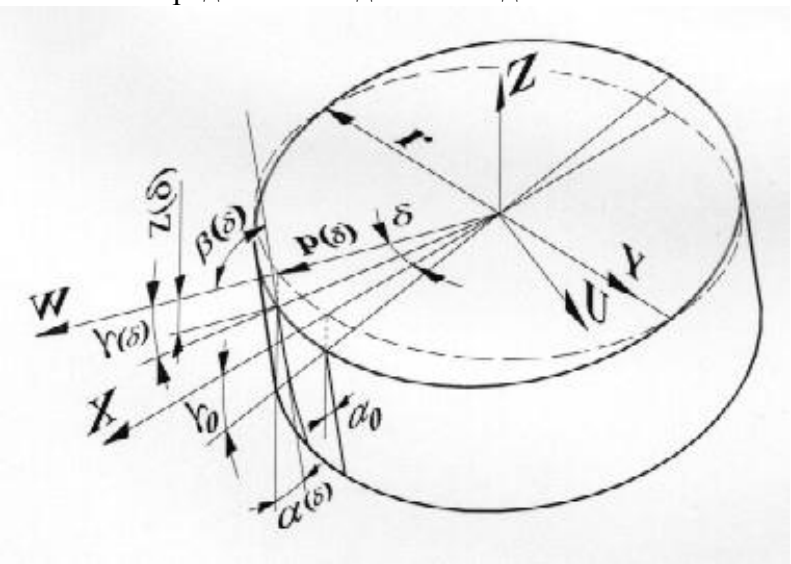


Рис. 2. Схема для расчета допустимых переднего и центрального углов

В частности, Проволоцкий и Лещенко [4] центральный угол пластины находят по специально предложенной номограмме, а эффективную длину L режущей кромки круглой режущей пластины, установленной конструктивно с передним углом, равным по модулю заднему углу – $\gamma = \alpha$, рассчитывают по следующей зависимости от центрального угла δ и радиуса пластины r:

$$L = 2\delta r .$$

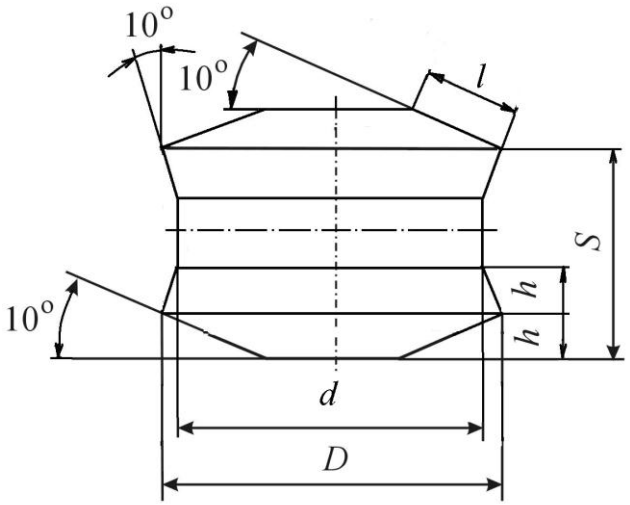


Рис. 3. Эскиз осесимметричной режущей пластины из ПКНБ двусторонней с конической передней поверхностью

Для обеспечения постоянства указанных углов в процессе контурного точения независимо от центрального угла пластины разработали специальная осесимметричную коническую режущую пластину из ПКНБ с задними углами и двумя режущими кромками (рис. 3) [5].

Суммарная длина режущих кромок никак не зависит от центрального угла пластины кинематически, а ограничения на величину этого угла накладывают только конструктивные особенности державки и крепежных элементов резца.

Толщину среза и длину режущих кромок на цилиндрической части сложнопрофильной детали можно определить по схеме для расчета максимальной толщины среза и длины режущих кромок при точении резцом, оснащенным круглой пластиной радиуса r и постоянными передним и задним углами по всей длине режущей кромки в зависимости от радиуса пластины, глубины резания и продольной подачи на цилиндрическом участке сложнопрофильной детали, (рис. 4).

Как следует из построений на рис. 4, максимальную толщину среза можно рассчитать по следующему уравнению

$$a_m = r - r_1 \text{ и } r_1 = r\sqrt{(r-t)^2 + x^2} = \sqrt{(r-t)^2 - S^2 + (\sqrt{r^2 - (r-t)^2}}$$

или после преобразований

$$r_1 = r\sqrt{1 - \frac{2S}{r^2}\sqrt{2rt - t^2} + \frac{S^2}{r^2}}$$

где r – радиус пластины; S – продольная подача; t – глубина резания.

Следовательно, максимальная толщина среза

$$a_m = r\left(1 - \sqrt{1 - \frac{2S}{r^2}\sqrt{2rt - t^2} + \frac{S^2}{r^2}}\right)$$

Считая отношение S^2/R^2 – пренебрежимо малым и раскладывая полученное выше выражение в ряд, получаем

$$a_m \approx 2S\sqrt{\left(1 - \frac{t}{d}\right)\frac{t}{d}}$$

где $d = 2r$.

Длину контакта режущих кромок с обрабатываемым материалом за один оборот детали рассчитаем по формуле

$$b_1 + b = r \cdot \Theta_1 = r\cos^{-1}\left(\frac{r-t}{r}\right) = \frac{d}{2}\cos^{-1}\left(\frac{d-2t}{d}\right).$$

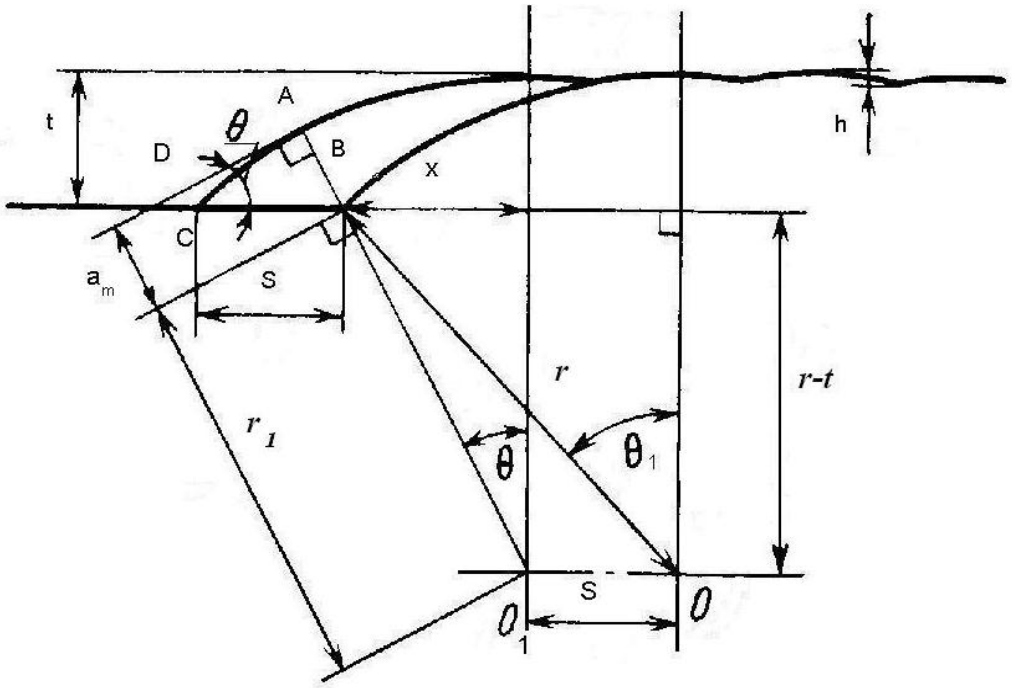


Рис 4. Схема к расчету максимальной толщины среза на цилиндрической части сложнопрофильной детали

При условии, что $d >> t$ формулу для расчета максимальной толщины среза можно существенно упростить:

$$a_m \approx 2S\sqrt{\frac{t}{d}}$$

Заменяя для малых углов cos Θ_1 на Θ_1, а также приравнивая к $(d-2t)/d$, имеем

$$\Theta \approx 2\sqrt{\frac{t}{d}},$$

тогда

$$b_1 + b \approx r \cdot \Theta_1 \approx \sqrt{t \cdot d}\,. \qquad (2)$$

В таблице приведены рассчитанные по выше приведенным формулам и измеренные данные по значениям суммарных длин контакта кромок круглой режущей пластины диаметром 7 мм из киборита с передним углом $\gamma = -10^o$ при точении закаленной стали ШХ15 твердостью 58–62 HRC со скоростью резания 75 м/мин, приведены в таблице.

Подача, S, мм/об	Глубина резания, t, мм	Толщина среза, мм	Сумма длин режущих кромок, мм	
		Расчет по формуле (1)	Расчет по формуле (2)	Замер
0,08	0,1	0,019	0,837	0,8
	0,3	0,033	1,449	1,0
	0,5	0,043	1,871	1,65
0,19	0,1	0,045	0,837	-
	0,3	0,079	1,449	1,60
	0,5	0,102	1,871	1,80
0,38	0,1	0,090	0,837	0,9
	0,3	0,157	1,449	1,65
	0,5	0,203	1,871	1,90

Расчеты производили при усадке стружки 3,433 для угла $\gamma = -10^{o}$.

Результаты сравнительного анализа данных показали хорошую сходимость расчетных и измеренных значений длины контакта для больших сечений среза и довольно большое расхождение данных при малой толщине среза. Большая разница полученных расчетных и измеренных величин, наблюдаемая при малых подачах, объясняется влиянием радиуса округления режущей кромки на действительное значение переднего угла резца, которое фактически будет более отрицательным, нежели статические углы заточки резца. Кроме того, при точении резцом с острой кромкой довольно быстро происходит приработочный износ и исходная режущая кромка интенсивно округляется.

Для упрочнения режущих кромок инструмента в особо трудных условиях эксплуатации, например, при прерывистом резании или точении с ударом, на передних поверхностях режущих элементов формируют отрицательную упрочняющую фаску или же притупляют острую режущую кромку.

Наведено методи розрахунку довжини різальних кромок і максимальної товщини зрізу при використанні круглих осесиметричних конічних змінних різальних пластин із полікристалічного кубічного нітриду бору з постійними передніми та задніми кутами для оснащення чистових різців при точінні загартованої сталі. Надано конструкції змінних різальних пластин та результати практичної перевірки застосування інструментів.

***Ключові слова**: полікристалічний кубічний нітрид бору, осесиметричні конічні змінні різальні пластин інструментів, чистове точіння, довжина різальної кромки, максимальна товщина зрізу, передній кут, задній кут.*

The calculation methods of cutting edge length and maximal undeformed chip thickness when using round cubic polycrystalline Boron Nitride axial symmetric helical cutting inserts with constant normal cutting angle and inclination angle for equipping of cutters for final turning of hardened steel are described in the article. The constructions of cutting insert as well as practical verification of tools application are presented.

***Key words**: polycrystalline cubic Boron Nitride, symmetric helical cutting insert tools, final turning, cutting edge length, normal cutting angle, inclination angle.*

Литература

1. Young, H.T. and P. Mathew, P.L.B. Oxley (1987). Allowing for nose radius effects in predicting the chip flow direction and cutting forces in bar turning. Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers. Vol. 201 (C3). – P. 213–226.
2. Colwell, L.V. (1954). Predicting the angle of chip flow for single point cutting tools. Transactions of ASME. Vol. 74. – P. 199–204
3. Wang, J. (2001). Development of a chip flow model for turning operations. Int. Journal of Machine Tools and Manufacture. Vol. 41– P. 1265–1274.
4. Проволоцький О.Є., Лещенко О.І. Підвищення точності обробки поверхонь складного профілю на основі корекцій програмної траєкторії різців з пластинами круглої форми // Наукові праці Донецького національного технічного університету. Серія: Машинобудування і машинознавство. Вип. 6 (154). – Донецьк: ДонНТУ, 2009. – С. 107–117.
5. Різальна пластина. Деклараційний пат. на корисну мод. № 79108. С.А. Клименко, О.С. Мановицький, В.В. Бурикін та ін. // Промислова власність.– 2013.– № 7.

Поступила 17.06.14

УДК 621.922.025:661.1.053.523

А. М. Кузей, д-р. техн. наук; **В. Я. Лебедев**, канд. техн. наук; **Н. И. Лащ**

Физико-технический институт НАН Беларуси, г. Минск

МЕХАНИЗМЫ КОНТАКТНОГО ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ПРИ ШЛИФОВАНИИ ХРУСТАЛЯ АЛМАЗОАБРАЗИВНЫМИ КРУГАМИ

Рассмотрены механизмы изнашивания при контактном взаимодействии алмазооабразивного инструмента и хрусталя. Исследовано влияние добавления наполнителя в виде гранул карбид бора – стекло в связку на производительность инструмента. Показано, что введение наполнителя снижает адгезионное взаимодействие матрицы алмазосодержащего композиционного материала и хрусталя.

***Ключевые слова**: алмазоабразивный инструмент, композиционный материал, наполнитель, хрусталь, контактное взаимодействие.*

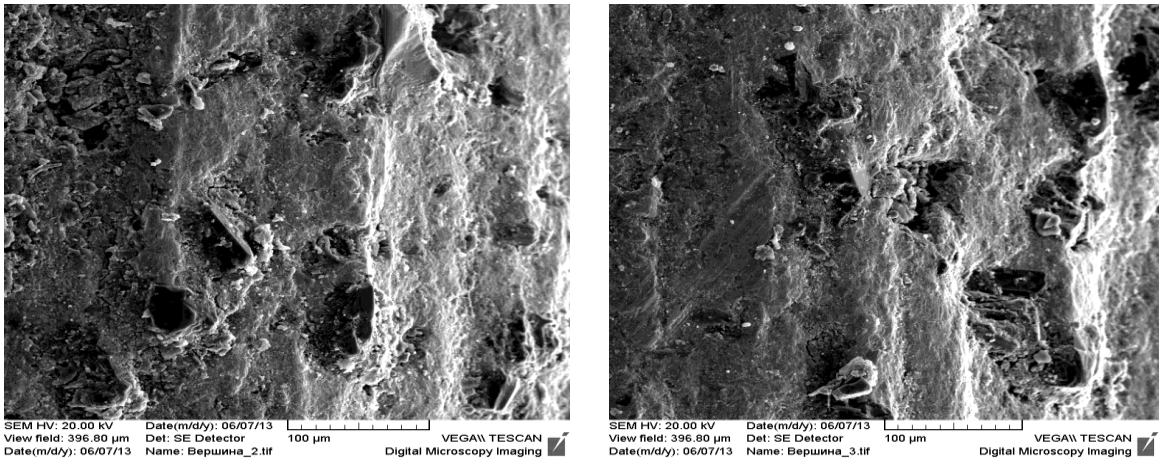
Оптимальные эксплуатационные характеристики алмазооабразивного инструмента достигаются в узком диапазоне режимов обработки. Эти режимы обеспечиваются согласованием скоростей износа матрицы (связки) алмазосодержащего композиционного материала и обновлением режущих граней алмазных зёрен за счёт их разрушения. При таком комплексном взаимодействии на рабочей поверхности инструмента постоянно поддерживается некоторая концентрация алмазных зёрен, участвующих в процессе резания [1–4]. Основными факторами, приводящими к дестабилизации режима «самозатачивания» инструмента является преимущественное разрушение и выкрашивание алмазных зёрен из матрицы алмазосодержащего композиционного материала и контактное взаимодействие матрицы с обрабатываемым материалом. В зависимости от химического состава, физико-механических характеристик связки и обрабатываемого материала происходит внедрение частиц обрабатываемого материала в связку (засаливание), либо переход материала связки в поверхностный слой обрабатываемого материала. При достижении такого состояния процесс шлифования дестабилизируется или полностью прекращается.

Шлифование хрусталя алмазоабразивным инструментом протекает при непрерывном снижении его режущей способности [2]. В этих условиях возрастает влияние контактного взаимодействия матрицы композиционного материала с хрусталём на производительность шлифования и удельный расход алмаза. Механизмы процессов контактного взаимодействия малоизученны, хотя они определяют производительность шлифования и качество обработанной поверхности.

В работе методами электронной сканирующей микроскопии изучена морфология рабочих поверхностей алмазного инструмента и обработанных поверхностей изделий из хрусталя.

В качестве алмазосодержащих композиционных материалов использовали материалы систем медь – 20 масс. % олово и медь – 20 масс. % олово – 5 масс % наполнитель. В качестве наполнителя применялись гранулы карбид бора – стекло. Размер гранул 40–50 мкм. Концентрация алмазных зёрен (фракция 80–63 мкм) в алмазосодержащих композиционных материалах 25 об. %. Обработку хрусталя проводили алмазоабразивным кругом формы 1ЕЕ1 250×10×8×76×110º при частоте вращения 3000 об/мин, по методике согласно ГОСТ 30352-96 на стенде ФТИ 9.113 на базе универсального заточного станка 3Е642.

После вскрытия или правки алмазосодержащего слоя круга, алмазные зёрна выступают над поверхностью матрицы на 15–25 мкм. Вершины алмазных зёрен в основном не разрушены (рис 1 *а*, *б*).



а *б*

Рис. 1. Морфология поверхности алмазосодержащих композиционных материалов после правки и вскрытия инструмента: а – матрица Cu – 20 масс. % Sn, б – матрица Cu – 20 масс. % Sn – B_4C

Процесс обработки хрусталя при данных режимах протекает с постепенным снижением режущей способности инструмента. Режущая способность инструмента с рабочим слоем из Cu – 20 масс. % Sn – алмаз снижается с 12 $см^3$/мин после 1 минуты шлифования до 2,4 $см^3$/мин после 30 минут шлифования. Для материала Cu – 20 масс. % Sn – B_4C – алмаз снижение отмечено в меньшей степени: после 30 минут шлифования режущая способность снижается с 12,8 $см^3$/мин до 4,9 $см^3$/мин.

Морфология поверхности алмазосодержащего композиционного материала Cu – 20 масс. % Sn – алмаз после 1 минуты шлифования изменяется незначительно. Алмазные зёрна выступают над матрицей, их вершины не изношены, а на гранях появляются небольшие сколы. Исходный волнистый рельеф матрицы сглажен (рис 2 *а, б*), в углублениях микрорельефа расположены бесформенные и округлые частицы.

В композиционном материале Cu – 20 масс. % Sn – B_4C – алмаз морфология поверхности матрицы более развитая (рис 2, *в*). Гранулы B_4C разрушены, в углублениях находятся дисперсные частицы различной формы: округлой, игольчатой, пластинчатой (рис 2, *б, г*).

После 10 минут шлифования на поверхности алмазных зёрен, выступающих из матрицы, появляются сколы (рис 3 *а, б*). Высота алмазных зёрен, выступающих из матрицы, снижается, на поверхности матрицы появляются борозды образующиеся при контакте матрицы с хрусталём (рис 3, *б*). Поверхность матрицы сглажена, её микрорельеф образован углублениями, бороздами (царапинами), выступами. Присутствуют частицы различной формы: округлой, пластинчатой, игольчатой.

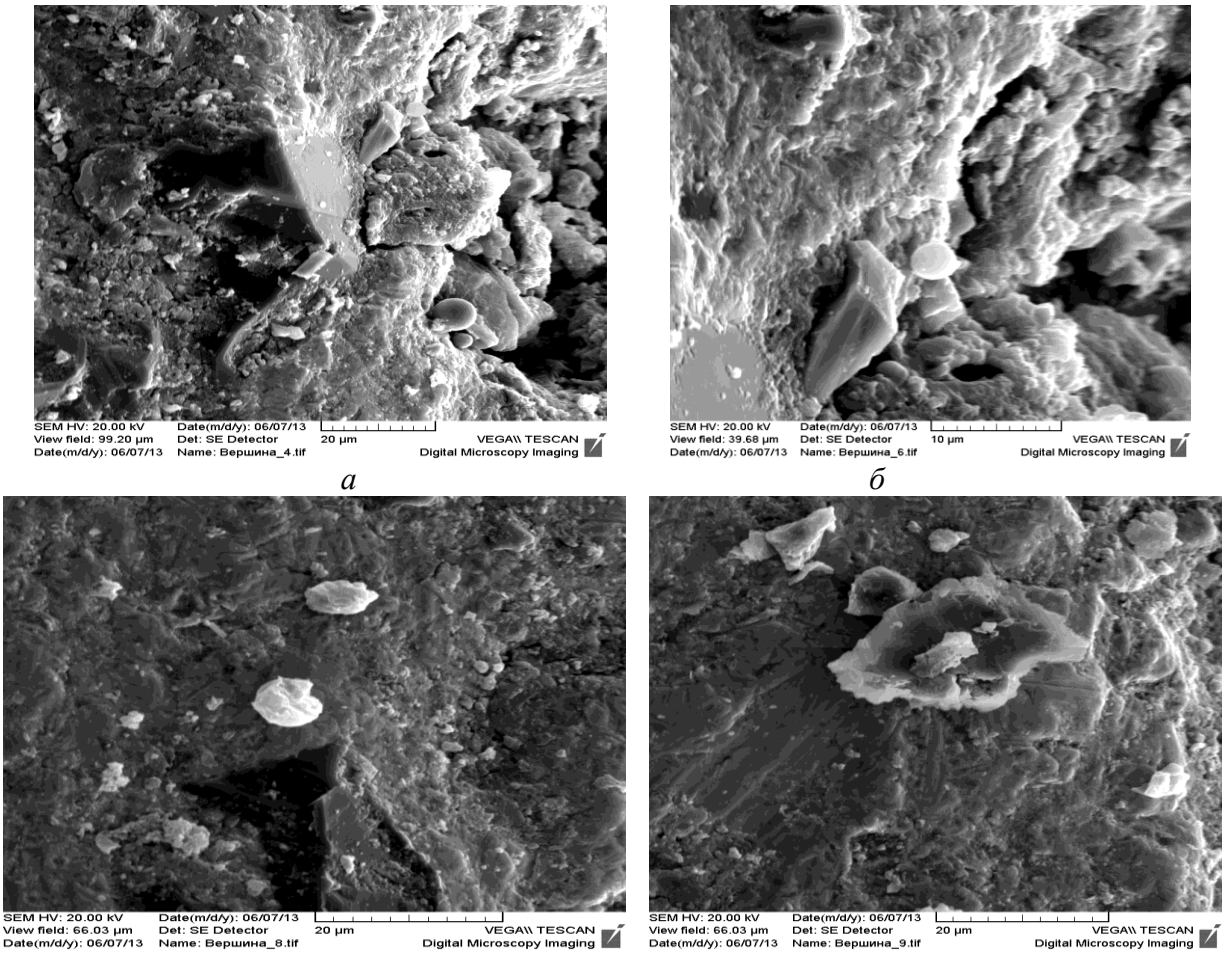
После 20 минут шлифования высота алмазных зёрен, выступающих над матрицей, снижается (рис 4), их вершины изношены, или частично разрушены. На поверхностях матрицы и алмазных зёрен присутствуют частицы округлой, овальной, пластинчатой форм.

После 30 минут шлифования вершины алмазных зёрен сильно изношены, разрушены и не выступают над матрицей. Гранулы B_4C разрушены, на поверхности изношенных алмазных зёрен и матрицы присутствуют округлые частицы (рис 5). Поверхность матрицы сглаженная, её микрорельеф образуют микроскопические выступы, впадины, царапины (рис 5 *в, г*).

Одновременно с изменением морфологии поверхности алмазосодержащих композиционных материалов, по мере увеличения длительности процесса шлифования изменяется и морфология обраотанной поверхности хрусталя (рис. 6).

После 1 минуты шлифования на поверхности хрусталя формируется развитый рельеф, представляющий собой совокупность острых кромок, выступов, борозд, в которых

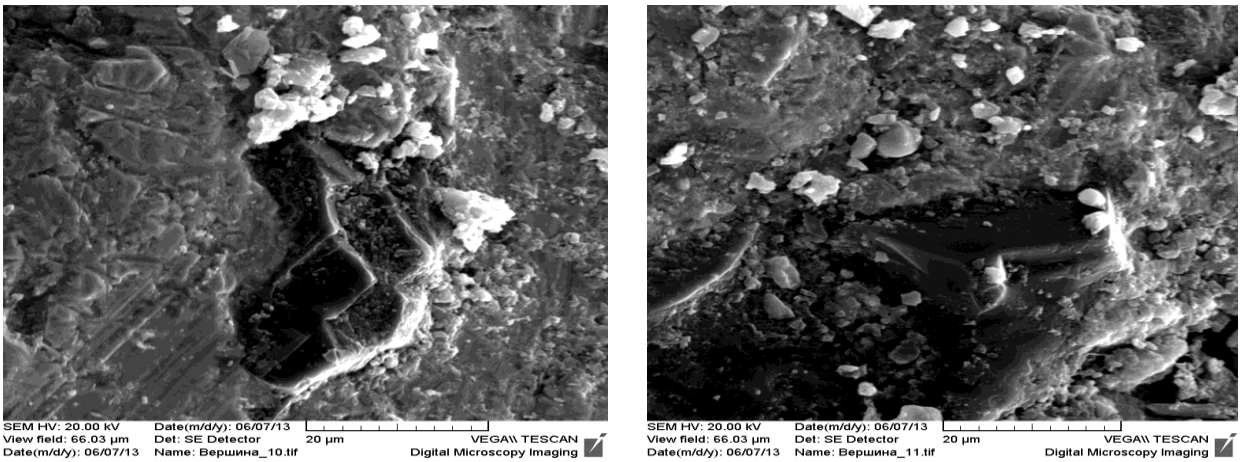
находятся продукты износа в форме пластинчатых, игольчатых, округлых, осколочных частиц (рис. 6 *а*).



