

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 21

Киев 2018

УДК 622.243.051.64
ББК 34.7 я43
П59

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

Главный редактор: *чл.-корр. НАН Украины В. З. Туркевич*
Зам. главного редактора: : акад. НАН Украины Е. И. Крыжанивский
Ответственный редактор: д.т.н. Н. А. Бондаренко

Редакционная коллегия:

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
В. П. Бондаренко	-	чл.-корр. НАН Украины, д.т.н., профессор
А. А. Бочечка	-	д.т.н.
А. В. Ножкина	-	д.т.н., профессор
Р. А. Гасанов		д.т.н., профессор
А. М. Кузей		д.т.н.
А. Н. Давиденко		д.т.н., профессор
К. Г.Давидян	-	д.т.н.
А. А. Каракозов		к.т.н., профессор

П59 **Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент — техника и технология его изготовления и применения: Сборник научных трудов. – Вып. 21. – Киев: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2018. – 483 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, 2018

УДК 001(092)

В. М. Колодніцький, канд. фіз.-мат. наук; **Н. І. Колодніцька**

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

НАУКОВА ШКОЛА ІНСТИТУТУ НАДТВЕРДИХ МАТЕРІАЛІВ НАН УКРАЇНИ В БІОБЛІОГРАФІЧНИХ І НАУКОВО-ІНФОРМАЦІЙНИХ ВИДАННЯХ

Описано розвиток наукової школи Інституту надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України та висвітлення її історії і діяльності в бібліографічних і науково-інформаційних виданнях. Наведено наукові напрямки, за якими працює наукова школа, основні наукові результати, отримані співробітниками ІНМ, досягнення і перспективи школи.

***Ключові слова**: наукова школа, 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 за високих температур і тиску, і впровадження їх у виробництво є ефективною формою творчого співробітництва вчених і фахівців різноманітних галузей знання, їхньої 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 такі функції: 1) виробництво наукових знань, 2) поширення знань, 3) підготовка обдарованих фахівців.

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 різним менталітетом та різною підготовкою з вищих навчальних закладів, формують згодом єдиний творчий колектив, який стає 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 і професора О. І. Лейпунського – було розроблено технологію синтезу алмазу із графіту за одночасної взаємодії високого тиску і високої температури, а надалі й інших надтвердих матеріалів. Наукова школа вчених-дослідників надтвердих матеріалів склалася під керівництвом видатних, авторитетних вчених: доктора технічних наук В. М. Бакуля – засновника ІНМ, академіка НАН України М. В. Новікова. Саме тільки ці дві людини, вчені, вчителі, організатори робіт в галузі синтезу алмазу майже увесь час існування інституту були його керівниками.

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 строки [1]. Під їхнім керівництвом сформувалися і нині розвиваються три основні напрями науково-дослідної роботи інституту [2]:

- вивчення впливу високого тиску на матеріали, технологічне використання високого тиску у виробничих процесах;
- дослідження фізико-хімічних процесів одержання монокристалічних дисперсних,

плівкових, композитних структурованих надтвердих матеріалів в широкому діапазоні температур і тиску, створення нових технологій отримання функціонально орієнтованих матеріалів і виробів на їхній 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 57 років існування Інституту надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України його науковим та інженерно-технічним колективом створено понад сотню нових надтвердих моно-, полікристалічних і композиційних матеріалів, знайдено ефективне застосування інструментів і конструкційних виробів з них. Учені Інституту досягли значних наукових результатів у галузі синтезу і спікання надтвердих матеріалів та здобули міжнародний авторитет і загальне визнання [3–5]:

- обґрунтовано формування в умовах надвисокого тиску і температури двох- і трьохелементних надтвердих структур;
- отримано (синтезовано) монокристали алмазу з напівпровідниковими властивостями;
- встановлено точні значення модулів пружності, міцності під час стиснення, в'язкості руйнування кристалів алмазу і КНБ, їхніх полікристалів;
- вивчено умови адгезійного контакту склокерамічних покриттів і зерен;
- отримано мікро-, субмікро- і нанопорошки алмазу;
- встановлено закономірності капілярних процесів в розчинах вуглецю і BN в розплавах металів і їхніх нітридів, що спричинюють утворення за високого тиску центрів кристалізації алмазу, cBN і їхнього росту; вивчено термодинаміку процесу кристалізації, побудовано діаграми стану багатокомпонентних систем за високого тиску;
- визначено закономірності формування структурованих композитів абразивного призначення з алмазними і КНБ-зернистими наповнювачами в металевих, склокерамічних і гумополімерних матрицях;
- розвинуто наукові основи керування фізико-хімічними процесами відновлення, карбідизації і росту досконалих монокристалів карбідів (WC та TiC) і отримання твердих розчинів цих карбідів, їхньої 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, виконано його промислову реалізацію;
- вивчено процеси електро-, хімічного і механічного руйнування матеріалів, що обробляються алмазними і КНБ-інструментами;
- вивчено закономірності зношування і руйнування контактних алмазних зерен і зерен КНБ, закріплених у різних зв'язках, під час абразивної обробки металевих (сталь, титан, алюміній) і неметалевих (кераміка, скло, композити) матеріалів;
- вивчено формування алмазоутримувальних 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 металевою матрицями та встановлено уточнені характеристики їхньої міцності, зношування і в'язкості руйнування під час статичних і динамічних навантажень;
- розвинуто 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;

- розвинуто теорію термомеханіки для опису процесу фазового переходу графіту в алмаз методами чисельного комп'ютерного моделювання з урахуванням зміни характеристик різномодульних матеріалів реакційної суміші за високого тиску і температури в умовах кристалізації алмазних зерен з розплаву під надвисоким тиском;
- розв'язано задачі термомеханіки контактної взаємодії під час алмазного мікроточіння алюмінію і точіння 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 аналізу структурного, елементного, дисперсного та ізотопного складу поверхні й поверхневих шарів на нанорівні. Розроблено методики та виготовлено нове обладнання для дослідження *in-situ* фазових переходів в матеріалах під дією надвисокого тиску і деформацій зсуву в алмазних ковадлах; для визначення стану електропровідної поверхні методом сканувальної 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 їхній основі;
- вивчено механізм впливу високого тиску і температури на структуру, надпровідні і механічні властивості високотемпературних керамічних надпровідників, досліджено процеси формування надпровідних сполук.

Наукова школа Інституту надтвердих матеріалів, весь його колектив за більш ніж піввікову історію своєї діяльності створили цілу низку нових матеріалів і розробили промислові технології їх виготовлення:

– алмазно-твердосплавні пластини і полікристалічний кубічний нітрид бору конструкційного призначення;
– алмазний композиційний термостійкий матеріал (АКТМ);
– надтверді матеріали в системі чотирьох хімічних елементів бор–азот–кисень–вуглець;
– кубічний карбоніт бору, який є другою після алмазу сполукою;
– за високого тиску і температури синтезовано новий композит на основі нітриду бору, нітриду кремнію і нанопорошків алмазу;
– синтезований композиційний надтвердий (понад 40 ГПа) матеріал, який створюється з каркаса кристалів карбіду бору і алмазу, є надпровідним;
– досліджено процес кристалізації великих алмазних кристалів, розроблено технології зміни кольору алмазів у процесі синтезу;
– синтезовано матеріали з надпровідністю на основі дибориду магнію, отримано наноструктурний керамічний матеріал конструкційного призначення на основі ітрію–барію–кобальту;
– отримано надпровідний алмаз із полікристалічною дендритною структурою і металевим типом провідності, а також створено гібридний композиційний матеріал (гібридайт), зносостійкість якого до шести разів перевищує зносостійкість матеріалу АКТМ під час точіння граніту;
– досліджується новий клас твердих речовин, так званих МАХ-матеріалів, які об'єднують кращі характеристики металів і кераміки.

Як зазначив академік М. В. Новіков [5], кожен із цих результатів вартий окремого розділу книги, потребує докладної розповіді про людей, про їхні ідеї та наукові здобутки. Адже від них, як від граней добре обробленого діаманта, відбиваються і линуть у вічність яскраві і неповторні миті наукового осяяння, справжнього щастя, що охоплює людину, якій вдалося наблизитись до розкриття нескінченних таїнств природи і рушити далі, туди, де сплав фізичних законів і людського розуму народжує небачені в природному середовищі матеріали з потрібними для людини властивостями.

Виявлення даних про діяльність та публікації вчених є однією із важливих складових довідково-бібліографічного обслуговування. На основі цих даних і укладають

біобібліографічні посібники. У сучасних умовах одним із засобів демонстрації наукової діяльності наукового інституту та просування у суспільстві наукових досліджень як окремого вченого, так і наукових колективів є біобібліографія – один із найстаріших і традиційних напрямків бібліографії.

Біобібліографічний покажчик є різновидом бібліографічної продукції, в якому інформація про друковані твори певної особи поєднана з біографічними даними про автора та присвяченою йому літературою. Поєднуючи в собі історичні дані з ретроспективною інформацією, ці покажчики забезпечують розвиток сучасної науки.

Завданням будь-якого біобібліографічного покажчика, укладеного до певної ювілейної дати, є створення цілісного образу вченого-професіонала з метою подання основних результатів його наукової, науково-організаційної, державної і громадської діяльності, його внеску в розвиток вітчизняної та світової науки.

Водночас ці покажчики рекламують діяльність науковців та формують імідж установи, в якій вони працюють, дають змогу спеціалістам отримати інформацію про діячів цієї ж галузі, їхні успіхи та досягнення.

Перший досвід укладання біобібліографічних покажчиків вчених Інституту надтвердих матеріалів здобувався ще у 1992 році до 60-річчя директора Інституту академіка М. В. Новікова [6]. Наступне видання було здійснено у 1995 р. і вийшло друком у видавництві «Наукова думка» [7]. Надалі виходило ще кілька видань цієї біобібліографії (у 2002, 2007 та 2012 рр.), доповнені та перероблені [8–10].

За 1992–2018 рр. опубліковано 11 випусків біобібліографій провідних вчених Інституту: академіків НАН України Миколи Васильовича Новікова [6–10], Володимира Зіновійовича Туркевича [11]; членів-кореспондентів НАН України Олександра Олександровича Шульженка [12], Володимира Петровича Бондаренка [13], Анатолія Львовича Майстренка [14, 15], Тетяни Олексіївни Пріхни [16].

У цих довідкових виданнях містяться біографічні відомості про вченого, хронологічний покажчик друкованих праць – усі його публікації: монографії, книги, брошури, статті, авторські свідоцтва, патенти; а також допоміжні (іменний, алфавітний) покажчики, список скорочень та список учнів вченого, які під його керівництвом захистили дисертації на здобуття вченого ступеня кандидата і доктора наук. Біобібліографії відкриваються вступними статтями, в яких висвітлюються життєвий і творчий шлях вченого, його внесок у розвиток науки в галузі надтвердих матеріалів, основні дати життя й діяльності.

Важливою подією стало видання книги про засновника Інституту та його першого директора – Валентина Миколайовича Бакуля [17]. У книзі подано тексти вибраних наукових праць, бібліографічний покажчик усіх праць вченого, біографічний нарис та спогади сучасників, фотолітопис. Виділено основні напрями науково-технічної діяльності В. М. Бакуля: освоєння створених наприкінці 20-х років XX сторіччя вольфрамо-кобальтових твердих сплавів для застосування в породоруйнівних і бурових гірських інструментах, створення промислової технології синтезу алмазів за надвисокого тиску і температури, розробка різних алмазних інструментів, процесів механічної обробки й породоруйнування із застосуванням алмазних інструментів.

Найбільш повно наукова школа Інституту надтвердих матеріалів НАН України представлена в науково-інформаційному виданні «Научная школа Института сверхтвердых материалов» [18]. Це своєрідна наукова енциклопедія Інституту, найбільш повний перелік наукових робіт, кандидатських і докторських дисертацій, банк даних про людей, які зробили величезний науковий внесок в розвиток галузі. У книзі викладено історію формування наукової школи та науково-організаційну діяльність її засновників, містяться біографічні довідки про 363 вчених, які, працюючи в Інституті, захистили дисертації. Є дані і про тих, хто вже пройшов шлях захисту і своїми знаннями, запозиченими в інших наукових школах і установах, зробив вагомий внесок в розвиток алмазної справи, в розширення здобутків наукової школи Інституту надтвердих матеріалів НАН України, назви захищених ними

дисертацій, основні наукові праці і напрями наукової діяльності. Виокремлено рубрику «Лауреати Державних премій і премій НАН України». Хронологія формування і діяльності наукової школи включає 1965–2017 роки. До книги включено покажчик всіх наукових праць, виданих Інститутом у 1963–2016 рр., а це – 132 монографії, 227 довідників, навчальних посібників тощо, 97 збірників наукових праць. Великим бажанням академіка М. В. Новікова за його життя було створити єдиний реєстр ветеранів праці, людей, які пропрацювали в Інституті 25 і більше років. Його заповіт було виконано, і 1465 імен ветеранів праці Інституту, Дослідного заводу та СКТБ – Золотого фонду Науково-технологічного алмазного концерну АЛКОН [19] – знайшли своє місце у цій книзі.

Наукова школа Інституту надтвердих матеріалів НАН України нараховує понад 300 вчених-матеріалознавців. Досягнення цих 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 становить 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.

Зафіксований у бібліографічних, науково-інформаційних та науково-популярних виданнях багаторічний досвід роботи наукової школи Інституту надтвердих матеріалів НАН України 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 нове покоління вчених має і надалі розвивати фундаментальні дослідження у сфері фізико-хімічних процесів синтезу нових надтвердих матеріалів, 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 и освещение ее истории и деятельности в библиографических и научно-информационных изданиях. Приведены научные направления, по которым работает научная школа, основные научные результаты, полученные сотрудниками ИСМ, достижения и перспективы школы.

***Ключевые слова**: научная школа, Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, сверхтвердые материалы*

V. M. Kolodnits'kyi, N. I. Kolodnits'ka

SCIENTIFIC SCHOOL OF THE INSTITUTE FOR SUPERHARD MATERIALS OF THE NAS OF UKRAINE IN BIO-BIBLIOGRAPHIC AND SCIENTIFIC INFORMATION PUBLICATIONS

The development of the scientific school of the V. M. Bakul Institute for Superhard Materials of the NAS of Ukraine and coverage of its history and activities in bio-bibliographic and scientific information publications is described. Scientific directions on which the scientific school works, the main scientific results received by the ISM staff, achievements and prospects of the school are presented.

***Key words**: scientific school, V. M. 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. Напрямки науково-дослідної роботи [Электронный ресурс]. – Режим доступа: 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. Novikov, N. V. (2011) On the achievements of Bakul Institute for superhard materials, national academy of sciences of Ukraine, in the field of synthesis and sintering of superhard materials over the past 50 years of the Institute's activities. *Journal of Superhard Materials, Vol. 33, 3,* 147–150.
5. Новіков М. В. Моя Україна – моя родина. – К. : Успіх і кар'єра, 2018. – 560 с.
6. Николай Васильевич Новиков / В. В. Кислов, Л. И. Тиманова (сост.), Н. Ф. Колесниченко (отв. ред.) ; АН Украины, НТК «Ин-т сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля». – К., 1992. – 93 с. – (Биобиблиография ученых Украины). – [488 назв. тр.].
7. Николай Васильевич Новиков / Л. И. Тиманова (сост.), Н. Ф. Колесниченко (отв. ред.). – К. : Наук. думка, 1992. – 88 с. – (Биобиблиография ученых Украины / НАН Украины). – [513 назв. тр.].
8. Микола Васильович Новіков / Н. І. Колодніцька (уклад.), Н. Ф. Колесниченко (відп. ред.). – К. : ІНМ ім. В. М. Бакуля НАН України, 2002. – 208 с. – (Біобібліографія вчених України / НАН України). – [720 назв праць].
9. Микола Васильович Новіков / Н. І. Колодніцька (уклад.), Н. Ф. Колесниченко (відп. ред.) ; НАН України, Ін-т надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля. – 2-е вид., допов. – К. : Наук. думка, 2007. – 248 с. – (Біобібліографія вчених України). – [990 назв праць].
10. Микола Васильович Новіков / Н. І. Колодніцька (уклад.), Н. Ф. Колесниченко (відп. ред.) ; НАН України, Ін-т надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля. – 3-є вид., переробл. і допов. – К., 2012. – 232 с. – (Біобібліографія вчених України). – [990 назв праць].
11. Володимир Зіновійович Туркевич : біобібліографія / Н. І. Колодніцька (уклад.), Т. О. Гарбуз (відп. ред.) ; НАН України, Ін-т надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля. – К., 2018. – 70 с. – [254 назв праць].
12. Олександр Олександрович Шульженко : біобібліографія / Н. І. Колодніцька (уклад.), Н. Ф. Колесниченко (відп. ред.) ; НАН України, Ін-т надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля. – К., 2005. – 96 с. – [477 назв праць].
13. Володимир Петрович Бондаренко : біобібліографія / Н. І. Колодніцька (уклад.), Н. Ф. Колесниченко (відп. ред.) ; НАН України, Ін-т надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля. – К., 2009. – 136 с. – [360 назв праць].
14. Анатолій Львович Майстренко : біобібліографія / Н. І. Колодніцька (уклад.), Н. Ф. Колесниченко (відп. ред.) ; НАН України, Ін-т надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля. – К., 2006. – 76 с. – [243 назв праць].
15. Анатолій Львович Майстренко : біобібліографія / Н. І. Колодніцька (уклад.), С. А. Клименко (відп. ред.) ; НАН України, Ін-т надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля. – 2-е вид., допов. – К., 2016. – 110 с. – [327 назв праць].
16. Тетяна Олексіївна Пріхна : біобібліографія / Н. І. Колодніцька (уклад.), В. З. Туркевич (відп. ред.) ; НАН України, Ін-т надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля. – К., 2017. – 205 с. – [490 назв праць].
17. В. М. Бакуль. Вибрані праці. Біографія. Спогади сучасників / НАН України. Ін-т надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля. – К., 2006. – 668 с. – [303 назв праць].
18. Научная школа Института сверхтвердых материалов / редкол. : гл. ред. Н. В. Новиков и др.; сост. Н. И. Колодницкая ; НАН Украины, Ин-т сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля. – К., 2017. – 592 с.

19. Науково-технологічному алмазному концерну (АЛКОН) – 20 років // Національна академія наук України, Науково-технологічний алмазний концерн (АЛКОН), Ін-т надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля. – К., 2016. – 184 с.

Надійшла 28.05.18

References

1. *Almaz Ukrainy. Pyanidesyatiletie raboty Instituta sverchtverdych materialov im. V. N. Bakulya (1961–2011 gg.) [Diamond of Ukraine. The fiftieth anniversary of the V. N. Bakul Institute for Superhard Materials (1961–2011 years)]*. Kiev: «Azimut-Ukraina», 2011.
2. Напрямки науково-дослідної роботи Napriamky naukovo-doslidnoi roboty [Directions of scientific research work]. *ism.kiev.ua/index.php?i=4*. Retrieved from http://www.ism.kiev.ua/index.php?i=4 [in Ukrainian].
3. Novikov, N. V., Shul'zhenko, A. A., Ivachnenko, S. A., Borimskiy, A. I. Osnovnye dostizhenia Instituta sverchtverdych materialov im. V. N. Bakulya NAN Ukrainy v oblasti sintezha i spekania sverchtverdych materialov [The main achievements of the V. N. Bakul Institute of Superhard Materials of the NAS of Ukraine in the field of synthesis and sintering of superhard materials]. *Proceedings: Sintes, spekanie I svoystva sverchtverdych materialov – Synthesis, sintering and properties of superhard materials.* (pp. 6–13). Kiev, 2011. [in Russian].
4. Novikov, N. V. (2011) On the achievements of Bakul Institute for superhard materials, national academy of sciences of Ukraine, in the field of synthesis and sintering of superhard materials over the past 50 years of the Institute's activities. *Journal of Superhard Materials, Vol. 33, 3,* 147–150.
5. Novikov, N. V. (2018) *Moya Ukraina – moya rodyna [My Ukraine – my family]*. Kyiv: Uspich i kariera [in Ukrainian].
6. *Nikolay Vasilievich Novikov: Biobibliography of Ukrainian scientists.* Kiev: Institut sverchtverdych materialov im. V. N. Bakulya, 1992 [in Russian].
7. *Nikolay Vasilievich Novikov: Biobibliography of Ukrainian scientists* / NAS of Ukraine. Kiev: Naykova dumka, 1992 [in Russian].
8. *Mykola Vasykyovych Novikov: Biobibliography of Ukrainian scientists* / NAS of Ukraine. Kyiv: INM im. V. M. Bakulya NAN Ukrainy, 2002 [in Ukrainian].
9. *Mykola Vasylyovych Novikov: Biobibliography of Ukrainian scientists.* Kiev: Naykova dumka, 2007 [in Ukrainian].
10. *Mykola Vasylyovych Novikov: Biobibliography of Ukrainian scientists.* Kiev: Institut nadtverdych materialiv im. V. M. Bakulya, Kyiv, 2012 [in Ukrainian].
11. *Volodymyr Zinoviyovych Turkevych: Biobibliography*. Institut nadtverdych materialiv im. V. M. Bakulya, Kyiv, 2018 [in Ukrainian].
12. *Oleksandr Oleksandrovych Shul'zhenko: Biobibliography*. Institut nadtverdych materialiv im. V. M. Bakulya, Kyiv, 2005 [in Ukrainian].
13. *Volodymyr Petrovych Bondarenko: Biobibliography.* Institut nadtverdych materialiv im. V. M. Bakulya, Kyiv, 2009 [in Ukrainian].
14. *Anatoliy L'vovych Maistrenko: Biobibliography*. Institut nadtverdych materialiv im. V. M. Bakulya, Kyiv, 2006 [in Ukrainian].
15. *Anatoliy Lvovych Maistrenko: Biobibliography*. Institut nadtverdych materialiv im. V. M. Bakulya, Kyiv, 2016 [in Ukrainian].

16. Tetyana Oleksiivna Prikhna: Biobibliography. Institut nadtverdych materialiv im. V. M. Bakulya, Kyiv, 2017 [in Ukrainian].
17. *Bakul, V. M. Vybrani prazi. Biografiya. Spogady suchsnykiv [Selected works. Biography. Memoirs of contemporaries]*. Institut nadtverdych materialiv im. V. M. Bakulya, Kyiv, 2006 [in Ukrainian].
18. *Nauchnaya shkola Instituta sverkhtverdykh materialov [Scientific school of the Institute for Superhard Materials]*. Kiev, 2017.
19. *Naukovo-tekhnologichnomu almaznomu konzernu (ALKON) – 20 rokiv [The scientific and technological diamond concern (ALKON) is 20 years old]*. Institut nadtverdych materialiv im. V. M. Bakulya, Kyiv, 2016 [in Ukrainian].

Раздел 1

ПОРОДОРАЗРУШАЮЩИЙ ИНСТРУМЕНТ ИЗ СВЕРХТВЕРДЫХ МАТЕРИАЛОВ И ТЕХНОЛОГИЯ ЕГО ПРИМЕНЕНИЯ

УДК 622.244.4

Г. М. Эфендиев, член-корр. НАН Азербайджана[1]; **Г. Г. Кулиев**, академик НАН Азербайджана[2]; **И. И. Джанзаков**, д-р техн. наук[3]; **И. А. Пиривердиев**, инж.[1]

[1]Институт Нефти и Газа Национальной Академии наук Азербайджана, ул. Ф. Амирова, 9,AZ1000, г. Баку, e-mail: galib_2000@yahoo.com, igorbaku@yandex.ru
[2]Институт Геологии и Геофизики Национальной Академии наук Азербайджана, пр. Г. Джавида, 119,AZ1143,г. Баку, e-mail: hatamguliyev@gmail.com
[3]Атырауский университет нефти и газа, Республика Казахстан, г. Атырау, пр. Азаттык, д. 1, e-mail:dzhanzakov-aing@mail.ru

ПРИНЯТИЕ РЕШЕНИЙ ПРИ БУРЕНИИ СКВАЖИН В ОСЛОЖНЕННЫХ УСЛОВИЯХ С УЧЕТОМ НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ

Статья посвящена проблеме принятия решений с учетом неопределенности. Ранее рассматривался вопрос принятия решений по выбору долот и режимных параметров путем решения двухкритериальной задачи. В настоящем докладе в продолжение данного вопроса рассматриваются вопросы бурения скважин в условиях аномально высоких пластовых давлений (АВПД) и поглощений, принятия решений в данных условиях. Задача принятия решения в условиях АВПД заключается в выборе такой плотности бурового раствора, которая, численно находясь в промежутке между градиентами пластового давления (η_n) и давления гидроразрыва ($\eta_{г.р.}$), не привела бы к заметному снижению скорости бурения. Решить указанную задачу можно спомощью подхода, основанного на положениях теории нечетких множеств. При этом ясно, чтобы решить поставленную задачу нам должны быть известны значения порового (пластового) давления, давления гидроразрыва, а также зависимость механической скорости от плотности бурового раствора для пород рассматриваемого интервала. Пользуясь технологическими данными, поступающими в процессе бурения, можно оценить указанные характеристики. С учётом отмеченного получено выражение для оценки необходимой плотности бурового раствора с идентификацией для различных месторождений. Для ранней диагностики поглощений бурового раствора с применением нечеткого кластер-анализа дана оценка степени тяжести поглощений. Выполнена классификация и оценка риска поглощений.

Ключевые слова: *принятие решений, неопределенность, аномально высокие пластовые давления, поглощения, пористость, проницаемость.*

Введение

Развитие методов получения информации, ее анализа и принятия решений, уровень развития техники и технологии выдвигают соответствующие требования к методикам проектирования оптимальных режимов бурения, учитывающие способность современных долот пройти за одно долбление большой интервал, основывающиеся на моделях, учитывающих влияние всех режимных параметров на показатели бурения, а также учитывающих неопределенность условий получения информации и принятия решений.

При этом исходная информация, как показано на блок-схеме (рис. 1), может быть различной: результаты по ранее пробуренным на данной площади (месторождении) или аналогичных площадях (месторождениях) скважинам; результаты, поступающие в процессе бурения, т.е. результаты геолого-технологических исследований в процессе бурения, которые имеют важное значение при недостаточной информации о бурении скважин или ее отсутствии.

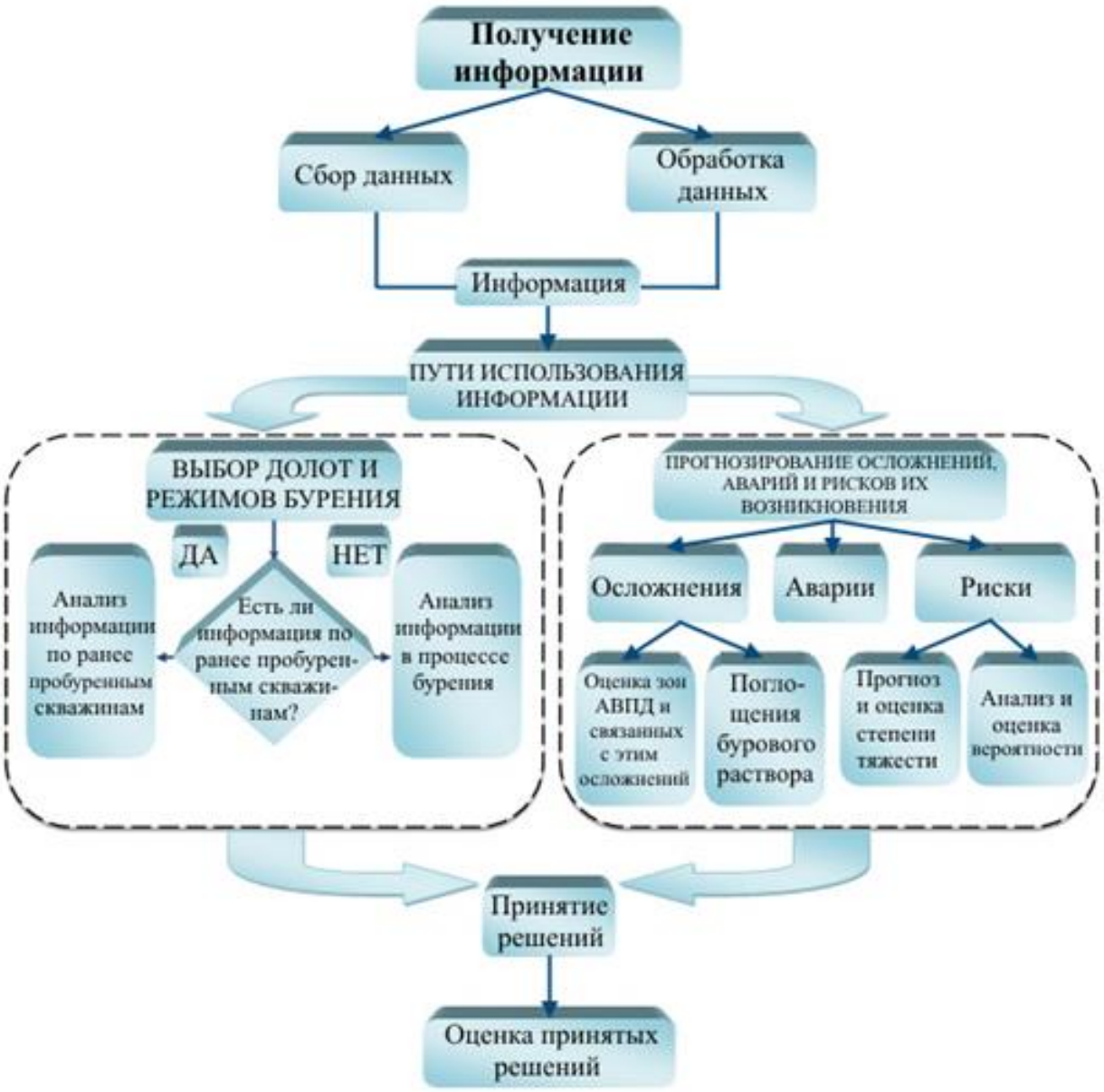


Рис. 1. Блок-схема принятия решений в процессе бурения

От характера исходной информации, полученной тем или иным путем, зависит и подход, осуществляемый к принятию решений. Ранее нами выполнялись исследования в этом направлении [1], а в этом докладе мы подробнее остановимся на результатах исследований, связанных с осложнениями при бурении скважин.

Принятие решений при бурении скважин в условиях АВПД

При бурении скважин в условиях аномально высоких пластовых давлений ,в первую очередь, следует уделять особое внимание параметрам буровых растворов, а также конструкции скважин, при выборе которых важную роль играет правильная оценка геологических условий.

Неучет точных значений порового давления приводит к таким осложнениям, как проявления, выбросы, которые, в свою очередь, могут привести к потере скважины, что вызовет большой материальный ущерб. Поэтому своевременная оценка порового давления

позволяет разумно выбирать требуемую плотность бурового раствора. Проблема оптимизации управления процессом бурения является одной из важнейших проблем в последние годы. Сложность этой задачи заключается в неоднородности пробуренных пород и ограниченной информации об их свойствах и их влиянии на производительность бурения. Управление буровыми работами требует глубокого анализа различных факторов, обоснования критериев, структуры и методов построения моделей и принятия оптимального решения, оценки рисков принятия ошибочных решений. Тот факт, что многие геологические и технологические параметры, а также формулирование целей и ограничений при принятии решений являются нечеткими, затрудняет принятие оптимальных решений. При построении систем управления бурения возникает проблема, связанная с разработкой новых моделей. По мере накопления информации эти модели могут адаптироваться к ситуации неопределенности. Модель может быть эффективно реализована с использованием различных математических методов, включая теорию нечетких множеств. Исходя из отмеченного, проблема повышения эффективности процесса бурения путем оптимального управления технико-технологическими параметрами является актуальной и представляет интерес. Следует отметить, что решение задачи оценки технологических параметров в условиях аномально высоких пластовых давлений представляет собой сложную процедуру, в процессе которой необходимо обратить внимание на изменения показателей бурения, а также осложненность условий, вызванную наличием АВПД.

При решении настоящей задачи в рамках теории нечётких множеств было отмечено, что поставленные цель (поддержать высокую скорость проходки) и ограничение (плотность раствора должна находиться в промежутке между градиентами порового (пластового) давления и давления гидроразрыва) по своим формулировкам нечетки. В таком случае решение представляет собой множество, являющееся пересечением целей и ограничений с соответствующей функцией принадлежности:

$$\mu_0 = \mu_{x_1} \wedge \mu_{x_2} = min\left(\mu_{x_1}, \mu_{x_2}\right) \tag{1}$$

Используя зависимость механической скорости от плотности бурового раствора для различных пород, а также значения градиентов порового давления и давления гидроразрыва, можно выбрать соответствующий вид функций принадлежности и принять решение [2].

Функции принадлежности μ_{x1} и μ_{x2} имеют вид:

$\mu_{x_2} = e^{-K_2(\rho-\overline{\eta})^2}$ -для функции принадлежности множества целей (2)

$\mu_{x_1} = e^{-K_1(\rho-1)}$ -для функции принадлежности множества ограничений (3)

С учётом отмеченного путём простейших преобразований получим выражение для оценки плотности бурового раствора:

$$\rho_{б.р.} = \frac{A - \sqrt{A^2 - 4tB}}{2t}, \tag{4}$$

где: $A = 2t\,\overline{\eta} + (\eta_п - \eta_{гр})^2$ (5)

$$B = t\,\overline{\eta}^2 + (\eta_п - \eta_{гр})^2 \tag{6}$$

Значения градиентов порового давления и давления гидроразрыва могут быть определены различными методами (геофизическими, технологическими). В частности, для их определения можно использовать в качестве исходных технологические данные о бурении скважин, полученные в результате геолого-технологических исследований.

Далее нами рассматривались вопросы анализа и оценки поглощений, которые являются также одним из тяжелых видов осложнений.

Анализ условий поглощений бурового раствора

В данном подразделе рассматривается возможность оценки влияния петрофизических свойств горных пород на интенсивность поглощения бурового раствора. Чтобы оценить влияние геологических условий на характер поглощения принедостаточной информации, было установлено взаимное соответствие между показателями петрофизических свойств горных пород и интенсивностью поглощения, что очень важно для ранней диагностики поглощения и оценки их риска.В настоящее время проблемы кластерного анализа или автоматической классификации широко используются в различных областях, в частности в экономике, социологии, медицине, геологии и других сферах, где существуют множества объектов произвольного типа, и они автоматически делятся на группы похожих объектов на основе их особенностей «сходства-различия»[3, 4, 5]. В последнее время эти методы широко используются в задачах анализа данных. Обычные методы кластерного анализа предлагают чистое разделение исходного множества на подмножества, в котором каждая точка включена только в один кластер после разделения. Однако в практических проблемах, особенно в геологии, нефтегазовом деле, редки случаи, когда множество объектов состоит из компактных кластеров, где каждый заметно отделен от других, что может привести к плохим результатам кластеризации из-за сдвига центра кластера.

Чтобы преодолеть такое нежелательное свойство четкого алгоритма, должен быть применен FCM-алгоритм (нечеткий алгоритм с-средних) с использованием весовых коэффициентов (функция принадлежности) для мониторинга вклада объектов в определение центра кластера [6]. FCM-алгоритм дает адекватные результаты кластеризации, если множество объектов содержит перекрывающиеся кластеры. Результаты кластеризации основаны на нечеткой функции принадлежности, использующей относительное расстояние объектов относительно центров кластеров. Например, объект, который находится далеко от центра кластера, делает меньший вклад в процесс поиска центров кластеров, чем объекты, которые близки к центру кластера.

Результаты кластеризации

В результате применения алгоритма было получено пять кластеров (табл. 1).

Таблица 1. **Качественные и количественные оценки вероятности (частоты) возникновения поглощений при бурении**

Категории вероятности (частоты) события	Качественное определение	Количественная оценка
Высшая (Частое)	События (поглощения) происходят на протяжении процесса бурения довольно часто	0,30-0,60
Средняя (Вероятное)	Поглощения происходят несколько раз в процессе бурения скважин	0,08-0,30
Умеренная (Возможное)	Возможно, могут иметь место поглощения, но в небольшом объёме	0,05-0,08
Малая (Редкое)	Событие (поглощение) скорее всего не произойдет, однако возникновение его не исключается	0,02-0,05
Очень малая (Невероятное)	Возникновение поглощений-событие весьма неправдоподобное; в данном случае ситуация не относится к аварийной	0-0,02

Каждый из них характеризуется петрофизическими характеристиками, соответствующими скорости поглощения на основе нечетких правил:
ЕСЛИ порода плотная и непроницаемая, **ТО** скорость поглощения незначительная;
ЕСЛИ порода низкопористая и среднепроницаемая, **ТО** скорость поглощения интенсивная;
ЕСЛИ порода умеренно пористая и низкопроницаемая, **ТО** скорость поглощения частичная;
ЕСЛИ порода пористая и высокопроницаемая, **ТО** скорость поглощения катастрофическая;
ЕСЛИ порода высокопористая и проницаемая, **ТО** скорость поглощения серьезная.

Терм-множества входных и выходных параметров показаны на рис. 2-4.

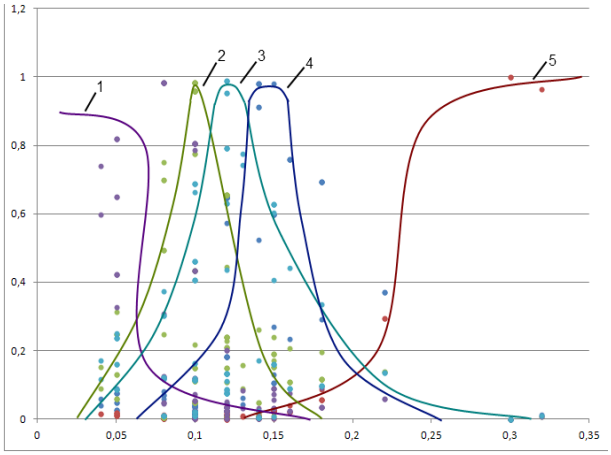


Рис. 2. Терм-множества пористости:1 – плотная; 2 – низкопористая; 3 – среднепористая; 4 – пористая; 5 – высокопористая

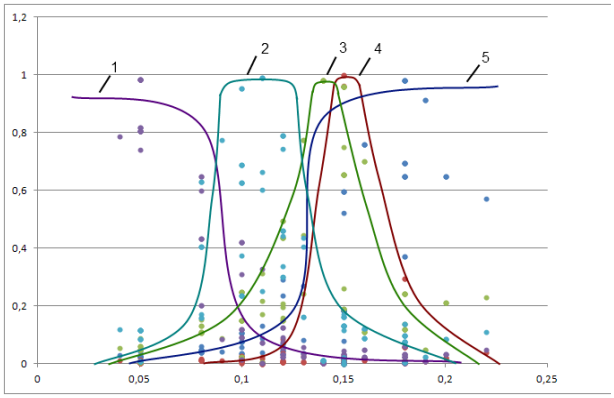


Рис. 3. Терм-множества проницаемости:
1 – непроницаемая; 2 – низкопроницаемая;
3 – среднепроницаемая; 4 – проницаемая;
5 – высокопроницаемая

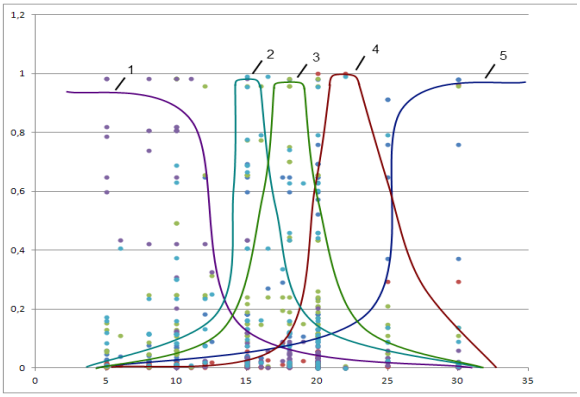


Рис.4. Терм-множества поглощений:
1 – незначительное; 2 – частичное;
3 – интенсивное; 4 – серьезное;
5 – катастрофическое

Выводы

Таким образом, чтобы оценить влияние геологических условий на характер поглощений в условиях отсутствия информации, было достигнуто взаимное соответствие между показателями петрофизических свойств горных пород и степенью поглощения на основе нечеткого кластер-анализа, что очень важно для ранней диагностики поглощений и оценки их риска.При этом:

1. Предложено выражение для оценки плотности бурового раствора, исходя из пересечения множеств цели (плотность должна находиться между градиентами пластового давления и давления гидроразрыва, взятых в эквивалентных единицах) и ограничения (сохранение значений механической скорости на достаточно высоком уровне).

2. С применением алгоритма нечеткой кластеризации выполнена классификация условий бурения по степени тяжести поглощений по данным о петрофизических свойствах разбуриваемых пород.

3. Предложена методика оценки и классификации рисков поглощений.

Работа выполнена в рамках проектов 01KQİT-18LR и 07LR-AMEA.

Стаття присвячена проблемі прийняття рішень з урахуванням невизначеності. Раніше розглядалося питання прийняття рішень щодо вибору доліт і режимних параметрів шляхом вирішення двокритеріальної задачі. У цьому звіті в продовження даного питання розглядаються питання буріння свердловин в умовах аномально високих пластових тисків (АВПТ) і поглинань, прийняття рішень в даних умовах. Завдання прийняття рішення в умовах АВПТ полягає у виборі такої густини бурового розчину, яка, чисельно перебуваючи в проміжку між градієнтами пластового тиску (η_n) і тиску гідророзриву ($\eta_{г.р.}$), не привела б до помітного зниження швидкості буріння. Вирішити зазначену задачу можна з допомогою підходу, заснованого на положеннях теорії нечітких множин. При цьому ясно, що для того щоб вирішити поставлене завдання нам повинні бути відомі значення тиску в порах (пластового), тиску гідророзриву, а також залежність механічної швидкості від щільності бурового розчину для порід розглянутого інтервалу. Користуючись технологічними даними, які надходять в процесі буріння, можна оцінити зазначені характеристики. З урахуванням зазначеного отримано вираз для оцінки необхідної густини бурового розчину з ідентифікацією для різних родовищ. Для ранньої діагностики поглинань бурового розчину із застосуванням нечіткого кластер-аналізу дана оцінка ступеня важкості поглинань. Виконано класифікацію та оцінка ризику поглинань.

***Ключові слова**: прийняття рішень, невизначеність, аномально високі пластові тиски, поглинання, пористість, проникність.*

G. M. Efendiyev, H. H. Guliyev, I. A. Piriverdiyev

DECISION-MAKING DURING DRILLING WELLS TAKING INTO ACCOUNT UNCERTAINTY

The paper is devoted to the problem of decision-making in conditions of uncertainty. Earlier, the issue of making decisions on the choice of bits and regime parameters was considered by solving a two-criteria problem. In the present paper, in the continuation of this issue, the issues of drilling wells in abnormally high reservoir pressure (AHRP) and lost circulation, and decision-making under the given conditions are considered. The task of making a decision under the AHRP is to choose a mud density that, numerically in the interval between the formation pressure gradient (η_f) and the fracture pressure gradient (η_{fr}), would not result in a noticeable decrease in drilling speed. This problem could be solved with the help of an approach based on the theory of fuzzy sets. It is clear that in order to solve the problem posed, we need to know the values of pore (reservoir) pressure, hydraulic fracturing pressure, and also the dependence of the rate of penetration on the density of the drilling mud for the rocks of the interval under consideration. Using the technological data receiving during the drilling process, it is possible to evaluate the indicated characteristics. Taking into account the noted, an expression was obtained for estimating the necessary mud density with identification for different deposits. For the early diagnosis of lost circulation with the use of fuzzy cluster analysis, the rate of lost circulation was estimated. Classificationandevaluationof risks of lost circulation was carried out.

***Keywords:** decision-making, uncertainty, abnormally high reservoir pressure, lost circulation, porosity, permeability.*

Литература

1. Анализ и оценка эффективности принимаемых решений при бурении скважин / Эфендиев Г. М., Джанзаков И. И., Кирисенко О. Г. и др. // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника, технология его изготовления и применения. – 2017. – Вып. 20. – С. 153–160.
2. Efendiyev G. M., Mammadov P. Z., Piriverdiyev I. A., Sarbopeyeva M. D. Selection of the best combination of bit types and technological parameters during drilling, taking into account uncertainty // Procedia Computer Science. –2017. – 120. – P. 67–74.
3. Bezdek J. C., Ehrlich and Full W. The fuzzy c-means clustering algorithm // Computers and Geosciences. – 1984. – № 10. – P. 191–203.
4. Turksen I. B. Full Type 2 to Type n Fuzzy System Models / Seventh International Conference on Soft Computing, Computing with Words and Perceptions in System Analysis, Decision and Control(2013).–Izmir, Turkey. – P. 21.
5. Aliev R. A., Guirimov B. G. Type-2 Fuzzy Neural Networks and Their Applications. – Springer, 2014.–190 p.
6. Efendiyev G. M., Mammadov P. Z., Piriverdiyev I. A., Mammadov V. N. Clustering of geological objects using FCM-algorithm and evaluation of the rate of lost circulation // Procedia Computer Science. – 2016. – 102. – P. 159–162.

Поступила 27.06.18

References

1. Efendiiev, G. M., Dzhanzakov, I. I., Kirisenko, O. G., et al. (2017). Analiz i otsenka effektivnosti prinimaemykh reshenii pri burenii skvazhin [Analysis and evaluation of the decisions taken while drilling wells]. *Porodorazrushaiushchii i metallobrabatyvaiushchii instrument – tekhnika, tekhnologiia ego izgotovleniia i primeneniia. – Rock Destruction and Metal-Working Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications, 20,* 153–160 [in Russian].
2. Efendiyev, G. M., Mammadov, P. Z., Piriverdiyev, I. A., & Sarbopeyeva, M. D (2017).Selection of the best combination of bit types and technological parameters during drilling, taking into account uncertainty. *Procedia Computer Science, Vol. 120,* 67–74.
3. Bezdek, J. C., Ehrlich, and Full, W (1984). The fuzzy c-means clustering algorithm. *Computers and Geosciences, 10,* 191–203.
4. Turksen, I. B. (2013). Full Type 2 to Type n Fuzzy System Models. *Seventh International Conference on Soft Computing, Computing with Words and Perceptions in System Analysis, Decision and Control*. (p. 21). Izmir, Turkey.
5. Aliev, R. A., & Guirimov, B. G (2014). *Type-2 Fuzzy Neural Networks and Their Applications*. Springer.
6. Efendiyev, G. M., Mammadov, P. Z., Piriverdiyev, I. A., & Mammadov, V.N (2016).Clustering of geological objects using FCM-algorithm and evaluation of the rate of lost circulation. *Procedia Computer Science*. *Vol. 102*,159–162.

УДК 622.24.05: 621.921.34-419

А. П. Закора, **Е. П. Виноградова**, кандидаты технических наук;
А. А. Шульженко, чл.-корр. НАН Украины; **В. Г. Гаргин**, **А. Н. Соколов**, кандидаты технических наук; **Е. А. Закора**

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

ОЦЕНКА ЭФФЕКТИВНОСТИ РАЗРУШЕНИЯ ТВЕРДЫХ ГОРНЫХ ПОРОД БУРОВЫМИ КОРОНКАМИ, ОСНАЩЕННЫМИ СИНТЕТИЧЕСКИМИ АЛМАЗАМИ И ВСТАВКАМИ АПКМ+

Целью данной работы была оценка эффективности разрушения твердых горных пород буровыми коронками с алмазосодержащей комбинированной матрицей, объемный слой которой оснащен синтетическими алмазами и вставками из АПКМ+, а также влияния оснащения комбинированной матрицы на энергоемкость процесса разрушения горной породы путем изучения размера шлама, образовавшегося при бурении. Применение породоразрушающих вставок из АПКМ+ в буровых коронках с алмазосодержащей комбинированной матрицей приводит к повышению шероховатости микропрофиля поверхности забоя скважины от 1,26 до 1,46 раз, снижению износа комбинированной матрицы коронки по высоте в 2,1 раза благодаря высокой износостойкости материала АПКМ+ и повышению средней механической скорости бурения в 1,25 раза. Благодаря высокой износостойкости материала АПКМ+ обеспечивается преимущественное выступание породоразрушающей вставки над телом алмазосодержащей матрицы, позволяющее поддерживать в процессе бурения соответствующий вылет алмазов и способствуя высокоэффективной работе коронки в целом при низкой энергоемкости процесса бурения.

Ключевые слова: *буровая коронка, синтетические алмазы, алмазосодержащая комбинированная матрица, породоразрушающая вставка, эффективность разрушения горных пород, износостойкость, шероховатость микропрофиля забоя, энергоемкость разрушения горной породы*

Алмазные поликристаллические сверхтвердые материалы нашли широкое применение в качестве рабочих элементов в буровом инструменте. В Институте сверхтвердых материалов НАН Украины (ИСМ) разработан целый ряд бурового инструмента из синтетических монокристаллических алмазов типа БС, который в породах IX –XI категорий превосходит по работоспособности импрегнированный инструмент типа 02И3 из природных алмазов. Наряду с этим, в ИСМ ведутся работы по повышению работоспособности бурового инструмента не только за счет новых конструктивных его особенностей, но также и за счет комбинированного оснащения его синтетическими алмазами и поликристаллическими материалами на его основе. Так, на основе вставок из алмазного композиционного термостойкого материала (АКТМ) для бурения скважин в породах средней твердости были созданы буровые коронки БТ19 резцового типа, а для пород более высокой категории – импрегнированные буровые коронки с комбинированной матрицей БТ20 [1].

В Институте сверхтвердых материалов Украины выполнен комплекс исследований по изучению влияния вставок композиционных алмазосодержащих материалов на работоспособность буровых импрегнированных коронок [2–3], однако детального исследования эффективности разрушения ими горных пород не было. В данном случае под эффективностью разрушения горных пород принимаем сочетание высокой механической скорости бурения инструментом с максимальной шероховатостью микропрофиля забоя

скважины [4] при одновременном снижении энергоемкости. В ИСМ разработана технология получения нового алмазного поликристаллического композиционного материала АПКМ+ с помощью активированного HPHT-спекания алмазных порошков с добавкой *n*-слойного графена марки N002- PDR,не содержащего свободного кремния и обладающего высокой прочностью и износостойкостью [5].

Цель настоящей работы – оценить эффективность разрушения твердых горных пород буровыми коронками с алмазосодержащей комбинированной матрицей, объемный слой которой оснащен синтетическими алмазами (СА) и вставками из АПКМ+, а также влияние оснащения комбинированной матрицы на энергоемкость процесса разрушения горной породы путем изучения размера шлама, образовавшегося при бурении.

Материалы и методы исследований

Для проведения исследований были изготовлены два образца опытных коронок типа БТ22 диаметром 76 мм и различным оснащением объемного слоя рабочего торца комбинированной алмазосодержащей матрицы (рис.1):



Рис. 1. Опытные буровые коронки типа БТ22

– в центральной части сектора (через 2 сектора) устанавливали вставку АКТМ ∅ 3,5 мм и высотой 4 мм (№ 1);

– в центральной части сектора (через 2 сектора) устанавливали вставку из АПКМ+∅ 3,5 мм и высотой 4 мм (№ 2).

Для оснащения объемного слоя применяли синтетические алмазы марки АС160Т зернистостью 400/315 мкм.

Сравнительные испытания проводили на специальном буровом стенде, представляющем собой модернизированный радиально-сверлильный станок модели 2Н58 с двигателем основного привода мощностью 13 кВт, дополнительно оснащенный гидравлической системой подачи и системой промывки скважины. Износ коронок по высоте измеряли после бурения специальным приспособлением – измерительной стойкой с индикаторной головкой DIGICO10, позволяющей производить измерения с точностью до 1 мкм.

Фиксируемые параметры: осевая нагрузка – с точностью до 50 даН; мощность потребляемой энергии – с точностью до 0,1 кВт; углубка при бурении – с точностью до 1 мм; продолжительность бурения – с точностью до 0,1 с.

В качестве горной породы для испытания износостойкости комбинированной матрицы буровых коронок выбрали коростышевский гранит X категории по буримости.

Режимы бурения коронками были выбраны близкими к используемым на практике, а именно: частота вращения – 500 мин $^{-1}$;осевая нагрузка – 1250 даН. Проходка для каждого образца коронки – 1,2 м.

Параллельно с изучением износостойкости комбинированной матрицы буровых коронок проводилась оценка эффективности разрушения твердой горной породы по

разработанной в ИСМ методике изучения микропрофиля поверхности забоя, сформированного при алмазном бурении [6].

Все основные и дополнительные высотные параметры шероховатости микропрофиля поверхности забоя, а также статистические параметры профиля рассчитывали согласно ГОСТ 2789-82.

Результаты исследования износостойкости комбинированной матрицы, параметров шероховатости микропрофиля поверхности забоя и средней механической скорости бурения опытными коронками приведены в таблице 1.

Таблица 1. **Результаты исследования износостойкости комбинированной матрицы, шероховатости микропрофиля поверхности забоя и средней механической скорости опытными коронками**

№ коронки	Вариант оснащения рабочего торца комбинированной матрицы коронки	R_a, мкм	R_z, мкм	R_{max}, мкм	S_m, мкм	$V_{ср.мех}$, м/ч	Износ матрицы по высоте $\Delta h_{ср}$, мкм
1	Со вставками АКТМ	1,977	6,599	11,277	503,64	2,4	25
2	Со вставками АПКМ+	2,860	8,345	16,488	750,30	3,0	12

Анализируя представленные в табл. 1 данные, отметим, что использование породоразрушающих вставок из АПКМ+ (№ 2) в комбинированной матрице буровой коронки способствует повышению параметров шероховатости микропрофиля поверхности забоя по сравнению с использованием вставок из АКТМ (№1) от 1,26 до 1,46 раз и снижению износа комбинированной матрицы коронки по высоте в 2,1 раза. При этом средняя механическая скорость бурения коронками, оснащенными вставками из АПКМ+ (№ 2) ($V_{мех}$= 3,0 м/ч), превышала аналогичный показатель у коронок, оснащенных вставками АКТМ № 1 ($V_{мех}$= 2,4 м/ч) в 1,25 раза, что свидетельствует о повышении эффективности разрушающей способности буровой коронки, оснащенной вставками из АПКМ+, по сравнению с буровой коронкой, оснащенной вставками АКТМ.

На следующем этапе исследований с помощью микроскопа Ломо Метам Р-1, оснащенного CCD видеокамерой Digital KOCOM, согласно методике [7], изучали состояние поверхности рабочего торца сектора комбинированной матрицы коронок после бурения (рис. 2) и проводили детальный анализ шлама.

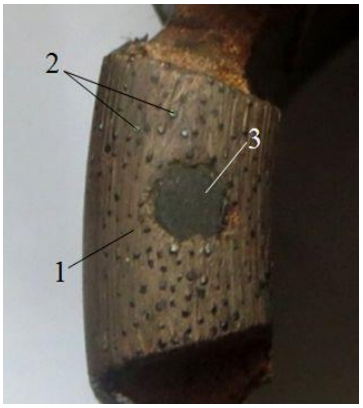


Рис. 2. Общий вид рабочего торца комбинированной матрицы: 1 – материал матрицы, 2 – алмазные зерна, 3 – породоразрушающая вставка

В таблице 2 представлены результаты замера высоты выступания пороородоразрушающей вставки над уровнем матрицы секторов экспериментальных буровых коронок.

Таблица 2. **Высота выступания пороородоразрушающей вставки над уровнем матрицы секторов экспериментальных буровых коронок**

Название части сектора буровой коронки	Выступание вставки над матрицей, мкм	
	Коронка со вставками АПКМ+	Коронка со вставками АКТМ
Задняя	40	-200
Передняя	100	-100
Кернообразующая	300	200
Скважинообразующая	300	100

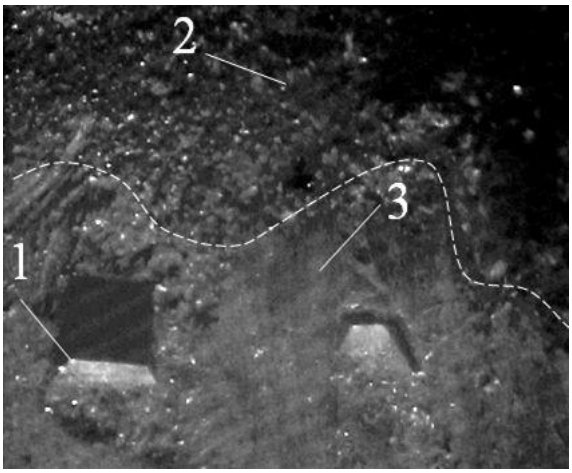


Рис. 3. Набегающая часть сектора коронки с комбинированной матрицей в зоне соприкосновения с породоразрушающей вставкой АПКМ+: 1 – вершина алмазного зерна, 2 – рабочая поверхность вставки, 3 – поверхность матрицы

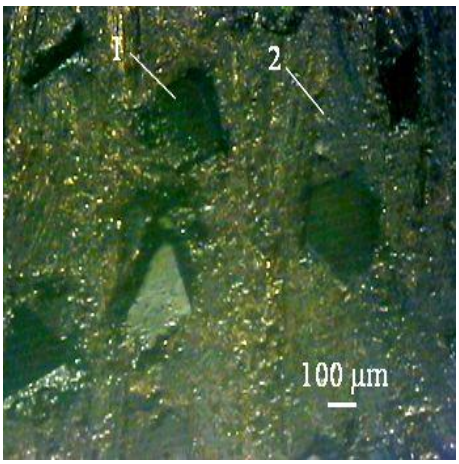


Рис. 4. Рабочая поверхность коронки: 1 – алмазное зерно , 2 – матрица

Совпадающие уровни вершины алмаза 1 и высоты подавляющей части рабочей поверхности породоразрушающей вставки из АПКМ+ 2 в секторе комбинированной матрицы коронки и превышающие высоту матрицы на 100 мкм представлен на рис. 3. Непосредственно в зоне соприкосновения фронтальной части породоразрушающей вставки из АПКМ+ с матрицей уровни их высот выравниваются, поэтому граница соприкосновения зрительно не воспринимается (на рис. 3 показана пунктиром).Затем измеряли высоту выступания(вылет) над матрицей выборочно определенных 30 зерен СА, находящихся в плоскостях, наиболее приближенных к плоскости рабочей поверхности породоразрушающих вставок во всех секторах каждой экспериментальной буровой коронки (рис.4).

Графики изменения количества исследуемых алмазов *n* (шт.) в зависимости от их высоты выступания *b* (мкм) из матрицы экспериментальных буровых коронок представлены на рис.5.

Максимальное количество алмазных зерен на рабочей поверхности комбинированной матрицы коронки со вставками АПКМ+ имеет вылет 100 мкм, тогда как соответствующая величина, касающаяся коронки со вставками АКТМ составляет 60 мкм. Небольшое количество алмазных зерен с высоким вылетом алмазов (80–120 мкм) в коронке со вставками АКТМ создает менее эффективные условия работы бурового инструмента по сравнению с условиями работы коронкой со вставками АПКМ+.

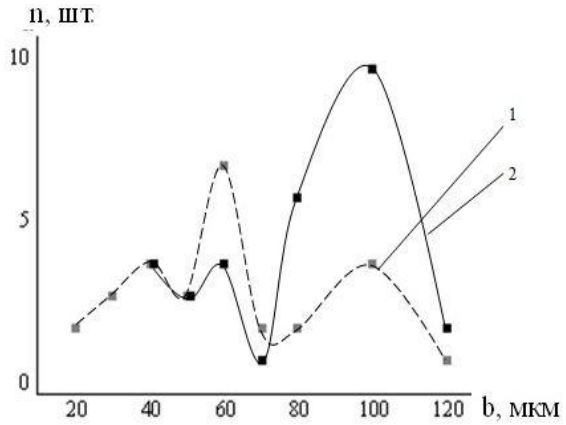


Рис. 5. Высота выступания алмазных зерен из матрицы: 1 – коронка, оснащенная вставками АКТМ, 2 – коронка, оснащенная вставками АПКМ+

Высокий процент алмазных зерен с вылетом 100 мкм и выше в коронке со вставками АПКМ+, а также преимущественное выступание вставки над телом матрицы (при этом уровни вставок и вершин алмазных зерен совпадают), позволяют удерживать соответствующий вылет алмазов благодаря высокой износостойкости материала породоразрушающей вставки из АПКМ+. Это, в свою очередь, способствует высокоэффективной работе коронки в целом, которая работает в более комфортном режиме, чем коронка со вставками АКТМ.

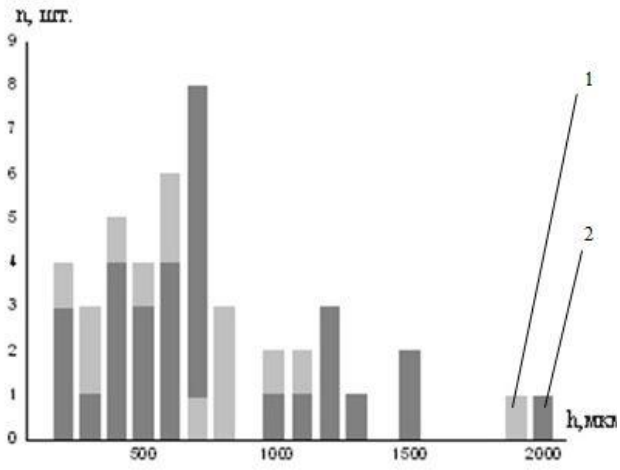


Рис. 6. Сравнительное распределение толщины частиц шлама, полученного в результате отработки коронок:1 – со вставками АКТМ; 2 – со вставками АПКМ+

В процессе исследований был проведен анализ шлама, отделившегося при разрушении породы в процессе бурения коронками с различным оснащением комбинированной матрицы. Определяли основной размер частиц шлама коростышевского гранита – их толщину *h*.

Согласно методике [8], с целью обнаружения высокогабаритных частиц,

мелкогабаритные частицы (от 0 до 199 мкм) во внимание не принимались.

Частотограмма изменения количества частиц шлама *n* (шт.), в зависимости от их толщины *h* (мкм), полученных при бурения коронками с различным оснащением комбинированной матрицы, представлена на рис. 6.

Анализируя приведенную частотограмму (рис. 6.), следует обратить внимание на более широкий диапазон толщины *h* частиц шлама, полученного в результате отработки коронкой со вставками АПКМ+, а также количество частиц смодальной толщиной (700 мкм), полученной той же коронкой по сравнению с количеством частиц соответствующей толщины (600 мкм), полученных коронкой со вставками АКТМ.

Общее количество высокогабаритных частицшлама толщиной 1000, 1100 мкм и более, полученного в результате отработки коронкой со вставками АКТМ, уступает количеству частиц, полученных в результате отработки коронкой со вставками АПКМ+ (5 против 9 шт.). Приведенные данные позволяют сделать вывод о том, что менее энергоемким является процесс бурения коронкой, оснащенной вставками АПКМ+.

Выводы

1. Применение породоразрушающих вставок из АПКМ+ в буровых коронках с комбинированной алмазосодержащей матрицей приводит к повышению шероховатости микропрофиля поверхности забоя скважины от 1,26 до 1,46 раз и снижению износа комбинированной матрицы коронки по высоте в 2,1 раза благодаря высокой износостойкости материала АПКМ+.

2. Средняя механическая скорость бурения коронками, оснащенными вставками из АПКМ+, превышает в 1,25 раза аналогичный показатель у коронок, оснащенных вставками АКТМ.

3. Благодаря высокой износостойкости материала породоразрушающей вставки АПКМ+ обеспечивается преимущественное выступание вставки над телом алмазосодержащей матрицы, позволяющее поддерживать в процессе бурения соответствующий вылет алмазов и способствуя высокоэффективной работе коронки в целом.

4. Бурение коронкой с комбинированной алмазосодержащей матрицей, оснащенной вставками из АПКМ+ является менее энергоемким и более эффективным по сравнению с работой аналогичной коронкой, оснащенной вставками из АКТМ, т.к. сопровождается отделением от разрушаемого блока твердой горной породы более крупных частиц шлама (700 мкм и более).

Метою даної роботи була оцінка ефективності руйнування твердих гірських порід буровими коронками з алмазовмісною комбінованої матрицею, об'ємний шар якої оснащений синтетичними алмазами і вставками з АПКМ+, а також впливу оснащення комбінованої матриці на енергоємність процесу руйнування гірської породи шляхом вивчення розміру шламу, що утворився при бурінні. Застосування породоруйнівних вставок з АПКМ+ в бурових коронках з алмазовмісною комбінованої матрицею призводить до підвищення шорсткості мікропрофілю поверхні вибою свердловини від 1,26 до 1,46 разів, зниження зносу комбінованої матриці коронки по висоті в 2,1 рази завдяки високій зносостійкості матеріалу АПКМ+ і підвищенню середньої механічної швидкості буріння в 1,25 рази. Завдяки високій зносостійкості матеріалу АПКМ+ забезпечується переважний виступ породоруйнівної вставки над тілом алмазовмісної матриці, що дозволяє підтримувати в процесі буріння відповідний виліт алмазів і сприяє високоефективній роботі коронки в цілому при низькій енергоємності процесу буріння.

Ключові слова: *бурова коронка, синтетичні алмази, алмазовмісна комбінована матриця, породоруйнівна вставка, ефективність руйнування гірських порід, зносостійкість, шорсткість мікропрофілю вибою, енергоємність руйнування гірської породи*

A. P. Zakora, O. P. Vynohradova, A. A. Shul'zhenko, V. G. Gargin, A. N. Sokolov, I. A. Zakora

EVALUATION OF EFFICIENCY OF DESTRUCTION OF SOLID ROCKS BY DRILLING CROWNS, EQUIPPED WITH SYNTHETIC DIAMONDS AND INSERTIONS DPCM+

The purpose of this work was to evaluate the effectiveness of fracture of solid rock by drill bits with a diamond-containing combined matrix, the volume layer of which is equipped with synthetic diamonds and inserts from DPCM+, as well as the effect of equipping the combined matrix on the energy intensity of the rock destruction process by studying the size of the sludge formed during drilling. The use of rock-cutting inserts from DPCM+ in drill bits with a combined diamond-containing matrix results in an increase in the roughness of the microfilm of the bottomhole surface from 1,26 to 1,46, reducing the wear of the combined matrix of the crown by a factor of 2,1 due to the high wear resistance of the DPCM+ material and an increase in the average mechanical drilling speed to 1,25. Due to the high wear resistance of the DPCM+ material, the protrusion of the rock insertion insert over the body of the diamond-containing matrix is provided, which allows to maintain during the drilling the corresponding outflow of diamonds and contributing to the high efficiency of the crown as a whole with low energy consumption of the drilling process.

Key words: *drill bit, synthetic diamonds, diamond-bearing composite matrix, rock-breaking insert, rock destruction efficiency, wear resistance, roughness of the face microfilm, energy intensity of rock destruction*

Литература

1. Богданов Р. К., Закора А. П., Исонкин А. М. и др. Поликристаллический материал на основе алмаза в инструменте для бурения скважин в твердых породах // Науковий вісник НГУ, Дніпропетровськ, 2006, № 11.–С.13–16.
2. Закора А. П. Влияние вставки твесала, размещенной в торце матрицы импрегнированной коронки, на процесс разрушения горных пород //Синтетические сверхтвердые материалы в буровом инструменте /Сб. науч. тр. – К.: Изд-во ИСМ АН УССР, 1988, – С. 65–70.
3. Богданов Р. К., Шульженко А. А., Закора А. П. и др. Новый сверхтвердый материал в буровом инструменте // Сверхтвердые материалы. – 2007. - № 1. – С. 73–82.
4. Закора А. П., БогдановР. К., Исонкин А. М. и др. Оценка эффективности разрушения горных пород алмазными поликристаллическими композиционными материалами при бурении// Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения /Сб. науч. тр. – Вып. 11, – Киев: ИСМ им. В.Н. Бакуля, 2008, –С. 79–84.
5. Шульженко А. А., Яворска Л., Соколов А. Н. и др. Новый износостойкий сверхтвердый алмазный композиционный поликристаллический материал // Сверхтвердые материалы. – 2018. – № 1. – С. 3–11.
6. Соловьев Н. В., Чихоткин В. Ф., Богданов Р. К., Закора А. П. Ресурсосберегающая технология алмазного бурения в сложных геологических условиях: моногр. – М.: ВНИИОЭНГ, 1997. – 332 с.
7. Виноградова О. П. Характер взаємного руйнування гірської породи та алмазного породоруйнівного інструменту // Сучасні ресурсоенергозберігаючі технології гірничого виробництва / Науково-виробничий журнал – Вип.16(2), – Кременчук: КрНУ, 2015, С.49–57.
8. Виноградова О. П. Руйнування гірських порідінструментом зфункціональними елементамиіз композиційних алмазовмісних матеріалів: дис. робота на здобуття вченого ступеня канд. техн. наук: 05.15.09– Київ, 2015.–195 с.

Поступила 04.07.18

References

1. Bogdanov, R. K., Zakora, A. P., Isonkin, A. M., et al. (2006). Polikristallicheskii material na osnove almaza v instrumente dlia bureniia skvazhin v tverdykh porodakh [Polycrystalline material based on diamond in a tool for drilling wells in hard rocks]. *Naukovyi visnyk NGU. – Scientific bulletin of NMU*, Dnipropetrovsk, *11*, 13–16 [in Russian].
2. Zakora, A. P. (1988). Vliianie vstavki tvesala, razmeshchennoi v tortse matritsy impregnirovannoikoronki, na protsess razrusheniia gornykh porod [Influence of the insert of a weaver located at the end of the matrix of the impregnated crown on the process of destruction of rocks].*Sinteticheskiie sverkhtverdyie materialy v burovom instrumente. – Synthetic superhard materials in a drilling tool,* 65–70[in Russian].
3. Bogdanov, R. K., Shulzhenko, A. A., Zakora, A. P., et al. (2007). Novyi sverkhtverdyi material v burovom instrumente [New superhard material in a drilling tool]. *Sverhtverdye materialy. –Superhard materials,1*, 73– 82 [in Russian].
4. Bogdanov, R. K., Zakora, A. P., Isonkin, A. M., et al. (2008). Otsenka effektivnosti razrusheniia gornykh porod almaznymi polikristallicheskimi kompozitsionnymi materialami pri burenii [Estimation of the efficiency of rocks destruction with diamond polycrystalline composite materials during drilling]. *Porodorazrushaiushchii i metalloobrabatyvaiushchii instrument – tekhnika i tekhnologiia ego izgotovleniia i primeneniia – Rock Destruction and Metal-Working Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications, 11*, 79–84. [in Russian].
5. Shulzhenko, A. A., Jaworska, L., Sokolov, A. N., et al. (2018). Novyi iznosostoykiy sverkhtverdyi almaznyi kompozitsionnyi polikristallicheskiy material [New wear-resistant superhard diamond composite polycrystalline material]. *Sverhtverdyie materialyi.– Journal of Superhard Materials, 1*, 3– 11 [inRussian].
6. Soloviev, N. V., Chikhotkin, V. F., Bogdanov, R. K., & Zakora, A. P. (1997). *Resursosberegaiushchaia tekhnologiia almaznogo bureniia v slozhnykh geologicheskikh usloviiakh [Resource-saving technology of diamond drilling in difficult geological conditions]*. Moscow: VNIIOENG [in Russian].
7. Vynohradova, O. P. (2015). Harakter vzaemnogo ruinuvannia girskoi porody ta almaznogo porodoruinivnogo instrumentu[The character of the mutual breaking of rocks and a diamond rock destruction tool].*Suchasni resursoenerhozberihaiuchi tekhnolohii hirnychogo vyrobnytstva. – Up-to-date resource- and energy- saving technologies in mining industry.* - Scientific and production journal: Mykhaylo Ostrogradsky Kremenchuk National University. - Kremenchuk: KrnU, 16 (2),49–57 [in Ukrainian].
8. Vynohradova, O. P. (2015). Ruinuvannia girskykh porid instrumentom z funktsionalnymy elementamy iz kompozytsiinykh almazovmisnykh materialiv [Destruction of rocksby the tool with functional elements from composite diamond-bearing materials]. *Candidate's thesis.*Kyiv [in Ukrainian].