а *б*

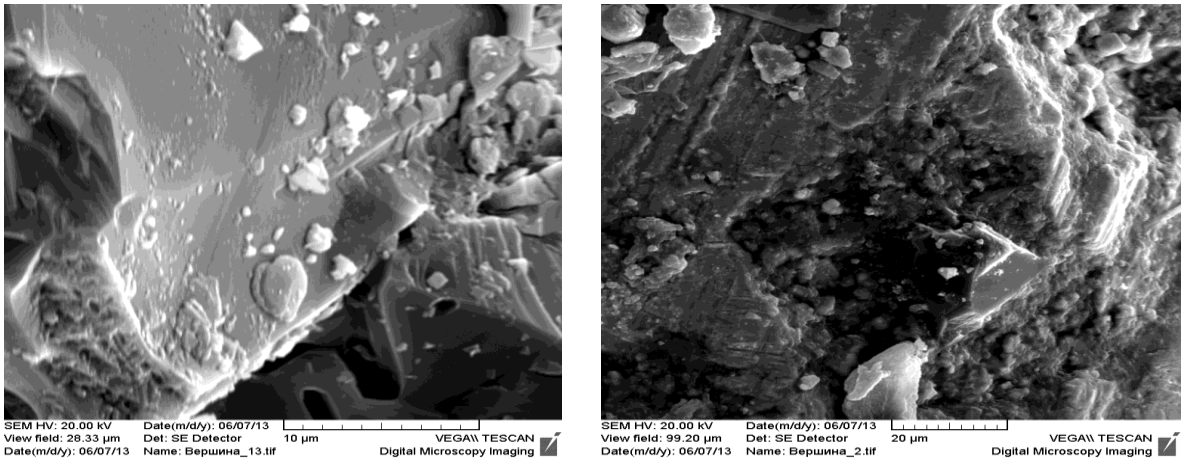
в *г*

Рис. 2. Морфология поверхности износа алмазосодержащего композиционного материала после 1 минуты шлифования хрусталя: а, б – матрица Cu – 20 масс. % Sn; в, г – матрица Cu – 20 масс. % Sn – B_4C



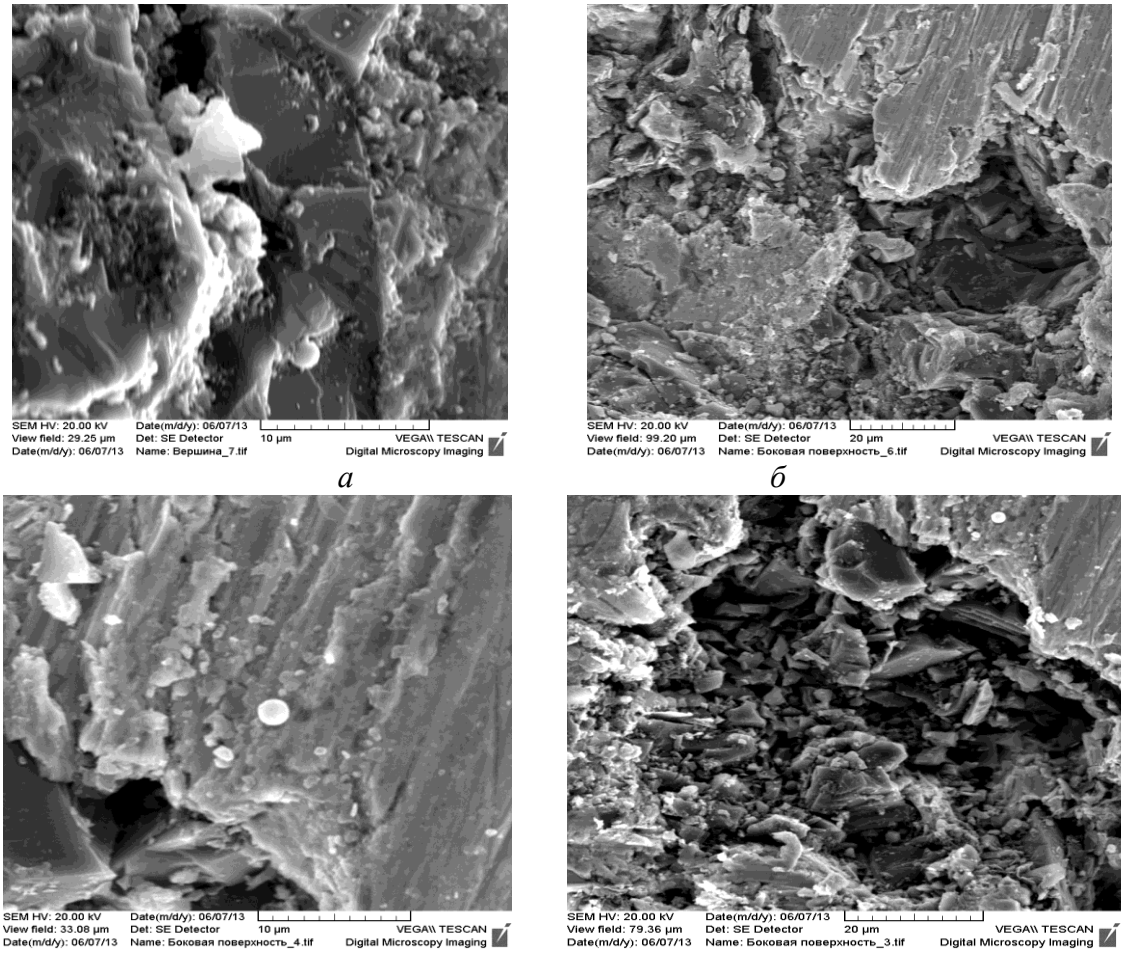
а *б*

Рис. 3. Морфология поверхности алмазосодержащих композиционных материалов после пяти минут шлифования хрусталя: а – матрица Cu – 20 масс. % Sn; б - матрица Cu – 20 масс. % Sn – B_4C



а *б*

Рис. 4. Морфология поверхности алмазосодержащих композиционных материалов после двадцати минут шлифования хрусталя: а – матрица Cu – 20 масс. % Sn; б – матрица Cu – 20 масс. % Sn – B_4C



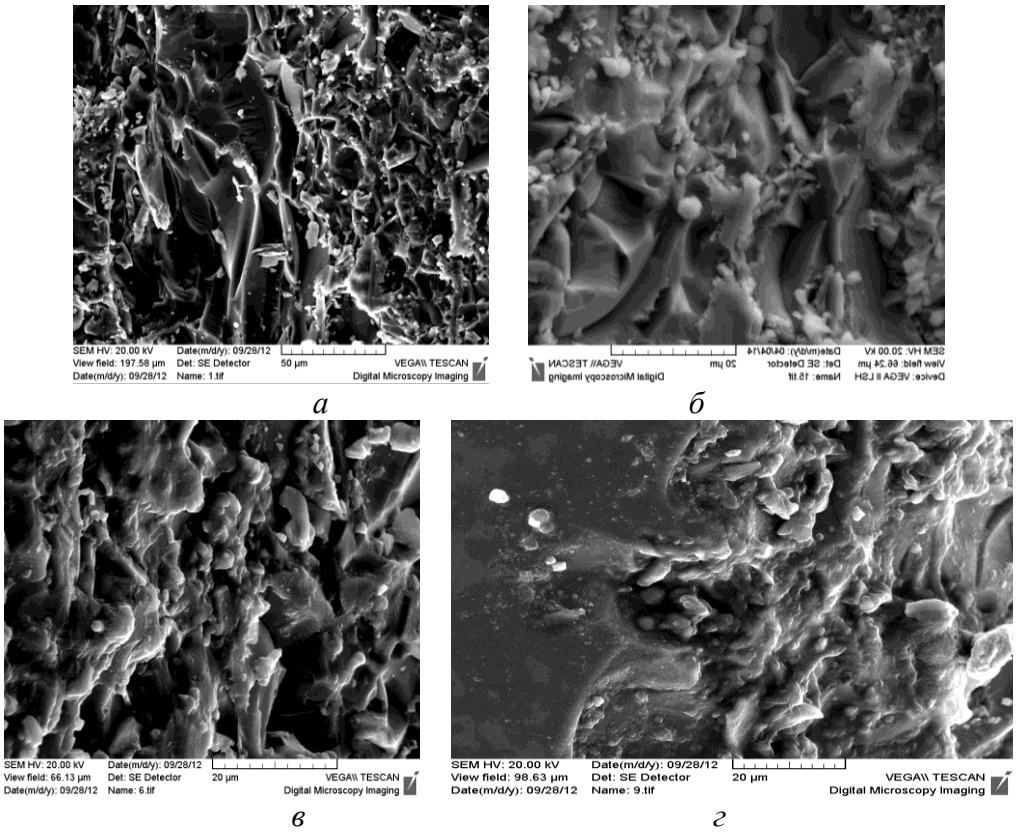
а *б*

в *г*

Рис. 5. Морфология поверхности алмазосодержащих композиционных материалов после 30 мин шлифования хрусталя: а, б – матрица Cu – 20 масс. % Sn; в, г – матрица Cu – 20 масс. % Sn – B_4C

Увеличение длительности процесса шлифования до 5 минут приводит к некоторому сглаживанию острых кромок, формирующих микрорельеф поверхности и изменению

морфологии продуктов износа. На сглаженных гребнях кромок появляются частицы в форме чешуек, часть которых окаймлена округлыми частицами (рис 6 *б*).



а *б*

в *г*

Рис. 6. Морфология поверхности хрусталя после шлифования: а – длительность шлифования 1 мин; б – длительность шлифования 5 мин; в – длительность шлифования 20 мин; г – длительность шлифования 30 мин

Последующее увеличение длительности процесса шлифования сопровождается сглаживанием острых кромок микрорельефа (после двадцати минут шлифования), появлением гладких участков поверхности. Продукты износа расположены во впадинах микрорельефа и представляют собой округлые, либо бесформенные частицы со сглаженными кромками.

Процесс шлифования хрусталя алмазоабразивным инструментом можно рассмотреть как их контактные динамические взаимодействия, которые приводят к износу обоих материалов. Износ хрусталя при таком взаимодействии может быть описан в рамках общепринятых представлений микрорезания единичными алмазными зёрнами (резцами) хрупких материалов [3].

При динамическом контакте вершин алмазного зерна (резца) с поверхностью хрусталя в зоне контакта возникает область напряжений. По мере увеличения давления и глубины внедрения вершины в хрусталь, в нём, как в хрупком материале, в области внедрения вершины зерна алмаза образуется объемная сеть микротрещин. Перемещение вершины алмазного зерна в хрустале сопровождается разрушением слоя. Последующие контакты вершин алмазных зёрен уже происходят с дефектным слоем хрусталя. Перемещение вершины алмазного зерна в дефектном, трещиноватом слое сопровождается разрушением последнего. Данная схема не учитывает взаимодействия обрабатываемого материала с матрицей алмазосодержащего композиционного материала и влияние теплового эффекта контактного взаимодействия.

В процессе шлифования одновременно с разрушением поверхности хрусталя, происходит изнашивание рабочего слоя инструмента, который проявляется как скалывание и разрушение алмазных зёрен, истирание матрицы при трении об обрабатываемый материал (рис. 2–4). Процесс взаимодействия инструмента и обрабатываемого материала характеризуется высокими температурами в контактных зонах.

Тепловой эффект контактного взаимодействия приводит к значительному повышению температуры на границе раздела алмазоабразивный композиционный материал – хрусталь и влияет на прочностные, физико-механические характеристики материалов на границе раздела и механизмы их изнашивания.

Механизм изнашивания хрусталя и алмазосодержащего композиционного материала зависит от химических, физико-механических характеристик контактирующих материалов, силовых параметров динамического взаимодействия в зоне контакта. Обычно выделяют следующие виды (и механизмы) изнашивания: адгезионный, диффузионный, абразивный, хрупкое разрушение [1]. В реальных условиях алмазоабразивной обработки одновременно реализуется несколько механизмов изнашивания. Каждому из них соответствует характерная морфология поверхности*:* абразивному – риски вдоль направления шлифования, адгезионному – бугристая поверхность, диффузионному – гладкая поверхность, хрупкому разрушению – совокупность гладких поверхностей разделённых острыми кромками [1].

Морфология поверхности алмазосодержащего композиционного материала после обработки корундовым кругом (вскрытия) имеет характерный волнистый микрорельеф, образованный бороздками и выступами, ориентированными в направлении главного движения резания. Образование волнистого микрорельефа обусловлено меньшим износом матрицы за выступающими алмазными зёрнами, по сравнению с участками контактирующими с абразивным кругом. Такая морфология поверхности характерна для абразивного изнашивания (рис. 1).

Морфология поверхности алмазных зёрен после 1 минуты шлифования хрусталя свидетельствует о хрупком механизме их разрушения (рис. 2). Характер морфологии поверхности матрицы композиционного материала свидетельствует о протекании одновременно нескольких механизмов изнашивания. Существование гладких участков матрицы должно указывать на диффузионный механизм, бугристых – на адгезионный (рис. 2).

Увеличение длительности шлифования приводит к изменению морфологии изношенных поверхностей алмазосодержащих композиционных материалов и хрусталя. После пяти минут шлифования изнашивание алмазных зёрен происходит одновременно по механизмам хрупкого разрушения и адгезионного изнашивания (рис. 6). На это указывает форма осколков и присутствие на поверхности алмазных зёрен продуктов изнашивания (медноловянного сплава и хрусталя). Изнашивание матрицы происходит по абразивному и адгезионному механизмам (рис. 3). Далее (после двадцати и тридцати минут шлифования) изнашивание алмазных зёрен протекает хрупким разрушением, а так же за счёт адгезионного взаимодействия. О протекании этих механизмов изнашивания указывают трещины на алмазных зёрнах и плёнки частиц продуктов износа морфологически связанных с поверхностью. Для матрицы в этом временном интервале (двадцать - тридцать минут) шлифования характерны абразивный и адгезионный механизмы (рис. 6 *б, в*).

Изменение морфологии обработанных поверхностей хрусталя показывает, что в начальный период шлифования (от одной до пяти минут) съём материала определяется его хрупким разрушением. В дальнейшем на поверхности хрусталя появляются рельефы указывающие на протекание, наряду с хрупким разрушением, адгезионного (после двадцати минут шлифования), адгезионного и диффузионного (после тридцати минут шлифования) механизмов его изнашивания (рис. 6).

Увеличение длительности процесса шлифования сопровождается изменением высоты выступания алмазных зёрен. Снижение высоты алмазных зёрен приводит к увеличению площади контакта матрицы с хрусталём. Одновременно увеличивается и

давление на матрицу композиционного материала. Следствием этого является изменение морфологии обработанных поверхностей хрусталя.

Основными элементами структуры морфологии поверхностей алмазосодержащих композиционных материалов и хрусталя являются округлые частицы и плёнки продуктов износа (рис. 1–6). Округлые частицы и плёнки присутствуют как в углублениях матрицы, так и на поверхности алмазных зёрен (рис. 2–5). Типичной формой частиц продуктов износа при алмазоабразивной обработке хрупких материалов являются частицы осколочной формы. Морфология плёнок и округлых частиц на поверхности алмазных зёрен даёт основания полагать, что они прочно связаны с поверхностью алмазного зерна, то есть они адгезионно активны, и смачивают поверхность алмаза. Эти частицы могут представлять собой только продукты изнашивания хрусталя, так как медно–оловянные сплавы не смачивают поверхность алмаза [2]. Округлая форма наиболее характерна для частиц образующихся в результате охлаждения жидкой фазы. Однако округлые частицы присутствуют и на поверхности матрицы, причём некоторые из них органично связаны с ней (рис. 2 *в*, 5 *в*). Образование этих элементов структуры (округлых частиц и плёнок) на поверхности матрицы композиционного материала и поверхности хрусталя происходит, когда алмазные зёрна частично изношены и матрица в большей степени контактирует с хрусталём. Образование таких элементов структуры изношенных поверхностей, не характерно для абразивной обработки хрупких материалов и может быть объяснено в рамках следующей модели контактного взаимодействия алмазосодержащего композиционного материала с хрусталём.

Перемещение алмазного зерна в хрустале сопровождается его хрупким разрушением и одновременно, за счёт трения, тепловыделением. Матрица композиционного материала так же контактирует с поверхностью хрусталя и её температура повышается. Локальные повышения температуры в зоне взаимодействя алмазное зерно – хрусталь, матрица – хрусталь в динамических условиях приводят к повышению температуры не только матрицы, но и хрусталя. На это указывают характерные участки морфологии изношенной поверхности матрицы композиционного материала и хрусталя (рис. 2 *г*, 4 *а*, 4 *б*, 5 *в*, 6 *б*, 6 *в*).

Участки матрицы с температурой, превышающей температуру плавления сплава, оплавляются, образуя характерные структуры в форме капель, плёнок, плоских поверхностей (рис. 2 *г*, 5 *в*). Повышение температуры в пятнах контакта матрицы и хрусталя приводит к срыву и диспергированию оплавленного поверхностного слоя матрицы и переходу его в форму капель и плёнок на поверхности хрусталя (рис. 6 *б, в*). Одновременно с оплавлением поверхности матрицы композиционного материала, происходит и оплавление поверхности хрусталя, следствием которого является сглаживание рельефа типичного для изнашивания по механизму хрупкого разрушения и образование рельефа характерного для адгезионного механизма изнашивания. Часть оксидного расплава переносится на поверхность алмазных зёрен образуя на ней плёнки и округлые частицы (рис. 4, *а*), форма которых указывает на смачивание расплавом поверхности стекла.

Тепловыделение по границе раздела алмазосодержащий композиционный материал – хрусталь, в условиях динамического контакта изменяет механизм изнашивания и морфологию образующихся поверхностей. Оценка температур существующих на границах раздела композиционный материал – хрусталь по значениям температур образования жидкой фазы (1075–1150 К) и температур начала размягчения хрусталя (975–1175 К), показывает, что температура достигает значений 1125–1175 К. Повышение температуры на контактных поверхностях изменяет морфологию изношенной поверхности. Морфология изношенных поверхностей уже не позволяет судить о реальных механизмах разрушения материалов. Повышение температуры на поверхности композиционного материала должно привести к разрушению связки, перемещению алмазных зёрен в связке (рис. 1, 2). Всё это способствует снижению производительности шлифования и увеличению площади контакта связки с хрусталём. Однако большее влияние на эксплуатационные характеристики инструмента оказывает налипание хрусталя на алмазные зёрна.

Выводы

Более высокая производительность шлифования хрусталя инструментом из композиционного материала, содержащего гранулы карбида бора, показывает, что введение хрупких частиц в матрицу снижает её адгезионное взаимодействие с обрабатываемым материалом.

Розглянуто механізми зношування при контактній взаємодії алмазоабразівного інструменту і кришталю. Досліджено вплив додавання наповнювача у вигляді гранул карбід бору – скло в в'язку на продуктивність інструменту. Показано, що введення наповнювача знижує адгезійну взаємодію матриці алмазовмісного композиційного матеріалу і кришталю.

***Ключові слова**: алмазоабразівний інструмент, композиційний матеріал, наповнювач, кришталь, контактна взаємодія.*

The mechanisms of wear upon contact of diamond containing abrasive tool and crystal are considered. The effect of adding a filler in the form of pellets of boron carbide - glass into a binder on performance of the tool is investigated. It is shown that the above operation reduces the adhesive interaction of matrix of the diamond containing composite material and a crystal.

***Key words**: diamond abrasive tools, composite material, filler, crystal, contact interaction.*

Литература

1. Новиков Н. В., Майстренко А. Л., Кулаковский В. Н. Сопротивление разрушению сверхтвёрдых композиционных материалов. Киев. Наук. Думка, 1993. 220 с.
2. Семёнова-Тян-Шанская А. С. Исследование сопротивления износу при шлифовании /. Новое направление развития алмазной обработки: Тр. ВНИИ Алмаз М., 1981. 102 с.
3. Лоладзе Т. Н. Прочность и износостойкость режущего инструмента. –М: Машиностроение, 1982. 320 с.
4. Балыков А. В. Алмазное сверление отверстий в деталях из хрупких неметаллических материалов. – М: Наука и технология, 2003. 187 с.

Поступила 01.07.14

УДК: 621.923.02

О. І. Чернієнко; **С. В. Ковальов**, **Г. А. Петасюк**, кандидати техн. наук;
О. О. Бочечка, **Ю. Д. Філатов**, доктори техн. наук; **В. С. Гаврилова**

Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, м. Київ

ВИКОРИСТАННЯ АЛМАЗНОГО ПОРОШКУ, СИНТЕЗОВАНОГО В СИСТЕМІ Mg-Zn-B-C, ДЛЯ ТОНКОГО ШЛІФУВАННЯ САПФІРУ

Представлені результати дослідження процесу тонкого алмазного шліфування сапфіру при використанні напівпровідникового алмазного порошку, синтезованого в системі Mg-Zn-B-C. Показано, що використання алмазного порошку дозволяє підвищити продуктивність тонкого алмазного шліфування сапфіру до 27% та запобігти утворенню подряпин на оброблених поверхнях.

***Ключові слова:** тонке алмазне шліфування, електропровідний алмаз.*

Вступ

Якість оброблених поверхонь деталей з неметалевих матеріалів, які використовуються в області оптичного та електронного приладобудування, має важливе значення. Одним із способів

досягнення точних розмірів та високої якості поверхні деталей є обробка шліфуванням та поліруванням. Обробку поверхні оптичних деталей можна виконувати з допомогою алмазного інструменту або абразивних порошків у вільному стані.

При шліфуванні алмазними кругами виникають проблеми, пов'язані з невідповідністю твердості зв'язки та матеріалу, який оброблюється. Така невідповідність призводить до швидкого засалювання робочого шару інструмента, відповідно зростає кількість правок круга і знижується його зносостійкість. Тому більш ефективною обробкою поверхні таких матеріалів є шліфування за допомогою абразивних порошків у вільному стані.

Шліфування поверхні вільним абразивом відбувається внаслідок співудару і ковзання абразивних частинок і оброблювальної поверхні. При цьому на поверхні утворюються кратероподібні заглиблення і подряпини. Недоліком такого методу шліфування є погіршення стану оброблених поверхонь, що відбувається внаслідок контактної взаємодії частинок абразиву та їх конгломерації. Розміри утворених конгломератів абразивних зерен в декілька разів перевищують розміри вихідного порошку. Це призводить до утворення на поверхні, яка оброблюється, небажаних подряпин. Утворення конгломератів відбувається внаслідок кулонівської взаємодії між частинками, на яких виникає статичний заряд. Для запобігання утворенню конгломератів в даній роботі запропоновано використання електропровідного алмазного порошку. Для цього проведено визначення продуктивності та оцінка якості шліфованих поверхонь деталей із сапфіру у випадку, коли в якості абразиву використовували електропровідний алмазний порошок, синтезований в системі Mg–Zn–B–C, та для порівняння – алмазний порошок, синтезований в системі Ni–Mn–C, який є діелектриком.

Методика

Тонке алмазне шліфування (ТАШ) пластин з сапфіру виконували на сталевому шліфувальнику діаметром 100 мм з допомогою абразивів у вільному стані. В якості абразиву використовували алмазні порошки АС6 – 50/40 ДСТУ 9206-80, синтезовані в системі Ni–Mn–C (зр. № 1) та електропровідні алмазні порошки зернистістю 50/40, синтезовані в системі Mg–Zn–B–C, показник міцності яких складав 8 Н (зр. № 2). Оброблювали блоки діаметром 60 мм з трьох сапфірових пластин з загальною площею 16,75 см^2. Кристалографічна орієнтація оброблювальних поверхонь – [0001] (площина С).

Дефектність оброблених поверхонь оцінювали за наявністю подряпин, які спостерігались за допомогою оптичного мікроскопу ЛОМО «МЕТАМР-1», оснащеного цифровою камерою Vision «STD-Res Series».

Проводилили дослідження впливу характеристик алмазних порошків, які описують розмір зерен (F_{max}, F_{min}, d_c, d_e), їх форму (f_c, $K_{упл}$, F_e, E_l) та топографію поверхні ($P_{уд}$, Rg) [1] на продуктивність шліфування та якість оброблених поверхонь. Діагностику морфометричних характеристик порошків здійснювали, досліджуючи проекції зерен порошку на приладі DiaInspect, OSM.

Однорідність і стабільність значень DiaInspect-характеристик порошку оцінювали за відомими методиками [1–3]. Крім того, на основі отриманих в результаті діагностики даних проводили обрахунки зовнішньої питомої поверхні ($F_{уд,}$) порошків з використанням розробленого в Інституті надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України екстраполяційно-геометричного методу [4]. Кількість зерен в одному караті визначалось розрахунковим методом за методикою [5], в основі якої лежить використання екстраполяційно-афінної 3D моделі зерна. Кількість ріжучих кромок зерен і середнє значення кута їх загострення розраховувалась за методикою [6]. Форма проекцій зерен визначалась системно аналоговим методом [7].

Результати

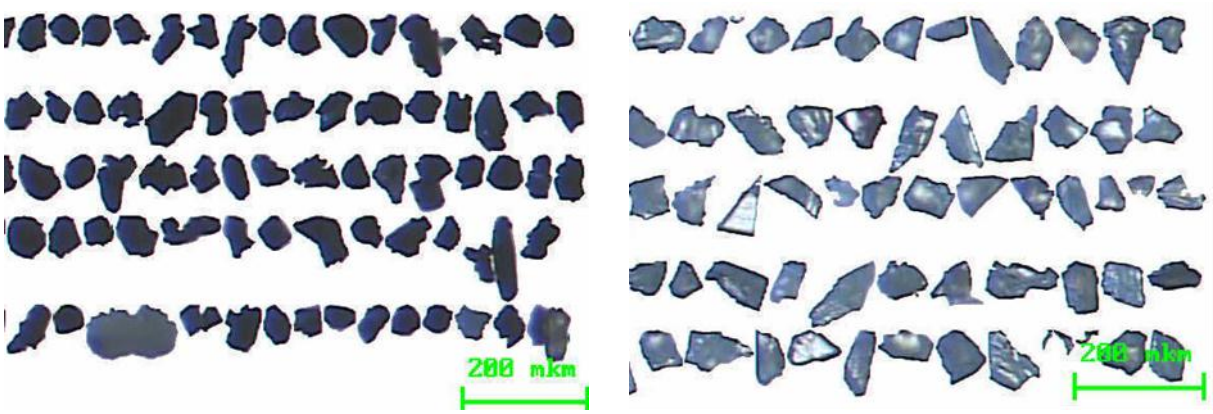
При обробленні плоских поверхонь деталей з сапфіру для оптико-електронної техніки при тонкому алмазному шліфуванні алмазними порошками у вільному стані для різних абразивів досягаються наступні показники (табл. 1).

Продуктивність ТАШ пластин із сапфіру алмазним порошком, синтезованим в системі Mg–Zn–B–C, має значення, яке приблизно на 27% перевищує аналогічний показник для алмазного порошку АС 6, синтезованого в системі Ni–Mn–C. Параметр шорсткості *Ra* оброблених поверхонь для обох порошків практично однаковий.

Таблиця 1. **Характеристики процесу тонкого алмазного шліфування поверхні сапфіру**

Порошок	Продуктивність знімання обробленого матеріалу *Q*:	
	мг/хв.	мкм/хв
АС6 50/40 (сист. Ni-Mn-C, зразок № 1)	39,7	6
50/40 (сист. Mg-Zn-B-C, зразок № 2)	50,5	7,6
	Шорсткість оброблених поверхонь:	
	Ra, мкм	подряпини
АС6 50/40 (сист. Ni-Mn-C, зразок № 1)	0,12 - 0,15	подряпини шириною до 100 мкм.
50/40 (сист. Mg-Zn-B-C, зразок № 2)	0,12 - 0,15	подряпини відсутні

На продуктивність обробки поверхні шліфуванням мають вплив такі характеристики абразиву як міцність порошку та розвинена поверхня. При цьому, як висока питома поверхня, так і підвищена міцність позитивно впливають на експлуатаційні характеристики процесу шліфування. При використанні алмазних порошків, які є близькими за показником міцності, чинником, який впливає на продуктивність шліфування, залишається форма поверхні алмазних частинок. Результати діагностики морфометричних характеристик порошків представлені в табл. 2. Загальний вигляд зерен алмазних порошків представлений на рис. 1.



а *б*

Рис.1. Зображення окремих зерен алмазного порошку: синтезованого в системі Mg–Zn–B–C (а); АС6, синтезованого в системі Ni-Mn-C (б)

Алмазні порошки № 1 мають в середньому по 7,1 ріжучих кромок на зерно з кутом загострення 81,36° тоді як зерна порошку № 2 мають більшу кількість кромок – 9, проте з тупішим кутом загострення – 95,31°.

За розмірними характеристиками (F_{max}, F_{min}, d_c, d_e), більші значення мають зерна алмазного порошку № 1.

Feret-видовження зерен порошку № 1 більше, тобто вони більш видовжені. Зерна порошку № 2 є більш близькими до круга і еліпса за формою і більш плоскими. Значення параметра шорсткості *Ra* та питомого периметра зерен для обох порошків однакові. По

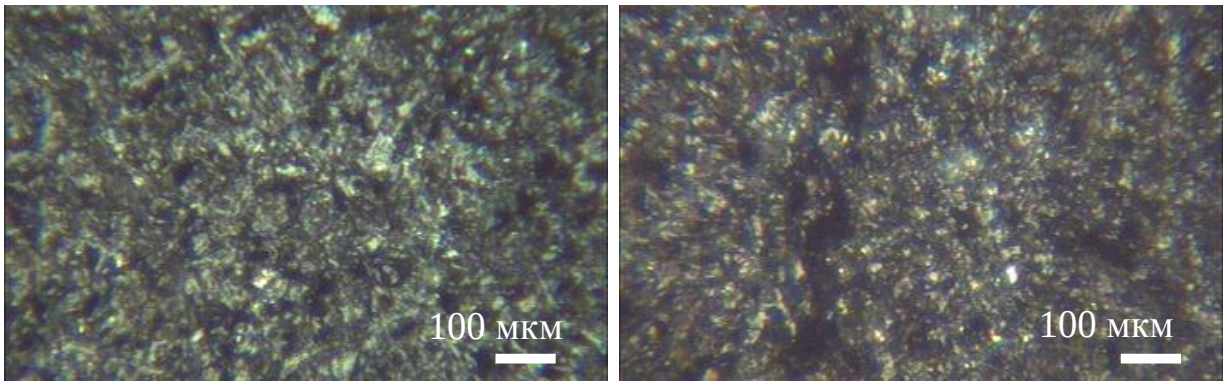
однорідності властивостей форми і розмірів зерен порошків більш однорідними є зерна алмазних порошків № 2.

Таблиця 2. **Характеристики, які описують розмір зерен шліфпорошків статичного синтезу: (F_{max}, F_{min}, d_c, d_e), їх форму (f_c, $K_{упл}$, F_e, E_l) та топографію поверхні ($P_{уд}$, Rg), N – кількість зерен в одному караті, штук; n – кількість ріжучих кромок, штук; φ – кут загострення ріжучих кромок**

	Назва характеристик, (Позначення)	АС6 50/40 Ni-Mn-C (зразок №1)		50/40 Mg-Zn-B-C (зразок №2)	
		Середнє	Одно-рідність	Середнє	Одно-рідність
Характеристики розміру зерен	Мінімальний діаметр Feret, (F_{max}, мкм)	87,24	0,5377	71,23	0,6267
	Максимальний діаметр Feret, (F_{min}, мкм)	55,42	0,6718	49,2	0,7193
	Середній розмір зерна, (d_c, мкм)	71,33	0,6307	60,21	0,6241
	Еквівалентний діаметр зерна, (d_e, мкм)	63,63	0,6788	55,59	0,6694
Характеристики форми зерен	Коефіцієнт уплощення зерен (Feret-уплощене зерен) ($K_{упл}$)	0,7146	0,7568	0,8577	0,9542
	Компактність (форм-фактор окружності фактичної поверхні проекції зерна), (f_c)	1,6267	0,3942	1,4335	0,5524
	Еліптичність, (E_l)	1,6204	0,3209	1,4608	0,3876
	Feret-видовження (аналог коефіцієнта форми по ДСТУ 3292 та ГОСТ 9206-80), (F_e)	1,6092	0,3921	1,459	0,4396
Характеристики топографії поверхні	Питомий периметр, ($P_{уд}$, 1/мкм)	0,0871	0,4479	0,089	0,4429
	Шорсткість зерен (Roughness), (Rg)	1,0954	0,5716	1,0813	0,5651
	N, шт,	673100		1524200	
	n, шт,	7,1		9	
	φ, град,	81,36		95,31	

Такі результати свідчать про те, що на продуктивність обробки поверхонь ТАШ позитивно впливають такі характеристики абразиву як фактор округлості чи еліптичність, зростання кількості ріжучих кромок та однорідність зерен порошку за цими властивостями.

Окрім продуктивності ТАШ важливим критерієм є якість обробленої поверхні. Аналіз оброблених пластин показує, що на поверхні, обробленій за допомогою алмазного порошку (зразок № 2), присутні подряпини шириною до 100 мкм (рис. 2). Наявність подряпин, що перевищують розмір зерен абразиву є характерним негативним явищем при шліфуванні діелектричними алмазними порошками.



а *б*

Рис. 2. Зображення поверхонь пластин із сапфіру після тонкого алмазного шліфування алмазним порошком, синтезованим в системі Mg–Zn–B–C (а); порошком АС 6, синтезованим в системі Ni-Mn-C (б)

Причиною утворення таких подряпин є наявність конгломератів алмазних зерен (конгломерація). Вона відбувається внаслідок кулонівських сил, що діють між алмазними зернами, на яких зосереджений статичний електричний заряд. Це негативно впливає на якість обробленої поверхні пластини із сапфіру. При використанні алмазного порошку, синтезованого в системі Mg–Zn–B–C, процес ТАШ відбувається без утворення таких подряпин. Швидше за все, на це впливає зменшення питомого електроопору порошку (від 10^{13} до 10^{2} Ом·м), внаслідок чого утворення конгломератів алмазних зерен не відбувається. Тому застосування такого алмазного порошку, що є напівпровідником, дозволяє отримувати поверхню без подряпин.

Висновки

Зерна алмазного порошку, синтезованого в системі Mg–Zn–B–C (зразок № 2), є більш близькими до круга і еліпса за формою і більш плоскими, мають по 9 ріжучих кромок на зерно з кутом загострення – 95,31°.

Використання алмазного порошку, синтезованого в системі Mg–Zn–B–C, з показником міцності 8 Н, що відповідає марці АС6, дозволяє підвищити продуктивність шліфування на 27% у порівняні з алмазним порошком марки АС6, синтезованим в системі Ni–Mn–C.

За рахунок зменшення питомого електроопору при тонкому алмазному шліфуванні за допомогою абразиву у вільному стані вдається отримувати поверхню без подряпин.

Представлены результаты исследования процесса тонкого алмазного шлифования сапфира при использовании полупроводникового алмазного порошка, синтезированного в системе Mg-Zn-B-C. Показано, что использование алмазного порошка позволяет повысить производительность тонкого алмазного шлифования сапфира до 27% и предотвратить образование царапин на обработанных поверхностях.

Ключевые слова: *тонкое алмазное шлифование, электропроводящий алмаз.*

The results of the use of semiconductor diamond powder synthesized in the system Mg-Zn-BC for fine diamond grinding of sapphire by free abrasive are presented. It is shown that the use of this powder can improve the performance of thin diamond grinding of sapphire up to 27% and prevent formation of scratches on treated surfaces.

Keywords: *free abrasive, fine diamond grinding, electrically conductive diamond.*

Література

1. Петасюк Г.А. Системно-критеріальний метод кількісної оцінки однорідності надтвердих диспе-рсних матеріалів // Фізико-хімічна механіка матеріалів.– 2003.– №5.– С. 101–105.
2. Новиков Н.В., Богатырева Г.П., Петасюк Г.А. К вопросу повышения информативности морфологических характеристик порошков из сверхтвердых материалов, определяемых на видеокомпьютерных диагностических комплексах // Сверхтвердые матер. – 2005.– № 3. – С. 73–85.
3. Сафонова М.Н., Петасюк Г.А., Сыромятникова А.С. Компьютерно-аналитические методы диагностики эксплуатационных характеристик алмазных порошков и композиционных мате-риалов на их основе. – Новосибирск: СО РАН, 2013. – 223 с.
4. Петасюк Г.А. Экстраполяционно геометрический метод измерения внешней удельной поверх-ности порошков сверхтвердых материалов // Измерительная техника. – 2008. – №.1. – С. 59–64.
5. Петасюк Г.А., Сирота Ю.В Аналитическое определение количества зерен в одном карате алмазного порошка на основе экстраполяционно-аффинной 3D модели зерна // Сверхтвердые материалы. – 2012. – № 3. – С. 70–82.
6. Петасюк Г.А. Інтерпретаційнй і прикладні аспекти деяких морфологічних характеристик порошків надтвердих матеріалів // Сверхтвердые матер. – 2010. – № 2. – С. 80–95.
7. Petasyuk G. A. System and criterial method of the identification and quantitative estimation of the geometrical shape of the abrasive powder grains projection // Powder Technology. – V. 264. –2014. – P. 78–85

Надійшла 10.07.14

УДК 621.371

Ю. Д. Филатов, **В. И. Сидорко**, доктора технических наук;
Т. А. Прихна, член-корр. НАН Украины; **А. Ю. Филатов**, **А. И. Боримский**,
С. В. Ковалев, **А. М. Куцай,** кандидаты технических наук;
А. Г. Ветров, **В. Г. Полторацкий**

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

ПОЛИРОВАНИЕ ПЛОСКИХ ПРЕЦИЗИОННЫХ ПОВЕРХНОСТЕЙ ЭЛЕМЕНТОВ ОПТИКО-ЭЛЕКТРОННОЙ ТЕХНИКИ ИЗ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО КАРБИДА КРЕМНИЯ

В результате исследования закономерностей полирования монокристаллического карбида кремния и использования в качестве критерия для оценки эффективности обработки приведенной энергии переноса обоснована целесообразность последовательного применении водных полировальных суспензий из алмазных микропорошков, порошков кубического нитрида бора и MAX-фазы Ti_3AlC_2.

Ключевые слова*: монокристаллический карбид кремния, энергия переноса, эффективность полирования.*

Введение

В теории алмазно-абразивной обработки прецизионных поверхностей элементов оптико-электронной техники успешно используют модель съема обрабатываемого материала при полировании диэлектриков, основанную на кластерной модели износа взаимодействующих при трении поверхностей твердых тел [1; 2], и физико-статистическую модель образования на обрабатываемой поверхности частиц шлама и их удаления [3]. Размеры этих частиц, их концентрация в зоне контакта инструмента и обрабатываемой детали, характер взаимодействия с частицами износа и контактирующими поверхностями определяют как производительность механической обработки неметаллических материалов и интенсивность износа инструмента на всех технологических операциях, так и состояние этих поверхностей [4–7].

В последнее время разработаны новые оптоэлектронные изделия и устройства на основе подложек, эпитаксиальных структур и электронной компонентной базы из монокристаллического карбида кремния (SiC) – слоистого материала, свойства которого зависят от порядка чередования наноразмерных слоев с кристаллической сверхструктурой, построенной из элементарных слоев, различающихся кристаллической упаковкой. Политипы различаются электрофизическими, оптическими и химическими свойствами. На основе карбида кремния формируются объекты, представляющие собой гетероструктуры в виде различных модификаций: кубической и гексагональных 3C-2H, 3C-6H, а также гетероструктурных нанокомпозиций SiC с нитридами алюминия и галлия. Для обеспечения технических требований, предъявляемых к подложкам SiC диаметром 50–100 мм; толщиной 350±50 мкм и структурной политипной однородностью 4H или 6H, необходимо разработать новую технологию их полирования [8; 9].

Полирование элементов из монокристаллического карбида кремния

На основе кластерной модели износа [1; 2] процесс съема обрабатываемого материала при полировании карбида кремния можно рассматривать как накопление энергии в критическом объеме – кластере, т. е. переходы кластера в дискретном эквидистантном энергетическом спектре. С учетом многочастотного режима взаимодействия поверхностей обрабатываемой детали и инструмента, когда собственные колебания фрагментов происходят на частотах ω_{01l} и ω_{02k} (l, k – порядковые номера частот, определяемых по ИК-спектрам поглощения), можно определить количество возбужденных фрагментов (элементарных групп SiC) $\xi_{lk} = \dfrac{\omega_{01l}^4}{(\omega_{01l}^2 - \omega_{02k}^2)^2}$, молекулярных фрагментов в кластере $\xi = \left[\sum_{lk} \xi_{lk}\right]$, характерные частоты $\omega_{lk} = \dfrac{3\omega_{01l}\omega_{02k}}{2(\omega_{01l} + \omega_{02k})}$ и энергию кластера $E_{cl} = \sum_{lk} \left[\omega_{01l} \hbar \xi_{lk}\right]$ (где $\hbar$ – постоянная Планка). Обрабатываемый материал отделяется от поверхности в виде частицы шлама только тогда, когда энергия кластера E_{cl} превысит энергию связи SiC (E_b = 3,24 эВ [8]). Распределение частиц шлама по размерам описывается распределением Пуассона с параметром $\nu = E_b/E_{cl}$, а вероятность образования частиц шлама пропорциональна $\nu\exp(-\nu)$ [1; 2]. Диэлектрические проницаемости обрабатываемого ε_l и инструментального ε_k материалов определяют на характерных частотах ω_{lk}, а константу Лифшица $\hbar\omega_{123}$ ($\hbar = 1{,}054 \cdot 10^{-34}$ Дж·с – постоянная Планка) рассчитывают в соответствии с формулой $\omega_{123} = \int_{\omega_1}^{\omega_2} \dfrac{[\varepsilon_1(\omega_{lk}) - \varepsilon_3][\varepsilon_2(\omega_{lk}) - \varepsilon_3]}{[\varepsilon_1(\omega_{lk}) + \varepsilon_3][\varepsilon_2(\omega_{lk}) + \varepsilon_3]} d\Omega$ ($\Omega \in [\omega_1; \omega_2]$, где ω_1, ω_2 – частота в ИК-спектрах минимальная и максимальная).

Для политипа 6H-SiC расстояния между соседними поверхностными молекулами и между молекулярными слоями определяют по постоянным решетки a = 0,3073 нм и c = 1,511 нм [8]). Площадь поверхности i-й частицы шлама $S_i = S_0$ $(i + 1)$ (где $i = \overline{1,N}$, N – количество выборок, S_0 – площадь поверхности кластера, зависящая от структуры обрабатываемого материала и количества молекулярных фрагментов ξ). Необходимо отметить, что площадь поверхности кластера существенно зависит от кристаллографической ориентации плоскости монокристалла, которую полируют. Рассматривая кристаллы с гексагональной структурой, можно определить как из отдельных молекулярных фрагментов складываются кластеры, которые, отрываясь от обрабатываемой поверхности, превращаются в частицы шлама. При полировании плоскости [0001] количество молекулярных фрагментов определяют в проекциях на оси координат x, y и z соответствующими межплоскостными расстояниями a, a и $c/6$, количество молекулярных фрагментов $\xi = k_1k_2k_3$, минимальная площадь поверхности частиц $S_{0C} = 3\sqrt{3}\,a^2k_1k_2 + ack_1k_3 = \xi[3\sqrt{3}\,a^2k_3^{-1} + ack_2^{-1}]$.

Плоские поверхности элементов из карбида кремния (плотность ρ = 3,21 г/см^3, коэффициент теплопроводности λ = 490 Вт/(м·К), статическая диэлектрическая проницаемость – 6,5 [8]) полировали на шлифовально-полировальном станке мод. 2ШП-200М при частоте вращения полировальника 90 об./мин., давлении прижима детали к инструменту 49,5 кПа, смещении штриха 30 мм, длине штриха 50 мм и средней температуре в зоне контакта 300 K. Частота собственных колебаний молекулярных фрагментов SiC, определяемая по спектрам инфракрасного поглощения (ИК) или комбинационного рассеяния (КР) $\omega_{01} = 15{,}0\cdot10^{13}$ с$^{-1}$ (794 см$^{-1}$); $\omega_{01} = 18{,}9\cdot10^{13}$ с$^{-1}$ (1000 см$^{-1}$) [10; 11]. Закономерности съема обрабатываемого материала при полировании монокристаллического карбида кремния исследовали с использованием специально приготовленных суспензий из алмазных микропорошков (№ 1), порошков кубического нитрида бора (№ 2) и MAX-фазы Ti_3AlC_2 (№ 3 и № 4) [9; 12].

Производительность съема обрабатываемого материала при полировании монокристаллического карбида кремния определяли по коэффициенту η объемного износа в зависимости от размеров $d_1(i)$ частиц шлама и концентрации i-х частиц шлама на поверхности, длины пути трения элемента обрабатываемой поверхности по поверхности рабочего слоя инструмента, номинального давления прижима инструмента к детали, скорости их относительного перемещения, площади контакта, коэффициента теплопроводности обрабатываемого материала и температуры в контактной зоне.

Частота собственных колебаний молекулярных фрагментов полировальных порошков ω_{02} составляет: алмаза 1135 и 1332 см$^{-1}$ [13], кубического нитрида бора – 1056 и 1304 см$^{-1}$ [14], порошков MAX-фазы Ti_3AlC_2 – 260, 420, 605, 1320 и 1590 см$^{-1}$ [15]. Статическая диэлектрическая проницаемость полировальных порошков: алмаза – 5,7; cBN – 2,5; Ti_3AlC_2 – 3,5 [13; 16].

Результаты расчетов параметров обобщенной модели образования и удаления частиц шлама и съема обрабатываемого материала, а также экспериментальные данные по производительности съема монокристаллического SiC приведены в таблице.

Результаты анализа приведенных данных показали, что производительность съема монокристаллического карбида кремния зависит от количества фрагментов в кластере, энергии кластера и наиболее вероятного размера частицы шлама [2]. Зависимости производительности полирования карбида кремния от коэффициентов износа объемного η и массового ξ_w, характеризующих интенсивность съема обрабатываемого материала при механообработке показаны на рис. 1 и 2 [3; 9]. Чем меньше эти коэффициенты, тем ниже производительность съема обрабатываемого материала. Процесс полирования характеризуется также энергией переноса, являющейся наиболее чувствительной к производительности обработки [9].

Результаты расчета и экспериментальные данные по производительности полирования монокристаллического карбида кремния с помощью суспензий из алмазных и полировальных порошков

Параметр контактного взаимодействия SiC с полировальным порошком	Значения для полировального порошка			
	АСМ (№ 1)	cBN (№ 2)	Ti_3AlC_2 (№ 3)	Ti_3AlC_2 (№ 4)
Наиболее вероятный размер частиц шлама a_v, нм	2,45	2,62	2,30	2,30
Коэффициент объемного износа η, $м^2/с$	$7{,}8\cdot10^{-11}$	$3{,}0\cdot10^{-11}$	$3{,}8\cdot10^{-12}$	$1{,}9\cdot10^{-12}$
Коэффициент массового износа ξ_w, кг/(мс)	$2{,}5\cdot10^{-7}$	$9{,}6\cdot10^{-8}$	$1{,}2\cdot10^{-8}$	$5{,}9\cdot10^{-9}$
Энергия переноса W, Дж/кг	$5{,}9\cdot10^{11}$	$1{,}5\cdot10^{12}$	$1{,}2\cdot10^{13}$	$2{,}5\cdot10^{13}$
Производительность обработки Q, $м^3/с$	$4{,}39\cdot10^{-12}$	$1{,}59\cdot10^{-12}$	$2{,}1\cdot10^{-13}$	$1{,}0\cdot10^{-13}$
Экспериментальная производительность съема SiC:				
мг/мин	0,84	0,28	0,05	0,02
мкм/мин	0,26	0,01	0,015	0,006
$м^3/с$	$4{,}38\cdot10^{-12}$	$1{,}47\cdot10^{-12}$	$2{,}4\cdot10^{-13}$	$9{,}3\cdot10^{-14}$
Погрешность расчета, %	0,1	8,1	14,0	10,4

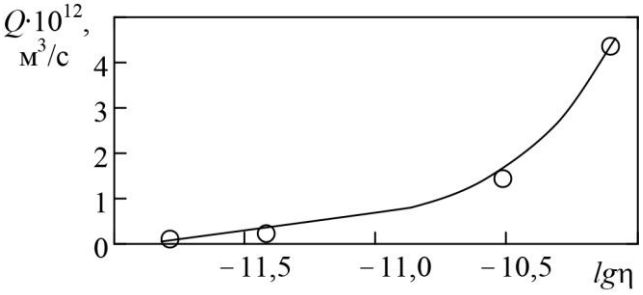


Рис. 1. Зависимость производительности полирования карбида кремния от коэффициента объемного износа (— – теория; ○ – эксперимент)

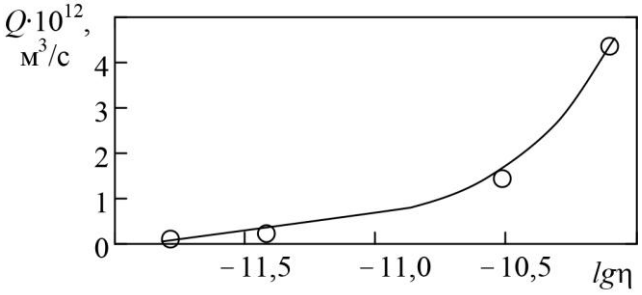


Рис. 2. Зависимость производительности полирования карбида кремния от коэффициента массового износа (— – теория; ○ – эксперимент)

Зависимость производительности полирования карбида кремния от энергии переноса $W = \lambda T/\xi_w$ (Дж/кг), показывающая часть механической энергии, которая переносится частицами шлама единичной массы с обрабатываемой поверхности в контактную зону, показана на рис. 3. Полученная зависимость в логарифмических координатах линейная: $lgQ = -a lgW + b$ ($a = 0{,}99 \approx 1$; $b = 0{,}31$ – коэффициенты, определенные методом наименьших квадратов). Из этого следует, что производительность полирования монокристаллического карбида кремния обратно пропорциональна энергии переноса и может быть описана приближенной зависимостью $Q = k / \rho W$ ($k = 6{,}6\cdot10^3$ Вт).

Величина энергии переноса W зависит не только от режимных и кинематических параметров обработки, характеристик полировального порошка, смачивающе-охлаждающей технологической среды, но и коэффициента теплопроводности обрабатываемого материала. В этой связи используют приведенную энергию переноса $W_0 = [\lambda_{K8}/\lambda]W$, которая характеризует участие частиц шлама в передаче тепловой энергии при обработке карбида кремния относительно

обработки эталонного материала – оптического стекла марки К8 с $\lambda_{К8}$ = 0,95 Вт/(м·К).

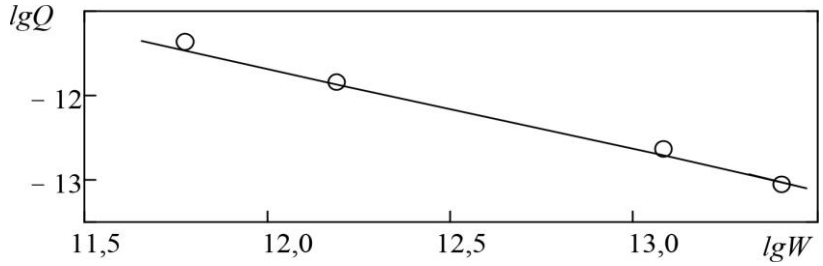


Рис. 3. Зависимость производительности полирования монокристаллического карбида кремния от энергии переноса (— – теория; ○ – эксперимент)

Диаграмма, на которой в логарифмическом масштабе даны значения приведенной энергии переноса, характерные для полирования монокристаллического карбида кремния с помощью суспензий исследуемых порошков № 1–4 (нумерация в соответствии с таблицей) показана на рис. 4. Приведенные на диаграмме прямая lgW_0 = 10, соответствующая классическому полированию оптических поверхностей деталей из стекла марки К8, и прямая lgW_0 = 9, соответствующая супертонкому шлифованию, позволяют выделить две характерные зоны: 1 – супертонкое шлифование; 2 – полирование. Это означает, что монокристаллический карбид кремния целесообразно полировать в несколько переходов: 1 – традиционное супертонкое шлифования водной суспензией алмазных микропорошков; 2 – предварительное полирование с помощью суспензии из порошков кубического нитрида бора; 3 – полирование с помощью порошков МАХ-фазы Ti_3AlC_2; 4 – нанополирование с помощью порошков МАХ-фазы Ti_3AlC_2.

Сравнение результатов расчета производительности полирования плоских поверхностей элементов из монокристаллического карбида кремния с помощью суспензий из различных полировальных порошков с экспериментальными данными показало их хорошую сходимость (отклонение расчетных и экспериментальных результатов составляло 0,1–14,0 %, см. табл.), что подтверждает эффективность применения обобщенной модели образования и удаления частиц шлама и съема обрабатываемого материала для полирования.

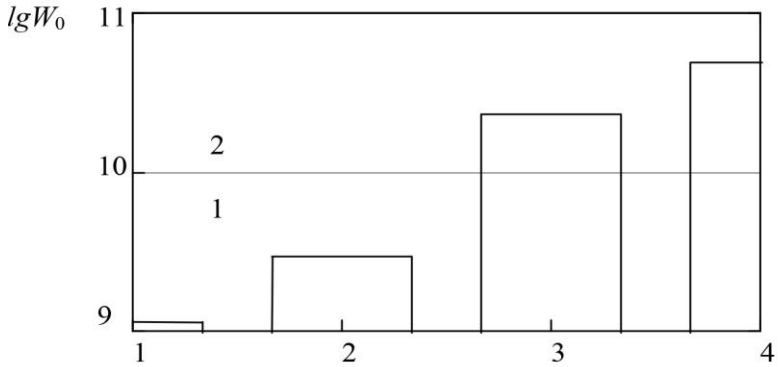


Рис. 4. Приведенная энергия переноса при полировании монокристаллического карбида кремния

Выводы

В результате теоретических и экспериментальных исследований закономерностей полирования плоских поверхностей оптико-электронных элементов из монокристаллического карбида кремния, а также использования в качестве критерия эффективности полирования приведенной энергии переноса, показана целесообразность осуществления полирования в несколько переходов при последовательном применении специально приготовленных водных суспензий из алмазных микропорошков для супертонкого шлифования, порошков кубического нитрида бора для предварительного

полирования и порошков MAX-фазы Ti_3AlC_2 для полирования и нанополирования.

У результаті дослідження закономірностей полірування монокристалічного карбіду кремнію і використання як критерію для оцінювання ефективності обробки приведеної енергії перенесення обґрунтовано доцільність послідовного застосування водних полірувальних суспензій з алмазних мікропорошків, порошків кубічного нітриду бору та MAX-фази Ti_3AlC_2.

***Ключові слова**: монокристалічний карбід кремнію, енергія перенесення, ефективність полірування.*

As a result of studies of regularities polishing single-crystal silicon carbide and used as a criterion for assessing the effectiveness of the treatment given amount of energy transfer expedience consistent application of water-shaft polishing slurries of diamond micron powders, cubic boron nitride powders, MAX-phase powders Ti_3AlC_2.

***Key words:** single crystal silicon carbide, the energy transfer, efficiency of polishing.*

Литература

1. Филатов Ю.Д. Полирование алюмосиликатных материалов инструментом со связанным полировальным порошком // Сверхтвердые матер. – 2001. – № 3. – С. 36–49.
2. Филатов Ю.Д. Полирование прецизионных поверхностей деталей из неметаллических материалов инструментом со связанным полировальным порошком // Сверхтвердые матер.–2008. – № 1. – С. 59–66.
3. Филатов Ю.Д., Сидорко В.И.Статистический подход к износу поверхностей деталей из неметаллических материалов при полировании // Сверхтвердые матер. – 2005. – № 1. – С. 58–66.
4. Filatov O.Yu., Poperenko L.V. In situ ellipsometry of surface layer of nonmetallic transparent materials during its finish processing // Applied Surface Sci. – 2006. – V. **253. –** Is. 1. – P. 163–166.
5. In situ control of roughness of processed surfaces by reflectometric method / Yu.D. Filatov, O.Yu. Filatov, U. Heisel etal. // Optical Micro- and Nanometrology III, Proc. of SPIE. – 2010. – V. **7718**. – P. 77181J–9.
6. Bound-abrasive grinding and polishing of surfaces of optical materials / Y.D. Filatov, O.Yu. Filatov, G. Monteil etal. // Optical Engineering. – 2011. – V. **50. –** Is. 6. – P. 063401–063401–7.
7. Филатов А.Ю., Сидорко В.И. Локализация фрагментов налета на обрабатываемой поверхности при полировании неметаллических материалов // Сверхтвердые матер. – 2011. – № 5. – С. 73–87.
8. Properties of Silicon Carbide edited by Gary Lynn Harris / INSPEC, Institution of Electrical Engineers. – London, United Kingdom, 1995. – 289 p.
9. Закономерности финишной алмазно-абразивной обработки монокристаллического карбида кремния / Ю.Д. Филатов, А.Г. Ветров, В.И. Сидорко и др. // Сверхтвердые матер. – 2013. – № 5. – С. 63–71.
10. Золотарев В.М. Высокотемпературная спектральная излучательная способность SiC в ИК области // Оптика и спектроскопия. – 2007. – № 4.– Т. 103. – С. 609–619.
11. Тарала В.А. Влияние условий осаждения на состав и структуру пленок карбида кремния // Конденсированные среды и межфазные границы. – 2011. № 3. – Т. 13. – С. 348–357.
12. Исследование стойкости к окислению, механических характеристик материалов на основе MAX-фаз систем Ti–Al–(C,N) и возможности их использования в качестве инструментальных связок и для полирования / Т.А. Прихна, А.В. Старостина, Д. Лицкендорф и др. // Сверхтвердые матер. – 2014. – № 1. – С. 14–26.
13. Физические свойства алмаза: Справочник / под ред. Н.В. Новикова. – К.: Наукова думка, 1987. – 188 с.

14. Файнер Н.И., Косинова М.Л., Румянцев Ю.М. Тонкие пленки карбонитридов кремния и бора: синтез, исследование состава и структуры. – Рос. хим. журн. Рос. хим. об-ва им. Д.И. Менделеева. – 2001. – № 3. – Т. XLV. – С. 101–108.
15. Lohse B.H., Salka A., Wexlerl D. Raman spectroscopy as a tool to study TiC formation during controlled ball milling // J. of Appl. Phys. – 2005. – V. **97**. – P. 114912–7.
16. Dielectric properties of Ti_2ALC and Ti_2AlN MAX phases: The conductivity anisotropy / N. Haddad, E. Garcia-Caurel, L. Hultman etal. // J. of Appl. Phys. – 2008. – V. **104**. – P. 023531–10.

Поступила 02.06.2014

УДК 621.623

Ю. Д. Філатов, **В. І. Сідорко**, доктори технічних наук; **В. Д. Курілович**, **А. Г. Ветров**[1], **М. А. Данильченко**[2]; **В. А. Ковальов**[2], канд. техн. наук

[1]*Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, м. Київ*
[2]*Національний технічний університет України «Київський політехнічний інститут»*

ЗАБЕЗПЕЧЕННЯ ЯКОСТІ ОБРОБЛЕННЯ ДЕКОРАТИВНО-ХУДОЖНІХ ВИРОБІВ З ПРИРОДНОГО КАМЕНЮ ІНСТРУМЕНТОМ З КАЛІБРОВАНОГО ЗА ДІАМЕТРОМ АЛМАЗНО-ПОЛІМЕРНОГО ВОЛОКНА

Описано вплив реологічних характеристик розплаву, технологічних параметрів витягування волокна та конструктивних параметрів філь'єри на діаметр алмазно-полімерного волокна. Встановлено, що діаметр волокна суттєво залежить від діаметра каналу філь'єри, рівня розплаву та швидкості витягування волокна. Показано, що при калібруванні волокна за діаметром необхідно враховувати розміри зерен абразивного порошку.