УДК 622.24.05: 621.921.34–413

В. З. Туркевич, академік НАН України**, А. П. Закора, Ю. О. Мельнийчук, М. В. Супрун, Л. П. Стасюк, Д. А. Стратійчук,** кандидати технічних наук**, Є. О. Закора**

*Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, м. Київ, вул. Автозаводська 2, 04074 м. Київ, e-mail:*apz146@ism.kiev.ua

МЕТОД ОЦІНКИ ПРАЦЕЗДАТНОСТІ АТП ДЛЯ БУРОВОГО ГЕОЛОГОРОЗВІДУВАЛЬНОГО ІНСТРУМЕНТУ

Метою цієї роботи була розробка методу експрес-оцінки та детальне дослідження працездатності АТП з активуючими добавками під час руйнування твердої гірської породи. Експериментальні дослідження проводились за поздовжнього різання з заданою глибиною впровадження поверхні керна граніту Х категорії за буримістю. Кінетику зношування пластин АТП при різанні в режимі реального часу вивчали з урахуванням зміни складників сили різання. Пластини АТП з активуючою добавкою кремнію показали більшу на 42% зносостійкість різальної крайки при руйнуванні твердої гірської породи порівняно з роботою пластини АТП серійного виробництва ІНМ, а також вищі в1,14 рази середні показники вертикального складника сили різання P_Y*. Питома енергоємність руйнування породи* γ *при роботі пластиною з активуючою добавкою була в 1,45 разів меншою, ніж під час роботи серійною пластиною за рахунок більшого (в 1,64 рази) об'єму зруйнованої породи, що свідчить про більшу працездатність пластини з активуючою добавкою, яка забезпечується більшою зносостійкістю її різальної крайки. Використання пластин АТП з активуючою добавкою кремнію у геологорозвідувальних бурових коронках може бути ефективним для розширення діапазону твердих гірських порід, що буряться, за рахунок більшої зносостійкості їх різальних крайок.*

Ключові слова: *працездатність, АТП, активуючі добавки, тверда гірська порода, зношування, зносостійкість, сили різання, ріжуча кромка, бурова коронка.*

Вступ

Буріння геологорозвідувальних свердловин під час розвідки родовищ корисних копалин як сфера застосування алмазного породоруйнівного інструмента підвищеної працездатності є однією з найбільш потрібних, але й найбільш складних з огляду на умови його роботи. При цьому частка витрат на інструмент у загальній вартості геологорозвідувальних робіт з буріння свердловин тим вища, чим більш важкоруйнівними та абразивнішими є гірські породи. Тому у споживачів цього інструменту існує постійний інтерес до підвищення його працездатності, основним критерієм якої є його зносостійкість.

Одним з основних напрямів технічного прогресу в процесі пошуку та розвідки родовищ корисних копалин має бути зниження матеріальних і трудових витрат на одиницю розвіданих запасів. Досягається це передусім за рахунок створення і застосування нових марок надтвердих матеріалів в буровому інструменті. Підвищення фізико-механічних характеристик алмазних композиційних матеріалів може буде досягнуто за рахунок оптимізації хімічного складу матричної композиції шляхом поєднання різних за розміром зерен алмазних порошків з оптимальним відсотковим співвідношенням розміру та формою зерен зносостійкого композитного наповнювача, а також удосконалення технологічних процесів виготовлення породоруйнівних елементів та інструменту загалом [1].

Як відомо, під час буріння в твердих породах зносостійкість інструменту, оснащеного алмазно-твердосплавними пластинами (АТП), знижується та поступається у продуктивності алмазним буровим коронкам. Тому більшість розробників АТП активно працюють над створенням термостійких елементів, здатних бурити свердловини не тільки у м'яких

породах, а й у твердих та середньої твердості, де показники буріння алмазними коронками істотно перевищують показники буріння коронками, оснащеними твердосплавними різальними елементами [2].

Різальна крайка «традиційної» пластини АТП у процесі роботи в твердих породах притупляється, енергоємність руйнування гірської породи поступово підвищується, оскільки збільшується площа контакту із забоєм гірської породи. При цьому істотно знижується механічна швидкість буріння. Для підтримання постійної механічної швидкості буріння на практиці зазвичай інтенсивніше підвищують осьове навантаження на породоруйнівний інструмент, що, зі свого боку, призводить до швидшого зношування пластин АТП. Зазвичай для зменшення зносу різальної крайки АТП збільшують її висоту і підвищують термостабільність пластини. Крім того, для використання в умовах буріння свердловин в твердих і тріщинуватих породах на поверхню АТП наносять демпфуюче двошарове покриття [3]. Зазначені технічні рішення певною мірою зменшують зношування пластин АТП, але це не призводить до відчутного підвищення працездатності буріння.

Одним з методів підвищення термостійкості та зносостійкості різальної крайки є додавання до алмазовмісного шару АТП активуючих добавок порошків кремнію або титану [4].

Для ефективного застосування в буровому інструменті породоруйнівних елементів з нових надтвердих матеріалів необхідно провести більш якісні і менш затратні дослідження з оцінювання працездатності їх у процесі руйнування твердої гірської породи.

Відомі на сьогодні методи оцінювання працездатності породоруйнівних елементів для бурового інструменту мають складність в обробці інформації на застарілому обладнанні або малу інформативність процесу і громіздкість програмного забезпечення, яке призводило до великих витрат робочого часу на розрахунки [5].

Мета пропонованої роботи – розробка методу експрес-оцінки та детальне дослідження працездатності АТП з активуючими добавками під час руйнування твердої гірської породи.

Матеріали та методи досліджень

Як матеріали для проведення порівняльних експериментальних досліджень працездатності породоруйнівних елементів для бурового інструменту було використано алмазно-твердосплавні пластини АТП серійного виробництва ІНМ та пластини з активуючою добавкою 2 мас.% Si, що показали відносно високу зносостійкість в попередніх дослідженнях [4].

Експериментальні дослідження проводились під час поздовжнього різання з заданою глибиною впровадження поверхні керна коростишівського граніту Х категорії за буримістю, що характеризується стабільними властивостями, високою твердістю і відносно високою абразивністю, на спеціальному стенді, створеному на базі токарно-гвинторізного верстата типу ФТ-11 (рис. 1).

Складові сили різання вимірювалися встановленим на спеціальному стенді універсальним динамометром УДМ-1200 конструкції ВНІ Інструмента. Тарування динамометру проводили у спеціальному пристрої зразковим динамометром ДОСМ-200. Дані вимірювань складових сили різання фіксувалися з використанням спеціально розробленого і виготовленого апаратно-програмного комплексу, що має модуль вимірювання, оснащений аналого-цифровим перетворювачем (АЦП), і оброблювались на персональному комп'ютері (ПК) за допомогою спеціальної програми «Tenzosation 2». Це дало змогу проводити запис і обробку інформації за допомогою ПК в режимі реального часу.



Рис. 1. Випробування на інтенсивність зношування на токарно-гвинторізному верстаті ФТ - 11

Кінетику зношування пластин АТП під час різання в режимі реального часу також вивчали з урахуванням зміни складових сили різання, які вимірювали універсальним динамометром УДМ-1200. Отримані дані фіксували в апаратно-програмному комплексі з модулем вимірювання з АЦП та опрацьовували на ПК. На випробуваннях використовувалося спеціальне пристосування для закріплення керна гірської породи у вигляді розрізного циліндра і склянки, а також спеціальний різець для закріплення зразка досліджуваного АТП.

Дослідний зразок АТП закріплювався в спеціальному різці і підводився до поверхні керна гірської породи, де і здійснювалося його поздовжнє різання з заданою глибиною впровадження. Геометричні параметри різальної частини спеціального різця: передній кут $\gamma = -10°$, задній кут $\alpha = 10°$.

Як гірську породу для випробувань працездатності пластин АТП вибрано коростишівський граніт X категорії за буримістю, що характеризується стабільними властивостями, високою твердістю та малою абразивністю. Основні фізико-механічні властивості коростишівського граніту: твердість за штампом $P_{ш} = 237$ даН/мм^2; абразивність – 43; об'єднаний показник буримості $\rho_м = 34{,}2 \div 51{,}2$.

Працездатність досліджуваних пластин АТП оцінювали за інтенсивністю зношування за масою і контрольним виміром висоти площадки зносу мікроскопом МБС-9 з похибкою вимірювань ± 0,03 мм, а також за розрахованими показниками питомої енергоємності руйнування γдля кожного із зразків.

Інтенсивність зношування за масою I (мг/км) визначалась як співвідношення втрати маси породоруйнівної вставки $\Delta m = m_п - m_к$ до величини проходки на елемент L, де $m_п$ та $m_к$ (мг) – маса зразка, відповідно до і після тестування

$$I = \frac{\Delta m}{L},$$

де $L = \frac{\pi D n}{60} t$; (D – діаметр керну, м; n – частота обертання шпинделя станка, об/хв; t – час різання, хв).

Масу дослідних пластин АТП вимірювали на електронних вагах типу Sartorius з точністю до 0,0001 г.

Контрольованими параметрами під час різання були глибина впровадження (з точністю до 0,05 мм) і час різання (з точністю до 1 с).

Порівняльні випробування зразків пластин АТП серійного виробництва та пластин з активуючою добавкою 2 мас.% Si проводили при наступних параметрах режиму різання: частота обертання – 500 об/хв, глибина впровадження – 0,5 мм. При цьому розрахункові

параметри становили: швидкість різання – 1,82 м/с, шлях точіння – 1120 м, час точіння – 1000 с.

Слід зазначити, що дослідження працездатності породоруйнівних елементів з АТП при різанні керну граніту проводили при примусовому охолодженні зони різання проточною водою, що імітує процес промивання і охолодження бурового інструменту на вибої свердловини.

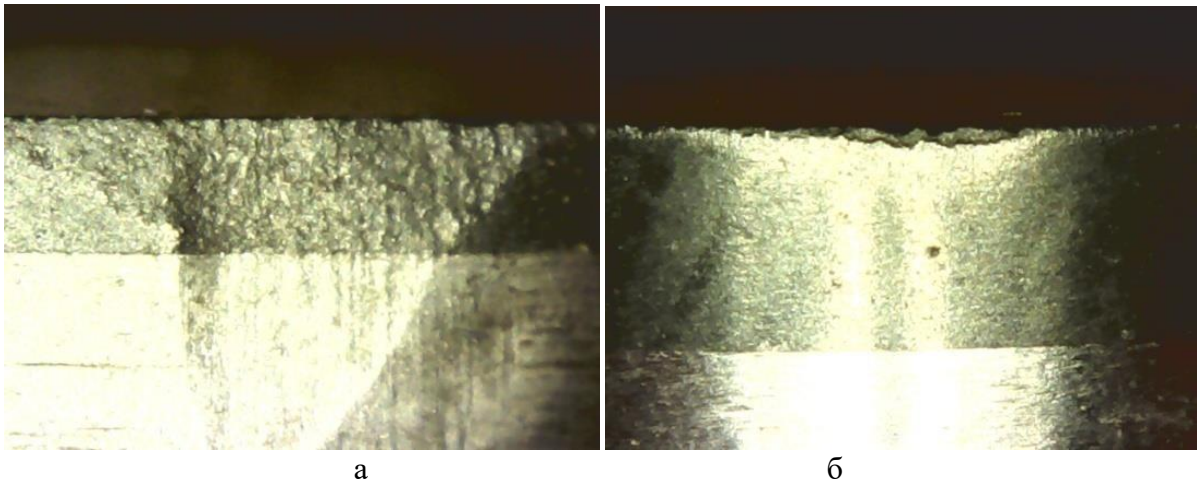
Результати дослідження та їх обговорення

Судячи з результатів порівняльних випробувань алмазно-твердосплавних пластин, отримані показники інтенсивності зношування відповідно для пластин АТП серійного виробництва та пластин з активуючою добавкою 2 мас.% Si близькі до попередніх, а саме 1,82 мг/км та 1,06 мг/км (табл.1). Тобто очевидне зниження інтенсивності зношування на 42% у пластин з активуючою добавкою 2 мас.% Si порівняно з пластинами АТП серійного виробництва ІНМ.

Таблиця 1.**Порівняльні випробування пластин АТП серійного виробництва та пластин з активуючою добавкою 2 мас.% Si при різанні коростишівського граніту X категорії за буримістю**

Характеристика пластини АТП	Маса пластини, мг		Знос по масі, мг	Інтенсивність зношування по масі, *I*,мг/км	Висота площадки зносу, *h*, мм
	Начальна	Кінцева			
серійна	3803,0	3801,0	2,00	1,82	1,0
з активуючою добавкою	4410,2	4409,0	1,20	1,06	0,3

Крім того, вимірювання висоти площадки зносу *h* у обох зразків пластин АТП та характер зношення ріжучої кромки (рис.4) теж показало перевагу в працездатності пластин АТП з активуючою добавкою 2 мас.% Si відносно пластин серійного виробництва.



а б

Рис. 2. Вигляд площадки зносу пластин АТП: а – серійного виробництва; б – з активуючою добавкою

У процесі проведення досліджень отримано дані вимірювання основних складових сили різання (P_Z та P_Y), які дають змогу детальніше провести оцінку працездатності пластин АТП, що досліджувались (табл. 2).

Аналіз результатів вимірювання основних складників сили різання пластин АТП та питомої енергоємності наведених в табл. 2 показав, що в процесі руйнування граніту у обох зразків пластин АТП горизонтальна складова сили різанняP_Zмайже не відрізнялась на відміну від вертикальної складової сили різання P_Y, середній показник якої у пластини з активуючою добавкою був в 1,14 рази більшим.

Таблиця 2. **Середні показники основних складових сили різання пластин АТП та питомої енергоємності при руйнуванні коростишівського граніту X категорії за буримістю**

Характеристика АТП	Швидкість різання, м/с	Глибина впровадження, мм	P_Z, Н	P_Y, Н	Об'єм зруйнованої породи, V, мм^3	Питома енергоємність руйнування, γ, Нм/мм^3
серійна	1,82	0,5	50,0	180,0	10,2	17,8
з активуючою добавкою	1,82	0,5	55,0	205,0	16,7	12,3

При цьому питома енергоємність руйнування породи γпри роботі пластиною з активуючою добавкою була в 1,45 разів меншою, ніж при роботі серійною пластиною за рахунок більшого (в 1,64 рази) об'єму зруйнованої породи. Це свідчить про більшу працездатність пластини з активуючою добавкою, що забезпечується більшою зносостійкістю її ріжучої кромки порівняно з роботою пластини АТП серійного виробництва ІНМ при руйнуванні монолітної твердої гірської породи. Дані вимірювання основних складових сили різання пластин АТП дещо збігаються з проведеними раніше в ІНМ дослідженнями [6].

Висновки

Розроблений метод експрес-оцінки дає змогу детальніше досліджувати працездатність нових АТП в лабораторних умовах.

За результатами виконаних досліджень, доходимо висновку, що пластини АТП з активуючою добавкою кремнію продемонстрували більшу на 42% зносостійкість ріжучої кромки під час руйнування монолітної твердої гірської породи порівняно з роботою пластини АТП серійного виробництва ІНМ, а також вищі в1,14 рази середні показники вертикального складника сили різання P_Y.

Питома енергоємність руйнування породи γпри роботі пластиною з активуючою добавкою була в 1,45 разів меншою, ніж при роботі серійною пластиною за рахунок більшого (в 1,64 рази) об'єму зруйнованої породи. Це свідчить про більшу працездатність пластини з активуючою добавкою, що забезпечується більшою зносостійкістю її ріжучої кромки порівняно з роботою пластини АТП серійного виробництва ІНМ при руйнуванні монолітної твердої гірської породи.

На підставі вищесказаного доходимо висновку, що використання пластин АТП з активуючою добавкою кремнію у геологорозвідувальних бурових коронках може бути ефективним для розширення діапазону твердих гірських порід, що буряться, за рахунок більшої зносостійкості її ріжучої кромки.

Целью данной работы была разработка метода экспресс оценки и детальное исследование работоспособности АТП с активирующими добавками при разрушении твердой горной породы.

Экспериментальные исследования проводились при продольном резании с заданной глубиной внедрения поверхности керна гранита X категории по буримости. Кинетика изнашивания пластин АТП при резании в режиме реального времени изучали с учетом изменения составляющих силы резания. Пластины АТП с активирующей добавкой кремния показали большую на 42% износостойкость режущей кромки при разрушении твердой горной породы по сравнению с работой пластины АТП серийного производства ИСМ, а также выше в 1,14 раза средние показатели вертикальной составляющей силы резания P_Y. Удельная энергоемкость разрушения породы γ при работе пластиной с активирующей добавкой была в 1,45 раз меньше, чем при работе серийной пластиной за счет большего (в 1,64 раза) объема разрушенной породы, что свидетельствует о большей работоспособности пластины с активирующей добавкой, которая обеспечивается большей износостойкостью ее режущей кромки. Использование пластин АТП с активирующей добавкой кремния в геологоразведочных буровых коронках может быть эффективным для расширения диапазона буримых твердых горных пород за счет большей износостойкости ее режущей кромки.

Ключевые слова: *работоспособность, АТП, активирующие добавки, твердая горная порода, износ, износостойкость, силы резания, режущая кромка, буровая коронка.*

V. Z. Turkevich, A. P. Zakora, I. A. Melniichuk, M. V. Suprun, L. F. Stasiuk, D. A. Stratiichuk, I. A. Zakora

METHOD FOR ASSESSING THE PERFORMANCE OF PDC FOR A DRILLING EXPLORATIONTOOLS

The purpose of this work was to develop a rapid assessment method and a detailed study of the performance of PDC with activating additives in the destruction of solid rock. Experimental studies were carried out with longitudinal cutting with a given depth of penetration of the core surface of granite X of the category by drillability. The wear kinetics of PDC during cutting in real time were studied taking into account the change in the components of the cutting force. The PDC with an activating silicon additive showed a 42% higher wear resistance of the cutting edge in the destruction of solid rock compared to the work of the PDC of the serial production of the ISM, and also 1.14 times higher than the average value of the vertical component of the cutting force P_Y. Specific energy consumption of rock destruction γ when working with a plate with an activating additive was 1.45 times lower than when operated by a serial plate due to a larger (in 1.64 times) volume of the destroyed rock, which indicates a more efficient plate with activating additive, which is provided greater wear resistance of its cutting edge. The use of PDC with an activating silicon additive in exploratory drill bits can be effective in extending the range of solid rock to be drilled due to greater wear resistance of its cutting edge.

Key words: *working capacity, PDC, activating additives, hard rock, wear, wear resistance, cutting forces, cutting edge, drill bit.*

Література

1. Сверхтвердые материалы в геологоразведочном бурении / П. В. Зыбинский, Р. К. Богданов, А. П. Закора, А. П. Исонкин. – Донецк: НОРД-ПРЕСС, 2007.–244 с.
2. Закора А. П., Стасюк Л. Ф., Богданов Р. К. и др. Исследование работоспособности буровой коронки, оснащенной гибридными алмазно-твердосплавными пластинами // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения / Сб. науч. тр. – Вып.18, – Киев: ИСМ им. В.Н. Бакуля, – 2015, С. 3–7.
3. Пат. № 2066729 РФ, МПК Е21 В10/46. Долото для вращательного бурения / Красник В. Г., Дабижа Е. В., Свешников И. А. и др. – Заявл. 04.07.91; Опубл. 20.09.1996, Бюл. № 26.
4. Туркевич В. З., Стасюк Л. П., Стратійчук Д. А. та ін. Дослідження процесів фазоутворення при спіканні АТП з активуючими добавками // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и

применения / Сб. науч. тр. – Вып.20, - Киев: ИСМ им. В.Н. Бакуля, НАН Украины, 2017, с.352–358.
5. СТП 28.5 05417377 100 2003. Метод оценки износостойкости алмазно-твердосплавных пластин. Стандарт предприятия. – К., 2003. – 10 с.
6. Свешников И. А., Драганчук О. Г., Заболотный С. Д. и др. Экспериментальное моделирование работы инструмента по забою прочной трещиноватой породы // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения / Сб. науч. тр. – Вып.8, – Киев: ИСМ им. В.Н. Бакуля, – 2005, с. 39–44.

Надійшла 21.05.18

References

1. Zybinskii, P. V., Bogdanov, R. K., Zakora, A. P., & Isonkin, A.M. (2007). *Sverhtverdye materialy v geologorazvedochnom burenii [Superhard materials in exploration drilling]*. NORD-PRESS [inRussian].
2. Zakora, A. P., Stasiuk, L. F., Bogdanov, R. K. et al. (2015). Issledovaniie rabotosposobnosti burovoi koronki, osnashchennoi gibridnymi almazno-tverdosplavnymi plastinami [Research performance drill bitequipped with a hybrid plates PDC]. *Porodorazrushaiushchii i metalloobrabatyvaiushchii instrument – tekhnika i tekhnologiia ego izgotovleniia i primeneniia – Rock Destruction and Metal-Working Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications, 18,* 3–7. [in Ukrainian].
3. Krasnik, V. G., Dabizha, E. V., Sveshnikov, I. A. Et al. (1996). Patent of Russian Federation 2066729
4. Turkevych, V. Z., Stasiuk L. F., Stratiichuk D. A. et al. (2017). Doslidzhennia procesiv fazoutvorennia pri spikanni ATP z aktivuiuchimi dobavkami [Investigation of the formation during sintering diamond-carbide plates with activation additions]. *Porodorazrushaiushchii i metalloobrabatyvaiushchii instrument – tekhnika i tekhnologiia ego izgotovleniia i primeneniia – Rock Destruction and Metal-Working Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications, 20*, 352–358. [in Ukrainan].
5. STP 28.5 05417377 100 2003. Metod otsenki iznosostoikosti almazno-tverdosplavnykh plastin [Method for evaluating the wear resistance of diamond-carbide plates]. (2003). *STP 28.5 05417377 1002003. Kiev: V. Bakul Institute for Superhard materials* [in Russian].
6. Sveshnikov, I. A., Draganchuk, O. G., Zabolotnyi, S. D. et al. Eksperimentalnoie modelirovaniie raboty instrumenta po zaboiu prochnoi treshchinovatoi porody [Experimental modeling of the work of the tool for the slaughter of a strong fractured rock]. *Porodorazrushaiushchii i metalloobrabatyvaiushchii instrument – tekhnika i tekhnologiia ego izgotovleniia i primeneniia – Rock Destruction and Metal-Working Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications, 8,*39–44. [in Russian].

УДК 622.2

Б. Т. Ратов[1], д-р техн. наук; **Б. В. Федоров[2],** д-р техн. наук; **Д. Р. Коргасбеков[2],** магистр техн. наук; **И. Тайбергенова[2],** PhD студ.

[1]Каспийский университет, (г.Алматы, Республика Казахстан),
e-mail:ratov69@mail.ru,
[2]Казахский национальный исследовательский технический университет имени К. И. Сатпаева, ул. Сатпаева 22, 050013 г. Алматы, Республика Казахстан,
e-mail:fedorovbv@mail.ru, daha@mail.ru

ПОВЫШЕНИЕ СТОЙКОСТИ БУРОВЫХ ИНСТРУМЕНТОВ КОЛЬЦЕВОГО ТИПА ПРИ ПРОХОДКЕ РАЗВЕДОЧНЫХ СКВАЖИН

В работе определены области рационального применения твердосплавных и алмазных буровых коронок для отбора керна при разведочном бурении путем сравнительного расчета стоимости 1 м скважины, пробуренной в одинаковых горно-геологических условиях упомянутыми инструментами. Установлено, что наиболее перспективным направлением по увеличению стойкости твердосплавных инструментов является создание комбинированной коронки, у которой изношенное в процессе бурения вооружение заменяется на новое без подъема бурового снаряда на поверхность.

Повышение стойкости алмазных инструментов обеспечивается также созданием многослойных буровых коронок, матрица которых по высоте имеет несколько импрегнированных алмазосодержащих слоев «гребешкового» профиля, разделенных между собой безалмазными слоями меньшей твердости.

***Ключевые слова**: комбинированная буровая коронка, алмазные импрегнированные слои, твердые сплавы, скважина.*

Известно [1], что твердосплавные коронки применяются при вращательном бурении мягких и средней твердости пород I–VIIIкатегорий по буримости (по 12-ти бальной шкале), при ударно-вращательной бурении в породах V–XI категорий буримости, а алмазные коронки применяются при вращательном бурении в породах от V-ой категории до самых твердых пород XII категории буримости.

Как следует из области применения твердосплавных и алмазных коронок, есть интервал пород по категориям буримости (V-VIII категории), где могут применятся оба типа буровых коронок. Окончательный выбор наиболее эффективной буровой коронки в упомянутой области пород осуществляется путем расчета минимальной стоимости 1 м скважины, пробуренной в одинаковых горно-геологических условиях [2].

Преимущество твердосплавных коронок перед алмазными заключается главным образом в меньшей стоимости, основной недостаток - значительно меньшая стойкость.

Для усиления позиции твердосплавных коронок при бурении горных пород, где возможно применение также алмазных инструментов, рекомендуется проведение исследований в следующих направлениях:

-1) совершенствование буровых свойств, вооружения и рациональное размещение твердосплавных резцов в коронках;

-2) снижение стоимости изготовления коронок;

-3) повышение стойкости инструментов.

Исследование по первому направлению проводится путем создания новых композиционных материалов, обладающих повышенной твердостью и стойкостью к абразивному износу. Здесь следует отметить работу института сверхтвердых материалов

(ИСМ, Украина), создавшего материал "Славутич" [3], представляющий смесь карбида вольфрама и синтетических алмазов, которая прессуется в необходимые формы и изготавливается методом порошковой металлургии. Основным сдерживающим фактором для оснащения "славутичем" буровых коронок является их малая производительность в породах VI–VII категорий по буримости – 0,5–1,5 м/ч. Для повышения производительности бурения коронками, вооруженными "Славутичем" следует увеличить размер алмазных зерен, входящих в его состав, до 3–4 мм. Это позволяет увеличить вылет зерен, а значит, и скорость бурения.

Весьма перспективным исследованием по первому направлению является создание буровых коронок, армированных резцами PDC [4–7]. Коронки и долота, вооруженные PDC-резцами, разрушают породу в режиме резания. В мягких породах PDC-инструменты демонстрирует скорость проходки, в три раза превышающую скорость бурения другими долотами, а их стойкость достигает 4000-4500 м скважин на одно долото. Буровые инструменты, оснащенные алмазно-твердосплавными пластинками, эффективно применять в условиях, когда не обеспечивается достаточная производительность твердосплавных коронок или происходит их быстрый износ. В то же время использование мелкоалмазных коронок, несмотря на их высокую износостойкость, не обеспечивает высокой механической скорости бурения.

Второе направление исследований, связанное со снижением стоимости изготовления твердосплавных коронок, имеет мало перспектив для достижения значительных положительным результатов. Исключение может составить, пожалуй, лишь технология изготовления PDC-резцов, которая в настоящее время достаточна сложная и дорогая, и есть определенные перспективы для её упрощения и удешевления.

Третье направление исследований – это повышение проходки на буровой инструмент с учетом современного состояния его вооружения по твердости и абразивной стойкости. Чтобы решить такую задачу, нужно создать такую конструкцию буровой коронки, при которой её вооружение (твердосплавные резцы) отрабатывалось бы последовательно во времени без подъема всего бурового снаряда для его замены.

Попытки решить такую задачу предпринимались в бывшем СССР в 90-ых годах прошлого века [8], однако разработанные устройства не были доведены до промышленного применения. Нами предлагается следующая конструктивная схема решения подобной проблемы. Комбинированная коронка (рис. 1) состоит из переходника 1 для соединения с керноприемной трубой (не показана), внутреннего 2 и наружного 3 корпусов скрепленными стопорными винтами. Торцы корпусов 2,3 оснащены твердосплавным вооружением 5,6, причем торцевая часть внутреннего корпуса 2 размещена выше донной части наружного корпуса 3 на расстояние h.

После спуска колонкового снаряда и приложения к нему осевой нагрузки, крутящего момента и подачи промывочной жидкости осуществляется формирование кольцевого забоя вооружением 5 наружного корпуса 3 (рис. 1 *а*), а образующийся керн входит в керноприемную трубу.

После износа вооружения 6 к колонковому снаряду прикладывается дополнительная осевая нагрузка, превышающая прочность стопорных винтов 4. Внутренний корпус 2 перемещается вниз на расстояние h (рис 1 *б*), его новое вооружение 6контактирует с забоем и продолжает углубление забоя взамен изношенного вооружения 5. Только после износа вооружения 6 весь буровой снаряд поднимается на поверхность.

Способы создания силы, срезающей стопорные винты 3, различны:

- при малой глубине скважины перерезывающая стопорные винты сила $Q_{ср}$ будет равна:

$$Q^{I}_{ср}=Q_{бк}+P_{г}, \quad (1)$$

где $Q_{бк}$ – вес бурильной колонны в буровом растворе; $P_г$ - сила, развиваемая в гидроцилиндрах вращателя бурового станка;

- при большой глубине скважины

$$Q^{II}_{ср}=Q_{бк max} \text{ или } \quad Q^{II}_{ср}=Q_{бк max}- P_г. \tag{2}$$

Условия среза $\delta_{ср}$ стопорных винтов имеет вид

$$\delta_{ср} = \frac{4Q_{ср}}{\pi d^2 \cdot m} > \delta^0_{српр} \cdot k[\tau_{ср}], \tag{3}$$

где $\delta^0_{српр}$ – прочность металла винтов на срез; m – количество стопорных винтов;

d – диаметр винтов; k – коэффициент запаса; $[\tau_{ср}]$ – допустимое напряжение материала винтов на срез.

Расчетная нагрузка $Q_{расч}$, передавамая на буровую коронку при рациональном режиме, должна быть значительно меньше перерезывающей силы $Q_{ср}$. $Q_{расч} << Q_{ср}$, (примерно 2-3 раза), для исключения преждевременного срезания стопорных винтов в результате всплеса динамических сил при бурении трещиноватых пород при еще работающем первичном вооружении 5.

При рассмотрении проблемы совершенствования алмазных коронок отметим сразу, что их стойкость превышает аналогичный показатель твердосплавных коронок. Однако, и здесь возникает проблема, связанная со стойкостью алмазных коронок при бурении твердых абразивных пород X-XII категорий по буримости, которая еще более обостряется при бурении снарядами съемными керноприемниками (ССК).

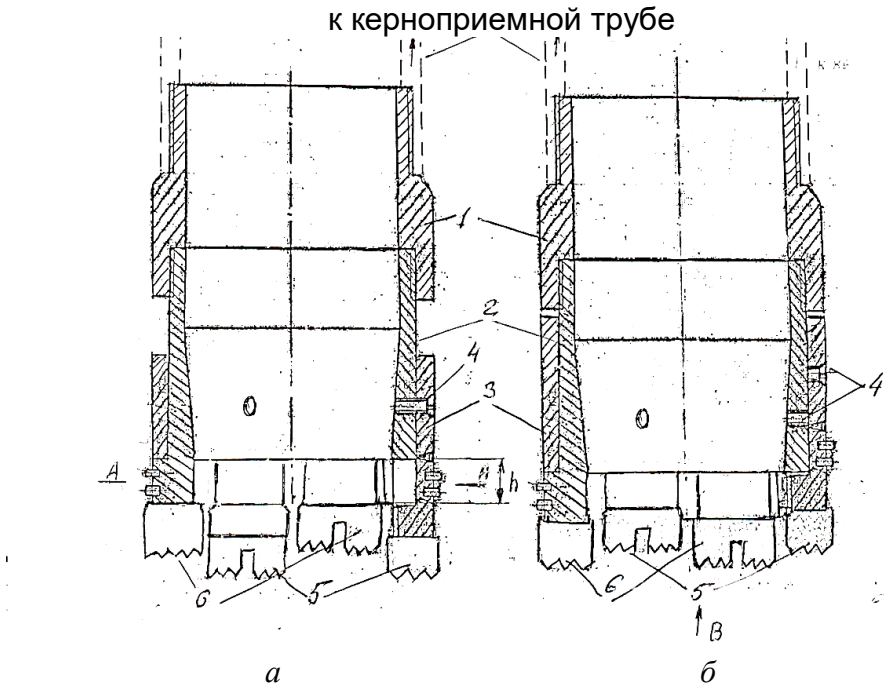


Рис 1. Принципиальная схема буровой коронки повышенной стойкости: а – положение деталей при разрушении забоя резцами 5; б – положение деталей при разрушении забоя резцами 6

Эта проблема частично решена путем создания многослойных алмазных коронок, матрица которых по высоте содержит несколько импрегнированных алмазных слоев «гребешкового» профиля, разделенных безалмазными слоями меньшей твердости [9, 10].

Доказано [11], что «гребешковый» профиль значительно повышает эффективность разрушения забоя скважины.

Одна из разработанных нами коронок, имеющая равнонагруженный в процессе бурения «гребешковый» профиль алмазосодержащих слоев матрицы приведена на рис. 2. В продольном сечении (рис. 2. *б*) указанный профиль представляет примыкающие друг другу треугольники с равными основаниями t, но с различной высотой h_i. Последняя убывает в направлении от периферийного кольцевого выступа алмазосодержащего слоя к оси коронки в соответствии со следующей зависимостью:

$$h_i = \frac{(2R_B+0.5t)}{2R_B+(2m_i-1)\cdot 0.5t} h_{max} \quad . \tag{4}$$

При бурении по мере износа одного импрегнированного алмазного слоя в работу вступает второй алмазный слой, затем третий и так далее. Контакт алмазных слоев с забоем обеспечивается за счет более быстрого износа безалмазных слоев меньшей твердости. Применение разработанной коронки (рис. 2) обеспечивает не только равномерную нагрузку на выступы алмазосодержащих слоев, но и уменьшение затрат мощности на бурение, а также экономию алмазного сырья при изготовлении алмазных инструментов.

Упомянутая коронка (рис. 2) под маркой КСБ-2 участвовала в сравнительных испытаниях с алмазной коронкой NQ "*BoartLongyear*" всемирного известной фирмы аналогичного названия. Диаметр обоих коронок 76 мм. Бурение осуществлялось на месторождении Мизек (Семипалатинская область, Казахстан) по андезитовому порфириту (X категории по буримости) и андезитовому, сильно окварцованному туфу (XI категории по буримости).

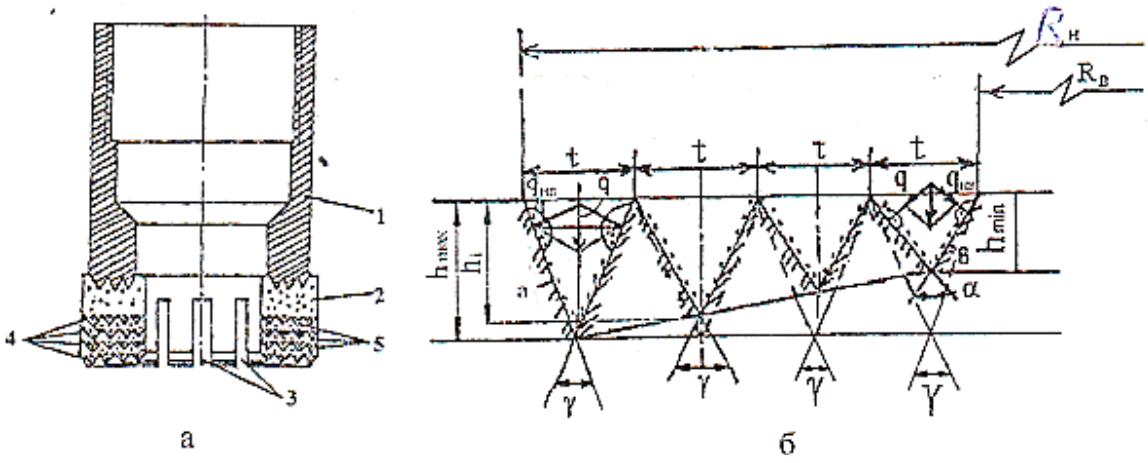


Рис. 2. Многослойная буровая коронка с равнонагруженными импрегнированными алмазосодержащими слоями гребешкового профиля: а – общий вид; б – форма алмазосодержащего слоя в продольном сечении. 1 – корпус; 2 – матрица; 3 – промывочные окна; 4 –алмазосодержащие слои; 5 – безалмазные слои

Каждой коронкой пробурено свыше 1000 м скважин. Установлено, что стойкость коронки КСБ-2 превышает аналогичной показатель NQ «*BoartLongyear*» на 22–23 % в породах X-ой категории – 181 и 148 м; и в породах XI категории – 48 и 39 м.

Работы по дальнейшему совершенствованию конструкций алмазных коронок необходимо проводить с учетом особенности механизма разрушения крепких горных пород алмазными зернами, которая была установлена в ИСМ (Украина). Это особенность заключается в том, что при взаимодействии алмазного зерна с породой в последней

формируются две зоны: зона непосредственного внедрения зерна и расположенная под ней зона разрушенной (разбитой трещинами), но не удаленной породы, причем мощность зоны разрушения $h_{\text{р}}$ превышает зону внедрения $h_{\text{в}}$ 5–12 раз.

С учетом этого эффекта была разработана и запатентована алмазная коронка, торец матрицы которой выполнен в виде трехзаходной винтовой поверхности [12]. На каждом заходе последней расположено равное количество промывочных каналов, разделяющих матрицу на секторы. Матрица включает чередующуюся друг другом равные по толщине алмазосодержащие слои и слои связующего материала меньшей твердости (например, карбида вольфрама). Все упомянутые слои расположены по винтовым поверхностям соответственно торцевой трехзаходной поверхности матрицы коронки.

Угол подъёма α винтовых поверхностей определяется по формуле:

$$\alpha = arctg\frac{nh_{\text{р}}}{\pi D_{\text{ср}}}, \qquad (5)$$

где n – число заходов винтовой поверхности : n = 3;

$h_{\text{р}}$ – глубина зоны разрушения алмазными зернами;

$D_{\text{ср}}$ – средний диаметр торца матрицы.

Отличительной особенностью коронки является гребешковая форма алмазосодержащих и безалмазных слоёв, размещенных на винтовых поверхностях. В настоящее время проводятся опытно-конструкторские работы по изготовлению и испытанию упомянутой коронки.

Следует отметить, что разработанные алмазные коронки при их внедрении смогут решить проблему бурения пород VI–X категории по буримости. В самых твердых абразивных породах XI–XII категорий производительность и проходка на инструмент все же недостаточна.

Для кардинального увеличения проходки на инструмент следует разработать комбинированную коронку, показанную на рис. 1, но с алмазным вооружением. Матрица коронки должна иметь несколько гребешковых импрегнированных слоев, равнонагруженный профиль, который рассчитывается по формуле (4), и показан на рис 2 *б*.

Выводы

1. Значительное повышение стойкости твердосплавных буровых инструментов кольцевого типа можно реализовать путем создания комбинированной коронки с заменой породоразрушающих элементов непосредственно на забое скважины.

2. Повышение стойкости алмазных буровых инструментов кольцевого типа следует реализовать в два этапа:

- на первом этапе создать и испытать многослойные буровые коронки, у которых алмазосодержащие импрегнированные слои имеют гребенчатую форму и расположены на трехзаходной винтовой поверхности; шаг последней определяется формулой (5);

- на втором этапе создать комбинированную коронку по типу комбинированной твердосплавной, но с заменой твердосплавных породоразрушающих элементов на алмазные многослойные с гребенчатой формой слоев.

3. Провели опытно-конструкторские работы по созданию буровых коронок, оснащенных резцами PDC, установили оптимальную форму последних и их иррациональное размещение на торце коронки.

В роботі визначені області раціонального застосування твердосплавних і алмазних бурових коронок для відбору керна при розвідувальному бурінні шляхом порівняльного розрахунку вартості 1 м свердловини, пробуреної в однакових гірничо-геологічних умовах згаданими інструментами. Встановлено, що найбільш перспективним напрямком по підвищенню стійкості твердосплавних

інструментів є створення комбінованої коронки, у якій зношення в процесі буріння озброєння замінюється на нове без підйому бурового снаряда на поверхню.

Підвищення стійкості алмазних інструментів забезпечується також створенням багатошарових бурових коронок, матриця яких по висоті має кілька імпрегновану алмазосодержащих шарів «Гребінкова» профілю, розділених між собою безалмазними шарами меншою твердості.

***Ключові слова**: комбінована бурова коронка, алмазні насичені шари, тверді сплави, свердловина.*

B. Ratov, B. Fedorov, D. Korgasbekov, I. Taybergenova

INCREASING THE STABILITY OF DRILLING TOOLS OF A RING TYPE AT THE PASSING OF EXPLORATION WELLS

In this paper, the areas of rational use of hard-alloy and diamond drill bits for core selection in exploratory drilling are determined by comparative calculation of the cost of 1 m of a well drilled in the same mining and geological conditions by the mentioned tools. It is established that the most promising direction to increase the durability of carbide tools is the creation of a combined crown, in which the worn-out armament in the process of drilling is replaced with a new one without lifting the drilling tool to the surface.

In addition to the mentioned direction, the increase in the durability of diamond tools is also provided by the creation of multilayer drill bits whose matrix has a height of several impregnated diamond-containing layers of the «crested» profile, separated by non-smooth layers of lesser hardness.

***Key words**: combined drill bit, diamond impregnated layers, hard alloys, durability, borehole.*

Литература

1. Федоров Б. В. Бурение скважин. – Алматы: изд. КазНИТУ имени К.И. Сатпаева 2016. – 316с.
2. Михайлова Н. Д. Техническое проектирование колонкового бурения–М: Недра, 1995. – 200с.
3. Технология бурения нефтяных и газовых скважин: Учебник для вузов /А. Н. Попов, А. И. Спивак, Т. О. Акбулатов и др.; под общ. ред. А. И. Спивака и Л. А. Алексеева. М.: ООО «Недра-Бизнесцентр», 2007. – 508 с.
4. Безуглый А. В. Особенности устройства долот PDC для сооружения скважин на нефть и газ // Проблемы научно-технического прогресса в бурении скважин.– 2014. – С. 129–141.
5. Литкович Ю. Ф., Третьяк А. А. Разработка буровых коронок, армированных АТП, для бурения с отбором керна съемным керноприемником // Строительства нефтяных и газовых скважин на суше и на море. Раздел обрудование и инструмент.–2014.–№ 7–С. 33–38.
6. Богданов Р. К., Закора А. П., Исонкин А. М. Пути снижения энергоемкости разрушения пород буровым инструментом резцевого типа. // Известия высших учебных заведений. –2003.– № 4 – С. 72–76.
7. Назарбаева Д. К. Сравнительная оценка эффективности работы долот шарошечного и безшарошечного типа PDC // Сб. научных статей международной научно–практической конференции «Инновация–2017». – 2017 – С. 171–172.
8. Корнилов Н. И., Головин С. С. Современные тенденции в создании алмазного породоразрушающего инструмента //Породоразрушающий инструмент, армированный природными алмазами. – 1989. – С. 6–9.
9. Предварительный патент Республики Казахстан. Алмазная буровая коронка / Федоров Б. В., Кудайкулов С. К., Касенов А. К. – № 13169. Опубл.16.06.2003, Бюл. № 6.

10. Предварительный патент Республики Казахстан.Алмазная буровая коронка / Федоров Б. В., Кудайкулов С. К., Касенов А. К. – №17379. Опубл. 15.05.2006, Бюл. № 5.
11. Ресурсосберегающая технология алмазного бурения в сложных геологических условиях / Соловьев Н. В., Чихоткин В. Ф., Богданов Р. К., Закора А. П.– М: ОАО «ВНИИОЭНТ», 1997. – 332 с.
12. Инновационный патент Республики Казахстан. Алмазная буровая коронка / Федоров Б. В., Кудайкулова Г. А., Бердыбаев И. М.. – №74012. Опубл.15.05.2012, Бюл. № 5.

Поступила 18.06.18

References

1. Fedorov, B. V. (2016). *Burenie skvazhin* [*Drilling of the wells*]. Almaty: KazNITU [inRussian].
2. Mihailova, N. D. (1995). *Tekhnicheskoie proektirovaniie kolonkovogo bureniya* [*Technical design of core drilling*]. M: Nedra. [in Russian].
3. Popov, A. N., Spivak, A. I., Bekbulatov T. O. at al. (2007) *Tekhnologiia bureniia neftyanyh i gazovykh skvazhin.*[*Technology of drilling oil and gas wells*] A. I. Spivak, L. A. Alekseiev (Ed.). M: Nedra. [in Russian].
4. Bezuglyi A. V. (2014). Osobennosti ustroistva dolot PDC dlia sooruzheniia skvazhin na neft i gaz [Ways to reduce the energy intensity of fracture of rocks with chisel tools].*Problemy nauchno-tekhnicheskogo progressa v burenii skvazhin – Problems of scientific and technical progress in drilling wells,* 129–141 [in Russian].
5. Litkovich Yu. F., Tretiak A. A. (2014).Razrabotka burovykh koronok, armirovannykh ATP, dlia bureniia s otborom kernosiemnym kernopriemnikom [Development of drill bits, reinforced with ATP, for drilling with core sampling by a removable core receiver]. *Stroitelstvo neftianykh i gazovykh skvazhin na sushe i na more– Construction of oil and gas wells on land and at sea,7,* 33–38 [in Russian].
6. Bogdanov R. K. Zakora A. P., Isonkin A. M. (2003). Puti snizheniia energoiemkosti razrusheniia porod burovym instrumentom reztsevo gotipa. [Ways to reduce the energy intensity of fracture of rocks with chisel tools]. *Izvestiia vysshikh uchebnykh zavedenii – Proceedings of higher educational institutions, 4,* 72–76 [in Russian].
7. Nazarbaeva D. K. (2017). Sravnitelnaia otsenka effektivnosti raboty dolot sharoshechnogo i bezsharoshechnogo tipa PDC [Comparative evaluation of the efficiency of the roller and cone-free bit bits PDC]. *Sb. nauchnykh statei mezhdunarodnoi nauchno-prakticheskoi konferencii "Innovaciya–2017 – Sat. scientific articles of the international scientific-practical conference "Innovation–2017",* (pp171–172) [in Russian].
8. Kornilov N. I., Golovin S. S. (1989). Sovremennyie tendencii v sozdanii almaznogo porodorazrushaiushchego instrumenta [Modern trends in the creation of diamond rock cutting tools]. *Porodorazrushayushchii instrument, armirovannyi prirodnymi almazami– Rock-breaking tools reinforced with natural diamonds,*6–9 [in Russian].
9. Fedorov B. V., Kudaikulov S. K., Kasenov A. K. Patent of Republicof Kazakhstan. 13169.
10. Fedorov B.V., Kudaikulov S. K., Kasenov A. K. Patent of Republic of Kazakhstan. 17379.
11. Soloviev N. V., Chikhotkin V. F., Bogdanov R. K., Zakora A. P. (1997). *Resursosberegaiushchaia tekhnologiia almaznogo bureniia v slozhnykh geologicheskikh usloviiakh [Resource-saving technology of diamond drilling in complex geological conditions]*.– M: OAO «VNIIOEHNT». [in Russian].
12. Fedorov B. V., Kudaikulova G. A., Berdybaev I. M. Patent of Republic of Kazakhstan 74012.

УДК 622.233.05

А. А. Кожевников, д-р техн. наук[1]; **Baochang Liu**, д-р[2], **А. А. Пащенко**, канд. техн. наук[1]

[1] Национальный технический университет «Днепровская политехника», пр. Д.Яворницкого 19, 49600, г.Днепр, e-mail: aak2@ua.fm
[2] College of Construction Engineering, Jilin University,China

АВТОМАТИЗИРОВАННЫЕ СИСТЕМЫ УПРАВЛЕНИЯ ПРОЦЕССОМ БУРЕНИЯ

Автоматизация технологических процессов на основе современной техники должна обеспечить интенсификацию производства, повышение качества и снижение себестоимости продукции. Рассмотрены автоматизированные системы управления процессом бурения: САОПБ-1, Карат-2, АСУТП-Б, АЛМАЗ и др., что позволило привести классификацию данных систем по функциональному назначению: стабилизация скорости подачи, управление параметрами режима бурения и гибкая производственная система. Выделено четыре класса систем управления в зависимости от сложности геолого-технических условий бурения скважин. В первый класс отнесены системы стабилизации скорости подачи, второй - предназначенные для реализации сравнительно простых алгоритмов управления процессом бурения, третий - ориентированные на работу в сложных и слабо изученных геолого-технических условиях, четвертый - способных работать в автоматических режимах при углубке скважины и при проведении спускоподъемных операций. Показано что наиболее технологичным является реализация комплекса технических средств способных работать в автоматических режимах при углубке скважины и проведении спускоподъемных операций.

***Ключевые слова**: автоматизация, система управления, бурение, скважина, углубка, скорость подачи.*

Введение

Автоматизация технологического процесса составляет важную часть научно-технического прогресса при проведении геологоразведочных работ. Теоретические исследования в области совершенствования управления процессом бурения и его оптимизации получили новые возможности практической реализации с появлением управляющей микропроцессорной техники и созданием на ее основе систем автоматизированного управления.

Разнообразные образцы систем автоматизированного управления процессом бурения разведочных скважин на твердые полезные ископаемые позволяют не только управлять процессом бурения в реальном времени по любому из известных алгоритмов, но и собирать, накапливать и обрабатывать информацию о процессе бурения, а также диагностировать работоспособность отдельных узлов и механизмов.

Автоматизация технологических процессов на основе современной техники должна обеспечить интенсификацию производства, повышение качества и снижение себестоимости продукции.

Необходимость этого вытекает из анализа производственной деятельности геологоразведочных организаций по выполнению плановых заданий. Несмотря на то, что внедрение современного оборудования, инструментов, прогрессивной технологии бурения, средств механизации и автоматизации отдельных операций, совершенствование организации труда в целом обеспечило выполнение этих заданий, в разведочном бурении остаются значительные резервы повышения производительности труда и улучшения его технико-экономических показателей. Эти резервы заключаются прежде всего в оптимизации и

автоматизации оперативного управления процессом бурения скважин и в совершенствовании организации работ.

Цель статьи – анализ разработанных ранее систем автоматизированного управления процессом бурения.

Основной материал

1) Система автоматизированной оптимизации управления технологическим процессом бурения САОПБ-1 разработана Севукргеологией. Всего в организациях работало 35 систем, в т.ч. в Уралгеологии- 20. Применение САОПБ-1 в Высокогорской партии Уралгеологии обеспечило повышение скорости бурения на станко-месяц до 19%, снижение удельного расхода алмазов до 30%, сокращение аварий в 2 раза.

В Ворошиловградгеологии при применении САОПБ-1 расход алмазов был сокращен на 18%, повышена механическая скорость бурения на 20%. Во всех организациях применение систем обеспечило экономический эффект. Существенно снижены психофизиологические и физические нагрузки на машинистов буровых установок.

2) Аналогом устройства САОПБ-1является система Карат-2. Карат-2 обладает всеми технико-экономическими показателями аналога, но имеет ряд преимуществ:

- способность адаптироваться к изменению пород в процессе бурения, что повышает его эффективность в условиях перемежающихся, трещиноватых, дробленых пород;
- использование при его изготовлении изделий, широко применяемых в промышленности, что резко снижает стоимость устройства.

Карат-2 показал хорошие результаты на буровых агрегатах СКБ-4, СКБ-5, СКБ-7; причем наличие на них регулируемого привода не обязательно. Карат-2 может быть установлен и на ЗИФ-650М, но для этого необходимо оснастить агрегат гидропультом станка СКБ-5 или провести доработку его гидросистемы.

3) Система АСУТП-Б предназначена для осуществления технологического процесса углубки скважины алмазным инструментом.

Система АСУТП-Б обеспечивает:

- качественное выполнение буровых работ по выходу керна;
- предупреждение технологических осложнений и аварий;
- улучшение организации труда буровой бригады;
- снижение психофизиологических нагрузок на бурильщика в условиях форсированного технологического процесса;
- независимость технико-экономических показателей бурения от квалификации персонала буровой бригады; возможность оперативной корректировки технологического процесса;
- возможность создания разветвленной автоматизированной системы управления производством буровых работ по всему геологоразведочному объекту.

АСУТП-Б включает в себя: комплект управляющей вычислительной техники (МСУВТ) типа В7; программное обеспечение; телевизионный индикатор. Применяется для управления буровым агрегатом СКБ-5 и его модификациями, оснащенными регулируемым электроприводом РЭП-5и комплектом серийных преобразователей параметров режима бурения.

В автоматизированном режиме работы система позволяет:

- осуществлять бурение в режиме ручного управления при отображении параметров технологического процесса на телевизионном экране;
- выполнять цикл операций в автоматическом режиме при ручном регулировании частоты вращения инструмента;
- осуществлять переход с автоматического на автоматизированный режим управления и обратно без остановки процесса углубки скважины;

- производить оперативную корректировку технологического процесса путем оперативной замены установок, используемых в алгоритме, а также осуществлять подрыв бурового снаряда и возврат к бурению в любой момент рейса по желанию бурильщика.

При проведении работ в автоматическом режиме функции бурильщика заключаются в следующем:

- проведение спускоподъемных операций;
- наращивание бурового снаряда;
- пуск системы;
- техническое обслуживание оборудования;
- подготовка к работе технологического инструмента.

При испытаниях и производственной эксплуатации в условиях пород IX, X категории по буримости получены следующие показатели: механическая скорость бурения – 3 ÷ 4 м/ч, расход алмазов – 0,3 ÷ 0,5 кар/м, длина рейса и выход керна на 5–10% выше, чем при ручном управлении; наработка на отказ УВТВ7 – 5000 ч.

Система разработана Отрядом автоматизации технологического процесса бурения ПГО «Кировгеология».

4) Система контроля и управления бурением АЛМАЗ. Система позволяет:

- контролировать технологический процесс;
- распознавать осложнения и аварийные ситуации и сокращать простои оборудования за счет распознавания аварийных ситуаций;
- выводить объект управления на оптимальный технологический режим;
- оптимизировать осевую нагрузку в перемежающихся породах.

Эффективность разработанных управляющих систем зависит также от уровня технологического информационного обеспечения для конкретных условий внедрения систем. Это наглядно видно на примере САОПБ-1, для эффективной работы которой разрабатывается номограмма. Разработка такой номограммы возможна лишь при глубоком технологическом исследовании процесса бурения и требует большого объема технологических работ. Однако рекомендации по оптимальной подаче за оборот, полученные с помощью этой номограммы, справедливы лишь для конкретного типа породоразрушающего инструмента. С другой стороны, многочисленные исследования показывают, что в горных породах, относящихся к одной и той же категории пород по буримости достигаются весьма различные показатели бурения. Также жесткая привязка категории пород к зернистости алмазов в породоразрушающем инструменте предполагает, что для всех типов коронок с одинаковой зернистостью будет оптимальной некоторая единственная величина оптимальной подачи за оборот. Из этого следует вывод, что при проведении технологических исследований бурового процесса не может быть разработана единая номограмма для всех геолого-технических условий.

Таким образом, разработанные системы управления процессом бурения можно классифицировать по функциональному назначению.

Для различной сложности геолого-технических условий бурения скважин можно выделить 4 класса систем управления.

Основным назначением систем первого класса является поддержание заданной оператором оптимальной скорости подачи.

В результате стабилизации скорости подачи ресурс алмазных коронок, особенно в трещиноватых породах увеличивается в 1,8–2 раза, а твердосплавных – в 2–2,5 раза.

Таблица 1. **Классификация систем управления процессом бурения по функциональному назначению**

Группа	Функциональное назначение	Система
I	Стабилизация скорости подачи	Дроссель-регулятор РП, Регулятор МПГ, САОПБ-1, АРП-2, «Алмаз-3», «Барс-1»
II	Управление параметрами режима бурения	«Парус», «Карат», АСУ БК,АСКУБ (ОНИЛ «Поиск»), САУОПБ-3, «МикроБУР», АСУТП-Б-В7
III	Гибкая производственная система	РБК-4, АРС

Системы стабилизации скорости подачи создавались как технические средства для решения частных технологических задач, из которых можно выделить следующие (в различных системах этот набор функций разный): стабилизация скорости подачи, ограничения по максимально заданной осевой нагрузке, ограничения по максимально заданному давлению очистного агента, ограничения по максимально заданному крутящему моменту на валу электродвигателя; подрыв снаряда над забоем при превышении заданных ограничений; дохождение коронки до забоя, постановка коронки на забой и ее приработка.

Такая система включает: регулятор скорости подачи, измеритель скорости подачи, измеритель осевой нагрузки, схему защиты от перегрузок по осевой нагрузке (при смене горных пород, износе инструмента).Для работы в сложных геолого-технических условияхв систему могут быть введены узлы: измеритель давления промывочной жидкости, измеритель тока нагрузки электродвигателя и схемы защиты от их превышения свыше допустимых значений.

Система управления второго класса предназначена для реализации сравнительно простых алгоритмов управления процессом бурения, разработанных для конкретных геолого-технических условий. Как и системы первого класса данная система может быть установлена на любых буровых шпиндельных станках с гидравлической подачей. Целью управления является оптимизация скорости подачи. Число управляемых параметров увеличено до шести; добавлены измерители частоты вращения и расхода промывочной жидкости. Введены дополнительные ограничения для скорости подачи и расхода промывочной жидкости.

Система управления третьего класса ориентирована на работу в сложных и слабо изученных геолого-технических условиях. Система предназначена для установки на буровых станках с плавно регулируемым электроприводом и управления по трем каналам: скорость подачи, частота вращения и расход промывочной жидкости.

Система четвертого класса. Реализация комплекса технических средств способных работать в автоматических режимах при углубке скважины и при проведении спускоподъемных операций. При этом система управления бурением управляемая процессором, руководствуется программой и критериями, ориентированными на поиск оптимальных условий и параметров режима бурения. К таким средствам в настоящее время можно отнести буровые агрегаты компании *AtlasCopco* с системами АРС (автоматического контроля бурения) и роботизированную буровую систему РБК-4.

Выводы

Таким образом наиболее технологически выгодной является реализация комплекса технических средств способных работать в автоматических режимах при углубке скважины и проведении спускоподъемных операций. В частности, система АРС позволяет управлять

процессом бурения одному оператору. В память компьютера записываются такие данные как: глубина скважины, количество и давление воды на входе, частота вращения, скорость бурения, усилие на коронку, давление в гидросистеме и др. Система оптимизирует скорость бурения, регулирует усилие подачи, частоту вращения и крутящий момент в соответствии с изменением условий бурения. Таким образом с применением систем АРС основные функции оператора сведены до минимума: настройка параметров бурения, запуск станка в работу, подача бурильных труб и упаковка керна в ящики. Все остальное делает буровая установка, повышая производительность бурения в целом и значительно снижая риск возникновения ошибки со стороны оператора. Кроме того, за счет точного контроля технологических операций бурения системой АРС и незамедлительного реагирования на любые изменения прочностных свойств буримых пород (автоматическая подстройка усилия подачи, скорости вращения и момента вплоть до полной остановки) имеет место:

- повышение эффективности спускоподъемных операций;
- увеличение износостойкости бурового инструмента до 100%;
- снижение риска заклинивания керна и искривления скважины;
- снижение трудоемкости работ оператора;
- возможность бурения без присутствия человека.

Автоматизація технологічних процесів на основі сучасної техніки повинна забезпечити інтенсифікацію виробництва, підвищення якості та зниження собівартості продукції. Розглянуто автоматизовані системи управління процесом буріння: САОПБ-1, Карат-2, АСУТП-Б, АЛМАЗ та ін. Це дозволило привести класифікацію даних систем за функціональним призначенням: стабілізація швидкості подачі, керування параметрами режиму буріння та гнучка виробничої системи. Виділено чотири класу систем управління залежно від складності геолого-технічних умов буріння свердловин. В перший клас віднесено системи стабілізації швидкості подачі, до другого - призначені для реалізації порівняно простих алгоритмів керування буровий процесом, у третій- орієнтовані на роботу в складних та слабо вивчених геолого-технічних умовах, четвертий - здатні працювати в автоматичних режимах при подовжувачі свердловин і при проведенні спускопідіймальних операцій. Показано, що найбільш технологічним є реалізація комплексу технічних засобів, здатних працювати в автоматичних режимах при поглибленні колодязів та проведення спускопідіймальних операцій.

***Ключові слова**: автоматизація, система управління, буріння, свердловина, поглиблення, швидкість подачі.*

A. A. Kozhevnykov, Baochang Liu, A. A. Pashchenko

AUTOMATED CONTROL SYSTEMS OF THE DRILLING PROCESS

Automation of technological processes based on modern technics should ensure the intensification of production, improving the quality and reducing the cost of production. The automated drilling control systems as are SAOPB-1, Karat-2, ASUTP-B, ALMAZ, etc. were considered. This allowed to classify these systems according to their functional purpose: stabilization of feed rate, control of drilling parameters and flexible production system. Four classes of control systems are distinguished depending on the complexity of geological and technical conditions for drilling boreholes. The first class includes the systems for stabilization of the feed rate, the second - designed to implement relatively simple algorithms for controlling the drilling process, the third - oriented to work in complex and poorly studied geological and technical conditions, the fourth - capable of operating in automatic modes for deepening the borehole and for tripping operations. It is shown that the most technological is the implementation of a set of technical facilities capable of operating in automatic modes during borehole deepening and carrying out tripping operations.

***Key words**: automation, control system, drilling, borehole, deepening, feed rate.*

Литература

1. Храменков В. Г. Контроль и автоматизация технологических процессов при бурении геологоразведочных, нефтяных и газовых скважин: учеб. пособие. – Томск: Изд-во ТПУ, 2004.– 301 с.
2. Кожевников А. А., Пащенко А. А. Современное состояние и проблемы оптимизации процесса разрушения горных пород при бурении // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент - технология его изготовления и применения. Сб.н.тр. – Вып. 17 – Киев: Институт сверхтвердых материалов НАН Украины, 2014. – С. 91–94.
3. Храменков В. Г. Автоматизация производственных процессов: учебник. – Томск: Изд-во ТПУ, 2011. – 343 с.

Поступила 07.06.18

References

1. Khramenkov V. G. (2004). *Kontrol i avtomatizatsiia tekhnologicheskikh protsessov pri burenii geologorazvedochnykh, neftianykh i gazovykh skvazhin[Control and automation of technological processes while drilling geological, oil and gas wells]*.Tomsk: TPU [in Russian].
2. KozhevnikovA. A., & Pashchenko A. A. (2014). Sovremennoie sostoianiie i problemy optimizatsii protsessa razrusheniia gornykh porod pri burenii [Modern state and problems of optimization of the process of fracture of rocks during drilling]. *Porodorazrushaiushchii i metalloobrabatyvaiushchii instrument – tekhnika i tekhnologiia ego izgotovleniia i primeneniia – Rock Destruction and Metal-Working Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications, 17*, 91–94. [in Russian].
3. Khramenkov V. G. (2011) *Avtomatizatsiia proizvodstvennykh protsessov [Automation of production processes]*. Tomsk: TPU [in Russian].

УДК 622.24.051.64

А. А. Каракозов[1], канд. техн. наук, **М. С. Попова**[1]; **А. П. Закора**[2], канд. техн. наук

[1]Донецкий национальный технический университет, г. Донецк
[2]Институт сверхтвёрдых материалов им. В.Н. Бакуля НАН Украины, ул. Автозаводская 2, 04074, г. Киев, e-mail:apz146@ism.kiev.ua

К ОБОСНОВАНИЮ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ МНОГОСЕКТОРНЫХ СХЕМ ОДНОСЛОЙНЫХ АЛМАЗНЫХ КОРОНОК С УКОРОЧЕННЫМИ СЕКТОРАМИ

Рассмотрены вопросы возможности использования многосекторных однослойных алмазных коронок с укороченными секторами, содержащими не более четырёх радиальных рядов алмазов. Проведенное компьютерное моделирование теплового режима однослойной алмазной коронки с различным количеством радиальных рядов алмазов в секторе показало, что ограничение количества радиальных рядов в секторе однослойной алмазной коронки обуславливает повышение её эффективности как с точки зрения обеспечения равномерного нагружения и износа алмазных резцов, так и обеспечения более щадящего температурного

режима наиболее нагруженных алмазов. Неравномерность нагружения отдельных алмазов сектора однослойной коронки снижается с уменьшением количества радиальных рядов. Наиболее оптимальными с этой точки зрения являются коронки с двумя радиальными рядами в секторе. При этом улучшается очистка забоя от шлама. Коронки с двухрядной раскладкой имеют значительный ресурс для форсирования режимов бурения, что позволит повысить механическую скорость проходки геологоразведочных скважин.

Ключевые слова: *однослойная алмазная коронка, моделирование, нагружение алмазов, температурный режим алмазов.*

Вновь создаваемые конструкции алмазного породоразрушающего инструмента должны обеспечивать рост технико-экономических показателей буровых работ. Промышленный синтез крупных синтетических алмазных монокристаллов нового поколения с повышенной термостойкостью обеспечил сырьевую базу для создания новых эффективных конструкций однослойных коронок для бурения геологоразведочных скважин в породах V–VIII (IX) категорий, которые бы могли успешно конкурировать с твердосплавным инструментом при бурении пород средней твёрдости. В последние десятилетия этому вопросу уделялось мало внимания, в том числе и в теоретическом плане, поскольку практически все усилия научных коллективов были направлены на создание импрегнированных коронок для работы в более твёрдых породах.

Проведенными ранее исследованиями авторов были выявлены существенные преимущества использования многосекторных схем однослойных алмазных коронок с укороченными секторами, в которых размещается не более четырёх радиальных рядов алмазных резцов [1–3]. Было показано, что снижая количество радиальных рядов в секторе с семи (коронка АКВ-93 конструкции Н. В. Цыпина [4]) до четырёх можно добиться резкого уменьшения разброса нагрузок, действующих на отдельные алмазы в секторе. При этом величина нагрузки, обуславливающей наиболее опасные изгибающие напряжения в алмазах, для самых нагруженных алмазных резцов второго радиального ряда сектора снижается почти на 50%. При уменьшении числа радиальных рядов в секторе до двух эта нагрузка на алмазы будет распределяться равномерно.

В пользу более коротких секторов коронок свидетельствуют также и экспериментальные данные [2], показавшие, что при бурении в относительно мягких породах увеличение длины сектора приводит к зашламованию его сбегающей части (рис. 1).



Рис. 1. Пример скопления шлама на сбегающей части сектора коронки

Однако для более полного обоснования преимущества коронок с укороченными секторами необходимо детальное исследование температурного режима их работы при различных режимах бурения.

Для решения этой задачи авторами был создан ряд компьютерных моделей системы «коронка – забойная часть скважины» для исследования теплового режима коронки с учётом особенностей механического нагружения отдельных алмазов и их охлаждения очистным агентом.

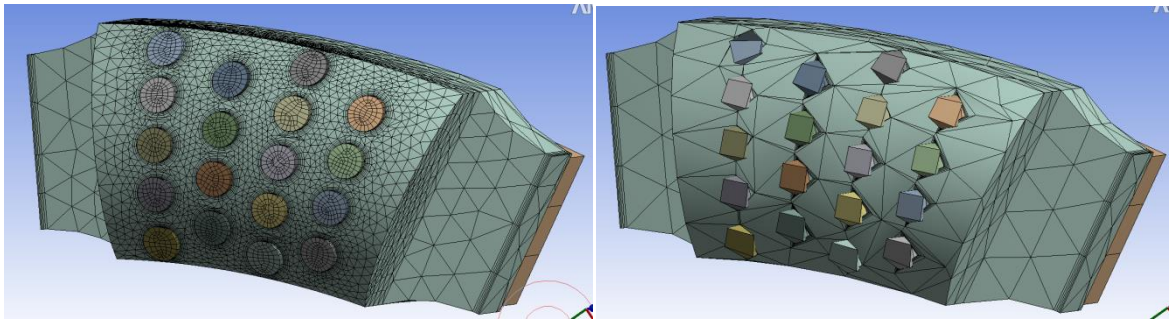
Для детального исследования температурных процессов на контакте алмазов с горной породой на забое скважины проведено одновременное моделирование тепловых и гидравлических процессов. Исходными данными являлись конструкция коронки с учетом

раскладки алмазов, подача и параметры очистного агента, частота вращения инструмента, осевая нагрузка на коронку, забойная мощность, реализуемая каждым алмазом. В связи с тем, что в трехмерной модели, включающей в себя тела различного агрегатного состояния, необходимо учитывать разные физические процессы, в том числе и на границах раздела, то для решения поставленной задачи использовался метод конечных элементов. При этом в модель основывалась на использовании основных уравнений механики сплошной среды: неразрывности, движения и уравнения энергии [5].

Модель состоит из взаимосвязанных доменов, относящихся к разным телам: промывочной жидкости, горной породы, а также корпуса, сектора и алмазов коронки. Она позволяет определять температуру и скорость течения жидкости в любой точке призабойной зоны.

На результат решения задачи большое влияние оказывает сетка разбития модели на элементы. Для домена корпуса коронки достаточно крупной сетки, в то время как домен очистного агента и алмазов должен быть разбит на большее количества элементов для получения точного и достоверного решения.

Для определения рационального количества элементов была проведена серия расчетов работы коронки на забое в одинаковых условиях, но с различным количеством элементов расчётной модели (рис. 2).



а *б*

Рис. 2. Варианты сетки модели сектора коронки диаметром 93 мм на примере конструкции с четырьмя радиальными рядами в секторе

Результаты моделирования показали, что, например, для модели работы коронки диаметром 93 мм при уменьшении элементов в секторе с 1200000 до 477000 результаты практически не изменяются. При дальнейшем снижении количества элементов результаты изменяются существенно. Поэтому для этих коронок целесообразно принять сетку с 477000 элементами, что позволит сэкономить расчётное время, но при этом получить достоверные результаты.

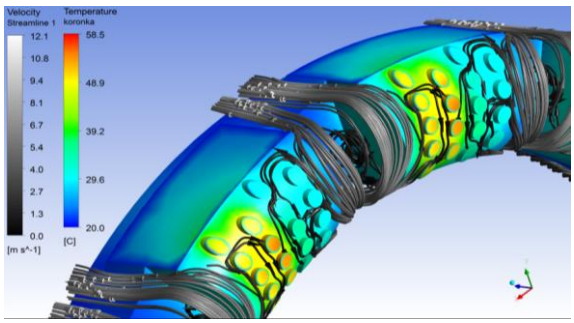


Рис. 3. Пример результатов моделирования (температура нагревания элементов коронки и линии тока жидкости)

Пример результатов моделирования показан на рис. 3. Для проверки адекватности расчётной модели было проведено моделирование работы коронки в тех же условиях, которые описаны в [6, 7],

и выполнен сравнительный анализ результатов моделирования и данных экспериментов, проведенных ранее методом термопар.

Сначала моделирование было проведено для бурения по кварциту. Поскольку модель позволяет определить температуру в любой точке призабойного пространства, то было получено температурное поле в плоскости, построенной на расстоянии 1,8 мм от контакта алмазов с породой (зона установки термопары в реальном эксперименте). Результаты моделирования (рис. 4 *а*) показывают, что температура в этой зоне колеблется от 103 до 110 ºС, что соответствует данным (рис. 4 *б*), полученных в ходе эксперимента, проведенного в ВИТР для аналогичных условий [6, стр. 143].

Второе моделирование проведено для бурения по гнейсу. Результаты моделирования (рис. 4 *в*) показали, что полученная модель не противоречит экспериментальным данным (рис. 5 *г*) П. Н. Курочкина и М. И. Исаева [7].