***Ключові слова**: алмазно-полімерне волокно, якість оброблення, природний камінь.*

Вступ

Одним з визначальних чинників впливу на якість і продуктивність фінішного оброблення виробів з природного каменю є характеристика робочого шару інструменту. Марка, зернистість і концентрація алмазного порошку у зв'язці та фізико-механічні властивості останньої відіграють важливу роль у забезпеченні ефективного зняття оброблюваного матеріалу та формуванні високоякісної поверхні виробу. Крім того, від зазначених характеристик залежить рівномірність розподілу алмазних або абразивних зерен у зв'язці та можливість утворення їх конгломератів. Для запобігання утворенню конгломератів зерен доцільно використовувати інструмент, робочий шар якого сформований з окремих волокон [1–3]. При витягуванні через філь'єру алмазно-полімерного волокна з розплаву шихти, до якої входять полімерний матеріал – поліетилентерефталат (ПЕТФ) та абразивний порошок, зерна розташовуються всередині волокна, не контактуючи між собою.

Аналіз виготовлення алмазно-полімерних волокон

У результаті аналізу витягування алмазно-полімерних волокон (АПВ) з розплаву через філь'єру встановлено закономірності впливу діаметра філь'єри, швидкості витягування, висоти рівня розплаву, його густини, в'язкості та поверхневого натягу на витрати розплаву і діаметр волокна [2].

Діаметр волокна, що витягується з розплаву, визначаємо формулою [2]

$$d_f = \left(\frac{d_0}{2}\right)^2 \sqrt{\frac{\rho g}{2\eta V_0}\left(\frac{H_u}{H} + \frac{6\sigma d_0 \cos\vartheta}{\rho g d^3}\right)}, \quad (1)$$

де d_0, H – відповідно діаметр і довжина каналу філь'єри; ρ – густина розплаву; g – прискорення вільного падіння; η – коефіцієнт в'язкості; V_0 – швидкість витягування; H_u – висота рівня розплаву; σ – коефіцієнт поверхневого натягу; ϑ – кут змочування поверхні філь'єри розплавом; d – діаметр філь'єри.

Згідно з формулою (1) можна розрахувати діаметр алмазно-полімерного волокна за реологічними характеристиками розплаву (коефіцієнтом поверхневого натягу, динамічною в'язкістю, густиною та кутом змочування), технологічними параметрами процесу витягування волокна (швидкістю витягування та висотою рівня розплаву в ємкості екструзивного пристрою) та конструктивними параметрами філь'єри (діаметром і довжиною каналу, діаметром філь'єри).

Залежності діаметра волокна від коефіцієнта динамічної в'язкості за різних рівнів розплаву (1 – H_u = 0,01 м; 2 – H_u = 0,03 м; 3 – H_u = 0,07 м), які показують, що при зменшенні в'язкості розплаву (з підвищенням температури нагрівання ємкості екструзивного пристрою) діаметр волокна значно збільшується, показано на рис. 1.

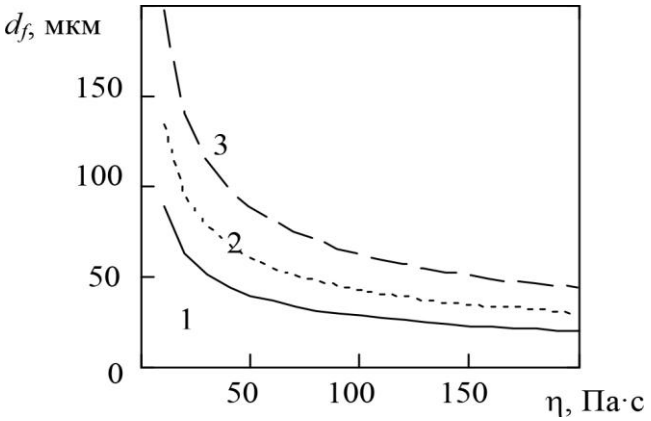


Рис. 1. Залежності діаметра волокна від коефіцієнта в'язкості за різних рівнів розплаву: 1 – H_u = 0,01 м; 2 – H_u = 0,03 м; 3 – H_u = 0,07 м

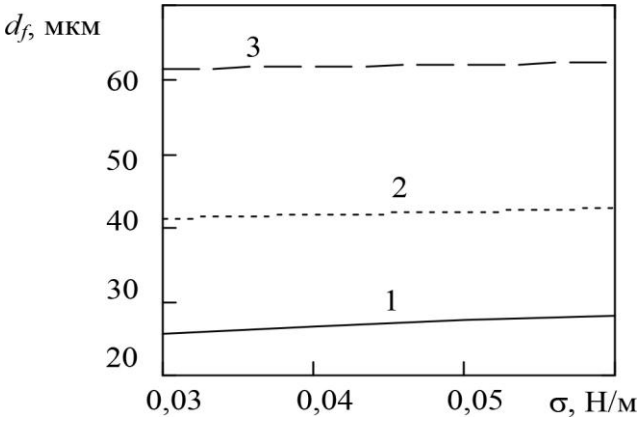


Рис. 2. Залежності діаметра волокна від коефіцієнта поверхневого натягу за різних рівнів розплаву: 1 – H_u = 0,01 м; 2 – H_u = 0,03 м; 3 – H_u = 0,07 м

За результатами аналізу залежностей діаметра волокна від коефіцієнта поверхневого натягу (рис. 2) та густини розплаву (рис. 3) доходимо висновку, що при їх збільшенні діаметр алмазно-полімерного волокна, що витягується з розплаву, незалежно від висоти рівня розплаву в ємкості екструзивного пристрою (1 – H_u = 0,01 м; 2 – H_u = 0,03 м; 3 – H_u = 0,07 м) дещо збільшується. Так, у разі зміни коефіцієнта поверхневого натягу розплаву в межах 0,03–0,06 Па·с та густини розплаву в межах 1,35–1,40 г/см^3 діаметр волокна не змінюється.

З наведених даних випливає, що змінювати температуру нагрівання ємкості екструзивного пристрою, а отже реологічні характеристики розплаву при витягуванні алмазно-полімерного волокна недоцільно, оскільки прогнозувати його діаметр неможливо.
Із формули (1) також випливає, що діаметр волокна при витягуванні з розплаву значно залежить від діаметра каналу філь'єри (рис. 4), рівня розплаву в екструзивному пристрої (рис. 5) та швидкості витягування волокна (рис. 6).

Залежності діаметра волокна від діаметра каналу філь'єри (див. рис. 4) при швидкості витягування волокна V_0 = 0,3 м/с у різні моменти часу (1 – t = 0; 2 – t = 2 с; 3 – t = 5 с) свідчать, що при використанні філь'єр більшого діаметра каналу діаметр АПВ збільшується за квадратичним законом ~ d_0^2.

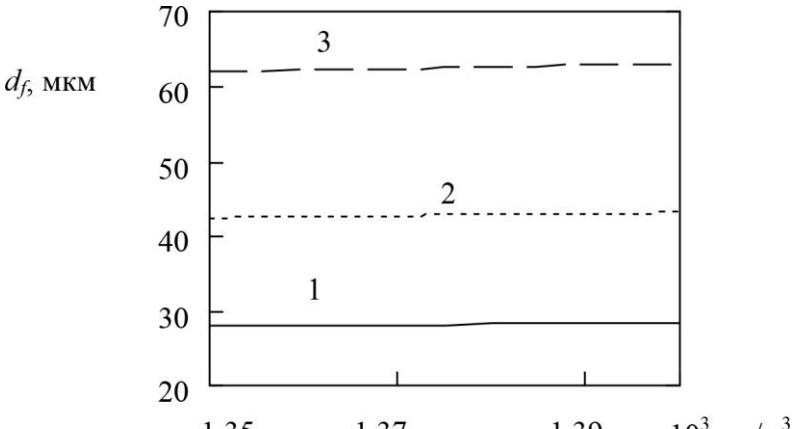


Рис. 3. Залежності діаметра волокна від густини розплаву за різних рівнів розплаву: 1 – H_u = 0,01 м; 2 – H_u = 0,03 м; 3 – H_u = 0,07 м

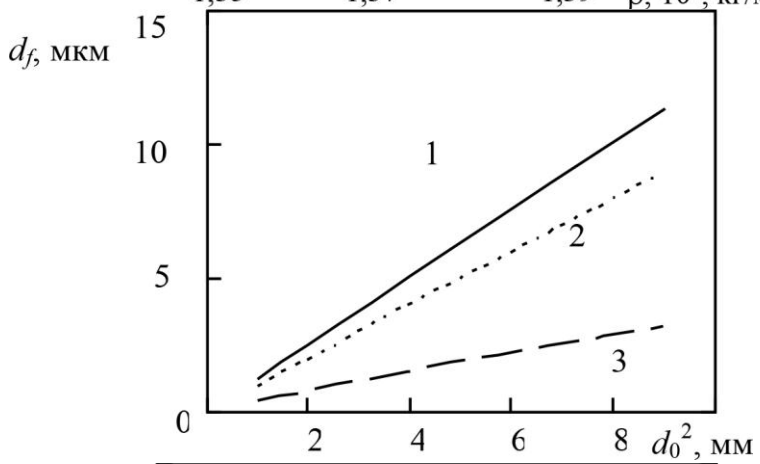


Рис. 4. Залежності діаметра волокна від діаметра каналу філь'єри: 1 – t = 0; 2 – t = 2 с; 3 – t = 5 с

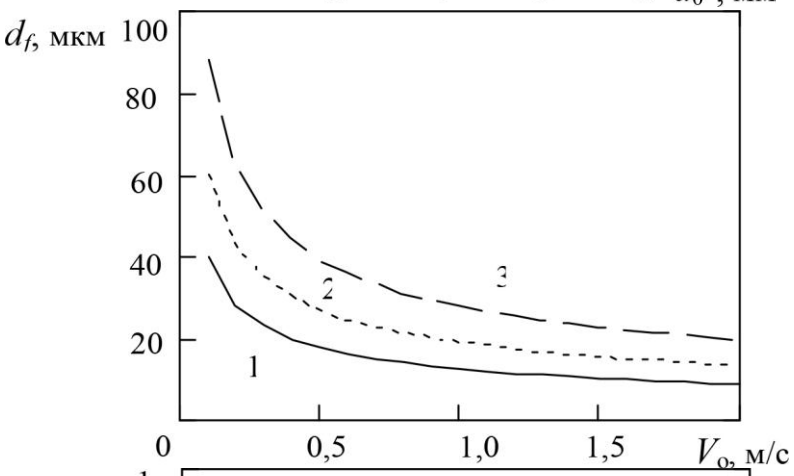


Рис. 5. Залежності діаметра волокна від рівня розплаву в екструзивному пристрої: 1 – V_0 = 0,1 м/с; 2 – V_0 = 0,3 м/с; 3 – V_0 = 1,0 м/с

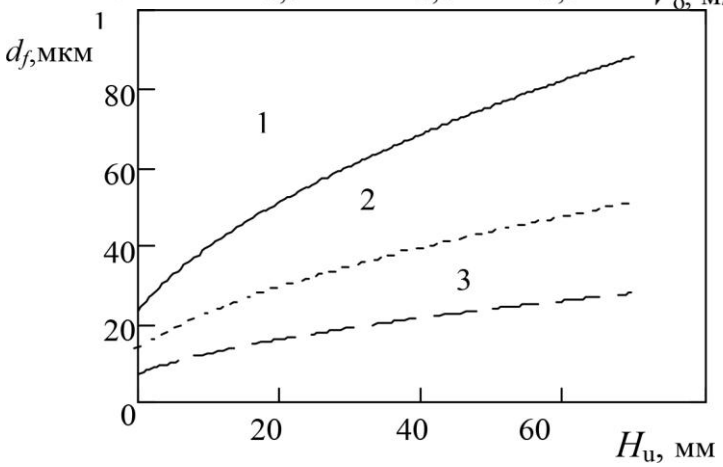


Рис. 6. Залежності діаметра волокна від швидкості витягування: 1 – H_u = 0,01 м; 2 – H_u = 0,03 м; 3 – H_u = 0,07 м

Проаналізувавши вплив рівня розплаву на діаметр волокна, доходимо висновку, що при витягуванні волокна з розплаву діаметр волокна постійно зменшується (див. рис. 5). Це

означає, що для отримання каліброваного за діаметром волокна необхідно постійно підтримувати сталий рівень розплаву в екструзивному пристрої. Зазвичай, при виробництві всіх видів волокна виконують підшихтовування, тобто в міру зниження рівня розплаву в ємкість екструзивного пристрою постійно додають шихту. Це неприпустимо щодо економічної доцільності, коли йдеться про шихту з алмазними порошками.

Як випливає з аналізу впливу швидкості витягування алмазно-полімерного волокна з розплаву (див. рис. 6), у разі підвищення швидкості витягування волокна зменшується його діаметр. Оскільки волокно, що витягується з розплаву, зазвичай намотується на бобіну, її реальний діаметр збільшується внаслідок збільшення шарів намотаного волокна. Це призводить до того, що при сталій кутовій частоті обертання бобіни лінійна швидкість витягування волокна збільшується. Для досягнення постійного діаметра волокна за умови сталості рівня розплаву (див. рис. 6) та забезпечення сталості швидкості витягування необхідно в міру намотування волокна на бобину знижувати частоту її обертання.

Калібрування алмазно-полімерного волокна за діаметром

Швидкість витягування волокна з розплаву при намотуванні змінюється, оскільки реальний радіус бобіни збільшується (рис. 7). В процесі витягування з розплаву сформоване волокно намотується на бобіну радіуса R_0, що обертається з кутовою швидкістю Ω_t, пропорційно якій змінюється лінійна швидкість витягування $V_0 = \Omega_t R_0$. Намотування волокна на бобіну відбувається так: за час одного обертання бобіни $t_1 = \frac{1}{n} = \frac{2\pi}{\Omega_t}$ (n – частота обертання бобіни, об./хв) намотується один виток волокна; витки за час $t_2 = t_1 \frac{l_k}{d_f}$ (де l_k – довжина бобіни) заповнюють шар волокна, на який у подальшому намотуватиметься наступний шар, тобто радіус бобіни збільшується на d_f. За час t приріст радіуса бобіни δR можна визначити за формулою

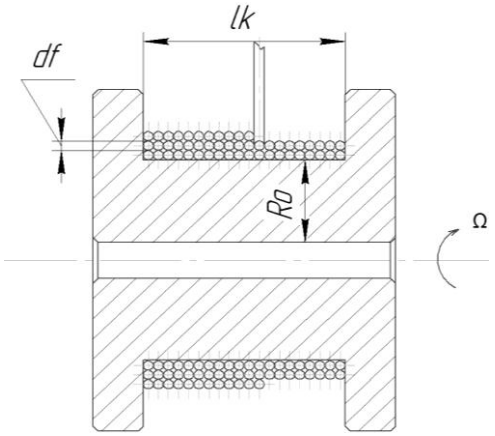


Рис. 7. Схема намотування полімерного волокна на бобіну

$$\delta R = d_f \frac{t}{t_2} = \frac{(d_f)^2 \Omega_t t}{2\pi l_k}. \qquad (2)$$

З урахуванням формули (2) можна визначити залежність швидкості витягування волокна від часу з урахуванням приросту радіусу бобіни:

$$V_0 = \Omega_t (R_0 + \delta R) = \Omega_t \left(R_0 + \frac{(d_f)^2 \Omega_t t}{2\pi l_k} \right). \qquad (3)$$

Підставляючи значення швидкості витягування волокна в (1), отримуємо трансцендентне рівняння для визначення діаметра волокна

$$d_f = \left(\frac{d_0}{2} \right)^2 \sqrt{\frac{\rho g}{2\eta \Omega_t \left(R_0 + \frac{(d_f)^2 \Omega_t t}{2\pi l_k} \right)} \left(\frac{(H_{u0} - k_u t)}{H} + \frac{6\sigma d_0 \cos\vartheta}{\rho g d^3} \right)}, \qquad (4)$$

де $k_u = 1{,}37 \cdot 10^{-6}$ м/с – коефіцієнт, що характеризує швидкість зниження рівня розплаву; $H_{u0} = 70$ мм – початковий рівень розплаву.

Для розв'язування рівняння (4) вводимо допоміжні безрозмірні функції: $D = \frac{2d_f}{d_0}$ – пряма 1, $\Phi(t,\Omega_t) = \frac{d_0}{2}\sqrt{\frac{\rho g}{2\eta\Omega_t\left(R_0 + \frac{(d_f)^2\Omega_t t}{2\pi l_k}\right)}\left(\frac{H_u(t)}{H} + \frac{6\sigma d_0\cos\vartheta}{\rho g d^3}\right)}$ – криві 2 (для різних значень часу), графіки яких показано на рис. 8.

За наближеними методами обчислення програми Mathcad розв'язали систему рівнянь $\begin{cases} D = \Phi(t,\Omega_t), \\ d_f = const, \end{cases}$ у результаті отримали значення кутової швидкості обертання бобіни Ω_t залежно від часу (рис. 9), за яких забезпечується постійний діаметр волокна. Отриману залежність можна апроксимувати прямою $\omega_t = \omega_0 + k\,t$ (де $\omega_0 = 11{,}1$ с$^{-1}$; $k = 2\cdot10^{-4}$ с$^{-2}$; рис. 9).

Зниження кутової швидкості обертання бобіни від часу відповідно до розрахованих залежностей (рис. 9) забезпечує сталість діаметра АПВ за рахунок компенсації негативного впливу одночасної зміни рівня розплаву (для процесу без підшихтовування) та радіуса бобіни.

Традиційно витягування волокон характеризується тим, що для стабілізації лінійної густини волокна (1 текс = г/км), за якою оцінюють його середній діаметр при постійному підшихтовуванні та зменшенні частоти обертання бобіни намотуючого пристрою для компенсації впливу приросту її реального радіуса. Так, для витягування АПВ за умови підшихтовування слід було б знижувати кутову швидкість обертання бобіни вдвічі повільніше, ніж для розробленого процесу (рис. 9): від 11,1 с$^{-1}$ (у початковий момент) до 7,5 с$^{-1}$ (за 11 год).

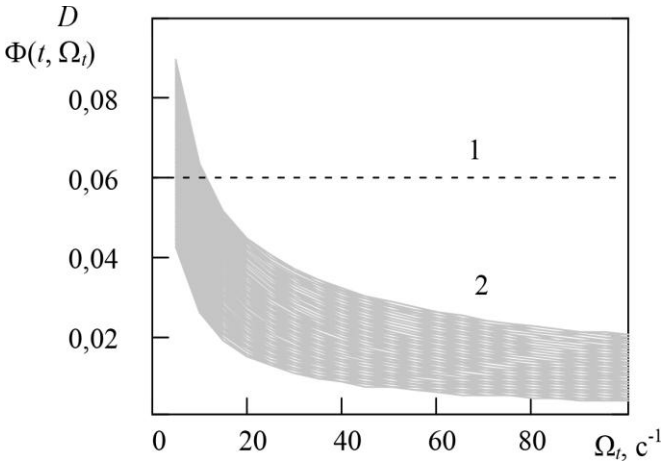


Рис. 8. Графіки функцій D і Φt(t, Ωt)

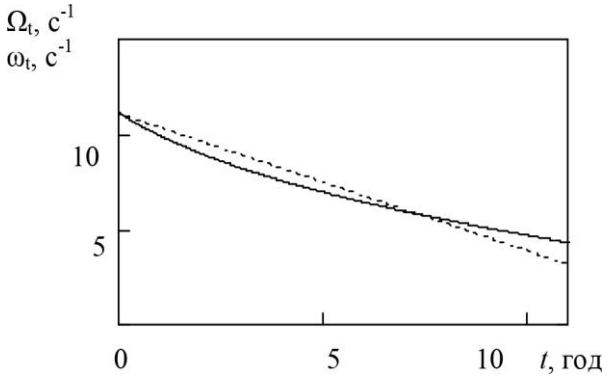


Рис. 9. Залежності кутової швидкості обертання бобіни від часу витягування АПВ

Для виготовлення алмазно-полімерного волокна розробили та виготовили спеціальну установку, до якої входять нагрівач, намотуючий пристрій з можливістю регулювання частоти обертання бобіни в діапазоні 10–110 об./хв, екструзивний пристрій зі змінними філь'єрами. Алмазно-полімерну шихту готували в окремій ємкості при розплавленні певної кількості ПЕТФ за температури 285–310 °С, додавання такої кількості алмазного порошку, що забезпечить необхідну концентрацію алмаза в інструменті, а також за ретельного перемішування суміші. До ємкості екструзивного пристрою, вставленої в нагрівач, заливали шихту і нагрівали її до температури 310°С. Волокно, що витягувалось з розплаву алмазовмісної шихти, намотували на бобіну намотуючого пристрою.

Розплав шихти мав такі параметри: густину 1,37 г/см^3; коефіцієнт в'язкості η = 100 Па·с; коефіцієнт поверхневого натягу σ = 0,06 Н/м, кут змочування розплавом філь'єри ϑ = 12°.

Витягування АПВ здійснювали через філь'єру діаметром 2 мм та діаметром каналу 1,5 мм, довжиною 6,5 мм, при висоті рівня розплаву 70 мм та частоті обертання бобіни 106 об./хв.

Для виготовлення каліброваного алмазно-полімерного волокна необхідно враховувати розміри верхньої та нижньої меж основної фракції зерен абразивного порошку щодо діаметра волокна. Для того щоб зерна абразивного порошку у волокні розташовувались по одному в кожному його поперечному перерізі, необхідно щоб виконувалась умова [4] $d_{max} < d_f < 2d_{min}$ (де d_{max}, d_{min} – верхня та нижня межа основної фракції зерен абразивного порошку відповідно). Для запобігання утворенню конгломератів зерен абразиву необхідно враховувати зерновий склад використовуваних абразивних порошків (наявність дрібних зерен у комплексній фракції порівняно з основною) за умови $d_з > 0{,}75\, d_f$ ($d_з$ – розмір зерна основної фракції).

Висновки

Запропоновано метод калібрування алмазно-полімерного волокна за діаметром та забезпечення його постійного значення (d_f = const) протягом усього часу витягування, який полягає в тому, що при виробництві волокна на розробленій установці частоту обертання бобіни слід зменшувати згідно з лінійною залежністю $n(t) = n_0 - k_б \cdot t$ (n_0 = 100 об./хв; $k_б$ = 0,1 хв$^{-1}$). Показано, що для калібрування алмазного та абразивного полімерного волокна за діаметром при витягуванні волокна доцільно змінювати частоту обертання бобіни дискретно, періодично зменшуючи її приблизно на 9–10 об./хв через кожні 1,5 год.

Описано влияние реологических характеристик расплава, технологических параметров вытягивания волокна и конструктивных параметров фильеры на диаметр алмазно-полимерного волокна. Установлено, что диаметр волокна существенно зависит от диаметра канала фильеры, уровня расплава и скорости вытягивания волокна. Показано, что при калибровке волокна по диаметру необходимо учитывать размеры зерен абразивного порошка.

Ключевые слова: *алмазно-полимерное волокно, качество обработки, природный камень.*

Describes the effect of the melt rheology, technological fiber drawing process parameters and design parameters on the die diameter diamond-polymer fibers. Found that the diameter of the fiber depends significantly on the channel diameter of the die, the melt level and speed fiber drawing. It is shown that the fiber diameter calibration must consider the size of the abrasive grain powder.

Key words: *diamond-polymer fiber, processing quality, natural stone.*

Література

1. Курілович В.Д., Ковальов С.В., Філатов Ю.Д. Підвищення ефективності фактурної алмазно-абразивної обробки природного каменю // Вестн. Нац. техн. ун-та Украины «Киевский политехнический институт»: Машиностроение. – К.: НТУУ «КПИ», 2012. – Вып. 64. – С. 106–112.
2. Курілович В.Д., Філатов Ю.Д., Ковальов В.А. Підвищення ефективності фінішної обробки виробів з природного каменю інструментом із алмазно-полімерного волокна // Сверхтвердые матер. – 2014. – № 1. – С. 49–58.
3. Філатов Ю.Д., Курілович В.Д. Виготовлення алмазно-поліефірного волокна для фінішної обробки природного каменю // Матер. 11-го Междунар. научн.-техн. семинара «Современные проблемы производства и ремонта в промышленности и на транспорте», 21–25 февр. 2011 г., г. Свалява. – К.: АТМ Украины, 2011. – С. 305–307.
4. Пат. на корисну мод. № 38450 Україна, МПК (2006) B24D 17/00. Абразивне волокно / Ю.Д. Філатов, В.Д. Курілович, В.І. Сідорко, С.В. Ковальов, В.Г. Крамар – Опубл. 12.01.2009; Бюл. № 1.

Надійшла 26.05.14

УДК 679.8; 621.923

В. В. Пегловский, канд. техн. наук

ГП ИПЦ «Алкон» НАН Украины, г. Киев

ЗАВИСИМОСТЬ ПРОИЗВОДИТЕЛЬНОСТИ АЛМАЗНОГО ШЛИФОВАНИЯ ГОРНЫХ ПОРОД ОТ ПРИВЕДЕННОГО УДЕЛЬНОГО ДАВЛЕНИЯ ОБРАБОТКИ

В результате экспериментального исследования влияния на производительность шлифования различных горных пород приведенного удельного давления обработки определены поправочные коэффициенты, позволяющие учитывать это влияние.

Ключевые слова: *обработка, горные породы, алмазный инструмент, производительность шлифования, приведенное удельное давление обработки.*

Введение

Влияние на производительность шлифования различных горных пород основных параметров алмазоносного слоя (концентрации синтетических алмазов, их прочности и размеров), а также необходимые для практического использования коэффициенты, учитывающие это влияние, рассмотрены в [1−3].

Необходимо выяснить влияние на производительность шлифования технологических параметров обработки горных пород (скорости обработки, приведенного удельного давления шлифования, расхода смазывающе-охлаждающей технологической среды).

Цель настоящей работы − исследовать влияние на производительность шлифования горных пород или минералов (декоративных и полудрагоценных камней) приведенного удельного давления обработки.

Методика исследований

Можно предположить, что при повышении приведенного удельного давления обработки горных пород повышается производительность шлифования [4; 5], однако количественные значения этого влияния неизвестны.

Для выявления количественных значений такого влияния осуществили экспериментальные исследования. В качестве образцов выбрали 15 видов горных пород или минералов, которые в соответствии с известной классификацией природных камней по их обрабатываемости алмазным инструментом относятся к разным группам [6]. Первая группа: мраморные ониксы, некоторые виды мрамора с низким (до 20%) содержанием оксида кремния; вторая группа: серпентинит, мраморы с содержанием оксида кремния более 25%; третья группа: габбро, скарн, лабрадорит; четвертая группа: джеспилит, роговик, граниты; пятая группа: кварцит, кварц льдистый, яшма.

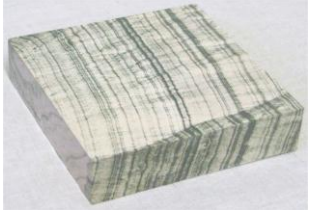
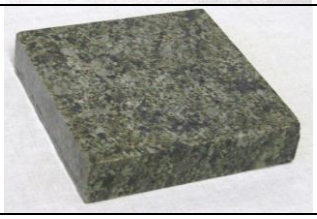
Исследуемые горные породы различались по химическому составу, минералогическим особенностям, физико-механическим свойствам и др. Внешний вид природных камней третьей и четвертой групп, результаты испытаний которых рассмотрим далее, приведены в табл. 1.

Исследования проводили на шлифовально-полировальном станке марки 3ШП, в качестве инструмента использовали алмазную шайбу типа 6А2Т ∅ 400×5×40 АС32 400/315, М1-10-1-100. Технологические параметры (за исключением приведенного давления, которое изменялось) соответствовали способу определения обрабатываемости [6].

Результаты исследований

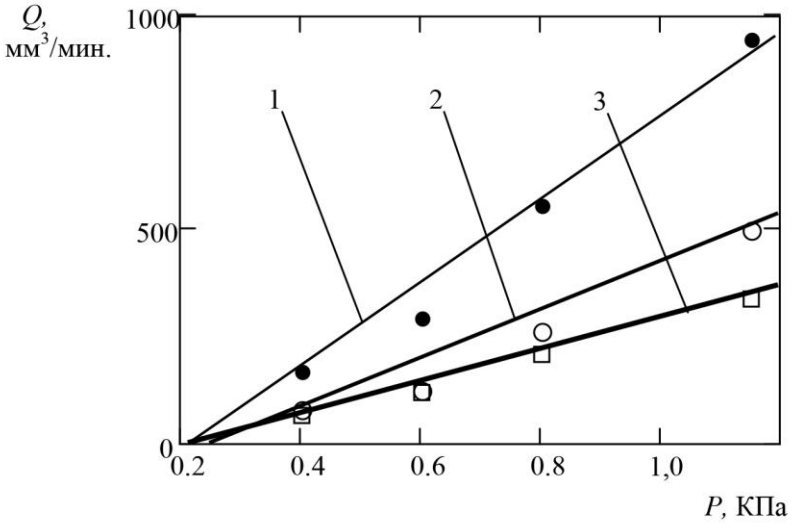
Зависимости производительности шлифования горных пород от изменения приведенного удельного давления для камней третьей и четвертой групп обрабатываемости показаны на рис. 1.