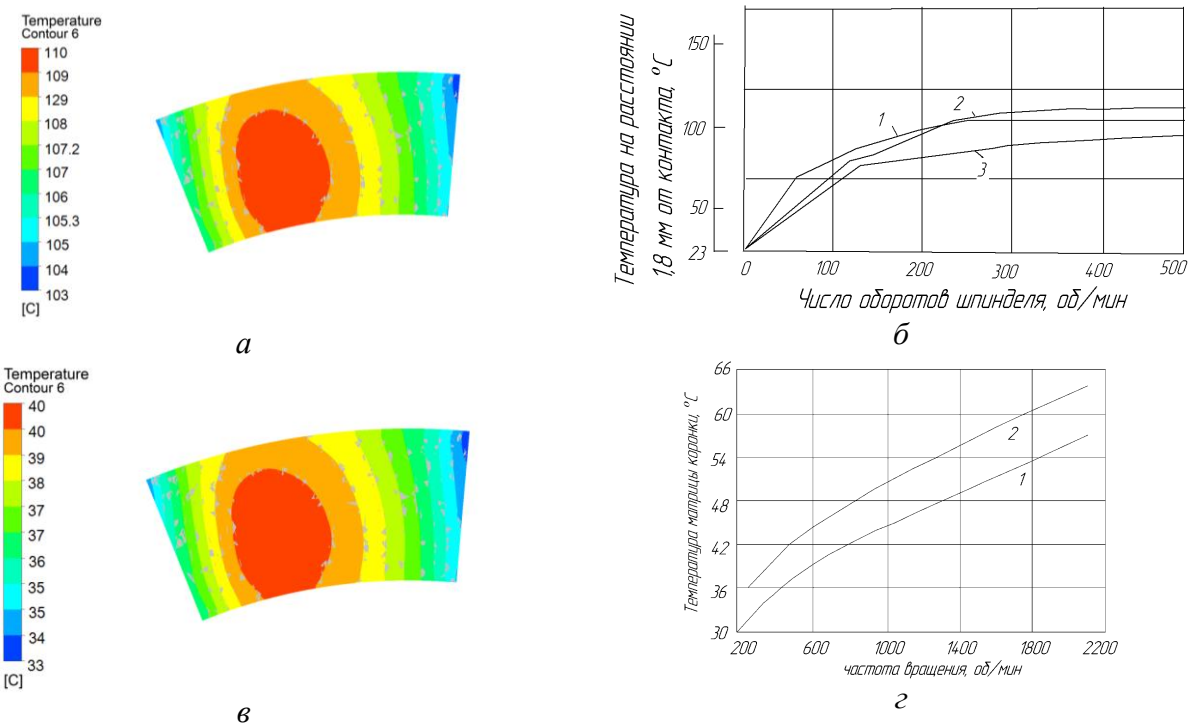
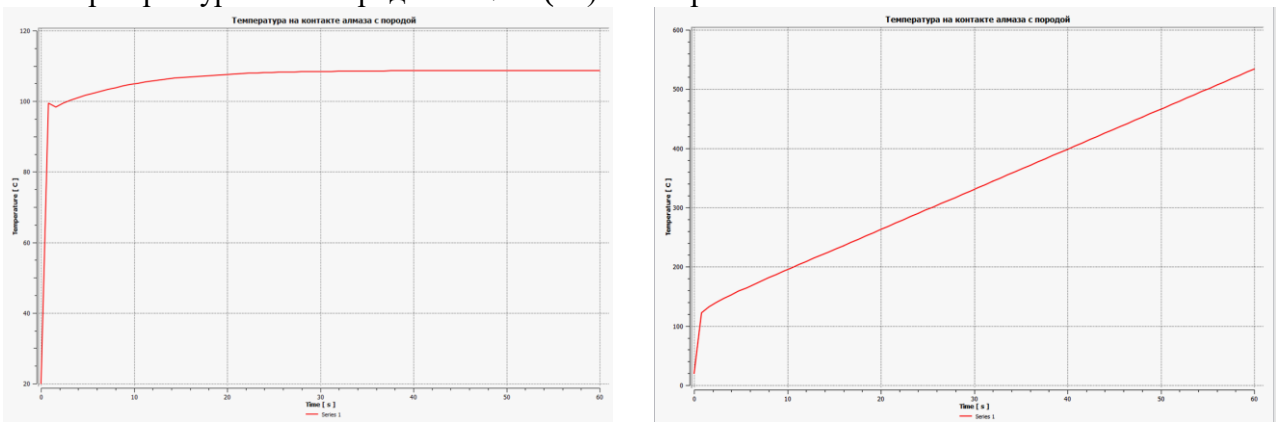


Рис. 4. Данные о температурном режиме алмазной коронки: а – результаты моделирования при бурении по кварциту; б – экспериментальные данные ВИТР (при подаче: 1 – 0,15; 2 – 0,1; 3 – 0,06 мм); в – результаты моделирования при бурении по гнейсу; в – экспериментальные данные П.Н. Курочкина и М.И. Исаева (1 – перед алмазом; 2 – позади алмаза)

Дополнительно для подтверждения адекватности разработанной математической модели рассматривалась работа коронки как при циркуляции на забое технической воды, так и её работа в водной и воздушной среде без циркуляции очистного агента. Результаты моделирования (рис. 5) показали, что при циркуляции жидкости на забое температура быстро растет в начальный период работы, после чего стабилизируется примерно в течение 5-10 с, что совпадает с результатами работ [6, 7]. При нахождении коронки в воздушной среде без циркуляции воздуха температура алмазов увеличивается непрерывно, достигая, в конечном итоге, критических величин, при которых происходит их разрушение.

После подтверждения адекватности полученной модели было детально исследовано температурное поле во всех элементах системы «коронка – забойная часть скважины». Моделировались однослойные алмазные коронки с различной радиальной раскладкой алмазов

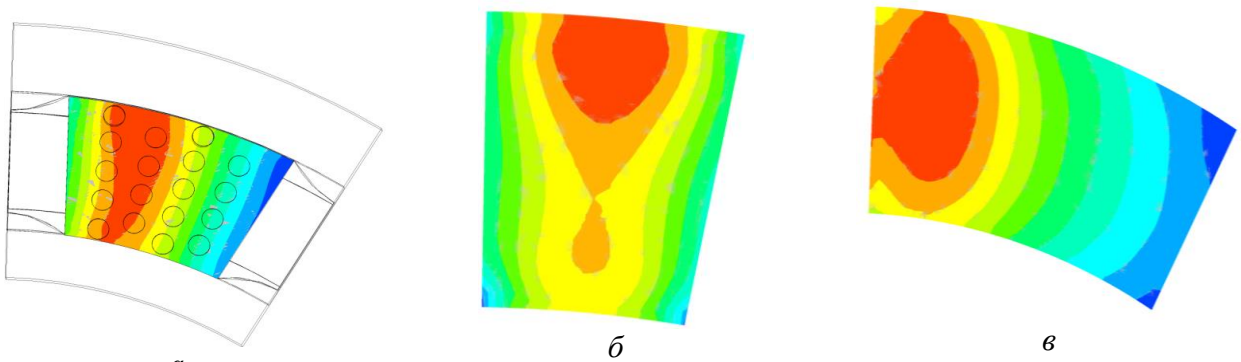
в секторе при бурении в породах V–VIII (IX) категорий.



а *б*

Рис. 5. Изменение температуры на контакте алмаза с породой:а – в технической воде (подача 40 л/мин), б – в воздухе (без циркуляции)

Результаты моделирования дают картину распределения температурных полей в элементах коронки. Пример распределения температуры в матрицах различных коронок приведен на рис. 6.



а *б* *в*

Рис. 6. Пример распределения температуры в матрице коронки с радиальной раскладкой алмазов в секторе: а – четыре ряда; б – три ряда; в – семь рядов

Результаты моделирования подтвердили ранее полученные выводы, что наибольшая температура (табл. 1 и 2) будет соответствовать области, размещения второго радиального ряду алмазов.

Таблица 1. **Максимальная температура (ºС) контакта алмаза с породой при бурении коронками диаметром 93 мм с различной раскладкой алмазов (при осевой нагрузке 20 кН)**

Количество секторов в коронке	Количество радиальных рядов в секторе	Очистной агент	Подача, л/мин	Частота вращения, об/мин						
				200	400	600	700	800	1000	1500
10	7	Техническая вода	19	39	55	69	75	81	91	112
			40	37	51	64	69	76	86	108
			70	35	48	59	65	71	81	103
		Воздух	*	50	76	99	109	118	125	165

Окончание таблицы 1

Количество секторов в коронке	Количество радиальных рядов в секторе	Очистной агент	Подача, л/мин	Частота вращения, об/мин						
				200	400	600	700	800	1000	1500
12	4	Техническая вода	19	43	59	72	80	89	102	130
			40	41	60	73	79	85	97	124
			70	37	53	69	76	82	94	119
		Воздух	*	60	98	127	138	150	165	263
28	3	Техническая вода	19	31	42	53	58	64	75	100
			40	28	37	45	50	54	62	84
			70	27	34	40	44	48	54	71
		Воздух	*	59	92	121	136	149	177	245
38	2	Техническая вода	19	26	32	38	40	43	51	58
			40	25	29	34	35	38	42	50
			70	24	28	31	32	34	38	45
		Воздух	*	51	70	84	89	94	102	120

*Расход воздуха рассчитан для скорости восходящего потока в кольцевом пространстве скважины равной 20 м/с.

Распределение температуры объемных алмазов следующее: максимально нагретыми являются алмазы второго радиального ряда, алмазы первого радиального ряда нагреты несколько меньше из-за более интенсивного омывания очистным агентом, а минимально нагретыми, причем независимо от типа раскладки, являются алмазы последнего радиального ряда.

Таблица 2. **Распределение температуры нагрева объемных алмазов в первых трёх радиальных рядах одного сектора коронки**

Всего рядов в секторе	Подача, л/мин	Частота вращения, об/мин								
		700			800			1500		
		1-й ряд	2-й ряд	3-й ряд	1-й ряд	2-й ряд	3-й ряд	1-й ряд	2-й ряд	3-й ряд
7	40	58	69	50	63	76	57	87	108	74
	70	53	65	48	58	71	52	81	103	70
4	40	69	79	55	78	85	58	120	128	84
	70	65	76	52	75	82	55	110	119	77

Следовательно, в коронках с многорядными секторами целесообразно в качестве алмазов первых двух радиальных рядов сектора использовать как более прочные, так и более термостойкие алмазы, причем большей термостойкостью должны обладать алмазы второго ряда [8].

Для исследуемых коронок получены формулы зависимости температуры на контакте алмаза с породой (T, °С) от частоты вращения снаряда (n, об/мин) и подачи воды (q, л/мин) при максимальной осевой нагрузке:

– с семью радиальными рядами в секторе:

$$T = 1{,}8\cdot10^{-7}n^2 q - 2{,}2\cdot10^{-5}n^2 - 3{,}7\cdot10^{-4}n\cdot q + 0{,}094n - 1{,}7\cdot10^{-3}q + 23;$$

– с четырьмя радиальными рядами в секторе:

$$T = -1{,}4\cdot10^{-7}n^2 q - 0{,}7\cdot10^{-5}n^2 + 1{,}5\cdot10^{-4}n\cdot q + 0{,}082n - 0{,}15q + 30;$$

– с тремя радиальными рядами в секторе:

$$T = -3{,}8\cdot10^{-4}n\cdot q + 0{,}059n + 21;$$

– с двумя радиальными рядами в секторе:

$$T = 1{,}2\cdot10^{-7}n^2 q - 0{,}9\cdot10^{-5}n^2 - 3{,}8\cdot10^{-4}n\cdot q + 0{,}043n + 4{,}6\cdot10^{-2}q + 18.$$

Сравнение результатов расчета по приведенным выше формулам с результатами моделирования показало, что максимальное отклонение между ними составляет 3,8 °С.

Анализ полученных данных (рис. 7) показывает, что минимальная температура алмазов обеспечивается в коронке с двумя радиальными рядами.

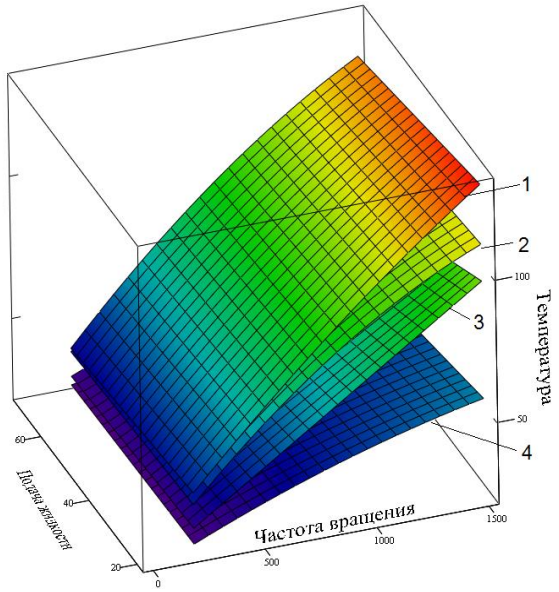


Рис. 7. График зависимости температуры на контакте алмаза с породой от частоты вращения и подачи промывочной жидкости коронки диаметром 93 мм: 1 – четыре; 2 – семь; 3 – три; 4 – два радиальных ряда в секторе

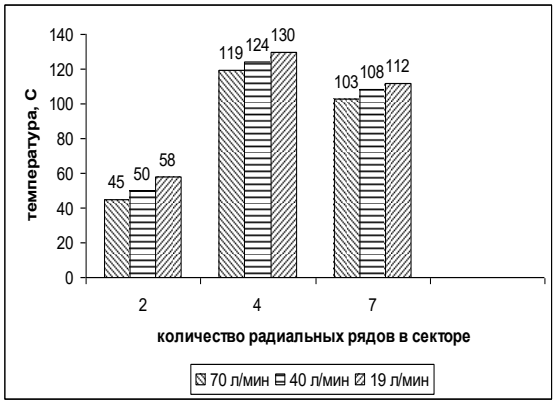


Рис. 8. Сравнение максимальных температур алмазов для различных коронок при подаче жидкости 19, 40 и 70 л/мин

Это объясняется как равномерностью нагружения всех алмазов, так и более интенсивным охлаждением их промывочной жидкостью, что является одним из преимуществ этой конструкции коронки. При прочих равных условиях температура нагрева алмазов коронки с двумя радиальными рядами в секторе в 1,3–3 раза меньше чем у коронки с четырьмя радиальными рядами, при этом расчетная температура алмазов на контакте с породой мало изменяется при значительном изменении величины подачи промывочной жидкости (рис. 8).

При этом для коронки с четырьмя радиальными рядами в секторе увеличение нагрузки на 20% приводит к нагреву алмаза на 60%, а для коронки с двумя радиальными рядами увеличение нагрузки на 20 % приводит к нагреву алмаза на 14%.

Выводы

1. Ограничение количества радиальных рядов в секторе однослойной алмазной коронки обуславливает повышение её эффективности как с точки зрения обеспечения равномерного нагружения и износа алмазных резцов, так и обеспечения более щадящего температурного режима наиболее нагруженных алмазов.

2. Неравномерность нагружения отдельных алмазов сектора однослойной коронки снижается с уменьшением количества радиальных рядов. Наиболее оптимальными с этой точки зрения являются коронки с двумя радиальными рядами в секторе. Уменьшение количества радиальных рядов в секторе также положительно влияет на температурный режим работы

коронки – чем меньше радиальных рядов, тем меньше температура нагрева алмазов коронки. При этом улучшается очистка забоя от шлама.

3. Коронки с двухрядной раскладкой имеют значительный ресурс для форсирования режимов бурения, что позволит повысить механическую скорость проходки скважины.

Розглянуті питання можливості використання багатосекторних одношарових алмазних коронок з укороченими секторами, що містять не більше чотирьох радіальних рядів алмазів. Проведене комп'ютерне моделювання теплового режиму одношарової алмазної коронки з різною кількістю радіальних рядів алмазів у секторі показало, що обмеження кількості радіальних рядів у секторі одношарової алмазної коронки обумовлює підвищення її ефективності як з точки зору забезпечення рівномірного навантаження та зносу алмазних різців, так і забезпечення більш ощадного температурного режиму найбільш навантажених алмазів. Нерівномірність навантаження окремих алмазів сектора одношарової коронки знижується зі зменшенням кількості радіальних рядів. Найбільш оптимальними с цієї точки зору є коронки з двома радіальними рядами в секторі. При цьому поліпшується очистка вибою від шламу. Коронки з дворядною розкладкою мають значний ресурс для форсування режимів буріння, що дозволить підвищити механічну швидкість проходки геологорозвідувальних свердловин.

Ключові слова: *одношарова алмазна коронка, моделювання, нагрівання алмазів, температурний режим алмазів.*

A. A. Karakozov, **M. S. Popova**, **A. P. Zakora**

TO THE JUSTIFICATION FOR USE OF MULTI-SECTOR SCHEMES OF SINGLE- LAYERED DIAMOND CROWNS WITH SHORTED SECTORS

The issues of the possibility of using multiple sector single-layer diamond crowns with truncated sectors containing not more than four radial rows of diamonds are considered. The computer simulation of the thermal regime of a single-layer diamond crown with a different number of radial rows of diamonds in the sector showed that limiting the number of radial rows in the sector of a single-layer diamond crown causes its efficiency to be improved both from the point of view of ensuring uniform loading and wear of the diamond tools and ensuring a more gentle temperature mode of the most loaded diamonds. The uneven loading of individual diamonds in the sector of a single-layered crown decreases with a decrease in the number of radial rows. The most optimal from this point of view are the crowns with two radial rows in the sector. This improves the cleaning of the slaughter face. Crowns with a two-row layout have a significant resource for boosting drilling modes, which will increase the mechanical penetration rate of geological exploration wells.

Key words: *single-layer diamond crown, modeling, diamond loading, temperature regime of diamonds.*

Литература

1. Каракозов А. А., Попова М. С., Парфенюк С. Н. и др. Определение максимальной углубки алмазных резцов однослойных коронок с радиальной раскладкой // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения / Сб. науч. тр. – Вып. 15, – Киев: ИСМ им. В. Н. Бакуля, 2012, – С. 203–206.
2. Каракозов А. А., Попова М. С., Парфенюк С. Н. и др. Моделирование работы алмазных резцов однослойных коронок на забое и оценка влияния схемы раскладки алмазов на механическую скорость бурения // Наукові праці ДонНТУ, серія «Гірничо-геологічна». – Вип.16 (206), – Донецьк: ДонНТУ, 2012, – С. 162–166.
3. Каракозов А. А., Попова М. С., Богданов Р. К., Закора А. П. Разработка однослойных алмазных коронок с укороченными секторами // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент и технология его изготовления /Сб. научн. тр. – Вып.19, – Киев: ИСМ им. В. Н. Бакуля, 2016. – С. 10–16.

4. Цыпин Н. В. Износостойкость композиционных алмазосодержащих материалов для бурового инструмента. – К.: Наук. думка, 1983. – 191 с.
5. Колесников К. С., Румянцев В.В., Леонтьев А. И. и др. Машиностроение. Энциклопедия. / Под общей редакцией К.С. Колесникова, А.И. Леонтьева, – М.: Теоретическая механика. Термодинамика. Теплообмен, 1999. – 600 с.
6. Кожевников А. А., Гошовский С. В., Мартыненко И. И. др. Забойные факторы алмазного бурения геологоразведочных скважин. – Днепропетровск: ЧП «Лира ЛТД», 2006. – 264 с.
7. Курочкин П. Н., Исаев М. И. Исследование температурного режима работы коронки на забое скважины // Методика и техника разведки /Сб. научн. тр. – Вып.58, – Л.: ОНТИ ВИТР, 1967, – С. 71-76.
8. Пат. 108942 Украина, МПК E21B 10/36, E21B 10/46. Алмазная однослойная буровая коронка / А. А. Каракозов, М. С. Попова, Р. К. Богданов, А. П. Закора. – Заявл. 25.07.14; Опубл. 25.06.15, Бюл. № 12.

Поступила 10.07.18

References

1. Karakozov, A. A., Popova, M. S., Parfenyuk, C. N. et al. (2012). Opredelenie maksimalnoi uglubki almaznykh reztsov odnosloinykh koronok s radialnoi raskladkoi [Determination of the maximum deepening of diamond cutters of single-layered crowns with a radial layout]. *Porodorazrushaiushchii i metalloobrabatyvaiushchii instrument – tekhnika i tekhnologiia ego izgotovleniia i primeneniia – Rock Destruction and Metal-Working Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications, 15*, 203–206 [in Russian].
2. Karakozov, A. A., Popova, M. S., Parfenyuk, C. N. et al. (2012). Modelirovanie raboty almaznykh reztsov odnosloinykh koronok na zaboie i otsenka vliianiia schemy raskladki almazov na mekhanicheskuiu skorost bureniia [Modeling the work of diamond cutters of single-layer crowns on the face and evaluating the effect of the diamond-cutting scheme on the mechanical drilling speed]. *Naukovi pratsi DonNTU, seriya Girnycho-geologichna – Scientific works of DonNTU, series Mining and Geological, 16 (206),* 162–166 [in Russian].
3. Karakozov, A. A., Popova, M. S., Bogdanov, R. K., & Zakora, A. P. (2016). Razrabotka odnosloinykh almaznykh koronok s ukorochennymi sektorami [Development of single-layer diamond crowns with truncated sectors]. *Porodorazrushaiushchii i metalloobrabatyvaiushchii instrument – tekhnika i tekhnologiia ego izgotovleniia i primeneniia – Rock Destruction and Metal-Working Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications, 19,* 10–16 [in Russian].
4. Tsypin N. V. (1983). Iznosostoikost kompozitsionnykh almazosoderzhashchikh materialov dlia burovogo instrumenta [Durability of composite diamond-containing materials for drilling tools]. – Kyiv: Naukova dumka [in Russian].
5. Kolesnikov, K. S., Rumiantsev, V. V., Leontiev, A. I. et al. (1999). *Mashinostroienie. Entsiklopediia [Mechanical engineering. Encyclopedia]*.K. S. Kolesnikov, A.I.Leontev (Ed.). Moscow: Theoretical mechanics. Thermodynamics. Heat exchange [in Russian].
6. Kozhevnikov, A. A, Goshovsky, S. V., Martynenko, I. I. et al. (2006). *Zaboynyie faktory almaznogo bureniya geologorazvedochnyh skvazhin [Downhole factors of diamond drilling of geological exploration wells]*.Dnepropetrovsk: Lira LTD [in Russian].
7. Kurochkin, P. N., & Isaev, M. I. (1967). Issledovanie temperaturnogo rezhima raboty koronki na zaboe skvazhiny [Investigation of the temperature regime of the crown at the

bottom of the well]. *Metodika i tehnika razvedki– Methodology and technique of exploration, 58,* 71–76 [in Russian].
8. Karakozov, A. A., Popova, M. S., Bogdanov, R. K., & Zakora, A. P. (2015). Patent of Ukraine 108942.

УДК 622.24.051

А. М. Исонкин, Г. Д. Ильницкая, И. Н. Зайцева, кандидаты технических наук,
В. Н. Ткач, д-р физ.-мат. наук.

Институт сверхтвердых материалов им. В.Н. Бакуля НАН Украины, ул. Автозаводская 2, 04074, г. Киев e-mail: almis28@ ism.kiev.ua

ХАРАКТЕР ИЗНОСА СИНТЕТИЧЕСКИХ АЛМАЗОВ РАЗНОЙ ПРОЧНОСТИ В ИМПРЕГНИРОВАННЫХ БУРОВЫХ КОРОНКАХ

Целью работы являлось изучениевлияния прочностных характеристик синтетических алмазов на характер их износа при разрушении горной породы и износостойкость импрегнированных буровых коронок. Изучение влияния температурных воздействий на кристаллы синтетических алмазов были проведены методом оценки их прочности при одноосном сжатии до и после термообработки при температуре изготовления породоразрушающего инструмента. Влияние изменения термопрочности алмазов на износостойкость импрегнированных буровых коронок изучали при бурении ими горной породы в условиях, приближенных к производственным. Характер износа отдельных участков рабочей поверхности коронки и поверхности алмазных зерен после бурения исследовали растровым электронным микроскопом Zeiss EVO 50.

Установлено, что с повышением термопрочности алмазов износостойкость буровых коронок повышается. Для высокопрочных термостойких алмазов, наиболее выступающих из матрицы и эффективно разрушающих горную породу, характерно микроскалывание их граней и отделение микрофрагментов чешуйчатого вида. Последнее может быть обусловлено высокими температурными напряжениями на поверхности алмазов при непосредственном контакте с горной породой в процессе ее разрушения. Показаны преимущества использования высокопрочных термостойких алмазов в буровых коронках для повышения показателей их работоспособности.

***Ключевые слова**: износостойкость, термопрочность, синтетические алмазы, буровые коронки*

Алмазное бурение на настоящее время остается одним из основных технологических методов геологической разведки месторождений полезных ископаемых.

Получение в последнее время высокопрочных синтетических алмазов с использованием различных методов сортировки привело к расширение их применения в породоразрушающем инструменте и повышению его работоспособности.

Рассматривая технологические параметры режима бурения, можно отметить, что высокая механическая скорость бурения как производная величина глубины внедрения единичных алмазов в горную породу может быть достигнута только в экстремальных условиях работы породоразрушающего инструмента при различном парном сочетании таких основных режимных параметров, как окружная скорость вращения и осевая нагрузка. [1].

В процессе бурения геологоразведочных скважин алмазным буровым инструментом под воздействием абразивных частиц породы (шлама) зерна алмазов постоянно обнажаются из матрицы и изнашиваются.

Сложность механизма абразивного изнашивания алмазного бурового инструмента при контакте с горной породой заключается в том, что процессы деформирования и теплообразования, имеющие принципиально динамический характер, развиваются на дискретных пятнах контакта. При этом результирующие воздействия контртел представляют собой суммирование единичных воздействий как алмазов на горную породу, так и частиц шлама на матрицу коронки, существенно отличающихся друг от друга интенсивностью и продолжительностью. Эти воздействия смещены во времени и имеют разную форму. Степень их воздействия определяется кинематическими особенностями контакта, внешними по отношению к контакту свойствами промывочной жидкости, теплофизическими и физико-механическими свойствами контактирующих друг с другом композиционной алмазосодержащей матрицы и горной породы.

С ростом окружных скоростей и контактных нагрузок существует уровень предельной забойной мощности, превышение которого вызывает повышение температуры в зоне контакта породоразрушающего инструмента с горной породой и может вызывать температурные деформации алмазов. Измерения температуры на контактной поверхности алмазной буровой коронки показали, что наиболее значительные её значения (в пределах 1000°С и более) возникают непосредственно в зоне контакта алмазов с горной породой. При этом градиент температуры по алмазу и материалу матрицы достаточно велик, а область развития высоких температур не превышает величины 1 мм [2, 3, 4].

Характер видов износа алмазов в алмазно-абразивном инструменте по мнению разных исследователей различен. Так, М. Сил считает, что износ алмазов вызывается тепловыми процессами, приводящими к графитизации алмаза [5]. Лоладзе Т. Н., Бокучава Т. В., а также Тараканов С. И. рассматривают износ алмазов как сочетание нескольких процессов и выделяют адгезионный, абразивный и диффузионный виды износа в процессе трения, а также хрупкое разрушение в виде микро- и макроскалывания. При этом преобладание одного из указанных видов износа определяется качеством обрабатываемого материала и режимом работы алмазного инструмента. [6, 7]

Работоспособность алмазного бурового инструмента существенно зависит от прочностных характеристик используемых в нем алмазов, конструктивных параметров коронки, параметров режима бурения и физико-механических свойств разрушаемой горной породы [8, 9].

Целью данной работы являлся анализ характера разрушения алмазов в инструменте как многофакторный процесс, обусловленный в первую очередь их прочностными характеристиками.

Объектом исследований были выбраны высокопрочные алмазные шлифпорошки зернистостью 400/315 марки АС200, исходную партию которых с помощью адгезионно-магнитной сортировки разделили на три продукта [10].

В каждом из них определяли прочность до (P) и после ($P_{то}$) термической обработки при 1100 ºС, коэффициент термостабильности ($K_{ст}$) как отношение значений прочности зерен алмаза после высокотемпературных воздействий к исходной, удельную магнитную восприимчивость (χ), содержание примесей и включений в кристаллах алмаза (β). Содержание включений и объемных дефектов в зернах алмаза определяли по измеряемой величине удельной магнитной восприимчивости порошков (χ) [11].

Общее содержание примесей и включений в порошках алмаза измеряли методом рентгенофлуоресцентного интегрального анализа с использованием растрового электронного микроскопа «BS-340» и энергодисперсного анализатора рентгеновских спектров «Link-860» [12]. Характеристики полученных образцов шлифпорошков алмазов представлены в табл. 1.

Алмазы из 1–3 продуктов сортировки отличаются между собой по магнитным свойствам, содержанию в них примесей и включений и, как следствие, по прочностным характеристикам. С повышением удельной магнитной восприимчивости, связанной сувеличении содержания примесей и включений в высокопрочных шлифпорошках алмаза, коэффициент термостабильности снижается для всех образцов.

Таблица 1. **Характеристики высокопрочных алмазов зернистостью 400/315 после адгезионно-магнитной сортировки**

Продукты разделения	Характеристики шлифпорошков алмаза					
	$\chi \cdot 10^{-8}$, $м^3/кг$	β, %	P, Н	$P_{т.о.}$, Н	$K_{ст}$, у.е.	Марка алмазов
Исходный	17,9	-	343,5	281,7	0,82	АС200
1	3,2	0,331	414,2	393,5	0,95	АС250
2	10,2	0,439	358,0	304,3	0,85	АС200
3	17,3	0,617	325,8	260,6	0,80	АС200

Полученные образцы синтетических алмазов с различной однородностью по прочности, содержанием примесей и включений были использованы при изготовлении опытных буровых коронок. Их сравнительные испытания на износостойкость были проведены посредством бурения коростышевского гранита в лабораторных условиях импрегнированными коронками при окружной скорости вращения 630 $мин^{-1}$ и нагрузке 1000 даН.

Характер износа отдельных участков рабочей поверхности коронки и поверхности алмазных зерен после бурения исследовали растровым электронным микроскопом Zeiss EVO 50.

Оценку эксплуатационных характеристик бурового инструмента производили по величине интенсивности его изнашивания при трении о горную породу [2].

Зависимость интенсивности изнашивания бурового инструмента от содержания примесей и включений показана на рис. 1.

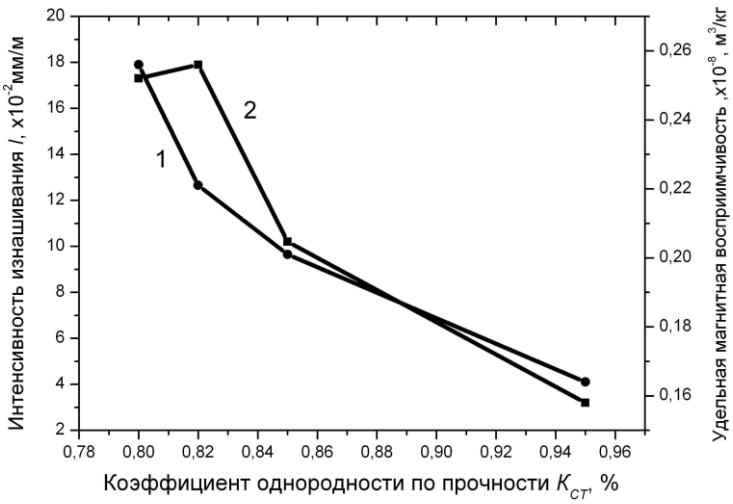


Рис. 1. Изменение интенсивности изнашивания бурового инструмента при повышении термопрочности алмазов 1 и снижении содержания в них примесей и включений 2

С увеличением содержания примесей и включений в кристаллах алмазов продуктов 1, 2 и 3 интенсивность изнашивания коронок, которыми они оснащались, увеличивается. При детальном изучении процесса изнашивания буровых коронок нами были проведены исследования состояния алмазов, находящихся на их рабочей поверхности.

При высоких механических скоростях, характеризующихся высокими окружными скоростями и контактными нагрузками, глубина внедрения алмазов в горную породу повышается, обуславливая повышение объема разрушенной горной породы и абразивного износа матрицы, а также увеличение нагрузки на единичные зерна алмазов. В этом случае напряжения на отдельной части алмазов могут значительно превосходят критические. В результате микротрещины на таких локальных участках поверхности алмазов начинают развиваться, что в последствии является причиной скалывания или части зерен, или их полного разрушения.

Изучение поверхности алмазов после бурения горной породы позволило выделить два вида их износа: хрупкое разрушение и абразивный износ.

Выполненные наблюдения позволили установить, что преобладающим видом износа синтетических алмазов в процессе бурения является хрупкое разрушение со скалыванием выступающих частей их зерен. Проведенными исследованиями было установлено, что макроскалывание их вершин и локальных участков, непосредственно контактирующих с горной породой, было наиболее характерным для алмазных зерен продукта 3 с значительным количеством примесей, способствующих развитию в кристаллах большего количества микротрещин (рис. 2).

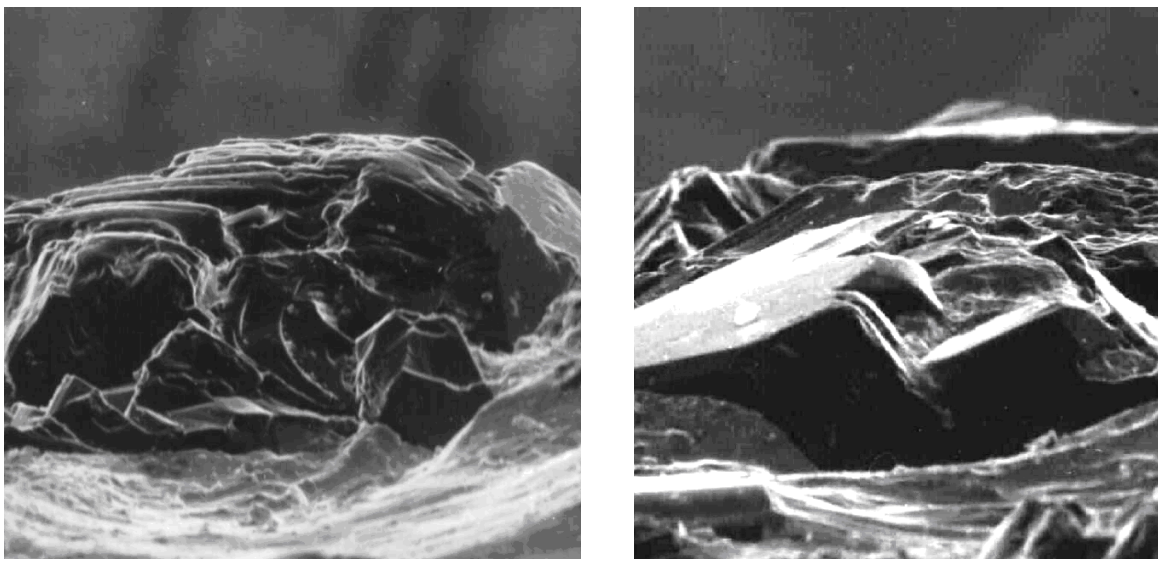


Рис. 2. Вид преимущественного разрушения алмазных зерен продукта № 3

Для алмазных зерен продукта 2 с более высокой прочностью характерным является развитие микротрещин по плоскостям спайности и микро- и макроскалывание только локальных участков (рис. 3)

Вид износа практически полностью соответствует той классификации, которая дана в работах [1, 3]. Кроме этого, на локальной поверхности некоторых алмазов виден ряд параллельных борозд, вытянутых по направлению движения алмазного зерна (рис. 4).

Можно предположить, что появление борозд является следствием абразивного воздействия на поверхность алмаза, разупрочненную под действием высокой контактной

температуры, твердых включений породообразующих минералов горной породы и разрушенных микрочастиц алмазов. Необходимо отметить, что абразивный износ алмазов хоть и имеет место, но не носит преимущественного характера.

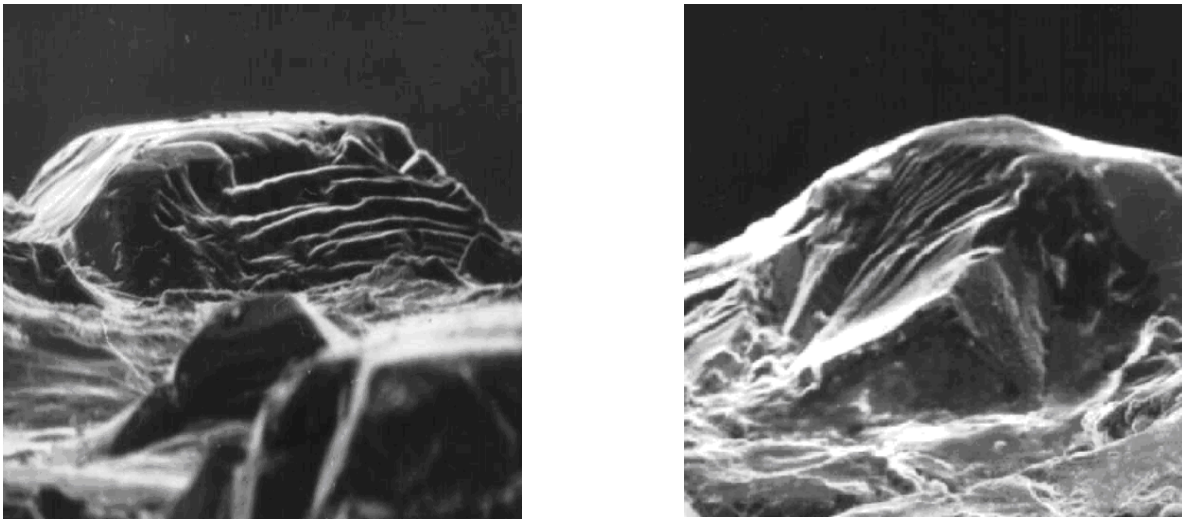


Рис. 3. Микроскалывание локальных участков зерен алмазов продукта № 2

Наибольший интерес вызвал анализ характера износа зерен алмазов продукта 1, сохранивших исходную форму и целостность большого количества кристаллов без явных следов макроразрушения, имеющих высокое выступание из матрицы, а также зона матрицы, прилегающая непосредственно к алмазному зерну (рис. 5).

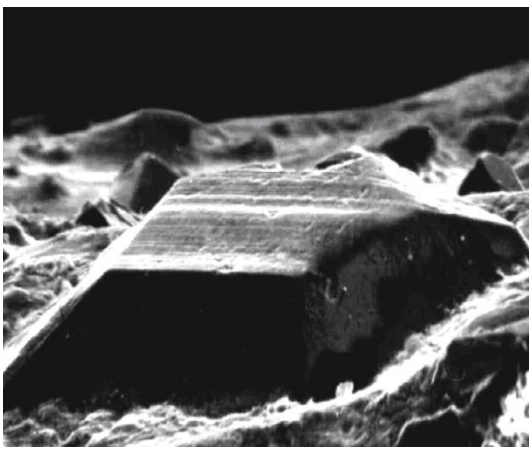


Рис. 4. Характерный вид абразивного износа алмазного зерна

На основании анализа изображения фрагмента рабочей поверхности коронки, приведенной на рис. 5, можно сделать вывод, что зерна алмаза, сохранившие целостность, обеспечивают эффективное разрушение горной породы. В большинстве случаевв результате гидро-абразивного износа матрицы, прилегающей непосредственно к алмазам, наблюдается практически полно фронтальное их обнажение.

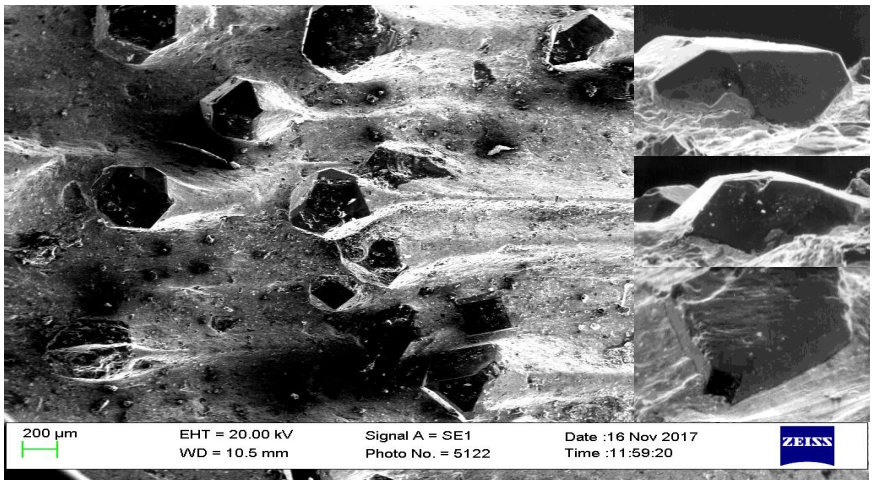


Рис. 5. Вид фрагмента рабочей поверхности буровой коронки, оснащенной алмазами продукта 1

Наиболее характерным видом износа высокопрочных алмазов продукта 1 является микросколы отдельных элементов на гранях, непосредственно разрушающих горную породу (рис. 6).

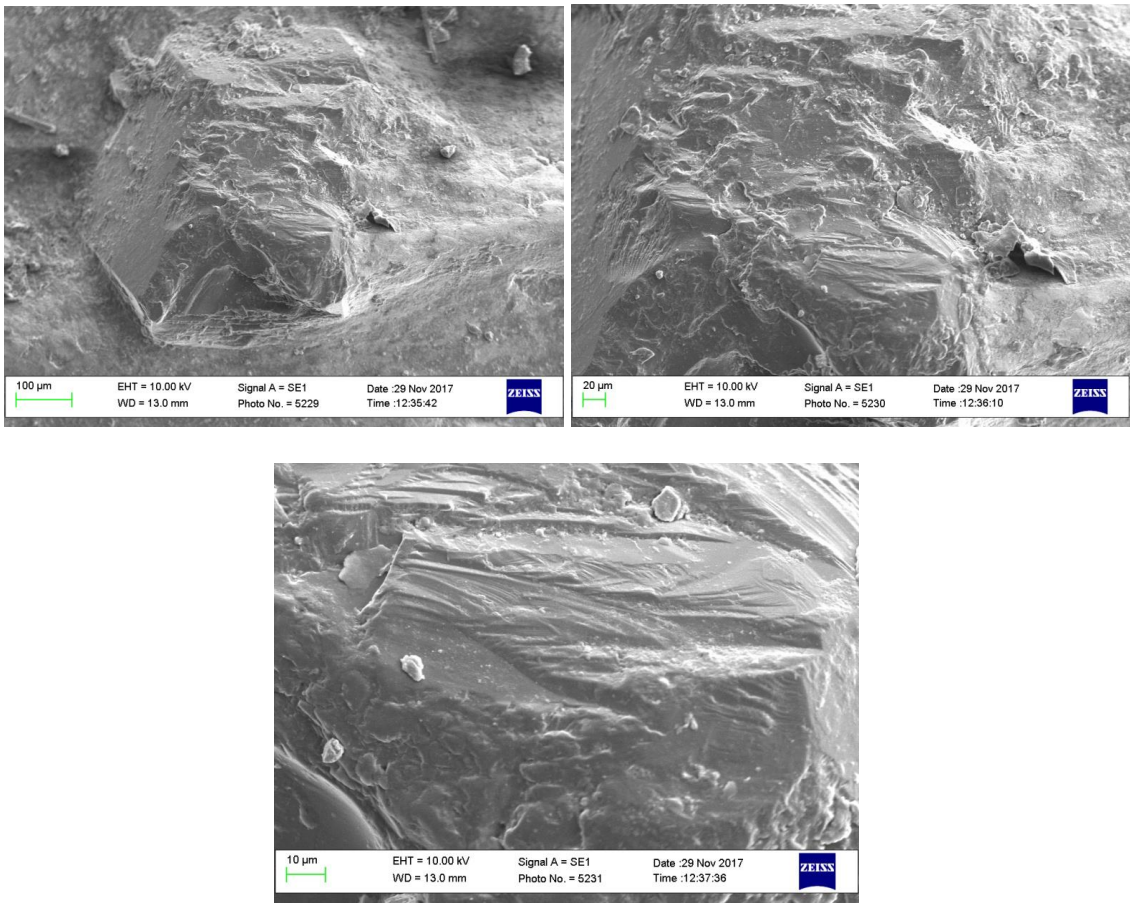


Рис. 6. Вид износа рабочей поверхности алмазного зерна продукта 1

На основе анализа следов разрушения поверхности алмазного зерна, приведенных на рис. 6, можно отметить, что имеет место микроскалывание и отделение его фрагментов

чешуйчатого вида. Последнее может быть обусловлено высокими температурными напряжениями на поверхности алмазов при непосредственном контакте с горной породой в процессе ее разрушения. При последующем перемещении в зазоре между породой и матрицей они могут шаржироваться в металлическую связку коронки. Подтверждением этого может быть повышение содержания углерода на поверхности металлической связки в зонах 1 и 2 (рис. 7 , табл. 2).

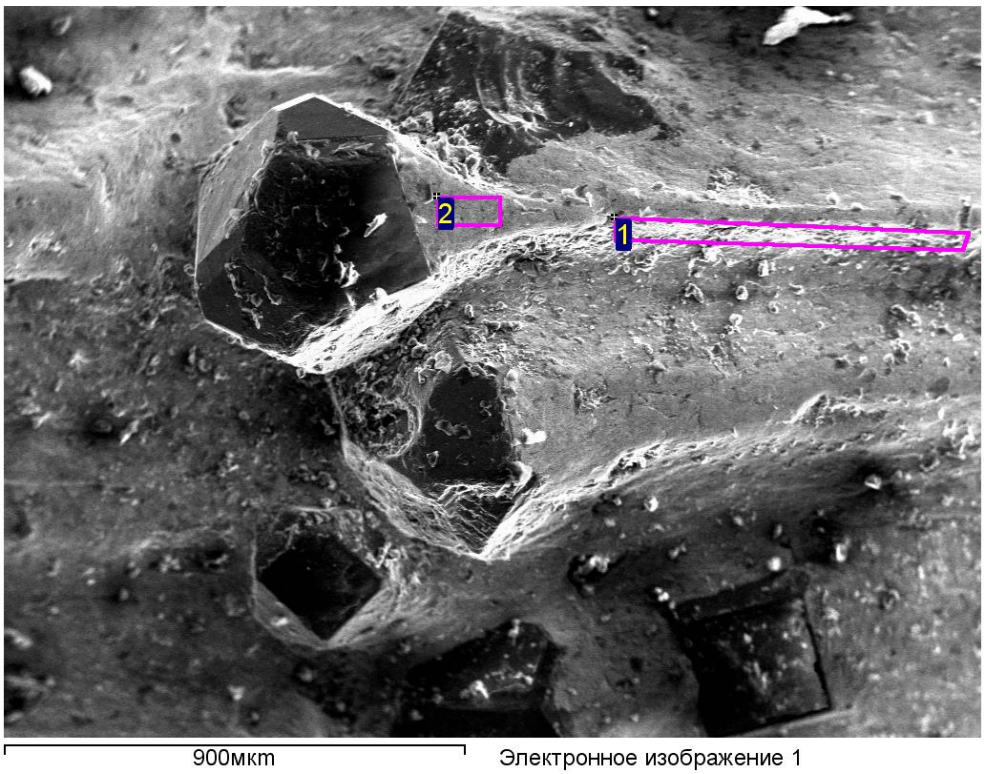


Рис. 7. Области исследования вероятного шаржирования фрагментов микроосколков алмаза в рабочую поверхность матрицы коронки

Таблица 2. **Распределение элементов на поверхности матрицы коронки**

Спектр	В стат.	C	O	Mg	Al	Si	S	Cl	K	Ca	Fe	Cu	Ag	W	Итог
1	Да	38.83	19.12	0.35	0.69	2.31	0.99	2.53	1.01	1.51	1.67	10.82	2.16	18.02	100.00
2	Да	16.80	9.87					0.79				11.83	5.05	55.66	100.00
Макс.		38.83	19.12	0.35	0.69	2.31	0.99	2.53	1.01	1.51	1.67	11.83	5.05	55.66	
Мин.		16.80	9.87	0.35	0.69	2.31	0.99	0.79	1.01	1.51	1.67	10.82	2.16	18.02	

Анализ всех элементов (Нормализован)
Все результаты в весовых %

Проведенные исследования подтвердили существенное влияние наличия примесей и прочности алмазов на характер их износа. Возникновение в зернах алмазов поверхностных микротрещин в результате температурных напряжений, обусловленных интенсивным разрушением горной породы, способствует снижению их прочности и показателей работоспособности буровых коронок.

На основании анализа механизма износа можно заключить, что при сохранении параметров режима бурения коронками исследуемого типа, их износостойкость можно увеличить за счет использования синтетических термостойких высокопрочных алмазов, что способствует повышению их выступания из матрицы и зазора между ней и горной породой. Как следствие это приводит к снижению вероятности расклинивания частиц шлама между рабочим торцом коронки и забоем скважины, уменьшения степени их активного воздействия на матрицу, что в совокупности целесообразно не только относительно уменьшения затрат энергии на трение и разрушение горной породы, но и снижения интенсивности изнашивания инструмента.

Метою роботи було вивчення впливу міцності синтетичних алмазів на характер їх зносу при руйнуванні гірської породи і зносостійкість імпрегнованих бурових коронок. Вивчення впливу температурних впливів на кристали синтетичних алмазів було проведено методом оцінки їх міцності при одновісному стисненні до і після термообробки при температурі виготовлення породоруйнівного інструменту.

Вплив термоміцності алмазів на зносостійкість імпрегнованих бурових коронок вивчали при бурінні ними гірської породи в умовах, наближених до виробничих. Характер зносу окремих ділянок робочої поверхні коронки і поверхні алмазних зерен після буріння досліджували растровим електронним мікроскопом Zeiss EVO 50.

Встановлено, що з підвищенням термоміцності алмазів зносостійкість бурових коронок підвищується. Для високоміцних термостійких алмазів, що найбільш виступають з матриці і ефективно руйнують гірську породу, характерно микросколювання їх граней і відділення мікрофрагментів лускатого виду. Останнє може бути обумовлено високими температурними напругами на поверхні алмазів при безпосередньому контакті з гірською породою в процесі її руйнування. Показано переваги використання високоміцних термостійких алмазів в бурових коронках для підвищення показників їх працездатності.

***Ключові слова**: зносостійкість, термоміцність, синтетичні алмази, бурові коронки*

A. M. Isonkin, G. D. Il'nitskaya, I. N. Zaitseva, V. N. Tkach

CHARACTER OF WEAR OF SYNTHETIC DIAMONDS DIFFERENTSTRENGTH IN IMPREGNATED DRILL BITS

The aim of the work was to study the effect of the strength characteristics of synthetic diamonds on the nature of their wear during the destruction ofrock and the wear resistance of impregnated drill bits. The influence of temperature effects on synthetic diamond crystals was studied by the method oftheir strengthevaluating under uniaxial compression before and after the heat treatment at the temperature ofthe rock tool production . The effect of the thermal resistance of diamonds on the wear resistance of impregnated drill bits was studied when drilling rocks under conditions close to production ones. The wear pattern of individual parts of the working surface of the crown and the surface of diamond grains after drilling was examined with a Zeiss EVO 50 scanning electron microscope.

It has been established that the wear resistance of drill bits increases with an increase in the thermal strength of diamonds. For high-strength heat-resistant diamonds, the most protruding from the matrix and effectively destroying the rock, it is characteristic to microslide their faces and separate the microfragments of the scaly species. The latter can be caused by high temperature stresses on the surface of diamonds with direct contact with the rock during its destruction. The advantages of using high-strength heat-resistant diamonds in drill bits aimed to improve their performance are shown .

***Key words**: wear resistance, thermal strength, synthetic diamonds, drill bits*

Литература

1. Соловьев Н. В. Геологоразведочный породоразрушающий инструмент на основе алмазов и сверхтвердых материалов / Соловьев Н. В., Башкатов Д. Н., Третьяк А.Я., Власюк В. И., Богданов Р. К., Закора А. П., Будюков Ю. Е., Спирин В. И., Осецкий А. И., Исонкин А. М. – Новочеркаск: ЮГРТУ(НПИ), 2009. – 334 с.

2. Синтетические алмазы в геологоразведочном бурении / Под ред. В.Н. Бакуля. – К.: Наук. думка. 1978. –232 с.
3. Арцимович Г. В. Механофизические основы создания породоразрушающего бурового инструмента. –Новосибирск: Наука, 1985 г. –268 с.
4. Горшков Л. К., Гореликов В. Г. Температурные режимы алмазного бурения. – М.: Недра, 1992. –193 с.
5. Сил М. Трение и износ алмаза. Сб. докл. Лондон. конф. по смазке и износу. – М. 1959. – С. 57–61.
6. Лоладзе Т. Н., Бокучава Т. В. Износ алмазов и алмазных кругов. – М.: Машиностроение, 1967. – 112 с.
7. Тараканов С. И. Теория работы мелкоалмазной кольцевой коронки на забое. Материалы совещ. по алмаз. бурению. – Аппатиты, 1966 – С. 12–18.
8. Зыбинский П. В., Богданов Р.К., Исонкин А. М., Закора А. П. Сверхтвердые материалы в геологоразведочном бурении. – Донецк: Норд-Пресс, 2007. – 244 с.
9. Справочник по бурению геологоразведочных скважин. / Под ред. Козловского Е. А.; – С–Пб.: ООО «Недра», 2000. –712 с.
10. ТУ У 28.4-05417344-2003. Шлифпорошки синтетических алмазов марок АС200, АС250, АС300, АС350, АС400. Технические условия. Введ. 01.09.03. – К.: Госстандарт Украины, 2003. –10 с.
11. О связи между содержанием включений в синтетических алмазах и их магнитными свойствами / Г. П. Богатырева, В. Б. Крук, Г. Ф. Невструев и др. // Синтетические алмазы. – 1977. – Вып. 6. – С. 14–19.
12. Loubser J. H., Wik J. A. Electron spin resonance in the study of diamond // Rep. Progr. Phys. – 1978. – 41. – P. 1201–1248.

Поступила 16.05.18

References

1. Soloviev, N. V., Bashkatov, D. N ., Tretiak, A. Ya. et al. (2009). *Geologorazvedochnyi porodorazrushayushchii instrument na osnove almazov I sverkhtverdykh materialov [Geological prospecting rock-cutting tool based on diamonds and superhard materials]*. Novocherkask: YUGRTU(NPI) [in Russian].
2. Bakul, V. N. (Eds.) (1978). *Sinteticheskie almazy v geologorazvedochnom burenii*. Kyiv: Naukova dumka [in Russian].
3. Artsimovich, G. V. (1985) *Mekhanofizicheskiie osnovy sozdaniia porodorazrushaiushchego burovogo instrumenta[Mechanophysical foundations for the creation of a rock drill tool]*. Novosibirsk: Nauka [in Russian].
4. Gorshkov, L. K. & Gorelikov, V. G. (1992).*Temperaturnyie rezhimy almaznogo bureniia [Temperature regimes of diamond drilling]*. Moscow: Nedra [in Russian].
5. Sil, M. (1959) Treniie i iznos almaza [Friction and wear of diamond] *Konferentsiia po smazke i iznosu.* pp. 57-61 Moscow [in Russian].
6. Loladze, T. N. & Bokuchava, T. V. (1967) *Iznos almazov i almaznykh krugov* [*Wear diamonds and diamond wheels*]. Moscow: Mashinostroenie [in Russian].
7. Tarakanov, S. I. (1966) Teoriia raboty melkoalmaznoi koltsevoi koronki na zaboe. *Materialy soveshch. po almaz. bureniyu*. pp.12–18 Appatity [in Russian].

8. Zybinskii, P. V., Bogdanov, R. K., Isonkin, A. M., et al. (2007) *Sverkhtverdyye materialy v geologorazvedochnom burenii [Superhard materials in exploration drilling]*. Donetsk: Nord-Press [in Russian].
9. Kozlovskiy, Ye. A. (Eds.) (2000). *Spravochnik po bureniyu geologorazvedochnykh skvazhin*. Sankt-Peterburg: Nedra [in Russian].
10. *Shlifporoshki sinteticheskikh almazov marok AS200, AS250, AS300, AS350, AS400.* (2003) Tekhnicheskiye usloviya TU U 28.4-05417344-2003. Gosstandart Ukrainy. Kyiv.
11. Bogatyreva, G. P., Kruk, V. B., Nevstruiev, G. F. et al. (1977) O sviazi mezhdu soderzhaniiem vkliuchenii v sinteticheskikh almazakh i ikh magnitnymi svoistvami [On the relationship between the content of inclusions in synthetic diamonds and their magnetic properties]. *Sinteticheskiie almazy – Synthetic diamonds, 6*, 14–19. Kyiv [in Russian].
12. Loubser, J. H., Wik, J. A. (1978). Electron spin resonance in the study of diamond. *Rep. Progr. Phys., 41,* 1201–1248.

УДК 340.113:811.161.2

А. І. Вдовиченко, І. І. Мартиненко, академіки АТН України
Академія технологічних наук України, просп. акад. Глушкова,42
03680, м. Київ, Україна,e-mail: vdovichenkoai@gmail.com

ПРО СТАН НАУКОВИХ ОБҐРУНТУВАНЬ ЗАКОНОТВОРЧОСТІ В УКРАЇНІ ТА ЇХНІЙ ВПЛИВ НА ЯКІСТЬ ФОРМУВАННЯ ТА РЕАЛІЗАЦІЮ ДЕРЖАВНОЇ ПОЛІТИКИ В ЕНЕРГЕТИЧНІЙ СФЕРІ

У статті висвітлено істотні термінологічні вади, виявлені в текстах Закону України «Про альтернативні джерела енергії» та інших, пов'язаних з ним законів, які негативно впливають на якість формування і реалізацію державної політики в енергетичній сфері та суттєво гальмують розвиток нафтогазової і геологорозвідувальної галузей.

Відсутність науково обґрунтованих вимог щодо термінів та їхніх дефініцій у законодавчих документах спричиняє неузгодженість і невпорядкованість, призводить до нечіткості, неясності та неоднозначності у розумінні та застосуванні законодавчих приписів.

Закони, згадані в роботі не доповнюють і не розвивають один одного, а навпаки, дублюють, створюють колізії, проблеми і тому на практиці не працюють. Враховуючи цей висновок, Закон України «Про альтернативні джерела енергії» та інші йому подібні пропонується замінити всього декількома поправками до Закону України «Про енергозбереження». Для цього спочатку необхідно дати чітке визначення до терміна «звичайні джерела енергії», і лише після цього виникнуть підстави для наукового обґрунтовування другого основоположного терміна – «альтернативні джерела енергії», які можуть бути альтернативою «звичайним джерелам енергії».

Залучення широкого кола фахівців до обговорення і відпрацювання шляхів реального впливу наукової спільноти на процес удосконалення законотворчості в енергетичній сфері України має бути головною темою фахових наукових конференцій.

***Ключові слова**: наукове обґрунтування законотворчості, терміни, альтернатива, джерела енергії, енергозбереження, нафтогазовидобування, відновлювальні процеси.*

Важливим складником якості законодавчих актів є дотримання єдності термінології, її несуперечливість та логічна впорядкованість, відповідності національним та міжнародним термінологічним стандартам. Порушення вимог щодо термінів та їхніх визначень у законодавчих документах спричиняє неузгодженість і невпорядкованість, призводить до нечіткості, неясності та неоднозначності у розумінні та застосуванні законодавчих приписів.

Потенційно небезпечними є також порушення правил побудови дефініцій термінів у законодавчих актах, адже призначення законодавчих дефініцій і полягає в тому, щоб через чітке й однозначне визначення певного спеціального поняття забезпечити його правильне розуміння і практичне використання, запобігти будь-яким хибним тлумаченням. (Дефініція - стисле логічне визначення, яке містить у собі найістотніші ознаки визначуваного поняття) [1].

Аналіз чинної нормативно-правової бази свідчить про наявність різноманітних термінологічних вад у сучасному українському законодавстві через недотримання вимог щодо термінів та їхніх визначень, ігнорування елементарних правил формальної логіки у процесі побудови законодавчих дефініцій.

Академік НАН України Ю. С. Шемшученко вважає, що головною проблемою законотворчого процесу в Україні це відсутність наукового обґрунтування [2].

Дослідження сучасного стану цієї проблеми в енергетичній сфері викладено в роботах А. І. Вдовиченка, П. П. Єрмакова, М. П. Єрмакова, Н. М. Чернієнко [3,4]. Автори виявили в текстах Закону України «Про альтернативні джерела енергії» [5] та інших, пов’язаних з ним, законів істотні термінологічні вади, які негативно впливають на формування і реалізацію державної політики в енергетичній сфері та суттєво гальмують розвиток нафтогазової і геологорозвідувальної галузей, а також визначили деякі конкретні заходи для вирішення проблеми.

Метою статті є висвітлення цієї проблеми та залучення широкого кола фахівців до її обговорення і відпрацювання шляхів реального впливу наукової спільноти на процес удосконалення законотворчості в енергетичній сфері України.

Головним недоліком зазначених законів є невизначеність терміну «альтернативні джерела енергії». Замість наукового обґрунтування загальних принципів і підходів щодо віднесення джерел енергії до категорії альтернативних, в законах наведені обмежені переліки джерел енергії та видів палива, які взагалі суперечать поняттю «альтернатива».

Так, в Законі України «Про альтернативні джерела енергії» основоположний термін визначено: «Альтернативні джерела енергії - відновлювані джерела енергії, до яких належать енергія сонячна, вітрова, геотермальна, гідротермальна, аеротермальна, енергія хвиль та припливів, гідроенергія, енергія біомаси, газу з органічних відходів, газу каналізаційно-очисних станцій, біогазів, та вторинні енергетичні ресурси, до яких належать доменний та коксівний гази, газ метан дегазації вугільних родовищ, перетворення скидного енергопотенціалу технологічних процесів».

Тлумачним словником сучасної української мови [6] термін «альтернатива» визначається так: «Альтернатива (від лат**.** alter - один з двох) - наявність чи / та необхідність вибору між двома або кількома можливостями, що виключають одна одну. Кожна із цих можливостей». Синоніми до терміна: вибір, відповідь, виділення, рішення, вихід, заміна.

Враховуючи таке наукове тлумачення терміна «альтернатива» неприпустимо без відповідної прив’язки до умов подавати обмежений перелік альтернативних джерел енергії. В одних умовах джерело може бути альтернативою, а в інших навпаки - йому завжди можна знайти альтернативу.

Якщо розглядати сонячну енергію як безпосереднє джерело теплової і світлової енергії, то в планетарному масштабі альтернативи їй на сьогодні не існує. Але якщо сонячну енергію використовувати для генерації електричної енергії, яка надалі перетворюватиметься в теплову, світлову і механічну енергії, то вона уже не може бути альтернативою іншим

розповсюдженим джерелам енергії, за винятком деяких обмежених умов використання. І тому віднесення сонячної енергії як джерела електричної до загальної категорії альтернативних є неправомірним.

Вітрове джерело енергії також не може бути альтернативою в широких масштабах внаслідок значної залежності від кліматичних умов та інших обмежень. За відповідних умов і економічної доцільності це джерело в окремих віддалених районах, населених пунктах, фермах та будинках може повністю замінити звичайні джерела енергії в обмежених обсягах.

Гідротермальна енергія, визначена терміном закону як енергія, накопичена у формі теплової енергії в поверхневих водах, не може бути альтернативою для звичайних джерел енергії, тому що в Україні не існує поверхневих вод (озер, морів, річок) з постійною річною температурою понад 20^0С.

Термін «гідроенергія» уже включає в себе енергію припливних рухів, і тому додаткове згадування про енергію хвиль і припливів у законі є зайвим. Необхідно зауважити, що в природі України відсутнє таке явище, як припливи, і тому не зрозумілі підстави, за якими таке неіснуюче на теренах країни джерело енергії, було віднесене законом докатегорії альтернативних.

Щодо «біомаси», то в іншому Законі України «Про альтернативні види палива» [7] наведено таке формулювання цього терміна: «біомаса - невикопна біологічно відновлювана речовина органічного походження, здатна до біологічного розкладу, у вигляді продуктів, відходів та залишків лісового та сільського господарства (рослинництва і тваринництва), рибного господарства і технологічно пов'язаних з ними галузей промисловості, а також складова промислових або побутових відходів, здатна до біологічного розкладу».

Враховуючи таке узаконене визначення, у переліку альтернативних джерел може залишитись лише одна біомаса, а все інше (газ з органічних відходів, газ каналізаційно-очисних станцій і біогаз) є похідними, і тому вони підлягають вилученню із поданого в законі переліку для уникнення тавтології і плеоназму (дублювання, надлишку і надмірності).

У Законі України «Про енергозбереження» [8] є чітко визначений термін про вторинні енергетичні ресурси як енергетичний потенціал продукції, відходів, побічних і проміжних продуктів, який утворюється в технологічних агрегатах (установках, процесах) і не використовується в самому агрегаті, але може бути частково або повністю використаний для енергопостачання інших агрегатів (процесів). Не зрозуміло, за яким підходами до переліку альтернативних джерел енергії включено лише доменний і коксівний гази.

Всупереч усякій логіці, до альтернативних джерел законом віднесено газ метан дегазації вугільних родовищ, який є вичерпним і викопним. Від звичайного природного газу він відрізняється лише деякими особливостями видобутку і використання, що ускладнюють його ефективне широке застосування. Правові та інші засади цього газу видобування і використання регулюється Законом України «Про газ (метан) вугільних родовищ» [9].

Регулювання розвитку перетворення скидного енергопотенціалу технологічних процесів передбачено Законом України «Про комбіноване виробництво теплової та електричної енергії (когенерацію) та використання скидного енергопотенціалу» [10].

Підсумовуючи сказане, можна дійти висновку про відсутність скоординованого, теоретично обґрунтованого і цілісного підходу до процесу вдосконалення законодавства, що не дає змогу налагодити упорядковану, послідовну і виважену державну політику в енергетичній сфері.

Внаслідок такої недолугої політики увага влади і загалом всього суспільства не зосереджується на розв'язанні реальних і важливих проблем, а розпорошується на безліч другорядних заходів, інколи із сумнівним результатом.

Це пояснюється тим, що справжні професіонали не долучаються до законодавчого процесу, і водночас ухиляються від критичної оцінки нововведень. В публікаціях не

виявлено жодної наукової статті з аналізу законодавчих проблем галузі. Закони, згадані в цій роботі не доповнюють і розвивають один одного, а навпаки, дублюють, створюють колізії, проблеми і тому на практиці не працюють, за винятком тих моментів, коли потрібна підтасовка для отримання незаслужених преференцій за рахунок платників податків. І все це не сприяє розвитку вітчизняного виробництва, а інвестуються китайські, європейські та інші закордонні виробники.

Закон про альтернативні джерела енергії та інші йому подібні можна замінити всього декількома поправками до Закону України «Про енергозбереження».

Для цього необхідно внести до цього закону такий основоположний термін як «звичайні джерела енергії», до яких пропонується відносити розповсюджені джерела, які в загальному енергетичному балансі складають не менше 20%, незалежно від походження та інших ознак. Лише після цього виникнуть підстави для обґрунтовування другого основоположного терміну – «альтернативні джерела енергії», які можуть бути альтернативою звичайним джерелам енергії.

До альтернативних пропонується віднести такі джерела, які можуть ефективно замінити звичайні повністю, або не менше ніж 20% в загальному енергетичному балансі.

Пропонується також чітко встановити в законі розмір масштабів споживання, за якими визначається альтернатива. Це можуть бути масштаби країни, регіону, району, населеного пункту і окремого об’єкта споживання.

Наприклад, в масштабі країни альтернативою звичайному природному газу можуть бути лише атомна енергетика, крупна гідроенергетика і кам’яне вугілля. У масштабах регіону до цієї групи можна додати ще буре вугілля, торф, газ (метан) вугільних родовищ і нафтопродукти. У масштабі району додаються малі ГЕС, виснажені нафтогазові родовища і геотермальна енергія. Для населеного пункту перелік може розширюватись за рахунок термальних насосів, окремих виснажених нафтогазових свердловин і гірничих виробок, вторинних енергетичних ресурсів, скидного енергопотенціалу і біомаси. Для окремих об’єктів споживання альтернативою можуть бути усі інші наявні джерела енергії.

З часом, з розвитком технологій, із зміною умов споживання та інших факторів альтернатива може змінюватись на протилежне, і тому альтернативні джерела можуть тимчасово визначатись лише на рівні окремих населених пунктів і об’єктів для вирішення конкретних соціально-економічних питань.

Якщо врахувати появу нових переконливо доведених теоретичних і практичних доказів існування природного процесу відновлювання нафтогазових покладів, то можна сміливо стверджувати про невичерпність вуглеводного потенціалу земних надр [11].

За останніми дослідженнями вчених розробка родовищ нафти і газує найбільш екологічним видом промислової діяльності, а її розвиток не підвищує загрозу, а навпаки - масштабні заходи з інтенсифікації і оптимізації видобутку, вуглеводнів, особливо на виснажених родовищах, розв’язують глобальні екологічні проблеми [12]. Доведено, що нафта і газ постійно поступають із земних глибин з різною інтенсивністю, і якщо припиняється видобуток, то вуглеводний флюїд з часом виходить на поверхню, забруднюючи ґрунт, воду і повітря. Таке спостерігається сьогодні на старих нафтових промислах. Найбільша реальна загроза створюється у м. Бориславі, на території якого є тисячі закинутих шурфів і свердловин, через які просочується на поверхню нафта і газ, і відновлення яких є першочерговим завданням [13]. На превеликий жаль ця важлива проблема залишається поки що поза увагою суспільства.

Підсумовуємо: законотворчість в енергетичній сфері рухається в хибному напряму, що суттєво гальмує поступальний розвиток та створює кризовий стан в геологорозвідувальній і нафтогазовидобувній галузях.

Висновки і пропозиції викладені в роботі потребують ретельних обговорень в широкому колі наукової спільноти і фахівців цих галузей та повинно бути головною темою фахових наукових конференцій.

В статье освещены существенные терминологические недостатки, обнаруженные в текстах Закона Украины «Об альтернативных источниках энергии» и других, связанных с ним законов, которые негативно влияют на качество формирования и реализации государственной политики в энергетической сфере и существенно тормозят развитие нефтегазовой и геологоразведочной отраслей.

Отсутствие научно обоснованных требований по срокам и их дефиниций в законодательных документах вызывает несогласованность и неустроенность, приводит к нечеткости, неясности и неоднозначности в понимании и применении законодательных предписаний.

Законы, упомянутые в работе не дополняют и не развивают друг друга, а наоборот, дублируют, создают коллизии, проблемы и поэтому на практике не работают. Учитывая этот вывод, Закон Украины «Об альтернативных источниках энергии» и другие ему подобные предлагается заменить всего несколькими поправками в Закон Украины «Об энергосбережении». Для этого сначала необходимо дать четкое определение термину «обычные источники энергии», и только после этого возникнут основания для научного обоснования второго основополагающего термина - «альтернативные источники энергии», которые могут быть альтернативой "обычным источникам энергии».

Привлечение широкого круга специалистов к обсуждению и отработки путей реального влияния научного сообщества на процесс совершенствования законотворчества в энергетической сфере Украина должна быть главной темой профессиональных научных конференций.

***Ключевые слова**: научное обоснование законотворчества, сроки, альтернатива, источники энергии, энергосбережение, нефтегазодобычи, восстановительные процессы.*

A. I. Vdovychenko, I. I. Martynenko

ABOUT THE STATE OF SCIENTIFICSUBSTANTIATION CREATION OF LAWS IN UKRAINE AND THEIR INFLUENCE ON QUALITY OF FORMING AND REALIZATION OF PUBLIC POLICY IN POWER SPHERE

The article highlights significant terminological defects found in the texts of the Law of Ukraine "On Alternative Energy Sources" and other related laws that negatively affect the quality of the formation and implementation of state policy in the energy sector and significantly impede the development of the oil and gas and exploration industries.

The lack of scientifically substantiated requirements regarding the terms and their definitions in the legislative documents leads to inconsistency and disorder, leads to uncertainty, ambiguity and ambiguity in the understanding and application of legislative requirements.

The laws mentioned in the work do not complement and do not develop each other, but rather duplicate, create conflicts, problems and therefore do not work in practice. Taking into account this conclusion, the Law of Ukraine "On Alternative Energy Sources" and others similar to it is proposed to be replaced by only a few amendments to the Law of Ukraine "On Energy Saving". To do this, you must first clearly define the term "conventional energy sources" and only then will there be grounds for scientific substantiation of the second fundamental term, "alternative energy sources", which may be an alternative to "conventional energy sources."

Involving a wide range of specialists in discussing and working out the ways of the actual influence of the scientific community on the process of improving law-making in the energy sector of Ukraine should be the main topic of professional scientific conferences.

***Key words**: scientific substantiation of lawmaking, terms, alternative, sources of energy, energy conservation, oil and gas extraction, recovery processes.*

Література

1. Артикуца Н. В.Законодавчі терміни та їх визначення // Наукові записки. Том 90, Юридичні науки / Національний університет "Києво-Могилянська академія". – К.: ПУЛЬСАР. – 2009. – С. 39–44.

2. Відсутність наукового обґрунтування — проблема законотворчого процесу в Україні (інтерв'ю з академіком НАН України Ю. С. Шемшученком) // Вісник Національної академії наук України. – 2015. – № 7. – С. 3–7.
3. Вдовиченко А. І., Єрмаков П. П., Єрмаков М. П. Проблеми термінології в формуванні та реалізації державної політики в нафтогазовій сфері. // Нафта і газ. Наука – Освіта – Виробництво: шляхи інтеграції та інноваційного розвитку: матеріали Всеукраїнської науково-технічної конференції (м. Дрогобич, березня 2018р). – Дрогобич: ТзОВ «Трек – ЛТД». – 2018. – С. 48 – 51.
4. Вдовиченко А. І., Чернієнко Н. М. Альтернативні джерела енергії: наслідки законодавчих прогалин // Нафта і газ. Наука – Освіта – Виробництво: шляхи інтеграції та інноваційного розвитку: матеріали Всеукраїнської науково-технічної конференції (м. Дрогобич, березня 2018р). – Дрогобич: ТзОВ «Трек – ЛТД». – 2018. – С. 48 – 51.
5. Закон України «Про альтернативні джерела енергії». (Відомості Верховної Ради України (ВВР), 2003, № 24, ст.155) . Із змінами станом на 13.04.2017 № 2019–VIII, (ВВР, 2017, № 27–28, ст.312). Електронний ресурс: http://zakon2. rada.gov.ua/laws/show/555–15
6. Загнітко А. П. Тлумачний словник сучасної української мови. – Донецьк: ТОВ «БКФ «БАО», 2009. – 960с.
7. Закон України «Про альтернативні види палива». (Назва Закону в редакції Закону N 1391–VI (1391–17) від 21.05.2009) (Відомості Верховної Ради України (ВВР), 2000, N 12, ст. 94). Електронний ресурс:http://zakon0. rada.gov.ua/laws/show/1391–14.
8. Закон України «Про енергозбереження» (Відомості Верховної Ради України (ВВР), 1994, N 30, ст.283). Електронний ресурс:http://zakon5. rada.gov.ua/laws/show/74/94–вр
9. Закон України «Про газ (метан) вугільних родовищ». (Відомості Верховної Ради України (ВВР), 2009, № 40, ст. 578). Електронний ресурс: http://zakon3. rada.gov.ua/laws/show/1392–17.
10. Закон України «Про комбіноване виробництво теплової та електричної енергії (когенерацію) та використання скидного енергопотенціалу» (Відомості Верховної Ради України (ВВР), 2005, № 20, ст. 278. Електронний ресурс: http://zakon0.rada.gov.ua/laws/show/ru/2509–15.
11. Вдовиченко А. І. До питання відновлення вуглеводних покладів // Нафта і газ. Наука – Освіта – Виробництво: шляхи інтеграції та інноваційногорозвитку: матеріали Всеукраїнськогонауково-технічної конференції (м. Дрогобич, 2–3 березня 2017р). – Дрогобич: ТзОВ «Трек – ЛТД». – 2017. – С. 48 – 51.
12. Вдовиченко А. І. Відновлювальні нафогазовидобувні технології у вирішенні глобальних екологічних і економічних проблем / А.І. Вдовиченко // Матеріали міжнародної конференції «Форум гірників – 2016», 5 – 8 жовтня 2016 р., м. Дніпро. – Д: Національний гірничий університет. – 2016. – Т.1. – С. 31 – 37.
13. Яремийчук Р. С. Нефтяная реанимация // Нефтяное обозрение «ТЕРМИНАЛ». – 2015. – №21 (763). – С. 10 – 11.

Надійшла 21.06.18

References

1. Artykutsa, N. V. (2009). *Zakonodavchi terminy ta yikh vyznachennia [Legislative terms and their onsdeterminati]*. Kyiv: Pulsar [in Ukrainian].
2. Vidsutnist naukovoho obgruntuvannia — problema zakonotvorchoho protsesu v Ukrayini (interviu z akademikom NAN Ukrainy Yu. S. Shemshuchenkom) [Lack of scientific

substantiation – the problem of the legislative process in Ukraine] (interview with academician of the National Academy of Sciences of Ukraine Yu. S.Semeshuchenko). *Visnyk Natsionalnoi akademii nauk Ukrainy (2015). – Bulletin of the National Academy of Sciences of Ukraine.7* (pp. 3–7).

3. Vdovychenko, A. I. Yermakov, P. P., Yermakov, N. P.(2018). Problemy terminologii v formuvanni ta realizatsii derzhavnoi polityky [Problems of terminology are in forming and realization of public policy in an oil and gas sphere]. Nafta i haz. Nauka – Osvita – Vyrobnytstvo: shliakhy intehratsii ta innovatsiinoho rozvytku: *materialy Vseukrainskoi naukovo-tekhnichnoii konferentsii (8–9 bereznia 2018) – Materials of the All-Ukrainian Scientific and Technical Conference.* (pp. 48–51). Drohobych: TzOV «Trek – LTD» [in Ukrainian].
4. Vdovychenko, A. I. Cherniienko, N. N. (2018). Alternatyvni dzherela energii: naslidky zakonodavchikh progalyn [Alternative energy sources: the consequences of legislative gaps]. Nafta i haz. Nauka – Osvita – Vyrobnytstvo: shlyakhyintehratsiyi ta innovatsiynohorozvytku: *materialy Vseukrainskoi naukovo-tekhnichnoi konferentsii (8–9 bereznya 2018) – Materials of the All-Ukrainian Scientific and Technical Conference.* (pp. 48–51). Drohobych: TzOV «Trek – LTD» [in Ukrainian].
5. Zakon Ukrainy “Pro alternatyvni dzherela energii» [Law of Ukraine "Aboutalternative energy sources"]. (2003). Vidomosti Verkhovnoi Rady Ukrainy – Information from the Verkhovna Rada of Ukraine, *24, 155*[in Ukrainian].
6. Zagnitko, A. P. (2009). *Tlumachnyi slovnyk suchasnoi movy [An Explanatory Dictionary of Modern Ukrainian Language]*. Donetsk: BKF BAO [in Ukrainian].
7. Zakon Ukrainy «Pro alternatyvni vydy palyva» [Law of Ukraine " About alternative fuels]. (2000) Vidomosti Verkhovnoi Rady Ukrainy – Information from the Verkhovna Rada of Ukraine, *12, 94* [in Ukrainian].
8. Zakon Ukrainy “Pro energozberezhennia” [Law of Ukraine “About energy saving”]. (1994). Vidomosti Verkhovnoi Rady Ukrainy – Information from the Verkhovna Rada of Ukraine, *30, 283* [in Ukrainian].
9. Zakon Ukrainy «Pro haz (metan) vuhilnykh rodovyshch” [Law of Ukraine «About gas (methane) of coal deposits»].(2009).Vidomosti Verkhovnoi Rady Ukrainy – Information from the Verkhovna Rada of Ukraine, *40, 578* [in Ukrainian].
10. Zakon Ukrainy «Pro kombinovane vyrobnytstvo teplovoi ta elektrychnoi energii (koheneratsiiu) ta vykorystannia skydnoho enerhopotentsialu” [The Law of Ukraine "About combined heat and power production (cogeneration) and utilization of the renewable energy potential"]. (2005).Vidomosti Verkhovnoi Rady Ukrainy – Information from the Verkhovna Rada of Ukraine, *20, 278* [in Ukrainian].
11. Vdovychenko, A. I. (2017). Do pytannya vidnovlennia vuhlevodnykh pokladiv [To the issue of recovery of carbohydrates]. Nafta i haz. Nauka – Osvita – Vyrobnytstvo: shliakhy intehratsii ta innovatsiinoho rozvytku: *materialy Vseukrainskoi naukovo-tekhnichnoi konferentsii (02–03 bereznia 2017) – Materials of the All-Ukrainian Scientific and Technical Conference.* (pp. 48–51). Drohobych: TzOV «Trek – LTD» [in Ukrainian].
12. Vdovychenko, A. I. (2016). Vidnovliuvalni naftohazovydobuvni tekhnolohii u vyrishenni hlobalnykh ekolohichnykh i ekonomichnykh problem [Renewable oil and gas extraction technologies in solving global environmental and economic problems]. *Materialy mizhnarodnoi konferentsii «Forum hirnykiv – 2016» (5 – 8 zhovtnia 2016) – Materials of the international conference "Forum of miners – 2016”.* (1, pp. 31 – 37). Dnipro: National Mining University [in Ukrainian].
13. Yaremiychuk, R. S. (2015). Neftianaia reanimatsia [Oil Resuscitation]. *Neftianoe obozrenie «TERMINAL» – Oil review «TERMINAL», 21,* 10–11 [in Ukrainian].

УДК 622.24

А. А. Кожевников, д-р техн. наук, профессор; **Н. А. Науменко,** асп.

Национальный технический университет «Днепровская политехника», пр. Дмитрия Яворницкого 19, 49000, г. Днепр, Украина, e-mail: aak2@ua.fm

АНАЛИЗ ШИРИНЫ ГРАВИЙНОЙ ОБСЫПКИ ГРАВИЙНЫХ ФИЛЬТРОВ БУРОВЫХ СКВАЖИН

Целью научного исследования является анализ подбора ширины гравийной обсыпки для гравийных фильтров буровых скважин. Основным научным подходом в решении поставленной цели был научный анализ существующего производственного и экспериментального опыта подбора ширины гравийной обсыпки для гравийных фильтров. В статье проведен анализ ширины обсыпки гравийного фильтра и сделаны рекомендации по определению ширины обсыпки в зависимости от коэффициента межслойности. Уменьшение коэффициента межслойности приводит к уменьшению толщины обсыпки, что также приводит к пескованию скважин. Поэтому, единственным способом улучшить фильтрационные свойства гравийных фильтров, исключив при этом пескование, является применение двух- или многослойных фильтров. Результаты исследований будут использованы для проектирования гравийных фильтров. Практическое значение заключается улучшить фильтрационные свойства гравийных фильтров.

***Ключевые слова**: скважина, ширина обсыпки, гравийный фильтр, гравийная обсыпка, фильтрация.*

Введение

При сооружении эксплуатационных скважин на воду возникают проблемы, важнейшими из которых являются снижение себестоимости добычи, предотвращение экологического загрязнения и нарушения структуры подземных горизонтов. Снижение себестоимости добычи полезного ископаемого возможно в основном за счет сооружения высокодебитных скважин, наиболее полно использующих потенциал продуктивного пласта [1].

Существенный резерв снижения себестоимости добычи заключается в минимизации эксплуатационных затрат, которые зависят от наличия в добываемом полезном ископаемом песка и других инородных примесей, и энергетических затрат на откачку. Сравнительно незначительное снижение себестоимости в общем балансе достигается минимизацией капитальных затрат на сооружение скважины в основном за счет упрощения конструкции в комбинации с последующим комплексом работ на стадии заканчивания по повышению дебита и предотвращению выноса песка. Проблема сохранения структуры продуктивного пласта, а, следовательно, стабильности дебита во времени зависит от успеха мероприятий по предотвращению выноса песка или других обломочных фракций. Кроме этого, вынос песка резко увеличивает расходы на эксплуатацию месторождения [2].

Наиболее качественными и долговечными с точки зрения эксплуатации водозаборных скважин являются гравийные фильтра. Однако на сегодняшний день нет единого мнения о ширине гравийной обсыпки таких фильтров, которая и влияет в конечном итоге на диаметр скважины и соответственно на себестоимость добычи.

Целью статьи *является анализ подбора ширины гравийной обсыпки для гравийных фильтров буровых скважин.*

Основной материал

От ширины гравийного фильтра зависит суффозионная устойчивость и удельная производительность скважины. Влияние ширины гравийного фильтра на вынос песка необходимо рассматривать в непосредственной связи с коэффициентом межслойности. При правильно подобранном коэффициенте межслойности ширина обсыпки, предотвращающей вынос песка, может быть незначительной. Если в качестве обсыпки использовать неоднородную смесь или смесь с большим коэффициентом межслойности, то ее ширина, задерживающая песок, существенно увеличивается.

С. В. Комиссаров исследовал зависимость объема вынесенного песка от ширины обсыпки для различных коэффициентов межслойности [1].

Опыты показали, что гравий размером 0,5-1 мм полностью удерживает частицы 0,1-0,25 мм при толщине слоя засыпки 35 мм. С увеличением коэффициента межслойности вынос песка увеличивается, однако он может стабилизироваться за счет увеличения ширины фильтра. При коэффициентах межслойности 2-10 фильтр толщиной 15 мм пропускал примерно столько же песка, как и фильтр с коэффициентом межслойности 5–20 толщиной 50 мм. Частицы диаметром 2 - 3 мм почти не удерживали мелкого песка, в том числе и частиц 0,25 мм при исследуемой толщине обсыпки, ограниченной 50 мм [1].

Р. Сеусье исследовал на модели влияние ширины гравийного фильтра на объем вынесенного песка. В процессе эксперимента ширина гравийной обсыпки изменялась от 25 до 80 мм. При размере частиц гравия не более шестикратного диаметра частиц песка увеличение ширины гравийного фильтра не влияло на объем вынесенного песка. Если размер гравия превышал шестикратный размер песчаных частиц, то при увеличении ширины гравийного фильтра количество вынесенного песка снижалось [2].

Эти выводы подтверждаются опытами С. В. Комиссарова., Р. Эллис отмечает, что теоретически при правильном подборе размеров гравийной обсыпки предупреждение выноса песка из коллектора в скважину обеспечивает фильтр толщиной, соответствующей трем диаметрам гравийных частиц. Т. Ландресс рекомендует принимать минимальную толщину гравийной обсыпки, равную пяти диаметрам частиц гравия. Китайский инженер Ю. Чанг проводил эксперименты по определению минимально допустимой ширины гравийной обсыпки при различных режимах эксплуатации. Полученные данные свидетельствуют о том, что ширина гравийного фильтра в 3-5 диаметров частиц не обеспечивает задержание частиц песка при высоких скоростях фильтрации. При сооружении гравийных фильтров в высокодебитных водозаборных скважинах минимально допустимая ширина обсыпки должна быть 10 мм.

Действующими нормативными документами регламентируется механизм подбора гравия в соответствии с коэффициентом межслойности 8–12, что не обеспечивает предотвращение пескования при малой толщине обсыпки. С. К. Абрамов рекомендует минимально допустимую толщину обсыпки для указанных коэффициентов межслойности 50 мм. И. Ф. Володько считает, что фильтр толщиной 30 - 35 мм устойчив к проникновению песка, но с учетом несоосности установки фильтровой колонны в скважине рекомендуемая ширина обсыпки составляет 45 - 50 мм. К аналогичному выводу пришел и В. М. Гаврилко [2].

Указанные рекомендации справедливы для однородных по мощности в отношении фракционного состава продуктивных пластов. В случае сложения пласта из чередующихся пропластков более и менее крупных частиц на некоторых интервалах фильтра коэффициент межслойности может значительно превышать рекомендуемые СНиП 8-12 и ширины обсыпки 30-50 мм недостаточно для предотвращения пескования. М. Г. Оноприенко отмечает, что надежнее принимать толщину гравийной обсыпки 150-200 мм. Однако, в некоторых случаях создание фильтров такой мощности экономически нецелесообразно, а иногда и не позволяет избежать пескования. Им разработана методика дифференцированного подхода к выбору

ширины обсыпки исходя из неоднородности пластового песка и коэффициентов межслойности (рис. 1). При коэффициентах межслойности менее 6-7 минимальная ширина обсыпки должна составлять 10 мм [2].

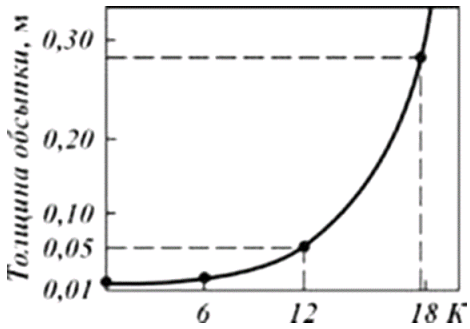


Рис. 1. Зависимость рекомендуемой ширины гравийной обсыпки от коэффициента межслойности [2]

С увеличением межслойного коэффициента до 10–12 ширина обсыпки должна быть не менее 50–60 мм, а до 16–18–250–320 мм. При коэффициентах межслойности более 18 скважина, как правило, не застрахована от пескования при любой толщине фильтра и интервалы, сложенные наиболее тонкими частицами, в этом случае рекомендуется перекрывать глухой трубой. Рациональная конструкция скважины в интервале фильтра выбирается так. Определяют фракционный состав наиболее обильных по данным геофизических исследований и экспресс-опробования продуктивных интервалов. Средний диаметр частиц этих интервалов умножают на рекомендуемый коэффициент межслойности, равный 6, и получают необходимый средний диаметр гравийной смеси [2].

Исходя из необходимости предотвращения пескования в таких интервалах достаточная ширина обсыпки составляет 10 мм, а с учетом несоосности установки колонны - 15-20 мм. Диаметр вскрытия пласта должен на 30–40 мм превышать наружный диаметр фильтра-каркаса. При уменьшении среднего диаметра частиц с удалением от периферийных зон наиболее обильного интервала коэффициент межслойности растет и увеличивается рациональный диаметр скважины в интервале продуктивного пласта. При уменьшении среднего диаметра частиц (по сравнению с наиболее обильным интервалом) в два раза, что соответствует коэффициенту межслойности 12, рациональный диаметр скважины должен на 100-120 мм превышать диаметр фильтра-каркаса. В интервалах, сложенных частицами размером в 3 раза меньшим, чем размер частиц наиболее обильных интервалов, диаметр скважины должен превышать диаметр фильтра-каркаса на 500–640 мм [2].

С. В. Комиссаров на основе анализа уравнения Щелкачева [3, 4] выявил теоретическую зависимость дебита скважины от ширины слоя гравия для различных коэффициентов фильтрации гравия (табл. 1).

Влияние ширины гравийного фильтра на его дебит несущественное. Увеличение ширины фильтра в 50 раз повышает дебит от 20 до 55 %. Проницаемость обсыпки также не приводит к существенному изменению производительности. Увеличение коэффициента фильтрации обсыпки в 10 раз приводит к росту дебита от 5 до 10 % [2].

А. Ж. Муфтахов и В. И. Фоменко теоретическим путем установили, что с целью повышения дебита скважины нет смысла увеличивать толщину обсыпки более 20–50 мм[1].

Практически все исследователи рекомендуют для повышения производительности скважины увеличивать ее диаметр. Различия в рекомендациях касаются только диаметра фильтра, превышать который не целесообразно.

Таблица 1.**Зависимость дебита скважины от ширины слоя гравия для различных коэффициентов фильтрации**

Коэффициент фильтрации гравия, м/сут.	Дебит скважины (в $м^3$/ч) при толщине слоя гравия, м							
	0,1	0,2	0,3	0,5	1	2	3	5
10	358	362	370	372	392	410	420	435
20	362	380	388	391	425	455	475	505
30	366	382	392	400	435	470	495	530
50	368	384	396	410	440	485	510	550
100	370	388	400	412	455	500	530	580
Без засыпки	370	390	403	415	460	510	540	600

Подведем итог проведенного анализа:

1) при проектировании гравийного фильтра следует учитывать, что фильтрация увеличивается с уменьшением коэффициента межслойности;

2) оптимальный коэффициент межслойности для гравийного фильтра равен 6;

3) в соответствии с рекомендациями автора [2] коэффициент межслойности внутреннего и наружного слоев двухслойного фильтра равен 4.

На сегодняшний день, как показал анализ [1], рекомендуемая толщина гравийной обсыпки составляет 50 мм. Однако такие фильтры, имея коэффициент межслойности равный 12, не обеспечивают должной скорости фильтрации и качества очистки воды от пород горизонта. При этом уменьшение коэффициента межслойности приводит к уменьшению толщины обсыпки, что также приводит к пескованию скважин. Поэтому, единственным способом улучшить фильтрационные свойства гравийных фильтров, исключив при этом пескование, является применение двух- или многослойных фильтров.

Выводы

Таким образом в статье:

- проведен анализ ширины обсыпки гравийного фильтра;
- сделаны рекомендации по определению ширины обсыпки в зависимости от коэффициента межслойности.

Метою наукового дослідження є аналіз підбору ширини гравійної обсипання для гравійних фільтрів бурових свердловин. Основним науковим підходом у вирішенні поставленої мети був науковий аналіз існуючого виробничого і експериментального досвіду підбору ширини гравійної обсипання для гравійних фільтрів. У статті проведено аналіз відмінностей обсипок в залежності від міжшарового коефіцієнта. Скорочення міжшарового коефіцієнта призводить до зменшення товщини обсипання, що також призводить до пескування свердловин. Тому, на шляху вдосконалення фільтруючих властивостей гравійних фільтрів, виключивши при цьому пескування, є застосування двох- або багатошарових фільтрів. Результати досліджень будуть використані для проектування гравійних фільтрів. Практичне значення полягає в поліпшенні фільтраційних властивостей гравійних фільтрів.

***Ключові слова**: свердловина, ширина обсипання, гравійний фільтр, гравійна обсипання, фільтрація.*

A. A. Kozhevnykov, N. A. Naumenko

ANALYSIS OF THE WIDTH OF THE GRAVIC BACK OF THE GRAVEL FILTERS OF DRILLING WELLS

The purpose of the scientific study is to analyze the width of the gravel dump for gravel borehole filters. The main scientific approach in the solution of the goal was a scientific analysis of the existing production and experimental experience of selecting the width of gravel dumps for gravel filters. In the article, the analysis of the differences in the coverings is performed depending on the degree of interlayering. Reducing the interlayer coefficient leads to a decrease in the thickness of the coating, which also leads to the sanding of the wells. Therefore, on the way improvement of filtering properties of gravel filters, while excluding sanding, is the use of two- or multi-layer filters. The results of the research will be used for the design of gravel filters. Practical value is to improve the filtration properties of gravel filters.

***Key words**: well, spreading width, gravel pack, gravel dump, filtration.*

Литература

1. Башкатов А .Д. Предупреждение пескования скважин. М.: «Недра», 1991. – 176 с.
2. Башкатов А. Д. Прогрессивные технологии сооружения скважин. М.: «Недра-Бизнесцентр», 2003. – 556 с.
3. Щелкачев В. Н. Лапук Б. Б. Подземная гидравлика: Учебное пособие для вузов. – М.: Ижевск : РХД, 2001. – 735 с.
4. Пономарева И. Н., Мордвинов В. А. Подземная гидромеханика: Учебное пособие. – Пермь: Перм. гос. техн. ун-т, 2009. – 103 с.

Поступила 02.06.18

References

1. Bashkatov, A. D. (1991). *Preduprezhdenie peskovaniya skvazhin[Prevention of gyration of wells]*. Moscow: Nedra [in Russian].
2. Bashkatov, A. D. (2003). *Progressivnyie tehnologii sooruzheniya skvazhin[Progressive technologies of well construction]*.Moscow: Nedra-Biznestsentr [in Russian].
3. Shchelkachev,V. N.,&Lapuk,B. B. (2001). *Podzemnaia gidravlika: Uchebnoe posobie dlya vuzov [Underground Hydraulics: A Textbook for Universities]*. Moscow: Izhevsk RKHD [in Russian].
4. Ponomareva, I. N., & Mordvinov, V. A. (2009). *Podzemnaia gidromehanika: Uchebnoe posobiie [Underground hydromekhanics: Textbook]*. – Perm [in Russian].

УДК 622.245

Я. С. Коцкулич, д-р техн. наук[1]; **Д. Ю. Мочернюк**, д-р техн. наук[2];
О. Б. Марцинків, канд. техн. наук[1]

[1]Івано-Франківський національний технічний університет нафти і газу, м. Івано-Франківськ, Україна
[2]Національний університет «Львівська політехніка», м. Львів, Україна

ВПЛИВ ПОВЕРХНЕВИХ ЯВИЩ НА СТІЙКІСТЬ СТІНОК СВЕРДЛОВИНИ

Проведено аналіз впливу поверхневих явищ на стійкість стінок свердловини. Показано, що гірський масив, який є пружнім півпростором, навантажений внутрішніми силами поля гравітації і в ньому не можуть виникати умови пластичності або текучості гірських порід. Досліджено концентрацію напружень на стінках ствола свердловини.

***Ключові слова**: стійкість, поверхневі явища, гірський тиск, напруження, гідростатичний тиск*

Сучасна технологія буріння глибоких нафтогазових свердловин, переважно ґрунтується на наукових підходах до регулювання фізико-хімічних властивостей бурових промивальних рідин шляхом добирання відповідних хімреагентів [1, 2]. Однак такий підхід, на нашу думку, треба вважати дещо паліативним через те, що зміна властивостей бурової промивальної рідини спричинюється поверхневими явищами дисперсних частинок тієї гірської породи, яка безпосередньо руйнується бурильним інструментом. Очевидно, що той комплекс пластів, який розташований вище за вибій свердловини, мусить тривалий час залишатися поза увагою, що призводить до різного виду ускладнень, зумовлених нестабільністю стінок свердловини. Тепер такі ускладнення усуваються спусканням проміжної колони обсадних труб, що спричиняє великі витрати коштів і часу.

Спочатку з'ясуємо властивості поверхневих явищ. Руйнування твердого тіла будь-яким способом полягає у подоланні його міцності, що супроводиться утворюванням нових поверхонь відокремлення, які вступають у взаємодію з оточуючим середовищем. Робота утворювання нових поверхонь витрачається на подолання сил зчеплення між тими елементарними частинками, які примусово опинилися у поверхневому шарі, а не в об'ємі. Якщо рівнодійна сил взаємодії між елементарними частинками всередині тіла дорівнює нулю, то у поверхневому шарі ця рівнодійна вже не дорівнює нулю і спрямована всередину тієї фази, у якої сили зчеплення більші. Таким чином, на новоутворюваній поверхні твердого тіла, що межує з рідким чи газовим оточуючим середовищем, виникає надлишок вільної енергії, який має назву поверхневої енергії або поверхневого натягу. Тобто, поверхневий натяг є мірою некомпенсованості сил між елементарними частинками у поверхневому шарі.

Наприклад, на контакті поверхні води з повітрям рівнодійна сил поверхневого натягу спрямована всередину об'єму води. Під впливом цієї рівнодійної сили поверхня води обтискується і поводить себе так, буцімто у неї є плівка типу «шкіри». Цим пояснюється явище, коли металева голка плаває на поверхні води [3, 4].

Паліативне перенесення результатів дослідження механіки матеріалів, одержаних в наземних умовах, і застосування цих результатів до геомеханіки посприяло хибним припущенням про те, що гірські породи в умовах гірського масиву характеризуються такими самими властивостями, як і на поверхні Землі під час лабораторних випробувань за стандартними методиками. На підставі такої аналогії вважається, що гірські породи у яких

коефіцієнт Пуассона $\nu \cong 0,5$ в умовах гірського тиску мусять перебувати у пластичному стані.

Якщо взяти до уваги, що масив гірських порід являє собою пружний півпростір, навантажений внутрішніми силами, зумовленими полем гравітації, то цей випадок можна експериментально змоделювати лише за допомогою центрифуги, а не взаємодією поверхонь двох тіл чи систем в наземних лабораторних умовах.

Беручи до уваги, що поле сил гравітації має строго орієнтований напрямок дії до центра земної кулі, то очевидно, що у кожній точці напруженого масиву гірських порід існує така система координатних осей X, Y і Z, які одночасно є головними напрямками трьохосьового напруженого стану. Таким чином, напружений стан масиву гірських порід визначається лише трьома, а не шістьома числами, а це свідчить, що застосування тензорної характеристики напруженого стану непотрібне.

Отже, у масиві гірських порід виникає трьохосьовий напружений стан, який характеризується трьома компонентами, дві з яких бокові і рівні між собою, тому еліпсоїд головних напружень набуває форми тіла обертання [5]

$$\sigma_Z = -\sum_{i=0}^{n} \rho_i \cdot g \cdot z_i ; \tag{1}$$

$$q_x = q_y = k \cdot \sigma_Z , \tag{2}$$

де ρ_i– густина гірських порід кожного і-го шару (пласта) висотою z_i;
g – прискорення вільного падіння;
k – коефіцієнт бокового стискання, яким позначено співвідношення

$$k = \frac{\nu}{1-\nu} \tag{3}$$

Характеристика напруженого стану масиву гірських порід [5, 6] спричинила назву гірського тиску, але це поняття іноді дещо спотворюється. Причиною цього треба вважати беззастережне перенесення результатів досліджень матеріалів при взаємодії двох механічних систем, що контактують між собою, на системи у яких виникають внутрішні сили взаємодії між елементарними частинками під впливом сили гравітації. Зважаючи на те, що ці два поняття дуже різні за фізичним змістом, виникає потреба дещо пояснити.

Зовнішні сили виникають лише при взаємодії між собою двох окремих механічних систем, коли джерелом вектора сили є контакт поверхонь між двома матеріальними точками (двома тілами).

Внутрішні сили, що викликані полем гравітації, інерції, магнітного притягання, не являються результатом дії контакту двох тіл, бо вони характеризуються фізичними полями, що спричинюють взаємодію між елементарними частинками всередині окремо взятого тіла (механічної системи), яке розглядається.

Отже, гірський тиск характеризує напружений стан всередині масиву гірських порід, викликаний полем сил гравітації (власною вагою) і наділений трьома нерівними нульовими головними напруженнями [5, 6], з яких два рівні між собою. Неоднорідність фізико-механічних характеристик гірських порід у стратиграфічному розрізі геологічної будови земної кори свідчить, що гірський тиск залежить не тільки від глибини, але й від типу гірських порід.

Оскільки масив гірських порід під дією сил тяжіння може деформуватися лише вертикально, то закон Гука має вигляд [6, 7]

$$\varepsilon_Z = -\frac{\sigma_Z}{E^*} , \tag{4}$$

де $E^* = \frac{E \cdot (1-\nu)}{(1+\nu)\cdot(1-2\cdot\nu)}$ - модуль гравітаційного стискання масиву (з боковим обмеженням від дії безмежного півпростору);

E – модуль лінійної деформації матеріалу без бокового обмеження [6, 7].

Із закону Гука [6] бачимо, що при однакових величинах σ_Z величина деформації ε_Z залежить тільки від модуля E^*, тобто від коефіцієнта Пуассона ν.

З викладеного вище бачимо, що ототожнювання гірського тиску з гідростатичним є некоректним підходом до фізичного змісту цих величин, бо гірський тиск у даній точці характеризується трьома векторними величинами стискання [5, 6], з яких лише дві рівні між собою. причому, величина гірського тиску залежить від кута нахилу площини на яку він діє, так як у цьому разі виникають дотичні напруження за рахунок відповідного зменшення головних напружень (поворот векторів головних напрямків). Зате гідростатичний тиск у даній точці, який є скалярною величиною, від кута нахилу площини, на яку він діє, не залежить.

З цього бачимо, що між гідростатичним і гірським тисками є істотна різниця, бо ці величини однакові лише за розмірністю, але різні за фізичними характеристиками. Гірський тиск є тривекторним напруженим станом (геостатичним напруженням), а гідростатичний тиск є скалярною величиною.

Таким чином, у подальшому під гірським тиском будемо розуміти геостатичне напруження, яке лише в одному частинному випадку може переходити у скалярну величину, коли коефіцієнт Пуассона $\nu \cong 0{,}5$, а коефіцієнт бокового стискання $k \cong 1$.

Акустичні характеристики гірських порід свідчать, що гірський масив наділений ідеально пружними властивостями та ізотропністю, що підтверджується об'ємним законом Гука, який характеризує об'ємну деформацію

$$\theta = -\frac{\sigma_{окт}}{K^*}, \tag{5}$$

де $\sigma_{окт} = -\frac{(\sigma_Z + 2\cdot q)}{3}$ - октаедричне напруження;

K^* – модуль об'ємної деформації, яким записано співвідношення:

$$K^* = \frac{E^*}{3\cdot(1-2\cdot\nu)} = \frac{E\cdot(1-\nu)}{3\cdot(1+\nu)\cdot(1-2\cdot\nu)^2}. \tag{6}$$

Аналізуючи (5), разом із (6) бачимо, що при $\nu \cong 0{,}5$, $K^* \to \infty$ і тоді об'ємна деформація відсутня, $\theta = 0$. З цього переконуємося, що гірські породи, яким властивий коефіцієнт $\nu \cong 0{,}5$, відносяться до ідеально пружних нестисливих матеріалів.

І, навпаки, якщо $\nu \cong 0$, тоді $E^* \cong E$, $K^* \cong k \cong \frac{E}{3}$ і це є найменший із можливих модулів, коли об'ємна деформація набуває екстремального значення $\theta \cong -\frac{3\cdot\sigma_{окт}}{E}$.

Тепер розглянемо напружений стан матеріалу в умовах гірського тиску. Якщо візьмемо до уваги класифікацію головних напружень для умов гірського тиску за алгебричними ознаками $\sigma_1 > \sigma_2 > \sigma_3$ у вигляді

$$\begin{aligned} \sigma_1 &= \sigma_X = q = -k\cdot\sigma_Z; \\ \sigma_2 &= \sigma_Y = q = -k\cdot\sigma_Z; \\ \sigma_3 &= \sigma_Z = -\rho\cdot g\cdot z, \end{aligned} \tag{7}$$

тоді різниця між головними напруженнями (7) дає змогу виразити числові значення дотичних напружень, що виникають на площинах паралельних до головних напрямків

$$\tau_{1,3} = \frac{\sigma_1 - \sigma_3}{2} = \frac{\sigma_Z \cdot (1-k)}{2};$$
$$\tau_{2,3} = \frac{\sigma_2 - \sigma_3}{2} = \frac{\sigma_Z \cdot (1-k)}{2}; \qquad (8)$$
$$\tau_{1,2} = \frac{\sigma_1 - \sigma_2}{2} = 0.$$

Якщо взяти до уваги, що для крихких гірських порід коефіцієнт Пуассона коливається в межах $0{,}1 \le \nu \le 0{,}325$, то на підставі (8) констатуємо, що максимальні величини дотичних напружень перебувають в межах $0{,}445 \cdot \sigma_2 \le \tau_{1,3} = \tau_{2,3} \le 0{,}259 \cdot \sigma_2$. Оскільки допустима міцність гірських порід (кристалічних і осадових) не перевищує $\tau_{max} \le 200$ МПа, то очевидно, що під дією цих величин дотичних напружень гірські породи зазнали руйнування і перебувають у крихкому стані. Тріщини у крихких гірських породах утворилися на площинах паралельних до головних напружень σ_1 і σ_2, що нахилені під кутом $\alpha \cong 45^0$ до зенітної прямої Z. Можна зробити припущення, що утворювання тектонічних тріщин відбувалося за рахунок інтенсифікації гірського тиску під час землетрусів, коли сейсмічні хвилі гармонійно змінюють величину осьового напруження - σ_2. Таким чином, можна стверджувати, що пласти, які утворені з однорідних гірських порід перебувають у крихкому стані і є природними резервуарами зберігання флюїдів (води, нафти та газу).

Утворювання вертикальних тектонічних тріщин у масиві гірських порід малоймовірні, бо дотичні напруження (8) на площинах паралельних до головного напруження σ_Z відсутні. Що стосується гіпотези про існування горизонтально розташованих тектонічних тріщин, то ця гіпотеза позбавлена будь-яких підтверджень.

Крім головних напружень в теорії напруженого стану особливе місце посідають так звані октаедричні напруження, що виникають на площинах рівнонахилених до всіх трьох головних напрямків напружень $q_x = q_y \ge \sigma_Z$. Такі площини можна розглядати, як грані правильного восьмигранника (октаедра), осі якого збігаються з напрямами головних напружень.

Нормальні $\sigma_{окт}$ і дотичні $\tau_{окт}$ октаедричні напруження для умов гірського тиску запишуться у вигляді

$$\sigma_{окт} = -\frac{1}{3} \cdot (2 \cdot q + \sigma_Z) = -\frac{\sigma_Z}{3} \cdot (1 + 2 \cdot k); \qquad (9)$$

$$\tau_{окт} = \frac{2}{3} \cdot \sqrt{\tau_{1,3}^2 + \tau_{2,3}^2 + \tau_{1,2}^2} = \frac{\sqrt{2}}{3} \cdot \sigma_Z \cdot (1-k). \qquad (10)$$

З цих виразів бачимо, що закономірність розподілу нормальних (9) і дотичних (10) октаедричних напружень залежить від коефіцієнта бокового обмеження ν. При $\nu = 0$, $\sigma_{окт} = -\frac{\sigma_Z}{3}$, $\tau_{окт} = \frac{\sqrt{2}}{3} \cdot \sigma_Z$, а при $\nu = 0{,}5$, $\sigma_{окт} = -\sigma_Z$, $\tau_{окт} = 0$.

З цього видно, що апріорне припущення деяких дослідників про те, що геологічні пласти, представлені кам'яною сіллю або глинами, для яких $\nu \cong 0{,}5$, перебувають у пластичному стані і схильні до текучості позбавлене всяких підстав.

Буріння глибоких нафтогазових свердловин супроводиться локальним збільшенням напружень навколо отвору ствола свердловини внаслідок різкої зміни суцільності будови гірського масиву і ця задача давно привертає увагу дослідників гірничої справи. Концентрація напружень, що викликана наявністю свердловини присутня біля самого ствола, але із збільшенням відстані від її осі додаткові напруження інтенсивно зменшуються і на невеликій відстані від отвору свердловини набувають такого самого значення, як і за відсутності свердловини.

Беручи до уваги, що концентрація дотичних напружень на стінках свердловини радіусом *a* швидко вщухає, тому нема ніяких підстав припускати, що ці дотичні напруження можуть спричинювати розриви пластів сформованих із крихких матеріалів, для яких $0{,}1 \le \nu \le 0{,}325$, бо на відстані $r = 4 \cdot a$ від осі свердловини величина дотичних напружень становить біля 6 % від початкової.

Якщо взяти до уваги, що на площинах паралельних радіусу свердловини у крихких гірських породах вже існують тектонічні тріщини, то можна очікувати, що ці природні тріщини під дією величини гідростатичного тиску можуть зазнавати розширення (розкриття) і поглинати промивальну рідину. Це явище спостерігається повсюдно і одержало назву «гідравлічний розрив пласта», але така назва встановилася чисто прагматично і теоретичними дослідженнями не підтверджується.

Аналізуючи компоненти дотичних напружень (8) бачимо, що вони залежать від коефіцієнта бокового стискання *k*, числове значення якого визначається виразом (3), а також від коефіцієнта *C*, який характеризує співвідношення між гідростатичним тиском промивальної рідини та геостатичним напруженням

$$C = \frac{p}{\sigma_Z} \tag{11}$$

Дослідження задачі методами теорії пружності про концентрацію напружень гірських порід на контурі стінок свердловини, заповненої промивальною рідиною, коли $r = a$ дало такий результат оцінки величин нормальних і дотичних октаедричних напружень:

а) величини нормальних октаедричних напружень визначаються виразом (9);

б) величини октаедричних дотичних напружень визначаються виразом

$$\tau_{окт} = \frac{\sigma_Z}{6} \cdot \sqrt{2 + 6 \cdot C^2 + 8 \cdot k^2 - 4 \cdot k - 12 \cdot k \cdot C}\,. \tag{12}$$

Якщо тепер підставимо числові значення величин *C* і *k* для двох екстремальних випадків, коли густина промивальної рідини ρ_p коливається в межах $1200 \le \rho_p \le 2000$ кг/м^3 у формули (9) і (12), тоді одержимо закономірності зміни $\sigma_{окт}$ і $\tau_{окт}$ для всього діапазону типів гірських порід, у яких $0{,}1 \le \nu \le 0{,}497$.

Узагальнюючи викладене вище можна зробити такі практичні висновки:

1. Відомі експериментальні результати механічних випробувань зразків гірських порід за методикою Кармана, та інших дослідників, у камерах високого тиску з одночасною зміною різниці величин між головними напруженнями, не можуть бути перенесені на умови гірського масиву, бо ця методика побудована на взаємодії двох механічних систем, які створюють умови зовнішнього, а не внутрішнього навантажування на елементарні частинки матеріалу зразка.

2. Експериментальне моделювання дії об'ємної сили гравітації, на зразок гірської породи, можливе лише за допомогою центрифуги, але в цьому немає потреби, бо всю потрібну для розрахунків інформацію можна одержати на підставі стандартних геофізичних вимірювань.

3. Оскільки для гірських порід, у яких $\nu = 0,5$, $\tau_{max} = 0$, то вести мову про пластичність або текучість в умовах гірського масиву безпідставно, бо зміна форми матеріалу залежить тільки від наявності дотичних напружень.

4. Концентрація напружень на стінках свердловини залежить тільки від типу гірських порід і не залежить від діаметра, глибини та форми контура свердловини. Теоретичне обґрунтування концентрації напружень на стінках свердловини при різних значеннях коефіцієнтів *C* і *k* дає можливість прогнозувати потрібну величину гідростатичного тиску у кожному конкретному випадку.

Проведен анализ влияния поверхностных явлений на устойчивость стенок скважин. Показано, что горный массив, который является упругим полупространством, нагруженный внутренними силами поля гравитации и в нем не могут возникать условия пластичности или текучести горных пород. Исследовано концентрацию напряжений на стенках ствола скважины.

Ключевые слова: *устойчивость, поверхностные явления, горное давление, напряжение, гидростатическое давление.*

Y. S. Kotskulych, D. Y. Mocherniuk, O. B. Martsynkiv

THE INFLUENCE OF SURFACE PHENOMENA ON THE STABILITY OF WELLBORE

It has carried out an analysis of the influence of surface phenomena on the stability of the wellbore. It has shown that a rock mass, which is an elastic half-space, is loaded with internal forces of the gravitational field, and conditions of plasticity or rock flowage can not appear inside of it. The concentration of stresses on the wellbore is investigated.

Key words*: stability, surface phenomena, rock pressure, tension, hydrostatic pressure.*

Література

1. Васильченко А. О., Локтєв С. В., Боровик М. В., Яремійчук Я. С., Филь В. Г., Андрусяк А. М. Захист стінок свердловини. Перегляд ролі реагентів // Нафтова і газова промисловість. – 1998. – № 3. – С. 18–20.
2. Витрик В. Г., Мрозек Е. Р., Пятунин А. И., Каралаш Н. В. и др. Разработка и промышленные испытания нового типа полимер-калиевого бурового раствора // Строительство нефтяных и газовых скважин на суше и на море. – 1997. – № 8. – С. 19–21.
3. Браун Т., Лемей Г. Ю. Химия в центре наук: В 2-х ч. – М.: Мир, 1983. – 448 с. и 520 с.
4. Мороз А. С., Ковальова А. Г. Фізична та колоїдна хімія. – Львів: Світ, 1994. – 280 с.
5. Желтов Ю. П. Деформации горных пород. – М.: Недра, 1966. – 197 с.
6. Мочернюк Д. Ю. Теоретичне обґрунтування техніко-економічних переваг буріння похило спрямованих свердловин з довгими горизонтальними ділянками // Збірник УНГА «Проблеми нафтогазового комплексу України». – Київ, 2002. – С. 59-68.
7. Moczerniuk D. Fizyko-mechaniczne charakterystyki skat znajdujących się w warunkach naprężeń górotworu // Nafta – Gaz, № 6 – 7, 2002. S. 359–362.

Надійшла 14.08.17

References

1. Vasylchenko A. O., Loktiev S. V., Borovyk M. V.at al. (1998). Zakhyst stinok sverdlovyny. Perehliad roli reahentiv [Protecting the walls of the well. Revision of the role of reagents] *Naftova i hazova promyslovist.– Oil and gas industry, 3,* 18–20 [in Ukrainian].
2. Vitrik V. H., Mrozek E. R., Piatunin A. I. at ol. (1997). Razrabotka i promyshlennye ispytaniia novoho tipa polimer-kalievoho burovoho rastvora [Development and industrial tests of a new type of polymer-potassium drilling mud] *Stroitelstvo neftianykh y hazovykh skvazhin na sushe i na more. – Construction of oil and gas wells on land and at sea, 8,* 19–21 [in Russian].
3. Braun T.&Lemei H. Yu. (1983). *Khimiia v tsentre nauk [Chemistry in the center of science]*. Moskow: Mir [in Russian].
4. Moroz A. S.&Kovalova A.H. (1994) *Fizychna ta koloidna khimiia [Physical and colloidal chemistry]*. Lviv: Svit [in Ukrainian].
5. Zheltov Yu. P. (1966) *Deformatsii hornykh porod [Deformations of rocks]*. Moscow: Nedra [in Russian].
6. Mocherniuk D. Yu. (2002) Teoretychne obgruntuvannia tekhniko-ekonomichnykh perevah burinnia pokhylo spriamovanykh sverdlovyn z dovhymy horyzontalnymy diliankamy [Theoretical substantiation of technical and economic advantages of drilling inclined directional wells with long horizontal sections] *ZbirnykUNHA «Problemynaftohazovohokompleksu Ukrainy». – UOGA Collection "Problems of oil and gas sector of Ukraine"*, 59–68 [in Ukrainian].
7. Moczerniuk D. (2002) Fizyko-mechaniczne charakterystyki skat znajdujących się w warunkach naprężeń górotworu [Physical-mechanical skat characteristics under the stresscondition softherockmass] *Nafta – Gaz. – Oil – Gas, 6 – 7,* 359–362. [in Polish].

УДК 622.243.144.3

А. І. Вдовиченко, І. І. Мартиненко, академіки АТН України[1]**; М. П. Єрмаков**, канд. техн. наук[2]

[1]Академія технологічних наук України, проспект Академіка Глушкова, 42 03680, м. Київ, e-mail: vdovichenkoai@gmail.com
[2]Науково-виробничого об'єднання «НІКОС»,вул. Левaневського,51200, м. Новомосковськ, Україна, e-mail: nikosdp@ukr.net

СУЧАСНІ ВІТЧИЗНЯНІ ЕМУЛЬСОЛИ ДЛЯ ОБРОБКИ БУРОВИХ ПРОМИВАЛЬНИХ РІДИН

Метою роботи є визначення перспектив застосування сучасного емульсолу Е2ЄД виробництва української компанії НВО «НІКОС» на підставі досвіду практичного використання і лабораторних досліджень.

Досліджувались результати впровадження цього емульсолу під час буріння свердловин на кар'єрах Інгулецького та Полтавського гірничо-збагачувальних комбінатів, а також алмазного буріння геологорозвідувальних свердловин в умовах Українського щита.

На відміну від інших емульсолів, які випускаються українськими виробниками, зокрема Бердянським АТ «Азмол» (ЕТ2У, ОЕМ), в яких основною складовою є мінеральні олії, у складі нового типу емульсолу переважає більш екологічна натуральна відновлювальна сировина.

Особливістю розробленої емульсії є те, що вона універсальна. Залежно від умов використання концентрацією складових компонентів та присадок регулюються змащувальні властивості, стійкість та інші параметри.

Наведено результати лабораторних досліджень. Отримано позитивні результати та висновок про те, що емульсол Е2ЄД можна використовувати для покращення змащувальних властивостей бурових розчинів під час буріння нафтових і газових свердловин.

Лабораторними дослідженнями виявлено позитивний вплив емульсолу Е2ЄД на седиментацію грубо дисперсного шламу в промивальній рідині. На підставі проведених досліджень емульсол Е2ЄД визна однією із найкращих змащувальних добавок, яка має значні перспективи свого застосування для обробки бурових промивальних рідин в сучасних умовах.

Ключові слова: *бурові промивальні рідини, змащувальні добавки, емульсоли, алмазне буріння, буріння нафтогазових свердловин.*

Метою роботи є визначення перспектив застосування як ЗД сучасних емульсолів вітчизняного виробництва на підставі вивчення результатів досвіду практичного використання і проведених лабораторних досліджень.

Науково-виробничим підприємством «НІКОС» у співпраці із ДП УкрНДІ «МАСМА» було розроблено універсальний емульсол на основі продуктів переробки рослинної олії – ріпакової олії Е2ЄД [1].

Емульсол Е2ЄД – водна композиція низькотоксичних поверхнево-активних речовин (ПАР) і антифрикційних добавок, виготовлена з продуктів переробки однорічної рослинної сировини. За оптимальної концентрації емульсолу (2%) поверхневий натяг промивальної води знижується до 30,0 мДж/м^2, а коефіцієнт тертя металу по породі – до 0,17 та забезпечується стабільність емульсії в жорстких водах до 340 мг-екв/л.

З 1995 року розпочалося масове виробництво цього емульсолу та широке його впровадження в металообробці та залізобетонному виробництві – для змащування форм.

З 1998 року новий емульсол було впроваджено для буріння свердловин буровими установками СБШ-250 на кар'єрах Інгулецького гірничо-збагачувального комбінату.

Результати показали, що додавання 2% такого емульсолу до води, яка подається в систему продувки свердловини, сприяє кращому очищенню забою від шламу та змащує опори доліт, що також підвищує продуктивність буріння. Стійкість доліт діаметром 250 мм типу ОК під час буріння міцних залізистих кварцитів збільшилась на 25-40% за питомих витрат емульсолу 0,25 кг на 1 м проходки. Загальні обсяги використання емульсору досягли 200 тонн на рік.

З 2008 року в подібних умовах емульсол широко використовувався Полтавським гірничо-збагачувальним комбінатом в обсягах до 100 тонн на рік.

З 2007 року розпочато впровадження емульсолу Е2ЄД в Ковельській ГРЕ ДРГП «Північгеологія» для геологорозвідувального буріння в умовах Чемерпольської золоторудної дільниці в межах Савранської металогенічної зони південно-західної частини Українського щита в Середньому Побужжі [2]. Додавання 2% емульсолу до малоглинистого розчину густиною 1,08 г/см3 суттєво покращили його параметри, що дало змогу зменшити поглинання промивальної рідини, підвищити стійкість стовбура свердловини та значно поліпшити техніко-економічні показники бурових робіт. Під час бурінння по міцних тріщинуватих породах (мігматити, гнейси, амфіболіти) механічна швидкість зросла на 25%, а стійкість алмазних коронок діаметром 76 мм збільшилась на 35%. Середні витрати емульсії становили 2,0 кг на 1 м пробуреної свердловини.

З використанням цього емульсолу Ковельською ГРЕ (2008-2010) було пробурено 2,5 тис. м снарядами із знімальними керноприймачами (СЗК) буровою установкою імпортного виробництва фірми «Атлас Копко» алмазними коронками діаметром 76-96 мм в умовах Чемерпільської золоторудної, Липнягівської хромітової, Пержанської флюоритової та Кухотської алмазної дільницях.

Отримано також позитивні результати використання емульсолу Кременчуцькою ГРЕ КП «Південукргеологія» на Кременчуцькому залізорудному родовищі, Правобережною ГРЕ – на геолзйомці, ТОВ «Укрбурсервіс» – під час пошуків золота на Закарпатті, ТОВ «Магма» і ПП «Жадан» – під час розвідки будівельних матеріалів в межах Українського щита.

Лабораторією мастильно-холодильних технологічних засобів ДП УкрНДІНП «МАСМА» проведено роботи з удосконалення рецептури в напрямку підвищення технологічних, техніко-економічних та екологічних показників емульсолу Е2ЄД. На відміну від інших емульсолів, які випускаються українськими виробниками, зокрема Бердянським АТ «Азмол» (ЕТ2У, ОЕМ), в яких основною складовою є мінеральні олії, у складі нового типу емульсолу переважає більш екологічна натуральна відновлювальна сировина. Лабораторією виконано великий обсяг досліджень з метою вибору спеціальних присадок, які суттєво підвищують біостійкість концентрованого емульсолу під час зберігання та сприяють швидкому розпаду її за умови потрапляння в довкілля та утилізації. За рахунок ретельно підібраних добавок підвищено стійкість емульсолу в робочих концентраціях у водах високої мінералізації жорсткістю до 20 мГ- екв/літр.

Особливістю розробленої емульсії є те, що вона універсальна. Залежно від умов використання концентрацією складових компонентів та присадок регулюються змащувальні властивості, стійкість та інші параметри.

На емульсол розроблені технічні умови ТУ У24.6-30740752-004:2007 та отримано висновок санітарно-епідеміологічної експертизи №602-123-20-1/11230 від 14.04.2017 р.

Випробувальною лабораторією бурових і тампонажних розчинів НТП «Бурова техніка» було проведено попередні дослідження впливу емульсолу на розчини, які використовуються для буріння нафтогазових свердловин. Отримані позитивні результати та висновок (2010) про те, що емульсол Е2ЄД можна використовувати для покращення

змащувальних властивостей бурових розчинів під час буріння нафтових і газових свердловин [3].

Результати останніх досліджень свідчать, що навіть незначні добавки (до 1%) емульсолу до базового розчину густиною 1,025 г/см3 суттєво покращують змащувальні властивості (Кз), які зменшується з 30 до 13,2, а коефіцієнт тертя кірки (КТК) зменшується з 0,25 до 0,13. При цьому основні параметри розчину не погіршуються. В'язкість (Т) підвищується з 30 до 45 с, водовіддача (В) зменшується з 13 до 12 $см^3$ за 30 хв. Добавка 2% емульсолу різко збільшує в'язкість до «не тече», водовіддачу до 11$см^3$, при цьому Кз знижується до 4,9, а КТК до 0,12.

Якщо в розчині є 5 % KCL, додавання емульсолу не змінює основних параметрів та КТК. Проте Кз зменшується з 23 до 8,8, що впливає позитивно. Вміст 1 % КМЦ в такому розчині без емульсолу збільшує в'язкість до 170 с, зменшує водовіддачу до 3 $см^3$, а товщину кірки (ТК) до 0,5 мм. За додавання емульсолу до 2 % в'язкість зменшується до 98 с, водовіддача збільшується до 4 $см^3$, товщина кірки не змінюється. Водночас Кз зменшується до 11,4 а КТК до 0,11.

Вміст 26 % NaCL та 1 % КМЦ в базовому розчині збільшує його в'язкість до 112 с, знижує водовіддачу до 3 $см^3$, а товщину кірки до 0,5 мм. Додавання емульсії до 2% знижує в'язкість до 47 с без зміни водовіддачі та товщини кірки. При цьому Кз зменшується до з 13,6 до 11,5 а КТК – з 0,25 до 0,1.

Наведені результати свідчать про те, що емульсол доцільно використовувати для регулювання основних параметрів бурових розчинів з одночасним покращення змащувальних властивостей.

Дослідженнями, проведеними ТОВ «КОРОНА», було виявлено позитивний вплив емульсолу Е2ЄД на седиментацію грубо дисперсного шламу в промивальній рідині [4].

Наведені результати лабораторних, експериментальних та виробничих випробувань дають підстави вважати емульсол Е2ЄД виробництва НВО «НІКОС» одним із найкращих вітчизняних емульсолів, який має значні перспективи широкого використання для обробки бурових промивальних рідин.

Подальші дослідження варто розширити у визначенні зони оптимального застосування цього емульсолу під час буріння свердловин в різних геолого-технічних умовах.

Як змащувальні добавки (ЗД) до бурових промивальних рідин здебільшого застосовують нафту та добавки на основі мінеральних олій, які мають низькі екологічні властивості. Широке використання високо екологічних імпортних ЗД стримується їхньою високою вартістю. Тому розробка і впровадження ефективних екологічних вітчизняних ЗД, які не поступаються імпортним, є актуальною проблемою.

Целью работы является определение перспектив применения современного эмульсола Э2ЕД производства украинской компании НПО "НІКОС" на основе опыта практического использования и лабораторных исследований.

Исследовались результаты внедрений этого эмульсола при бурении скважин на карьерах Ингулецкого и Полтавского горно-обогатительных комбинатов, а также при алмазном бурении геологоразведочных скважин в условиях Украинского щита. В отличие от других эмульсолов, которые выпускаются украинскими производителями, в частности Бердянским АО "Азмол" (ЭТ2У, ОЭМ), в которых основной составляющей являются минеральные масла, в составе нового типа эмульсола преобладает более экологическое натуральное восстанавливающее сырье.

Особенностью разработанной эмульсии является то, что она универсальна. В зависимости от условий использования концентрацией составных компонентов и присадок регулируются смазочные свойства, стойкость и другие параметры.

Приведены результаты лабораторных исследований. Получены позитивные результаты и вывод о том, что эмульсол Э2ЕД можно использовать для улучшения смазочных свойств буровых растворов при бурении нефтяных и газовых скважин.

Лабораторными исследованиями было установлено позитивное влияние эмульсола Э2ЕД на седиментацию грубо дисперсного шлама в промывочной жидкости. На основе проведенных исследований эмульсол Э2ЕД признан одной из наилучших смазочных добавок, которая имеет значительные перспективы своего применения для обработки буровых промывочных жидкостей в современных условиях.

Ключевые слова:*буровые промывочные жидкости, смазочные добавки, эмульсолы, алмазное бурение, бурение нефтегазовых скважин.*

A. I. Vdovychenko, I. I. Martynenko, N. P. Yermakov

MODERN DOMESTIC EMULSOLS FOR PROCESSINGDRILLING FLUID

The purpose of the work is to determine the prospects for using the modern emulsol E2ЄД manufactured by the Ukrainian company "NIKOS" based on the experience of practical use and laboratory research. The results of the implementation of this emulsol during the drilling of wells were investigated in the quarries of Ingulets and Poltava mining and processing plants, as well as in the diamond drilling of exploration wells under the conditions of the Ukrainian shield.Unlike other emulsols produced by Ukrainian manufacturers, in particular Berdyansk AT «AZMOL» (ET2U, OEM) *in which the main component is mineral oils, in the new type of emulsol, more environmentally friendly natural regenerative raw materials predominate. The feature of the developed emulsion is that it is universal.Depending on the conditions of use, the concentration of component components and additives regulates lubricating properties, stability and other parameters.The results of laboratory tests of the testing» are positive results and the conclusion that emulsol* E2ЕД *is allowed to be used to improve the lubricating properties of drilling fluids during drilling of oil and gas wells.The researches conducted have established the positive influence of emulsol* E2ЄД *on the sedimentation of roughly dispersed mud in the drilling fluid. Based on the studies conducted, emulsol* E2YED *is defined as one of the best lubricants that has significant prospects for its application to* drilling fluid *in modern conditions.*

Key words: *drilling rinsing fluids, lubricants, emulsols, diamond drilling, drilling of oil and gas wells.*

Література

1. Емульсоли Е2ЄД. Технічні умови ТУ У24.6-30740752-004:2007. ДККП 24.66.31. УКДД 75.100.
2. Вдовиченко А. И., Кириченко С. П. Результаты применения эмульсола Е2ЄД при алмазном бурении // 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. 104 – 110.
3. Вдовиченко А. І., Єрмаков М. П. Перспективи використання нових емульсолів в бурінні свердловин // БУРІННЯ. – 2011. - № 7. – С. 32 – 36.
4. Вдовиченко А. И., Ермаков П. П., Ермаков Н. П. Влияние добавок эмульсола на седиментацию шлама в промывочной жидкости // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – Вып. 16. – Киев: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2013. – С. 189 – 192.

Надійшла 12.06.18

References

1. Emulsoly E2YED. Tekhnicheskie usloviia [Emulsols E2YED. Specifications]. (2007)TU 24.6-30740752-004:2007. DKKP 24.66.31. UKDD 75.100.

2. Vdovychenko, A. I., & Kirichenko, S. P. (2008). Rezultaty primeneniia emulsola E2-YED [Results of application of emulsol E2-YED in diamond drilling]. *Porodorazrushaiushchii i metallobrabatyvaiushchii instrument – tekhnika, tekhnologiia ego izgotovleniia i primeneniia. – Rock Destruction and Metal-Working Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications, 11 ,* 89–92 [in Ukrainian].

3. Vdovychenko, A. I., Yermakov, N. P. (2011). Perspektyvy vykorystania novykh emulsolov v burinni sverdlovyn [Prospects for the use of new emulsols in drilling wells]. *Burinnia – Drilling, 7,* 32 – 36 [in Ukrainian].

4. Vdovychenko, A. I., Yermakov, N. P., Yermakov, P. P. (2013). Vliianiie dobavok emulsola na sedimentatsiiu shlama v promyvochnoi zhidkosti [Influence of emulsol additives on sedimentation of mud in drilling fluid**].** *Porodorazrushaiushchii i metallobrabatyvaiushchii instrument – tekhnika, tekhnologiia ego izgotovleniia i primeneniia. – Rock Destruction and Metal-Working Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications, 16,* 189 – 192 [in Ukrainian].

УДК 622.24

А. І. Вдовиченко, акад. АТН України[1], **М. І. Мазко[2], Є. І. Олійник**[3]

Академія технологічних наук України, просп. акад. Глушкова,42, 03680, м. Київ, Україна, e-mail: vdovichenkoai@gmail.com
[2]Спілка буровиків України, вул. Анрі Барбюса, 9, 03680, м. Київ, Україна, e-mail: m.i.mazko@ukr.net
[3]ТОВ «Проектно-будівельна компанія», 88001, вул. Волошина, 1,а, Минай, м. Ужгород, Україна, e-mail: budkomplex2@ukr.net

ЗАСТОСУВАННЯ МОДЕРНІЗОВАННОГО ВІТЧИЗНЯНОГО УСТАТКУВАННЯ В БУРІННІ ГЕОТЕРМАЛЬНИХ СВЕРДЛОВИН

Досліджено досвід відновлення і модернізації спрацьованої вітчизняної бурової установки 1БА-15В-М та застосування її в бурінні гідротермальних свердловин, в умовах Закарпаття. Наведено перелік змін у конструкції бурової установки внесених для покращення її технічних характеристик. Для збільшення вантажопідйомності з 200 до 300 кН висоту верхньої секції щогли вкоротили на 3 м. Також було реконструйовано крон-блок, кількість роликів на ньому було збільшено з 3 до 4. Несучі конструкції щогли були зміцнено через встановлення додаткових поясів. Транспортний автомобіль МАЗ-5337 замінено на КрАЗ-257.

Проаналізовано результати буріння гідротермальної свердловини цією установкою та імпортними буровими установками AGBO G750 Germany та T4WAtlasCopco в аналогічних умовах. Зафіксовано високу ефективність застосування модернізованої бурової установки порівняно з імпортними.

Досягнуто підвищення основних техніко-економічних показників: комерційної швидкості в 1,4–1,9 разів; технічної – в 1,2–1,3; рентабельності – в 3,5. Внаслідок істотного скорочення амортизаційних та паливних витрат собівартість 1 м свердловини зменшено на 27 %, а зарплати обслуговуючому персоналу збільшені на 73%.

Рекомендовано використовувати відновлені та модернізовані бурові установки 1БА-15В для буріння геотермальних свердловин в умовах Закарпаття глибиною до 1000 м.

Основним напрямом підвищення ефективності буріння гідротермальних а також подібних свердловин є вдосконалення вітчизняної техніки і розширення області її оптимального застосування.

***Ключові слова**: вітчизняні бурові установки, відновлення та модернізація бурового устаткування, буріння геотермальних свердловин.*

Підвищення ефективності буріння глибоких свердловин з метою розвідки та розробки родовищ термальних вод є одним із важливих напрямів у використанні відновлювальної геотермальної енергії.

Для спорудження геотермальних свердловин глибиною з 800 до 1600 м Закарпатською геологорозвідувальною експедицією використовувався стаціонарний буровий агрегат ЗІФ-1200МР [1]. Буріння здійснювалось колонковим способом з повним відбиранням керну і розбурюванням шарошковими долотами під обсадні колони діаметром 168–324 мм. Терміни спорудження однієї свердловини залежно від глибини становили від 120 до 240 діб.

Впровадження сучасних імпортних бурових установок для спорудження термальних свердловин у Закарпатті (2012 – 2015 рр.) не дало особливих результатів, що спонукало до пошуку альтернативи. Аналіз видатних досягнень вітчизняних технологій показав, що їх резерв ще не вичерпаний, і в сучасних умовах, за відповідногодоопрацювання, їх оптимальне використання може бути високоефективним [2].

Мета роботи – оцінити доцільність застосування відновлених і модернізованих вітчизняних бурових установок для буріння геотермальних свердловин в умовах Закарпаття.

Термін «вітчизняне» у цій роботі використовується для бурового устаткування виробництва країн СНД, яке широко розповсюджене в Україні та має достатні потужності для повного і економічно вигідного забезпечення комплектуючими для їх відновлення і модернізації українськими підприємствами.

ТОВ «Проектно-будівельна компанія» за підтримки Спілки буровиків України та з науковим супроводом Академії технологічних наук України у 2017 році здійснила відновлення та модернізацію відпрацьованої бурової установки 1БА-15В (1990 року випуску) виробництва Кунгурського машинобудівного заводу (Росія).

В конструкцію бурової установки внесено такі зміни:

1. Верхню розкладну секцію бурової щогли була укорочено на 3 м, перероблено на суцільну, нерухомо скріплено із нижньою секцією.

2. Крон-блок було реконструйовано для збільшення кількості роликів з 3 до 4.

3. Несучі конструкції щогли зміцнено додатковими елементами.

4. Для надійного закріплення нерозбірної щогли при транспортуванні додатково встановлено підпори на платформі автомобіля.

5. Транспортний автомобіль МАЗ-5337 замінено на КрАЗ-257, що дало змогу збільшити потужність приводного двигуна з 180 до 240 к. с., крутний момент з 6800 до 9000 Нм при швидкості обертання 1500 об/хв. Більша довжина автомобіля КрАЗ (на 3 м) забезпечує надійне транспортування бурової без розкладання щогли.

Внаслідок проведеної модернізації вантажопідйомність бурової установки збільшилась з 200 до 300 кН, істотно підвищилась потужність на привід бурового насосу і ротору, що дало змогу збільшити максимальну глибину буріння термальних свердловин до 1000 м.

Модернізованою буровою установкою 1БА-15В-М успішно пробурено термальну свердловину глибиною 868 м поблизу м. Ужгород Закарпатської області. Раніше в аналогічних умовах були пробурено дві свердловини імпортними установками *AGBOG750 Germany* і *T4W Atlas Copco*, результати яких взято для порівняння при визначенні ефективності проведеної модернізації.

У поданих нижче таблицях наведено основні показники по свердловинам (табл. 1), усереднені геологічні умови (табл. 2), конструкцію свердловин (табл. 3), баланс робочого часу (табл. 4), результати відпрацювання доліт (табл. 5), основні технічні характеристики бурових установок (табл. 6) та основні економічні показники (табл. 7), досягнуті в результаті здійснених новацій.

Таблиця 1. **Основні показники по свердловинах**

№ з. п.	Показник	Одиниця виміру	По свердловинам		
			1-Ч	1-3Г	1-ПБК
1	Місце розташування		ур.Чигосуг на околиці м. Берегове	с. Барвінок на околиці м. Ужгород	с. Минай на околиці м. Ужгород
2	Замовник		ТОВ «Глобал Проект Інвест Ломперстаз»	ТОВ «Золота Гірка»	ТОВ «Проектно-будівельна компанія»
3	Виконавці		Компанія «Акваплус»	ДП «Українська геологічна компанія»	ТОВ «Проектно-будівельна компанія»
	Тип бурової установки, виробник		*AGBO G750 Germany*	T4W *Atlas Copco*	1БА15В-М КунгМЗ Росія
5	Глибина	м	1112	814	868
6	Терміни буріння	початок	18.10.2012	01.08.2013	01.09.2017
		кінець	03.04.2013	15.01.2014	03.12.2017
7	Загальний час спорудження свердловини	кален. дн.	168	168	94
		факт. змін	504	252	246
		факт. год.	4032	2016	1968
8	Комерційна швидкість	м/ міс	200	145	276
		м/добу	6,6	4,9	9.2
		м/зміну	2.2	3.2	3.5
		м/год.	0,28	0,40	0.44
9	Технічна швидкість буріння	м/міс	360	324	418
		м/зміну	4.0	3.6	4.6
		м/год	0.6	0.5	0.9
10	Режим роботи бригади		Цілодобово	12 год. на добу	Цілодобово

Таблиця 2. У**середнений геологічний розріз району робіт**

Інтервал, м	Опис порід	Водоносні горизонти
0–60	Перешарування суглинків, глини, піску, гравію, валунних відкладів четвертинного віку (*Q*)	Водоносні горизонти приурочені до пористих пісковиків, гравелітів, туфів, тріщинуватих андезитів. Алевроліти, аргіліти та глини є водотривами. Мінералізація вод від 5 до 30 Г/дм^3. Температурний градієнт 5–6^o С на 100 м.
60–270	Глини з прошарками пісковиків, туфів, туфітів середнього складу, пластів бурого вугілля і потоків андезитових лав Ільницької світи верхнього пліоцену (N_2 il).	
270–800	Перешарування глин, пісковиків, туфітів, туфів, покривів туфів середнього складу, пісковиків доробратовської світи нижнього міоцену (N_1dr)	
850–1200	Перешарування аргілітів, алевролітів, андезитів та їхніх туфів, ліпаритових туфів, інгімбритів, у верхній частині куполів і покривів ліпаритів, перлитів, ліпаритових лавобрекчій доробратовської світи нижнього міоцену (N_1dr).	

Таблиця 3. **Конструкція свердловин**

№ з.п.	Показники	Один. вимір.	По свердловинах		
			1-Ч	1-ЗГ	1-ПБК
1	Кондуктор:				
	- глибина	м	55	17	60
	- діаметр буріння	мм	394	394	394
	- інтервал обсадки	м	0 – 55	0 –17	0 - 60
	- діаметр труб	м	324	324	324
	- інтервал цементації	м	-	0 –17	0 - 60
2	Колона 1:				
	- глибина	м	401	200	292
	- діаметр буріння	мм	295	295	295
	- інтервал обсадки	м	0 – 400	0 – 200	0 - 292
	- діаметр труб	мм	219	219	219
	- інтервал цементації	м	0 – 401	–	0 - 292
3	Колона 2:				
	- глибина	м	705	–	-
	- діаметр буріння	мм	191	–	-
	- інтервал обсадки	м	353 – 705	–	-
	- діаметр труб	мм	168	–	-
	- інтервал цементації	м	353 – 705	–	-
4	Фільтрова колона:				
	- глибина	м	1112	814	868
	- діаметр буріння	мм	151	190	165
	- інтервал обсадки	м	690– 1112	184 - 813	268 - 868
	- діаметр труб	мм	108	127	89 НТК

Таблиця 4. **Баланс робочого часу**

№ з. п.	Показник	Свердловина					
		1-Ч		1-3Г		1-ПМК	
		годин	%	годин	%	годин	%
1	Буріння, СПО	1875	46,5	1578	78,1	962	48.9
2	МДП	72	1,8	84	4,2	159	8.0
3	Обсадка, ОЗЦ, розбурка	177	4.4	78	3.9	285	14.5
6	Дослідження	84	2.0	72	3.6	78	4.0
8	Аварії, ускладнення	1272	31,6	84	4,2	76	3.9
9	Простої, ремонти	552	13,6	120	6,0	408	20.7
Разом:		4032	100	2016	100	1968	100

Таблиця 5. **Результати відпрацювання бурових доліт по свердловинах**

Тип долота	Кількість доліт, шт	Обсяг буріння, м	Проходка на долото, м	Знос доліт, %
ПБК-1				
III 395	2	60	30	100
III 295	3	240	80	100
III 165	5	568	114	100
Всього по ПБК-1	10	868	87	-
1-3Г				
III 395	1	17	–	10
III 295	2	183	92	100
III 190	11	614	56	100
Всього по 1-3Г	14	814	58	–
1-Ч				
III 395	1	55	–	50
III 295	3	346	115	100
III 190	5	304	61	100
III 151	6	407	68	100
Всього по 1-Ч	15	1112	74	–

Таблиця 6. **Основні технічні характеристики бурових установок**

Показники	Один. вимір.	По типам бурових установок		
		AGBOG750	T4W	1БА-15В-М
1	2	3	4	5
Щогла: - висота -вантажопідйомність	 м кН	 14.0 500	 13.5 635	 15,4 300

Продовження таблиці 6

1	2	3	4	5
Обертач: - тип - крутний момент - частота обертання	 Н м об/хв	 Рухомий 30 000 0–320	 Рухомий 10 850 0–110	 Ротор 9 000 65, 130, 245
Бурові насоси: -макс. подача - макс. тиск	 л/хв. бар	 2х750 = 1500 21	 568 21	 390/865* 6.3/13*
Лебідки: *1.Головна* - вантажопідйомність *2. Допоміжна* - вантажопідйомнісь	 кН кН	 100 20	 36 13	 69
Двигун: - тип - потужність, к.с.	 к. с.	 408	 Cat. C27 700	 ЯМЗ - 238 240

Примітка: * З глибини 500 м додатково використовувався насосно-силовий блок з буровим насосом НБ 125.

Таблиця 7. **Економічні показники**

Показники	по свердловинах			
	1-ЗГ		1-ПБК	
	тис. грн	%	тис. грн	%
Кошторисна вартість	5260		5540	
Фактична вартість, зокрема:	4530	100	3860	100
- зарплата з нарахуваннями	460	10	840	22
- амортизація	1250	28	110	3
- паливо	1180	26	660	17
- долота	310	7	280	7
- інші матеріальні витрати	450	10	870	23
- послуги	370	8	640	16
- накладні витрати	510	11	460	12
Рентабільність, %	8.6		30.3	
Собівартість 1м свердловини зокрема:	5.6		4.4	
- паливо	1.45		0.76	
- амортизація	1.41		0.12	
- оплата праці з нарахуваннями	0,56		0,97	

Аналіз наведених в таблицях даних дає змогу визначити таке:

1. Низькі показники буріння свердловини 1-Ч пояснюються недостатнім організаційним і технологічним рівнем бурової бригади, укомплектованої закордонним угорським персоналом, який не зміг адаптуватись до українських умов. Доля аварій, простоїв та інших непродуктивних витрат становить 45,2% в загальному балансі робочого часу.

Багато часу було витрачено на простої у зв'язку з очікуванням запасних частин для бурової установки, які постачались з Німеччини. Високі технічні характеристики імпортної бурової установки в таких умовах не були реалізовані.

2. Загальні показники буріння свердловини 1-3Г дещо вищі, незважаючи на те, що українська бригада не володіла досвідом буріння глибоких свердловин імпортною установкою T4W. Технічна швидкість буріння (без урахування аварій і простоїв) виявилась на 16% нижчою у зв'язку із труднощами з СПО та обмеженою (108 об/хв.) за характеристикою установки максимальною швидкістю обертання бурильного валу (для порівняння *AGBO* – 320 об/хв.).