Таблица 1. **Внешний вид горных пород (минералов) выбранных для иллюстрации влияния приведенного удельного давления на производительность обработки**

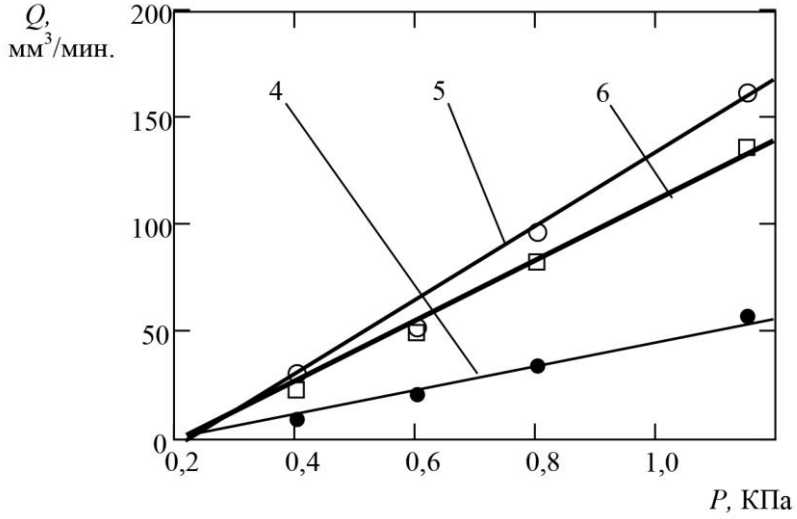
№ п/п (рис. 1)	Горная порода (минерал), страна происхождения	Внешний вид
1	Габбро Торчинское. Украина	
2	Скарн. Россия	
3	Лабрадорит. Норвегия	
4	Джеспилит. Украина	
5	Роговик. Россия	
6	Гранит Маславский. Украина	

Как следует из данных рис. 1, для всех исследованных горных пород (минералов), различающихся химическим и минералогическим составами, физико-механическими свойствами и производительностью шлифования, с повышением приведенного удельного давления значительно повышается производительность шлифования.

Коэффициенты регрессии показанных на рис. 1 линейных зависимостей и средние ошибки аппроксимации приведены в табл. 2. Средняя ошибка аппроксимации по всем 15 видам горных пород (минералов) − около 14%.



а



б

Рис. 1. Зависимости производительности шлифования Q от приведенного удельного давления шлифования P для горных пород: а – третьей группы (1 – габбро, 2 – скарн, 3 – лабрадорит); б – четвертой группы (4 – джеспилит, 5 − роговик, 6 – гранит)

Таблица 2. **Коэффициенты регрессии и средние ошибки аппроксимации линейных зависимостей**

№ п/ п (рис. 1)	Исследуемый материал, страна происхождения	κ	b	Δ, %
1	Габбро Торчинское, Украина	$1{,}07 \cdot 10^3$	−301	11
2	Скарн, Россия	585	$-3{,}61 \cdot 10^3$	21
3	Лабрадорит, Норвегия	367	−88,7	6
4	Джеспилит, Украина	64,9	−17,1	4
5	Роговик, Россия	$4{,}46 \cdot 10^3$	−47,7	9
6	Гранит Маславский, Украина	$2{,}89 \cdot 10^3$	−39,4	16

Зависимости производительности шлифования горных пород (минералов) различных групп в относительных величинах показаны на рис. 2, коэффициенты регрессии этих зависимостей для различных групп камней приведены в табл. 3.

Таблица 3. **Коэффициенты регрессии линейных зависимостей исследуемых групп камней**

Исследованная группа камней (рис 2)	κ	b
Первая	2,298	−1,069
Вторая	2,066	−0,823
Третья	2,341	−1,105
Четвертая	2,190	−0,993
Пятая	3,062	−1,71

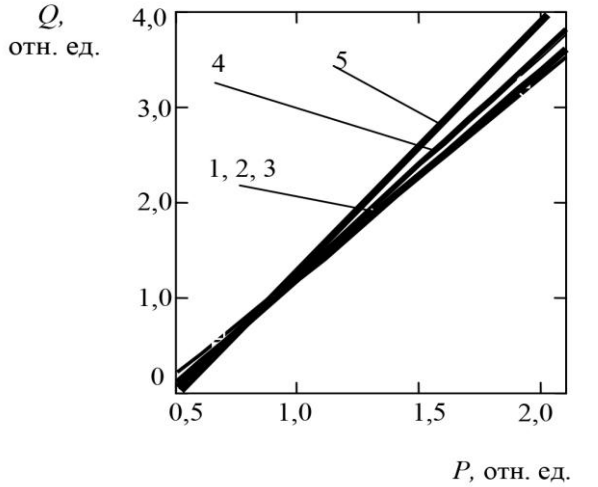


Рис. 2. Обобщенные зависимости производительности шлифования горных пород от приведенного удельного давления в относительных единицах для камней третьей и четвертой групп обрабатываемости

Если значения коэффициентов регрессии всех групп камней аппроксимировать одной общей линейной зависимостью вида $y = \kappa x + b$ известными методами [7; 8], она примет вид $Q^1 = -1{,}14 + 2{,}39\ P$, где Q^1 – относительная производительность; P − относительное приведенное удельное давление обработки.

По приведенному выражению, приняв допущение о том, что характер показанных зависимостей не будет изменяться, при расширении интервала давления, можно рассчитать рекомендуемые поправочные коэффициенты для различных, используемых при обработке камня значений давления. Эти поправочные коэффициенты ($К_д$) для оценивания производительности шлифования природных камней при их обработке алмазным инструментом для различных значений приведенного давления показаны в табл. 4.

Ранее при исследовании физико-механических свойств горных пород были выявлены интервалы изменения их прочностных свойств. Например, предел прочности при сжатии рассматриваемых видов горных пород (минералов) составляет 40−300 МПа [9; 10]. Вследствие влияния на этот показатель внутренних и поверхностных дефектов существенно (в 5−7 раз) снижаются прочностные свойства некоторых силикатных систем (например, стекол) [11].

Таблица 4. **Поправочные коэффициенты и приведенное удельное давление для расчета производительности шлифования горных пород**

Приведенное удельное давление КПа	60 КПа 1,0	300 КПа 5	600 КПа 10	3 МПа 50	6 МПа 100
Поправочный коэффициент $К_д$	1,0	10,7	18,2	94,7	190

Учитывая большее в сравнении со стеклом количество таких дефектов в горных породах, допустимый предел прочности при сжатии примем $[R]_{сж}$ = 4−30 МПа (меньше в 10 раз), что также необходимо учитывать при назначении приведенного давления обработки.

Приведенные коэффициенты можно использовать при сопоставлении производительности шлифования всех рассматриваемых групп горных пород и минералов (природных полудрагоценных и декоративных камней) алмазным инструментом при различном приведенном удельном давлении обработки в равных технологических условиях (скорости обработки, расхода смазывающе-охлаждающей технологической среды,

параметров алмазоносного слоя инструмента − концентрации синтетических алмазов, их прочности, марки металлической связки и пр.).

Выводы

В результате исследований установлено, что производительность шлифования горных пород и минералов (декоративных и полудрагоценных камней) существенно зависит от приведенного удельного давления обработки. Например, с повышением приведенного удельного давления с 60 до 600 КПа производительность шлифования камней повышается примерно в 18 раз.

Повышение производительности шлифования с повышением приведенного удельного давления обработки характерно для исследованных камней всех групп обрабатываемости.

Результаты настоящей работы можно использовать при определении производительности шлифования различных технологических операций, а также предварительного оценивания основных технологических параметров изготовления изделий из камня.

У результаті експериментальних досліджень впливу на продуктивність шліфування різних гірських порід зведеного питомого тиску обробки визначені поправочні коефіцієнти, що уможливлює врахування цього впливу.

Ключові слова: *оброблення, гірські породи, алмазний інструмент, продуктивність шліфування, зведений питомий тиск оброблення.*

Experimental studies on the influence of grinding performance of different rocks given specific pressure processing determined correction factors that take into account this effect.

Keywords: *treatment, rocks, diamond tools, grinding performance, reduced ground pressure processing.*

Литература

1. Пегловский В.В., Сидорко В.И., Ляхов В.Н.Зависимость производительности алмазной обработки горных пород от прочности синтетических алмазов алмазоносного слоя инструмента // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технологии его изготовления и применения. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля, 2012. − Вып. 15. – С. 541−548.
2. Зависимость производительности алмазной обработки горных пород от концентрации синтетических алмазов алмазоносного слоя инструмента / В.И. Сидорко, В.В. Пегловский, В.Н. Ляхов, Е.М. Поталыко // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технологии его изготовления и применения. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля, 2011. − Вып. 14. – С. 597−602.
3. Пегловский В.В., Сидорко В.И., Ляхов. В.Н. Зависимость производительности алмазной обработки горных пород от размеров синтетических алмазов алмазоносного слоя камнеобрабатывающего инструмента // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технологии его изготовления и применения.– К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля, 2013. − Вып. 16. – С. 481−487.
4. Добыча и обработка природного камня: Справочник / под ред. А.Г. Смирнова.– М.: Недра, 1990. – 445 с.
5. Оценка эффективности разрушения горных пород алмазными поликристаллическими композиционными материалами при бурении / Л.П. Закора, Р.К. Богданов, А.М. Исонкин и др. // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технологии его изготовления и применения. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля, 2008. − Вып. 11. – С. 79−84.
6. Пегловский В.В. Классификация горных пород по обрабатываемости алмазным инструментом // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника

и технологии его изготовления и применения.– К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля, 2012. − Вып. 15. –С. 533−541.
7. Mathcad 13. Д.В. Кирьянов. – СПб.: БВХ-Петербург, 2006. – 590 с.
8. Mathcad 2000 Pro. Е.М. Кудрявцев – М.: АМК, 2001. – 572 с.
9. Исследование влияния прочностных свойств природных камней на трудоемкость их алмазного шлифования / В.И. Сидорко, В.В. Пегловский, В.Н. Ляхов, Е.М. Поталыко. // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технологии его изготовления и применения. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля, 2009. – Вып. 12. − С. 495–500.
10. Оброблюваність природного каміння − об′єктивна основа його класифікації. Ч. 2. Фізико-механічні властивості напівдорогоцінного та декоративного каміння. / В.В. Пегловский, В.І. Сидорко, В.Н. Ляхов, О.М. Поталико // Коштовне та декоративне каміння. – К.: ДГЦ МФУ, 2009. – № 57, − С. 16–21.
11. Справочник по производству стекла / И.И. Китайгородский, С.И. Сильвестрович – М.; ГИЛПСАИСМ, 1963. – Т. 1. − 1026 с.

Поступила 10.04.14

УДК 679.8; 621.923

В. В. Пегловский, канд. техн. наук

ГП ИПЦ «Алкон» НАН Украины, г. Киев

ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ПАРАМЕТРЫ АЛМАЗНОЙ ОБРАБОТКИ ГОРНЫХ ПОРОД НА ТОКАРНЫХ СТАНКАХ

В результате анализа проведенных исследований и обобщения практического опыта изготовления производственно-технических, строительных, интерьерных и декоративно-художественных изделий из различных горных пород и минералов установлены рациональные параметры шлифования этих пород для токарных станков.

Ключевые слова: *горные породы и минералы, алмазный инструмент, шлифование, токарные станки, технологические параметры обработки.*

Введение

Технологические параметры обработки (шлифования) горных пород и минералов (природных декоративных и полудрагоценных камней) с применением плоскошлифовальных станков рассмотрены в [1].С помощью таких станков можно получать плоские поверхности изделий и фасонные поверхности, профиль которых обусловлен геометрической формой и размерами обрабатывающего инструмента. В то же время для обработки горных пород (минералов) и изготовления производственно-технических, строительных, интерьерных и декоративно-художественных изделий [2; 3], прежде всего их деталей или отдельных элементов, имеющих форму тел вращения, используют различные модели токарных станков [4; 5].

Цель настоящего исследования – определить рациональные параметры алмазного шлифования горных пород или минералов, относящихся к декоративным и полудрагоценным камням, на токарных станках.

Методика исследований

Известна классификация горных пород и минералов, твердых, но хрупких материалов, в зависимости от их обрабатываемости алмазным инструментом. В этой классификации

физико-механические свойства, минералогические особенности и химический состав горных пород или минералов связываются с трудоемкостью и энергоемкостью их обработки при испытании в одинаковых условиях [6].

Согласно этой классификации декоративные и полудрагоценные природные камни (горные породы или минералы) условно распределяются на пять групп, в каждой из которых технологические параметры обработки одинаковы для всех их наименований [7; 8].

Следует также учесть, что обработка горных пород на токарных станках предусматривает выбор режимов обработки, отличающихся от назначаемых при обработке металлов или их сплавов.

Результаты исследований

Основные технические характеристики токарных станков, применяемых для изготовления производственно-технических, строительных, интерьерных и декоративно-художественных изделий [2; 3] приведены в табл. 1 [4; 5].

Таблица 1. **Основные технические характеристики токарных станков различных марок**

Параметры	1К62М	16Б04А	16Б16А
Наибольший диаметр обрабатываемых заготовок, мм:			
над станиной	400	200	320
над суппортом	200	115	180
Наибольший диаметр прутка, проходящего через шпиндель, мм	45	14	36
Частота вращения шпинделя, об./мин	12,5-2000	320-3200	0-2000
Наибольшее перемещение суппорта, мм:			
продольное	–	–	700
поперечное	–	–	210
Подача суппорта, мм/об.			
продольная	0,07−4,16	0,01−0,175	0,01−0,7
поперечная	0,035−2,08	0,005−0,09	0,005−0,35
Мощность электродвигателя главного привода, КВт	10	1,1	2,8; 4,6
Габаритные размеры, мм:			
длина	2812	1310	2280
ширина	1166	690	1060
высота	1324	1360	1485
Масса, кг	2200	1245	2100

Обработка природных камней на токарных станках предусматривает их переоснащение, а именно установление на суппорте дополнительной шлифовальной головки, которая имеет возможность осевого и радиального перемещения аналогично перемещению резца при обработке металлов [9].

Для шлифования камня на токарных станках используют алмазный инструмент, характеристики которого, параметры алмазоносного слоя, а также технологические операции, для которых их используют, приведены в табл. 2.

Рекомендуемые режимные параметры обработки горных пород и минералов в зависимости от их принадлежности к определенной группе обрабатываемости в приведены табл. 3 [7; 8]. Эти режимные параметры определены в результате исследований обрабатываемости природных камней, а также опыта изготовления различных производственно-технических и декоративно-художественных изделий [3; 10; 11].

Таблица 2. **Виды и параметры алмазных инструментов, технологические операции их использования для токарной обработки горных пород**

Вид инструмента	Параметры алмазоносного слоя	Технологические операции
Круг с двусторонним коническим профилем 1ЕЕ1 (14ЕЕ1), ∅125−150×30°×5×32	АС65−АС80, 315/250−200/160, М2-01, (М6−14) −50−100	Точение поверхностей вращения
Круг прямого профиля 1А1, ∅ 150−350×10-25×3-5×32−75	АС32−АС80, 315/250−200/160, М2-01 − 50-100	Чистовое точение поверхностей вращения
Круги полукруглого профиля 1FF1, ∅ 125−150×10–32×3−5×32	АС32-АС50 315/250−250/200 , М2-01 − 50−100	Выполнение фасонов
Коронка алмазная. АС6, ∅ 50−100	АС65-АС80 250/200, М2-01 − 50-100	Точение сферических поверхностей, выполнение отверстий
Сверло алмазное АС1, ∅ 5−50	АС32−АС50, 250/200, М2-01 − 50-100	Выполнение отверстий
Головка алмазная цилиндрическая АГЦ, ∅ 12−20	АС32−АС50, 315/250−200/160, М2-01 − 50-100	Выполнение отверстий
Элементы алмазные АЭ ∅ 20−40×3−5	АС32−АС50, 315/250−200/160 М6-15 − 50-100	Выполнение донных плоских поверхностей отверстий
Алмазный отрезной круг 1А1R, ∅ 160−200×1,4−2,4×5×32−76	АС65−АС100 400/315−250/200 М6-14 (М2-01, М6-16) −50−150	Отрезка детали, выполнение канавок

Таблица 3. **Рекомендуемые технологические параметры шлифования горных пород разных групп при их токарной обработке**

Рекомендуемый технологический параметр	Значения
Наружное черновое шлифование	
Частота вращения шпинделя шлифовальной головки, об./мин	1450−1750
Частота вращения шпинделя станка при шлифовании деталей диаметром до 150 мм, об./мин. камня 1 и 2−й групп обрабатываемости камня 3 и 4−й групп обрабатываемости камня 5−й группы обрабатываемости	 40−60 16−40 12,5−16
Окружная скорость вращения изделий, м/с	5−8
Продольная подача, мм/об.: камня 1 и 2−й групп обрабатываемости камня 3 и 4−й групп обрабатываемости камня 5−й группы обрабатываемости	 0,10−0,13 0,07−0,10 0,03−0,07
Поперечная подача, мм/об.: камня 1 и 2−й групп обрабатываемости камня 3 и 4−й групп обрабатываемости камня 5−й группы обрабатываемости	 0,050−0,065 0,035−0,050 0,015−0,035
Внутреннее черновое и чистовое шлифование	
Частота вращения шпинделя шлифовальной головки, об./мин.	1450−1750
Частота вращения шпинделя станка для всех групп камней, об./мин.	12,5−40
Окружная скорость шлифования камня, м/с	до 4
Продольная подача для всех групп камней, мм/об.	0,07−0,10
Поперечная подача для всех групп камней, мм/об.	0,035−0,05

Основными регулируемыми параметрами при токарной обработке горных пород или минералов (декоративных и полудрагоценных камней) являются частота вращения шпинделя станка и обрабатывающего инструмента, а также продольная и поперечная подачи, которые выбирают в зависимости от принадлежности обрабатываемого вида горной породы к определенной группе обрабатываемости.

Выводы

В результате анализа проведенных исследований и обобщения практического опыта изготовления производственно-технических, строительных, интерьерных и декоративно-художественных изделий из различных горных пород или минералов (декоративных и полудрагоценных камней) установлены рациональные технологические параметры их обработки на токарных станках различных марок.

Технологические параметры выбирают в зависимости от принадлежности породы к определенной группе обрабатываемости, что позволяет назначать одинаковые технологические параметры обработки для многих видов природных камней (горных пород и минералов), разных месторождений, стран добычи и торговых марок.

У результаті аналізу здійснених досліджень та узагальнення практичного досвіду виготовлення виробничо-технічних, будівельних, інтер'єрних і декоративно-художніх виробів з різних гірських порід і мінералів встановлені раціональні параметри шліфування цих порід для токарних верстатів.

Ключові слова: *гірські породи та мінерали, алмазний інструмент, шліфування, токарні верстати, технологічні параметри оброблення.*

An analysis of the research and generalization of practical experience in manufacturing production and engineering, construction, interior design and decorative arts and crafts from various rocks and minerals established rational parameters of these rocks for grinding lathes.

Key words: *rocks and minerals, diamond tools, grinding machines, lathes, machining process parameters.*

Литература

1. Пегловский В.В. Технологические параметры алмазной обработки горных пород на плоскошлифовальных станках // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технологии его изготовления и применения. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля. 2013. Вып. 16. – С. 478−481.
2. ДСТУ Б В.2.7-37-95. Строительные материалы. Плиты и изделия из природного камня. Технические условия. – Введ. 01.01.96.
3. ТУ У 26.7-23504418-001:2007. Изделия камнерезные. – Введ. 01.05.07.
4. Справочник техника машиностроителя. / Данилевский В.В. – М.: Высш. шк., 1962. – 646 с.
5. Справочник технолога−машиностроителя: в 2 т. / под ред. А.Г. Косиловой, Р.К. Мещерякова. – М.: Машиностроение, 1985. – Т. 2. − 496 с.
6. Пат. 90330 Україна, МПК (2009), B28D 1/00. Спосіб визначення оброблюваності каменю / В.І. Сидорко, В.В. Пегловський, В.Н. Ляхов, О.М. Поталико. – Заявл. 21.02.08; Опубл. 24.04.10, Бюл. № 8.
7. Оброблюваність природного каміння – об'єктивна основа його класифікації. Ч. 8. Класифікація декоративного та напівдорогоцінного каміння за оброблюваністю. /В.В. Пегловский, В.І. Сидорко, В.Н. Ляхов, О.М. Поталико // Коштовне та декоративне каміння. Науково-практичний журнал. – К.: Вид. ДГЦ МФУ, – 2011. – 1. № 63, С 16–22.
8. Пегловский, В.В. Классификация горных пород по обрабатываемости алмазным инструментом // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент –

техника и технология его изготовления и применения. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля, 2012. – Вып. 15. С. 533−541.
9. Пат. 87020 С2 Україна, МПК (2009). B28D 1/00, Спосіб обробки поверхонь обертання з каменю / В.І. Сидорко, В.В. Пегловський, В.Н. Ляхов, О.М. Поталико. – Заявл. 26.07.2007; Опубл. 10.06.09, Бюл. № 11.
10. Пат. 15655 Украина, МКПО 10 – 01. Часы / В. И. Сидорко, В. Н. Ляхов, В.В. Пегловский, Е. М. Поталыко. – Заявл. 25.06.07; Опубл. 10.01.08, Бюл. № 1.
11. Пат. 15656 Украина, МКПО 10–01. Набор письменный «Сектор» / В.И.Сидорко, В.Н. Ляхов, В.В. Пегловский, Е.М. Поталыко. – Заявл. 25.06.07; Опубл; 10.01.08, Бюл. № 1.

Поступила 10.04.14

УДК669.187.2

Г. М. Григоренко, Л. И. Адеева, А. Ю. Туник, В. И. Зеленин, Е. В. Зеленин, М. А. Полещук[1], В. А.Лукаш[2]

[1]Институт электросварки им. Е. О. Патона НАН Украины, г. Киев,
[2]Институт сверхтвердых материалов им. В. М. Бакуля НАН Украины, г. Киев

ПОЛУЧЕНИЕ И ИССЛЕДОВАНИЕ СВАРНЫХ СОЕДИНЕНИЙ (Ni-Cu, Al-Fe) РАЗНОРОДНЫХ МЕТАЛЛОВ, ПОЛУЧЕННЫХ СТП ВНАХЛЕСТ

Приведены результаты исследования структуры и свойств биметаллических соединений разнородных металлов, полученных способом сварки трением с перемешиванием (СТП). Сварка трением с перемешиванием (СТП) выполнялась с помощью инструмента из карбо-нитрида-бора. При СТП, частота вращения инструмента составляла 1250 об/мин, а скорость перемещения инструмента 40–60 мм/мин. Исследованы системы с неограниченной растворимостью (Ni–Cu) и ее отсутствием (Al–Fe) в твердом состоянии. В результате СТП меди с никелем получено качественное со взаимным проникновением одного металла в другой на глубину примерно3 мм.

Результаты проведенных исследований структуры и фазового состава позволяют рекомендовать способ СТП для получения биметаллических соединений из металлов, как с неограниченной растворимостью, так и без нее в твердом состоянии.

***Ключевые слова**: сварка трением, перемешивание, биметаллическое соединение.*

Сварка трением с перемешиванием (СТП) является одним из новейших способов соединения металлов и сплавов [1], и представляет разновидностью сварки давлением – сварное соединение образуется в результате совместного пластического деформирования соединяемых деталей в твердой фазе[2; 3].

Преимущества СТП по сравнению с другими способами при получении неразъемных соединений очевидны, это[4; 5]: сохранение свойств металла в зоне сварки; отсутствие вредных испарений и ультрафиолетового излучения; снижением количества горячих трещин и пористости в металле швов; отсутствие необходимости в применении присадочного материала и защитного газа. В настоящее время большой интерес представляет возможность применения способа СТП для соединений разнородных металлов.

Как показано в работах [6–11], решающее влияние на свариваемость разнородных металлов оказывает металлургическая совместимость, определяемая взаимной растворимостью соединяемых метал-лов как в жидком, так и в твердом состояниях, а также образованием хрупких химических соединений – интерметаллидов.

Поскольку формирование шва происходит вблизи температур рекристаллизации, в металле шва отсутствуют значительные напряжения. Кроме того, за счет измельчения структуры возрастают показатели механических свойств. При этом не происходят изменение химического состава, а также выгорание элементов, порообразование и другие нежелательные процессы.

В настоящей работе способом СТП получены и исследованы два вида сварных соединений системы Ni–Cu, элементы которой отличаются неограниченной растворимостью, а также системы Al–Fe с отсутствием растворимости соединяемых материалов в твердом состоянии.

Режимы процесса СТП и характеристики свариваемых материалов даны в табл.

Режимы СТП и характеристики свариваемых материалов

Марка материала	Тип биметал-лического соединения	Толщина пластины, мм	Глубина внедрения инструмен-та.	Режим сваривания	
				Скорость сварки, мм/мин	Скорость вращения -инструмента, об/мин
Н1/М0	Ni/Cu	4/10	4,5	40	1250
АМг6/008ЖР	Al/Fe	5/3	6,0	60	1250

Примечание: В числителе указаны характеристики верхнего слоя, в знаменателе нижнего.

Сваривание осуществлялось инструментом специальной формы, изготовленным из кубического нитрида бора (кубонит) с диаметром бурта (заплечика) 25 мм и высотой штыря 6 мм.

В процессе исследований применяли методику, включающую металлографию, исследование структуры с применением сканирующего электронного микроскопа(СЕМ) JSM-35 CF фирмы JEOL (Япония), с определением элементного состава методом рентгеноспектрального микроанализа(РСМА).

Исследовали микроструктуры поперечного и продольного сечений сварных соединений, полученных способом СТП.

Изучали явления массопереноса в результате механического перемешивания металлов, диффузию элементов и условия образования интерметаллидных фаз, определяли их состав и микротвердость.

Медь и никель – два металла, образующие непрерывный ряд твердых растворов и отвечающие необходимым условиям для получения
сварного соединения разнородных металлов, они относятся к смежным группам периодической системы элементов(атомные радиусы отличаются менее чем на 10–15%) и не образуют хрупких интерметаллидных соединений.

Однако медь и никель отличаются разными физико-механическими характеристиками. Медь – мягкий, пластичный материал с высокой электропроводимостью, который плавится при температуре1085 °С, в то время как никель является относительно твердым, устойчивым к коррозии металлом, плавящимся при 1455 °С.

Биметаллическое соединение Ni/Cu с неограниченной растворимостью элементов друг в друге получено при использовании концентрированного
термомеханического действия пин-инструмента. В качестве верхнего слоя использован никелевый сплав марки Н1 толщиной 4 мм с микротвердостью (2880±170) Мпа, а в качестве нижнего слоя – медь толщиной 40 мм марки М0 с микротвердостью (1160±80) МПа.

Были исследованы металлографические шлифы сварных соединений в поперечном и продольном сечении.

При исследовании сварного соединения в зоне соединения никеля и меди происходит взаимное проникновение этих металлов на глубину до 3 мм. Механическое перемешивание металлов наблюдали в виде взаимопроникающих чередующихся полос, направленных в сторону движения пин-инструмента. Полосы из меди и никеля имеют разную толщину

(соответственно 0,3–0,6 и 0,03–0,30 мм). Вследствие перекристаллизации в этих полосах происходит измельчение структуры. В меди размер зерна колеблется от 5 до 20, а в никеле – от 5 до 40 мкм. Микротвердость полос никеля составляет (1270±40), а меди – (1140±50) МПа.

Над участком перемешивания в никеле находится участок термомеханического влияния протяженностью 3 мм с мелким зерном 20–70 мкм и полосами деформации.

Краевой участок никеля – зона термического влияния, находящаяся выше зоны термомеханического влияния, – имеет более крупное зерно.

В меди под участком перемешивания металлов обнаружен участок перекристаллизации шириной до 0,6 мкм с мелким зерном размером 15–20 мкм и участок термомеханического влияния шириной до 0,1 мм со слегка деформированным зерном, переходящим в основной металл. В обоих этих участках зафиксированы включения никеля в виде вытянутых (веретенообразных) фрагментов с микротвердостью (1300±170) МПа.

Методом РСМА изучен химический состав зоны контакта двух металлов. Установлено, что по границам зерен никеля происходит диффузия меди в никель, при этом их микротвердость понижается (1100±60) Мпа.

Возможность соединения металлов, нерастворимых друг в друге в твердом состоянии способом СТП, изучена на примере соединений Fe с Al. Препятствием к получению сварных соединений алюминия и его сплавов с железом является химическое взаимодействие этих металлов, приводящее к необратимому образованию интерметаллидов по зоне контакта двух металлов[19–20].