3. Найвищих показників було досягнуто при бурінні свердловини ПБК-1 буровою установкою 1БА-15В-М, укомплектованою українським персоналом. Досягнуто зростання основних техніко-економічних показників: комерційної швидкості в 1,4–1,9 разів; технічної – в 1,2–1,3; рентабельності – в 3.5; В наслідок суттєвого скорочення амортизаційних і паливних витрат собівартість 1 м свердловини зменшено на 27 %, а зарплати обслуговуючому персоналу збільшено на 73%.

4. На сучасному етапі економічного розвитку використання модернізованої бурової установки вітчизняного виробництва 1БА15В-М є доцільним для буріння термальних свердловин глибиною до 1000 м в умовах Закарпаття.

5. Головним напрямом подальших досліджень є наукове обґрунтування області оптимального використання і подальшого удосконалення вітчизняних техніки, технології і організації спорудження свердловин різного призначення.

Исследован опыт восстановления и модернизации изношенной отечественной буровой установки 1БА-15В-М и применение ее в бурении гидротермальных скважин в условиях Закарпатья. Приведенный перечень изменений в конструкцию буровой установки, внесенных для улучшения ее технических характеристик. Для увеличения грузоподъемности с 200 до 300 кН высота верхней секции мачты была укороченна на 3 м, а также реконструировано крон-блок, количество роликов на нем было увеличено с 3 до 4. Несущие конструкции мачты укреплены за счет установки дополнительных поясов. Транспортный автомобиль МАЗ-5337 заменен на КрАЗ-257.

Проанализированы результаты бурения гидротермальной скважины этой установкой и импортными буровыми установками AGBO G750 Germany и T4W Atlas Copco в аналогичных условиях. Установлена высокая эффективность применения модернизированной буровой установки по сравнению с импортными.

Достигнут рост основных технико-экономических показателей: коммерческой скорости в 1,4–1,9 раз; технической – в 1.2–1.3; рентабельности – в 3,5. За счет существенного сокращения амортизационных и топливных затрат себестоимость 1 м скважины уменьшено на 27% при увеличении зарплаты обслуживающему персоналу на 73%. Рекомендовано использовать восстановленные и модернизированные буровые установки 1БА-15В для бурения геотермальных скважин в условиях Закарпатья глубиной до 1000 м.

Основным направлением повышения эффективности бурения гидротермальных, а также подобных скважин есть совершенствование отечественной техники и расширение области ее оптимального использования.

***Ключевые слова**: отечественные буровые установки, восстановление и модернизация бурового оборудования, бурение геотермальных скважин*

A. I. Vdovychenko, M. I. Mazko, E. I. Oliynyk

APPLICATION OF MODERNIZED NATIVE EQUIPMENT IN DRILLING OF GEOTHERMAL WELLS

The experience of restoration and modernization of the domestic drilling rig 1BA-15V-M and its application in the drilling of hydrothermal wells in the Transcarpathian region has been researched. The list of changes in the design of the drilling rig made for improving its technical characteristics is given. To

increase the carrying capacity from 200 to 300 kN, the height of the upper section of the mast was shortened by 3 m, and also the crown block was reconstructed, the number of rollers on it was increased from 3 to 4. The bearing structures of the mast were strengthened by the installation of additional belts. The transport vehicle MAZ-5337 is locked to KRAZ-257.

The results of the hydrothermal drilling of this plant and the imported AGBO G750 Germany drilling rigs and Atlas Copco T4W drilling under similar conditions are analyzed. The high efficiency of the application of the modernized drilling rig as compared to the imported ones is established. The growth of the main technical and economic indicators has been achieved: the commercial speed is 1,4–1,9 times; technical – in 1,2–1,3; profitability – in 3,5. Due to a significant reduction in depreciation and fuel costs, the cost of a 1 meter well is reduced by 27%, with a 73% increase in salaries for service personnel.

It is recommended to use restored and modernized 1BA-15V drilling rigs for drilling geothermal wells in Transcarpathian regions up to 1000 m deep.

The main direction of increasing the efficiency of hydrothermal drilling as well as other similar wells is the improvement of domestic technology and expansion of the area of its optimal application.

***Key words**: domestic drilling rigs, reconstruction and modernization of drilling equipment, drilling of geothermal wells*

Література

1. Вдовиченко А. І., Гавриш М. К., Мазко М. І. Використання сучасних бурових установок при бурінні гідротермальних свердловин у Закарпатті // Породоразрушающий и меаллообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: сб. науч. тр. – К: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины. – 2015. – Вып.18. – С. 52 - 57.
2. Вдовиченко А. И. Выдающиеся отечественные достижения и их роль в современном развитии // Матеріали міжнародної конференції «Форум гірників – 2017», 4–7 жовтня 2017 р., м. Дніпро. – Дніпро: Національний гірничий університет. - 2017. – С. 275–280.

Надійшла 30.06.18

References

1. Vdovychenko, A. I, Gavrish, M. K., & Mazko, M. I. (2015). Vykorystannya suchasnykh burovykh ustanovok pry burinni hidrotermalnykh sverdlovyn u Zakarpatti [Use of modern drilling rigs in the drilling of hydrothermal wells in Zacarpathia]. *Porodorazrushaiushchii i metallobrabatyvaiushchii instrument – tekhnika, tekhnologiia ego izgotovleniia i primeneniia. – Rock Destruction and Metal-Working Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications, 18,* 52–57. Kiev: ISM [in Ukrainian].
2. Vdovichenko, A. I. (2017). Vydaiushchiesia otechestvennye dostizheniya i ikh rol v sovremennom razvitii[Outstanding domestic achievements and their role in modern development].*Materialy mizhnarodnoyi konferentsiyi «Forum hirnykiv – 2017» (4–7 zhovtnya 2017) – Materials of the international conference "The Miners' Forum - 2017". (pp. 275–280).* Dnipro: National Mining University [in Ukrainian].

УДК 622.245

М. Є. Чернова, канд. техн. наук.

Івано-Франківський національний технічний університет нафти і газу,
м. Івано-Франківськ, вул. Карпатська ,15, e-mail: miracherri1@gmail.com

ЗАСТОСУВАНЯ ПОЛІМЕРНО-КОМПОЗИЦІЙНИХ МАТЕРІАЛІВ ДЛЯ ЕЛЕМЕНТІВ БУРИЛЬНОЇ КОЛОНИ

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 задовольнити 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, утруднюється її відносний рух, а це призводить до суттєвого зростання 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 табл.1.

Таблиця 1**. Фізико-механічні властивості фторопласта марки Ф4**

№п\п	**Показники**	**Ф4**
1	2	3
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

Продовження таблиці 1

1	2	3
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 (415ºС) 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.

Для моделювання фізичних процесів у тілах з композиційних матеріалів доцільним є застосування комплексного методу граничних елементів [4,5] 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 $\Omega_k\subset\Omega\left(\Omega_k\bigcap\limits_{k\neq l}\Omega_l=\varnothing,\ \partial\Omega_k\bigcap\Gamma=\varnothing,\ \ k,l=\overline{1,K}\right)$.

Змішана крайова задача для основного рівняння стаціонарного поля в локальнонеоднорідному середовищі записується:

$$div(\Lambda(z)grad\theta(z))=0,\quad z\in\Omega, \tag{1}$$

$$\theta(z)=p(z),\ z\in\Gamma_1,\ \Lambda(z)\frac{\partial\theta(z)}{\partial\vec{n}}=-q(z),\ z\in\Gamma_2, \tag{2}$$

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 $B=\dfrac{\nabla\lambda_k\nabla[\theta]}{1+a_k\lambda_k}$; ∇ – 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

$$P_k\left[z,\hat{\theta}\right]=\frac{a_k}{2\pi}\int\limits_{\Omega_k}\ln\frac{1}{|z-\zeta|}B_k\left[\hat{\theta}\right]d\Omega_k(\zeta); \tag{9}$$

$u(z)$ – розв'язок задачі для рівняння Лапласа з видозміненими крайовими умовами:

$$\nabla^2 u = 0 \quad \text{в } \Omega; \tag{10}$$

$$u = p - \sum_k P_k\left[z,\hat{\theta}\right] \quad \text{на } \Gamma_1, \qquad \frac{\partial u}{\partial \vec{n}} = -q - \sum_k Q_k\left[z,\hat{\theta}\right] \quad \text{на } \Gamma_2 \tag{11}$$

де $\mathrm{Q_k}\left[\mathrm{z},\hat{\theta}\right] = \frac{\partial}{\partial \vec{n}}\mathrm{P_k}\left[\mathrm{z},\hat{\theta}\right]$.

Шуканий розв'язок задачі (10), (11) інтегрується як $u = \mathrm{Re}\, w$ 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:

$$\nabla^2 u(z) = 0 \quad \text{в } \Omega, \tag{12}$$

$$u(z) = p(z) - \sum_k P_k\left[z,\hat{\theta}\right] \quad \text{на } \Gamma_1; \tag{13}$$

$$\frac{\partial v(z)}{\partial \vec{s}(z)} = -q(z) - \sum_k Q_k\left[z,\hat{\theta}\right] \quad \text{на } \Gamma_2. \tag{14}$$

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 $\bigcup_{n=l+1}^{N} \Gamma_n$ – Γ_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

$$P_k=\frac{a_k}{2\pi}\iint\limits_{\Omega_{km}(\xi)}\ln\frac{1}{|z-\zeta(\xi)|}B_k\left[\vec{\psi}\right]\left|\frac{\partial\zeta_1^m}{\partial\xi_1}\frac{\partial\zeta_2^m}{\partial\xi_2}-\frac{\partial\zeta_2^m}{\partial\xi_1}\frac{\partial\zeta_1^m}{\partial\xi_2}\right|d\xi_1 d\xi_2.$$

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 $\Gamma_i\ (i=1,2)$, 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 $\Gamma_i\ (i=1,2)$, 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 $\Gamma_i\ (i=1,2)$, 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.

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.

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.*

M. Ye. Chernova

APPLICATION OF POLYMER-COMPOSITE MATERIALS FOR ELEMENTS OF BURILLE COLUMN

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 drill string 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 drill string 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 drill string 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 thermodynamically 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 drill string and its surface under existing conditions of exploitation and technological process.

***Key words**: polymer composite materials, drill string, well, washing liquid*

Література

1. Чернова М. Є. Вплив низькочастотних коливань на динаміку бурильної колони // Сб. науч. трудов «Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения» НАН Украины Инст.им. В.Н.Бакуля. Київ, 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. // Я.В.Стадухин// Тюмень, – 2006. – 114 с.

3. Кудрин А. Б. Деформации и напряжения в деталях из ПКМ. //А.Б.Кудрин// Москва. 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. //Н. Ю.Гришаева// Томск, 2005. – 126 с.

5. Гудз Р., Петльований А. Комплексний метод граничних елементів при моделюванні фізичних процесів у тілах з композиційних матеріалів // Р. Гудз, А. Петльований// Вісник Львів. ун-ту. Сер. прикл. матем. інформ. 2003. – Вип. 7. – С. 148-155.

Надійшла 19.06.18

References

1. Chernova M. Ye. (2013).Vplyv nizkochastotnyh kolyvan na dynamiku burilnoyi kolony [Influence of low frequency oscillations on dynamics of a drill column]. *Porodorazrushaiushchii i metalloobrabatyvaiushchii instrument – tehnologiia ego izgotovlenia i primenenia: sbornik nauchnykh trudov - Rock-cutting and metal-cutter instrument - technical and technology of its manufacture and application: collection of scientific paper, 16,* (pp.197-201). Kiev: [in Ukrainian].

2. Staduhin Ya. V. (2006). *Issledovaniie i razrabotka tehnologii primeneniia smazochnyh reagentov dlia bureniia naklonno napravlenyh skvajin s gorizontalnym okonchaniiem. [Research and development of technology for the use of lubricant reagents for the drilling of sloping directed wells with a horizontal ending].Tehnologiia bureniia i osvoeniia skvajin. – Well drilling and development technology*. Tiumen: [in Russian].

3. Kydrin A. B. (1987). *DeformatsiiinapriazheniiavdetaliahizPCM [Deformations and stresses in parts made of polymeric composite materials]* Moskva: Mashinostroieniie [in Russian].

4. Grishaieva N. Yu. (2005). *Priamyie I obratnye zadachi konstruirovaniia napolnenyh polimernykh kompozitsii s uchetom vliianiia adgezii na efektivnyie deformatsionno-prochnostnyie harakteristiki [Direct and inverse problems of the construction of filled polymer compositions, taking into account the influence of adhesion on effective deformation strength properties]*. Tomsk [in Russian].

5. Gudz R., Petliovanyi A. (2003). Kompleksnyi metod granychnykh elementiv pry modeliuvanni fizychnykh protsesiv u tilakh z kompozytsiinykh materialiv [Complex method of boundary elements in the simulation of physical processes in bodies of composite materials]. *Visnyk Lvivskogo universytetu. - Visnyk of Lviv University,7*,148-155.[in Ukrainian].

УДК: 622.248.33

А. К. Судаков, д-р техн. наук, **Ю. Л. Кузин**, канд. техн. наук, **Д. А. Судакова**, асп.

Национальный технический университет «Днепровская политехника», пр. Дмитрия Яворницкого, 19, 49005, Днепр, E-mail: sudakovy@ukr.net

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ТАМПОНАЖНОГО ТЕРМОПЛАСТИЧНОГО КОМПОЗИЦИОННОГО МАТЕРИАЛА НА ОСНОВЕ ПОЛИЭТИЛЕНТЕРЕФТАЛАТА

Целю работы является установление закономерности изменения свойств тампонажного термопластичного композиционного материала от его состава, обоснование и разработка рекомендаций по изготовлению термопластичного композиционного материала на основе вторичного полиэтилентерефталата.

Поставленные задачи решались комплексным методом исследования, включающим анализ и обобщение литературных и патентных источников, проведение экспериментальных исследований. Обработка экспериментальных данных проводилась на ПЭВМ с использованием методов математической статистики. Экспериментальные исследования выполнены с использованием положений общей теории научного эксперимента и теории случайных процессов.

Приведены результаты исследования физико-механических свойств тампонажного термопластичного композиционного материала на основе полиэтилентерефталата. Определены механические свойства полиэтилентерефталата и полиэтилентерефталата с добавками наполнителей, поливинилхлорида и полиэтилена. Дана оценка влияния добавок на свойства тампонажного термопластичного композиционного материала на основе полиэтилентерефталата. Обоснована оптимальная рецептура тампонажного термопластичного композиционного материала.

Впервые обоснована и доказана возможность применения для изоляции поглощающих горизонтов буровых скважин в качестве тампонажного термопластичного материала бытовых отходов на основе полиэтилентерефталата.

На основании проведенных исследований физико-механических свойств показана возможность применения в скважинных условиях тампонажного термопластичного комкозиционного материала на основе полиэтилентерефталата. Обоснован состав тампонажного термопластичного комкозиционного материала на основе полиэтилентерефталата. Разработана технология изготовления тампонажного термопластичного композиционного материала.

Результаты исследований нашли практическое применение при: разработке технологии изготовления термопластичного тампонажного композиционного материала; разработке технологии изоляции поглощающих горизонтов; разработке технологического регламента изоляции поглощающих горизонтов; опытно-промышленном внедрении технологии изоляции поглощающих горизонтов термопластичными тампонажными композиционными материалами.

Ключевые слова: *бурение скважин, поглощающий горизонт, тампонажные материалы.*

Процесс бурения скважин связан с геологическими осложнениями. Наиболее частыми видами осложнений, нарушающих технологию буровых работ, является поглощение буровых и тампонажных растворов.

Ежегодные затраты на борьбу с осложнениями составляют от 8 % до 16 % календарного времени бурения и от 5% до 10% финансовых средств [1]. При этом, материальные расходы не подвергаются строгому учету. Выполненный анализ применения технологий борьбы с поглощениями показывает, что их эффективность в среднем составляет 30 %. Затраты времени в общем балансе на бурение возрастают до 18-23 % [1, 2].

Это обусловлено тем, что для ликвидации поглощения промывочной жидкости применяются недостаточно эффективные тампонажные материалы, которые готовятся на водной основе с введенным в его состав минераловяжущих или синтетических веществ.

Основными недостатками этих материалов является то, что они обладают большой чувствительностью к разбавлению водой. При тампонировании растворы легко перемешиваются с промывочной жидкостью и пластовыми водами, особенно при наличии межпластового перетекания. Происходит разубоживание, седиментация тампонажных растворов, что ведет к повышению времени схватывания, растеканию на значительные расстояния от скважины, и как следствие ведет к перерасходу тампонажных смесей, необходимости повторения операций по тампонированию. На практике, при ликвидации поглощения промывочной жидкости расходуются тонны, десятки тонн цемента [3].

Имеют определенный интерес тампонажные растворы на основе термопластичных, неразубоживаемых пластовыми водами материалов с низкой температурой плавления, расплав которых может легко проникать в каналы поглощения промывочной жидкости и твердеть там.

К настоящему времени из термопластичных материалов применялись смеси на основе битума [4], серы [5] и синтетических термопластов (полиэтилен, полипропилен) [6]. Физико-механические свойства этих веществ достаточно хорошо известны и подробно освещены в литературных источниках. Из положительных свойств, что способствует их применению в качестве тампонажного материала, следует отметить такие, как неразубоживаемость водой и нерастворимость в ней. Их плавление происходит при сравнительно невысокой температуре, и они не теряют своих свойств после повторных циклов плавления и застывания. Эти материалы являются достаточно долговечным гидроизоляционным материалом, которые имееют высокую антикоррозийную стойкость в агрессивных средах.

Но применение этих материалов ограничено и их недостатки рассмотрены в работах, опубликованных ранее [7].

Для кардинального решения проблемы изоляции поглощающих горизонтов необходимо использовать последние достижения фундаментальных наук, идти не только по пути известных, традиционных технологий, но и находить принципиально новые решения. Поэтому исключительно важное значение имеет проблема разработки нетрадиционных технологий изоляции поглощающих горизонтов с использованием более эффективных тампонажных материалов.

В Национальном техническом университете «Днепровская политехника», на протяжении ряда лет ведутся работы по разработке нетрабиционных технологий ликвидации поглощений промывочной жидкости. Ранее были выполнены работы результаты которых приведены в [3]. На современном этапе эти работы получили дальнейшее развитие, в результате которого разработаны: концепция численного моделирования [8] и модель процесса тампонирования поглощающего горизонта термопластичными материалами [9]; криогенная технология изоляции поглощающих горизонтов с применением традиционных тампонажных материалов [10]; разработана математическая модель [11] и произведено численное моделирование криогенной технологии изоляции поглощающего горизонта [12, 13].

Выделение нерешенных ранее частей общей проблемы, которым посвящается данная статья– разработка технологий изоляции поглощающих горизонтов основанных на применении неразубоживаемых, инертных к воздействию вод материалов.

Идея работы, заключается в применении инертных, термопластичных бытовых отходов, неразубоживаемыми пластовыми водами с низкой температурой плавления, расплав которых, проникая в каналы поглощения промывочной жидкости, затвердевает там, образуя малообъемную, надежную, непроницаемую изоляционную оболочку вокруг ствола буровой скважины.

Целью работы является установление закономерности изменения свойств тампонажного термопластичного композиционного материала от его состава и и на этой основе, обоснование и разработка рекомендаций по изготовлению термопластичного композиционного материала на основе вторичного полиэтилентерефталата.

Обоснование применения и описание выбранной автором методики

В основу работы, которая выполняется в НТУ «Днепровская политехника», поставлена задача усовершенствования способа тампонирования проницаемых горизонтов буровых скважин, в котором применение принципиально нового тампонажного термопластичного композиционного материала (ТПКМ), с механическими свойствами горной породы, обеспечивает повышение надежности изоляционных работ, улучшение условий труда и существенное сокращение материальных затрат на тампонирование зон осложнений.

Лабораторные исследования проводились в лабораториях кафедр техники разведки МПИ (ТРМПИ) и строительства, геотехники и геомеханики (СГГ) Национального горного университета.

Объектом лабораторных исследований является ТПКМ на основе полиэтилентерефталата ПЭТа с добавками наполнителей и пластификаторов. Исходными материалами для проведения лабораторных исследований являются:

- вторичный ПЭТ;
- гравий;
- вторичная минеральная вата.

Изложение основного материала исследования

Приготовление ТПКМ заключается в нагреве, плавлении и перемешивании до получения однородной массы его компонентов. После чего расплав формовался в емкости, предназначенные для проведения соответствующих исследований.

Механические свойства ТПКМ. С целью оптимизации (обоснования) рецептуры ТПКМ авторами обобщенны результаты исследований прочностных характеристик ТПКМ. Результаты представлены в табл. 1.

Из табл. 1 следует, что наилучшие механические (прочностные) свойства имеет ТПКМ с гравием, крупность которого не превышает 0,5 мм. Так по сравнению с ТПКМ, с гравием крупностью:

Таблица 1. **Сравнение прочностных характеристик ТПКМ**

Рецептура	$\overline{\sigma_{сж}}$, МПа	$\Delta\sigma_{сж}$, МПа	$\pm\Delta\sigma_{сж}$, %
Тампонажный камень на цементной основе с гравием, соотношение 1:1, в возрасте 10 сут.	10	1	0
ПЭТ + Гравий: Соотношение 1:1; d <0,5мм	52,60	5,26	+426,00
ПЭТ + Гравий: Соотношение 1:2; d <0,5 мм	44,10	4,41	+341,00

Рецептура	$\overline{\sigma_{сж}}$, МПа	$\Delta\sigma_{сж}$, МПа	$\pm\Delta\sigma_{сж}$, %
ПЭТ + Гравий: Соотношение 1:3; d <0,5 мм	33,00	3,30	+230,00
ПЭТ+ Гравий: Соотношение 1:4; d <0,5 мм	20,60	2,06	+106,00
ПЭТ+ Гравий : Соотношение 1:1; d=0,5…1,0 мм	36,00	3,60	+260,00
ПЭТ+ Гравий : Соотношение 1:2; d=0,5…1,0 мм	25,80	2,58	+158,00
ПЭТ+ Гравий : Соотношение 1:3; d=0,5…1,0 мм	25,10	2,51	+151,00
ПЭТ+ Гравий: Соотношение 1:4; d=0,5…1,0 мм	18,90	1,89	+89,00
ПЭТ + Гравий: Соотношение 1:1; d=1,0…3,0 мм	20,70	2,07	+107,00
ПЭТ+ Гравий: Соотношение 1:2; d=1,0…3,0 мм	24,00	2,40	+140,00
ПЭТ + Гравий: Соотношение 1:3; d=1,0…3,0 мм	17,70	1,77	+77,00
ПЭТ + Гравий: Соотношение 1:4; d=1,0…3,0 мм	9,20	0,92	8,00
ПЭТ + Гравий: Соотношение 1:1; d=3,0…5,0 мм	18,90	1,89	+89,00
ПЭТ + Гравий: Соотношение 1:2; d=3,0…5,0 мм	15,30	1,53	+53,00
ПЭТ+ Гравий: Соотношение 1:3; d=3,0…5,0 мм	9,40	0,94	-6,00
ПЭТ+ Гравий: Соотношение 1:4; d=3,0…5,0 мм	4,70	0,47	-53,00
ПЭТ + Минвата: Соотношение 10:0,5	19,70	1,97	+197,00
ПЭТ+ Минвата: Соотношение 10:1	11,60	1,16	+16,00
ПЭТ+ Минвата: Соотношение 10:2	12,10	1,21	+21,00
ПЭТ+Минвата+Гравий: Соотношение 10:0,5:1; d <0,5 мм	14,80	1,48	+48,00
ПЭТ+Минвата+Гравий: Соотношение 10:0,5:5; d <0,5 мм	18,00	1,80	+80,00
ПЭТ+Минвата+Гравий: Соотношение 10:0,5:10; d <0,5 мм	34,90	3,49	+249,00
ПЭТ+Минвата+Гравий: Соотношение 10:0,5:20; d <0,5мм	17,90	1,79	+79,00
ПЭТ+Минвата+Гравий: Соотношение 10:1:1; d<0,5 мм	19,20	1,92	+92,00
ПЭТ+Минвата+Гравий: Соотношение 10:1:5; d<0,5 мм	16,40	1,64	+64,00
ПЭТ+Минвата+Гравий: Соотношение 10:1:10; d<0,5 мм	20,20	2,02	+102,00
ПЭТ+Минвата+Гравий: Соотношение 10:1:20; d<0,5 мм	20,30	2,03	+103,00

- 0,5–1,0 мм превышает на 32% при соотношении компонентов 1:1 и 8% при 1:4;
- 1–3 мм превышает на 61% при соотношении компонентов 1:1 и 56% при 1:4;
- 3–5 мм превышает на 64% при соотношении компонентов 1:1 и 77% при 1:4.

По технологическим соображениям, в дальнейшем авторы отказались от использования комбинированных наполнителей. Исследования были продолжены с крупностью гравия менее 0,5 мм.

С целью определения реологических характеристик расплава ТПКМ были проведены исследования его растекаемости в зависимости от температуры нагрева поверхности лабораторного столика. Результаты определения температуры нагрева лабораторного столика приведены в табл. 2.

Как следует из табл. 2, при удалении от центра теплового источника, происходит снижение температуры нагрева поверхности. При температуре в центре 300 °С температура фазового перехода ТПКМ находится на удалении 16 см. Соответственно при 350 °С – 18 см и 400 °С – примерно на расстоянии 20 см.

Таблица 2. **Температура нагрева поверхности лабораторного столика**

На расстоянии от центра, см	Температура в центральной части лабораторного столика, °С		
	300	350	400
12	270	290	320
16	245	270	290
20	220	225	240

Результаты исследования растекаемости расплава ТПКМ приведены в табл. 3. Из которой следует, что под действием сил гравитации, не зависимо от концентрации наполнителя и вяжущего, расплав ТПКМ, до достижения температуры деструкции, может удалиться от стенки скважины на расстояние от 8 см до 16 см. При повышении температуры нагрева до 350 °С, 400 °С, это расстояние может увеличиться на 1,2–1,4 раза при соотношению гравия к ПЭТ 1:1 и на 1,5–1,75 раза при соотношении 1:2.

Таблица 3. **Растекаемость расплава ТПКМ**

Образец	Температура нагрева расплава, °С		
	300	350	400
ПЭТ + Гравий: Концентрация 1:1; d <0,5мм	16	19	22
ПЭТ + Гравий: Концентрация 1:2; d <0,5 мм	11,2	19	22
ПЭТ + Гравий: Концентрация 1:3; d <0,5 мм	10	14	16
ПЭТ + Гравий: Концентрация 1:4; d <0,5 мм	8	12	14

Представляет интерес соответствие расстояния температуры фазового перехода ТПКМ от расстояния растекаемости его расплава. Из табл. 2 следует, что температура фазового перехода ТПКМ при нагреве центральной части лабораторного столика до: 300^0С находится на расстоянии 16 см; 350 °С на расстоянии 18 см; 400 °С – 20 см. Как следует из табл. 3 ТПКМ с соотношением гравия 1:1 и 1:2 к ПЭТа имеют реологические свойства, достаточные, чтобы растечься на расстояние равное и более расстоянию соответствующе фазовому переходу ТПКМ. При увеличении соотношения гравия к ПЭТу, расплав ТПКМ под действием сил гравитации удалился от центра лабораторного стола на расстояние 50–80%, которое соответствует удалению от центра лабораторного стола до точки, в которой температура будет равна температуре фазового перехода ПЭТа.

Таким образом, исходя из результатов исследований растеркаемости ТПКМ, приведенных в табл. 2, можно утверждать, что температура нагрева контактной поверхности не является фактором ограничивающим растекаемость, под действием сил гравитации, расплава ТПКМ. Так же можно утверждать, что на реологические свойства расплава ТПКМ существенно влияет соотношение его компонентов.

Проницаемость тампонажного камня – одна из основных его характеристик. Для исследований применялись образцы цилиндрической формы, диаметром 40 мм и длиной 70 мм. Предварительное насыщение промывочной жидкость не проводилось. В качестве промывочной жидкости применялась техническая вода. Образцы выдерживались под давлением 20 МПа 24 часа. Результаты исследований приведены в табл. 4.

Таблица 4. **Проницаемость образцов ТПКМ за 24 ч при перепаде давления 20 МПа**

Образец	Масса образца при насыщении, г		Проницаемость образца, $см^3$
	до	после	
ПЭТ + Гравий: Концентрация 1:1; d <0,5 мм	147,79	148,10	Отсутствует
ПЭТ + Гравий: Концентрация 1:2; d <0,5 мм	154,83	154,94	Отсутствует
ПЭТ + Гравий: Концентрация 1:3; d <0,5 мм	160,10	160,43	Отсутствует
ПЭТ + Гравий: Концентрация 1:4; d <0,5 мм	162,75	162,91	Отсутствует

Исследования образцов ТПКМ, показали, что их проницаемость при температуре окружающей среды $+22^0$С и давлении 20 МПа отсутствует.

Абразивность ТПКМ определялась в лаборатории кафедры техники разведки МПИ. В качестве абразивного материала применялся измельченный ТПКМ крупностью 1,0–1,5 мм. Коэффициент абразивности устанавливался по потере массы свинцовой дроби № 5. Результаты исследований приведены в табл. 5.

Таблица 5. **Результаты исследования абразивности ТПКМ**

Образец	Масса дроби, г		$К_{абр}$
	До	после	
ПЭТ + Гравий: Концентрация 1:1; d <0,5 мм	16	15,81	**1,99**
ПЭТ + Гравий: Концентрация 1:2; d <0,5 мм		15,63	**2,37**
ПЭТ + Гравий: Концентрация 1:3; d <0,5 мм		15,44	**2,56**
ПЭТ + Гравий: Концентрация 1:4; d <0,5 мм		15,40	**2,60**

Из табл. 5 следует, что ТПКМ согласно классификации горных пород по абразивности, относится к весьма абразивным и очень абразивным материалам.

Истираемость тампонажного камня из ТПКМ, как и в предыдущем случае, определялась для композита, состоящего из ПЭТа и гравия, крупностью менее 0,5 мм, с концентрацией: 1:1; 1:2; 1:3; 1:4.

В качестве прототипа использовался тампонажный камень в возрасте более 28 суток, приготовленный на основе цемента марки М-400 с введением в качестве наполнителя гравия крупностью менее 0,5 мм, в соотношении к сухому цементу: 1:1; 1:2; 1:3; 1:4. Водоцементное отношение составило 0,4.

Истирание происходило во влажной (обводненной) среде. В качестве абразивного материала использовался кварцевый песок, крупностью от 0,25…0,50 мм.

При этом, одновременно истирание (в одинаковых условиях) происходило образцов базового и разрабатываемого составов. Образцы имели одинаковое содержание наполнителя. Результаты исследования истираемости материалов приведено в табл. 6 и на рис. 1.

Увеличение массы и снижение прочностных свойств образцов – прототипов объясняется увеличением содержания наполнителя при снижении количества вяжущего вещества в тампонажном камне.

Немаловажным обстоятельством является тот факт, что по истечению 1000 оборотов диска износ тампонажного камня на цементной основе составил более 80%, тогда как износ тампонажного камня из ТПКМ не превысил 2%.

Таблица 6. **Усредненные результаты замеров истирания образцов**

Образец	Высота до испытания, мм	Высота после испытания, мм	Вес образца до испытания, г	Вес образца после 1000 оборотов, г	Износ образца после 1000 об., %	Прочность при истирании, г/см^2	Коэфициент истирания
ПЭТ + Гравий. Концентрация 1:1. d <0,5 мм	**50,0**	49,50	201,0	197,0	**2,0**	0,16	18,67
Цемент+пепсок. Концентрация 1:1. В/Ц=0,4	50,0	-	264,1	34,6	**86,9**	9,18	-
ПЭТ + Гравий. Концентрация 1:2. d <0,5 мм	50,0	49,50	239,2	235,0	**1,8**	0,17	18,56
Цемент+пепсок. Концентрация 1:2. В/Ц=0,4	50,0	-	266,5	56,2	**78,9**	8,4	-
ПЭТ + Гравий. Концентрация 1:3. d <0,5 мм	50,0	49,67	256,3	255,7	**0,2**	0,00	20,00
Цемент+пепсок. Концентрация 1:3. В/Ц=0,4	50,0	-	272,4	21,3	**92,2**	10,0	-
ПЭТ + Гравий. Концентрация 1:4. d <0,5 мм	50,0	49,50	262,0	258,7	**1,3**	0,13	19,22
Цемент+пепсок: Концентрация 1:4. В/Ц=0,4	50,0	-	278,0	31,8	**88,6**	9,8	-

При этом с увеличением концентрации наполнителя износостойкость ТПКМ увеличивается.

Из табл. 6 и рис. 1 следует, что полученный на основе ПЭТ тампонажный камень соответствует наивысшей категории по истираемости поверхности (0,7 г/см^2 контактной поверхности), и на порядок превосходит тампонажный камень на цементной основе.



Рис. 1. Образцы тампонажного камня после их истирания на стенде

Таким образом, для ликвидации поглощения промывочной жидкости рекомендуется применение ТПКМ на основе полиэтилентерефталата с гранулированным наполнителем, крупность менее 0,5 мм. Обобщенные физико-механические свойства предлагаемого ТПКМ приведено в табл. 7.

Таблица 7. **Обобщенные физико-механические свойства ТПКМ**

Состав	Плотность, кг/м^3	Предел прочности на одноосное сжатие, МПа	Температура плавления, ^{0}C	Растекаемость, мс	Коэффициент истирания	Коэффициент абразивности	Проницаемость образца см^3
ПЭТ + Гравий. Концентрация 1:1. d <0,5 мм	1620	52,6	246	16-18	19,8	2,0	отсутствует

Выводы

На основании проведенных исследований физико-механических свойств показана возможность применения в скважинных условиях тампонажного термопластичного комкозиционного материала на основе полиэтилентерефталата. Обоснован состав тампонажного термопластичного комкозиционного материала на основе полиэтилентерефталата. К применению в скважинных условиях рекомендуется ТПКМ на основе полиэтилентерефталата с введением в его состав гранулировано наполнителя с крупность менее 0,5 мм.

Метою роботи є встановлення закономірності зміни властивостей тампонажного термопластичного композиційного матеріалу від його складу, обґрунтування і розробка рекомендацій по виготовленню термопластичного композиційного матеріалу на основі вторинного поліетилентерефталату.

Поставлені завдання вирішувалися комплексним методом дослідження, що включає аналіз і узагальнення літературних і патентних джерел, проведення експериментальних досліджень. Обробка експериментальних даних проводилася на ПЕОМ з використанням методів математичної статистики. Експериментальні дослідження виконані з використанням положень загальної теорії наукового експерименту і теорії випадкових процесів.

Наведено результати дослідження фізико-механічних властивостей тампонажного термопластичного композиційного матеріалу на основі поліетилентерефталату. Визначено механічні властивості поліетилентерефталату і поліетилентерефталату з добавками наповнювачів, полівінілхлориду та поліетилену. Дана оцінка впливу добавок на властивості тампонажного термопластичного композиційного матеріалу на основі поліетилентерефталату. Обґрунтовано оптимальна рецептура тампонажного термопластичного композиційного матеріалу.

Вперше обґрунтовано і доведено можливість застосування для ізоляції поглинаючих горизонтів бурових свердловин в якості тампонажного термопластичного матеріалу побутових відходів на основі поліетилентерефталату.

На підставі проведених досліджень фізико-механічних властивостей показана можливість застосування в свердловинних умовах тампонажного термопластичного композиційного матеріалу на основі поліетилентерефталату. Обґрунтовано склад тампонажного термопластичного

композиційного матеріалу на основі поліетилентерефталату. Розроблено технології виготовлення тампонажного термопластичного композиційного матеріалу.

Результати досліджень знайшли практичне застосування при: розробці технології виготовлення термопластичного тампонажного композиційного матеріалу; розробці технології ізоляції поглинаючих горизонтів; розробці технологічного регламенту ізоляції поглинаючих горизонтів; дослідно-промисловому впровадженні технології ізоляції поглинаючих горизонтів термопластичними тампонажними композиційними матеріалами.

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

A. Sudakov, Yu. Kuzin, D. Sudakova

RESULTS OF INVESTIGATIONS OF PHYSICO-MECHANICAL PROPERTIES OF TAMPONOVIC THERMOPLASTIC COMPOSITE MATERIAL BASED ON POLYETHYLENE TEREPHTHALATE

The work aims to establish the regularity of the changes in the properties of a plugging thermoplastic composite material from its composition and, on this basis, the justification and development of recommendations for the manufacture of a thermoplastic composite material based on secondary polyethylene terephthalate.

The set tasks were solved by a complex research method, including analysis and generalization of literary and patent sources, carrying out experimental studies. The processing of experimental data was carried out on a PC using mathematical statistics. Preliminary studies were performed using the provisions of the general theory of scientific experiment and the method of random processes.

The results of a study of the physico-mechanical properties of a plugging thermoplastic composite material based on polyethylene terephthalate are presented. The mechanical properties of polyethylene terephthalate and polyethylene terephthalate with additives of fillers, polyvinylchloride, and polyethylene are determined. The effect of additives on the properties of a plugging thermoplastic composite material based on polyethylene terephthalate is evaluated. The optimal formulation of a plugging thermoplastic composite is substantiated.

For the first time, it was proved and proved the possibility of using boreholes for isolation of absorbing horizons as a plugging thermoplastic material of household waste based on polyethylene terephthalate.

By the carried out researches of physical and mechanical properties, it is shown that it is possible to apply a thermoplastic caking material based on polyethylene terephthalate in well conditions. The composition of a plugging thermoplastic comconductive material based on polyethylene terephthalate is substantiated. The technology of production of plugging thermoplastic composite material has been developed.

The results of the analysis have found practical application in the development of the technology for manufacturing thermoplastic backfilling composite material; the development of technology to isolate absorbing horizons; the development of technical regulations for the isolation of absorbing horizons; pilot-industrial implementation of the technology of insulation of absorbing horizons with thermoplastic backfilling composite materials.

***Keywords:** well drilling, absorbing horizon, plugging materials.*

Литература

1. Фокин В. В. Совершенствование методов борьбы с поглощениями в интрузиях долеритов глубоких разведочных скважин Сибирской платформы: дис. … канд. техн. наук: 25.00.15. – М., 2009. – 164 с.
2. Белкин О. К, Евецкий В. А. Изоляция зон поглощения // Разведка и охрана недр. – 1982. – Вып. 2. – С. 33-36.
3. Тампонаж горных пород при бурении геологоразведочных скважин легкоплавкими материалами: учеб. пос. / А. М. Брацененко, С. В. Гошовский, А. А. Кожевников и др. – К.: УкрГГРИ, 2007. – 130 с.
4. Мартыненко И. И. Исследования, разработка и внедрение технологии ликвидации геологических осложнений тампонирующими смесями на битумной основе:

автореф. дис. на соискание уч. степ. канд. техн. наук: спец. 05.15.14 «Технология и техника геологоразведочных работ». – Днепропетровск, 1990. – 16 с.
5. Судаков А. К. Технологія ізоляції зон поглинання свердловин з використанням термопластичних матеріалів : автореф. дис. на здоб. вчен. ступ. канд. техн. наук: спец. 05.15.10 «Буріння свердловин». – Дніпропетровськ, 2000. – 18 с.
6. Танинский П. Ю. Выбор легкоплавких связующих материалов для экологически чистого беструбного крепления скважин: автореф. дис. на соиск. уч. степ. канд. техн. наук: спец 05.15.14 «Технология и техника геологоразведочных работ». – Санкт-Петербург, 2000. – 20 с.
7. Kuzin J. L., Isakova M. L., Sudakova D. A.,Mostinets O. N. Isolation technology for swallowing zones by thermoplastic materials on the basis of polyethyleneterephthalate // Scientific Bulletin of NMU. – 2017. – No. 1. – P. 34-39.
8. Sudakov A. K., Khomenko O. Ye., Isakova M. L., Sudakova D. A. Concept of numerical experiment of isolation of absorptive horizons by thermoplastic materials // Scientific Bulletin of NMU. – 2016. – No. 5(155). – P. 12-16.
9. Теоретические основы технологии изоляции поглощающих горизонтов термопластичными материалами / А. К.Судаков, А. Ю. Дреус, О. Е. Хоменко, и др. // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения. – 2017. – Вып. 20. – С. 52–58.
10. Судаков А. К., Кузин Ю. Л., Судакова Д. А. Криогенная технология изоляции поглощающих горизонтов // Наукові праці ДонНТУ. – 2016. – Т. 1, № 24. – С. 3–6.
11. Sudakov A. K., Dreus A. Yu., Khomenko, O. E., Sudakova D. A. Analytical study of heat transfer in absorptive horizons of borehole at forming cryogenic protecting of the plugging material // Scientific Bulletin of NMU. – 2017. – No. 3 (159). – P. 38–42.
12. Sudakov A., Dreus A., Ratov B., Delikesheva D. Theoretical bases of isolation technology for swallowing horizons using thermoplastic materials // News of the National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan. – 2018. – Vol. 2, № 428. – P. 72 – 80
13. Аналитическое исследование инновационной криогенной технологии ликвидации поглощения в буровой скважине / А. К.Судаков, О. Е. Хоменко, Д. А. Судакова и др. // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения. –2017. – Вып. 20. – С. 44-51.

Поступила 15.05.18

References

1. Fokin V. V. (2009), Sovershenstvovanie metodov borbyi s pogloscheniyami v intruziyah doleritov glubokih razvedochnyih skvazhin Sibirskoy platformyi [Improvement of methods for controlling absorption in the intrusions of dolerites of deep exploratory wells of the Siberian platform]. *Candidate's thesis.* Moskva [in Russian].
2. Belkin, O. K., & Evetskiy, V. A. (1982). Izolyatsiya zon pogloscheniya [Isolation of absorption zones]. *Razvedka i ohrana nedr – Exploration and protection of mineral resources, 2,* 33-36 [in Russian].
3. Brazhnenko, A. M., Goshovskiy, S. V., Kozhevnikov, A. A. et al. (2007). Tamponazh gornyih porod pri burenii geologorazvedochnyih skvazhin legkoplavkimi materialami [Tamponage of rocks when drilling geological exploration wells with low-melting materials]. K.: UkrGGRI [in Russian].
4. Martyinenko, I. I. (1990). Issledovaniya, razrabotka i vnedrenie tehnologii likvidatsii geologicheskih oslozhneniy tamponiruyuschimi smesyami na bitumnoy osnove [Research, development and introduction of technology for liquidation of geological complications by

tamponizing mixtures on bitumen base], *Extended abstract of candidate's thesis.* Dnepropetrovsk [in Russian].

5. Sudakov, A. K. (2000). Tehnologiya izolyatsii zon pogloscheniya burovyih skvazhin s primeneniem termoplastichnyih materialov [Technology of isolation of absorption zones of boreholes with application of thermoplastic materials]. *Extended abstract of candidate's thesis.* Dnepropetrovsk [in Ukrainian].
6. Taninskiy, P. Yu. (2000). Vyibor legkoplavkih svyazuyuschih materialov dlya ekologicheski chistogo bestrubnogo krepleniya skvazhin [Selection of low-melting bonding materials for environmentally friendly non-tie fastening of wells]. *Extended abstract of candidate's thesis.* Sankt-Peterburg[in Russian].
7. Kuzin, J. L., Isakova, M. L., Sudakova, D. A., et al. (2017). Tehnologiya izolyatsii pogloschayuschih gorizontov burovyih skvazhin termoplastichnyimi materialami na osnove polietilentereftalata [Isolation technology for swallowing zones by thermoplastic materials on the basis of polyethyleneterephthalate]. *Naukovyi Visnyk Natsionalnoho Hirnychoho Universytetu – Scientific bulletin of National Mining University, 1,* 34-39 [in English].
8. Sudakov, A. K. Khomenko, O. E., Isakova, M. L., et al. (2016). Kontseptsiya chislennogo eksperimenta izolyatsii pogloschayuschih gorizontov termoplastichnyimi materialami [Concept of numerical experiment of isolation of absorptive horizons by thermoplastic materials]. *Naukovyi Visnyk Natsionalnoho Hirnychoho Universytetu – Scientific bulletin of National Mining University, 5, 155,* 12-16 [in English].
9. Sudakov, A. K., Dreus, A. Yu., Khomenko, O. E., et al. (2017). Teoreticheskie osnovyi tehnologii izolyatsii pogloschayuschih gorizontov termoplastichnyimi materialami [Theoretical basis of technology of insulation of absorbing horizons with thermoplastic materials]. *Porodorazrushayuschiy i metalloobrabatyivayuschiy instrument – tehnika i tehnologiya ego izgotovleniya i primeneniya – Fiber-destroying and metal-working tool-technique and technology of its production and application, 20,* 52-58 [in Russian].
10. Sudakov, A. K. Kuzin, J. L, & Sudakova, D. A., (2016). Kriogennaya tehnologiya izolyatsii pogloschayuschih gorizontov [Cryogenic technology of insulation of absorbing horizons]. *Naukovi pratsi DonNTU – Scientific works of DonNTU, 1, 24,* 3-6 [in Russian].
11. Sudakov, A. K., Dreus, A. Yu., Khomenko, O. E., et al. (2017). Analitcheskoe issledovanie teploperenosa v pogloschayuschem gorizonte burovoy skvazhinyi pri formirovanii kriogennoy zaschityi tamponazhnogo materiala [Analytical study of heat transfer in absorptive horizons of borehole at forming cryogenic protecting of the plugging material]. *Naukovyi Visnyk Natsionalnoho Hirnychoho Universytetu – Scientific bulletin of National Mining University, 3, 159,* 38–42 [in English].
12. Sudakov, A., Dreus, A., Ratov, B., et al. (2018). Teoreticheskie osnovyi tehnologii izolyatsii dlya pogloschayuschih gorizontov s ispolzovaniem termoplastichnyih materialov [Theoretical bases of isolation technology for swallowing horizons using thermoplastic materials]. *Novosti Natsionalnoy akademii nauk Respubliki Kazahstan – News of the National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan, 2, 428,* 72 – 80 [in English].
14. Sudakov, A. K., Dreus, A. Yu., Khomenko, O. E., et al. (2017). Analiticheskoe issledovanie innovatsionnoy kriogennoy tehnologii likvidatsii pogloscheniya v burovoy skvazhine [Analytical study of innovative cryogenic technology for absorption elimination in a borehole]. *Porodorazrushayuschiy i metalloobrabatyivayuschiy instrument – tehnika i tehnologiya ego izgotovleniya i primeneniya – Fiber-destroying and metal-working tool-technique and technology of its production and application, 20,* 44-51 [in Russian].

УДК 622.24

О. М. Давиденко, д-р техн. наук, **А. О. Ігнатов,** канд. техн. наук, **М. О. Науменко**

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

ВИВЧЕННЯ СТАНУ ОБСАДНОЇ КОЛОНИ ПРИ ЦЕМЕНТУВАННІ СВЕРДЛОВИН

Лабораторними і аналітичними прийомами досліджень встановлено основоположні принципи взаємодії промивальної рідини і її компонентів з матеріалом обсадних труб при цементуванні свердловин.

У результаті проведення лабораторних і аналітичних досліджень процесу взаємодії матеріалу обсадних труб з активними компонентами промивальної рідини встановлені аспекти механізму корозії бурового інструменту і безпосередньо самої обсадної колони. Вивчено механізм перебігу хімічної корозії обсадних труб, що зумовлює поступове окислення металу. Проведено дослідження впливу різних типів інгібіторів на показники міри захисту поверхні сталей. На основі анодних і катодних поляризаційних кривих зроблена якісна і кількісна оцінка характеру корозійного процесу. Доведена необхідність здійснення ретельних підготовчих заходів при проведенні цементувальних робіт.

Дотриманню умов надійної експлуатації обсадної колони сповна відповідають певні технологічні параметри процесу спуску і цементування труб, що базуються на вживанні інгібіторів корозії і спеціальних покриттів породоруйнівного інструменту при спуску його в свердловину, а також нанесення захисного шару на зовнішню поверхню обсадних труб.

Отримані результати лабораторних і аналітичних досліджень є базовими для проектування режимних параметрів процесу спуско-підіймальних операцій з буровим інструментом і обсадною колоною з гарантованим забезпеченням високих техніко-економічних показників. Дані по вивченню впливу різних типів інгібіторів на показники міри захисту поверхні сталей є основою подальших дослідницьких робіт з розробки рецептур антикорозійних складів для захисту бурового інструменту і обсадної колони.

Ключові слова: *цементний камінь, обсадна колона, ізоляція, корозія, промивальна рідина.*

Постановка проблеми

Завершальним етапом бурових робіт є цементування свердловин. Від якості проведення даної операції залежить термін і якість експлуатації свердловини, як споруди. Головна мета, яка переслідується під час цього процесу, полягає в повному заміщенні промивальної рідини цементним розчином.

Аналіз останніх досліджень і публікацій

Розчин, закачаний в затрубний простір свердловини, між зовнішніми стінками обсадної колони та породним масивом, повинен затвердіти протягом певного часового інтервалу і перетворитися на цементний камінь, недотримання цих вимог призводить до тотальної негативної зміни технологічних властивостей цементного розчину та надалі цементного каменю, що було показано в роботі [1].

На якість виконання робіт по цементуванню свердловин впливають наступні основні чинники: склад, технологічні властивості, якість цементної суміші, спосіб її доставки та стан стовбура свердловини, що доведено в роботі [2].

Виділення невирішених раніше частин загальної проблеми

Повнота заміщення промивальної рідини цементним розчином в затрубному просторі свердловини; міцність і герметичність контакту цементного каменя з обсадною колоною і стінками свердловини, а також стан самої обсадної колони, як конструкції, найбільш вагомі у всьому перерахованому комплексі. Аналіз досліджень і публікацій стосовно зазначеного свідчить про те, що питанням запобігання корозії бурового інструменту та обсадної колони внаслідок дії активних компонентів промивальної рідини, приділяється недостатньо уваги.

Мета статті – висвітлення принципів удосконалення процесу цементування свердловин на підставі вивчення стану обсадної колони під дією активних компонентів промивальних рідин.

Опис методикиі обґрунтування її вживання

При проведенні досліджень використовувалась комплексна аналітико-експериментальна методика, яка дозволяє отримувати цілком об’єктивні дані щодо корозійної взаємодії фаз; вона полягала у проведенні лабораторних досліджень процесу взаємодії різних хімічних компонентів із металом обсадних труб та теоретичного аналізу отриманих результатів; анодні поляризаційні криві були отримані потенціостатичним методом, при якому підтримувались на електроді постійні значення потенціалу і замірялись сталі значення щільність струму; зняття поляризаційних кривих проводилося на потенціостаті П-56П. В цілому установка складалася з електролітичного вічка, потенціостата, катодного вольтметра, швидкодіючого потенціометра БП-5684.

Виклад основного матеріалу дослідження

Залежно від цільового призначення бурових робіт застосовуються різні типи промивальних рідин, які можуть приводити до корозії бурового інструменту та безпосередньо самої обсадної колони. Відомо, що при хімічній корозії метал або сплав, взаємодіючи з газами або рідинами, утворює різні хімічні сполуки (оксиди, сульфіди і ін.), а потім, руйнуючись, переходять в неметалічний стан [3]. Швидкість корозії оцінюється втратою маси металу з одиниці його поверхні за одиницю часу. Процес руйнування починається з поверхні металу і поширюється углиб. Для визначення корозії користуються терміном «глибинний показник швидкості корозії протягом року» і для оцінки корозійної стійкості складають класифікацію за групами і балами стійкості. У табл. 1 приведена існуюча класифікація за групами стійкості металів.

Таблиця 1. **Класифікація металів за групами стійкості**

Група стійкості	Глибинні показники стійкості, мм/рік	Бал стійкості
1. Абсолютно стійкі	< 0,001	1
2. Вельми стійкі	0,001 – 0,005	2
3. Стійкі	0,005 – 0,01	3
	0,01 – 0,05	4
	0,05 – 0,1	5
4. Знижено-стійкі	0,1 – 0,5	6
	0,5 – 1,0	7
5. Малостійкі	1,0 – 5,0	8
	5,0 – 10,0	9
6. Нестійкі	> 10,0	10

Мінеральні води, що містять CO_2 підвищеної концентрації, агресивніше впливають на метали та прискорюють процес корозії і руйнування труб. Хімічна корозія з'являється унаслідок

знаходження у воді CO_2, O_2, H_2S, HCl, Cl і H_2SO_4 в концентраціях, що обумовлюють поступове окислення металу. У газонасичених мінеральних водах інтенсивність корозії підвищується. У вуглекислій воді із значним вмістом CO_2 реакція протікає за рівнянням

$$2Fe+4CO_2+2H_2O+O_2 = 2Fe(HCO_3)_2,$$

де $Fe(HCO_3)_2$ є нестійким з'єднанням і у свою чергу розпадається:

$$2Fe(HCO_3)_2 = 2Fe(OH)_2+4CO_2,$$

де $Fe(OH)_2$ – гідрат закису заліза.

При тривалій дії води і кисню утворюється гідрат оксиду заліза – іржа

$$4Fe(OH)_2+2H_2O+O_2 = 4Fe(OH)_3.$$

У сульфідній воді в результаті дії сірководня на метал утворюється сірчисте залізо

$$2Fe+2H_2S+O_2 = 2FeS+2H_2O.$$

Кисень в поверхні розділу «рідина-повітря», як відомо, виробляє найбільшу окислюючу дію, відновлюючи метал

$$O_2+2e^- = 2O^{2-}.$$

$$^1/_2O+H_2O+2e^- \rightarrow 2OH.$$

У хімічних реакціях метал віддає два зовнішні електрони

$$Fe-2e^- = Fe^{2+}.$$

Анодний процес продовжується в наступному порядку

$$^1/_2O+H_2O = 2OH.$$

Потік іонів

$$Fe \rightarrow Fe^{2+}+2e^-$$
$$\searrow$$
$$Fe(OH)_2$$

$$4Fe\,(OH)_2+2H_2O+O_2 = 4Fe(OH)_3.$$

Комплекс, що утворився, частково відщеплюючи воду, за складом відповідає іржі

$$Fe\,(OH)_3=Fe\begin{matrix} \overset{O}{\diagup\!\!\diagup} \\ \underset{OH+H_2O}{\diagdown} \end{matrix}$$

Ефективним способом захисту бурового устаткування від корозії є вживання речовин-інгібіторів, що додаються до промивальних рідин при бурінні свердловин. Авторами роботи на кафедрі техніки розвідки РКК НТУ ДП були проведені дослідження з різними типами інгібіторів з визначення міри захисту (%) сталей. Зразки випробовувалися протягом 2 годин при температурі 80°С. Концентрація інгібітору складала близько 420 – 530 мг/л. Результати випробувань приведені в табл. 2.

Таблиця 2. **Результати досліджень захисної дії інгібіторів**

Промивальна рідина			Міра захисту (%) для сталей групи		
Основа	Добавка				
	назва	вміст, г/л	Д	Е	К
Технічна вода	АО-1	490	48	46	22
	Корімід	590	100	100	100
	ІКБ-В	480	100	100	100
	ЦКБ-2-2	420	69	62	64

Особливістю досліджень були наступні умови: вода хлорідно-натрієвого складу з мінералізацією від 2,1 до 37,3 г/л і присутність аніонів CO_3, SO_4 і HCO_3. У таких умовах швидкість корозії збільшується, зокрема обсадних колон, та паралельно цьому формуються

передумови різкого падіння адгезійної взаємодії між матеріалом обсадних труб і цементним каменем. Крім того, у разі наявності фільтраційних каналів у цементному камені [2], створюються позитивні чинники виникнення корозії в зовнішніх стінках обсадних труб.

Встановлено, що в таких умовах як інгібітор корозії найдоцільніше застосовувати ІКБ-В, захисна дія якого заснована на здатності адсорбуватися на поверхні металів з утворенням плівки, яка є бар'єром між металом та агресивним середовищем.

Важливе значення для вивчення корозійних властивостей промивальних рідин мають поляризаційні характеристики. Аналіз корозійних поляризаційних діаграм, побудованих на основі анодних і катодних поляризаційних кривих, дозволяє зробити якісну і кількісну оцінку характеру корозійного процесу.

Суть поляризаційного методу зводиться до знаходження з поляризаційних даних залежності між швидкістю реакції, що протікає на електроді, і його потенціалом. Якщо в промивальній рідині знаходиться інгібітор, то електрохімічні виміри дозволяють визначити вплив добавки на кінетику катодного і анодного процесів, а також встановити переважну дію інгібітору на один з них.

Поляризаційні дані дозволяють судити про зміну струму саморозчинення, що викликається добавкою, а звідси – про вплив концентрації добавки на швидкість процесу. Найбільш зручний метод вивченні кінетики електродних процесів – це здобуття анодних поляризаційних кривих, тобто встановлення залежності між анодним струмом і потенціалом електроду.

У роботі анодні поляризаційні криві були отримані потенціо-статичним методом, при якому підтримувалися на електроді постійні значення потенціалу і замірялися сталі показники щільності струму.

Використовуючи залежності щільності струму від швидкості корозії 0,1 $mA/см^2$ – 1,16 мм/рік, були отримані швидкість корозії і анодні та катодні поляризаційні характеристики для ІКБ-В у воді (табл. 3).

Таблиця 3. **Результати виміру захисної дії інгібітора ІКБ-В у воді**

С, мг/л	0,1 $mA/см^2$	1,16 мм/рік
0	$4{,}37 \cdot 10^{-1}$	5,06
1	$4{,}56 \cdot 10^{-1}$	5,2
5	$5 \cdot 10^{-1}$	5,8
20	$5{,}25 \cdot 10^{-1}$	6
50	$4{,}36 \cdot 10^{-1}$	5

Встановлено, що інгібітор володіє захисними властивостями при концентрації вище 20 мг/л і оптимальними є концентрації понад 50 мг/л. Результати визначення захисної дії ІКБ-В при введенні його до складу глинистого розчину приведені в табл. 4.

Концентрація інгібітору ІКБ-В 20 мг/л є оптимальною для даних умов протікання корозійного процесу вуглецевої сталі в буровому розчині. Подальше збільшення концентрації інгібітору приводить до зростання швидкості корозії [4].

Таблиця 4. **Результати виміру захисної дії інгібітора ІКБ-В в глинистому розчині**

С, мг/л	0,1 мА/см^2	1,16 мм/рік
0	$1{,}5\cdot10^{-1}$	0,17
1	$1{,}38\cdot10^{-1}$	0,16
5	$1{,}1\cdot10^{-1}$	0,12
20	$0{,}725\cdot10^{-1}$	0,08
50	$2{,}76\cdot10^{-1}$	0,3

Введення інгібітора корозії ІКБ-В до складу глинистого розчину сприяє поліпшенню його технологічних властивостей (табл. 5).

Таблиця 5. **Залежність властивостей промивальної рідини від концентрації інгібітора**

№	Склад промивальної рідини		Властивості промивальної рідини		
			Водовіддача, см^3 за 30 хв	В'язкість, с	Питома вага, кг/м^3
1	Без інгібітора		5	25 – 30	1200
2	З інгібітором	1 мг/л	5	30	1200
		5 мг/л	4,9	33	1210
		20 мг/л	4,5	40	1220
		50 мг/л	4,2	55	1250

До появи вогнищ корозії на внутрішній поверхні труб може приводити прискорений спуск доліт в свердловину, а на зовнішній – абразивний контакт з оточуючими породами при просуненні обсадної колони стовбуром свердловини. Надалі промивальні або пластові рідини (а також фільтрат промивальних рідин), діючи на обсадні труби, утворюють вогнища корозії в інтервалі знятих окалини і рисок. Для запобігання пошкодженню обсадних труб рекомендується застосовувати спеціальні покриття породоруйнівного інструменту при спуску бурового інструменту в свердловину або нанесення захисного шару на зовнішню поверхню обсадних труб.

Висновки

1. Показано що при хімічній корозії процес руйнування починається з поверхні металу і при розвитку поширюється углиб.
2. Встановлено, що ефективним способом захисту бурового інструменту від корозії є добавки до промивальних рідин речовин-інгібіторів, що адсорбуються на поверхнях розділу з утворенням захисної плівки.
3. Відмічено, що дія інгібіторів корозії залежить від хімічного складу, вмісту їх в промивальній рідині і технології застосування.
4. Експериментально-теоретичні дослідження хімічної корозії поверхні металу бурового інструменту повинні продовжуватися у напрямках пошуку ефективних інгібіторів корозії (у якості добавок до промивальних рідин) та створенні технології протектування зовнішньої поверхні бурового інструменту.

Освещение принципов усовершенствования процесса цементирования скважин на основании изучения состояния обсадной колонны под действием активных компонентов промывочных жидкостей.

Лабораторными и аналитическими приемами исследований установлены основополагающие принципы взаимодействия промывочной жидкости и ее компонентов с материалом обсадных труб при цементировании скважин.

В результате проведения лабораторных и аналитических исследований процесса взаимодействия материала обсадных труб с активными компонентами промывочной жидкости установлены аспекты механизма коррозии бурового инструмента и непосредственно самой обсадной колонны. Изучен механизм протекания химической коррозии обсадных труб, обусловливающей постепенное окисление металла. Проведены исследования влияния различных типов ингибиторов на показатели меры защиты поверхности сталей. На основе анодных и катодных поляризационных кривых сделана качественная и количественная оценка характера коррозийного процесса. Доказана необходимость осуществления тщательных подготовительных мероприятий при проведении цементировочных работ.

Соблюдению условий надежной эксплуатации обсадной колонны соответствуют вполне определенные технологические параметры процесса спуска и цементирования труб, базирующиеся на применении ингибиторов коррозии и специальных покрытий породоразрушающего инструмента при спуске его в скважину, а также нанесение защитного слоя на внешнюю поверхность обсадных труб.

Полученные результаты лабораторных и аналитических исследований являются базовыми для проектирования режимных параметров процесса спуско-подъемных операций с буровым инструментом и обсадной колонной с гарантированным обеспечением высоких технико-экономических показателей. Данные по изучению влияния различных типов ингибиторов на показатели меры защиты поверхности сталей представляют собой основу дальнейших исследовательских работ по разработке рецептур антикоррозионных составов для защиты бурового инструмента и обсадной колонны.

Ключевые слова: *цементный камень, обсадная колонна, изоляция, коррозия, промывочная жидкость.*

O. M. Davydenko, A. O. Ihnatov, M. O. Naumenko

A STUDY OF THE STATE OF COLUMN IS AT CEMENTATION OF BORE HOLES

Illumination some principles improvement process cementation of bore holes on the basis study of the state column under the action of active components of bore liquids.

The laboratory and analytical receptions researches are set fundamental principles of co-operation of bore liquid and its components with material of pipes at cementation bore holes.

As a result of leadthrough of laboratory and analytical researches process of co-operation material of pipes with active components of bore liquid the aspects mechanism of corrosion boring instrument and column. The mechanism flowing of chemical corrosion pipes, stipulating gradual oxidization of metal is studied. Researches influence of different types of inhibitors are conducted on the indexes measure of defense surface steel. On the basis of anodic and cathode polarization curves the high-quality and quantitative estimation character of corrosive process is done. The necessity realization of careful preparatory measures is well-proven during the leadthrough of cementation works.

The fully certain technological parameters process of lowering and cementation of pipes correspond the observance reliable external of column environments, being based on application of inhibitors corrosions and the special coverages of drill instrument at lowering of it in a bore hole and also causing of protective layer on the external surface of pipes.

The got results of laboratory and analytical researches are base for planning of regime parameters process of descent-liftings operations with a boring instrument and column with the assured providing of high technique-economic indexes. The influences different types of inhibitors given on a study on the indexes measure defence of surface steel are basis of further research works on development compounding of anticorrosive compositions for defence of boring instrument and column.

Key words: *cement stone, column, isolation, corrosion, washings liquids.*

Література

1. Необходимость обработки кавернозных зон скважин / А. Н. Давиденко, Б. Т. Ратов, А. А. Игнатов и др. // Промышленность Казахстана. – 2016. – Вып. 3 (96). – С. 63 – 68.
2. Игнатов А. А. Исследование параметров процесса удаления глинисто-шламовых образований из кавернозных зон скважин // Mining of Mineral Deposits. – 2016. – Вып. 1(10). – С. 63 – 68.
3. Петров Л. Н., Супрунюк Н. Г. Коррозионно-механическое разрушение металлов и сплавов. – К.: Наукова думка, 1991. – 216 с.
4. Проволоцкий А. Е. Струйно-абразивная обработка деталей машин пород. – К.: Тэхника, 1989. – 177 с.

Надійшла 15.06.18

References

1. Davidenko, A. N., Ratov, B. T., Ihnatov, A. A. et al. (2016). Neobkhodimost obrabotki kavernoznykh zon skvazhin [Necessity of treatment vuggy areas of bore holes]. *Promyshlennost Kazakhstana.–Industry of Kazakhstan, 3, 96,* 63 – 68 [in Russian].
2. Ihnatov, A. A. Issledovanie parametrov processa udaleniia glinisto-shlamovykh obrazovanii iz kavernoznykh zon skvazhin [Research into parameters characterizing the process of withdrawing clay-mud formations from bore hole vuggy zones]. *Mining of Mineral Deposits, 1, 10.* – 63 – 68 [in Russian].
3. Petrov, L. N., & Supruniuk N. G. (1991). *Korrozionno-mekhanicheskoe razrushenie metallov i splavov [Corrosive-mechanical destruction of metals and alloys]*. Kiev: Naukova dumka [in Russian].
4. Provolockii, A. E. (1989).*Struino-abrazivnaia obrabotka detalei mashin [Stream-abrasive treatment of details machines]*. Kiev: Tekhnika [in Russian].

УДК 622.24.051

А. А. Кожевников, д-р. техн. наук; **В. Л. Хоменко**, канд. техн. наук[1]; **Б. Т. Ратов**, д-р техн. наук, **А. Токтасынов**, **Е. Мусаев**, магистранты[2]

[1]Национальный технический университет «Днепровская политехника», пр. Д. Яворницкого, 19, г. Днепр, Украина e-mail: aak2@ua.fm
[2]Каспийский университет, (г.Алматы, Республика Казахстан), e-mail:ratov69@mail.ru

МНОГОФАКТОРНЫЙ РЕГРЕССИОННЫЙ АНАЛИЗ СТЕНДОВЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ ПРОЦЕССА ТРАНСПОРТИРОВКИ КРИОГЕННО-ГРАВИЙНОГО ФИЛЬТРА ПО СТВОЛУ СКВАЖИНЫ

Целью данной работы является анализ результатов стендовых исследований технологии транспортировки экспериментального образца криогенно-гравийного фильтра по стволу скважины. Для этого был использован метод многофакторного регрессионного анализа линейной и экспоненциальной модели процесса спуска. В результате выполнения работы было установлено, что коэффициент детерминации линейной модели многофакторной регрессии равен 0,66. Экспоненциальная модель более достоверно, чем линейная позволяет аппроксимировать результаты исследований (коэффициент детерминации 0,835). В дальнейшем целесообразно провести многофакторный анализ, используя другие модели, например, полиномиальную, степенную, гиперболическую. Для повышения достоверности

результатов многофакторного регрессионного анализа необходимо проведение дополнительных стендовых исследований для уточнения влияния скорости спуска и температурыскважинной жидкости на максимально возможную глубину спуска. Найденная регрессионная модель позволяет спрогнозировать максимальную глубину спуска криогенно-гравийного фильтра при различных геолого-технических условиях. А это, в свою очередь, дает возможность оптимизировать конструкцию и технологию спуска фильтра.

Ключевые слова: *криогенно-гравийный фильтр, транспортировка фильтра, многофакторный регрессионный анализ, буровая скважина.*

Постановка проблемы

На кафедре техники разведки месторождений полезных ископаемых Национального технического университета «Днепровская политехника» были проведены экспериментальные стендовые исследования технологии транспортировки криогенно-гравийного фильтра по стволу скважины. В ходе проведения стендовых исследований изучалось влияние пяти факторов на максимально возможную глубину спуска фильтра, а именно : закрытый или открытый башмак фильтровой колонны, на которой фильтр спускается в скважину; скорость спуска фильтра V; концентрация вяжущего (желатина) С; длина криогенно-гравийного элемента (КГЭ) $l_{КГЭ}$; температура скважинной жидкости t. Более подробно параметры, влияющие на глубину спуска криогенно-гравийных фильтров, были проанализированы нами в работе [1]. Для выработки путей дальнейшего совершенствования криогенно-гравийных фильтров и прогнозирования длины спуска в различных условиях необходимо установить совместное влияние всех вышеперечисленных факторов.

Анализ последних исследований и публикаций

Вопросы создания гравийных фильтров и их транспортировки на забой скважины исследовали А.Д. Башкатов, Д.Н. Башкатов, В.М. Гаврилко, Г.П. Квашнин и др. [2–5].

Цель настоящей статьи – провести многофакторный регрессионный анализ результатов стендовых исследований технологии транспортировки экспериментального образца криогенно-гравийного элемента фильтра по стволу скважины.

Основное содержание

Методика и результаты стендовых исследований технологии транспортировки гравийной фильтра по стволу скважины приведены в [6]. Результаты экспериментов показали, что максимальная длина спуска фильтра больше в случае использования КГФ на фильтровой колонне с закрытым башмаком по сравнению с открытым. Результаты этих экспериментов приведены в табл. 1. Кроме того в таблице приведены прогнозные значения глубины спуска фильтра при линейной и экспоненциальной модели множественной регрессии.

Таблица 1. **Фактические и прогнозные результаты стендовых исследований технологии транспортировки экспериментального образца КГЭ фильтра на фильтровой колоне с закрытым башмаком**

Скорость спуска V, м/с	Концентрация желатина С, %	Длина КГЭ $L_{КГЭ}$, м	Температура скважинной жидкости. Т °С	Глубина спуска L, м	Прогнозная глубина спуска (линейная модель) L, м	Прогнозная глубина спуска (экспоненциальная модель)L, м
1	2	3	4	5	6	7
0,05	2	1	17	10,8	13,2	12,1
0,05	2	2	17	4,3	-10,3	7,1
0,05	2	3	17	4,3	-33,8	4,1
0,05	3,5	1	17	19,4	28,7	17,1
0,05	3,5	2	17	15,1	5,2	10,0
0,05	3,5	3	17	8,6	-18,3	5,8
0,05	5	1	17	30,2	44,3	24,1
0,05	5	2	17	21,6	20,8	14,1
0,05	5	3	17	10,8	-2,7	8,3
0,05	10	1	17	103,7	96,1	76,0
0,05	10	2	17	23,8	72,6	44,5
0,05	10	3	17	13	49,1	26,1
0,11	2	1	17	11	17,4	12,6
0,11	2	2	17	4,4	-6,1	7,4
0,11	2	3	17	4,4	-29,6	4,3
0,11	3,5	1	17	17,6	32,9	17,8
0,11	3,5	2	17	11	9,4	10,4
0,11	3,5	3	17	8,8	-14,1	6,1
0,11	5	1	17	33	48,5	25,1
0,11	5	2	17	15,4	25,0	14,7
0,11	5	3	17	11	1,5	8,6
0,11	10	1	17	154	100,3	79,1
0,11	10	2	17	110	76,8	46,3
0,11	10	3	17	13,2	53,3	27,1
0,22	2	1	17	6,6	25,0	13,5
0,22	2	2	17	4,4	1,5	7,9
0,22	2	3	17	4,4	-21,9	4,6
0,22	3,5	1	17	24,2	40,6	19,1
0,22	3,5	2	17	13,2	17,1	11,2
0,22	3,5	3	17	8,8	-6,4	6,6
0,22	5	1	17	17,6	56,1	27,0
0,22	5	2	17	15,4	32,6	15,8
0,22	5	3	17	11	9,1	9,3
0,22	10	1	17	176	107,9	85,2
0,22	10	2	17	33	84,5	49,9

Окончание таблицы 1

1	2	3	4	5	6	7
0,22	10	3	17	13,2	61,0	29,2
0,05	2	1	5	17,3	35,2	25,9
0,05	2	2	5	15,1	11,7	15,2
0,05	2	3	5	10,8	-11,8	8,9
0,05	3,5	1	5	19,4	50,7	36,6
0,05	3,5	2	5	13	27,3	21,4
0,05	3,5	3	5	13	3,8	12,5
0,05	5	1	5	64,8	66,3	51,7
0,05	5	2	5	56,2	42,8	30,2
0,05	5	3	5	19,4	19,3	17,7
0,05	10	1	5	127,4	118,1	163,1
0,05	10	2	5	86,4	94,6	95,5
0,05	10	3	5	28,1	71,1	55,9
0,11	2	1	5	15,4	39,4	27,0
0,11	2	2	5	15,4	15,9	15,8
0,11	2	3	5	11	-7,6	9,3
0,11	3,5	1	5	28,6	54,9	38,1
0,11	3,5	2	5	22	31,4	22,3
0,11	3,5	3	5	24,2	7,9	13,1
0,11	5	1	5	77	70,5	53,8
0,11	5	2	5	44	47,0	31,5
0,11	5	3	5	26,4	23,5	18,4
0,11	10	1	5	167,2	122,3	169,8
0,11	10	2	5	125,4	98,8	99,4
0,11	10	3	5	33	75,3	58,2
0,22	2	1	5	17,6	47,1	29,1
0,22	2	2	5	13,2	23,6	17,0
0,22	2	3	5	8,8	0,1	10,0
0,22	3,5	1	5	37,4	62,6	41,0
0,22	3,5	2	5	28,6	39,1	24,0
0,22	3,5	3	5	15,4	15,6	14,1
0,22	5	1	5	92,4	78,1	57,9
0,22	5	2	5	55	54,7	33,9
0,22	5	3	5	33	31,2	19,9
0,22	10	1	5	231	130,0	182,8
0,22	10	2	5	149,6	106,5	107,0
0,22	10	3	5	37,4	83,0	62,7

Так же в работе [6] были сделаны выводы о линейной зависимости глубины спуска от скорости спуска, концентрации желатина (при концентрации более 5 %) и длины криогенно-гравийного элемента фильтра.

Исходя из этого, вначале нами решалась задача многофакторной корреляции для линейной модели. Для этого использовался Пакет анализа программы MicrosoftExcel.

Уравнение линейной множественной корреляции имеет вид:

$$y = a0 + a1x1 + a2x2 + ... + anxn$$

Результаты регрессионной статистики приведены в табл. 2.

Таблица 2. **Регрессионная статистика**

Множественный R	0,8134
Коэффициент детерминации (R-квадрат)	0,6616
Нормированный R-квадрат	0,6414
Стандартная ошибка	28,5679
Наблюдения	72

Величина значения R-квадрат, которая составляет 0,6616; показывает, что достоверность аппроксимации, которая будет получена в результате регрессионного анализа относительно невысокая. Таким образом, для улучшения достоверности стоит кроме линейной, проанализировать и другие модели.

Результаты дисперсионного анализа приведены в табл. 3.

Таблица 3. **Дисперсионный анализ**

	df	SS	MS	F	Значимость F
Регрессия	4	106922,2	26730,56	32,75296	$3{,}97 \cdot 10^{-15}$
Остаток	67	54680,48	816,1266		
Итого	71	161602,7			

И, наконец, значения коэффициентов уравнения регрессии и их статистические характеристики приведены в табл. 4. В нижней части таблицы – результаты оценки регрессии: оценки МНК коэффициентов регрессии, оценки стандартных отклонений коэффициентов регрессии, t – статистики для проверки значимости коэффициентов регрессии, p-value для этих тестов, нижние и верхние границы 95% доверительных интервалов для оценок коэффициентов регрессии.

Таблица 4. **Коэффициенты линейной регрессии и их статистические характеристики**

	Коэффициенты	Стандартная ошибка	t-статистика	P-значение	Нижние 95%	Верхние 95%
Y-пересечение	43,649	13,677	3,191	0,002	16,350	70,948
Переменная a1 (скорость спуска)	69,741	47,826	1,458	0,149	-25,720	165,203
Переменная a2 (концентрация желатина)	10,364	1,119	9,259	0,000	8,130	12,599
Переменная a3 (длина КГС)	-23,492	4,123	-5,697	0,000	-31,722	-15,261
Переменная a4 (температура)	-1,835	0,561	-3,270	0,002	-2,955	-0,715

Как видно из табл. 4 коэффициенты линейной регрессии a1 и a2 являются положительными, а a3 и a4 – отрицательными. Это значит, что с увеличением скорости спуска и концентрации желатина максимальная глубина спуска криогенно-гравийного фильтра увеличивается, а с увеличением длины КГС и температуры скважинной жидкости – уменьшается.

Уравнение множественной линейной регрессии будет выглядеть следующим образом

$$L_{\max} = 43,649 + 69,741 \cdot V + 10,364 \cdot C - 23,492 \cdot l_{Ę.ÁÝ} - 1,835 \cdot t$$

Как видно из табл. 4 наименее достоверный из всех это коэффициент a1, стоящий при скорости спуска.

В столбце 6 табл. 1 приведены результаты расчета максимальной глубины спуска фильтра, подсчитанной по этой формуле. Как видно в некоторых случаях максимальная глубина спуска фильтра имеет отрицательные значения. Естественно, эти значения не имеют физического смысла и лишний раз показывают, что линейная модель недостаточно достоверно описывает процесс спуска криогенно-гравийного фильтра.

Построим экспоненциальную регрессионную модель множественной корреляции.

Уравнение экспоненты в общем виде имеет вид:

$$y = a0a1^{x1} \times a2^{x2} \times \ldots \times an^{xn}$$

В табл. 5 приведены коэффициенты экспоненциальной регрессии и их статистические характеристики.

Таблица 5. **Коэффициенты экспоненциальной регрессии и их статистические характеристики**

Коэффициенты регрессии	a0	a1	a2	a3	a4
Значения коэффициентов	37,159	1,958	1,258	0,585	0,938
Ошибка коэффициентов регрессии	0,200	0,698	0,016	0,060	0,008
Коэффициент детерминации (R-квадрат)	0,835	Ошибка – стандартное отклонение	0,417		
Критерий Фишера F	84,633	Число степеней свободы	67		
Основная сумма квадратов SS	58,826	Остаток	11,642		

Величина значения R-квадрат, которая составляет 0,835; значительно выше, чем при линейной регрессии. Таким образом, экспоненциальная модель регрессии более достоверно описывает протекание процесса транспортировки экспериментального образца КГЭ фильтра на фильтровой колоне с закрытым башмаком, чем линейная.

Уравнение множественной экспоненциальной регрессии будет выглядеть следующим образом

$$L_{max} = 37,159 \times 1,958^{V} \times 1,258^{C} \times 0,585^{l_{КГЭ}} \times 0,938^{t}$$

Самую большую ошибку из всех коэффициентов регрессии также, как и при линейной модели имеет коэффициент a1, стоящий при скорости спуска.

В столбце 7 табл. 1 приведены результаты расчета максимальной глубины спуска фильтра, подсчитанной по этой формуле.

Выводы

1. Линейная модель многофакторной регрессии не позволяет достоверно аппроксимировать результаты стендовых исследований технологии транспортировки криогенно-гравийного фильтра по стволу скважины. Коэффициент детерминации 0,66.

2. Экспоненциальная модель многофакторной регрессии более достоверно, чем линейная, позволяет аппроксимировать результаты стендовых исследований технологии

транспортировки криогенно-гравийного фильтра по стволу скважины. Коэффициент детерминации 0,835.

3. В дальнейшем целесообразно провести многофакторный анализ, используя другие модели, например, полиномиальная, степенная, гиперболическая. Это позволит подобрать модель, которая наиболее полно аппроксимирует результаты экспериментальных исследований.

4. Для повышения достоверности результатов многофакторного регрессионного анализа нужно провести дополнительные стендовые исследования для уточнения влияния скорости спуска на максимально возможную глубину спуска.

5. Также необходимо проведение дополнительных стендовых исследований для уточнения влияния температуры на максимально возможную глубину спуска. Эта потребность вызвана малым количеством экспериментов и небольшим диапазоном исследованных температур.

Метою даної роботи є аналіз результатів стендових досліджень технології транспортування експериментального зразка кріогенно-гравійного фільтра по стовбуру свердловини. Для цього був використаний метод багатофакторного регресійного аналізу лінійної та експоненціальної моделі процесу спуску. В результаті виконання роботи було встановлено, що коефіцієнт детермінації лінійної моделі багатофакторної регресії дорівнює 0,66. Експоненціальна модель більш достовірно ніж лінійна дозволяє апроксимувати результати досліджень (коефіцієнт детермінації 0,835). В подальшому доцільно провести багатофакторний регресійний аналіз використовуючи інші моделі, наприклад, поліноміальну, степеневу, гіперболічну. Для підвищення достовірності результатів багатофакторного регресійного аналізу необхідне проведення додаткових стендових досліджень для уточнення впливу швидкості спуску і температури свердловинної рідини на максимально можливу глибину спуску. Знайдена регресійна модель дозволяє спрогнозувати максимальну глибину спуску кріогенно-гравійного фільтра при різних геолого-технічних умовах. А це, в свою чергу, дає можливість оптимізувати конструкцію і технологію спуску фільтра.

***Ключові слова**: кріогенно-гравійний фільтр, транспортування фільтру, багатофакторний регресійний аналіз, бурова свердловина.*

A. A. Kozhevnykov, V. L. Khomenko, B. T. Ratov, A. Toktasynov, E. Musaev

MULTIFACTOR REGISTRATION ANALYSIS OF STANDBY RESEARCH OF THE PROCESS OF TRANSPORTATION OF CRYOGENIC-GRAVEL FILTER ON WELLBORE

The purpose of this paper is to analyze the results of bench studies of the technology for transporting an experimental sample of a cryogenic-gravel filter along a wellbore. For this, the method of multifactorial regression analysis of the linear and exponential model of the descent process was used. As a result of the work, it was found that the coefficient of determination of the linear model of multifactor regression is 0.66. The exponential model is more reliable than the linear model that allows approximating the results of the studies (the coefficient of determination is 0.835). In the future, it is expedient to conduct a multifactor analysis using other models, for example, polynomial, power, hyperbolic. To increase the reliability of the results of multivariate regression analysis, it is necessary to conduct additional bench studies to clarify the influence of the rate of descent and the temperature of the borehole fluid on the maximum possible depth of descent. The regression model found allows us to predict the maximum depth of descent of the cryogenic gravel filter under various geological and technical conditions. And this, in turn, makes it possible to optimize the design and technology of the filter descent.

***Key words**: cryogenic-gravel filter, filter transport, multifactorial regression analysis,borehole.*

Литература

1. Кожевников А. А., Хоменко В. Л. Классификация параметров, влияющих на глубину спуска криогенно-гравийных фильтров / Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. научных трудов. – Вып. 20. – Киев: ИСМ им В.Н. Бакуля НАН Украины, 2017. – С. 81-85.
2. Башкатов А. Д. Прогрессивные технологии сооружения скважин. – М.: Недра, 2003 – 554с.
3. Справочник по бурению скважин на воду / Д. Н. Башкатов, С. С. Сулакшин, С. Л. Драхлис, Г. П. Квашнин. – М.: Недра, 1979. – 560 с.
4. Гаврилко В. М., Алексеев В. С. Фильтры буровых скважин. – М.: Недра, 1985. – 334 с.
5. Квашнин Г. П., Деревянных А. И. Водозаборные скважины с гравийными фильтрами. – М.: Недра, 1981. – 216 с.
6. Кожевников А. А., Судаков А. К. Криогенно-гравийные фильтры буровых скважин. – Д.: Литограф, 2014. – 305 с.

Поступила 05.06.18

References

1. KozhevnykovA. A., & KhomenkoV. L. (2017) Klassifikaciia parametrov, vliiaiushchikh na glubinu spuska kriogenno-gravijnykh filtrov [Classification of parameters affecting the depth of descent of cryogenic-gravel filters]. *Porodorazrushaiushchii i metalloobrabatyvaiushchii instrument – tehnologiia ego izgotovlenia i primenenia: sbornik nauchnykh trudov - Rock-cutting and metal-cutter instrument - technical and technology of its manufacture and application: collection of scientific paper,20,* (pp. 81–85). Kiev: [in Russian].
2. Bashkatov, A. D. (2003). *Progressivnye tehnologii sooruzhenija skvazhin [Progressive technologies of well construction]*. – Moscow: Nedra [inRussian].
3. Bashkatov, D. N., Sulakshin, S. S., Drahlis, S. L., & KvashninG. P. (1979) *Spravochnik po bureniju skvazhin na vodu [Handbook of drilling water wells]*. Moscow: Nedra [in Russian].
4. Gavrilko, V. M. &Alekseev, V. S. (1985). *Fil'try burovykh skvazhin [Filters of boreholes]*. – Moscow: Nedra [in Russian].
5. Kvashnin, G. P. & Derevjannyh, A. I. (1981). *Vodozabornye skvazhiny s gravijnymi fil'trami [Water intake wells with gravel filters]*. – Moscow: Nedra [in Russian].
6. Kozhevnykov, A. A. &Sudakov, A. K. (2014). *Kriogenno-graviinye filtry burovykh skvazhin [Cryogenic-gravel filters ofboreholes]*. Dnipro: Litograf [inRussian].

УДК 622.24

А. А. Кожевников, д-р техн. наук, **А. Ф. Камышацкий,** канд. техн. наук

Национальный технический университет «Днепровская политехника», пр. Дмитрия Яворницкого 19, 49000г. Днепр, Украина, e-mail: trmpi@outlook.com

ОЦЕНКА ЭНЕРГОЕМКОСТИ РАБОТЫ КАВИТАТОРОВ РАЗНЫХ КОНСТРУКЦИЙ

Задачей научного исследования является оценка энергоемкости работы разработанного суперкавитационного генератора в сравнении с классическим кавитационным генератором «трубка Вентури». Для решения поставленной задачи при научном исследовании был использован классический подход, который заключается в сравнении потери давления на исследуемых кавитационных генераторах. Основные выводы заключаются в следующем: эффективность использования гидродинамической кавитации подтверждена разработками способов и устройств

по интенсификации технологических процессов и снижении энергопотребления в горнодобывающей отрасли; конструкция кавитационного генератора органично вписывается в различные технологии и позволяет интенсифицировать их при более низких удельных энергозатратах, не требует трудоемкой доработки оборудования; удельный расход энергии на суперкавитационном генераторе меньше в 3-5 раз чем на стандартном генераторе трубке Вентури. В качестве критерия для исследуемых кавитационных генераторов выступала частота колебаний. Практическое значение заключается в применении менее энергоемкого кавитатора в различных технологических процессах при бурении скважин. Оригинальность и ценность исследований заключена в разработке совершенно новых конструкций кавитационных генераторов и обосновании их применения в бурении скважин с точки зрения энергоемкости.

Ключевые слова: *кавитация, кавитационный генератор, трубка Вентури, суперкавитация.*

Введение

Анализируя различные конструкции кавитационных генераторов и объединяя их по такому признаку, как энергоемкость разрушения и эффективность диспергирования, можно заключить, что гидродинамические кавитационные аппараты наиболее полно отвечают предъявляемым требованиям.

Когда местное давление жидкости в некоторой точке падает ниже величины, соответствующей давлению насыщенного пара при данной окружающей температуре, тогда жидкость переходит в другое состояние, образуя, в основном, фазовые пустоты, которые называются кавитационными пузырями. Перемещаясь с потоком в область с более высоким давлением или во время сжатия, пузырек захлопывается, излучая при этом ударную волну.

Обобщение и анализ исследований по применению гидродинамической кавитации для интенсификации различных технологических процессов, протекающих в жидких средах, указывает на перспективность этого метода для процессов в бурении скважин. В настоящее время кавитационно-кумулятивное воздействие на процессы перемешивания, диспергирования, эмульгирования, освоения и т.д. в различных системах еще недостаточно хорошо изучены.

Основной материал

В работах [1-3] рассматривается возможность использования в буровых процессах классического устройства для генерирования кавитации – трубки Вентури. Подробный обзор результатов этих исследований практически невозможно включить в рамки настоящей работы. Принципиальная схема работы трубки Вентури приведена на рис.1.

Трубка Вентури состоит из конфузора, критического сечения малого диаметра и диффузора. Ее работа заключается в преобразовании стационарного потока в пульсирующий, что достигается при прохождении потока от критического сечения к диффузору. При этом происходит падение давления и возникает кавитация.

Как показали исследования, приведенные в работе [4-6], с возникновением кавитации сопротивление трубки Вентури будет увеличиваться пропорционально степени развития кавитации, а расход сохраняется постоянным независимо от дальнейшего снижения давления на выходе из трубки Вентури. Таким образом, регулирование режимов работы такого кавитационного генератора возможно лишь изменением его геометрических размеров (диаметра критического сечения и угла раскрытия диффузора).

На основе трубки Вентури Институтом геотехнической механики был разработан генератор импульсов давления (ГИД) (рис. 2) [8].

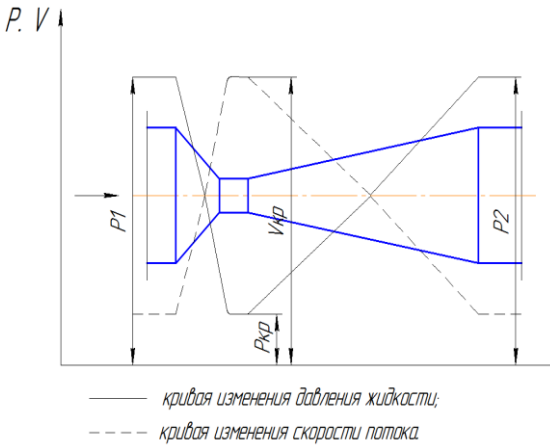


Рис. 1. Схема работы трубки Вентури

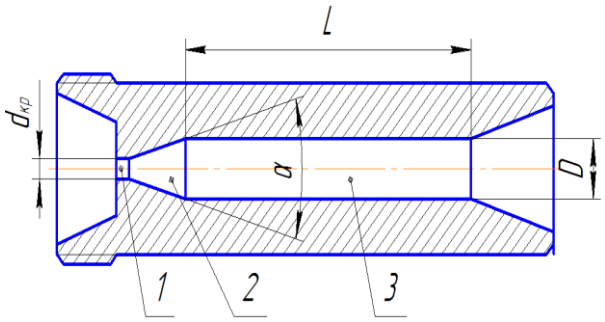


Рис. 2. Генератор импульсов давления (ГИД): 1 – критическое сечение генератора с минимальным диаметром; 2 – диффузор; 3 – последиффузорный проточный канал

Один из современных направлений в области получения кавитации –суперкавитация.

Принцип действия суперкавитационных механизмов заключается в том, что при обтекании соответствующего кавитатора образуется суперкаверна, замыкание которой происходит непосредственно в потоке достаточно далеко от рабочих поверхностей аппарата. Нестационарная хвостовая часть каверны генерирует поля кавитационных микропузырьков, которые при схлопывании интенсифицируют процесс диспергирования. При этом рабочие поверхности аппарата не подвергаются кавитационной эрозии, и срок их службы не зависит от режимов кавитационной обработки [1-4]. Определяющими эффект факторами являются количество и размеры образующихся кавитационных пузырьков. Для того чтобы получить кавитационные пузырьки оптимальных по технологическому воздействию размеров необходимо создать каверну с определенным характером нестационарного движения в ее хвостовой части [5].

Таким образом, в суперкавитационных аппаратах необходимое количество кавитационных микропузырьков заданных размеров генерируется самой суперкаверной и практически не зависит от физических параметров жидкости, т.е. от количества кавитационных зародышей.

Простота, высокая надежность и эффективность суперкавитационных аппаратов, их универсальность открывает широкие возможности для их использования при бурении скважин.

С учетом вышесказанного и на основании проведенных аналитических и теоретических исследований, был разработан экспериментальный образец кавитационного генератора (рис. 3) [1, 3, 7, 9].

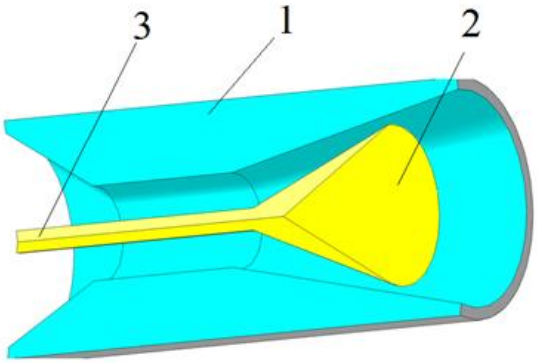


Рис. 3. Суперкавитационный генератор: 1 - ниппель специального сечения; 2 – конус обтекания; 3 – шток

Рабочая жидкость по подающей линии поступает в ниппель специального сечения 1 и, обтекая конус 2, поступает в выкидную линию. При обтекании конуса 2 происходит образование участка, в котором капельная жидкость полностью отсутствует – появляется суперкаверна. Для обеспечения возможности регулирования режимными параметрами работы кавитационного генератора, конус обтекания 2 выполнен с возможностью осевого перемещения в диффузоре ниппеля 1 путем перемещения штока 3. При этом размер суперкаверны будет зависеть от скорости набегающего потока и, как следствие, от радиального зазора между конусом обтекания и диффузором ниппеля 1.

Конус обтекания 2 выполнен полым для увеличения объема образуемой суперкаверны, что, в свою очередь, влечет увеличение количества кавитационных микропузырьков (так как микропузырьки образуются по всей поверхности кавитационной каверны) и, соответственно, повышает интенсивность процесса кавитационного диспергирования.

Цель статьи – оценить энергоемкости работы разработанного суперкавитационного генератора (КГ-СК) в сравнении с классическим кавитационным генератором «трубка Вентури» (КГ-ТР).

В качестве критерия оценки эффективности различного типа исследуемых кавитационных генераторов был принят удельный расход энергии:

$$J = \rho \cdot g \cdot \Delta h_{КД}, \text{ Дж/м}^3 \quad (1)$$

где ρ – плотность жидкости (для воды 1000 кг/м^3), кг/м^3; $\Delta h_{КД}$ – потери давления на кавитационном генераторе, м вод.ст.

Более эффективным кавитационным генератором будет считаться тот, в работе которого потребуется меньший удельный расход энергии.

Используя формулу (1), определяем удельный расход энергии на суперкавитационном генераторе и трубке Вентури. Результаты приведены в виде графической зависимости на рис. 4 и в виде числовых значений в табл. 1. При расчете принимаем перепад давления на трубке Вентури из работы [5–7], а для суперкавитатора из работ [8, 9].

Таблица 1. **Удельный расход энергии на кавитационном генераторе (кДж/м^3)**

Тип генератора	Частота кавитационных колебаний, Гц					
	1700	2800	3500	5200	6500	8400
Суперкавитационный генератор	100	300	400	440	700	1100
Трубка Вентури (ГИД)	500	700	1000	1500	2000	3000

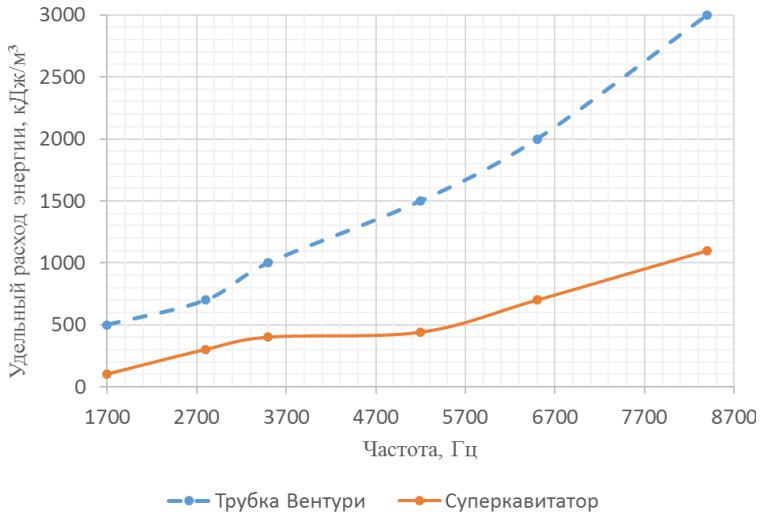


Рис. 4. Удельный расход энергии на кавитационном генераторе

Выводы

1. Эффективность использования гидродинамической кавитации подтверждена разработками способов и устройств по интенсификации технологических процессов и снижении энергопотребления в горнодобывающей отрасли.

2. Конструкция суперкавитационного генератора органично вписывается в различные технологии и позволяет интенсифицировать их при более низких удельных энергозатратах, не требует трудоемкой доработки оборудования.

3. Удельный расход энергии на суперкавитационном генераторе (КГ-СК) меньше в 3-5 раз чем на стандартном генераторе трубке Вентури (КГ-ТВ).

Завданням наукового дослідження є оцінка енергоємності роботи розробленого суперкавітаційного генератора в порівнянні з класичним кавітаційним генератором «трубка Вентурі». Для вирішення поставленого завдання при науковому дослідженні був використаний класичний підхід, який полягає в порівнянні втрати тиску на досліджуваних кавітаційних генераторах. Основні висновки полягають в наступному: ефективність використання гідродинамічної кавітації підтверджена розробками способів і пристроїв по інтенсифікації технологічних процесів і зниження енергоспоживання в гірничодобувній галузі; конструкція кавитационного генератора органічно вписується в різні технології і дозволяє інтенсифікувати їх при більш низьких питомих енерговитратах, не вимагає трудомісткою доопрацювання обладнання; питома витрата енергії на суперкавітаційного генераторі менше в 3-5 разів ніж на стандартному генераторі трубці Вентурі. В якості критерію для досліджуваних кавітаційних генераторів виступала частота коливань. Практичне значення полягає в застосуванні менш енергоємного кавітатора в різних технологічних процесах при бурінні свердловин. Оригінальність і цінність досліджень укладена в розробці абсолютно нових конструкцій

кавітаційних генераторів і обґрунтуванні їх застосування в бурінні свердловин з точки зору енергоємності.

Ключові слова:*кавітація, кавітаційний генератор, трубка Вентурі, суперкавітація*.

A. A. Kozhevnykov, A. F. Kamyshatskyi

EVALUATION OF THE EFFICIENCY OF THE WORK OF THE CAVITATIONAL GENERATOR

The task of the scientific research is to estimate the energy intensity of the work of the developed supercavitational generator in comparison with the classical cavitation generator "Venturi tube". To solve the task at the scientific research the classical approach was used, which consists in comparing the pressure loss on the investigated cavitation generators. The main conclusions are as follows: the effectiveness of the use of hydrodynamic cavitation is confirmed by the development of methods and devices for the intensification of technological processes and the reduction of energy consumption in the mining industry; the design of the cavitation generator organically fits into various technologies and allows to intensify them at lower specific energy inputs, does not require labor-consuming modification of the equipment; the specific energy consumption in the supercavitation generator is less by 3-5 times than on the standard generator of the Venturi tube. As a criterion for the cavitation oscillators studied, the oscillation frequency was the oscillation frequency. Practical value consists in using a less energy-intensive cavitator in various technological processes when drilling wells. The originality and value of research lies in the development of completely new designs of cavitation generators and the rationale for their application in drilling wells in terms of energy intensity.

Key words*: cavitation, cavitation generator, Venturi tube, supercavitation*.

Литература

1. Dreus, A. Yu., Sudakov, A. K., Kozhevnikov, A. A., Vakhalin, Yu. N. "Study on thermal strength reduction of rock formation in the diamond core drilling process using pulse flushing mode", Naukovyi Visnyk Natsionalnoho Hirnychoho Universytetu, 2016

2. A. Dreus, A. Kozhevnikov, A. Sudakov, K. Lysenko. Investigation of heating of the drilling bits and definition of the energy efficient drilling modes // Eastern-European Journal of Enterprise Technologies – 2016. – Vol.3. – No 7 (81). – 41–46. DOI: 10.15587/1729-4061.2016.71995

3. Filimonenko, N. T., Kozhevnikov, A. A. Solid phase motion in intermittent vertical flow Naukovyi Visnyk Natsionalnoho Hirnychoho Universytetu. 2013.

4. Kozhevnykov, A. A., Khilov, V. S., Borysevych, O. A., Belchitskyi, O.P. Experimental research of the boring technology with pulsating instrument rotation Naukovyi Visnyk Natsionalnoho Hirnychoho Universytetu. 2012.

5. Davidenko A. N., Kamyshatsky A. F., Sudakov A.K. Innovative technology for preparing washing liquid in the course of drilling /Sci. and In. 2015. № (11)5. P. 5- 13.

6. Alexandr N. Davidenko, Alexandr F. Kamyshatsky Technology for preparing washing liquid / AGH DRILLING, OIL, GAS, Vol. 33, No. 4, 2016. P. 693- 697.

7. Пилипенко В. В. Кавитационные автоколебания / В. В. Пилипенко. – К.: Наук. думка, 1989. – 316 с.

8. Давиденко О. М., Камишацький О. Ф. Обґрунтування частотного спектру роботи пристрою для обробки промивальних рідин при бурінні свердловин //Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент-техника и технология его изготовления и применения. – 2016. – №. 19. – С. 104-107.

9. Давиденко А. Н., Камышацкий А. Ф. Совершенствование конструкции кавитационного генератора //Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент-техника и технология его изготовления и применения. – 2015. – №. 18. – С. 113-114.

Поступила 03.06.18

References

1. Dreus, A. Yu., Sudakov, A. K., Kozhevnikov, A. A., Vakhalin, Yu. N. (2016). "Study on thermal strength reduction of rock formation in the diamond core drilling process using pulse flushing mode", Naukovyi Visnyk Natsionalnoho Hirnychoho Universytetu [in English].

2. A. Dreus, A. Kozhevnikov, A. Sudakov, K. Lysenko. (2016). Investigation of heating of the drilling bits and definition of the energy efficient drilling modes // Eastern-European Journal of Enterprise Technologies – Vol.3. – No 7 (81). P. 41–46. [in English]. DOI: 10.15587/1729-4061.2016.71995

3. Filimonenko, N. T., Kozhevnikov, A. A. (2013). Solid phase motion in intermittent vertical flow Naukovyi Visnyk Natsionalnoho Hirnychoho Universytetu [in English].

4. Kozhevnykov, A. A., Khilov, V. S., Borysevych, O. A., Belchitskyi, O. P. (2012). Experimental research of the boring technology with pulsating instrument rotation Naukovyi Visnyk Natsionalnoho Hirnychoho Universytetu [in English].

5. Davidenko A. N., Kamyshatsky A. F., Sudakov A. K. (2015). Innovative technology for preparing washing liquid in the course of drilling /Sci. and In. N (11)5. P. 5–13 [in English].

6. Alexandr N. Davidenko, Alexandr F. Kamyshatsky Technology for preparing washing liquid / AGH DRILLING, OIL, GAS, Vol. 33, N 4, 2016. P. 693 – 697 [in English].

7. Pilipenko V.V. (1989). *Kavitatsionnyie avtokolebaniia [Cavitation self-oscillations]*. Kiev, Nauk. dumka, – 316 s. [in Russian].

8. Davidenko, O. M., & Kamishatskiy, O. F. (2016). Obgruntuvannia chastotnogo spektru roboty pristroiu dlia obrobky promyvalnykh ridyn pry burinni sverdlovyn [Justification of the frequency spectrum of the device for the treatment of washing liquids during drilling wells] // *Porodorazrushaiushchii i metalloobrabatyvaiushchii instrument – tehnologiia ego izgotovlenia i primenenia: sbornik nauchnykh trudov – Rock-cutting and metal-cutter instrument - technical and technology of its manufacture and application: collection of scientific paper, 19,* 104-107 [in Ukrainian]

9. Davidenko, A. N., & Kamyishatskiy, A. F. (2015). Sovershenstvovanie konstruktsii kavitatsionnogo generatora [Perfection of the construction of a cavitation generator] // *Porodorazrushayuschiy i metalloobrabatyivayuschiy instrument-tehnika i tehnologiya ego izgotovleniya i primeneniya [Pore-breaking and metal-working tools-technology and technology of its manufacture and application]*. 18. – S. 113–114 [in Russian].

УДК 622.24

А. О. Ігнатов, канд. техн. наук

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

ПЕРСПЕКТИВИ ЗАСТОСУВАННЯ ГНУЧКОЇ КОЛОНИ БУРИЛЬНИХ ТРУБ ДЛЯ БУРІННЯ СВЕРДЛОВИН

Методами конструкторського аналізу і за допомогою теоретичних прийомів досліджень встановлено основоположні принципи роботи забійного пристрою створення осьового навантаження на породоруйнівний інструмент.

Проаналізовано базові конструкції забійних пристроїв подачі долота. У результаті проведення конструкторського і теоретичного аналізу встановлено основні принципи роботи як окремих вузлів забійного пристрою створення осьового навантаження, так і його загалом.

Розглянуто особливості перебігу циркуляційних процесів під час роботи проектованого пристрою. Аналітично доведено можливість застосування розробленого пристрою у поєднанні з колоною гнучких бурильних труб. Показано перспективні можливості використання забійних механізмів створення осьового навантаження на породоруйнівний інструмент. Доведено необхідність розширення сфери застосування колони гнучких бурильних труб.

Розширенню сфери застосування колони гнучких труб, зокрема на бурових роботах, сприятиме розробка і впровадження забійних пристроїв створення осьового навантаження на породоруйнівний інструмент, одна з базових конструкцій яких розглядається у цій статті.

Розроблений пристрій є ефективним механізмом створення осьового навантаження на породоруйнівний інструмент, який дає змогу розширити можливості використання колони гнучких труб в бурових роботах. Конструктивні рішення, закладені в основу механізму функціонування пристрою, є базовими для подальших розробок у сфері проектування забійних компоновок створення осьового навантаження.

Ключові слова: *колона гнучких бурильних труб, осьове навантаження, забійний пристрій, циркуляційні процеси, промивальна рідина.*

Постановка проблеми

Одним із головних шляхів підвищення продуктивності бурових робіт є скорочення витрат часу на виконання спуско-підіймальних операцій із буровим інструментом, які, як відомо, в загальному балансі витрат часу на буріння досягають 30% і більше [1]. Істотно нові перспективи для вирішення вказаної проблеми відкриває широке впровадження в практику бурових робіт знімного породоруйнівного інструменту та безперервної колони бурильних труб [2].

Аналіз останніх досліджень і публікацій

Аналіз виробничих та літературних даних дає змогу зробити висновок, що на сучасному етапі впровадження технології буріння із застосуванням колони гнучких труб в основному зводиться до буріння ділянок похило-скерованих свердловин та горизонтальних відводів від основного стовбура свердловини та обмежується довжиною у 300-400 м [3]. Найактивніші роботи з впровадження колони гнучких труб в галузь бурових робіт проводяться дослідниками та виробничниками США та Канади [4].

Виділення невирішених раніше частин загальної проблеми

Обмеження щодо застосування колони гнучких труб спричинені низькою ефективністю буріння із використанням шарошкових доліт – це пов’язано насамперед із невеликими значеннями осьового навантаження, які реалізуються на забої свердловини, та значними частотами обертання [5].

Практика бурових робіт із застосуванням колони гнучких труб довела, що найбільш сприятливі умови руйнування порід створюються під час застосування гвинтових двигунів та доліт, що стирають породу [5].

Патентні дослідження засвідчують, що переважна більшість як вітчизняних, так і закордонних розробок в галузі забійних приладів створення осьового навантаження на породоруйнівний інструмент (поширене також визначення «прилади подавання долота або інструменту») стосується лише традиційної технології буріння – тобто з використанням сталевої колони бурильних труб. І лише незначна кількість патентів стосується розробок, пов’язаних із можливістю реалізації забійних схем подавання інструменту для колони гнучких труб.

Мета статті – висвітлення принципів проектування пристроїв створення осьового навантаження на породоруйнівний інструмент із застосуванням гнучкої колони бурильних труб для спорудження свердловин.

Обґрунтування вживання і опис вибраної автором методики

Враховуючи особливості експлуатації колони гнучких труб, які визначаються передусім технологією виготовлення – формування труб методом зварювання сталевої стрічки, достатньо високими показниками герметичності каналу гнучких труб, шляхом створення забійних механізмів подавання передбачається розробка саме гідравлічних агрегатів із тією або іншою конструктивною схемою використання гідравлічної енергії потоку бурової рідини, яка використовується для приводу забійного двигуна.

Виклад основного матеріалу дослідження

Основне завдання створення пристрою подавання долота – удосконалення пристрою [6], в якому принципово інше конструктивне та технологічне виконання робочих органів забезпечує: створення умов для отримання потрібних величин осьового навантаження під час проходження порід середнього та високого ступеня міцності, можливість його ефективного використання як у разі застосування стандартних бурильних труб, так і безперервної бурильної колони під час спорудження та ремонту свердловини, стабільність та ефективність акту руйнування порід, значне збільшення рейсової швидкості буріння, зниження зносу бурильних труб; за рахунок вказаного досягається інтенсифікація процесу будівництва свердловини за умови зниження загальних витрат.

На рис. 1 зображено загальну схему пристрою для створення осьового навантаження, де 1 – роз'ємний в горизонтальній та вертикальній площинах корпус, який за допомогою верхнього перехідника (2) сполучений з бурильною колоною. Нижній перехідник (3) зв'язаний з корпусом (1) монтажною гайкою (33) із забійним двигуном.

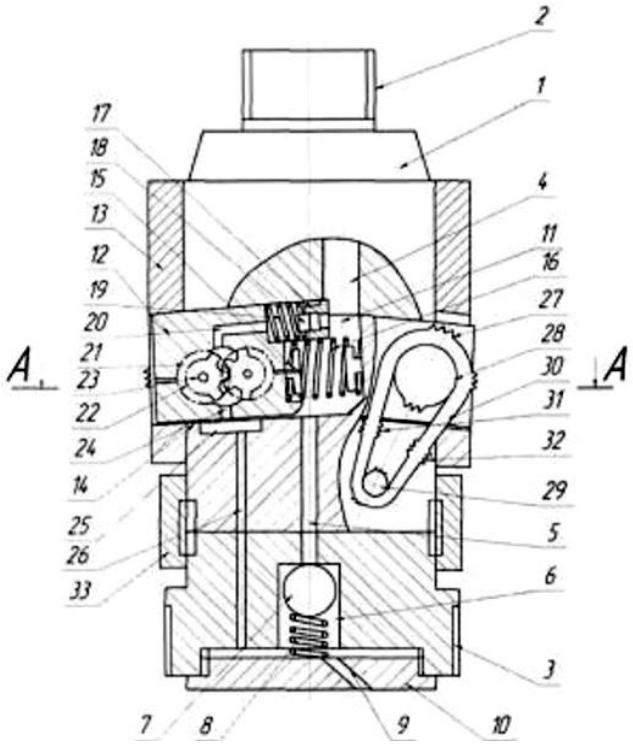


Рис. 1. Загальна схема пристрою для створення осьового навантаження

У кожній із верхніх та нижніх частин роз'ємного корпусу (1) пристрою, сполучених за допомогою втулки (13), виконано центральні (4) і циркуляційні (5) канали, обладнані дроселями (6), які складаються з кульового клапана (7) і пружини розтягування (8). Пристрій встановлено на основі, виконаній у вигляді фланцевої кришки (10), канал якої (9)

призначений для подавання промивальної рідини до забійного двигуна. В кожній з робочих камер (11), розташованих з протилежних боків роз'ємного корпусу (1), розміщено шліцьовий повзун (12), оснащений поворотною пружиною (16), замковим елементом дросельного типу (15) і переливним дроселем (17), що складається з тарілчастого запірного елемента (18), пружини (19). Переливний дросель (17) за допомогою циркуляційного каналу (20) з'єднаний з гідравлічним руховим блоком (21), який має пару зубчастих коліс (22) та через систему каналів (24, 25, 26) сполучається з фланцевою кришкою (10). Приводні вали (23) передають виниклий крутний момент упорним ланцюговим контактним механізмам (27), що складаються з великих (28) і малих (29) зірочок, кінематично сполучених інструментальними ланцюгами (30), на внутрішньому контурі яких розміщені робочі зубки (31), а на зовнішньому – врубові зубки (32).

На рис. 2 наведено переріз пристрою для створення осьового навантаження за А-А, де 12 – шліцьові повзунки, 15 – замкові елементи дросельного типу, 16 – поворотні пружини, 22 – пари зубчастих коліс, 23 – приводні вали, 28 – великі зірочки, 30 – інструментальні ланцюги, 32 – врубові зубки.

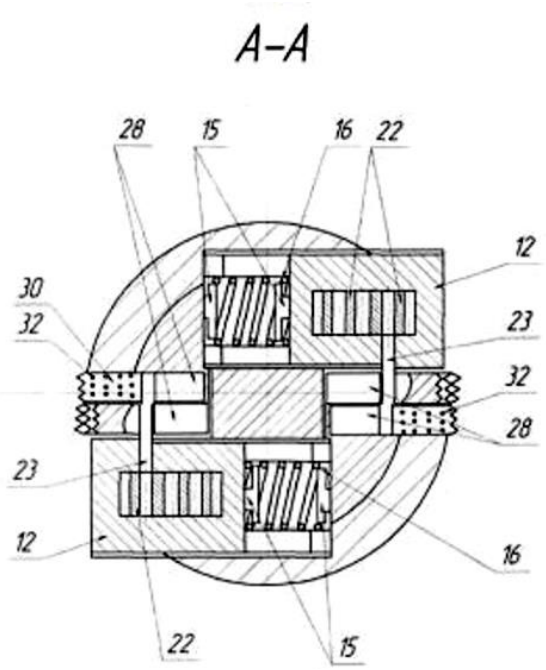


Рис. 2. Розріз за площиною А – А робочої частини пристрою для створення осьового навантаження

Пристрій працює так: включений до складу бурового снаряда пристрій спускають на забій свердловини; за допомогою верхнього перехідника (2) його роз'ємний корпус 1 сполучається з бурильною колоною, а нижнього перехідника (3) – із вибійним двигуном. Після досягнення буровим снарядом забою свердловини і подальшої його постановки – подача промивальної рідини; за її мінімального значення потік у повному об'ємі прямує через центральні (4) і циркуляційні (5) канали, виконані в роз'ємному корпусі (1) пристрою, а далі через дроселі (6), що складаються з кульового клапана (7) і пружини розтягування (8). Виходячи з них, він за допомогою каналу (9), фланцевої кришки (10) прямує до забійного двигуна.

Для безпосереднього включення в активну безперервну роботу самого пристрою подавання інструмента за руйнування порід середнього та високого ступеня міцності із використанням стандартної, а особливо гнучкої бурильної колони, необхідно підвищити

витрату промивальної рідини, що проходить через канали (4) роз'ємного корпусу (1). У зв'язку з тим, що пропускна здатність дроселя (6) обмежена розмірами кульового клапана (7) і жорсткістю пружини (8) та узгоджена із роботою шліцьових повзунків (12), створюється раціональне значення тиску в робочій камері (11) шліцьових повзунів (12).

За таких умов шліцьові повзунки (12) висуваються за контури сполучної втулки (13) роз'ємного корпусу (1), які переміщуються в похилих гніздах (14). Тиск, що створюється в робочій камері (11), сприяє переміщенню шліцьових повзунків (12) і долає опір поворотних пружин (16) замкових елементів дросельного типу (15) – забезпечується контактною площею поверхні їхнього зіткнення з рідиною високого тиску.

Крім того, відбувається спрацьовування переливного дроселя (17), що складається з тарілчастого замкового елемента (18) і пружини (19); при цьому промивальна рідина за допомогою циркуляційних каналів (20), виконаних у шліцьових повзунках (12), прямує в гідравлічні рухові блоки (21). У кожному із цих блоків відбувається перетворення гідравлічної енергії потоку промивальної рідини в обертальний рух приводних валів (23) за допомогою пари зубчастих коліс (22).

Після проходження промивальною рідиною зубчастих коліс (22) її потік за допомогою системи каналів (24, 25 і 26), наявних в роз'ємному корпусі (1) пристрою і нижньому перехіднику (3), з'єднуючись з основним потоком, слідує через фланцеву кришку (10) до забійного двигуна. Радіальне переміщення шліцьових повзунів (12) до стінок свердловини є необхідною умовою роботи пристрою.

Крім того, крутний момент, що виникає на приводних валах (23), залучає до обертання упорні ланцюгові контактні механізми (27), що складаються з великих (28) і малих (29) зірочок, кінематично сполучених інструментальними ланцюгами (30), на внутрішньому контурі яких розміщено робочі зубки (31), які запобігають прослизанню ланцюгів між зірочками, а на зовнішній – врубові зубки (32), необхідні для розкріплення корпусу (1) пристрою в стовбурі свердловини та його переміщення її стінками за умови поглиблення забою.

За кутового вторгнення врубових зубків (32) упорного ланцюгового контактного механізму (27) в стінки свердловини відбувається повне унеможливлення осьового переміщення пристрою у бік,0 протилежний до напряму просування забою. Це створює умови, що сприяють безпосередньому руху інструментальних ланцюгів (30) стінками свердловини, за умови дотримання на породоруйнівному інструменті необхідного осьового навантаження, необхідною для її поглиблення мірою.

Конструкція пристрою дає змогу регулювати величини осьового навантаження і швидкість переміщення роз'ємного корпусу (1) пристрою в автономному режимі за рахунок зміни подачі промивальної рідини буровим насосом залежно від ступеня міцності порід, що руйнуються.

Крім того, передбачена можливість оперативного поточного або капітального ремонту пристрою. Це можливо за рахунок від'єднання фланцевої кришки (10) від нижнього перехідника (3), перехідника від корпусу (1) за допомогою відгвинчування монтажної гайки (33) і нарешті розбирання роз'ємного корпусу (1) за рахунок випресовування сполучної втулки (13). Це значно спрощує монтажно-демонтажні роботи або заміну окремих елементів пристрою. Наявність контактного механізму (28) інструментальних ланцюгів (30) забезпечує значний ресурс роботи пристрою без підйому його на поверхню.

Аналітичні розрахунки доводять, що у разі застосування забійних гвинтових двигунів, гідравлічні показники, які реалізуються на забої свердловини з їхньою допомогою, є цілком прийнятними для задовільної роботи пристрою зі створення осьового навантаження.

Габаритні розміри самих двигунів (табл. 1) та відповідно свердловини вносять деякі корективи до конструктивної схеми виконання забійного пристрою, але загалом вона відповідає умовам роботи.

Таблиця 1. **Технічні параметри забійних гвинтових двигунів**

Тип двигуна	Д1-54	ДГ-60	Д-85
Зовнішній діаметр, мм	54	60	85
Діаметр долота, мм	до 76	до 98,4	до 120,6
Витрата рідини, л/с	до 2,5	до 3,5	до 4,5
Перепад тиску, МПа.	до 5,5		

Розрахунки міцності колони гнучких бурильних труб мають базуватися на визначенні напружень, зумовлених дією тиску циркулюючої рідини. Напруження, що при цьому виникають, поділяються на тангенціальні:

$$P_T = P_P R \diagup h$$

та меридіональні:

$$P_M = P_P R \diagup 2h,$$

де P_P – тиск циркулюючої рідини, МПа; R – радіус серединної поверхні труби, м; h – товщина стінки труби, м.

Наведені формули є базовими в методиці визначення вихідних гідравлічних параметрів пристрою для створення осьового навантаження.

Висновки з цього дослідження і перспективи подальших досліджень

1. В результаті проведення аналітичного огляду, конструкторського і теоретичного аналізу встановлено основні вимоги до забійного пристрою створення осьового навантаження та обґрунтовано принцип роботи окремих вузлів пристрою, пристрою загалом.
2. Розглянуто особливості перебігу циркуляційних процесів під час роботи окремих гідравлічних вузлів проектованого пристрою та аналітично доведено можливість застосування розробленого пристрою разом з колоною гнучких бурильних труб.
3. Показано перспективні напрямки вдосконалення забійних механізмів створення осьового навантаження на породоруйнівний інструмент, які можна використовувати в подальших дослідженнях пошуку та створення ефективних пристроїв подавання доліт з використанням як стандартної, так і гнучкої колони бурильних труб.

Методами конструкторского анализа и теоретическими приемами исследований установлены основополагающие принципы работы забойного устройства создания осевой нагрузки на породоразрушающий инструмент.

Проанализированы базовые конструкции забойных устройств подачи долота. В результате проведения конструкторского и теоретического анализа установлены основные принципы работы как отдельных узлов забойного устройства создания осевой нагрузки, та и его в целом. Рассмотрены особенности протекания циркуляционных процессов при работе проектируемого устройства. Аналитически доказана возможность применения разработанного устройства в сочетании с колонной гибких бурильных труб. Показаны перспективные возможности использования забойных механизмов создания осевой нагрузки на породоразрушающий инструмент. Доказана необходимость расширения области применения колонны гибких бурильных труб.

Расширению области применения колонны гибких труб, и в частности при буровых работах, будет способствовать сооружение и внедрение забойных устройств создания осевой нагрузки на

породоразрушающий инструмент, одна из базовых конструкций которых рассматривается в данной статье.

Разработанное устройство является эффективным механизмом создания осевой нагрузки на породоразрушающий инструмент и позволяет расширить возможности использования колонны гибких труб в буровых работах. Конструктивные решения, заложенные в основу механизма функционирования устройства, выступают базовыми для дальнейших разработок в области проектирования забойных компоновок создания осевой нагрузки.

Ключевые слова: *колонна гибких бурильных труб, осевая нагрузка, забойное устройство, циркуляционные процессы, промывочная жидкость.*

A. O. Ihnatov

PERSPECTIVES APPLICATION OF COILED TUBING IN BORE HOLES

The methods of designer analysis and theoretical receptions researches are set fundamental principles of work backwall device creation of axleloading on a boring instrument.

The base constructions of backwall devices serve of chisel are analysed. As a result of leadthrough designer and theoretical analysis basic principles of work are set as separate knots of backwall device creation axleloading, that and it on the whole. The features flowing of circulation processes are considered during work of the designed device. The mechanism flowing of chemical corrosion pipes, stipulating gradual oxidization of metal is studied. Possibility of application the developed device is analytically well-proven in combination with the coiled tubing. Perspective possibilities of the use backwall mechanisms creation of axleloading are rotined on a boring instrument. The necessity expansion of application column of coiled tubing domain is well-proven.

To expansion application of coiled tubing domain, and in particular at borings works, creation and introduction of backwall devices creation of axleloading will promote on a boring instrument, one of base constructions of which is examined in this article.

The developed device is the effective mechanism of creation of axleloading on a boring instrument and allows to extend possibilities the use of coiled tubing in borings works. Structural decisions stopped up in basis of mechanism of functioning device come forward base for further developments in area of planning backwall arrangements of creation of axleloading.

Key words: *coiled tubing, axleloading, backwall device, circulation processes, washings liquids.*

Література

1. Разведочное бурение / А. Г. Калинин, О. В. Ошкордин, В. М. Питерский и др. – М.: Недра–Бизнесцентр, 2000. – 748 с.
2. Давиденко А. Н., Игнатов А. А. Абразивно-механическое ударное бурение скважин. – Дніпропетровськ: Держ. вищ. навч. закл. «Нац. гірн. ун-т», 2013. – 110 с.
3. Подземный ремонт и бурение скважин с применением гибких труб / С. М. Вайншток, А. Г. Молчанов, В. И. Некрасов и др. – М.: Изд-во Академии горн. наук, 1999. – 224 с.
4. Gary S. C. Coiled tubing drilling requires economic and technical analyses // Oil and Gas Journal. – 1995. – 93. – N 8. – P. 59–62.
5. Large diameter tubing drilling // Petroleum technology. – 1997. – 49. – N 2. – P. 135–136.
6. Патент на винахід № 114966 Україна МПК E21B 19/08 (2006.01). Пристрій для створення осьового навантаження / А. О. Ігнатов. – Опубл. 10.05.17, Бюл. № 9.

References

1. Kalinin, A. G., Oshkordin, O. V., Piterskij V. M. et al. (2000). *Razvedochnoe burenie [Prospecting boring drilling]*. Moscow: Nedra – Biznescentr [in Russian].
2. Davidenko, A. N., & Ihnatov, A. A. (2013). *Abrazivno-mekhanicheskoe udarnoe burenie skvazhin [Abrasive-mechanical blowing well-drilling]*. Dnipropetrovsk: NMU [in Russian].

3. Vajnshtok, S. M., Molchanov, A. G., Nekrasov, V. I. et al. (1999). *Podzemnyj remont i burenie skvazhin s primeneniem gibkih trub [Underground repair and well-drilling with the use of coiled tubing]*. Moscow: Academy of mining sciences [in Russian].
4. Gary, S. C. (1995). Coiled tubing drilling requires economic and technical analyses. Oil and Gas Journal, Vol. 93, 8, 59 – 62.
5. Large diameter tubing drilling (1997). Oil and Gas Journal, Vol. 49, 2, 135 – 136.
6. Ihnatov, A. O. (2017). Patent of Ukraine 114966.

УДК 622.24

Гасанов Р. А., Рамазанов Ф. Х.

Государственная Нефтяная Компания Азербайджанской Республики

РАЗРАБОТКА ТЕОРЕТИКО-РАСЧЕТНОЙ ТЕХНОЛОГИИ ДЛЯ ОЦЕНКИ УСТОЙЧИВОСТИ ПОРОД СТВОЛА ГОРИЗОНТАЛЬНОЙ СКВАЖИНЫ

В настоящей работе дан анализ причин нарушения устойчивости пород ствола горизонтального участка скважин. С этой целью разработана механическая и математическая модели нагружения пород приствольной зоны горизонтального участка ствола. Для единственности решения в математическую модель рассматриваемой задачи включены уравнения движения, физические соотношения и уравнения совместности деформаций,а краевые условия определены с учетом нагрузок согласно механической модели деформационного поведения. Математическая модель задачи деформационного поведения пород приствольной зоны решена конечно-разностным методом, для чего разработана специальная расчетная процедура.На основе полученных решений дана оценка повреждаемости пород приствольной зоны горизонтального ствола при различных модификациях нагружения.

***Ключевые слова**: горизонтальная скважина, ствол , породы, устойчивость, деформационное поведение, факторы*

Анализ результатов многочисленных реализаций процессов производства буровых работ свидетельствует о том, что основной причиной разрушения целостности стволов скважин является стимулирование предельного напряженно-деформационного состояния в приствольной зоне содержанием технологических регламентов.

Для оценки и изучения причин возникновения предельных состояний приствольной зоны на различных участках ствола скважины необходимым является исследование напряженно-деформированного состояния окружающего массива пород. Особенно актуальными и значимыми эти исследования являются для горизонтального участка наклонно-направленных скважин. Объясняется это тем, что нарушение целостности стенок ствола горизонтального участка скважин имеет последствия, ликвидация которых сопровождается определеннымиосложнениями, а иногда и безрезультатны.

Для исследования напряженно-деформированного состояния пород приствольной зоны горизонтального участка ствола наклонно-направленной скважины его механическая модель представлена способной повреждаться, изотропной бесконечной полуплоскостью, имеющей закрепленную по окружности пустоту в виде отверстая. Предполагается, что для рассматриваемой среды удовлетворяются условия, соответствующие для плоского деформационного поведения. В этом случае приствольная зона горизонтального участка ствола будет соответствовать его вышеописанной

механической модели, т.е. отверстию со способной деформироваться и разрушаться по окружности изотропной средой. Расстояние от центра отверстия бесконечной полуплоскости до её горизонтальной границы принимается равным – «Н» (см рис. 1). Математическая модель рассматриваемой задачи будет содержать уравнения движения, физические соотношения и уравнения совместности деформаций. Краевые условия задачи определяются заданными на поверхности полуплоскости и распределенными, равномерно по контуру отверстия, нагрузками.

Основные определяющие соотношения могут быть представлены ниже-приводимыми зависимостями:

$$3K_0\varepsilon_0 = \left(1+N^*\right)\varepsilon;\quad 2G_0\,э_{ij} = \left(1+M^*\right)s_{ij};$$

$$\sigma = \sigma_{ij};\quad \varepsilon = \varepsilon_{ij};\quad s_{ij} = \sigma_{ij} - \frac{1}{3}\alpha\delta_{ij};\quad э_{ij} = \varepsilon_{ij} - \frac{1}{3}\varepsilon\delta_{ij}, \tag{1}$$

где $э_{ij}$ и s_{ij}, соответственно, девиаторы деформаций и напряжений; G_0 и K_0-мгновенные модули эластичности и сдвига; M^* и N^*-операторы повреждения наследственного типа.

Путем использования определяющих соотношений зависимости между компонентами деформаций и напряжений представляются в виде

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1}{2G_0}\left(1+M^*\right)\sigma_{ij} + \frac{1}{3}\left\{\left(\frac{1}{3K_0} - \frac{1}{3G_0}\right) + \left(\frac{1}{3K_0}N^* - \frac{1}{2G_0}M^*\right)\right\}\sigma\delta_{ij}. \tag{2}$$

Из (2) могут быть записаны в явном виде выражения для компонент деформаций:

$$\varepsilon_{11} = \frac{1}{2G_0}\left(1+M^*\right)\sigma_{11} + \frac{1}{3}\left\{\left(\frac{1}{3K_0} - \frac{1}{2G_0}\right) + \left(\frac{1}{3K_0}N^* - \frac{1}{2G_0}M^*\right)\right\}\left(\sigma_{11}+\sigma_{22}+\sigma_{33}\right);$$

$$\varepsilon_{12} = \frac{1}{2G_0}\left(1+M^*\right)\sigma_{12}; \tag{3}$$

$$\varepsilon_{22} = \frac{1}{2G_0}\left(1+M^*\right)\sigma_{22} + \frac{1}{3}\left\{\left(\frac{1}{3K_0} - \frac{1}{2G_0}\right) + \left(\frac{1}{3K_0}N^* - \frac{1}{2G_0}M^*\right)\right\}\left(\sigma_{11}+\sigma_{22}+\sigma_{33}\right);$$

$$\varepsilon_{33} = \frac{1}{2G_0}\left(1+M^*\right)\sigma_{33} + \frac{1}{3}\left\{\left(\frac{1}{3K_0} - \frac{1}{2G_0}\right) + \left(\frac{1}{3K_0}N^* - \frac{1}{2G_0}M^*\right)\right\}\left(\sigma_{11}+\sigma_{22}+\sigma_{33}\right).$$

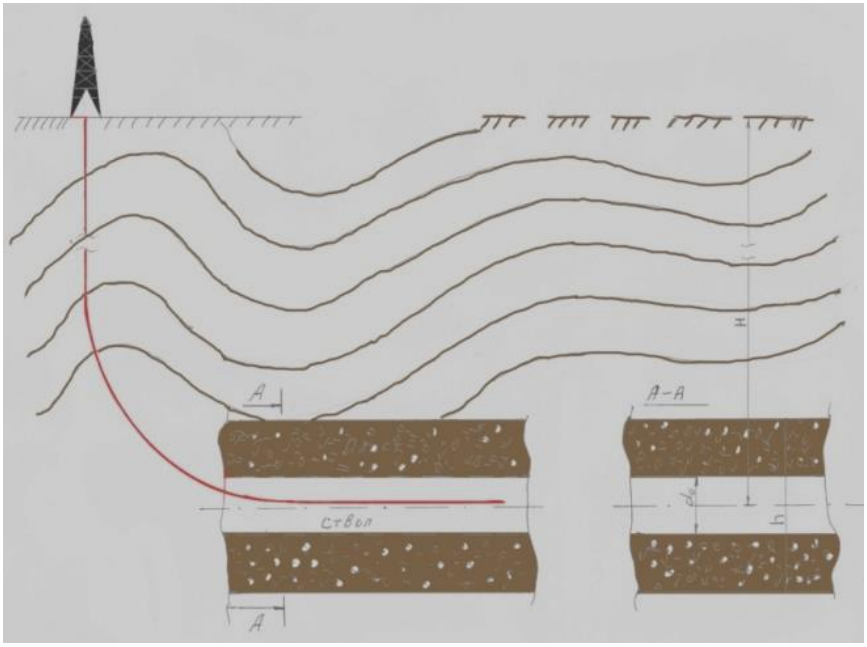


Рис. 1. Механическая модель ствола горизонтального участка скважины

Критерий разрушения представляется уравнением вида

$$\sigma_u + M^* \sigma_u \le \sigma_M, \tag{4}$$

где σ_M -мгновенный предел прочности; σ_u -интенсивность напряжений:

$$\sigma_u = \sqrt{\sigma_{11}^2 + \sigma_{22}^2 + \sigma_{33}^2 - \sigma_{11}\sigma_{22} - \sigma_{22}\sigma_{33} - \sigma_{11}\sigma_{33} + 3\sigma_{12}^2}\ . \tag{5}$$

Для рассматриваемого плоско-напряженного деформационного поведения уравнения движения (6 «а») и совместности деформаций (6 «б») деформирующегося массива пород приствольной зоны горизонтального участка ствола имеет, соответственно, вид:

$$\text{а)}\ \begin{cases} \dfrac{\partial \sigma_{11}}{\partial x_1} + \dfrac{\partial \sigma_{12}}{\partial x_2} = 0; \\ \dfrac{\partial \sigma_{12}}{\partial x_1} + \dfrac{\partial \sigma_{22}}{\partial x_2} = 0; \end{cases} \qquad \text{б)}\ \frac{\partial^2 \varepsilon_{11}}{\partial x_2^2} + \frac{\partial^2 \varepsilon_{22}}{\partial x_1^2} = 2\frac{\partial^2 \varepsilon_{12}}{\partial x_1 \partial x_2}. \tag{6}$$

Из-за того, что критерий разрушения представлен зависимостью напряжений, постановку задачи также следует представить в выражениях напряжений. С этой целью подставив выражения для деформаций из (3) в уравнение (6, б) для совместности деформаций получаем ниже приводимую зависимость в напряжениях:

$$\frac{1}{2G_0}\left(1+M^*\right)\left(\frac{\partial^2\sigma_{11}}{\partial x_2^2}+\frac{\partial^2\sigma_{22}}{\partial x_1^2}\right)+\frac{1}{3}\left\{\left(\frac{1}{3K_0}+\frac{1}{2G_0}\right)+\left(\frac{1}{3K_0}N^*+\frac{1}{2G_0}M^*\right)\right\}\left(\frac{\partial^2\sigma_{11}}{\partial x_2^2}+\right.$$

$$\left.+\frac{\partial^2\sigma_{22}}{\partial x_2^2}+\frac{\partial^2\sigma_{33}}{\partial x_2^2}+\frac{\partial^2\sigma_{11}}{\partial x_1^2}+\frac{\partial^2\sigma_{22}}{\partial x_1^2}+\frac{\partial^2\sigma_{33}}{\partial x_1^2}\right)=\frac{1}{G_0}\left(1+M^*\right)\frac{\partial^2\sigma_{12}}{\partial x_1\partial x_2};\qquad(7)$$

$$\frac{1}{2G_0}\left(1+M^*\right)\sigma_{33}+\frac{1}{3}\left\{\left(\frac{1}{3K_0}-\frac{1}{2G_0}\right)+\left(\frac{1}{3K_0}N^*-\frac{1}{2G_0}M^*\right)\right\}\left(\sigma_{11}+\sigma_{22}+\sigma_{33}\right)=0.$$

Последняя система уравнений (7) совместно с уравнениями равновесия составляют замкнутую систему уравнений в компонентах напряжений.

Как отмечено выше, система уравнений содержит интегральные операторы наследственного типа N^* и M^*, характеризующие процесс накопления повреждений.

В частности N^*-характеризует накопление повреждений в объемных изменениях, а M^*-процесс накопления повреждений при деформации скольжения. Вследствие того, что $N^* << M^*$, принимается, что $N^*=0$. Для этого случая система уравнений (7) принимает ниже приводимый вид:

$$\frac{1}{2G_0}\left(1+M^*\right)\left(\frac{\partial^2\sigma_{11}}{\partial x_2^2}+\frac{\partial^2\sigma_{22}}{\partial x_1^2}\right)+\frac{1}{3}\left\{\left(\frac{1}{3K_0}+\frac{1}{2G_0}\right)+\frac{1}{2G_0}M^*\right\}\left(\frac{\partial^2\sigma_{11}}{\partial x_2^2}+\right.$$

$$\left.+\frac{\partial^2\sigma_{22}}{\partial x_2^2}+\frac{\partial^2\sigma_{33}}{\partial x_2^2}+\frac{\partial^2\sigma_{11}}{\partial x_1^2}+\frac{\partial^2\sigma_{22}}{\partial x_1^2}+\frac{\partial^2\sigma_{33}}{\partial x_1^2}\right)=\frac{1}{G_0}\left(1+M^*\right)\frac{\partial^2\sigma_{12}}{\partial x_1\partial x_2};$$

$$\frac{1}{2G_0}\left(1+M^*\right)\sigma_{33}+\frac{1}{3}\left\{\left(\frac{1}{3K_0}-\frac{1}{2G_0}\right)-\frac{1}{2G_0}M^*\right\}\left(\sigma_{11}+\sigma_{22}+\sigma_{33}\right)=0;\qquad(8)$$

$$\frac{\partial\tau_{11}}{\partial x_1}+\frac{\partial\tau_2}{\partial x_2}=0;\qquad\frac{\partial\sigma_{11}}{\partial x_1}+\frac{\partial\sigma_{22}}{\partial x_2}-\gamma=0.$$

Учитывая тот факт, что нагружение полуплоскости представляется, равномерным на участке [а,в] её поверхности (за пределами этого отрезка все силы приняты равными F_i = 0) граничные условия в математической модели представлены как

$$\sigma_{xy}=q;\ \sigma_{yy}=-P; y=H,\ a\le x\le b\qquad(9)$$

А на контуре отверстия, нагруженного внутренним давлением граничные условия представляются зависимостями вида

$$\sigma_{rr}=-q;\quad\sigma_{r\phi}=0;\quad 0<r\le R,\qquad(10)$$

где R-радиус возмущенной области.

За пределами радиуса возмущения напряженное состояние массива соответствует естественному состоянию, т.е. приближается состоянию сплошной полуплоскости без отверстия;

$$\sigma_{ij}=\sigma_{ij}^0;\quad x^2+y^2\to\infty,\qquad(11)$$

где σ_{ij}^0-напряжения, соответствующие начальному естественному состоянию.