В системе Fe–Al образуются твердые растворы, интерметаллические соединения и эвтектики.

В работе был подвергнут СТП внахлест алюминиевый сплав АМг-6 с армко-железом (008ЖР). Толщина пластин алюминиевого сплава и железа составила 5 и 3 мм, а их микротвердость – соответственно (552±23) и (1260±60) МПа. Пин-инструмент воздействовал через алюминиевый сплав на глубину 6 мм. При СТП этих металлов в поперечном сечении зоны происходит клинообразное внедрение железа на глубину 2 мм с двух сторон от центра шва. Структура шва неоднородная, состоящая из трех зон. Шов образовался прежде всего в результате массопереноса алюминия, поскольку все зоны, по данным РСМА, имеют алюминиевую матрицу. В верхней части расположена зона со структурой на основе алюминия и включениями интерметаллидов $FeAl_3$ и Fe_2Al_7(содержание алюминия соответственно 59 и 63 мас. %). Микротвердость этой зоны составляет 980–1168 МПа.

Средняя часть шва отличается наибольшей неоднородностью. В алюминиевой матрице расположены продолговатые частицы железа разного размера и скопления интерметаллидов Fe_2Al_7 и $FeAl_2$. В продолговатых частицах железа диффузия алюминия не обнаружена, но твердость их повышена(1360–2740 МПа), очевидно, в результате деформации при массопереносе. Интерметаллид $FeAl_2$ с содержанием 49 мас. % алюминия находится в непосредственной близости, образуя окантовку частиц железа, а алюминид Fe_2Al_7 хаотично расположен в алюминиевой матрице, повышая ее микротвердость до1260–1930 МПа.

В зоне шва, непосредственно контактирующей с железом, основной структурной составляющей являются алюминиды Fe2Al7 и FeAl2, которые образуют языкообразные внедрения в структуру железа. Алюминиды железа расположены в алюминиевой матрице, поэтому микротвердость этой структуры невелика – 2340–3220 МПа в сравнении с микротвердостью самих интерметаллидов (около 10000 МПа). В структуре ядра обнаружена микропористость, очевидно, обусловленная образованием интерметаллидных фаз (рис. 10, табл. 4). По данным РСМА в алюминиевом сплаве и в железе на расстоянии10–15 мкм от ядра взаимодиффузия элементов не зафиксирована.

В результате исследования сварного соединения алюминиевого сплава с железом при воздействии пин-инструмента через алюминий установлено, что в процессе СТП происходит перемещение металлов – прежде всего массоперенос алюминия, и последующее образование соединений FeAl3, Fe2Al7, FeAl2. Повышенное содержание кислорода в местах скопления

интерметаллидов, очевидно, свидетельствует о том, что одновременно с их формированием образуется небольшое количество оксидов.

Выводы

1. В результате СТП Ni с Cu получено качественное биметаллическое соединение со взаимным проникновением одного металла в другой на глубину примерно 3 мм. Вследствие прохождения процессов перекристаллизации в полосах механического перемешивания металлов происходит измельчение структуры. Участки никеля, непосредственно контактирующие с медью, имеют пониженную микротвердость – (1100±60) МПа и сильнее подвергаются травлению, что объясняется взаимодиффузией меди и никеля по границам зерен с образованием прослоек твердого раствора этих металлов. Ведущую роль в процессе СТП играет перемешивание в пластическом состоянии металлов, в меньшей степени – их взаимодиффузия.

2. В результате СТП Al с Fe образовалась зона соединения значительного объема с проникновением алюминия в железо на глубину до 2,5 мм. При

этом происходит взаимодействие металлов – массоперенос прежде всего алюминия и последующее образование соединенийFeAl3, Fe2Al7, FeAl2. Наиболее твердые участки зоны соединения(2340±3220 МПа) состоят из интерметаллидов, расположенных в алюминиевой матрице, поэтому микротвердость этой структуры невелика, в сравнении с микротвердостью самих интерметаллидов.

3. Результаты проведенных исследований позволяют рекомендовать способ СТП для получения биметаллических материалов из металлов как с неограниченной растворимостью, так и не растворимых в твердом состоянии.

Наведено результати дослідження структури і властивостей біметалевих з'єднань різнорідних металів, отриманих способом зварювання тертям з перемішуванням (ЗТП). Зварювання тертям з перемішуванням (ЗТП) виконувалася за допомогою інструменту з карбо-нітриду-бору. При ЗТП, частота обертання інструменту становила 1250 об/хв, а швидкість переміщення інструменту 40–60 мм / хв. Досліджено системи з необмеженою розчинністю (Ni–Cu) та її відсутністю (Al–Fe) у твердому стані. В результаті СТП міді з нікелем отримано якісне біметалічне з'єднання з взаємним проникненням одного металу в інший на глибину прімерно3 мм.

Результати проведених досліджень структури і фазового складу дозволяють рекомендувати спосіб СТП для отримання біметалевих з'єднань з металів, як з необмеженою розчинністю, так і без неї в твердому стані.

***Ключові слова**: зварювання тертям, перемішування, біметалічне з'єднання.*

Abstract. Given are the results of investigation of structure and properties of bimetal joints of dissimilar metals, produced by friction stir welding (FSW) method. Friction stir welding (FSW) was carried out using carbo-boron nitride tool. Frequency of tool rotation in FSW made 1250 rev/min and rate of tool movement was 40–60 mm/min. Studied are the systems with unrestricted solubility (Ni–Cu) and without it (Al–Fe) in solid state. Quality FSW bimetal copper-nickel joint with interpenetration of one metal into another approximately at 3 mm depth was received. The results of carried investigations of structure and phase composition allow recommending FSW method for producing of bimetal joints of metals with unrestricted solubility as well as without it in solid state.

***Key words**: friction stir, welding, bimetal joints.*

Литература

1. Pat. 9125978.8 J.B., МПКРСТrGB92. Friction stir butt welding / W.M. Thomas. – Publ. 01.12.91.
2. Вилль В.И. Сварка трением металлов. – Л.: Машиностроение, 1970. – 176 с.
3. Сварка трением: Справочник/ В.К. Лебедев, И.А. Черненко, Р. Михальски и др. – Л.: Машиностроение. Ленингр. отд-ние, 1987. – 236 с.

4. Okamura H., Aota K., Ezumi M. Friction stir welding of aluminum alloy and application to structure // J. of Jap. Institute of Light Metals. – 2000. – 50, №4. – P. 166–172.
5. Arbegast W.J. Friction stir welding. After a decade of development // Welding J. – 2006. – 85, №3. – P. 28–35.
6. Watanabe H., Takayama H., Yanagisawa A. Joining of aluminum alloy to steel by friction stir welding // J. of ma-terials proc. technology. – 2006. – 178. – P. 342–349.
7. Influenceof friction stir welding parameters on grain size and formability in 5083 aluminum alloy / T. Hirata, T. Oguri, H. Hagino et al. // Materials Sci. and Engineering. – 2007. – A456. – P. 344–349.
8. Interfacialreaction in steel-aluminum joints made by friction stir welding / W.-B. Lee, M. Schmuecker, U.A. Mercar-do et al. // Scripta Mater. – 2006. – 55. – 35–358.
9. Microstructure of friction stir welding of aluminium alloy to magnesium alloy / A. Kosta, R.S. Coelho, J. dos Santosb, A.R. Pyzallac // Ibid. – 2000. – 66. – P. 953–956.
10. Kwon Y.J., Shigematsu I., Saito N. Dissimilar friction stir welding between magnesium and aluminium alloys // Materials Letters. – 2008. – 62. – Pd 3827–3829.
11. Effest of friction stir welding parameters on the microstruc-ture and mechanical properties of the dissimilar Al—Cu jo-ints / P. Xue, D.R. Ni, D. Wang et al. // Materials Sci. and Engineering. – 2011. – 528. – P. 4683–4689.

Поступила 10.07.14

УДК 621.921:547.639

В. С. Гаврилова[1]; **Е. А. Пащенко**, д-р. техн. наук[1];
В. И. Штомпель, д-р. хим. наук[2]; **А. М. Кошкин**[1]; **А. Г. Довгань**[1]

[1]*Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев*
[2]*Институт химии высокомолекулярных соединений НАН Украины, г. Киев*

ВЛИЯНИЕ НАПОЛНИТЕЛЕЙ И МАТЕРИАЛОВ СУБСТРАТА НА СТРУКТУРУ ПОЛИМЕРНОЙ МАТРИЦЫ ЭПОКСИДНО-ПОЛИСИЛОКСАНОВОГО КОМПОЗИТА

Представлены результаты рентгеноструктурных исследований эпоксидно-полисилоксанового композита, модифицированного нанодисперсным оксидом кремния и высокодисперсным углеродным наполнителем в исходном состоянии, на поверхности стали 45 и титанового сплава ВТ1-0. Показано, что химические связи образуются между полярными группами полимерной матрицы и атомами кислорода на поверхности пластин из титанового сплава, тогда как при нанесении композита на сталь химического взаимодействия между ними не происходит

Ключевые слова: *эпоксидно-полисилоксановый композит, аморфная структура, аморфно-кристаллическая структура, микрогетерогенная структура, малоугловое и широкоугловое рассеяние рентгеновских лучей.*

Введение

Актуальной проблемой триботехнического материаловедения эпоксидных композиционных материалов является поиск наполнителей и разработка способов их введения в полимерную матрицу для улучшения эксплуатационных свойств полимерных покрытий в зависимости от условий работы пар трения. В свою очередь, эксплуатационные свойства зависят от физико-химических характеристик полимера, которые определяются

структурой, сформированной в результате взаимодействия между полимерной матрицей, наполнителями и веществами изделий, на которые наносятся покрытия.

В данной работе представлены результаты рентгеноструктурного исследования эпоксидного нанокомпозита с разным содержанием нанодисперсного оксида кремния в присутствии высокодисперсного углеродного наполнителя в исходном состоянии, а также при нанесении на подложки из стали 45 и титанового сплава ВТ1-0. Полученные данные имеют большое значение для разработки антифрикционного материала с повышенной адгезией к титановым сплавам и высокой износостойкостью при холодном пластическом деформировании изделий из них.

Методика эксперимента

Для исследований были изготовлены четыре исходных образца нанокомпозитов на основе эпоксидного полимера сетчатого строения из 1 или 3% (мас.) наноразмерного наполнителя в отсутствие или при наличии высокодисперсного углеродного наполнителя (графита) в их составе. Указанные четыре образца нанокомпозитов были также нанесены тонким слоем на поверхность стали 45. Были также исследованы два образца нанокомпозитов из 3% (мас.) наноразмерного наполнителя, как при наличии, так и при отсутствии высокодисперсного углеродного наполнителя (графита), которые наносились тонким слоем на поверхность титанового сплава ВТ1-0, и один образец нанесенного таким же образом нанокомпозита, в состав которого входят 1% (мас.) наноразмерного наполнителя и высокодисперсный углеродный наполнитель.

Аморфную и аморфно-кристаллическую структуру нанокомпозитов исследовали методом широкоуглового рассеяния рентгеновских лучей с помощью дифрактометра ДРОН-4-07. Исследования проводили с применением рентгенооптической схемы Брегга-Брентано (на «отражение» первичного пучка излучения от поверхности образцов).

Микрогетерогенную структуру (на нанорозмерном уровне) четырех чистых образцов нанокомпозитов исследовали методом малоуглового рассеяния рентгеновских лучей с использованием камеры КРМ-1, которая конструктивно позволяет выполнять только исследования объема образцов (при прохождении первичного пучка излучения через образец). Исследования осуществляли со щелевой коллимацией первичного пучка по методу Кратки. Геометрические параметры камеры удовлетворяли условиям бесконечной высоты первичного пучка излучения [1]. Экспериментальные профили интенсивности нормировали на величину фактора ослабления первичного пучка излучения образцами полимеров, а также на их рассеивающий объем.

Все рентгеноструктурные исследования проводили в CuK_α–излучении, монохроматизированном Ni-фильтром, при температуре $T = 22 \pm 2$ °С.

Результаты исследований и их обсуждение

При проведении анализа широкоугловых рентгеновских дифрактограмм исходных образцов нанокомпозитов (рис. 1) обнаружено, что при наличии в составе этих образцов лишь наноразмерного порошка на дифрактограммах имеет место проявление одного дифракционного максимума диффузного типа (аморфного гало), угловое положение ($2\theta_m$) которого составляет 16,8°. Этот дифракционный максимум указывает на ближнее упорядочение при трансляции в пространстве междуузловых молекулярных цепей эпоксидного полимера (ЭП), т.е. на их аморфную структуру.

Среднее расстояние d между слоями междуузловых молекулярных цепей в объеме ЭП составляет 0,53 нм в соответствии с уравнением Брегга

$$d = n\lambda(2\sin\theta_m)^{-1},$$

где n – порядковый номер дифракционного максимума, для полимеров принимается $n = 1$ вследствие релаксационного характера (протекания во времени) процессов структурообразования в их объеме, λ – длина волны характеристического рентгеновского излучения (для CuK_α излучения $\lambda = 0{,}154$ нм).

Отсутствие вторичного по интенсивности дифракционного максимума диффузного типа в области углов рассеяния от 4° до 10° дает основание судить о редкосшитости эпоксидного полимера, играющего роль полимерной матрицы нанокомпозитов. Отметим, что проявление наноразмерного наполнителя на рентгеновских дифрактограммах нанокомпозитов отсутствует. Введение высокодисперсного графитового порошка в объем нанокомпозитов обуславливает появление на их дифрактограммах ряда дифракционных максимумов дискретного типа (судя по угловой ширине), характеризующих его кристаллическую структуру. Эффективный размер (порядок величины) L кристаллитов графита составляет 21 нм. Расчеты проводили по наиболее интенсивному синглетному максимуму ($2\theta_m = 26{,}6^o$) в соответствии с уравнением Шеррера [2]:

$$L = K\lambda(\beta\cos\theta_{max})^{-1},$$

где K – постоянная, величина которой зависит от формы кристаллитов (при неизвестной их форме $K = 0{,}9$), β – угловая полуширина (ширина на половине высоты) i-го дифракционного максимума.

Для более полной характеристики структуры образцов нанокомпозитов, исследовали наличие в их объеме микрообластей гетероген-ности наноразмерного типа. Профили интенсивности малоуглового рассеяния рентгеновских лучей образцов нанокомпозитов были представлены как в виде графиков зависимости J от 2θ (рис. 2), так и графиков Руланда [3] $s^3J(s)$ от s^3, где $s = \lambda^{-1}(2\sin\theta)$ – значение волнового вектора в пространстве обратной решетки, а J – интенсивность рассеяния без внесения коллимационной поправки (при щелевой коллимации). При проведении анализа профилей обнаружено, что все образцы нанокомпозитов характеризуются микрогетерогенной структурой, т.е. контраст электронной плотности $\Delta\rho \neq 0$ ($\Delta\rho = \rho - <\rho>$, где ρ и $<\rho>$ – локальное и среднее значения в двухфазовой системе). Последнее указывает на существование в объеме нанокомпозитов (независимо от присутствия высокодисперсного порошка графита), по крайней мере, двух типов микрообластей гетерогенности наноразмерного типа, которые характеризуются различной величиной ρ. Этими микрообластями могут быть частицы наноразмерного наполнителя и полимерной матрицы. Последние образуются при равномерном распределении по объему частиц наполнителя. Отсутствие интерференционного максимума на профилях интенсивности (рис. 2) указывает на стохастический характер распределения микрообластей по объему нанокомпозитов. Оценку величины эффективного размера микрообластей гетерогенности осуществляли путем определения такого структурного параметра, как диапазон гетерогенности (“range of inhomogeneity” [4]) l_p, по методу авторов работы [3]. Этот параметр непосредственно связан с усредненным диаметром микрообластей гетерогенности в двухфазовой системе ($<l_1>$ и $<l_2>$):

$$l_p = \varphi_2<l_1> = \varphi_1<l_2>,$$

где φ_1, φ_2 – объемные доли микрообластей ($\varphi_1 + \varphi_2 = 1$). Как показала оценка, величина l_p мало зависит от концентрации наноразмерного наполнителя в нанокомпозите и составляет 10 ± 2 нм.

При сопоставлении широкоугловых рентгеновских дифрактограмм (рис. 3) исходных образцов нанокомпозитов и нанесенных тонким слоем на поверхность пластин стали 45 обнаружено, что взаимодействие нанокомпо-зита и подложки **отсутствует**. Об этом свидетельствует одинаковое угловое положение ($2\theta_m = 44{,}8^o$) единственного дифракционного максимума (в области углов рассеяния от 30 до 60°), полученного в используемом CuK_α излучении, который относится к стали 45 на дифрактограммах нанокомпозитов, нанесенных на пластины из стали 45, и самой стали (кривые 3–5). Следует отметить, что интенсивность проявления дифракционного максимума диффузного типа ($2\theta_m = 16{,}8^o$), характеризующего аморфную структуру полимерной матрицы, зависит от толщины пленки нанокомпозита, находящейся на поверхности пластин стали 45 (рис. 3 *б*, кривая 3).

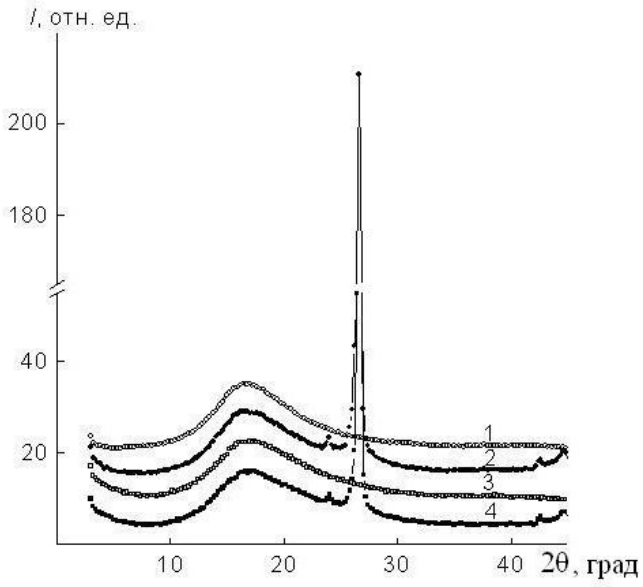


Рис. 1. Широкоугловые рентгеновские дифрактограммы исходных образцов нанокомпозитов, содержащих 1 (1, 2) или 3% (мас.) (3, 4) наноразмерного наполнителя, при отсутствии (1, 3) и при наличии (2, 4) высокодисперсного углеродного порошка

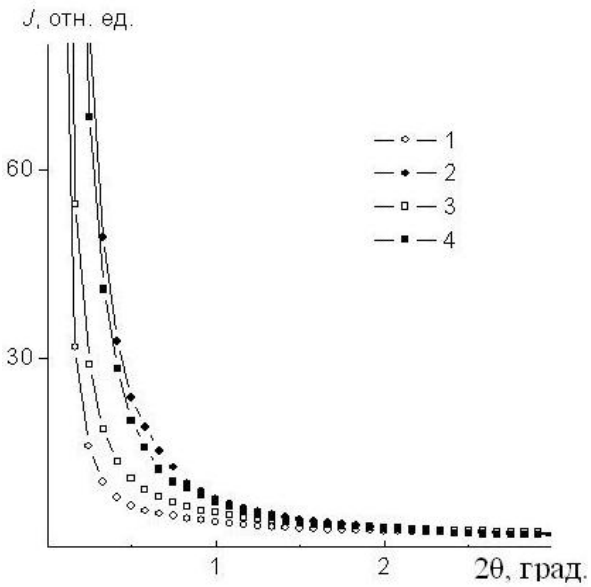
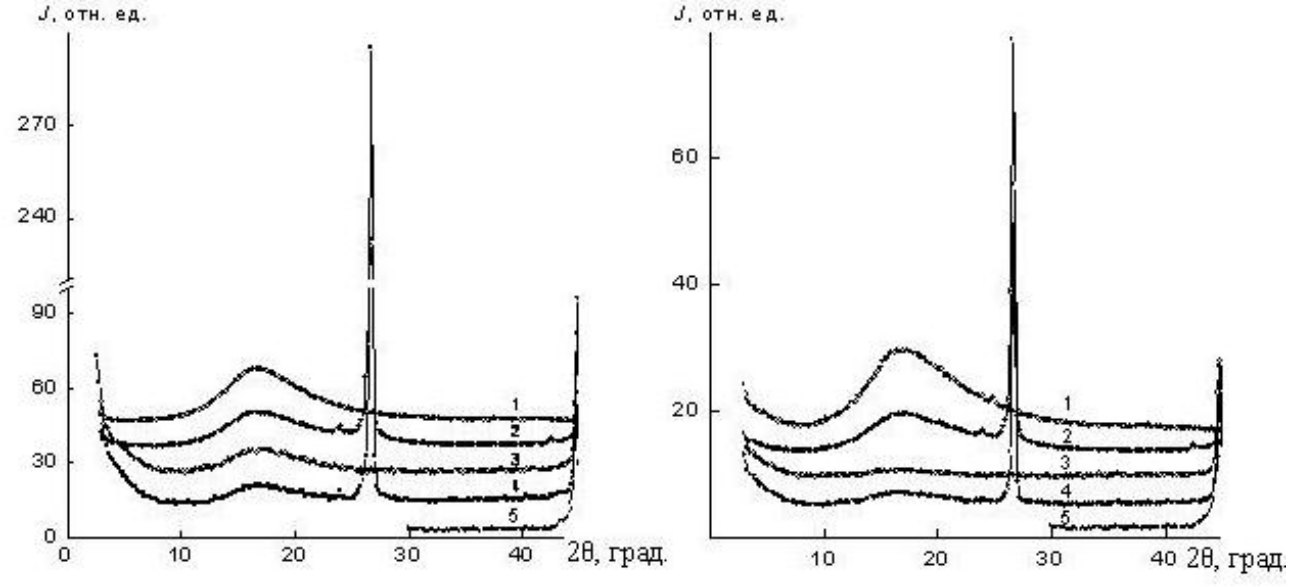


Рис. 2. Профили интенсивности малоуглового рассеяния рентгеновских лучей нанокомпозитов, содержащих 1 (1, 2) или 3 мас.% (3, 4) наноразмерного наполнителя в отсутствие (1, 3) и при наличии (2, 4) высокодисперсного порошка графита

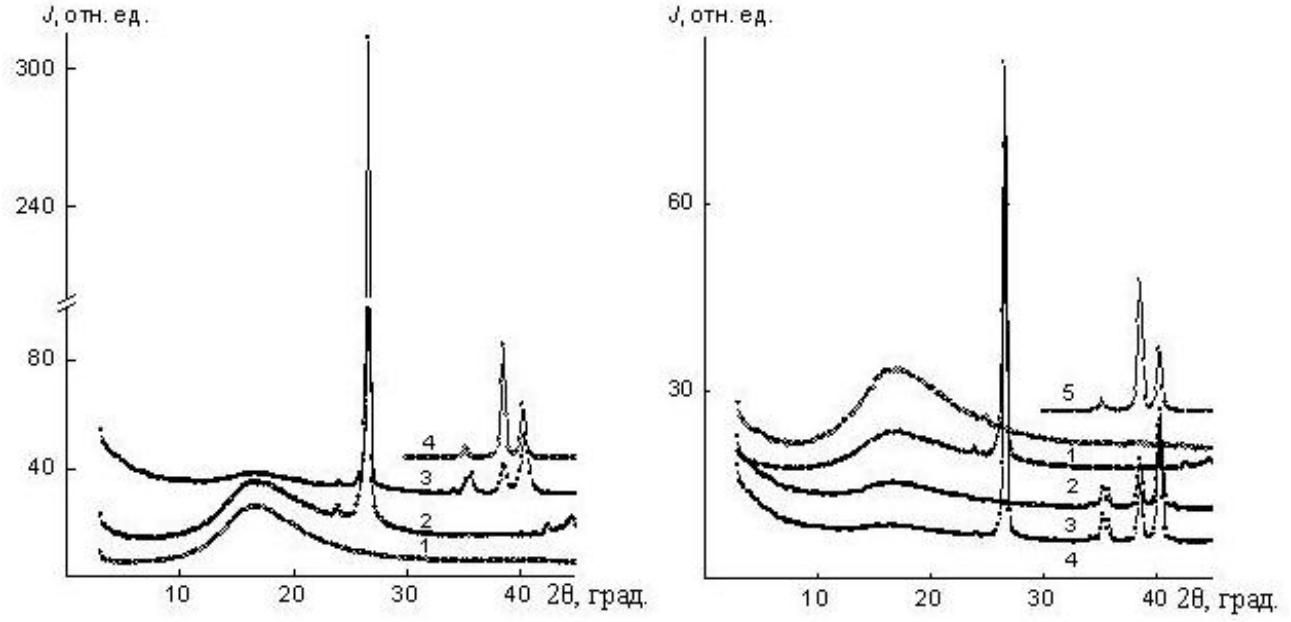


а *б*

Рис. 3. Широкоугловые рентгеновские дифрактограммы нанокомпозитов, содержащих 1 (а) или 3 % (мас.) (б) наноразмерного порошка: исходные образцы (1, 2) и нанесенные на поверхность стали 45 (3, 4) при отсутствии (1, 3) и наличии дисперсного порошка (2, 4) в их составе; 5 – сталь 45

В свою очередь, при проведении анализа рентгеновских дифрактограмм сопоставление исходных образцов нанокомпозитов и нанесенных на поверхность пластин из титанового сплава ВТ1-0 (рис. 4) обнаружено существование взаимодействий полимерной матрицы с оксидной поверхностью подложки, по-видимому, за счет связей между полярными группами полимерной матрицы и атомами кислорода оксидной пленки,

существующей на поверхности пластин из титанового сплава. Об этом свидетельствует изменение соотношения интенсивностей дифракционных максимумов ($2\theta_m$ = 35,2°, 38,6° и 40,3°) и раскрытие мультипленого максимума при $2\theta_m$ = 35,2° (кривые 2 и 2, 3), которые характеризуют кристаллическую структуру титанового сплава.



а *б*

Рис. 4. Широкоугловые рентгеновские дифрактограммы нанокомпозитов, содержащих 1 (а) или 3 % (мас.) (б) наноразмерного порошка: исходные образцы (1, 2) и нанесенные на поверхность титанового сплава (3, 4) в случае отсутствия (1, 3) или наличия дисперсного порошка (2, 4) в их составе, 5 – титановый сплав ВТ1-0 (4 и 5)

Выводы

Таким образом, проведенные исследования показали, что эпоксидный полимер, используемый в качестве матрицы нанокомпозитов, имеет аморфную структуру, при этом наноразмерный наполнитель не имеет структурного проявления, что обусловлено его низкой концентрацией в полимерной матрице.

Независимо от концентрации этого наполнителя в нанокомпозитах последние характеризуются существованием в их объеме микрообластей гетерогенности, при этом эффективный размер этих областей составляет l_p = 10±2 нм. Обнаружено взаимодействие нанокомпозитов с поверхностью титанового сплава ВТ1-0.

Наведено результати рентгеноструктурних досліджень епоксидно-полісилоксанового композиту, модифікованого нанодисперсним оксидом кремнію і високодисперсним вуглецевим наповнювачем в початковому стані, на поверхні сталі 45 і титанового сплаву ВТ1-0. Показано, що хімічні зв'язки утворюються між полярними групами полімерної матриці і атомами кисню на поверхні пластин з титанового сплаву, тоді як при нанесенні композиту на сталь хімічної взаємодії між ними не відбувається

Ключові слова: *епоксидно-полісилоксановий композит, аморфна структура, аморфно-кристалічна структура, мікрогетерогенна структура, малокутове і ширококутове розсіювання рентгенівських променів.*

The results of X-ray diffraction studies of epoxy-polysiloxane composite modified by nanodispersed silicon oxide and finely carbon fill in the initial state, on the surface of 45 steel and titanium alloy VT1-0 are presented. It was shown that chemical bonds are formed between the

polar groups of the polymer matrix and the oxygen atoms on the surface of titanium alloy plates, whereas when composite is applied on steel the chemical interaction between them is absent.

***Key words**: epoxy-polysiloxane composite, amorphous structure, amorphous-crystalline structure, microheterogeneous structure, small-angle and wide-angle X-ray scattering.*

Литература

1. Kratky O., Pilz I., Schmitz P.J. Absolute intensity measurement of small-angle x-ray scattering by means of a standard sample // J. Colloid Interface Sci. –1966. –Vol. 21, No 1. – P.24–34.
2. Гинье А. Рентгенография кристаллов. Теория и практика: Пер. с англ. – М.: Физматгиз, 1961. – 604 с.
3. Perret R., Ruland W. Eine verbesserte Auswertungsmethode fur die Röntgenkleinewinkelstreuung von Hochpolymeren // Kolloid Z. – Z. Polymere. –1971. – B. 247, – H1–2. – S. 835–843.
4. Guinier A., Fourner G. Small-angle scattering of X-rays. New York: John Wiley & Sons, Inc., 1955. –268 p.