Напряжения, соответствующие этому состоянию определяются [4] нижеприводимыми выражениями:

$$\sigma_{yy}^{0} = -y\left(H - y\right);$$
$$\sigma_{xx}^{0} = -\lambda\gamma\left(H - y\right), \tag{12}$$

где $\lambda\left(0 < \lambda < 1\right)$-есть коэффициент бокового распора; $\vee$-коэффициент Пуассона. Путем введения системы безразмерных коэффициентов вида

$$\tilde{\sigma}_{ij} = \frac{\sigma_{ij}}{p};\ \ \tilde{G}_0 = \frac{G_0}{p};\ \ \tilde{K}_0 = \frac{K_0}{p};\ \ \tilde{x}_1 = \frac{x_1}{H};\ \ \tilde{x}_2 = \frac{x_2}{H} \tag{13}$$

основная система уравнений представляется в нижеприводимом виде в безразмерных коэффициентах:

$$\frac{1}{2\tilde{G}_0}\left(1 + M^*\right)\left(\frac{\partial^2\tilde{\sigma}_{11}}{\partial\tilde{x}_2^2} + \frac{\partial^2\tilde{\sigma}_{22}}{\partial\tilde{x}_1^2}\right) + \frac{1}{3}\left\{\left(\frac{1}{3\tilde{K}_0} + \frac{1}{2\tilde{G}_0}\right) + \frac{1}{2\tilde{G}_0}M^*\right\}\left(\frac{\partial^2\tilde{\sigma}_{11}}{\partial\tilde{x}_2^2} + \frac{\partial^2\tilde{\sigma}_{22}}{\partial\tilde{x}_2^2} + \frac{\partial^2\tilde{\sigma}_{33}}{\partial\tilde{x}_2^2} + \right.$$
$$\left. + \frac{\partial^2\tilde{\sigma}_{11}}{\partial\tilde{x}_1^2} + \frac{\partial^2\tilde{\sigma}_{22}}{\partial\tilde{x}_1^2} + \frac{\partial^2\tilde{\sigma}_{33}}{\partial\tilde{x}_1^2}\right) = \frac{1}{\tilde{G}_0}\left(1 + M^*\right)\frac{\partial^2\tilde{\sigma}_{12}}{\partial\tilde{x}_1\partial\tilde{x}_2};$$

$$\frac{1}{2\tilde{G}_0}\left(1 + M^*\right)\tilde{\sigma}_{33} + \frac{1}{3}\left\{\left(\frac{1}{3\tilde{K}_0} - \frac{1}{2\tilde{G}_0}\right) - \frac{1}{2\tilde{G}_0}M^*\right\}\left(\tilde{\sigma}_{11} + \tilde{\sigma}_{22} + \tilde{\sigma}_{33}\right) = 0; \tag{14}$$
$$\frac{\partial\tilde{\sigma}_{11}}{\partial\tilde{x}_1} + \frac{\partial\tilde{\sigma}_{12}}{\partial\tilde{x}_2} = 0; \qquad \frac{\partial\tilde{\sigma}_{12}}{\partial\tilde{x}_1} + \frac{\partial\tilde{\sigma}_{22}}{\partial\tilde{x}_2} - \tilde{\gamma}_2 = 0,$$

а граничные условия в виде

$$\begin{cases} y = H,\ a \le x \le b\ \ \tilde{\sigma}_{xy} = -\tilde{q},\ \tilde{\sigma}_{yy} = -\tilde{p}; \\ r = R;\ \ \tilde{\sigma}_{rr} = -\tilde{q};\ \ \tilde{\sigma}_{r\phi} = 0; \\ \tilde{x}^2 + \tilde{y}^2 \to \infty;\ \ \tilde{\sigma}_{ij} \to \tilde{\sigma}_{ij}^{0}. \end{cases} \tag{15}$$

Математическая модель задачи в безразмерных величинах, представленная системами уравнений (14) и (15) для аналитического решения представляется весьма сложной. Поэтому для её решения применен численный метод, а именно-метод конечных разностей, для чего бесконечная полуплоскость заменена конечным прямоугольником. Для применения метода вначале построена сеть на моделирующем прямоугольнике, для чего по оси х выбран шаг равный «щ1», а по оси у -шаг, равный «щ2». Затем строиться множество точек с координатами

$x_i = x_0 + ih_1;\ \ y_j = y_0 + jh_2,$ где $(i, j = 0, \pm1, \pm2, ..)$,

для которых уравнения равновесия представляются системой вида

$$\frac{\partial\sigma_{fz_{i,j}}}{\partial x_1} = \frac{\sigma_{fz_{i-1,j}} - 2\sigma_{fz_{i,j}} + \sigma_{fz_{i+1,j}}}{h_1^2}; \qquad \frac{\partial\sigma_{fz_{i,j}}}{\partial x_2} = \frac{\sigma_{fz_{i,j-1}} - 2\sigma_{fz_{i,j}} + \sigma_{fz_{i,j}+1}}{h_2^2} \tag{16}$$

Если в уравнениях этой системы производные заменить на конечные разности, то точки попадающие во внутреннюю область отверстия создают определенные трудности для её решения. Во избежание этой трудности при криволинейной границе рассматриваемой области для узловых граничных точек значения «σ_{ij}» на границах области определяются путем переноса точек. В этом случае возможные ошибки сводятся к минимуму для каждой граничной узловой точки путем построения зависимости

$$\sigma_{i,j_{ch}} = \frac{\delta_2\sigma_{i,jp} - h\sigma_{i,jc}}{\delta_2 - h}, \text{ откуда } \sigma_{i,jc} = \frac{\delta_2}{h}\sigma_{i,jD} - \frac{\delta_2 - h}{h}\sigma_{i,jch}. \qquad (17)$$

Используя последние зависимости для узловых точек, попадающих в область отверстия путем переноса точек записываются выражения для напряжений:

$$\begin{aligned}
&\text{при} \quad i=4,\ j=4 \qquad \sigma_{11_{34}} = \frac{h_1}{\delta_1}\sigma_{11_{34_1}} + \frac{\delta_1 - h_1}{\delta_1}\sigma_{11_{44}};\\
&\text{при} \quad i=2,\ j=4 \qquad \sigma_{11_{34}} = \frac{h_1}{\delta_1}\sigma_{11_{34_4}} + \frac{\delta_1 - h_1}{\delta_1}\beta\sigma_{11_{24}};\\
&\text{при} \quad i=3,\ j=5 \qquad \sigma_{11_{34}} = \frac{h_1}{\delta_1}\sigma_{11_{34_3}} + \frac{\delta_1 - h_1}{\delta_1}\sigma_{11_{35}};\\
&\text{при} \quad i=4,\ j=3 \qquad \sigma_{11_{33}} = \frac{h_1}{\delta_1}\sigma_{11_{34_1}} + \frac{\delta_1 - h_1}{\delta_1}\sigma_{11_{43}};\\
&\text{при} \quad i=2,\ j=3 \qquad \sigma_{11_{33}} = \frac{h_1}{\delta_1}\sigma_{11_{34_5}} + \frac{\delta_1 - h_1}{\delta_1}\sigma_{11_{23}};\\
&\text{при} \quad i=3,\ j=2 \qquad \sigma_{11_{32}} = \frac{h_1}{\delta_1}\sigma_{11_{32_8}} + \frac{\delta_1 - h_1}{\delta_1}\sigma_{11_{42}};\\
&\text{при} \quad i=2,\ j=2 \qquad \sigma_{11_{32}} = \frac{h_1}{\delta_1}\sigma_{11_{32_6}} + \frac{\delta_1 - h_1}{\delta_1}\sigma_{11_{42}};\\
&\text{при} \quad i=1,\ j=3 \qquad \sigma_{11_{32}} = \frac{h_1}{\delta_1}\sigma_{11_{32_7}} + \frac{\delta_1 - h_1}{\delta_1}\sigma_{11_{13}}.
\end{aligned} \qquad (18)$$

Таким образом, для определения напряжений во всех узловых точках получается нижеприводимая система алгебраических уравнений:

$$\begin{aligned}
&\frac{1}{2\tilde{G}_0}\left(1+M^*\right)\left(\frac{\tilde{\sigma}_{11_{i,j+1}} - 2\tilde{\sigma}_{11_{i,j}} + \tilde{\sigma}_{11_{i,j-1}}}{\tilde{h}_2^2} + \frac{\tilde{\sigma}_{22_{i+1,j}} - 2\tilde{\sigma}_{22_{i,j}} + \tilde{\sigma}_{22_{i+1,j}}}{\tilde{h}_1^2}\right) +\\
&+\frac{1}{3}\left\{\left(\frac{1}{2\tilde{K}_0} - \frac{1}{2\tilde{G}_0}\right) + \frac{1}{2\tilde{G}_0}M^*\right\}\left(\frac{\tilde{\sigma}_{11_{i,j+1}} - 2\tilde{\sigma}_{11_{i,j}} + \tilde{\sigma}_{11_{i,j-1}}}{\tilde{h}_2^2} + \frac{\tilde{\sigma}_{22_{i,j+1}} - 2\tilde{\sigma}_{22_{i,j}} + \tilde{\sigma}_{22_{i,j-1}}}{\tilde{h}_2^2} +\right.\\
&+\frac{\tilde{\sigma}_{33_{i,j+1}} - 2\tilde{\sigma}_{33_{i,j}} + \tilde{\sigma}_{33_{i,j-1}}}{\tilde{h}_2^2} + \frac{\tilde{\sigma}_{11_{i+1,j}} - 2\tilde{\sigma}_{11_{i,j}} + \tilde{\sigma}_{11_{i-1,j}}}{\tilde{h}_1^2} +\\
&\left.+\frac{\tilde{\sigma}_{22_{i-1,j}} - 2\tilde{\sigma}_{22_{i,j}} + \tilde{\sigma}_{22_{i-1,j}}}{\tilde{h}_1^2} + \frac{\tilde{\sigma}_{33_{i+1,j}} - 2\tilde{\sigma}_{33_{i,j}} + \tilde{\sigma}_{33_{i-1,j}}}{\tilde{h}_1^2}\right) = \frac{1}{\tilde{G}_0}\left(1+M^*\right)x\\
&x\frac{\tilde{\sigma}_{12_{i+1,j+1}} - 2\tilde{\sigma}_{11_{i+1,j}} + \tilde{\sigma}_{12_{i,j+1}} + \sigma_{12_{i,j}}}{\tilde{h}_1^2};
\end{aligned}$$

$$\frac{1}{2\tilde{G}_0}\left(1+M^*\right)\tilde{\sigma}_{33_{i,j}} + \frac{1}{3}\left\{\left(\frac{1}{2\tilde{K}_0} - \frac{1}{2\tilde{G}_0}\right) - \frac{1}{2\tilde{G}_0}M^*\right\}\left(\tilde{\sigma}_{11_{i,j}} + \tilde{\sigma}_{22_{i,j}} + \tilde{\sigma}_{33_{i,j}}\right) = 0; \qquad (19)$$

$$\frac{\tilde{\sigma}_{11_{i+1,j}} - \tilde{\sigma}_{11_{i-1,j}}}{2\tilde{h}_1} + \frac{\tilde{\sigma}_{12_{i,j+1}} - \tilde{\sigma}_{12_{i,j-1}}}{2\tilde{h}_2} = 0;$$

$$\frac{\tilde{\sigma}_{12_{i+1,j}} - \tilde{\sigma}_{12_{i-1,j}}}{2\tilde{h}_1} + \frac{\tilde{\sigma}_{22_{i,j+1}} - \tilde{\sigma}_{22_{i,j-1}}}{2\tilde{h}_2} - \tilde{\gamma}_2 = 0.$$

Решение системы алгебраических уравнений, как отмечено выше, отыскиваются для конечной прямоугольной области со сторонами, соответственно, «л» и «щ», соотношение которых определяется опытным путем. Граничные условия на контурах прямоугольной области и по контуру окружности приведены в табл.1:

Таблица 1. **Граничные условия задачи**

№	Область	Сторона «щ»		Сторона «л»	
		$y = H$	$y = -H$	$x = l/2$	$x = -l/2$
1.	Конечная прямо-угольная	а) При $a \le i \le b$ $\tilde{\sigma}_{22i,m} = -\tilde{P};$ При $b < i < a$ $\tilde{\sigma}_{22i,m} = 0.$ б) При $i - 0,\ldots, n$ $\tilde{\sigma}_{33} = 0;$ $\tilde{\sigma}_{11i,m} = 0.$ в) При $i = 0,\ldots, n$ $\tilde{\sigma}_{12_{i,m}} = 0.$	При $i - 0,\ldots, n$ $\tilde{\sigma}_{22i,0} = -\tilde{\gamma}_2(H - y);$ $\tilde{\sigma}_{33i,0} = \nu\left(\tilde{\sigma}_{11_{i,0}} + \right.$ $\left. + \tilde{\sigma}_{22i,0}\right);$ $\tilde{\sigma}_{11i,0} = \tilde{\sigma}_{12i,0} = 0.$	При $j - 0,\ldots, m$ $\tilde{\sigma}_{11n,j,} =$ $= -\lambda\tilde{\gamma}_2(2H - j);$ $\tilde{\sigma}_{33n,j} = \nu\left(\tilde{\sigma}_{11n,j} + \right.$ $\left. + \tilde{\sigma}_{22n,j} + \right);$ $\tilde{\sigma}_{12n,j} = 0.$	$\tilde{\sigma}_{110,j,} =$ $= -\lambda\tilde{\gamma}_2(2H - j);$ $\tilde{\sigma}_{33_{0,j}} = \nu\left(\tilde{\sigma}_{\nu,j} + \right.$ $\left. + \tilde{\sigma}_{22n,j}\right);$ $\tilde{\sigma}_{12n,j} = 0.$
2.	Круговая	$\tilde{\sigma}_{rri,j} = \tilde{\sigma}_{11i,j}\cos^2\alpha + \tilde{\sigma}_{22i,j}\sin^2\alpha;$ $\tilde{\sigma}_{r\phi i,j} = \frac{\tilde{\sigma}_{11i,j} - \tilde{\sigma}_{22,i.j}}{2}\sin 2\alpha,$ где $\tilde{\sigma}_{rri,j} = q;\quad \tilde{\sigma}_{r\phi i,j} = 0.$			

Приведенные в таблице 1 граничные условия определяют единственность решения системы алгебраических уравнений (19). Оператор повреждений, входящий в (4.1) может быть представлен в виде

$$M^*\sigma_{ij} = \sum_{k=1}^{n}\int_{t_k^-}^{t_k^+} M(t-\tau)\sigma_{ij}(\tau)d\tau + \int_{t_{n+1}^-}^{t} M(t-\tau)\sigma_{ij}(\tau)d\tau, \tag{20}$$

интегралы в котором представлены соответствующей суммой вида

$$\int_{t_k^-}^{t} M(t-\tau)\sigma_{ij}(\tau)d\tau = \sum_{S=1}^{S(k)}\delta_S M\left(t_{S(k)} - t_S\right)\sigma_{ij}(t_S)\Delta t, \tag{21}$$

а временные интервалы (t_k^-, t_k^+) определяются согласно условия $\sigma_{uk} - \sigma_{uk-1} > 0$.

В выражениях (20) и (21) $M\left(t_n - t_k\right) = m,$ где $k = 2,\ldots.,\ n-1$, а вычисления, на базе которых, проводятся для ядер

$$\tilde{G}_0^1 = \tilde{G}_0/10^2;\ \ \tilde{K}^1 = \tilde{K}/10^2. \tag{22}$$

Таким образом, соответствующие вычисления реализуемые при принятых расчетных параметрах осуществляются по нижеприводимой процедуре и

последовательности. В начале для первого шага времени определяются значения всех напряжений и в каждом расчетном узле на их базе проверяется удовлетворямость для критерия повреждаемости (2). Для случая удовлетворения условия по критерию повреждаемости в следующем расчетном шаге значения механических параметров соответствующего узла принимаются неизменными [1,2]. В противном случае значения этих параметров изменяются согласно (22). Таким образом появляется возможность слежения от узла к узлу развитие процесса повреждения исследуемой области. Результаты варианта расчета по вышеописанной процедуре для различных вариантов осисимметричного по отношения к окружности нагружения приведены в табл. 2-5 и рис 2, 3:

Вариант 1: Нагружение по отношению к окружности является симметричной и внутреннее нагружение отсутствует.

- область возмущения вокруг окружности является незакрепленной (табл. 2):

Таблица 2. **Незакрепленная область**

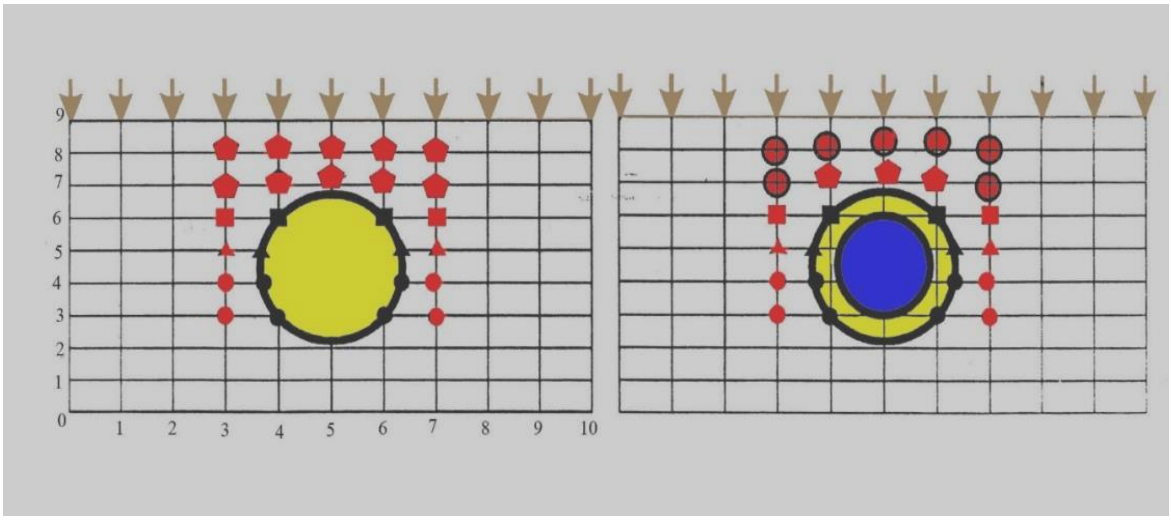
т-время разрушения	$\lambda = 0$	$\lambda = 0{,}5$	$\lambda = 1$
0,3	-	-	(2,3)-(4,3) (2,4)-(4,4)
0,36	-	-	(3,1)-(3,2)
0,38	-	-	(4,2)-(2,2)
0,5	-	(2,3)-(2,4) (4,3)-(4,4)	-
0,56	-	(3,1)-(3,2)	-
0,8	-	(4,2)-(2,2)	-
1,7	(2,4)-(2,3)-(4,4)	-	-
1,8	(3,1-(3,2))	-	-
2	(4,2)-(2,2)	-	-

- область возмущения вокруг окружности является закрепленной (табл.3):

Таблица 3. **Закрепленная область**

т-время разрушения	$\lambda = 0$	$\lambda = 0{,}5$	$\lambda = 1$
1,2	-	-	(2,3)-(4,3) (2,4)-(4,4)
1,27	-	-	(3,1)-(3,2)
1,36	-	-	(4,2)-(2,2)
1,48	-	(2,3)-(2,4) (4,3)-(4,4)	-
1,57	-	(3,1)-(3,2)	-
2	-	(4,2)-(2,2)	-
2,6	(2,4)-(2,3)-(4,4)	-	-
2,9	(3,1-(3,2))	-	-
3,99	(4,2)-(2,2)	-	-

Результаты расчета для обоих случаев приведены на рис 2.



а *б*

Рис 2. Повреждаемость областей при нагружениях по варианту 1 (сечение А–А): а-для незакрепленной области; б-для закрепленной области

Вариант 2. Нагружение по отношению к окружности является симметричной и существует внутреннее нагружение:

- область возмущения вокруг окружности является незакрепленной (табл. 4):

Таблица 4. **Незакрепленная область**

т-время разрушения	$\lambda = 0$	$\lambda = 0,5$	$\lambda = 1$
0,57	-	-	(2,3)-(4,3) (2,4)-(4,4)
058	-	-	(3,1)-(3,2)
0,59	-	-	(4,2)-(2,2)
0,63	-	(2,3)-(2,4) (4,3)-(4,4)	-
0,74	-	(3,1)-(3,2)	-
0,75	-	(4,2)-(2,2)	-
1,2	(2,4)-(2,3)-(4,4)	-	-
1,25	(3,1-(3,2))	-	-
1,30	(4,2)-(2,2)	-	-

-область возмущения вокруг окружности является закрепленной (табл. 5):

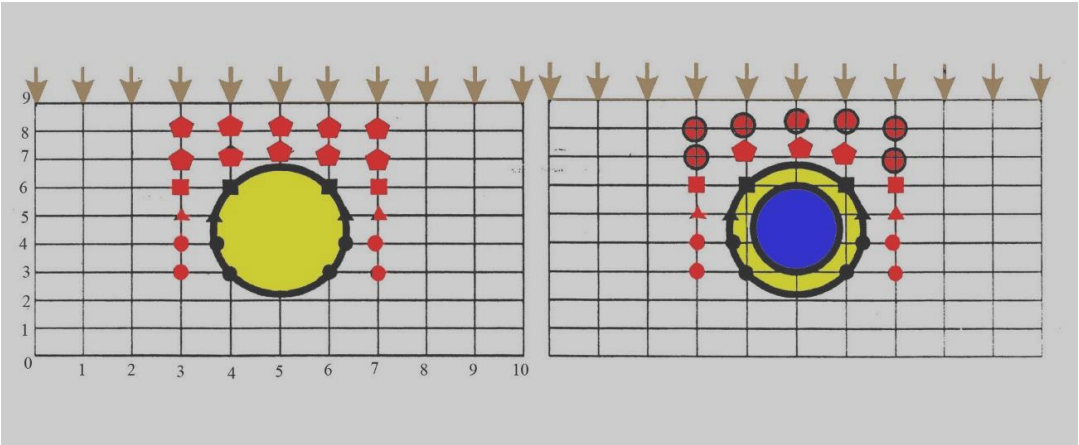
Таблица 5. **Закрепленная область**

т-время разрушения	$\lambda = 0$	$\lambda = 0,5$	$\lambda = 1$
1	2	3	4
1,4	-	-	(2,3)-(4,3) (2,4)-(4,4)
1,46	-	-	(3,1)-(3,2)
1,5	-	-	(4,2)-(2,2)

Окончание таблицы 5

1	2	3	4
1,59	-	(2,3)-(2,4) (4,3)-(4,4)	-
2	-	(3,1)-(3,2)	-
2,7	-	(4,2)-(2,2)	-
2,79	(2,4)-(2,3)-(4,4)	-	-
3	(3,1-(3,2))	-	-
3,99	(4,2)-(2,2)	-	-

Результаты расчета для обоих случаев приведены на рис 3.



а *б*

Рис 3. Повреждаемость областей принагружениях по варианту 2: а, б – соответственно, для незакрепленной и закрапленной областей сечение по А–А.

Проведенные теоретические исследования [3, 4] по изучению напряженно-деформированного состояния окружающих горизонтальную выработку пород и их численная реализация позволили разработать технологию для оценки устойчивости стволов наклонно-направленных скважин с горизонтальным окончанием (см. рис. 1). Следует отметить, что разработанная теоретика расчетная технология позволяет моделировать и изучать (см. рис. 2 и 3) устойчивость стволов скважин в горизонтальный части с учетом их геометрических характеристик, формой конструктивного исполнения и характером нагружения и т.д. Это еще раз подчеркивает эксклюзивность разработанной расчетной технологии. Анализ результатов численной реализации в различных вариациях модели горизонтальной выработки показывает, что в зависимости от значения коэффициента бокового распора ($0 \le \lambda \le 1$) время разрушения ствола изменяется в 6,7 раза (т.е. от 0,3 до 2,0, где показания в безразмерных единицах) для незакрепленной области. При наличии внутреннего давления для этой области время разрушения изменяется с учетом «λ» в 2,30 раза. Для закрепленной области время разрушения изменяется для данной реализации, соответственно, при отсутствии внутреннего давления – в 3,30 раза, а при его наличии – 2,85 раза в зависимости от значения коэффициента бокового распора – «λ». Наличие внутреннего давления может изменять период устойчивости пород в пределах от 1,16 до 3-х раз для, соответственно, закрепленной и незакрепленной областей.

Таким образом, предлогаемая разработка, доведенная до расчетной технологии позволяет проводить анализы конструкций горизонтальных стволов и строить проектные решения для их реализации.

Выводы

1. Разработанная теоретика расчетная технология позволяет моделировать и изучать устойчивость стволов скважин в горизонтальный части с учетом их геометрических характеристик, формой конструктивного исполнения и характером нагружения и т.д.
2. Модели горизонтальной выработки показывает, что в зависимости от значения коэффициента бокового распора ($0 \le \lambda \le 1$) время разрушения ствола изменяется в 6,7 и 3,30 раза,соответственно, для незакрепленной и закрепленной областей.
3. Наличие внутреннего давления может изменять период устойчивости пород в пределах от 1,16 до 3-х раз для, соответственно, закрепленной и незакрепленной областей.

У даній роботі поданий аналіз причин порушення стійкості порід стовбура горизонтальної ділянки свердловини. З цією метою розроблена механічна і математична моделі навантаження порід пристовбурної зони горизонтальної ділянки стовбура. Для єдиності рішення, в математичну модель даної задачі включені рівняння руху, фізичні співвідношення і рівняння спільності деформацій, а крайові умови визначені з урахуванням навантажень згідно механічної моделі деформаційної поведінки. Математична модель задачі деформаційної поведінки порід пристовбурної зони вирішена кінцево-різницевим методом, для чого розроблена спеціальна розрахункова процедура. На основі отриманих рішень дана оцінка пошкоджуваності порід пристовбурної зони горизонтального стовбура при різних модифікаціях навантаження.

***Ключові слова**: горизонтальна свердловина, стовбур, породи, стійкість, деформаційна поведінка, чинники*

R. A. Gasanov, F. Kh. Ramazanov

DEVELOPMENT OF THEORETICAL-CALCULATED TECHNOLOGY FOR ESTIMATION OF SUSTAINABILITY OF BREEDS OF HORIZONTAL STEAM

In this paper we analyze the reasons for the disturbance of the stability of the borehole rocks of the horizontal section of the wells. For this purpose, a mechanical and mathematical model of rock loading has been developed in the near-bottomhole zone of the horizontal section of the borehole. For the uniqueness of the solution, the equations of motion, physical relationships and deformation compatibility equations are included in the mathematical model of the problem under consideration, and the boundary conditions are determined taking into account the loads according to the mechanical model of deformation behavior. The mathematical model of the problem of the deformational behavior of the rocks in the near-bottomholewell zone has been solved by a finite-difference method, for which a special calculation procedure has been developed. Based on the obtained solutions, the damage to the rocks of the near-horizontal zone of the wellborehole under different loading modifications is evaluated.

***Key words**: horizontal well, barrel, rocks, stability, deformation behavior, factors*

Литература

1. Алиев М. М., Шипилова О. А. Расчетные модели и критерии прочности горных пород, применяемые при расчете устойчивости ствола скважины // Материалы научной сессии по итогам 2003 года. – Альметьевск: АГНИ, 2004. – С. 5.
2. Алиев М. М., Закиров А. Ф., Миннулин Р. М., Шипилова О. А. Длительная устойчивость открытых стволов эксплуатируемых наклонных скважин. // Ученые записки: сб. науч. тр. – Альметьевск: АГНИ, 2006, Т.4. – С.140–145.

3. Байдюк Б. В., Близнюков Б. Ю. Прогнозирование градиента давления устойчивости пород при разработке конструкции скважин. // Нефтяное хозяйство, 1987, № 1, С. 6–8.
4. Басарагин Ю. М., Булатов А. И. Проселков Ю. М. Осложнения и аварии при бурении нефтяных и газовых скважин. Учебно – практическое пособие. М. – Недра 2000., 680 с.

Поступила 05.07.18

References

1. Aliev, M. M., Shipilova, O. A. (2004) Raschetnye modeli i kriterii prochnosti hornykh porod, primeniaemye pri raschete ustoichivosti stvola skvazhiny [Calculation models and rock strength criteria used in calculating the stability of a wellbore] *Materialy nauchnoi sessii po itoham 2003 hoda. – Materials of the scientific session on the results of 2003.* Almetievsk: AHNI [in Russian]
2. Aliev, M. M., Zakirov, A. F., Minullin, R. M. at al. (2006) Dlitelnaia ustoichivost otkrytykh stvolov ekspluatiruemykh naklonnykh skvazhin [Long-term stability of open trunks of exploited inclined wells]. *Uchenye zapiski: sb. nauch. tr. – Scientific notes: a collection of scientific papers.* Almetievsk: AHNI [in Russian]
3. Baidiuk B. V., Blizniukov B. Yu. (1987) Prohnozirovanie hradienta davleniia ustoichivosti porod pri razrabotke konstruktsii skvazhin [Forecasting the pressure gradient of rock stability in the design of wells]. *Neftianoe khoziaistvo – Oil industry*. Neftianoe khoziaistvo [in Russian]
4. Basarahyn Yu. M., Bulatov A. I. Proselkov Yu. M. (2000) *Oslozhneniia i avarii pri burenii neftianykh i hazovykh skvazhin. Uchebno – prakticheskoe posobie [Complications and accidents when drilling oil and gas wells. Teaching – a practical guide]*. Moscow: Nedra [in Russian].

Раздел 2

ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЕ, КОНСТРУКЦИОННЫЕ И ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ МАТЕРИАЛЫ НА ОСНОВЕ АЛМАЗА И КУБИЧЕСКОГО НИТРИДА БОРА

УДК 621.762.5:679.826

А. В. Ножкина[1,2], **В. И. Бугаков**[3], **А. И. Лаптев**[2], **доктора технических наук**

[1]*ВНИИАЛМАЗ, Москва, ул. Гиряровского, 62, e-mail: nojkina@inbox.ru*
[2]*Национальный исследовательский университет «МИСиС», Москва, Ленинский пр. д.4, e-mail: laptev@misis.ru*
[3]*Институт физики высоких давлений РАН, г. Троицк, Мос. обл. e-mail: bugakovv@hppi.troitsk.ru*

ПРОЧНОСТЬ АЛМАЗНЫХ МАТЕРИАЛОВ ПОСЛЕ НАГРЕВА ПОД ДАВЛЕНИЕМ

Целью настоящей работы являлось установить влияние давления на термостойкость различных алмазных материалов. Проведенный анализ имеющихся данных по влиянию давления прессования при спекании на термостойкость как природных, так и искусственных алмазов показал, что давление прессования повышает температуру разупрочнения и графитизации алмазов всех типов. Методика изучения влияния давления на термостойкость заключалась в следующем: алмазные порошки из природных алмазов марки А4, синтетических монокристаллических алмазов марок SDB 1100, АС 125 и синтетических поликристаллических алмазов марки АРК4 подвергали нагреву в вакууме и при давлениях 2,5; 4,0 ГПа до различных температур. Определяли прочность алмазных порошков до нагрева и после нагрева. Установлено, что повышение давления прессования при нагреве алмазов приводит к замедлению процессов их графитизации и существенному повышению термостойкости алмазов, имеющих включения металлов-катализаторов.

***Ключевые слова**: алмазные порошки, прочность, термостойкость, давление.*

Полиморфный переход графит - алмаз является гистерезисным баротермическим превращением; баротермический гистерезис, возникающий при указанном прямом и обратном переходах, приводит к тому, что *p,T*-линии синтеза и графитизации алмаза, а также *p,T*-линия термодинамического равновесия графит - алмаз не совпадают.

Теоретический термодинамический расчет зависимости между давлением и температурой при превращении алмаза в графит приведен в работах А. В. Лысенко и др. [1–3].

На рис.1 из работы [2] проиллюстрирован баротермический гистерезис, возникающий при фазовых превращениях графит – алмаз. В работе [3] установлено, что уменьшение длины колебания межатомных связей в кристаллах алмаза с ростом давления описываются формулой:

$$\sqrt{\overline{U}^2} = \alpha\sqrt{T}\exp(-\chi p), \qquad (1)$$

где $\overline{U}$ – средняя амплитуда колебаний межатомных связей, T – температура, p – давление, α и χ – коэффициенты.

Уравнение p=f(T) зависимости перехода алмаз – графит имеет вид:

$$p = p^* \frac{\ln \sqrt{T / T_0}}{\ln \sqrt{T^* / T_0}}, \qquad (2)$$

где: T_0 = 1900 К [4], T^* = 400 К [5, 6], p^* = 14 ГПа (среднее между 11,4 ГПа [5] и 16,6 ГПа [6]).

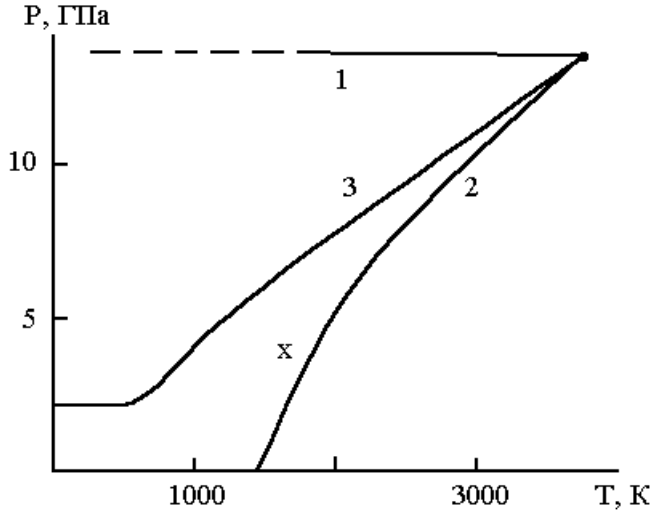


Рис. 1. Баротермический гистерезис, возникающий при фазовых превращениях графит–алмаз. 1 – линия синтеза алмаза из графита [2]; 2 – кривая графитизации алмаза; 3 – линия термодинамического равновесия графит–алмаз [2, 5, 6]; x – промежуточная точка на кривой графитизации [7]

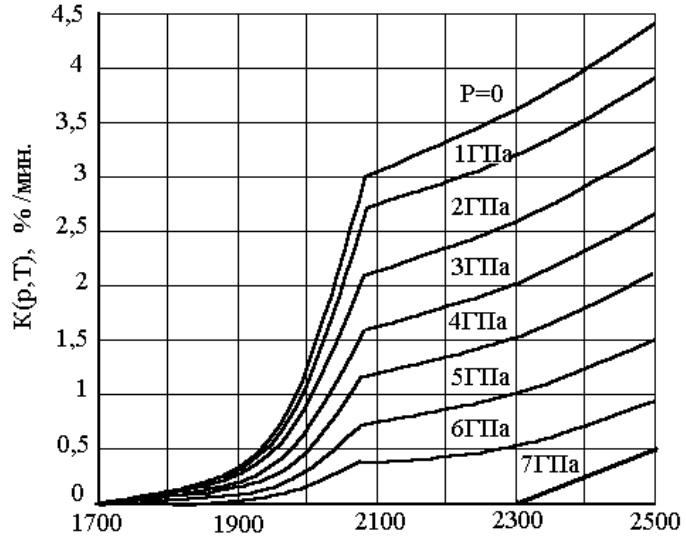


Рис. 2. Кривые K(p,T) для реакции графитизации алмазного порошка АСМ 28/20 для различных давлений [10]

Кривая 2 на рис. 1 отличается от экспериментальной [7], т.к. реальные алмазы имеют различные дефекты в кристаллической решетке.

Термодинамический расчет влияния давления на кинетику превращения алмаза в графит приведен в работе [8].

Уравнение зависимости для константы скорости графитизации от давления имеет вид:

$$K_{(P)}=A_0(p)\cdot\exp(-D_0(p)/RT(w,p)). \qquad (3)$$

Кинетика превращения для конечной массы исходной фазы в этом случае описывается уравнением Аврами:

$$\alpha=1-\exp(-K(p)t^n). \qquad (4)$$

По этому уравнению могут быть получены решения в виде:

$$\alpha_{T=\text{const}}=f(p),\ \alpha_{P,T}=f(\text{t}),\ K_{p=\text{const}}=f(T). \qquad (5)$$

В работе [9] решение в виде $K_{p=\text{const}} = f(T)$ приведено в графическом виде (рис. 2). Вычисления проводились для графитизации алмазного порошка АСМ 28/20, имеющего идеальную алмазную решетку. Область алмаз→графит ограничена двумя асимптотами $K_{(p,T)}\to 0$, а именно, температурным барьером $T\min\approx 700$К и линией равновесия $p_{\Delta G=0}$.

Экспериментальную проверку по влиянию давления на скорость графитизации алмаза впервые провел

Бриджмен в 1947 г. [10]. Он графитизировал природные алмазы при давлениях от 1,5 до 3,0 ГПа и сделал вывод, что скорость графитизации повышается с ростом температуры и снижается с ростом давления. Бовенкерк [11] исследовал графитизацию алмаза при температурах 1500–2000 °С и давлениях до 2,0 ГПа; им было установлено, что скорость графитизации падает с увеличением давления. Банди [12] при давлениях 3,3–6,1 ГПа, температурах 1200–2150 °С и выдержках до 1 ч были получены аналогичные результаты. Первые надежные экспериментальные данные по графитизации алмаза под давлением были получены в работе [13].

В табл. 1 по данным работы [13] приведены результаты изучения кинетики превращения А→Г для алмазов массой от 0,01 до 0,1 карата, помещенных в порошок графита.

Таблица 1. **Время перехода А→Г при степени превращения α=50 и 100% [13]**

P, ГПа	*T*, °С	Время, с	
		α=50%	α=100%
3,2	2000	600	-
	2140	100	260
	2290	18	60
3,9	2140	280	800

На основе количественных измерений графитизации алмазов сделаны следующие выводы: повышение температуры очень сильно увеличивает скорость графитизации, увеличение давления сильно ее замедляет, на скорость реакции не влияет твердая среда, окружающая алмаз, суммарная энергия активации зарождения и роста графита составила 270 ккал/моль, суммарный активационный объем – 59 см^3/моль.

Реальные алмазные зерна имеют различные дефекты: поры, включения графита, минералов, металлов-катализаторов, газов и т. д. Повышение давления в процессе изготовления алмазного инструмента приводит к всестороннему сжатию алмазного зерна окружающей средой, что должно препятствовать его разрушению. Результаты влияния давления на термостойкость алмазов в различных средах приведены в работах [14–18]. В работе [15] исследования проведены на порошках природных алмазов зернистостью 1000/800 с исходной прочностью 280 Н. Прессование проводили при давлениях до 4 ГПа в твердосплавной смеси ВК6, порошках карбида вольфрама, меди и железа. Прочность алмаза после прессования в металлических порошках при давлении до 2000 МПа практически не изменилась, а при давлении 3000 МПа и выше снизилась на 20–40% из-за образования внутренних дефектов. Гранулометрический состав алмазных порошков при этом практически не изменился, т. е. зерна не разрушались. Прочность синтетических алмазов фракции 400/315 после горячего прессования при давлениях до 5 ГПа и температурах до 1673 К исследовали в работах [16, 18], при давлениях до 7,7 ГПа и температурах до 2100 К в работе [17]. Установлено, что после проведения горячего прессования в твердосплавной шихте в графитовых пресс-формах (давление 15–20 МПа) при температуре 1100 °С происходило снижение прочностных свойств алмазов. По-видимому, этого давления не достаточно для уравновешивания внутренних напряжений в кристалле алмаза. Дальнейшее увеличение давления до 3–5 ГПа повышает термостойкость синтетических алмазов до 1673 К, причем

термостойкость 1373 К достигается при давлении 0,5 -1,0 ГПа. Более химически активная к алмазу среда, передающая давление, приводит к большему разупрочнению алмаза при нагреве. При применении засыпки из WC, Al_2O_3 и NaCl наиболее резкое снижение прочности алмазов происходило в среде NaCl по мнению авторов из-за присутствия воды [17]. Термобарическая обработка в засыпке Al_2O_3 и WC не приводит к резкому снижению прочности.

В работе [14] для исследования влияния давления горячего прессования на прочностные свойства поликристаллов были взяты навески по три зерна АСПК, АСБ общей массой 1 карат и, для сравнения, навеска природного алмаза А 4-3. Средой, передающей давление, служила смесь порошков твердого сплава ВК15 и никеля. Термообработку проводили по двум режимам:

1. При атмосферном давлении: время нагрева до заданной температуры 20-30 мин., выдержка 5–60 мин., охлаждение вместе с печью и разгрузка;

2. При давлениях 0,75; 1,5; 2,5 и 5,0 ГПа: время нагрева до заданной температуры 8–10 мин., выдержка при постоянной мощности 5 минут, охлаждение в течение 8–10 мин.

После прокаливания зерна АСПК и АСБ испытывали на абразивную стойкость (рис. 3): повышение давления горячего прессования до 1 ГПа повышает термостойкость алмазных поликристаллов АСПК и АСБ на 120-150 градусов – до 1000-1050 °С. Поскольку алмазные поликристаллы АСПК и АСБ содержат до 20 % включений металла-катализатора, то их нагрев приводит к графитизации алмазной фазы. Удельный объем графита значительно превышает удельный объем алмаза, поэтому повышение давления должно препятствовать протеканию процесса графитизации алмаза и, как следствие, снижению механических свойств поликристалла. Термостойкость природных алмазов А4-3 повышается, хотя и незначительно, с 1200 °С до 1230 °С. В цитируемой работе не приводятся режимы испытания на абразивную стойкость поликристаллов и не указано, извлекались ли алмазы из связки для проведения прочностных испытаний или испытания алмазов проводили в той же связке, в которой проводилась термообработка. В

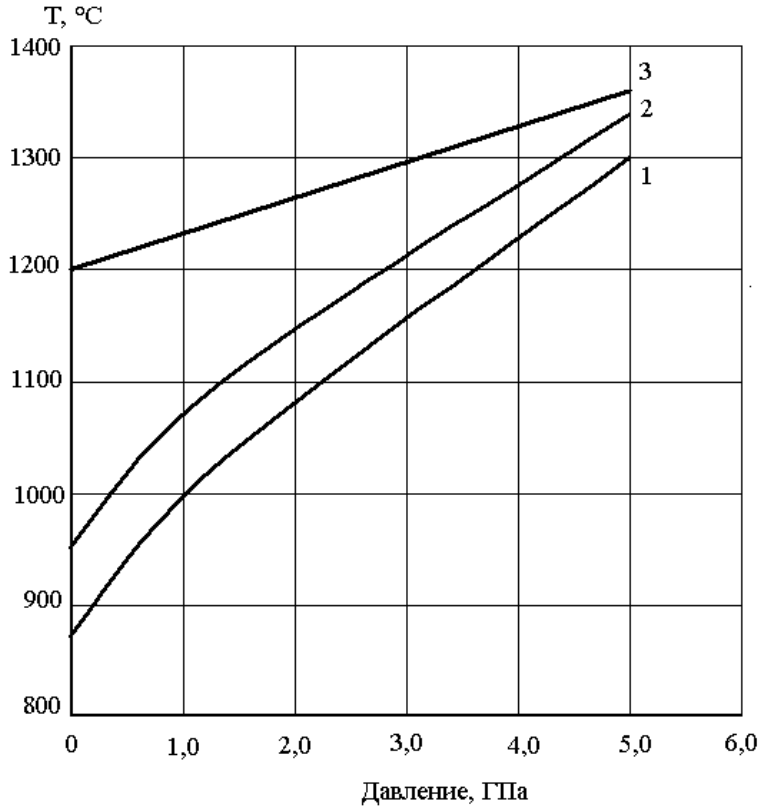


Рис. 3. Влияние давления на термостойкость алмазных поликристаллов при 5-минутной выдержке в среде ВК-15–никель (критерий–абразивная стойкость) [14]. 1-АСБ; 2-АСПК; 3-порошок природного алмаза А4-3

первом случае химическая обработка приводит к снижению содержания металлической фазы поликристалла, и, следовательно, снижению его прочностных свойств [19]. Во втором случае при повышении температуры и давления повышаются прочностные свойства связки, которые влияют на износостойкость инструмента. Важным выводом работы [14] является возможность применения прочных порошковых металлических связок при спекании под высоким давлением для изготовления абразивного инструмента с использованием прочных поликристаллических алмазов АСПК. При спекании таких связок в обычных условиях требуются достаточно высокие температуры, которые приводят к разрушению поликристаллических алмазов АСПК. Применение высоких давлений в процессе спекания увеличивает термостойкость поликристаллов и снижает температуру спекания связок.

Показатель термостойкости алмазных порошков является одной из основных характеристик их работоспособности. Термостойкость алмазных порошков важна и при выборе методов изготовления инструмента и при определении режимов его эксплуатации. Поэтому методам определения и повышения термостойкости алмазных материалов посвящено много работ, например, [20].

Термостойкость алмазов – это максимальная температура нагрева, при которой сохраняются их механические и эксплуатационные характеристики. Из теоретических и экспериментальных данных следует, что повышение давления приводит к увеличению термостойкости как монокристаллических, так и поликристаллических алмазов, если они содержат включения сплавов-катализаторов, приводящих к графитизации алмазов. Механизм блокирования разупрочняющего действия температуры может быть связан как с чисто механическим снижением возникающих термонапряжений на границе алмаз-включение, так и за счет подавления процессов графитизации алмаза. Разброс количественных данных по влиянию давления при нагреве на повышение термостойкости различных алмазов объясняется большим разнообразием их физико-химических свойств. Кроме того, различные условия создания давления и проведения нагрева, наличие передающей давление среды снижают ценность количественных значений термостойкости для разработки конкретного технологического режима изготовления камнеразрушающего инструмента. Для дополнительного изучения влияния давления на способность алмазов сохранять их прочностные свойства после нагрева под давлением, были выбраны 4 типа алмазов, пригодных для камнеобработки: природные алмазы А4 400/315; алмазы фирмы *De Beers* SDB 1100 40/50; отечественные алмазы АС125 400/315; поликристаллические алмазы АРК4 400/315. Навеску алмазного порошка смешивали с навеской NaCl, прессовали в таблетку под давлением 500 МПа и прессовку помещали в сушильный шкаф для удаления влаги при 200-250 °С в течение 1 часа. Обезвоженную таблетку помещали в эксикатор. Термобарическую обработку проводили в камере высокого давления (КВД) типа «наковальня с углублением». КВД калибровали в холодном состоянии по стандартной методике с использованием в качестве реперных материалов Bi и PbSe. Температуру измеряли хромель-алюмелевой термопарой непосредственно в процессе проведения термобарической обработки в трубчатом нагревателе из графита марки МГОСЧ. Поправка по влиянию давления на показания термопары не вводилась. Время выдержки алмазов при температуре под давлением составляло 1 мин. Торцевые заглушки прессовали из природного графита марки ГСМ-1. После термобарической обработки прессовки с алмазами извлекали и обрабатывали кипящей водой до полного растворения NaCl. Прочностные испытания термобарически обработанных алмазов проводили в соответствии с ГОСТ 9106-80; полученные данные представлены на рис. 4–6.

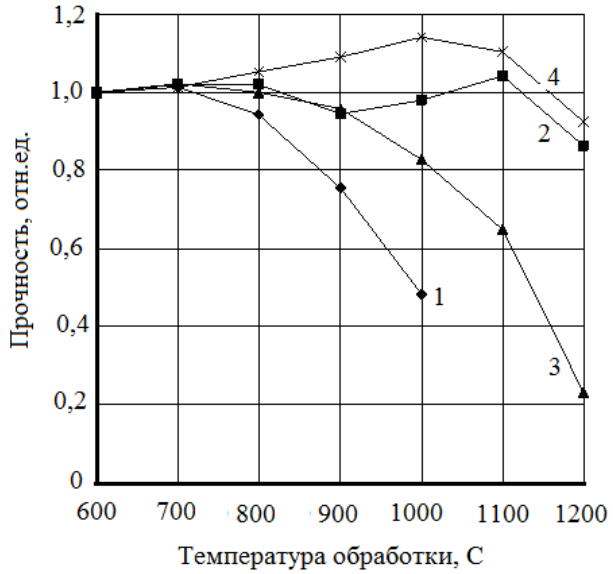


Рис. 4. Зависимость прочности алмазных порошков от температуры обработки в вакууме: 1 – АРК4 400/315; 2 – А4 400/315; 3 – АС125 400/315; 4 – SDB 40/50

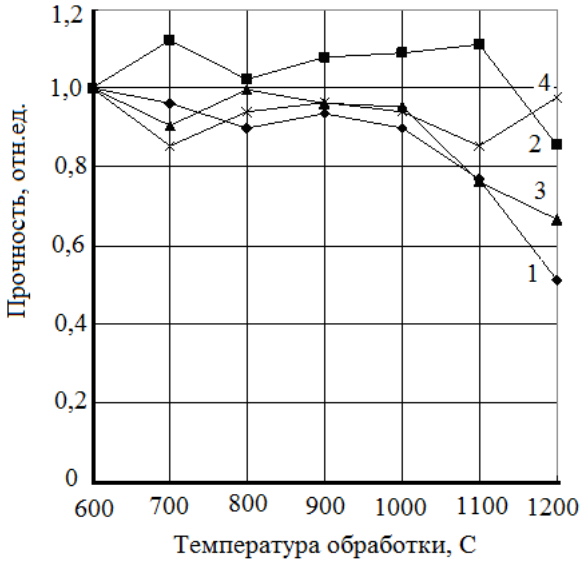


Рис. 5. Зависимость прочности алмазных порошков от температуры обработки при давлении 2,5 ГПа: 1 – АРК4 400/315; 2 – А4 400/315; 3 – АС125 400/315; 4 – SDB 40/50

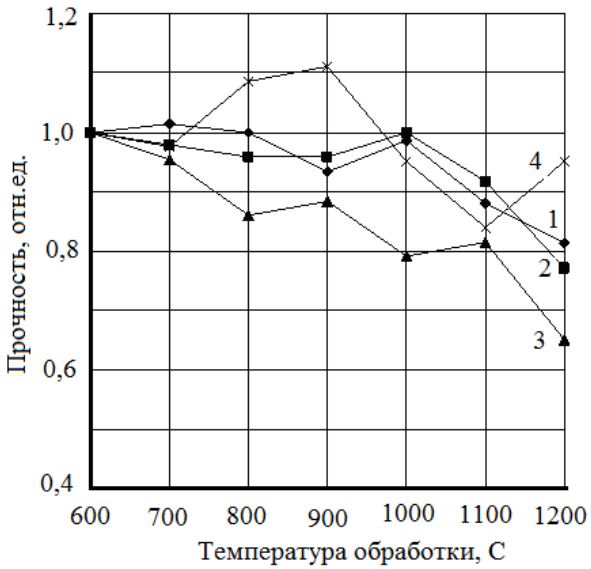


Рис. 6. Зависимость прочности алмазных порошков от температуры обработки при давлении 4,0 ГПа: 1 – АРК4 400/315; 2 – А4 400/315; 3 – АС125 400/315; 4 – SDB 40/50

Прочность исходных порошков составила: для АРК4 400/315 – 86 Н ± 7%; для АС125 400/315 – 230 Н ± 6,5%; для А4 400/315 – 102 Н ± 8,8%; для SDB 40/50 – 780 Н ± 13%. Для порошков А4 и SDB 1100 влияние давления при горячем прессовании для повышения термостойкости алмазов в диапазоне 700-1200 °С не существенно, что связано с их высокой

начальной термостойкостью. Для порошков АРК4 и АС125 увеличение давления прессования повышает термостойкость алмазов, из-за большего количества примесей в этих алмазах и, как следствие, невысокой их термостойкости. Давления прессования 2,5–4,0 ГПа при нагреве, приводят к некоторому понижению прочности алмазов АРК4 уже при 700–800 °С из-за наличия в них крупных включений сплава-катализатора, сжимаемость которых значительно выше, чем у алмазных кристаллитов. Давления 2,5–4,0 ГПа могут приводить к образованию трещин на границе алмаз - металлическое включение. Поэтому для изготовления камнеразрушающего инструмента с алмазами АРК4 методом горячего прессования под давлением, оптимальными являются давление 1,5–2,0 ГПа и температура термобарической обработки до 1050 °С.

Метою цієї роботи було встановити вплив тиску на термостійкість різних алмазних матеріалів. Проведений аналіз наявних даних щодо впливу тиску пресування при спіканні на термостійкість як природних, так і штучних алмазів показав, що тиск пресування підвищує температуру розупорядкування і графітизації алмазів всіх типів. Методика вивчення впливу тиску на термостійкість полягала в наступному: алмазні порошки з природних алмазів марки А4, синтетичних монокристалічних алмазів марок SDB1100, АС125 і синтетичних полікристалічних алмазів марки АРК4 піддавали нагріванню у вакуумі при тисках 2,5; 4,0 ГПа до різних температур. Визначали міцність алмазних порошків до і після нагрівання. Встановлено, що підвищення тиску пресування при нагріванні алмазів приводить до уповільнення процесів їхньої графітизації і суттєвого підвищення термостійкості алмазів, що мають включення металів-каталізаторів.

***Ключові слова**: алмазні порошки, міцність, термостійкість, тиск.*

V. I. Bugakov, A. V. Nojkina, A. I. Laptev

STRENGTH OF DIAMOND MATERIALS AFTER HEATING UNDER PRESSURE

The purpose of this work was to establish the effect of pressure on the heat resistance of various diamond materials. The analysis of the available data on the effect of pressing pressure during sintering on the thermal stability of both natural and artificial diamonds showed that the pressing pressure raises the temperature of softening and graphitization of all types of diamonds. The procedure for studying the effect of pressure on heat resistance was as follows: diamond powders from natural diamonds of grade A4, synthetic single crystal diamonds of SDB 1100, AC 125 and synthetic polycrystalline diamonds of grade ARK4 were heated in vacuum and at pressures of 2.5; 4.0 GPa to different temperatures. Determine the strength of diamond powders before heating and after heating. It was found that increasing the pressing pressure when the diamonds are heated leads to a slowdown in the processes of their graphitization and a significant increase in the thermal stability of diamonds that have inclusions of catalyst metals.

***Key words**: diamond powders, strength, heat resistance, pressure.*

Литература

1. Лысенко А. В., Шульман Л. А., Пугач Э. А. Баротермические условия графитизации алмаза и Р,Т-гистерезис, возникающий при фазовом превращении графит↔алмаз // Сверхтвердые материалы. –1993. – № 3. – С. 65–66.
2. Лысенко А. В., Шульман Л. А., Пугач Э. А. Тензорное уравнение состояния графита и алмаза вблизи Р-Т–линии равновесия графит–алмаз // Сверхтвердые материалы. – 1992. – № 5. – С. 61–62.
3. Шульман Л.А., Лысенко А.В., Пугач Э.А. Баротермические условия образования единичных поперечных сшивок в графите при его превращении в алмаз // Сверхтвердые материалы. – 1992. – № 6. – С. 62–63.

4. Физические свойства алмаза: Справ. под ред. Н.В. Новикова. -Киев: Наук. думка, 1987. – 182 с.
5. Vereshchagin L. F., Yakovlev E. N., Buchnev L. M., Dymov B. K. The question about the conditions of equilibrium of diamond with different carbon materials // Teplofizika Vysokikh Temperatur. –1977. – 15, – N 2. – P. 316–321.
6. Лодиз Р., Паркер Р. Рост монокристаллов. – М.: Мир, 1974. – 540 с.
7. Properties of diamond. First Edition / Ed. by J. E. Field. London: Acad. Press, 1979. – 674 p.
8. Андреев В. Д. Спонтанная графитизация и термодеструкция алмаза при T>2000 K // Физика твердого тела. – 1999. – 41. – Вып. 4. – С. 695–701.
9. Графитизация алмаза в широком диапазоне давлений / Андреев В. Д., Боримский А. И., Малик В. Р. и др. // Сверхтвердые инструментальные материалы на рубеже тысячелетий: получение, свойства, применение. Материалы международной научно-технической конференции 4-6 июля 2001 г., г. Киев. – Киев: ИСМ НАН Украины, 2001. С. 44-46.
10. Bridgman P.W. An Experimental Contribution to the Problem of Diamond Synthesis // J. Chem. Phys. – 1947. – 15. – N 2. – P. 92–98.
11. Bovenkerk H. P., Bundy F. P., Hall H. T., Strong H. M. Preparation of diamond // Nature. – 1959. – 184. – N 4693. – P. 1094–1098.
12. Bandy F. P., Bovekerk H. P., Strong H. M., Wentorf R. H. Diamond-Graphite Equilibrium Line from Growth and Graphitization of Diamond // J. Chem. Phis. – 1961. – 35. – N 2. – P. 383–391.
13. Horton R. M., Horton M. D. The high-pressure graphitization of diamond // High Temperature – High Pressure. –1972. – 4. – P. 39–48.
14. Верещагин Л. Ф., Коняев Ю. С., Довбня А. В. Термостойкость поликристаллических образований алмаза и боразона при давлении до 50 кбар в условиях их спекания с металлокерамическими связками // Алмазы. – 1970. –№ 4. – С. 1–5.
15. Синтетические сверхтвердые материалы: В 3-х т. Т. 2. Композиционные сверхтвердые материалы /Редкол.: Новикова Н. В. (отв. ред.) и др. – К.: Наук. думка, 1986. – 264 с.
16. Симкин Э. С., Цыпин Н. В. Влияние высокого давления на термостойкость синтетических алмазов // Взаимодействие алмазов с жидкими и газовыми средами. – К.: ИСМ АН УССР, 1984. – С. 124–127.
17. Гаргин В. Г., Шишкин В. А. Влияние давления, температуры и среды на прочность синтетических алмазов // Взаимодействие алмазов с жидкими и газовыми средами. – К.: ИСМ АН УССР, 1984. – С. 127–131.
18. Исследование изменений в синтетических алмазах после термообработки при высоких давлениях / Г. А. Подзярей, Т. А. Начальная, Э. С. Симкин и др. // Физика и техника высоких давлений. – 1983. – № 14. – С. 36–39.
19. Nojkina A. V., Laptev A. I., Ermolaev A. A. Influence of synthesis and composition conditions on strength characteristics of synthetic carbonado-type diamonds // High Pressure Research. – 2002. – 22. – N 3-4. – P. 545-549.
20. Poliakov V. P., Ermolaev A. A., Laptev A. I., Potemkin A. A. The influence of Boron compound particles (TiB_2, BN^{CUB}) on the thermostability and the mechanical strength of

the synthesized carbonado after heating // Diamond and Related Materials. – 2001. – 10. – N 11. – P. 2024–2029.

Поступила 23.07.18

References

1. Lysenko, A. V., Shulman, L. A., & Pugach, E. A. (1993). Barotermicheskie usloviia grafitizacii almaza i P,T-gisterezis, voznikayushchii pri fazovom prevrashchenii grafit–almaz [Barothermic conditions for graphitization of diamond and P, T-hysteresis, which occurs during the phase transformation of graphite↔diamond]. *Sverhtverdye materialy – Superhard Materials, 3,* 65–66 [in Russian].
2. Lysenko, A. V., Shulman, L. A., & Pugach, E. A. (1992). Tenzornoe uravnenie sostoyaniya grafita i almaza vblizi P-T–linii ravnovesiia grafit–almaz [Tensor equation of state of graphite and diamond near P-T-line of graphite-diamond equilibrium]. *Sverhtverdye materialy – Superhard Materials, 5,* 61–62 [in Russian].
3. Lysenko, A. V., Shulman, L. A., & Pugach, E. A. (1992). Barotermicheskie usloviia obrazovaniia edinichnykh poperechnykh sshivok v grafite pri ego prevrashenii v almaz [Barothermal conditions for the formation of single cross-links in graphite during its transformation into diamond]. *Sverhtverdye materialy – Superhard Materials, 6,* 62–63 [in Russian].
4. Novikov, N. V. (Eds.). (1987). *Physical properties of diamond*. Kyiv: Naukova dumka.
5. Vereshchagin, L. F., Yakovlev, E. N., Buchnev, L. M., & Dymov B. K. (1977). The question about the conditions of equilibrium of diamond with different carbon materials. *High Temperatures – High Pressures, Vol. 15, 2,* 316–321 [in Russian].
6. Lodiz, R., & Parker, R. (1974). *Rost monokristallov [Growth of single crystals]*. Moscow: Mir [in Russian].
7. Field J. E. (Eds.). (1979). *Properties of diamond*. London: Acad. Press.
8. Andreev, V. D. (1999). Spontannaya grafitizaciya i termodestrukciya almaza pri T>2000 K [Spontaneous graphitization and thermal destruction of diamond at T> 2000 K]. *Fizika tverdogo tela – Solid State Physics, 41, 4,* 695-701 [in Russian].
9. Andreev, V. D., Borimskii, A. I., Malik, V. R., et al. (2001). Grafitizaciia almaza v shirokom diapazone davlenii [Graphitization of diamond in a wide range of pressures]. Proceedings from Superhard instrumental materials at the turn of the millennium: acquisition, properties, application'01: *Mezhdunarodnaia nauchno-tekhnicheskaia konferenziia (4–6 iiulia 2001 hoda) – International scientific and technical conference*. (pp 44–46). Kyiv: ISM NAN Ukrainy [in Russian].
10. Bridgman, P. W. (1947). An Experimental Contribution to the Problem of Diamond Synthesis. *J. Chem. Phys., Vol. 15, 2,* 92–98.
11. Bovenkerk, H. P., Bundy, F. P., Hall, H. T., & Strong H. M. Preparation of diamond. *Nature, Vol. 184, 4693,* 1094–1098.
12. Bandy, F. P., Bovekerk, H. P., Strong, H. M., & Wentorf, R. H. (1961). Diamond-Graphite Equilibrium Line from Growth and Graphitization of Diamond. *J. Chem. Phis., Vol. 35, 2,* 383–391.
13. Horton, R. M., & Horton M. D. (1972). The high-pressure graphitization of diamond. *High Temperature – High Pressure, 4,* 39–48.

14. Vereshagin, L. F., Koniaev, Yu. S., & Dovbnia A. V. (1970). Termostoikost polikristallicheskikh obrazovanii almaza i borazona pri davlenii do 50 kbar v usloviiakh ikh spekaniia s metallokeramicheskimi sviazkami [Thermostability of polycrystalline diamond and borazone formations at pressures up to 50 kbar under conditions of their sintering with cermet bonds]. *Almazy – Diamonds, 4,* 1–5 [in Russian].
15. Novikov, N. V. (Eds.). (1986). Composite superhard materials // *Synthetic superhard materials* (Vols. 1–4; Vol. 2). Kyiv: Naukova dumka.
16. Simkin, E. S., & Cypin, N. V. (1984). The effect of high pressure on the heat resistance of synthetic diamonds. *The interaction of diamonds with liquid and gaseous media*. Kyiv: ISM AN USSR.
17. Gargin, V. G., & Shishkin, V. A. (1984). Influence of pressure, temperature and environment on the strength of synthetic diamonds. *The interaction of diamonds with liquid and gaseous media*. Kyiv: ISM AN USSR.
18. Podziarei, G. A., Nachalnaia, T. A., Simkin, E. S., et al. (1983). Issledovanie izmenenii v sinteticheskikh almazakh posle termoobrabotki pri vysokikh davleniyakh [Study of changes in synthetic diamonds after heat treatment at high pressures]. *Fizika i tekhnika vysokikh davlenii – High-pressure physics and technology*, *14,* 36–39.
19. Nojkina, A. V., Laptev, A. I., & Ermolaev, A. A. (2002). Influence of synthesis and composition conditions on strength characteristics of synthetic carbonado-type diamonds. *High Pressure Research, Vol. 22, 3-4,* 545–549.
20. Poliakov, V. P., Ermolaev, A. A., Laptev, A. I., & Potemkin, A. A. (2001). The influence of Boron compound particles (TiB_2, BN^{CUB}) on the thermostability and the mechanical strength of the synthesized carbonado after heating. *Diamond and Related Materials, Vol. 10, 11,* 2024–2029.

УДК 539.893.621.317.4

В. И. Лавриненко, д-р техн. наук, **Г. Д. Ильницкая, Н. А. Олейник, О. О. Пасичный, В. В. Смоквина, И. Н. Зайцева,** кандидаты технических наук, **Г. А. Базалий, Т. Н. Беляева, Ю. П. Ущаповский, Е. А. Барановская**

Институт сверхтвердых материалов им. В.Н. Бакуля НАН Украины, ул. Автозаводская, 2, 04074, г. Киев, e-mail: gil-ism@ukr.net

ВЛИЯНИЕ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СИНТЕТИЧЕСКИХ АЛМАЗОВ АС20 100/80 ПОСЛЕ РАЗДЕЛЕНИЯ В МАГНИТНЫХ И ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ПОЛЯХ НА ИЗНОСОСТОЙКОСТЬ ШЛИФОВАЛЬНОГО ИНСТРУМЕНТА

Эффективность работы алмазного шлифовального инструмента во многом зависит от качества применяемых шлифпорошков синтетического алмаза. При этом дефекты кристаллов алмаза, образующиеся во время синтеза в процессе роста кристаллов алмаза, как объемные, так и дефекты поверхности обусловливают магнитные и электропроводные свойства порошков алмаза,

что оказывает влияние на их физико-механические, физико-химические и эксплуатационные характеристики.

В статье представлены результаты изучения влияния физико-механических и физико-химических характеристик алмазов марки АС20 узкой зернистости 100/90 на характер износа шлифовального инструмента. Выявлено, что при небольшой производительности обработки (50, 100 мм^3/мин) предпочтительнее в кругах использовать алмазы магнитной фракции. При более высокой производительности обработки (400 мм^3/мин) износостойкость кругов, оснащенных алмазами магнитной фракции, снижается вследствие уменьшения термостойкости алмазов. Поэтому при высоких скоростях обработки шлифовальные круги, оснащенные алмазами непроводящей и немагнитной фракциями с более меньшим содержанием примесей и включений, имеют меньший расход алмазов и обладают более высокой износостойкостью.

Ключевые слова: *порошки алмазные синтетические, сортировка, магнитное поле, электрическое поле, дефекты кристаллов, износостойкость шлифовального инструмента.*

Введение

В машиностроении широко применяют шлифовальный инструмент, оснащенный синтетическими алмазами, при обработке твердого сплава, керамики, стекла и других материалов. Изготовление высокопроизводительного шлифовального инструмента основывается на использовании шлифпорошков алмаза различной зернистости и прочности [1, 2]. Как известно, в освоенных технологических процессах за один цикл синтеза алмазов в одном реакционном объеме формируются кристаллы различного размера и уровня дефектности. Во время синтеза в процессе роста алмазы захватывают находящиеся в реакционной камере побочные фазы, например, сплава-растворителя, с образованием объемных дефектов кристаллов. При этом микрорельеф граней кристаллов также отражает особенности их роста и отображается в виде поверхностных дефектов. Как правило, значительная часть кристаллов синтетических алмазов имеет дефекты поверхности. Это двойники с морфологическими разновидностями, следы разориентации мозаичного и блочного строения, слои роста с макроступенями или спиралями округлой или прямоугольной формы с зазубренными или гладкими кромками, впадины в центре грани различных форм, шероховатость граней, выход на поверхность кристаллов дислокаций, микротрещин, пор и внутрикристаллических включений [3–6].

Дефекты синтетических кристаллов алмаза, как объемные, так и дефекты поверхности обусловливают магнитные и электропроводные свойства синтетических порошков алмаза, что оказывает влияние на их физико-механические, физико-химические и эксплуатационные характеристики.

Поэтому целью данной работы было изучение влияния физико- механических и физико-химических характеристик алмазов марки АС20 зернистости 100/80 после их разделения по объемным и поверхностным дефектам в магнитных и электрических полях на износостойкость шлифовального инструмента.

Методика исследования

Исследование проводили на шлифпорошках алмаза марки АС20 зернистостью 100/80. Для повышения однородности по линейным характеристикам порошок дополнительно классифицировали с использованием сит R-20 с выделением узкой зернистости 100/90 [7]. Полученные алмазы узкой зернистости 100/90 разделяли в магнитном поле, с учетом различия магнитных свойств кристаллов алмаза, различия которых оценивали по изменению их удельной магнитной восприимчивости. После разделения немагнитную фракцию порошка (с

минимальной удельной магнитной восприимчивостью), а также исходный порошок разделяли в электрическом поле, с учетом различия проводимости кристаллов алмаза.

Разделение в магнитном поле выполняли на магнитном сепараторе 138-Т по классической схеме разделения на магнитную и немагнитную фракции, предусматривающей стадийное увеличение границы разделения путем изменения напряженности магнитного поля от 0 до 2 Т. [8, 9]. Для разделения порошка в электрическом поле использовали электрический сепаратор типа ЭС2 и классическую схему разделения на проводящую и непроводящую фракции при одинаковых параметрах разделения при напряжении на отклоняющем электроде 15 кВ [9].

В порошках алмаза, исходном и продуктах разделения, определяли прочность P (Н), содержание основной фракции, коэффициент формы $K_ф$, содержание примесей в виде несгораемого остатка н.о. (масс. %) по методикам ДСТУ 3292 [10], однородность по прочности $K_{одн.пр}$ [11], термостабильность шлифпорошков ($K_{ТС}$) [12], содержание объемных дефектов при изменении удельной магнитной восприимчивости χ [13], содержание дефектов поверхности по изменению коэффициента поверхностной активности $K_а$ [14], удельное электросопротивление ρ [15], по методикам, разработанным в Институте сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины.

Элементный состав примесей включений в шлифпорошках алмаза определяли рентгенофлуоресцентным интегральным анализом, с помощью растрового электронного микроскопа «BS-340» и энергодисперсионного анализатора рентгеновских спектров «Link-860» [16].

Для оценки физико-химических характеристик шлифпорошков алмаза зернистости 100/90 марки АС20 магнитных, немагнитных, непроводящих и исходных фракций на масс-спектрометре МИ 1201 с интервалом температур 20–1000 ºС в воздушной среде проводился анализ паров воды, газов, десорбированных с поверхности образцов (диоксида углерода, монооксида углерода). Для этого исследуемые образцы переносили в кварцевую кювету, вакуумировали и снимали масс-спектры до 800 ºС, скорость нагрева составляла 10 º/мин [17].

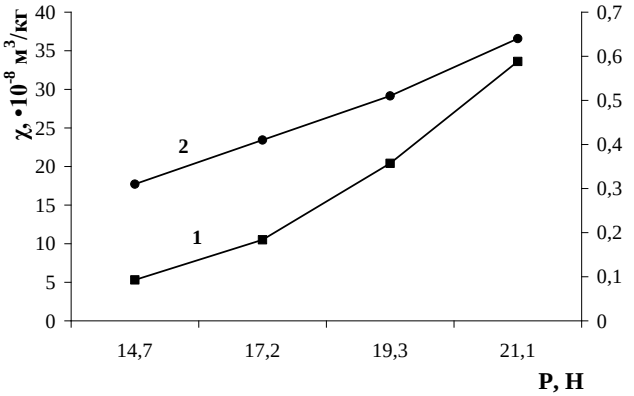


Рис. 1. Зависимости прочности шлифпорошков алмаза зернистостью 100/90 после разделения в магнитном поле: 1 – от удельной магнитной восприимчивости; 2 – от дефектности поверхности

Эксплуатационные показатели шлифовальных кругов, оснащенных алмазами после разделения в магнитных и электрических полях, оценивали по изменению относительного (q_v) расхода алмазов в кругах при шлифовании. При этом, последний выступал критерием износостойкости кругов [1].

Результаты исследования и их обсуждение

Результаты разделения в магнитном поле исходного шлифпорошка алмаза представлены на рис. 1. Полученные по результатам разделения порошка в магнитном поле зависимости прочности P (Н) от удельной магнитной восприимчивости χ (кривая 1) и от дефектности поверхности зерен порошка

K_a – (кривая 2).

Как следует из рисунка, после разделения в магнитном поле крайние фракции шлифпорошков различаются по удельной магнитной восприимчивости более чем в 5 раз. С увеличением удельной магнитной восприимчивости вследствие увеличения содержания внутрикристаллических примесей и включений прочность алмазов магнитных фракций повышается незначительно (кривая 1). Так, по сравнению с прочностью немагнитной фракции прочность магнитной фракции повышается в 1,4 раза. При этом происходит разделение по дефектности поверхности (кривая 2), коэффициент поверхностной активности K_a магнитной фракции приблизительно в 3 раза выше, чем K_a немагнитной фракции.

Результаты разделения исходного шлифпорошка и немагнитной фракции в электрическом поле показаны на рис. 2.

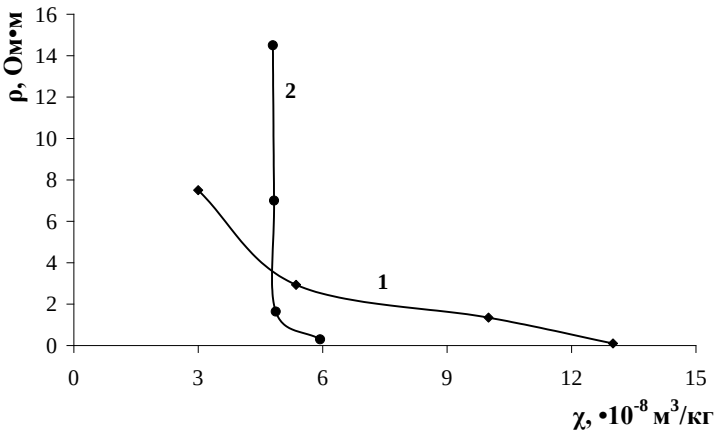


Рис. 2. Зависимости удельного электросопротивления продуктов разделения исходного порошка (1) и немагнитной фракции (2) при напряжении отклоняющего электрода 15 кВ от их удельной магнитной восприимчивости

На результаты разделения в электрическом поле при напряжении отклоняющего электрода 15 кВ (рис. 2) исходного порошка (кривая 1), имеющего широкий спектр объемных дефектов и дефекты поверхности, существенно влияют объемные дефекты, характеризующиеся широким диапазоном удельной магнитной восприимчивости (χ). С увеличением χ шлифпорошков алмаза снижается их удельное электросопротивление (ρ). При разделении в электрическом поле при напряжении отклоняющего электрода 15 кВ немагнитной фракции порошка (рис. 2, кривая 2), имеющей объемные дефекты с узким диапазоном удельной магнитной восприимчивости (4,5 – $6{,}0\cdot10^{-8}$ м^3/кг), на электросопротивление наиболее существенно влияют дефекты поверхности, о чем свидетельствует широкий диапазон удельного электросопротивления (0,2 – $15{,}0\cdot10^{7}$ Ом·м).

Интерес представляет исследование изменения коэффициента поверхностной активности продуктов разделения исходного порошка и немагнитной фракции порошка в электрическом поле в зависимости от их удельного электросопротивления (рис. 3).

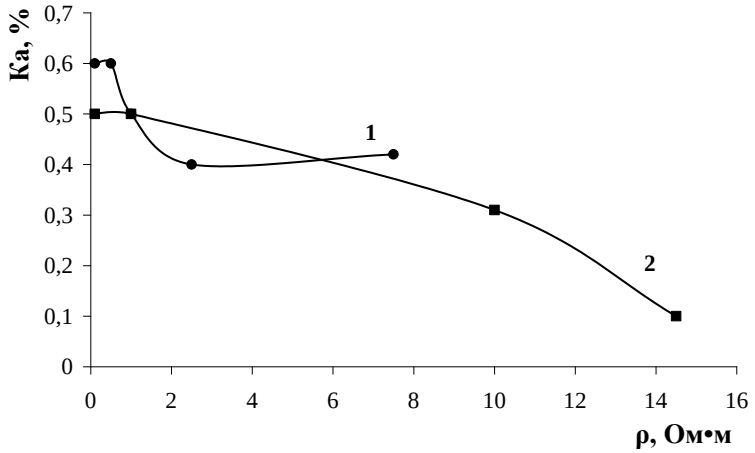


Рис. 3. Зависимость коэффициента поверхностной активности продуктов разделения исходного порошка (1) и разделения немагнитной фракции (2) при напряжении отклоняющего электрода 15 кВ от их удельного электросопротивления

Как видно из рис. 3 (кривые 1, 2), исходный порошок и немагнитную фракцию порошка, содержащую кристаллы алмаза с широким спектром удельного электросопротивления, можно разделить в электрическом поле на фракции, различающиеся между собой по коэффициенту поверхностной активности.

Очевидно, разделение в электрическом поле порошка немагнитной фракции, содержащей значительно меньше объемных дефектов, происходит в основном под влиянием дефектов поверхности на фракции, существенно различающиеся электросопротивлением и коэффициентом поверхностной активности.

В исходном шлифпорошке алмаза марки АС 20 узкой зернистости 100/90, магнитной, немагнитной и непроводящей фракциях определяли элементный состав включений. Результаты определения приведены в табл. 1.

Таблица 1. **Элементный состав внутрикристаллических включений и примесей в алмазном порошке АС20 зернистости 100/90 исходном и после разделения в магнитном и электрических полях**

Наименование фракций	Элементный состав, масс %						Общее содержание включений, масс %
	Si	Ca	Cr	Fe	Mn	Zn	
Магнитная	0,137	0,005	0,018	0,977	0,358	0,010	1,505
Немагнитная	0,269	0,007	0,0020	0,468	0,105	0,014	0,865
Непроводящая	0,241	0,005	0.0014	0,278	0,097	0,016	0,638
Исходная	0,243	0,003	0,014	0,701	0,171	0,009	1,141

Как видно из табл. 1, наибольшее количество примесей и включений содержится в алмазах магнитной фракции, причем содержание Fe и Mn во внутрикристаллических включениях и примесях магнитной фракции больше, чем в немагнитной и непроводящих фракциях. Это обеспечивается разделением зерен алмаза в магнитном поле по содержанию в алмазе элементов сплава-растворителя. При этом разделение немагнитной фракции в электрическом поле позволяет дополнительно снизить содержание этих элементов. Более

высокое содержание включений сплава-растворителя в алмазах магнитной фракции обеспечивает незначительное повышение прочности (рис. 1).

При анализе данных элементного состава включений обращает внимание различное содержание Si в порошках алмаза, выделенных в непроводящую, немагнитную и магнитные фракции. Порошки алмаза по содержанию кремния различаются примерно в 2 раза. Вероятно, кремний не связан со сплавом-растворителем. Он содержится в кристаллах с незначительным количеством объемных дефектов и при разделении в магнитном поле концентрируется в немагнитной фракции. Разделение шлифпорошков алмаза немагнитной фракции в электрическом поле несущественно влияет на изменение содержания Si в непроводящей фракции.

После проведения разделения шлифпорошков алмаза марки АС20 узкой зернистости 100/90 в магнитном и электрическом полях были определены их физико-механические характеристики (таблица 2).