Поступила 10.07.14

УДК 621.921

С. А. Кухаренко, канд. техн. наук, **В. Н. Ткач**, д-р физ.-мат. наук,
А. Г. Довгань, **Е. А. Барановская**

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

ИССЛЕДОВАНИЕ ДИФФУЗИОННЫХ ПРОЦЕССОВ ПРИ КОНТАКТЕ ЩЕЛОЧНОСИЛИКАТНЫХ И СВИНЦОВЫХ СТЕКОЛ

Изложены и обобщены основные результаты исследования диффузионных процессов на межфазной границе, образованной расплавами щелочносиликатных и свинцовых стекол.

***Ключевые слова:** стекло, кристаллизация, стеклоабразивные композиты, диффузия, межфазная граница.*

Введение

Легкоплавкие стеклообразующие системы широко используют в качестве связующих для разработки композиционных материалов различного функционального назначения. Регулируя процессы взаимопроникновения ионов, которые развиваются в стеклообразующих системах, путем варьирования составов и режимов термообработки многокомпонентных стекол получают стеклоабразивные композиты инструментального назначения с необходимыми физико-механическими свойствами.

Результаты анализа литературных источников по диффузии в стеклах показали, что основное внимание в них уделяется изучению влияния состава стекла на коэффициент самодиффузии щелочного катиона [1–4]. Однако вопросы кинетики взаимодействия различных по составу стеклообразующих расплавов, связанной с диффузией катионов и подвижностью анионной матрицы расплава, не исследуются. Диффузионная подвижность ионов в стеклах сравнительно мало изучена. Это относится прежде всего к механизму диффузии ионов, связи диффузии с другими физико-химическими свойствами и структурой стекла.

В связи с изложенным исследование взаимодиффузии катионов щелочных, щелочноземельных металлов с одной стороны и катионов свинца и цинка – с другой, в

контактной зоне, образованной различными расплавами многокомпонентных стекол, является актуальным.

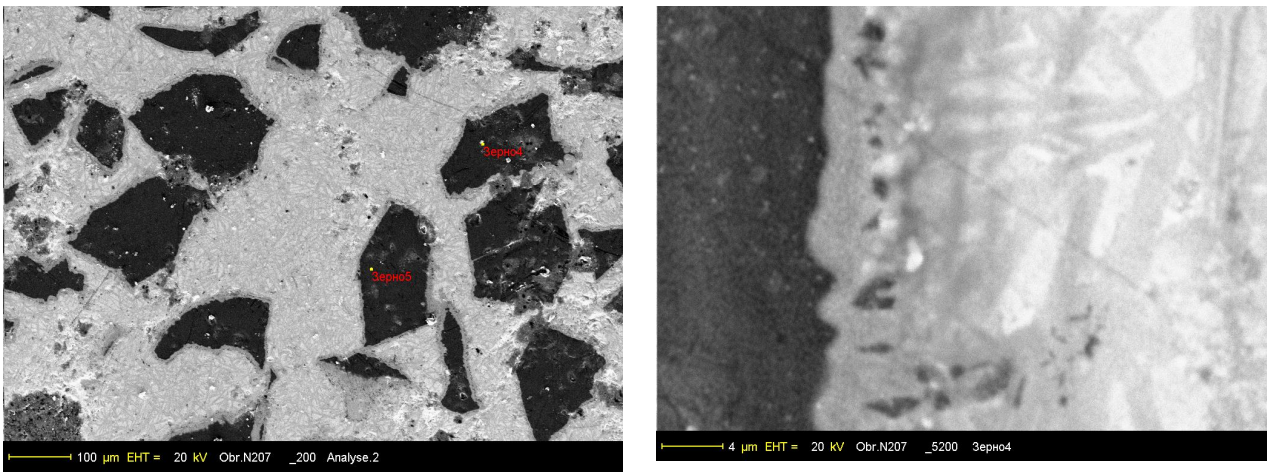
Результаты исследования и их обсуждение

Для определения количества независимых потоков и коэффициентов диффузии в выбранных системах многокомпонентных расплавов стекол с помощью рентгеновского микроанализатора после диффузионного отжига получили концентрационные профили всех химических элементов.

Образцы для исследования миграционных процессов в многокомпонентных стеклообразующих системах представляли собой частицы силикатных стекол размером ~200 мкм, находящиеся в прослойке из стекла системы $PbO–ZnO–B_2O_3–SiO_2$ (рис. 1 *а*). Соотношение объемов частиц и прослойки составляло 1:5. Такой выбор соотношения объемов позволил предотвратить разрушение частиц силикатных стекол механическими напряжениями, возникающими вследствие разницы коэффициентов термического расширения стекол, и достаточно точно регистрировать концентрационные профили щелочных, щелочноземельных катионов в кусочках силикатных стекол и катионы свинца и цинка в прослойке из свинцовосиликатного стекла.

В качестве примера на рис. 1 *б* показана зона взаимодействия стекла системы $K_2O–CaO–B_2O_3–SiO_2$ со стеклом системы $PbO–ZnO–B_2O_3–SiO_2$. Температура термообработки образцов составляла 510 °С, продолжительность – 1 ч.

Из концентрационного распределения элементов, которое определяли с помощью электронного микроанализатора в частицах калийборосиликатного стекла и прослойке свинцовоцинкборосиликатного стекла (рис. 2), видно, что происходит взаимодиффузия катионов K^+, Ca^{2+}, Si^{4+} из щелочного стекла и Pb^{2+}, Zn^{2+} из свинцового стекла.



а *б*

Рис. 1. РЭМ-изображение структуры исследуемого образца, состоящего из частиц калийборосиликатного стекла и прослойки свинцового стекла (а) и зоны контакта между ними (б)

Под взаимодиффузией подразумевается перераспределение вещества в пространстве и времени под влиянием градиента концентраций. Этот процесс характеризуется коэффициентом взаимодиффузии, если навстречу друг другу направлены два потока вещества, или эффективным коэффициентом диффузии в случае нескольких встречных потоков вещества. Ранее коэффициент диффузии считался эффективным, если не зависел от концентрации элементов. В большинстве случаев во взаимодиффузионном процессе участвуют не два направленных друг к другу иона, а несколько. Для такого случая многокомпонентной диффузии, как отметил В.А. Жабрев [5], под эффективным коэффициентом диффузии подразумевается коэффициент пропорциональности в выражении

потоков определенного элемента в свободном или связанном виде под влиянием силовых полей всех элементов системы.

Для подтверждения диффузионной кинетики взаимодействия построили зависимости концентрации элементов от отношения $x/\sqrt{\tau}$ в диффузионной паре $K_2O–CaO–B_2O_3–SiO_2$ и $PbO–ZnO–B_2O_3–SiO_2$ (рис. 3). Проанализировав концентрационные профили и коэффициенты диффузии ионов, пришли к выводу об определяющей роли потоков ионов кремния и калия из одного расплава и свинца и цинка из другого расплава в кинетике взаимодействия. В пределах ошибки экспериментов концентрация этих ионов монотонно уменьшается в зависимости от их содержания в исходном расплаве до нуля. Постоянство концентрации кальция по всей ширине диффузионной зоны свидетельствует о том, что его потока в этой системе не наблюдается.

Результаты сопоставления концентрационных профилей кремния, калия из стекла системы $K_2O–CaO–B_2O_3–SiO_2$ и свинца, цинка из стекла системы $PbO–ZnO–B_2O_3–SiO_2$ в координатах $N = f(x/\sqrt{\tau})$ (см. рис. 3), полученных при температуре 510 ºС и различной продолжительности взаимодействия (1 и 4 ч), подтвердили диффузионную кинетику взаимодействия, так как в изотермических условиях для одной и той же концентрации ионов N отношение $x/\sqrt{\tau}$ (где N – концентрация, нормированная на единицу; x – глубина проникновения при концентрации N, см; τ – продолжительность диффузионного отжига) постоянно.

Результирующий диффузионный поток состоит из потока катионов калия и кремния, не изменяющего суммы их концентраций в калийборосиликатном стекле, и потока немостикового кислорода, приводящего к изменению суммы их концентраций и концентрированию в свинцовом стекле.

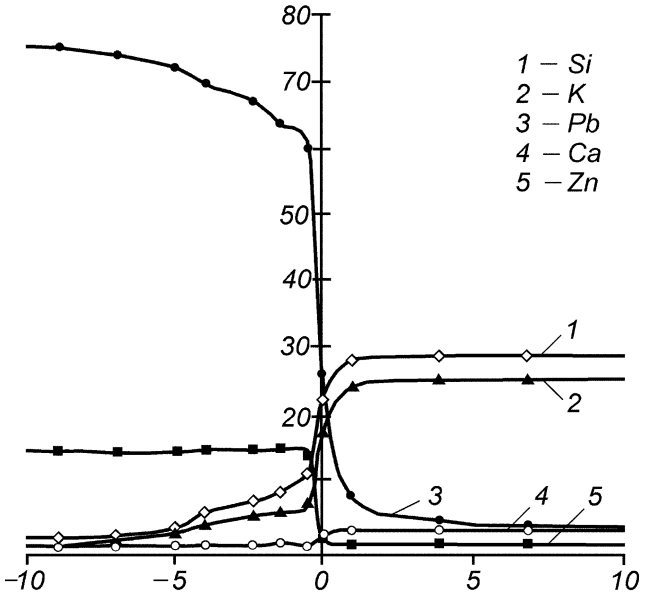


Рис. 2. Концентрационное распределение элементов в образцах калийборосиликатного и свинцовоцинкборосиликатного стекол, обработанных при температуре 510 ºС в течение 1 ч

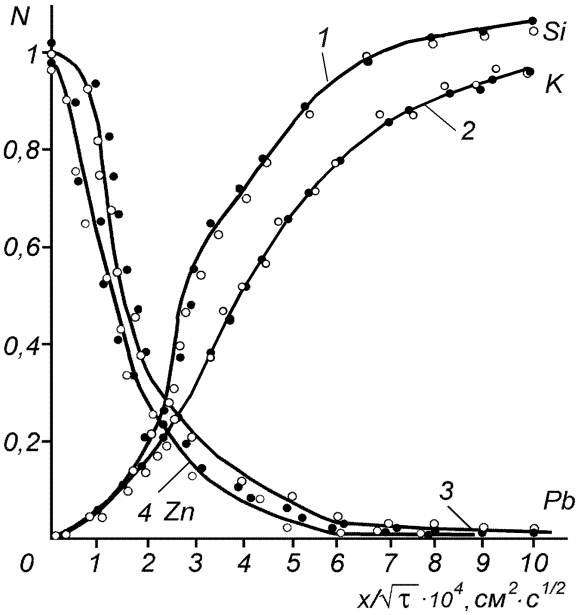


Рис. 3. Зависимости концентрации оксидов кремния (1), калия (2), свинца (3) и цинка (4) от отношения $x/\sqrt{\tau}$ в диффузионной паре $K_2O–CaO–B_2O_3–SiO_2$ и $PbO–ZnO–B_2O_3–SiO_2$ при температуре 510 ºС и продолжительности: • – 1 ч, ◦ – 4 ч

Концентрационные профили калия и кремния монотонно снижаются в зависимости от содержания компонентов в исходном щелочносиликатном расплаве до нуля в свинцовом стекле; при этом концентрации свинца и цинка постоянны по всей ширине диффузионной зоны в калийборосиликатном стекле.

Такой же характер концентрационного распределения катионов наблюдается для других диффузионных пар расплавов: $Na_2O–CaO–B_2O_3–SiO_2$ и $PbO–ZnO–B_2O_3–SiO_2$; $Cs_2O–CaO–B_2O_3–SiO_2$ и $PbO–ZnO–B_2O_3–SiO_2$. В приведенных координатах в пределах ошибки эксперимента концентрационные профили соответственно для каждого из катионов совпадают.

Следует отметить, что изменение концентрации компонентов, участвующих в многокомпонентной диффузии, так называемый диффузионный путь, для всех исследуемых пар взаимодействующих расплавов носит *s*-образный характер. Это свидетельствует о том, что диффузионный путь в многокомпонентной системе даже для одного и того же соотношения подвижностей диффундирующих катионов зависит от направлений диффузионных потоков.

Эффективные коэффициенты диффузии катионов в стеклах исследуемой системы, обработанной при температуре 510 °С в течение 1 ч (см. таблицу), в несколько раз превышают эффективные коэффициенты диффузии немостикового кислорода. Погрешность определения не превышает 20–25%.

Эффективные коэффициенты диффузии в диффузионной паре $K_2O–CaO–B_2O_3–SiO_2$ и $PbO–ZnO–B_2O_3–SiO_2$ при температуре 510 °С

Диффундирующий катион	K^+	Si^{4+}	Pb^{2+}	Zn^{2+}	O^{2-}
$D_{эф}$, см^2/с	$1{,}25\cdot10^{-10}$	$3{,}12\cdot10^{-10}$	$1{,}84\cdot10^{-9}$	$6{,}05\cdot10^{-8}$	$1{,}21\cdot10^{-11}$

К однозначному выводу о природе обменивающихся катионов только на основании концентрационных профилей прийти не удалось, поэтому для объяснения процесса диффузии использовали дифференциально-термический и рентгеноструктурный анализы.

Ионы, входящие в расплав калийборосиликатного стекла, диффундируют в расплав свинцовоцинкборосиликатного стекла и становятся центрами нуклеации – образования зародышей кристаллизации и дальнейшего роста кристаллов новой фазы, что способствует снижению температуры кристаллизации свинцовоцинкборосиликатного стекла. Как видно из кривой ДТА (рис. 4), экзотермический максимум, отвечающий за кристаллизацию (510 °С), сдвигается к более низкой температуре – 480 °С при введении 20–50% (об.) калийборосиликатного стекла в свинцовое. При этом существенно снижается температура размягчения свинцового стекла, а предкристаллизационный период в этом стекле увеличивается. Поскольку кристаллизация происходит из расплава, очевидно, что калийборосиликатное стекло является дополнительным центром кристаллизации свинцовоцинкборосиликатного стекла. Структурные изменения, происходящие после кристаллизации свинцовоцинкборосиликатного стекла, сопровождаются глубоким эндотермическим эффектом на кривой ДТА исходного стекла при температуре 690 °С.

Свинцовоцинкборосиликатное стекло начинает спекаться при температуре 360 ºС. При температуре 440 ºС образуется первая кристаллическая структура – бораты свинца ($PbO·B_2O_3$). При температуре 510 ºС, соответствующей максимуму основного экзотермического эффекта на кривой ДТА (*1* на рис. 4), образуется вторая кристаллическая фаза, результаты анализа которой свидетельствуют о выделении ортосиликата свинца ($2PbO·SiO_2$).

Все рассмотренные закономерности были подтверждены данными электронной микроскопии. Так, в свинцовоцинкборосиликатном стекле, обработанном при температуре 400 °С, наряду с ликвационной структурой появляются иглоподобные кристаллы длиной до 30 мкм. Кроме них наблюдаются отдельные более изометричные кристаллы. При температуре 410–420 °С зафиксировано появление кристаллов кубической формы. Согласно данным рентгеноспектрального анализа выделяется борат свинца ($PbO·B_2O_3$) с кристаллами размером около 25 мкм. При температуре 510 °С, соответствующей максимуму экзотермического эффекта на кривой ДТА, обнаружены кристаллы силиката свинца (см. рис. 1 *б*).

Приведенные результаты позволяют предположить следующую интерпретацию прямолинейного участка на кривой ДТА свинцовоцинкборосиликатного стекла в температурном интервале 360–440 °С (кривая *1* на рис. 4). Значение вязкости, достигаемое стеклом при размягчении, приводит к повышению скорости диффузионных процессов, что способствует росту ликвационных капель в матричном расплаве. Скорость такого роста становится максимальной при достижении температуры плавления стекла. При размягчении исходного стекла и выделяющейся капельной фазе усиливается связность ликвационной структуры. В результате наложения процессов размягчения, перестройки ликвационной структуры и кристаллизации на кривой ДТА возникает площадка. Таким образом, в стекле спекание протекает при его размягчении, а кристаллизации предшествует и способствует микроликвация.

ИК-спектры поглощения стекол в системе $PbO–ZnO–B_2O_3–SiO_2$ (кривая *2* на рис. 5) состоят из широких полос, которые согласно [6] можно условно разделить на три группы. Первая из них с максимумом в области 1110–1540 $см^{-1}$ соответствует спектрам стекол с содержанием 50–70 мол.% PbO. Вторая широкая полоса появляется в спектре таких стекол в области 860–877 $см^{-1}$, третья – в области 665–740 $см^{-1}$. В литературных источниках не приводятся данные по спектрах поглощения таких стекол, прошедших обработку при температуре 500 °С и выше. В целом из анализа данных ИК-спектроскопии различных систем свинцовых стекол, содержащих до 95 % (мол.) PbO, следует, что диаграмма состояния не отражает всех соединений или модификаций известных соединений, которые в действительности существуют в стеклах системы $PbO–ZnO–B_2O_3–SiO_2$ и могут участвовать в формировании структуры стекол.

ИК-спектры смесей стекла системы $PbO–ZnO–B_2O_3–SiO_2$ с кубонитом марки КМ 1/0 (область 1250–1350 $см^{-1}$), обработанных при температуре 500–800 °С, существенно отличаются от спектра исходной смеси (см. рис. 5). Известно [7], что эффект в этой области дает окисление кубонита с образованием оксида бора на межфазной границе (спектры поглощения в этом диапазоне соответствуют колебаниям колец бора в тройной координации). Таким образом, можно считать, что термообработка смесей кубонит – стекло приводит к окислению кубонита. Изменение спектров в областях 680–760 и 800–1200 $см^{-1}$ связано со взаимодействием стекла и кубонита, которое усиливается по мере повышения температуры до 800 °С.

В смеси калийборосиликатного и свинцовоцинкборосиликатного стекол, спеченной при температуре 440 °С (рис. 6 *а*) существуют упорядоченные участки, играющие роль предзародышевых групп и способствующие кристаллизации свинцовоцинкборосиликатного стекла. При температуре 440 °С возникают явно выраженные и качественно различные неоднородности, являющиеся результатом метастабильной микроликвации стекла, затухающей с приближением к температуре кристаллизации, и появляются первые кристаллики, которые затем по мере повышения температуры до 510 °С увеличиваются и заполняют всю поверхность (рис. 6 *б*).

При кристаллизации свинцовоцинкборосиликатного стекла ликвационные неоднородности не разрушаются, но и не увеличиваются. Растущие кристаллы ларсенита $PbZnSiO_4$, линии которого представлены межплоскостными расстояниями 4,84; 4,16; 3,92; 3,73; 3,43; 3,14; 3,01; 2,69; 2,50; 2,23; 2,13; 1,93; $1{,}88 \cdot 10^{-10}$ м [8], заполняют пространство и консервируют неоднородности. В то же время микронеоднородная структура в этом стекле не ограничивает размеров кристаллов и с повышением температуры они переходят в монокристаллы.

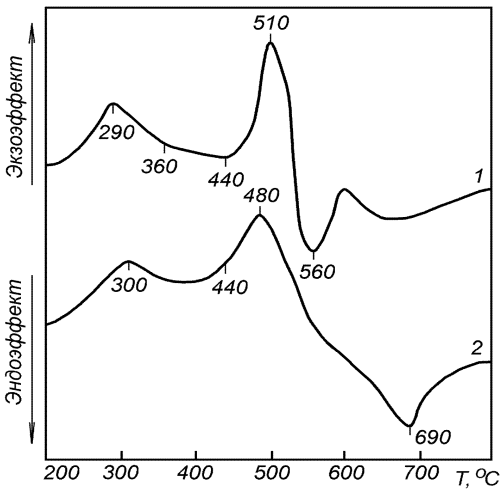


Рис. 4. Кривые ДТА свинцовоцинкборосиликатного стекла (1) и и его смеси с 50 об.% калийборосиликатного стекла (2)

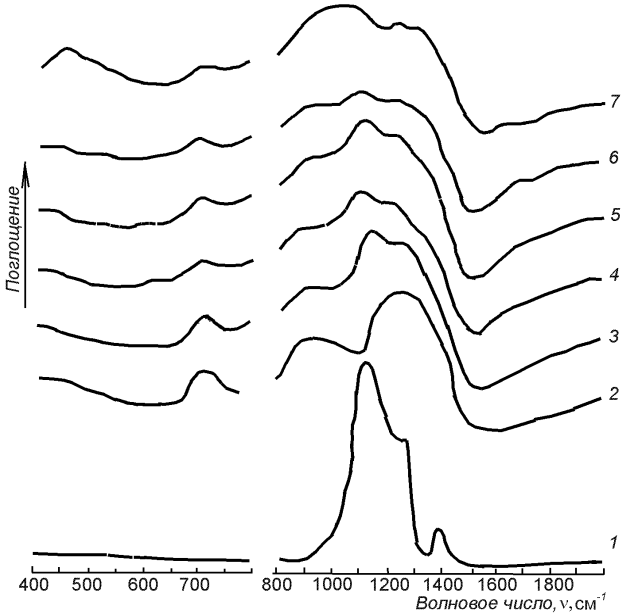
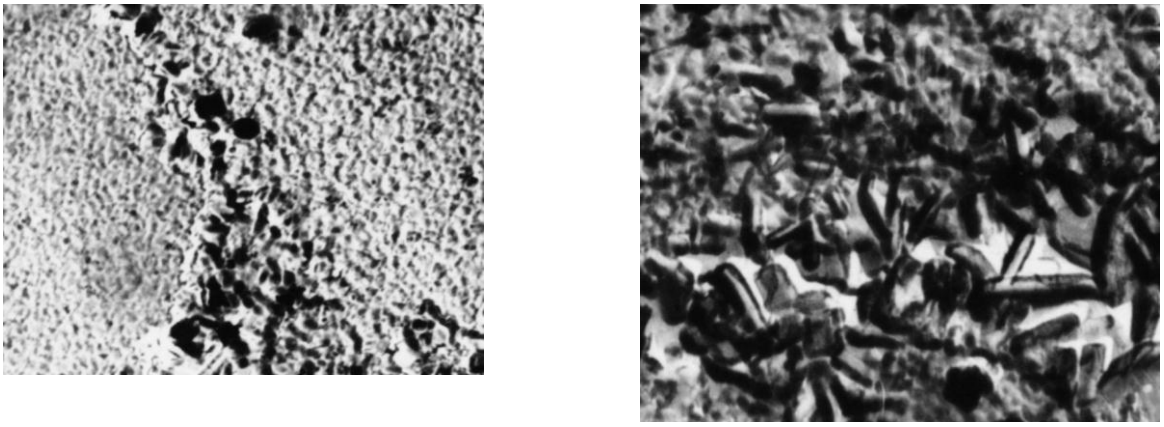


Рис. 5. ИК-спектры поглощения микропорошков кубонита КМ 1/0 (1), стекла системы $PbO–ZnO–B_2O_3–SiO_2$ (2) и их механических смесей в исходном состоянии (3) и после обработки при температуре 500 °С (4), 600 °С (5), 700 °С (6) и 800 °С (7)



а *б*

Рис. 6. Микроструктура композита на основе смеси стекол в системе $K_2O–CaO–B_2O_3–SiO_2$ и $PbO–ZnO–B_2O_3–SiO_2$, спеченного при температуре 440 °С (а) и 510 °С (б), ×10000

Выводы

Таким образом, в предкристаллизационный период в свинцовоцинкборосиликатном стекле наблюдаются сложные структурные процессы: наряду со взаимопроникающей ликвационной структурой появляются отдельные кристаллические зародыши критического размера, которые с повышением температуры увеличиваются и при температуре 510 °С образуют кристаллическую фазу, что свидетельствует о выделении ларсенита.

В соответствии с изложенным приходим к выводу, что в диффузионной паре, состоящей из калийборосиликатного и свинцовоцинкборосиликатного стекол, в области температуры кристаллизации стекла системы $PbO–ZnO–B_2O_3–SiO_2$ наблюдаются два типа диффузионных процессов: интенсивная взаимодиффузия щелочного и свинцового катионов и диффузия немостикового кислорода, приводящая к изменению суммы концентраций оксидов в каждом из стекол. Диффузия немостикового кислорода в десятки раз слабее

взаимодиффузии катионов калия и свинца. Диффузия кальция и цинка в исследуемой области незначительна.

Викладено та узагальнено основні результати дослідження дифузійних процесів на міжфазній границі, утвореній розплавами лужносилікатних та свинцевих стекол.

Ключові слова: *скло, кристалізація, склоабразивні композити, дифузія, міжфазна границя.*

The main results of the diffusion processes at the interface formed melts caustic-silicate and lead glasses has been presented and summarized.

Key words*: glass, crystallization, glass-abrasive composites, diffusion, interphase boundary.*

Литература

1. Ftischat G.H. Ionic diffusion in oxide glasses. – Aedermanndorf: Trans. Techn. Publ., 1975. – 182 p.
2. Бойко Г.Г., Паркачев А.В. Изучение механизма диффузии ионов в расплаве $Na_2O–ZnO–P_2O_5$ методом молекулярной динамики // Физика и химия стекла. – 2003. – **29**, № 1. – С. 54–64.
3. Беляев М.В. Модель «реактивной диффузии» при ионном обмене и фазообразовании в стекле // Физика и химия стекла. – 2000. – **26**, № 5. – С. 683–695.
4. Kirchheim R. On the mobility of alkaline earth ions in mixed alkali alkaline earth silicate glasses // J. Non-Crystalline Solids. – 2003. – **328**, N 1–3. – P. 157–163.
5. Жабрев В.А. Диффузионные процессы в стеклах и стеклообразующих расплавах. – СПб.: ИХС РАН, 1998. – 188 с.
6. Инфракрасные спектры неорганических стекол и кристаллов / под ред. А.Г. Власова, В.А. Флоринской. – Л.: Химия, 1972. – 304 с.
7. Шило А.Е. Стеклопокрытия для порошков сверхтвердых материалов. К.: Наук. думка, 1988. – 208 с.
8. Михеев В.И. Рентгенометрический определитель минералов. – М.: Госгеолтехиздат, 1957. – Т. 1. – 868 с.

Поступила 29.05.14

СОДЕРЖАНИЕ

Н. Ф. Колесниченко, В. М. Колодніцький, Н. І. Колодніцька
НАУКОВА ШКОЛА БАКУЛЯ-НОВІКОВА 3

Раздел 1

ПОРОДОРАЗРУШАЮЩИЙ ИНСТРУМЕНТ ИЗ СВЕРХТВЕРДЫХ МАТЕРИАЛОВ И ТЕХНОЛОГИЯ ЕГО ПРИМЕНЕНИЯ

В. И. Спирин, Ю. Е. Будюков, В. П. Онищин, А. Е. Асан
ПЕРСПЕКТИВЫ СОЗДАНИЯ И ПРИМЕНЕНИЯ СЪЁМНОГО ПОРОДОРАЗРУШАЮЩЕГО ИНСТРУМЕНТА 11

Ю. Е. Будюков, В. И. Спирин, В. В. Кубасов
ВЛИЯНИЕ СМАЧИВАЕМОСТИ АЛМАЗА МЕТАЛЛОМ НА РАБОТОСПОСОБНОСТЬ ПОРОДОРАЗРУШАЮЩЕГО ИНСТРУМЕНТА 15

Аубакиров М.Т., Ратов Б.Т., Федоров Б.В., М.Отебаев
ОСОБЕННОСТИ ПРИМЕНЕНИЯ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ СРЕДСТВ АЛМАЗНОГО БУРЕНИЯ 19

А. А. Кожевников, А. Ю. Дреус
ЧИСЛЕННЫЙ АНАЛИЗ ТЕПЛОВОГО СОСТОЯНИЯ БУРОВЫХ АЛМАЗОВ....23

М. В. Супрун, А. П. Закора, Р. К. Богданов
ВЛИЯНИЕ СХЕМЫ РАССТАНОВКИ ВСТАВОК ГИБРИДАЙТА В ИМПРЕГНИРОВАННЫХ КОРОНКАХ НА ЭФФЕКТИВНОСТЬ БУРЕНИЯ ТВЕРДЫХ ГОРНЫХ ПОРОД 26

Ю. Е. Будюков, В. И. Спирин, В. В. Кубасов
ОСОБЕННОСТИ ТЕХНОЛОГИИ БУРЕНИЯ ГЛУБОКИХ РАЗВЕДОЧНЫХ СКВАЖИН В НОРИЛЬСКОМ РУДНОМ РАЙОНЕ....32

Б. Н. Васюк
НОВЫЙ СПОСОБ ЛОКАЛЬНОГО НАПРАВЛЕННОГО ГИДРОРАЗРЫВА ПЛАСТА....36

А Є. Я. Коцкулич
ОСОБЛИВОСТІ ПЕРВИННОГО РОЗКРИТТЯ ПРОДУКТИВНИХ ПЛАСТІВ НА РОДОВИЩАХ БОРИСЛАВСЬКОГО НАФТОПРОМИСЛОВОГО РАЙОНУ....41

О. Г. Лазаренко, А. М. Лівінський
ДОСВІД БУРІННЯ ГОРИЗОНТАЛЬНИХ СВЕРДЛОВИН НА ГНІДИНЦІВСЬКОМУ РОДОВИЩІ....47

А. А. Кожевников, Р. Е. Дычковский, А. К. Судаков
РЕЗУЛЬТАТЫ СТЕНДОВЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ ВЛИЯНИЯ ПАРАМЕТРОВ ТЕХНОЛОГИИ ТРАНСПОРТИРОВАНИЯ КРИОГЕННО-ГРАВИЙНОГО ФИЛЬТРА ПО СТВОЛУ БУРОВОЙ СКВАЖИНЫ НА ГЛУБИНУ ЕГО СПУСКА 53

Я. С. Коцкулич, В. І. Колісник, В. І. Гриманюк, М. В. Гриманюк
ДОСЛІДЖЕННЯ УСАДКИ ТАМПОНАЖНОГО КАМЕНЮ В ГАЗОВИХ СВЕРДЛОВИНАХ НА ПІВНІЧНО-ЗАХІДНОМУ ШЕЛЬФІ ЧОРНОГО МОРЯ....58

Ю. П. Линенко-Мельников, И. Ю. Агеева, С. Е. Агеев
ВЫСОКОПРОИЗВОДИТЕЛЬНОЕ ШЛИФОВАНИЕ БУРОВЫХ КЛРОНОК АЛМАЗНЫМ ИНСТРУМЕНТОМ....64

Р. В. Рачкевич
ВПЛИВ КРУТНОГО МОМЕНТУ НА ВІДХИЛЯЮЧЕ ЗУСИЛЛЯ НА ДОЛОТІ 70

А. А. Каракозов, М. С. Попова, С. Н. Парфенюк, Р. К. Богданов, А. П. Закора
ИССЛЕДОВАНИЯ И РАЗРАБОТКА КОНСТРУКЦИИ ОДНОСЛОЙНОЙ БУРОВОЙ КОРОНКИ С СИНТЕТИЧЕСКИМИ АЛМАЗНЫМИ МОНОКРИСТАЛЛАМИ....73

А. М. Исонкин, Т. М. Дуда, Г. Д. Ильницкая
ВЛИЯНИЕ ПЕРЕХОДНОЙ ЗОНЫ «АЛМАЗ–ПОКРЫТИЕ–МЕТАЛЛИЧЕСКАЯ СВЯЗКА» НА ИЗНОСОСТОЙКОСТЬ МАТЕРИАЛА МАТРИЦЫ АЛМАЗНЫХ БУРОВЫХ КОРОНОК....79

А. А. Каракозов, С. Н. Парфенюк, А. Р. Сафронова
РАСЧЁТ УСТОЙЧИВОСТИ СТАБИЛИЗИРУЮЩИХ ОПОР ПОГРУЖНЫХ УСТАНОВОК ТИПА УГВП ДЛЯ БУРЕНИЯ СКВАЖИН НА ШЕЛЬФЕ....83

А. А. Кожевников, А. А. Пащенко
СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ И ПЕРСПЕКТИВЫ ОПТИМИЗАЦИИ ПРОЦЕССА РАЗРУШЕНИЯ ГОРНЫХ ПОРОД ПРИ БУРЕНИИ....91

Б. О. Чернов, В. І. Коваль
ГІДРОДИНАМІЧНИЙ СИМУЛЯТОР ТИПУ "BLACK OIL". ПОРІВНЯННЯ З ECLIPSE 100 94

Б. О. Чернов, В. І. Коваль
УДОСКОНАЛЕНА МЕТОДИКА РОЗРОБКИ НАФТОВОГО РОДОВИЩА ІЗ ЗАСТОСУВАННЯМ САЙКЛЫНГ ПРОЦЕСУ 101

А. А. Кожевников, Р. Е. Дычковский, Ю. Л. Кузин, А. А. Лексиков
НАГРУЗКИ В БУРИЛЬНОЙ КОЛОННЕ ПРИ СРЫВЕ КЕРНА....115

А. О. Кожевников, В. С. Хілов, О. А. Борисевич, А. П. Бельчицкий
ПРЕСПЕКТИВИ РОЗВИТКУ БУРІННЯ З ІМПУЛЬСНИМ ОБЕРТАННЯМ ІНСТРУМЕНТУ 122

А. А. Каракозов, С. Н. Парфенюк
РАСЧЁТНЫЕ МОДЕЛИ ГИДРОУДАРНИКОВ ДЛЯ БУРЕНИЯ ГЕОЛОГОРАЗВЕДОЧНЫХ СКВАЖИН НА ШЕЛЬФЕ 130

О. П. Виноградова, Р. К. Богданов, І. А. Свешніков, С. Д. Заболотний, С. Ф. Беспалов
ДОСЛІДЖЕННЯ ВПЛИВУ КОНСТРУКЦІЇ АЛМАЗОВМІСНИХ ЕЛЕМЕНТІВ ЗІ СЛАВУТИЧА ТА СХЕМИ ЇХ РОЗМІЩЕННЯ В БУРОВИХ КОРОНКАХ НА ЕФЕКТИВНІСТЬ РУЙНУВАННЯ ГІРСЬКИХ ПОРІД СЕРЕДНЬОЇ МІЦНОСТІ 139

М.Є. Чернова
ДОСЛІДЖЕННЯ ВПЛИВУ ПОЛІМЕРНО-КОМПОЗИЦІЙНИХ МАТЕРІАЛІВ НА ЕФЕКТИВНІСТЬ БУРІННЯ ПОХИЛО-СКЕРОВАНИХ ТА ГОРИЗОНТАЛЬНИХ СВЕРДЛОВИН 151

Я.В. Кунцяк, М.Є. Чернова, М. Б. Бігун
ДОСЛІДЖЕННЯ МЕХАНІЗМУ КОЛИВНИХ ПРОЦЕСІВ У ГЕНЕРАТОРІ ГІДРОДИНАМІЧНИХ ІМПУЛЬСІВ СПРЯМОВАНОЇ ДІЇ 160

Р. А. Исаев, О.Э.Багиров, Е.Р.Яраданкулиев, И. А. Касымов; П. М. Гулизаде
ПОВЫШЕНИЕ ЭФФЕКТИВНОСТИ РАЗРАБОТКИ МЕСТОРОЖДЕНИЙ С ПОМОЩЬЮ БУРЕНИЯ ГОРИЗОНТАЛЬНОЙ СКВАЖИНЫ 167

М. Є. Чернова, Я. В. Кунцяк
ПІДВИЩЕННЯ ПРАЦЕЗДАТНОСТІ ОБВАЖНЕНИХ БУРИЛЬНИХ ТРУБ НА ОСНОВІ РОЗРОБКИ ВІТЧИЗНЯНИХ ТЕХНІЧНИХ ЗАСОБІВ 170

В. І. Мірненко, Б. О. Чернов, М. Я.Ткач
АНАЛІЗ НАПРУЖЕНО-ДЕФОРМОВАНОГО СТАНУ СТАЛІ 40ХН В УМОВАХ БАГАТОЦИКЛОВОЇ ВТОМИ З ВИКОРИСТАННЯМ МЕТОДУ КІНЦЕВО-ЕЛЕМЕНТНОГО АНАЛІЗУ 174

МАЙЛЫБАЮ ОТЕБАЕВУ – 60 ЛЕТ....181

Раздел 2

ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЕ, КОНСТРУКЦИОННЫЕ И ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ МАТЕРИАЛЫ НА ОСНОВЕ АЛМАЗА И КУБИЧЕСКОГО НИТРИДА БОРА

В. Ю. Карасев; А. В. Ножкина, Е. П.Мельников, Е. А. Жукова
ТЕХНОЛОГИЯ ПОЛУЧЕНИЯ ЮВЕЛИРНЫХ ИЗДЕЛИЙ НОВОГО ТИПА
ИЗ ПРИРОДНОГО АЛМАЗНОГО СЫРЬЯ 183

Н. В. Новиков, П. А. Балабанов, В. В. Лысаковский, С. Н. Шевчук
МНОГОПУАНСОННЫЕ АППАРАТЫ ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ
С ГИДРОСТАТИЧЕСКИМ ПРИВОДОМ 191

В. В. Лысаковский
ПРОБЛЕМЫ ВЫРАЩИВАНИЯ МОНОКРИСТАЛЛОВ АЛМАЗА НА ЗАТРАВКАХ
С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ШЕСТИПУАНСОННЫХ АППАРАТОВ ВЫСОКОГО Д
АВЛЕНИЯ БОЛЬШОГО ОБЪЕМА 204

В. В. Лысаковский, Н. В. Новиков, В. В. Нагорный,
Т. С. Панасюк, В. А. Каленчук, О. С Гуцу, Ван Дуфу, Ван Шенлинь
КИНЕТИКА РОСТА МОНОКРИСТАЛЛОВ АЛМАЗА В ШЕСТИПУАНСОННОМ
АППАРАТЕ ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ 209

В. Ю. Долматов, А. Н. Панова, А. А. Бочечка, М. В. Веретенникова, V. Myllymaki, С. А. Душенок
Е. В. НикитинГ. Г. Цапюк, Е. В. Ищенко
ВЛИЯНИЕ УСЛОВИЙ СИНТЕЗА ДЕТОНАЦИОННЫХ НАНОАЛМАЗОВ НА ИХ ТЕРМОСТОЙКОСТЬ 213

Н. А. Олейник, Г. Д. Ильницкая, О. Н. Сизоненко, Г. А. Петасюк, М. А. Маринич,
Г.А. Базалий, В.С. Шамраева, Н.С. Присташ
ПОЛУЧЕНИЕ МИКРОПОРОШКОВ АЛМАЗА ПОВЫШЕННОЙ АБРАЗИВНОЙ СПОСОБНОСТИ 219

Т. М. Дуда, Г. Д. Ильницкая, Л. А. Романко, О. О. Пасечный, В. В. Смоквина, А. А. Девицкий
В. Н. Ткач, В. И. Лавриненко, И.Н.Зайцева, Т.А. Косенчук, С.В. Гайдай, А.Н. Шеханин
СВОЙСТВА АЛМАЗОВ, МЕТАЛЛИЗИРОВАННЫХ ПОКРЫТИЯМИ 226

А. А. Шульженко, А. Н. Соколов, Л. И. Александрова, В. Г. Гаргин, А. С. Осипов, Л. Ф. Стасюк,
А. П. Закора, Р. К. Богданов, Г. Д. Ильницкая, М. В. Супрун; В. Н. Ткач. Н. А. Русинова
ГИБРИДНАЯ АЛМАЗНО-ТВЕРДОСПЛАВНАЯ ПЛАСТИНА 232

А. А. Бочечка, дН. Е. Стахнив, Л. Н. Девин, С. Н. Назарчук
ПОЛУЧЕНИЕ НАНОКОМПОЗИТА АЛМАЗ – КАРБИД ВОЛЬФРАМА И ЕГО ПРИМЕНЕНИЕ ДЛЯ
ЧИСТОВОГО ТОЧЕНИЯ СПЛАВОВ АЛЮМИНИЯ 240

Е. М. Луцак; О. О. Бочечка
ЗАЛИШКОВІ НАПРУЖЕННЯ В КОМПОЗИТІ, УТВОРЕНОМУ ШЛЯХОМ ПРОСОЧЕННЯ
КОБАЛЬТОМ АЛМАЗНОГО НАНОПОРОШКУ УДА ПРИ ВИСОКИХ ТИСКУ І ТЕМПЕРАТУРІ 247

Н. О. Олійник, Г. Д. Ільницька, І. О. Боримський; О. І. Боримський, В. М. Ткач,
Г.А. Базалій, В.В. Тимошенко, І.М. Зайцева
ПЕРСПЕКТИВИ РОЗВИТКУ ПЕРЕРОБКИ ПРОДУКТІВ СИНТЕЗУ КУБІЧНОГО НІТРИДУ БОРУ,
СИНТЕЗОВАНИХ ЗА НЕТРАДИЦІЙНИМИ ТЕХНОЛОГІЯМИ 252

І. А. Петруша, О. С. Осіпов, В. М. Бушля, Т. І. Смірнова, Ю. О. МельнійчукС. Ю. Муковоз
КЕРАМО-МАТРИЧНІ КОМПОЗИТИ НА ОСНОВІ КУБІЧНОГО НІТРИДУ БОРУ ДЛЯ ШВИДКІСНОЇ
ОБРОБКИ ЗАГАРТОВАНИХ СТАЛЕЙ ТИПУ ШХ15 260

Т. А. Гарбуз
ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ СВЕРХТВЕРДЫХ
КОМПОЗИТОВ В СИСТЕМЕ cBN-B_6O-Al 265

Я. М. Романенко, М. П. Беженар
ГУСТИНА І ФАЗОВИЙ СКЛАД НАДТВЕРДИХ КОМПОЗИТІВ СИСТЕМИ cBN–Al ЗАЛЕЖНО ВІД
ЗЕРНОВОГО СКЛАДУ ШИХТИ 276

А. А. Лещук, В. В. Лысаковский, М. А. Серга, С. А. Гордеев, Т. А. Псярнецкая,
В. В. Нагорный, Т. С. Панасюк, В. А. Каленчук, А. В. Бурченя, О. С. Гуцу
МОДЕЛИРОВАНИЕ ТЕМПЕРАТУРНЫХ ПОЛЕЙ ПРИ ИЗМЕНЕНИИ СИСТЕМЫ НАГРЕВА
В АВД ТИПА «ТОРОИД» 284

С. М. Коновал
ВИВЧЕННЯ ДИНАМІКИ ТЕМПЕРАТУРНОГО ПОЛЯ В РОБОЧОМУ ОБ'ЄМІ АПАРАТІВ ВИСОКОГО ТИСКУ ПРИ ОДЕРЖАННІ НАДТВЕРДИХ КОМПОЗИТІВ СИСТЕМ cBN-Al 291

С. А. Виноградов, В. М. Доценко, Т. А. Сороченко
КРИТЕРИЙ КАЧЕСТВА МАТЕРИАЛА КОНТЕЙНЕРА И ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ОЦЕНКА ВЕРОЯТНОСТИ РАЗГЕРМЕТИЗАЦИИ АВД 301

В. В. Тимошенко
ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ГАЗОФАЗНОЙ РЕКОНСТРУКЦИИ ПОВЕРХНОСТИ НАНОПОРОШКОВ АЛМАЗА 310

В. Г. Полторацкий, А. Н. Панова, В. А. Билоченко;
А. А. Бочечка, М. А. Маринич, Г. С. Грищенко, О. В. Лещенко
ИССЛЕДОВАНИЕ СОСТАВА ГАЗА И УГЛЕРОДНОЙ СВЯЗКИ В ПРОЦЕССЕ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОГО СИНТЕЗА КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ 315

А. Ф. Лисовский, Н. А. Бондаренко, В. А. Мечник, С. А. Давиденко, О.Э. Багиров
ТЕРМОДИНАМИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ СИЛИЦИДОВ ПЕРЕХОДНЫХ МЕТАЛЛОВ С КОМПОЗИЦИЕЙ АЛМАЗ –Fe–Ni–Cu–Sn 318

В. И. Лавриненко, Г. Д. Ильницкая, В. В. Смоквина, И. Н. Зайцева, Е. Ф. Кузьменко
ИССЛЕДОВАНИЕ МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ АЛМАЗОВ СИСТЕМЫ Ni–Mn–C КАК ФАКТОРА, ВЛИЯЮЩЕГО НА ИЗНОСОСТОЙКОСТЬ АЛМАЗНЫХ КРУГОВ 323

О. М. Куцай, С. П. СтарикО. Г. Гонтар, В. В. Гаращенко, В. М. Ткач, Т. М. Бєляєва, В. Ю. Горохов
ОСОБЛИВОСТІ ВИКОРИСТАННЯ АЛМАЗОПОДІБНИХ ВУГЛЕЦЕВИХ ПЛІВОК ЯК ПРОСВІТЛЮЮЧИХ ТА ЗАХИСНИХ ПОКРИТТІВ 331

Д. В. Соколюк; О. М. Куцай, С. П. Старик, В. М. Ткач, О. О. Стаценко, В. В. Білорусець
ЕЛЕМЕНТНИЙ СКЛАД ТА СТРУКТУРНІ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПЛІВКОВИХ СТРУКТУР НА ОСНОВІ КАРБІДУ КРЕМНІЮ, ОТРИМАНИХ МЕТОДОМ МАГНЕТРОННОГО РОЗПИЛЕННЯ 336

А. А. Шульженко, В. Г. Гаргин, А. Н. Соколов, А. М. Куцай, В. Н. Ткач
СВОЙСТВА ОКСИДНОЙ ОПТИЧЕСКОЙ НАНОКЕРАМИКИ, ПОЛУЧЕННОЙ В УСЛОВИЯХ ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ И ТЕМПЕРАТУРЫ 340

Т. О. Шпадківська; О. О.Бочечка, С. М. Назарчук, В. М. Ткач, М. В. Мельник
ВПЛИВ СЕДИМЕНТАЦІЇ НА ФОРМУВАННЯ В РІДКОМУ СЕРЕДОВИЩІ СУМІШІ НАНОПОРОШКІВ АЛМАЗУ ТА ОКСИДУ ВОЛЬФРАМУ WO3» 350

И. Н. Зайцева, В. С. Шамраева, Г. Г. Пюра
ИССЛЕДОВАНИЕ ГИДРОФИЛЬНОСТИ МИКРОПОРОШКОВ СИНТЕТИЧЕСКИХ АЛМАЗОВ» 357

Е.А. Пащенко, О.В. Лажевская, А.Н. Черненко, Д.А. Савченко., В.Н. Бычихин
СИНТЕЗ МОДИФИЦИРОВАННЫХ ЭПОКСИДНЫХ ОЛИГОМЕРОВ С ЗАМЕСТИТЕЛЯМИ НА ОСНОВЕ КАРКАСНЫХ СОЕДИНЕНИЙ И ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ИХ ОТВЕРЖДЕНИЯ. ЧАСТЬ 1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИНЕТИЧЕСКИХ ЗАКОНОМЕРНОСТЕЙ И ОТРАБОТКА ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ МОДИФИЦИРОВАНИЯ ЭПОКСИДНЫХ ОЛИГОМЕРОВ МАССИВНЫМИ ЗАМЕСТИТЕЛЯМИ 364

А. А. Лебедева, К. З. Гордашник, В. Н. Колодницкий, Е. М. Чистяков, В. Н. Кулаковский,
Т. А. Сороченко, И. В. Скворцов, В. В. Цегельнюк, М. В. Дубенко
ПРЕДСТАВЛЕНИЕ И АНАЛИТИЧЕСКАЯ ОБРАБОТКА ДАННЫХ В ПРЕДМЕТНОЙ ОБЛАСТИ «СТМ» НА ОСНОВЕ ОНТОЛОГО-ТЕЗАУРУСНОГО АНАЛИЗА 370

Е.А. Пащенко, О.В. Лажевская, А.Н. Черненко, Д.А. Савченко., А.Г. Довгань
СИНТЕЗ МОДИФИЦИРОВАННЫХ ЭПОКСИДНЫХ ОЛИГОМЕРОВ С ЗАМЕСТИТЕЛЯМИ НА ОСНОВЕ КАРКАСНЫХ СОЕДИНЕНИЙ И ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ИХ ОТВЕРЖДЕНИЯ. ЧАСТЬ 2. ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ОТВЕРЖДЕНИЯ МОДИФИЦИРОВАННЫХ ОЛИГОМЕРОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ИОННЫХ ИНИЦИАТОРОВ ПОЛИМЕРИЗАЦИИ. ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ КОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ МОДИФИЦИРОВАННЫХ ЭПОКСИДНЫХ ОЛИГОМЕРОВ И ПОРОШКОВ СТМ 379

Д. А. Савченко
ВЛИЯНИЕ ОСОБЕННОСТЕЙ ГИБРИДНЫХ ОЛИГОМЕРОВ НА ИХ КОНТАКТ С ПОВЕРХНОСТЬЮ КНБ 384

А. П. Возняковский, А. В. Калинин, Л. В. Агибалова; И. В. Шугалей
НАНОАЛМАЗЫ ДЕТОНАЦИОННОГО СИНТЕЗА. ФУНКЦИОНАЛИЗАЦИЯ ПОВЕРХНОСТИ ПЕРФТОРИРОВАННЫМИ РАДИКАЛАМИ 390

Раздел 3

ТЕХНИКА И ТЕХНОЛОГИЯ ПРОИЗВОДСТВА ТВЕРДЫХ СПЛАВОВ И ИХ ПРИМЕНЕНИЕ В ИНСТРУМЕНТЕ ДЛЯ РАЗЛИЧНЫХ ОТРАСЛЕЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

В. П. Бондаренко, П. П. Иценко, Л. М. Мартынова, С. Г. Руденький, А. А. Сытник
ТОНКАЯ КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА WC-ФАЗЫ РЕГЕНЕРИРОВАННЫХ ВОЛЬФРАМОКОБАЛЬТОВЫХ ТВЕРДЫХ СПЛАВОВ 399

В. Н. Шуменко, В. В. Шуменко
ПОЛУЧЕНИЕ НАНОРАЗМЕРНОГО ТВЁРДОГО СПЛАВА ВК5 ДЛЯ БУРОВОГО ИНСТРУМЕНТ 413

В. С. Панов, Ж. В. Еремеева, Р.А. Скориков
ЭЛЕКТРОИМПУЛЬСНОЕ СПЕКАНИЕ ПОРОШКОВОЙ УГЛЕРОДИСТОЙ СТАЛИ, УПРОЧНЕННОЙ НАНОЧАСТИЦАМИ 418

В. П. Бондаренко, А. А. Матвейчук, Л. М. Солодова, В. М. Ткач
СОСТОЯНИЕ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ КРУПНЫХ МИКРОКРИСТАЛЛОВ WC, ВЫРАЩЕННЫХ ИЗ РАСПЛАВА WC + 65 мас. % CO 424

В. М. Волкогон, Д. А. Котляр, С. К. Аврамчук, А. И. Белый, Ю. А. Федоран
ВЛИЯНИЕ СОДЕРЖАНИЯ УГЛЕРОДА В ИСХОДНОЙ ШИХТЕ И ПОРИСТОСТИ ГОРЯЧЕПРЕССОВАННОЙ ЗАГОТОВКИ РЕЛИТА НА ГРАНУЛОМЕТРИЧЕСКИЙ СОСТАВ ПОРОШКОВ ПРИ РАСПЫЛЕНИИ 433

В. П. Бондаренко, М. О. Юрчук, О. В. Галков
ОСОБЛИВОСТІ СТРУКТУРИ ТА ВЛАСТИВОСТІ КАРБІДОВОЛЬФРАМОВОГО СПЛАВУ З НІКЕЛЕВОЮ ЗВЯ'ЗКОЮ ВН20 (80% WC + 20% Ni), СПЕЧЕНОГО У ВАКУУМІ ПІД ЗОВНІШНІМ ОДНООСЬОВИМ ТИСКОМ 437

В. В. Бурыкин, А. С. Мановицкий, В. В. Бурыкин
ПОВЫШЕНИЕ ЭФФЕКТИВНОСТИ ОБРАБОТКИ ДЕТАЛЕЙ С ПОКРЫТИЯМИ ИНСТРУМЕНТАМИ ИЗ ПСТМ 445

В. І. Лавріненко, О. А. Дєвицький, Б. В. Ситник, В. Г. Полторацький, В. Ю. Солод
ОЦІНЮВАННЯ ЗНОСОСТІЙКОСТІ АЛМАЗНИХ ШЛІФУВАЛЬНИХ КРУГІВ ІЗ ВВЕДЕННЯМ ЗЕРНИСТИХ ДОМІШОК ДО РОБОЧОГО ШАРУ ПРИ ШЛІФУВАННІ ТВЕРДОГО СПЛАВУ 448

Л. Н. Девин, А. А. ОсадчийС. В. Рычев, А. В. Смерчинский
УЧЕТ АНИЗОТРОПИИ КРИСТАЛЛОВ АЛМАЗА ПРИ РАСЧЕТЕ ВЕРОЯТНОСТИ РАЗРУШЕНИЯ РЕЗЦОВ ИЗ НИХ 452

А. С. Мановицкий
РАСЧЕТ ТОЛЩИНЫ СРЕЗА И ДЛИНЫ РЕЖУЩИХ КРОМОК ОСЕСИММЕТРИЧНЫХ КРУГЛЫХ РЕЖУЩИХ ПЛАСТИН ИЗ ПКНБ ПРИ ЧИСТОВОМ ТОЧЕНИИ ЗАКАЛЕННОЙ СТАЛИ 459

А. М. Кузей, В. Я. Лебедев, Н. И. Лащ
МЕХАНИЗМЫ КОНТАКТНОГО ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ПРИ ШЛИФОВАНИИ ХРУСТАЛЯ АЛМАЗОАБРАЗИВНЫМИ КРУГАМИ 464

О. І. Чернієнко; С. В. Ковальов, Г. А. Петасюк, О. О. Бочечка, Ю. Д. Філатов, В. С. Гаврилова
ВИКОРИСТАННЯ АЛМАЗНОГО ПОРОШКУ, СИНТЕЗОВАНОГО В СИСТЕМІ Mg-Zn-B-C, ДЛЯ ТОНКОГО ШЛІФУВАННЯ САПФІРУ 471

Ю. Д. Филатов, В. И. Сидорко, Т. А. Прихна, А. Ю. Филатов, А. И. Боримский, С. В. Ковалев, А. М. Куцай, А. Г. Ветров, В. Г. Полторацкий
ПОЛИРОВАНИЕ ПЛОСКИХ ПРЕЦИЗИОННЫХ ПОВЕРХНОСТЕЙ ЭЛЕМЕНТОВ ОПТИКО-ЭЛЕКТРОННОЙ ТЕХНИКИ ИЗ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО КАРБИДА КРЕМНИЯ 476

Ю. Д. Філатов, В. І. Сідорко, В. Д. Курілович, А. Г. Ветров, М. А. Данильченко, В. А. Ковальов
ЗАБЕЗПЕЧЕННЯ ЯКОСТІ ОБРОБЛЕННЯ ДЕКОРАТИВНО-ХУДОЖНІХ ВИРОБІВ З ПРИРОДНОГО КАМЕНЮ ІНСТРУМЕНТОМ З КАЛІБРОВАНОГО ЗА ДІАМЕТРОМ АЛМАЗНО-ПОЛІМЕРНОГО ВОЛОКНА 482

В. В. Пегловский
ЗАВИСИМОСТЬ ПРОИЗВОДИТЕЛЬНОСТИ АЛМАЗНОГО ШЛИФОВАНИЯ ГОРНЫХ ПОРОД ОТ ПРИВЕДЕННОГО УДЕЛЬНОГО ДАВЛЕНИЯ ОБРАБОТКИ 488

В. В. Пегловский
ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ПАРАМЕТРЫ АЛМАЗНОЙ ОБРАБОТКИ ГОРНЫХ ПОРОД НА ТОКАРНЫХ СТАНКАХ 493

Г. М. Григоренко, Л. И. Адеева, А. Ю. Туник, В. И. Зеленин, Е. В. Зеленин, М. А. Полещук, В. А.Лукаш
ПОЛУЧЕНИЕ И ИССЛЕДОВАНИЕ СВАРНЫХ СОЕДИНЕНИЙ (Ni-Cu, Al-Fe) РАЗНОРОДНЫХ МЕТАЛЛОВ, ПОЛУЧЕННЫХ СТП ВНАХЛЕСТ 497

В. С. Гаврилова, Е. А. Пащенко, В. И. Штомпель, А. М. Кошкин, А. Г. Довгань
ВЛИЯНИЕ НАПОЛНИТЕЛЕЙ И МАТЕРИАЛОВ СУБСТРАТА НА СТРУКТУРУ ПОЛИМЕРНОЙ МАТРИЦЫ ЭПОКСИДНО-ПОЛИСИЛОКСАНОВОГО КОМПОЗИТА 501

С. А. Кухаренко, В. Н. Ткач, А. Г. Довгань, Е. А. Барановская
ИССЛЕДОВАНИЕ ДИФФУЗИОННЫХ ПРОЦЕССОВ ПРИ КОНТАКТЕ ЩЕЛОЧНОСИЛИКАТНЫХ И СВИНЦОВЫХ СТЕКОЛ 506