Таблица 2. **Физико-механические характеристики порошков АС20 узкой зернистости 100/90 различной фракции**

Наименование фракций	$\chi,\cdot 10^{-8}$ $м^3/кг$	Р, Н	$К_{одн. пр.}$ %	$К_а$, %	$К_{ТС}$, %	Общее содержание примесей и включений, масс %
Магнитная	30,7	20,7	71,5	0,78	41,6	1,505
Немагнитная	4,5	15,4	69,4	0,58	71,6	1,141
Непроводящая	4,5	16,7	77,9	0,51	81,5	0,638
Исходная	5,8	19,7	57,1	0,63	58,7	0,765

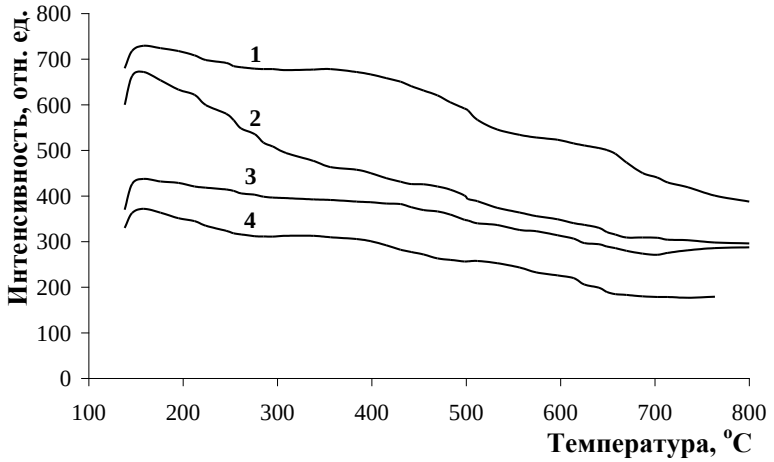


Рис. 4. Термодесорбционные кривые паров воды на поверхности алмазов марки АС20 зернистости 100/90 фракций: 1 – магнитной, 2 – исходной, 3 – немагнитной, 4 – непроводящей

Из табл. 2 следует, что после разделения в магнитном поле выделены шлифпорошки алмаза магнитной фракции с большим содержанием примесей и включений, что обеспечивает этим алмазам более высокую прочность. При этом высокое содержание примесей и включений снижает термостойкость алмазов, на что указывает низкое значение коэффициента термостабильности ($К_{ТС}$). Сортировка в электрическом поле немагнитной фракции

позволяет дополнительно повысить однородность по прочности и термостойкость шлифпорошков за счет выделения из состава шлифпорошка более дефектных зерен

Для оценки физико-химических характеристик шлифпорошков алмаза зернистости 100/90 марки АС20 магнитных, немагнитных, непроводящих и исходных фракций проводился анализ паров воды, десорбированных с поверхности образцов. Были построены зависимости интенсивности термодесорбционных спектров от температуры для всех исследуемых шлифпорошков (рис. 4).

В результате проведенных исследований установили, что поверхности всех образцов шлифпорошков алмаза зернистости 100/90 марки АС20 (магнитной, немагнитной, непроводящей и исходной фракций) полностью покрыты большим количеством ОН-групп, которые десорбируясь с поверхности алмазов, создают молекулы воды. Термодесорбционные пики воды имеют симметричную форму и наблюдаются во всем исследуемом температурном интервале (рис. 4). Пики на кривых до 150 ºС свидетельствуют о наличии воды на поверхности всех образцов, после 150 ºС начинает активно выделяться вода, присутствующая в пористой структуре образцов. Присутствие воды в порошках алмаза тесно связано с их удельной площадью поверхности. На рис. 4 кривая алмазов непроводящей фракции (кривая 4) указывает на наименьшее содержание воды и меньшую удельную площадь поверхности порошков алмаза. У магнитной фракции присутствует большее содержание воды (кривая 1), что соответствует большей величине удельной площади поверхности алмазов.

Полученные после разделения шлифпорошки алмаза АС20 зернистости 100/90 магнитной, немагнитной, непроводящей и исходных фракций использовали для изготовления шлифовальных кругов 12А2-45° 125×5×3×32 – АС20 100/90–В2-08–100%. Испытания проводили при шлифовании образцов из твердого сплава Т15К6 с производительностью обработки 50, 100, 200 и 400 мм^3/мин. Результаты испытаний приведены на рис. 5.

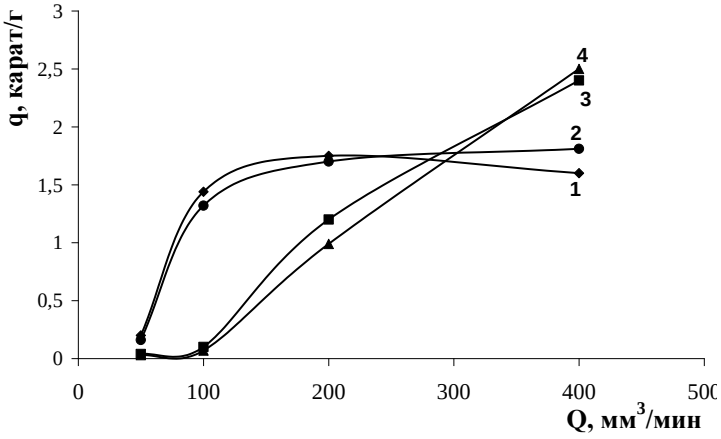


Рис. 5. Зависимость износостойкости шлифовальных кругов, оснащенных алмазами магнитной (4), немагнитной (2), непроводящей(1) и исходной фракций (3) от производительности обработки

Из данных рис. 5 по износу шлифовальных кругов видно, что при небольшой производительности обработки (50, 100 мм^3/мин) предпочтительнее в кругах использовать алмазы магнитной фракции, которые имеют большую прочность, что способствует снижению износа алмазов, и тем самым, повышают износостойкость таких кругов. При более высокой производительности обработки (400 мм^3/мин) износостойкость кругов, оснащенных алмазами магнитной фракции, снижается вследствие меньшей термостойкости таких алмазов, которые при разогреве

поверхности кругов быстрее разрушаются, поэтому при высоких скоростях обработки шлифовальные круги, оснащенные алмазами непроводящей фракции с меньшим содержанием примесей и включений, имеют меньший расход алмазов и являются более износостойкими.

Выводы

Установлено, что магнитные характеристики шлифпорошка алмаза марки АС20 узкой зернистости 100/90 определяются наличием объемных (металлических, магнитных) примесей и включений в кристаллах алмаза и предопределяют возможность сортировки порошка в магнитном поле. Разделение порошка в магнитном поле приводит к сортировке кристаллов преимущественно по объемным дефектам, а также дефектам поверхности и позволяет получать порошки, существенно различающиеся содержанием примесей, удельной магнитной восприимчивостью, прочностью при статическом сжатии, однородностью по прочности, коэффициентом поверхностной активности.

Электропроводные характеристики порошка алмаза определяются наличием объемных (металлических, магнитных) включений в кристаллах и дефектов поверхности. Последние имеют тенденцию сорбировать группы OH^-, тем самым влиять на электропроводность кристаллов. Это и предопределяет возможность сортировки порошка в электрическом поле. Разделение порошка в электрическом поле приводит к сортировке кристаллов преимущественно по дефектам поверхности и позволяет получать порошки, существенно различающиеся содержанием примесей, удельным электросопротивлением и коэффициентом поверхностной активности.

На основании проведенных физико-химических исследований установлено, что алмазы магнитной фракции марки АС20 зернистости 100/90 обладают более высокой удельной площадью поверхности по сравнению с удельной площадью поверхности алмазов непроводящей, немагнитной и исходной фракций.

Выявлено, что при низкой производительности обработки (50, 100 мм^3/мин) более предпочтительно использование кругов, оснащенных алмазами магнитной фракции. При более высокой производительности обработки (400 мм^3/мин) износостойкость кругов, оснащенных алмазами магнитной фракции, снижается вследствие уменьшения термостойкости алмазов. При высоких скоростях обработки шлифовальные круги, оснащенные алмазами непроводящей фракции с меньшим содержанием примесей и включений, имеют меньший расход алмазов и являются более износостойкими.

Ефективність роботи алмазного шліфувального інструменту багато в чому залежить від якості застосовуваних шліфпорошків синтетичного алмазу. При цьому дефекти кристалів алмазу, які утворюються під час синтезу в процесі росту кристалів алмазу, як об'ємні, так і дефекти поверхні обумовлюють магнітні і електропровідні властивості порошків алмазу, що чинить вплив на їх фізико-механічні, фізико-хімічні та експлуатаційні характеристики.

В статті наведено результати вивчення впливу фізико-механічних і фізико-хімічних характеристик алмазів марки АС20 вузької зернистості 100/90 на характер зносу шліфувального інструменту. Виявлено, що при невеликій продуктивності обробки (50, 100 мм^3/хв) краще в кругах використовувати алмази магнітної фракції. При більш високій продуктивності обробки (400 мм^3/хв) зносостійкість кругів, оснащених алмазами магнітної фракції, знижується внаслідок зменшення термостійкості алмазів. Тому при високих швидкостях обробки шліфувальні круги, які оснащені алмазами непровідних і немагнітних фракцій з меншим вмістом домішок і включень, мають менші витрати алмазів і мають більш високу зносостійкість.

Ключові слова: *порошки алмазні синтетичні, сортування, магнітне поле, електричне поле, дефекти кристалів, зносостійкість шліфувального інструменту.*

V. I. Lavrinenko, G. D. Ilnytska, N. A. Oliinyk, O. O. Pasichny, V. V. Smokvina, I. N. Zaitseva, G. A. Bazaliy, T. N. Belyaeva, Yu. P. Ushchapovsky, E. A. Baranovskaya

INFLUENCE OF PHYSICOMECHANICAL AND PHYSICOCHEMICAL CHARACTERISTICS OF SYNTHETIC DIAMONDS AC20 100/80 AFTER SEPARATION IN MAGNETIC AND ELECTRIC FIELDS ON WEAR-RESISTANCE OF THE GRINDING TOOL

The overall performance of the diamond grinding tool in many respects depends on quality used grinding powder synthetic diamond. Thus defects of crystals of the diamond, formed during synthesis during growth of crystals of diamond, both volumetric, and defects of a surface cause magnetic and electrowire properties of powders of diamond that influences their hysicomechanical, physicochemical and operational characteristics.

The results of studying of influence of hysicomechanical and physicochemical characteristics of diamonds of mark AC20 of narrow grinding 100/90 on character of deterioration of the grinding tool are submitted in article.

It is revealed, that at low productivity of processing (50, 100 мм^3/mines) use of the circles equipped with diamonds of magnetic fraction is more preferable. At higher efficiency of processing (400 мм^3/mines) wear resistance of the circles equipped with diamonds of magnetic fraction, is reduced owing to reduction of thermostability of diamonds. Therefore at high speeds of processing the grinding circles equipped with diamonds of non-conducting and not magnetic fractions with smaller contents of impurity and inclusions, have the smaller charge of diamonds and have higher wear resistance.

Key words: *powders diamond synthetic, sorting, a magnetic field, an electric field, defects of crystals, wear-resistance of the grinding tool.*

Литература

1. Сверхтвердые материалы. получение и применение. Монография в 6 томах / Под общей ред. Н. В. Новикова. – Киев: ИСМ им. В. Н. Бакуля, ИПЦ «АЛКОН» НАНУ, 2007. Том 6: Алмазно-абразивный инструмент в технологиях механообработки / Под ред. А. А. Шепелева. – Киев ИСМ им. В. Н. Бакуля, ИПЦ «АЛКОН» НАНУ, 2007. – 340 с.
2. Лавриненко В. И., Новіков М. В. Надтверді абразивні матеріали в механообробці: енциклопедичний довідник. К.: ІНМ ім. В. М. Бакуля НАН України, 2013. – 456 с.
3. Ильницкая Г. Д. Влияние структуры кристаллов алмаза на физико-механические свойства алмазных шлифпорошков // Надтверді матеріали: створення та застосування (Сер. „Матеріалознавство”): зб. наук. пр. – К. : ІНМ ім. В. М. Бакуля НАН України, 2007. – 234 с.
4. Вишневский А. С., Шульман П. А., Подзярей Г. А., Белянкина А. В. Примеси и включения в синтетических алмазах и их влияние на структуру и свойства кристаллов. // Синтетические алмазы в промышленности. – К.: Наук. думка, 1974. – С. 41–47.
5. Природные и синтетические алмазы / Г. Б. Бокий, Г. Н. Безруков, Ю. А. Клюев и др. – М.: Наука, 1986. – 222 с.
6. Чепуров А. И., Пальянов Ю. Н. Влияние условий образования на морфологию и дефекты кристаллов алмаза // Экспериментальная петрология высоких давлений. – Новосибирск : ИГ и Г СО АН СССР, 1981. – С. 59–64.

7. Патент України № UA69947. МКИ B03C7/00, B03C1/00 Спосіб одержання шліфпорошків вузької зернистості / Г. Ф. Невструєв, Г. Д. Ільницька. – Заявлено 16.12.2003; Опубл.15.09.2004. Бюл. № 9.
8. Невструев Г. Ф., Ильницкая Г. Д. Свойства алмазных порошков, полученных магнитной сепарацией // Физика и техника высоких давлений. – 1988. – № 29. – С. 53–56.
9. Тихонов О. Н. Закономерности эффективного разделения минералов в процессе обогащения полезных ископаемых. – М.: Недра, 1984. – 208 с.
10. ДСТУ 3292-95. Порошки алмазные синтетические. Общие технические условия. – К.: Госстандарт Украины, 1995. – 71 с.
11. Методика аналитической оценки прочностных характеристик шлифпорошков сверхтвердых материалов (СТМ). М 28.5-272:2008. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2008. – 14 с.
12. Методика определения коэффициента термостабильности М 26.8-299:2010. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2010. – 7 с.
13. Методика определения удельной магнитной восприимчивости порошков сверхтвердых материалов (СТМ). У 90.256-2004. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2004. – 9 с.
14. Пат. на винахід № 65129, Україна, МКИ G01N27/12. Спосіб оцінки дефектності зерен порошкового матеріалу / Г. Ф. Невструєв, Г. Д. Ільницька. – Опубл. 15.03.2004; Бюл. № 3.
15. Методика определения удельного электрического сопротивления дисперсных порошков сверхтвердых материалов. М 23.9-303:2014. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2014. – 6 с.
16. Loubser J. H. N., Wik J. A. Electron spin resonance in the study of diamond // Rep. Progr. Phys. – 1978. – 41. – P. 1201–1248.
17. Взаимодействие порошков синтетического алмаза с жидкими и газовыми средами / Г. П. Богатырева, М. А. Маринич, Г. А. Базалий и др. // Сверхтвердые материалы. Получение и применение. Том 2. Структура и свойства СТМ, методы исследования. Монограф. в 6т. / Под общ. ред. Н. В.Новикова. Отв.ред. В. М. Перевертайло – Киев ИСМ им. В. Н. Бакуля ИПЦ „АЛКОН” НАНУ, 2004. – 288 с.

Поступила 05.06.18

References

1. Shepelev, A. A. (Eds.). (2007). Almazno-abrazivnyi instrument v tekhnologiiah mekhanoobrabotki [Diamond-abrasive tools in machining technologies]. *Sverhtverdye materialy. Poluchenie i primenenie [Superhard materials. production and use]*. N.V. Novikov (Ed.); ISM im. V. N. Bakulia (Vols. 1–6; Vol. 6). Kiev: IPC «ALKON» NANU. [in Russian].
2. Lavrinenko, V. I., & Novikov, M. V. (2013). *Nadtverdi abrazyvni materialy v mekhanoobrobci [Super-abrasive materials in machining]*. Kyiv: INM im. V. M. Bakulia NAN Ukrainy [in Ukrainian].
3. Ilnitskaia, G. D. (2007). Vliianie struktury kristallov almaza na fiziko-mekhanicheskie svoistva almaznyh shlifporoshkov [The Influence of the Structure of Diamond Crystals on the Physico-Mechanical Properties of Diamond Sanding Powders]. *Nadtverdi materialy:*

stvorennia ta zastosuvannia (Ser. „Materialoznavstvo") : zb. nauk. pr. Kyiv : INM im. V. M. Bakulia NAN Ukrainy. [in Russian].

4. Vishnevskii, A. S., Shulman, P. A., Podziarei, G. A., et al. (1974). Primesi i vkliucheniia v sinteticheskih almazah i ih vliianie na strukturu i svoistva kristallov [Impurities and inclusions in synthetic diamonds and their effect on the structure and properties of crystals]. *Sinteticheskie almazy v promyshlennosti Synthetic diamonds in industry]*. Kyiv: Naukova dumka, 41–47. [in Russian].
5. Bokii, G. B., Bezrukov, G. N., Kliuev, Yu. A., et al. (1986). *Prirodnye i sinteticheskie almazy [Natural and synthetic diamonds]*. Moscow: Nauka. [in Russian].
6. Chepurov, A. I., & Pal'ianov, Yu. N. (1981). Vliianie uslovii obrazovaniia na morfologiiu i defekty kristallov almaza [Influence of formation conditions on morphology and defects of diamond crystals]. *Ehksperimentalnaia petrologiia vysokih davlenii [Experimental petrology of high pressures]*. Novosibirsk: IG i G SO AN SSSR, 59–64. [in Russian].
7. Nevstruev, G. F., & Ilnytska, G. D. (2004). Patent of Ukraine № UA69947 [in Ukrainian].
8. Nevstruev, G. F., & Ilnitskaya, G.D. (1988). Svoistva almaznyh poroshkov, poluchennyh magnitnoi separaciei [Properties of diamond powders obtained by magnetic separation]. *Fizika i tekhnika vysokikh davlenii – High-pressure physics and technology, 29*, 53–56. [in Russian].
9. Tihonov, O. N. (1984). *Zakonomernosti ehffektivnogo razdeleniia mineralov v processe obogashcheniia poleznyh iskopaemyh [Regularities of the effective separation of minerals in the process of mineral processing]*. Moscow: Nedra [in Russian].
10. Poroshki almaznye sinteticheskie. Obshchie tekhnicheskie usloviia. [Synthetic diamond powders. General specifications]. (1995). DSTU 3292-95. Kiev: Hosstandart Ukrainy. [in Russian].
11. M 28.5–272:2008. Metodika analiticheskoi otsenki prochnostnykh kharakteristik shlifporoshkov sverhtverdykh materialov (STM) [Method of analytical evaluation of the strength characteristics of grinding powders of superhard materials (SHM)]. (2008). Kiev: ISM im. V. N. Bakulia NAN Ukrainy [in Russian].
12. M 26.8–299:2010. Metodika opredeleniia koehfficienta termostabilnosti [Method for determining the coefficient of thermal stability]. (2010). Kiev: ISM im. V. N. Bakulia NAN Ukrainy. [in Russian].
13. M88 Ukrainy 90.256–2004. Metodika opredeleniia udelnoi magnitnoi vospriimchivosti poroshkov sverhtverdyh materialov (STM) [Method for determining the specific magnetic susceptibility of powders of superhard materials (SHM)]. (2004). Kiev: ISM im. V. N. Bakulia NAN Ukrainy. [in Russian].
14. Nevstruev, G. F., & Ilnytska, G.D. (2004). Patent of Ukraine № 65129 [in Ukrainian].
15. M 23.9 303:2014. Metodika opredeleniia udelnogo ehlektricheskogo soprotivleniia dispersnyh poroshkov sverhtverdyh materialov [ethod for determining the specific electrical resistance of dispersed powders of superhard materials]. (2014). Kiev: ISM im. V. N. Bakulia NAN Ukrainy. [in Russian].
16. Loubser, J. H. N., & Wik, J. A. (1978). Electron spin resonance in the study of diamond. *Rep. Progr. Phys, 41*, 1201–1248.
17. Bogatyreva, G. P., Marinich, M. A., Bazalii, G. A., et al. (2004). Vzaimodeistvie poroshkov sinteticheskogo almaza s zhidkimi i gazovymi sredami [Interaction of powders of synthetic diamond with liquid and gaseous media]. *Sverhtverdye materialy. Poluchenie*

i primenenie [Superhard materials. Production and application]. N. V. Novikov (Ed.). (Vols. 1–6; Vol. 2). Kiev: ISM im. V. N. Bakulia IPC «ALKON» NANU. [in Russian].

УДК 621.921.34.620.179.4:622.24.004.69

Н. А. Бондаренко, д-р техн. наук[1]; **А. С. Осипов**[1], **А. М. Исонкин**[1], **Ю. А. Мельнийчук**[1], **А. И. Быков**[2], кандидаты технических наук

[1]Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, ул. Автозаводская 2, 04074, г. Киев, e-mail: mega-osipov@ukr.net
[2]Институт проблем материаловедения им. И.Н. Францевича НАН Украины, ул. Кржижановского 3, 02142, г. Киев, e-mail: abykov@ipms.kiev.ua

ИЗНОСОСТОЙКОСТЬ КОМПОЗИТОВ АЛМАЗ–ДОЛОМИТ И АЛМАЗ–КАРБОНАТ СТРОНЦИЯ, ПОЛУЧЕННЫХ В УСЛОВИЯХ ВЫСОКИХ ДАВЛЕНИЙ И ТЕМПЕРАТУР

В условиях высокого давления 8,0 ГПа и температуры 2100°С были получены образцы композитов в системах алмаз-доломит и алмаз-$SrCO_3$. Методами рентгеноструктурного анализа и сканирующей электронной микроскопии установлен состав и определены особенности структуры композитов. Проведены испытания пластин композитов и образцов АТП при точении гранита и твердого сплава марки ВК15. Определено, что все двухфазные образцы имеют алмазный каркас и макровключения карбонатной фазы, содержание которой в структуре композита 8,5-8,8 об.% Установлено, что показатель износостойкости образцов композита алмаз-$SrCO_3$ соответствует показателю износостойкости АТП при обработке твердого сплава и превосходит его при обработке гранита. В двух видах испытаний максимальную износостойкость показывают пластины композита алмаз-доломит, значение износа кромки режущей части которых на 30-50 % меньше образцов АТП.

***Ключевые слова**: алмаз, доломит, карбонат стронция, высокое давление, точение, износ, износостойкость.*

В настоящее время создание композитов на основе алмаза для применения в буровом и режущем инструменте в основном идет в развитии технологии спекания композиционного материала, представляющего собой двухслойный компакт с алмазосодержащим режущим слоем на твердосплавной подложке, который формируется в условиях высоких давлений и температур [1, 2]. Термобарическое спекание системы алмаз–WC–Co осуществляется при давлении 5,5–8,0 ГПа и температуре 1450–1750°С, в результате которого, в процессе инфильтрации алмазного микропорошка расплавом Co–WC–C и происходит формирование композита в виде алмазно-твердосплавных пластин (АТП). Значение этого композиционного материала в оснащении бурового и породоразрушающего инструмента трудно переоценить. Применение такого инструмента режущего типа позволило существенно увеличить скорость бурения и глубину проходки [3, 4]. Однако, сравнительно невысокая термостойкость алмазосодержащего режущего слоя (не более 700–800°С) АТП ограничивает возможности применения технологии высокотемпературной пайки в изготовлении инструмента и обработку материалов, где температура в зоне резания превышает критическую температуру,

при которой происходит разупрочнение и деградация структуры алмазосодержащего режущего слоя пластины [5, 6]. Попытки создания термостойкого композита на основе алмаза для бурового и режущего инструмента привели к развитию технологии термобарического реакционного спекания системы алмаз-Si в области высоких давлений 5,0–8,0 ГПа и температур 1400–1800°С, в результате которого получают компакты различной конфигурации со структурой алмаз-SiC с высоким показателем термостойкости (до 1100–1200°С) [7, 8]. Однако широкого распространения композита алмаз-карбид кремния в оснащении бурового и режущего инструмента по сравнению с АТП не произошло. Износостойкость пластин композита алмаз-карбид кремния уступает износостойкости алмазосодержащего режущего слоя АТП, такому важному эксплуатационному показателю.

В табл. 1 представлен комплекс физико-механических свойств известных композитов на основе алмаза, получаемых в условиях высоких давлений и температур, которые применяются в оснащении бурового и режущего инструмента.

Таблица 1. **Физико-механические свойства композитов на основе алмаза для бурового и режущего инструмента**

Композиты на основе алмаза	Плотность, г/см^3	Модуль Юнга, ГПа	Твердость по Кнупу, ГПа	Трещи-ностой-кость, МПа м$^{1/2}$	Содержание алмазной фазы в композите, об. %.
АТП	3,80–4,10	810–950	55–65	6,5–9,5	90–94
Алмаз-SiC	3,42–3,46	920–960	45–55	6,0–7,5	70–82
Нанополикрис-таллический алмаз	3,51	1100–1200	90–140	–	100

Для сравнения показаны свойства высокочистого нано-поликристаллического алмаза, который получают в результате прямого превращения в системе графит-алмаз [9, 10]. Пластины нано-поликристаллического алмаза являются потенциальным перспективным материалом для оснащения современного бурового и режущего инструмента.

В последние годы, активно развивается научно-техническое направление термобарического спекания системы алмаз-карбонат с целью получения термостойких композитов на основе алмаза. Параметры спекания таких композиционных материалов значительно превосходят параметры спекания АТП (рис.1).

Существуют публикации, в которых описывается не только получение сверхтвердых компактов алмаз-$MgCO_3$ методом инфильтрации алмазных порошков расплавом $MgCO_3$, но и результаты испытаний таких композитов при обработке горных пород, а так же оценка их эксплуатационных характеристик в буровом инструменте [11,12].

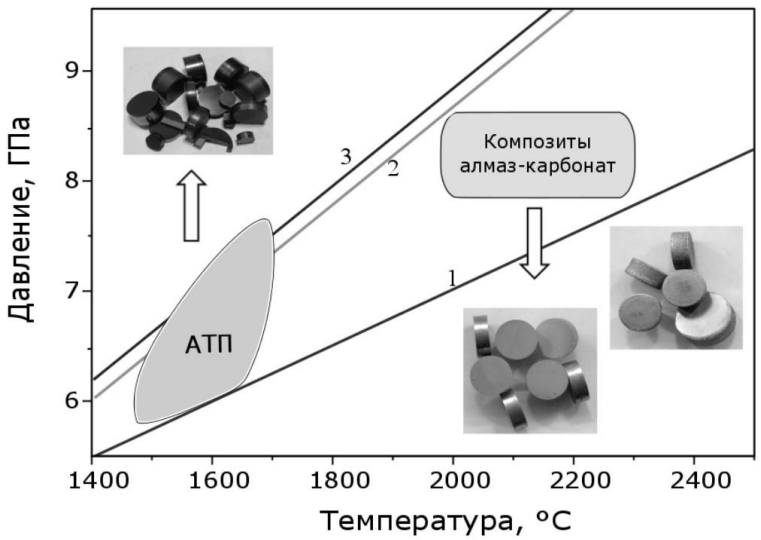


Рис. 1. p-T-области спекания композитов на основе алмаза: 1- линия равновесия графит-алмаз; 2- линия плавления $CaCO_3$, 3- линия плавления $MgCO_3$

В работах [13, 14] представлены результаты исследований особенностей формирования структуры и некоторые физико-механические свойства компактов, которые были получены при спекании системы алмаз-$CaCO_3$ и алмаз-Li_2CO_3. Ведущими в мире компаниями производителей буровых долот на основе алмаза, а именно *US Synthetic Corporation and MegaDiamond Incorporation* задекларированы патенты на получение термостойких компактов алмаз-$MgCO_3$ для оснащения бурового инструмента [15, 16]. Тем не менее, на сегодняшний день серьезной конкуренции со стороны разработанной технологии спекания компактов в системе алмаз-$MgCO_3$ по отношению к АТП не наблюдается. Вероятно, это связано с успешным решением технологии спекания АТП с последующим химическим удалением компоненты кобальта из режущего алмазосодержащего слоя АТП на глубину до 200 микрон. Они так и получили название «*Deep-leached conventional PCD*» [17, 18]. Такой технологический прием значительно увеличивает термостойкость пластин композита в зоне резания горной породы. Анализ литературных данных показывает, что исследования в направлении спекания термостойких алмазосодержащих компактов в системах на основе алмаза и карбонатов продолжаются. Основанием проведения таким исследований, безусловно, является экспериментальное подтверждение спонтанной кристаллизации алмаза в системах углерод–$MgCO_3$ и углерод–$CaCO_3$, а так же присутствие различных карбонатов в структуре природных алмазов в качестве сингенетических включений роста, которые свидетельствуют об их алмазообразующей эффективности при синтезе алмаза в мантии Земли в условиях высоких давлений и температур [19, 20]. Анализ состава включений в природных поликристаллических сростках кристаллитов алмаза (алмазитов), также свидетельствует о формировании их в карбонат-углеродной среде [21]. В исследовании [22] получены алмазиты в многокомпонентных карбонат-углеродных расплавах в процессе спонтанной кристаллизации алмазов с высокой плотностью нуклеации при давлении 8,0–8,5 ГПа, температуре 1900–2000°С и продолжительности синтеза 40–50 мин. В патентах [23, 24] заявляются изобретения на способ спекания сверхтвердых термостойких композитов в системах на основе алмаза и карбонатов щелочных и щелочноземельных элементов: Li_2CO_3, Na_2CO_3, K_2CO_3, Rb_2CO_3, Cs_2CO_3, $MgCO_3$, $CaCO_3$, $SrCO_3$, $BaCO_3$. Таким образом, проведение исследований по получению новых сверхтвердых композиционных материалов в системах

алмаз-карбонат являются актуальными и перспективными в области научного-технического направления спекания композитов в условиях высоких давлений и температур.

В работе [25] представлены результаты исследований фазового состояния в карбонатных системах в условиях высоких давлений и температур. При изучении изобарической *T-X*-диграммы системы $CaCO_3$– $MgCO_3$ установлено, что при давлении 6,0 ГПа доломит, а именно $CaMg(CO_3)_2$ плавится при температуре 1350°С, что значительно ниже температур плавления карбоната кальция (1700°С) и карбоната магния (1900°С) при данном давлении (рис. 2).

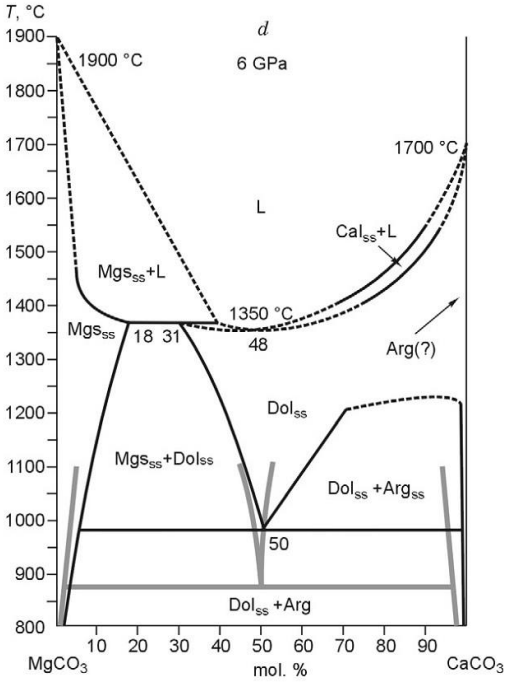


Рис. 2. Диаграмма состояния системы CaCO3-MgCO3 при 6,0 ГПа [25]

Исходя из этих данных, доломит является более предпочтительным по сравнению с карбонатами кальция и магния с научно-технической точки зрения для технологии спекания алмазосодержащего композита методом пропитки алмазных порошков расплавом карбонатных систем [11–14]. Известно, что карбонат стронция имеет высокую температуру плавления 1497°С при давлении 6,1 МПа в среде CO_2, что значительно превышает плавление при данных условиях других известных карбонатов. Оценочные данные по плавлению карбоната стронция при 8,0 ГПа отсутствуют. Для получения полной информации о перспективе использования композитов на основе алмаза и карбонатов группы щелочноземельных металлов в буровом и режущем инструменте необходимы исследования по получению композита в системе алмаз-$SrCO_3$ и определению его режущих свойств.

Целью настоящей работы было получение композитов в системах алмаз–доломит и алмаз–$SrCO_3$ в условиях высоких давлений и температур, исследование особенностей их структуры и определение износостойкости при обработке гранита и твердого сплава в сравнении с образцами АТП, предназначенными для оснащения бурового инструмента.

Спекание образцов композитов проводили в аппарате высокого давления (АВД) типа тороид с диаметром лунки 30 мм с использованием установки высокого давления ДО-044 с максимальным усилием 2500 тонн. Методика экспериментов описана в работе [14]. Все образцы композитов были получены при давлении 8,0 ГПа, температуре 2100°С и продолжительности нагрева 3 мин. В процессе нагрева ячейки высокого давления при 8,0 ГПа осуществлялась инфильтрация слоя алмазного микропорошка расплавом доломита или карбоната стронция и формирование прочной межзеренной связи при осаждении углерода на поверхность алмазных частиц из пересыщенного раствора по отношению к алмазу при данных *p-T*-условиях. Исходным материалом был алмазный микропорок марки АСМ 28/20 со средним размером зерна 25 μm. Порошок доломита и карбоната стронция был приобретен в компании «Донецкий завод химических реактивов». Микрорентгеноспектральный анализ свидетельствует о высокой чистоте исходных материалов.

Определение фазового состава образцов композитов проводили методом рентгенофазового анализа с использованием установки ДРОН-3М в CuK_α излучении при идентификации кристаллических фаз по значениям межплоскостных расстояний d(hkl) и интенсивностей линий I(hkl) рентгеновского спектра. Микроструктуру спеченных композитов исследовали с помощью сканирующего электронного микроскопа типа Zeiss EVO 50 XVP. Для выявления режущей способности полученных компактов на основе алмаза с целью возможности применения их в буровом и режущем инструменте определяли показатель износостойкости по результатам точения пластинами композитов заготовки твердого сплава марки ВК15 и керна мелкозернистого серого гранита Коростышевского месторождения 9-й категории буримости. Значение показателя износостойкости определяли по величине линейного размера площадки износа на боковой поверхности пластины. Условия проведения испытаний при обработке твердого сплава соответствовали следующим значениям: скорость резания – 30 м/мин; подача – 0,1 мм/об.; глубина резания – 0,2 мм; время точения – 6 мин. Точение цилиндрического керна гранита проводили при средней скорости резания 75 м/мин. Подача была равна 1,25 мм/об., глубина резания – 0,1 мм, объем съема гранита – 56±2 $см^3$. Для сравнения проводили также испытания образцов АТП фирмы *Dong'e Zuanbao Diamond Corporation*, предназначенных для оснащения бурового инструмента. Испытанию подвергались пять образцов каждого вида композиционных материалов и пять образцов АТП.

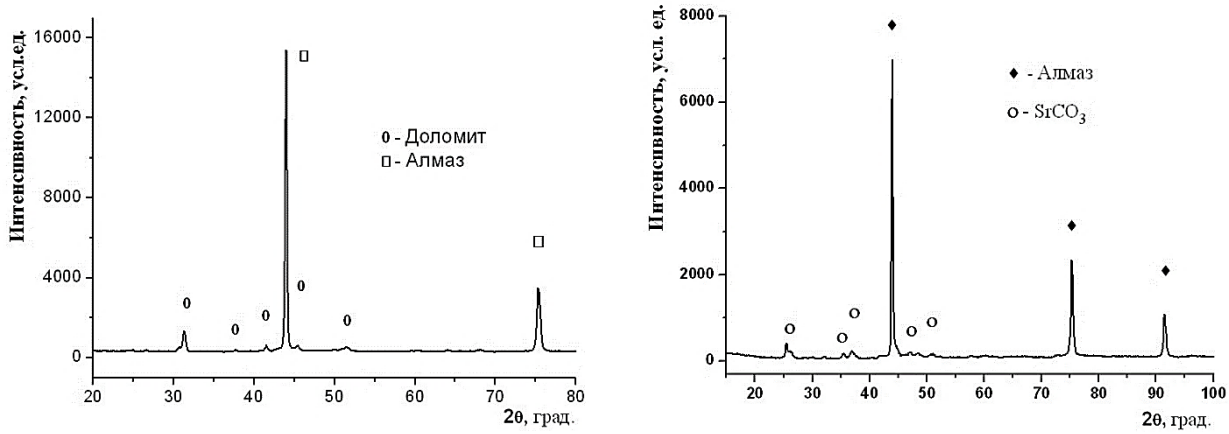
На рис. 3, *а* показаны образцы композитов алмаз-доломит и алмаз-$SrCO_3$, полученных при спекании в условиях высоких давлений и температур. На боковой поверхности образцов отчетливо виден поликристаллический алмазный слой, который образовался в результате спонтанной кристаллизации алмаза при контакте карбонатного расплава с нагревателем ячейки высокого давления в процессе спекания (p=8,0 ГПа; T=2100°С). Для проведения испытаний по определению показателя износостойкости путем шлифовки и полировки свободным алмазным абразивом поверхности образцов были изготовлены пластины диаметром 9,52±0,05 мм и высотой 3,18±0,13 мм (рис. 3, *б*).



а *б*

Рис. 3. Образцы композитов после спекания (а) и после обработки поверхности (б)

Рентгеноструктурный анализ полученных композитов свидетельствует о том, что наряду с фазой алмаза в образцах присутствует фаза доломита или фаза карбоната стронция (рис. 4).

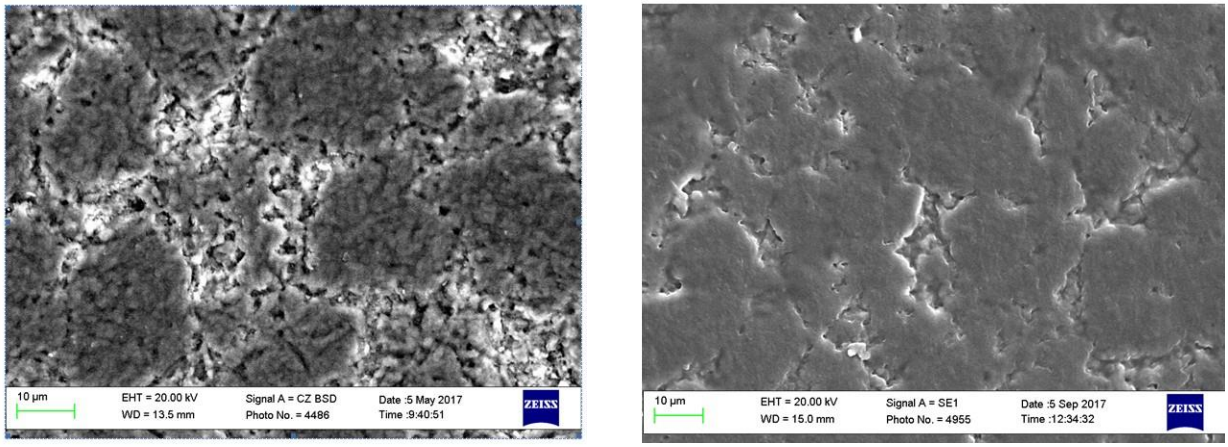


а *б*

Рис. 4. Фрагменты дифрактограмм образцов композитов алмаз-доломит (а) и алмаз-карбонат стронция (б)

Присутствие линий спектров каких-либо других соединений не обнаружено. Таким образом, в результате спекания методом пропитки алмазного микропорошка расплавами карбонатов в условиях высоких давлений и температур получены двухфазные композиционные материалы алмаз–$CaMg(CO_3)_2$ и алмаз–$SrCO_3$. Измерения плотности образцов методом гидростатического взвешивания в воде и спирте показывают, что плотность композита алмаз-$CaMg(CO_3)_2$ равна 3,45±0,01 г/см^3, а плотность композита алмаз-$SrCO_3$ имеет значение 3,50±0,01 г/см^3. При наличии данных увеличения веса образцов, по сравнению с весом исходных алмазных микропорошков в ячейке высокого давления до пропитки расплавов карбонатов, путем несложных вычислений можно оценить взаимное содержание фаз в композитах. Содержание доломита в полученном композите равно 8,8±0,5 об.%. Значение плотности доломита соответствует 2,90±0,01 г/см^3. Содержание карбоната стронция в полученном композите равно 8,5±0,5 об.% при плотности используемого для спекания карбоната стронция 3,50±0,01 г/см^3.

На рис. 5 представлено изображение типичной микроструктуры полученных композитов по результатам электронной микроскопии.



а *б*

Рис. 5. Изображение микроструктуры композита алмаз-доломит в режиме дифракции первичных отраженных электронов (а); изображение микроструктуры композита алмаз–$SrCO_3$ в режиме дифракции вторичных электронов (б)

Овальная форма алмазных частиц, в которой отсутствуют острые кромки, множество широких контактов с соседними частицами алмаза, присутствие сложного карбоната $CaMg(CO_3)_2$ в виде отдельных макровключений между зернами алмазного каркаса – является отличительной характеристикой такой структуры. Характерные особенности структуры композита алмаз–$SrCO_3$ аналогичны композиту алмаз–$CaMg(CO_3)_2$. Результаты исследования структуры полученных образцов композитов указывают на один и тот же механизм формирования при спекании методом пропитки системы алмаз-кобальт и системы алмаз-карбонат в процессе которого раствор-расплав в порах между алмазными зернами достигает степени пересыщения углерода по отношению к алмазу и осаждается на поверхность спекаемых микропорошков в области термодинамической стабильности фазы алмаза (рис. 1). На рис.6 показаны фотоснимки процесса точения пластинами композитов заготовки твердого сплава ВК15 и керна гранита.



а *б*

Рис. 6. Фотоснимки процесса точения заготовки ВК15 (а) и керна гранита (б)

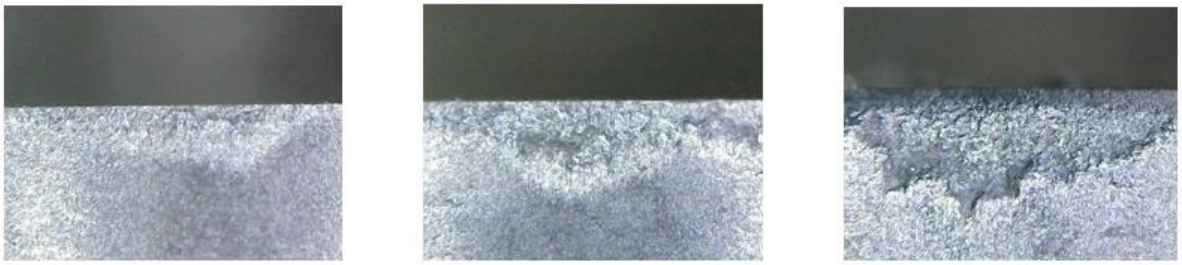
На рис. 7 представлены участки режущих кромок пластин композитов и АТП после испытаний при обработке твердого сплава ВК15. Характер износа всех пластин однородный и равномерный. Пластины композита алмаз-доломит имеют минимальную площадку износа.



а *б* *в*

Рис. 7. Микрофотографии участка износа режущей кромки пластин композита алмаз-доломит (а), алмаз-SrCO3 (б), АТП (в) после точения ВК15

Анализ износа режущей кромки пласти композитов и АТП после точения гранита показывает, что характер износа АТП неравномерный, наблюдаются сколы и выкрашивания на площадке износа (рис. 8).



а *б* *в*

Рис. 8. Микрофотографии участка износа режущей кромки пластин композита алмаз-доломит (а), алмаз-$SrCO_3$ (б), АТП (в) после точения ВК15

В табл. 2 представлены результаты испытаний пластин полученных композитов и АТП, где показаны значения линейного размера площадки износа по боковой поверхности пластины.

Таблица 2. **Износ пластин композитов по результатам испытаний при обработке твердого сплава марки ВК15 и гранита**

Композит	Износ после точения ВК15, мм	Износ после точения гранита, мм
Алмаз-доломит	0,14±0,02	0,18±0,04
Алмаз-$SrCO_3$	0,22±0,03	0,30±0,03
АТП	0,20±0,03	0,39±0,04

Такой показатель износотойкости дает возможность определить степень их потенциальной эффективности применения в буровом и режущем инструменте. Наименьший износ и наилучший результат по сравнению с пластинами композита алмаз-$SrCO_3$ и АТП показывают пластины композита алма-доломит, как при точении твердого сплава марки ВК15, так и при обработке керна мелкозернистого серого гранита Коростышевского месторождения 9-й категории буримости. В двух видах испытаний по определению показателя износостойкости пластины композита алмаз-доломит на 30-50% выше показателя

износостойкости АТП. Образцы композита алмаз-$SrCO_3$ немного уступают образцам АТП по результатам точения твердого сплава и имеют лучшие показатели при обработке гранита.

Таким образом, режущая способность сверхтвердого композиционного материала алмаз–доломит превосходит режущую способность АТП при обработке твердого сплава ВК15 и гранита. Предложенный способ спекания системы алмаз–$CaMg(CO_3)_2$ в условиях высоких давлений (8,0 ГПа) и температур (2100°С) с использованием АВД типа тороид может быть рекомендован для опытно-промышленного выпуска пластин композита на основе алмаза для оснащения бурового и режущего инструмента.

Работа выполнена при поддержке и в соответствии с научно-исследовательской тематикой № III-6-17 (0973) ИСМ НАН Украины: «Исследование закономерностей термобарического спекания термостойких алмазосодержащих композитов с добавками многокомпонентных карбонатов и разработка высокоэффективных буровых инструментов на их основе».

В умовах високого тиску 8,0 ГПа і температури 2100°С одержано зразки композитів в системах алмаз-доломіт та алмаз-$SrCO_3$. Методами рентгеноструктурного аналізу, скануючої електронної мікроскопії визначено фазовий склад та особливості структури композитів. Проведено випробування пластин композитів і зразків АТП при точінні граніту і твердого сплаву марки ВК15. Виявлено, що всі двофазні зразки мають алмазний каркас та макровключення карбонатної фази, вміст якої в структурі композиту становить 8,5-8,8 об.%. Встановлено, що показник зносостійкості зразків композиту алмаз-$SrCO_3$ відповідає показнику зносостійкості АТП при обробці ВК15 і перевершує його обробці граніту. У двох видах випробувань максимальну зносостійкість показують пластини композиту алмаз-доломіт, значення зносу різальної кромки яких на 30-50% менше зразків АТП.

***Ключові слова**: алмаз, доломіт, карбонат стронцію, високий тиск, точіння, знос, зносостійкість.*

N. A. Bondarenko, A. S. Osipov, A. M. Isonkin, Iu. A. Melniichuk, A. I. Bykov

WEAR RESISTANCE OF DIAMOND-DOLOMITE AND DIAMOND-STRONTIUM CARBONATE COMPOSITES PRODUCED UNDER HPHT-CONDITIONS

Composites based on diamond in the systems of diamond-dolomite and diamond-$SrCO_3$ were obtained under high pressure (8.0 GPa) and high temperature (2100°C). Technique of X-ray diffraction analysis and scanning electron microscopy were determined content and structural features of the composites. Performance testing of composite cutters and PCD samples were carried out at the turning of granite and hard alloy WC/15 mas.%Co. It was found that all samples with contain two phases have a diamond frame and macroinclusions of the carbonate phase (8.5-8.8 vol.%). It has been established that the wear resistance of diamond-$SrCO_3$ samples corresponds to the wear resistance of PCD while machining hard alloy WC/15 mas.%Co and exceeds it during granite processing. In two types of tests, the diamond-dolomite composite composites demonstrated the maximum wear resistance, cutting edge being 30-50% lower than in the PCD samples.

***Key words**: diamond, dolomite, strontium carbonate, high pressure, turning, wear, wear resistance.*

Литература

1. Kanyanta V., Dormer A., Murphy N., Ivankovic A. Impact fatigue fracture of polycrystalline diamond compact (PDC) cutters and the effect of microstructure // Int. J. of Refr. Met. and Hard Mat. – 2014. – 46. – P. 145–151.

2. Osipov A. S., Bondarenko N. A., Petrusha I. A., Mechnik V. A. Drill bits with thermostable PCD inserts // Diam. Tool J. – 2010. – N 3. – P. 31–34.
3. Clark I. E, Bex P. A. The use of PDC for petroleum and mining drilling // Ind. Diam. Rev. – 1999. – N 1. – P. 43–49.
4. Skott D. E. The history and impact of synthetic diamond cutters and diamond enhanced inserts on the oil and gas industry // Ind. Diam. Rev. – 2006. – N 1. – P. 48–55.
5. Wang S., Zhang H. T. Study on mechanism of thermal damage on PCD compacts induced by induction heating // Mater. Sci. Tech. – 2005. – 13. – P. 492–495.
6. Westraadt J. E., Sigalas I., Neethling J. H. Characterisation of thermally degraded polycrystalline diamond // Int. J. of Refr. Met. and Hard Mat. – 2015. – 48. – P. 286–292.
7. Tomlinson P. N., Pipkin N. I., Lammer A., Burnard K. P. High performance drilling – Syndax 3 shows versatility // Ind. Diam. Rev. – 1985. – 6. – P. 299–304.
8. Structure of diamond-silicon carbide nanocomposites as a function of sintering temperature at 8 GPa / L. Balogh, S. Nauyoks, T. W. Zerda, et al. // Mater. Science and Eng. – 2008. – A 487. – P. 180–188.
9. Harano K., Saton T., Sumiya H., Kukino S. Cutting performance of nano-polycrystalline diamond // SEI Tech. Rev. – 2010. – 71. – P. 98–103.
10. Sumiya H., Harano K. Distinctive mechanical properties of nano-polycrystalline diamond synthesized by direct conversion sintering under HPHT // Diam. & Rel. Mat. – 2012. – 24. – P. 44–48.
11. Qian J., McMurray C.E., Mukhopadhyay D.K., et al. Polycrystalline diamond cutters sintered with magnesium carbonate in cubic anvil press // Int. J. of Refr. Met. and Hard Mat. – 2012. –31. –P. 71–75.
12. Eko A. W., Karasawa H. Laboratory core drilling test on the granite of the carbonate binder PCD / Promising High Purity Polycrystalline cBN Material for Precision Cutting: Proceedings of the 1 st International Industrial Diamond Conference "Diamond At Work", 20-21 October 2005, Barcelona, Spain. – CD ROM, Copyright © 2005 Diamond At Work Ltd, www.diamondatwork.com.
13. Westraadt J. E., Dubrovinskaia N., Neethling J. H., Sigalas I. Thermally stable polycrystalline diamond sintered with calcium carbonate // Diam. & Rel. Mat. – 2007. – 16. – P. 1929–1935.
14. Diamond-CaCO3 and diamond-Li2CO3 materials sintered using the HPHT method / A. S. Osipov, P. Klimczyk, S. Cygan, et al. // J. of the Eur. Cer. Soc. – 2017. –37. – P. 2553–2558.
15. Pat. 2013/0043078 A1 USA, IC B24D 3/06. Polycrystalline diamond compact including a carbonate-catalyzed polycrystalline diamond table and applications therefor / J. Qian, E. McMurray, D. Mukhopadhyay, et al. – Publ. 21.02.13.
16. Pat. 2014/0130418 A1 USA, IC E21B 10/567. Method of making carbonate PCD and sintering carbonate PCD on carbide substrate / Y. Bao, A. Garan, M. D. France, J.D. Belnap. – Publ. 15.05.14.
17. Numerical analysis of the strength of polycrystalline diamond as a function of microstructure / D. McNamara, P. Alveen, D. Carolan, et al.. // Int. J. of Refr. Met. and Hard Mat. – 2015. – 52. – P. 195–202.
18. Pat. 2008/0185189 A1 USA, IC E21B 10/42 E21B 10/46. Manufacture of thermally stable cutting elements / A. Griffo, M. K. Keshavan. – Publ. 07.08.08.

19. Akaishi M., Kanda H., Yamaoka S. Synthesis of diamond from graphite-carbonate system under very high temperature and pressure // J. of Crys. Gr. – 1990. – 104. – N 2. – P. 578–581.
20. Sato K., Akaishi M., Yamaoka S. Spontaneous nucleation of diamond in the system MgCO3–CaCO3–C at 7.7 GPa // Diam. & Rel. Mat. – 1999. – 8. – P. 1900–1905.
21. Trace-element geochemistry of diamondite: Crystallization of diamond from kimberlite-carbonatite melts / Rege S., Griffin W.L., Kurat G., et al. // Lithos. – 2008. – 106. – P. 39–54.
22. Spivak A. V., Litvin Yu. A. Diamond synthesis in multi-component carbonate-carbon melts of natural chemistry: elementary processes and properties // Diam. & Rel. Mat. – 2004.- Vol. 13.- P. 482-487.
23. Pat. 9114504 B2 USA, IC B24D 3/10 B01J 3/062. Method of making polycrystalline diamond material / K. Naidoo, G. J. Davies, J. L. Myburgh. – Publ. 25.08.15.
24. Pat. 2016/0158918 A1 USA, IC B24D 3/10 E21B. Carbonate-catalyzed polycrystalline diamond elements, methods of manufacturing the same, and applications therefor / J. Qian, E. McMurray, D. Mukhopadhyay, et at. – Publ. 09.01.16.
25. Shatskiy A. F., Litasov K. D., Palyanov Yu. N. Phase relation in carbonate systems at pressure and temperatures of lithospheric mantle: review of experimental date // Rus. Geol. and Geophys. – 2015. – 56. – P. 113–142.

Поступила 12.06.18

References

1. Kanyanta, V., Dormer, A., Murphy, N., & Ivankovic, A. (2014). Impact fatigue fracture of polycrystalline diamond compact (PDC) cutters and the effect of microstructure. *Int. J. of Refr. Met. and Hard Mat., 46,* 145–151.
2. Osipov, A. S., Bondarenko, N. A., Petrusha, I. A., & Mechnik, V. A. (2010). Drill bits with thermostable PCD inserts. *Diam. Tool J., 3,* 31–34.
3. Clark, I. E, & Bex, P. A. (1999). The use of PDC for petroleum and mining drilling. *Ind. Diam. Rev., 1,* 43–49.
4. Skott, D. E. (2006). The history and impact of synthetic diamond cutters and diamond enhanced inserts on the oil and gas industry. *Ind. Diam. Rev., 1,* 48–55.
5. Wang, S., & Zhang, H.T. (2005). Study on mechanism of thermal damage on PCD compacts induced by induction heating. *Mater. Sci. Tech., 13,* 492–495.
6. Westraadt, J. E., Sigalas, I., & Neethling, J. H. (2015). Characterisation of thermally degraded polycrystalline diamond. *Int. J. of Refr. Met. and Hard Mat., 48,* 286–292.
7. Tomlinson, P. N., Pipkin, N. I., Lammer, A., & Burnard, K. P. (1985) High performance drilling – Syndax 3 shows versatility. *Ind. Diam. Rev., 6,* 299–304.
8. Balogh, L., Nauyoks, S., Zerda, T.W., et al. (2008). Structure of diamond-silicon carbide nanocomposites as a function of sintering temperature at 8 GPa. *Mater. Science and Eng., A487,* 180–188.
9. Harano, K., Saton, T., Sumiya, H., & Kukino, S. (2010). Cutting performance of nano-polycrystalline diamond. *SEI Tech. Rev., 71,* 98–103.
10. Sumiya, H., & Harano, K. (2012). Distinctive mechanical properties of nano-polycrystalline diamond synthesized by direct conversion sintering under HPHT. *Diam. & Rel. Mat., 24,* 44–48.

11. Qian, J., McMurray, C. E., Mukhopadhyay, D. K., et al. (2012). Polycrystalline diamond cutters sintered with magnesium carbonate in cubic anvil press. *Int. J. of Refr. Met. and Hard Mat., 31*, 71–75.
12. Eko, A. W., & Karasawa, H. Laboratory core drilling test on the granite of the carbonate binder PCD. (2005). Promising High Purity Polycrystalline cBN Material for Precision Cutting: Proceedings of the 1 st International Industrial Diamond Conference "Diamond At Work", 20-21 October 2005, Barcelona, Spain. – CD ROM, Copyright © 2005 Diamond At Work Ltd, www.diamondatwork.com.
13. Westraadt. J. E., Dubrovinskaia, N., Neethling, J. H., & Sigalas, I. (2007). Thermally stable polycrystalline diamond sintered with calcium carbonate. *Diam. & Rel. Mat., 16.*, 1929–1935.
14. Osipov A. S., Klimczyk P., Cygan S., et al. (2017). Diamond-CaCO3 and diamond-Li_2CO_3 materials sintered using the HPHT method. *J. of the Eur. Cer. Soc., 37.*, 2553–2558.
15. Qian J., McMurray, E., Mukhopadhyay D., et al. (2013). Patent of USA 2013/0043078 A1.
16. Bao, Y., Garan, A., France M. D., & Belnap J. D. (2014). Patent of USA 2014/0130418 A1.
17. McNamara, D., Alveen, P., Carolan D, et al. (2015). Numerical analysis of the strength of polycrystalline diamond as a function of microstructure. *Int. J. of Refr. Met. and Hard Mat., 52,* 195–202.
18. Griffo, A., & Keshavan, M. K. (2008). Patent of USA 2008/0185189 A1.
19. Akaishi, M., Kanda, H., Yamaoka, S. (1990). Synthesis of diamond from graphite-carbonate system under very high temperature and pressure. *J. of Crys. Gr., Vol. 104, 2,* 578–581.
20. Sato, K., Akaishi, M., & Yamaoka S. (1999). Spontaneous nucleation of diamond in the system MgCO3-CaCO3-C at 7.7 GPa. *Diam. & Rel. Mat., 8,* 1900–1905.
21. Rege, S., Griffin, W.L., Kurat, G., et al. (2008). Trace-element geochemistry of diamondite: Crystallization of diamond from kimberlite-carbonatite melts. *Lithos, 106,* 39–54.
22. Spivak, A. V., & Litvin, Yu. A. Diamond synthesis in multi-component carbonate-carbon melts of natural chemistry: elementary processes and properties. (2004). *Diam. & Rel. Mat., 13,* 482–487.
23. Naidoo, K., Davies, G. J., & Myburgh, J. L. (2015). Patent of USA 9114504 B2.
24. Qian, J., McMurray, E, Mukhopadhyay D, et at. (2016). Patent of USA 2016/0158918 A1
25. Shatskiy A. F., Litasov K. D., & Palyanov Yu.N. (2015). Phase relation in carbonate systems at pressure and temperatures of lithospheric mantle: review of experimental date. *Rus. Geol. and Geophys, 56,* 113–142.

УДК 621.891.923

А. М. Кузей, д-р техн. наук[1], **В. Е. Бабич**, канд. техн. наук[2], **В. Г. Кудрицкий**[3]

[1]Физико-технический институт НАН Беларуси, г. Минск, Беларусь,
e-mail: anatkuzei@mail.ru
[2]Университет гражданской защиты МЧС Беларуси, г. Минск, Беларусь
e-mail: babich83@tut.by
[3] Институт механики металлополимерных систем, г. Гомель, Беларусь

ВЛИЯНИЕ МАКРОСТРУКТУРЫ АЛМАЗОСОДЕРЖАЩИХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА РЕЖУЩУЮ СПОСОБНОСТЬ ИНСТРУМЕНТА

Исследована абразивная способность композиционных материалов с монокристаллами и гранулами поликристаллического алмаза. Определен износ монокристаллов и гранул поликристаллического алмаза при обработке бетона и стали. Износ монокристаллов сопровождается разрушением магистральными трещинами, гранул поликристаллического алмаза – хрупким разрушением алмазных зерен и скалыванием отдельных алмазных зерен от гранул. В большей степени, абразивная способность композиционных материалов определяется масштабным фактором – размером режущего элемента. Увеличение размеров режущего элемента алмазосодержащего композиционного материала изменяет характер взаимодействия обрабатываемого материала с матрицей, снижая скорость ее износа, и одновременно обеспечивает большую прочность его закрепления в матрице.

Ключевые слова: *алмазоабразивный инструмент, композиционные материалы, износ, контактные взаимодействия.*

Основными видами абразивного инструмента, используемого органами и подразделениями по чрезвычайным ситуациям при ликвидации ЧС (дорожно-транспортные аварии, пожары, обрушения строительных, промышленных конструкций и т.д.), являются абразивные и алмазоабразивные сегментные круги. Эти инструменты применяются так же и в народном хозяйстве для обработки (резки) изделий из стали, строительных материалов, асфальта, бетона, железобетона, природных камней и т.д. и адаптированы для обработки определенных материалов.

Объектами исследования являлись алмазосодержащие композиционные материалы в форме сегментов алмазных кругов диметром 300 мм. В качестве режущих элементов сегментов синтетические алмазные порошки (монокристаллы) фракции 500/400 мкм с прочностью К200 и поликристаллы фракции 2000/1600 марки АРС-3. В качестве матрицы композиционных алмазосодержащих материалов использовался сплав системы Fe-Ni-Cu-Sn (связка марки М6-26). Концентрация алмаза в композиционных материалах 100–150%.

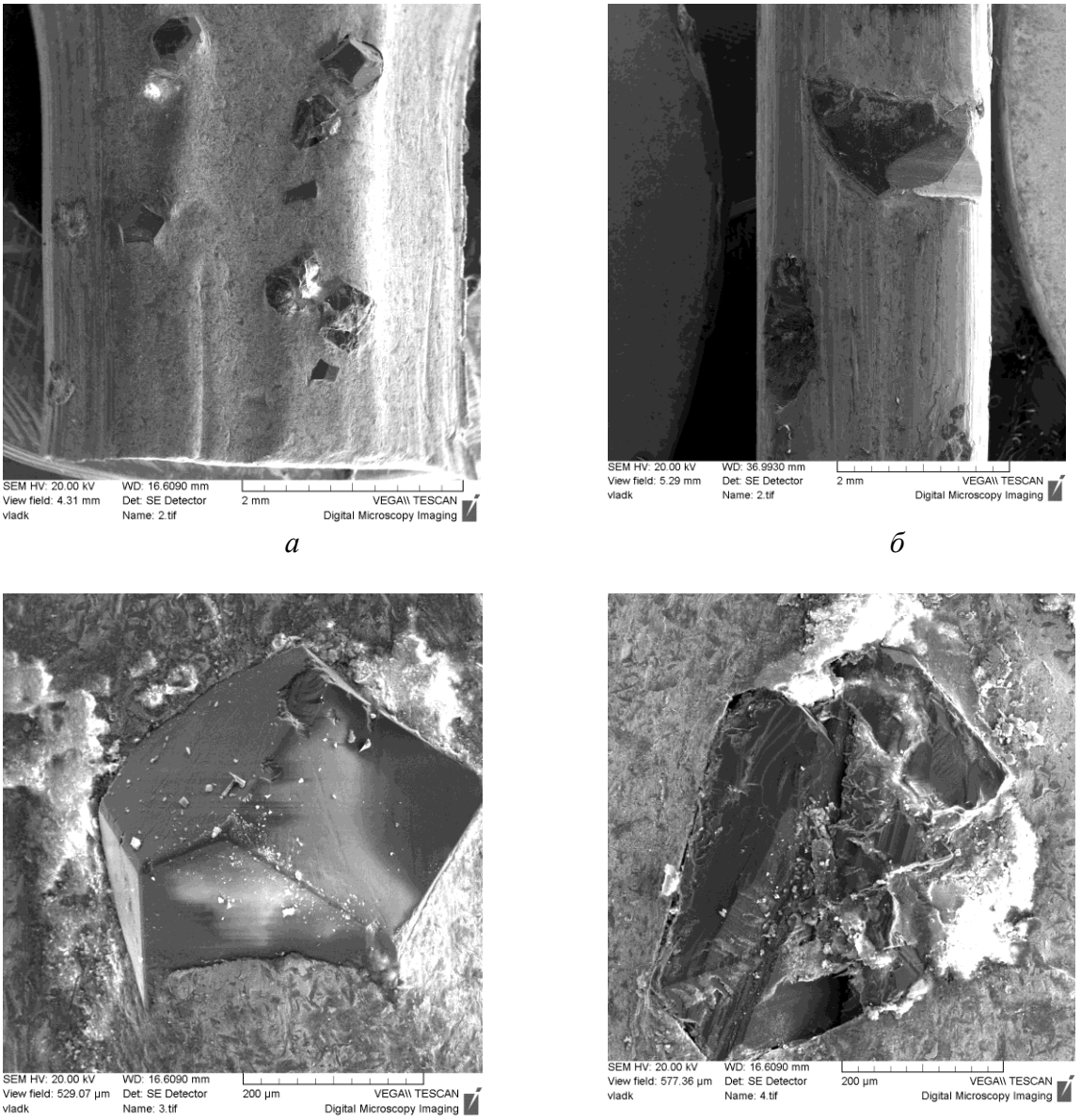
Алмазными кругами обрабатывали бетон (М300) и сталь (Ст3). Частота вращения круга 4000 об/мин, время обработки 15 минут, линейная скорость вращения круга 80 м/с. Режущая способность круга с монокристаллами алмаза с гранулами поликристалла при обработке бетона определялась по высоте износа сегмента. Измерения радиального износа производились на каждом сегменте в 3 точках.

Морфологию поверхностей композиционного материала, монокристаллов, поликристаллов алмаза исследовали в исходном состоянии, после обработки бетона, стали,

после травления в растворе из соляной (3 массовые части) и азотной (1 массовая часть) кислот в течение 2 минут и далее после травления в эквимолярном растворе нитритов калия, натрия, при 750 К в течение 40 минут.

Результаты исследований

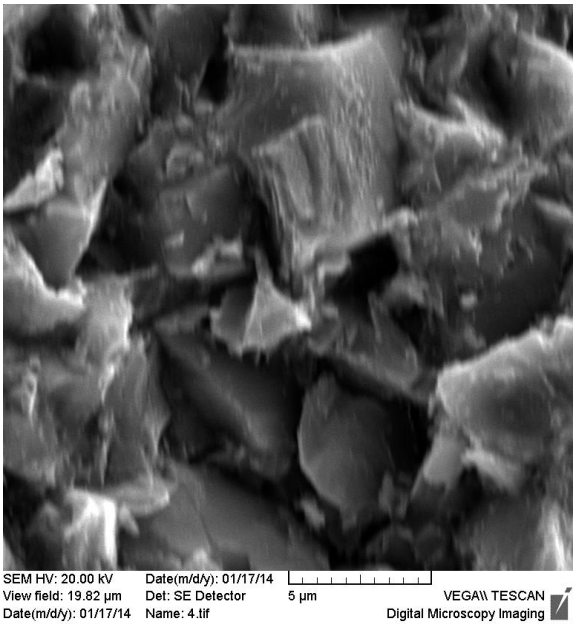
Обработка бетона алмазными кругами приводит к образованию на поверхности композиционных материалов характерных микрорельефов (рис.1).



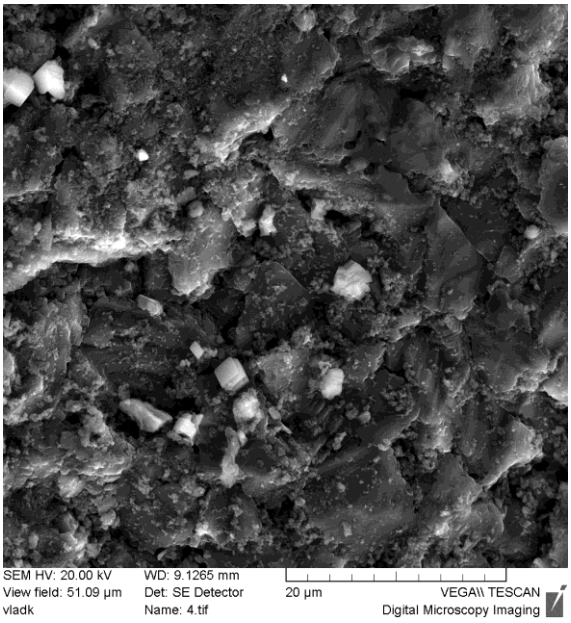
а *б*

в *г*

Рис. 1. Морфология поверхности износа алмазосодержащих сегментов при обработке бетона: а – морфология поверхности сегмента с монокристаллами алмаза; б – морфология поверхности сегмента с поликристаллами алмаза; в, г – морфология поверхностей разрушенных монокристаллов; д, е – морфология поверхностей разрушения поликристаллов алмаза



д

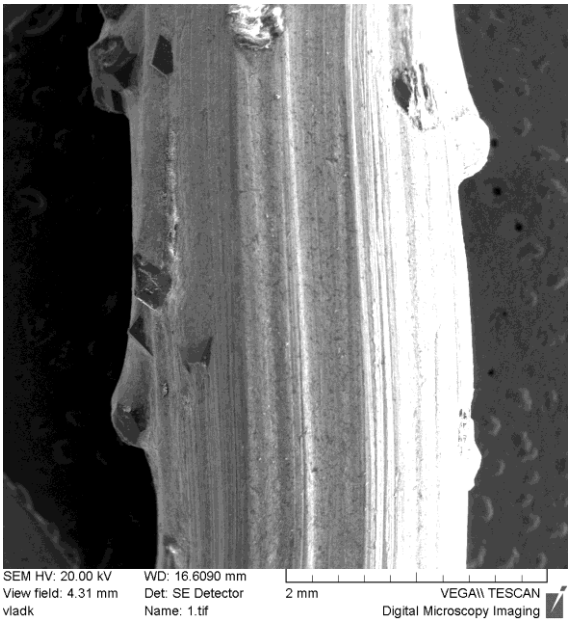


е

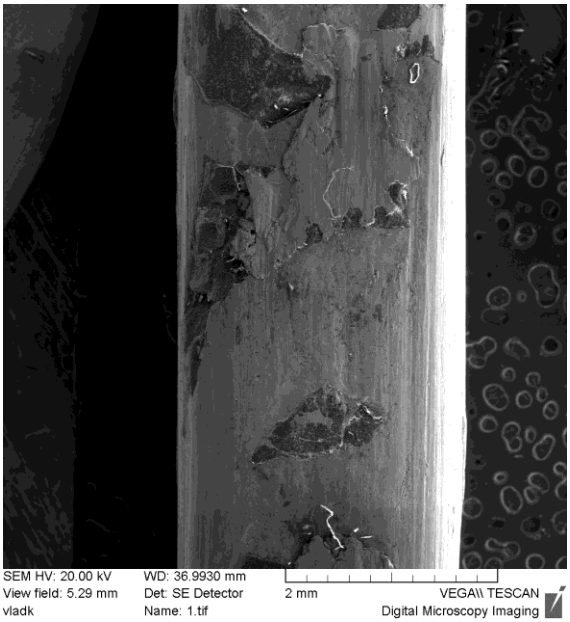
Окончание рис. 1

Особенностью микрорельефа на поверхности композиционного материала с монокристаллами алмаза является присутствие на поверхности матрицы следов от выкрашивания монокристаллов алмаза и присутствия на их поверхности сколов, микротрещин. Сколы, микротрещины присутствуют и на поверхности монокристаллов, находящихся на уровне поверхности матрицы.

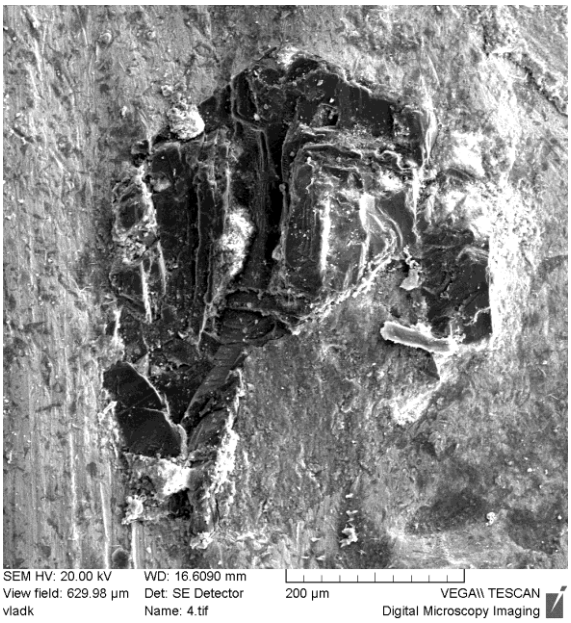
Обработка алмазными кругами с монокристаллами и поликристаллами алмаза стального листа (ст 3), в отличие от обработки бетона протекает с различными скоростями. Обработка стали алмазным кругом с композиционным материалом, содержащим монокристаллы алмаза, сопровождается непрерывным снижением режущей способности и после 8 минут процесс резания периодически прекращается. По мере увеличения длительности обработки количество монокристаллов поверхности сегментов снижается, монокристаллы алмаза разрушаются и не возвышаются над матрицей, форма сегмента изменяется (рис. 2).



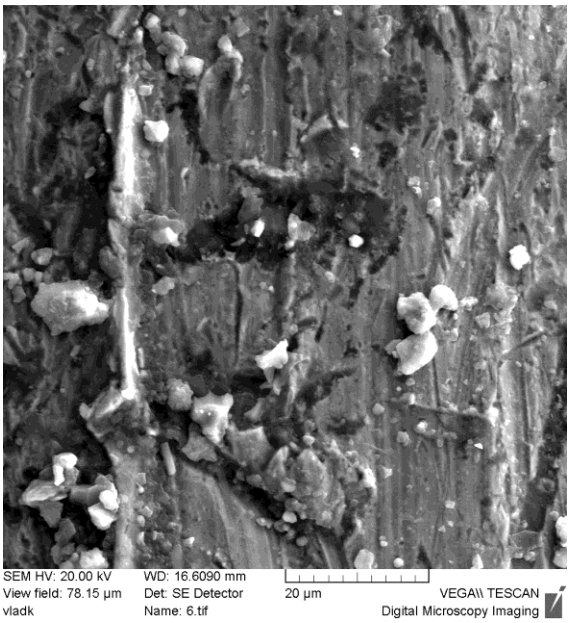
а



б



в



г

Рис. 2. Морфология поверхностей износа алмазосодержащих композиционных материалов при обработке стали: а – морфология поверхности сегмента с монокристаллами алмаза; б- морфология поверхности сегмента с гранулами поликристаллического алмаза; в – морфология поверхности монокристалла алмаза; г – морфология поверхности матрицы композиционного материала

На поверхности матрицы композиционного материала присутствуют округлые и вытянутые в направлении обработки частицы, морфологически связанные с матрицей.

Помимо их, на ее поверхности имеются продукты износа иного состава или матричный сплав (рис. 3).

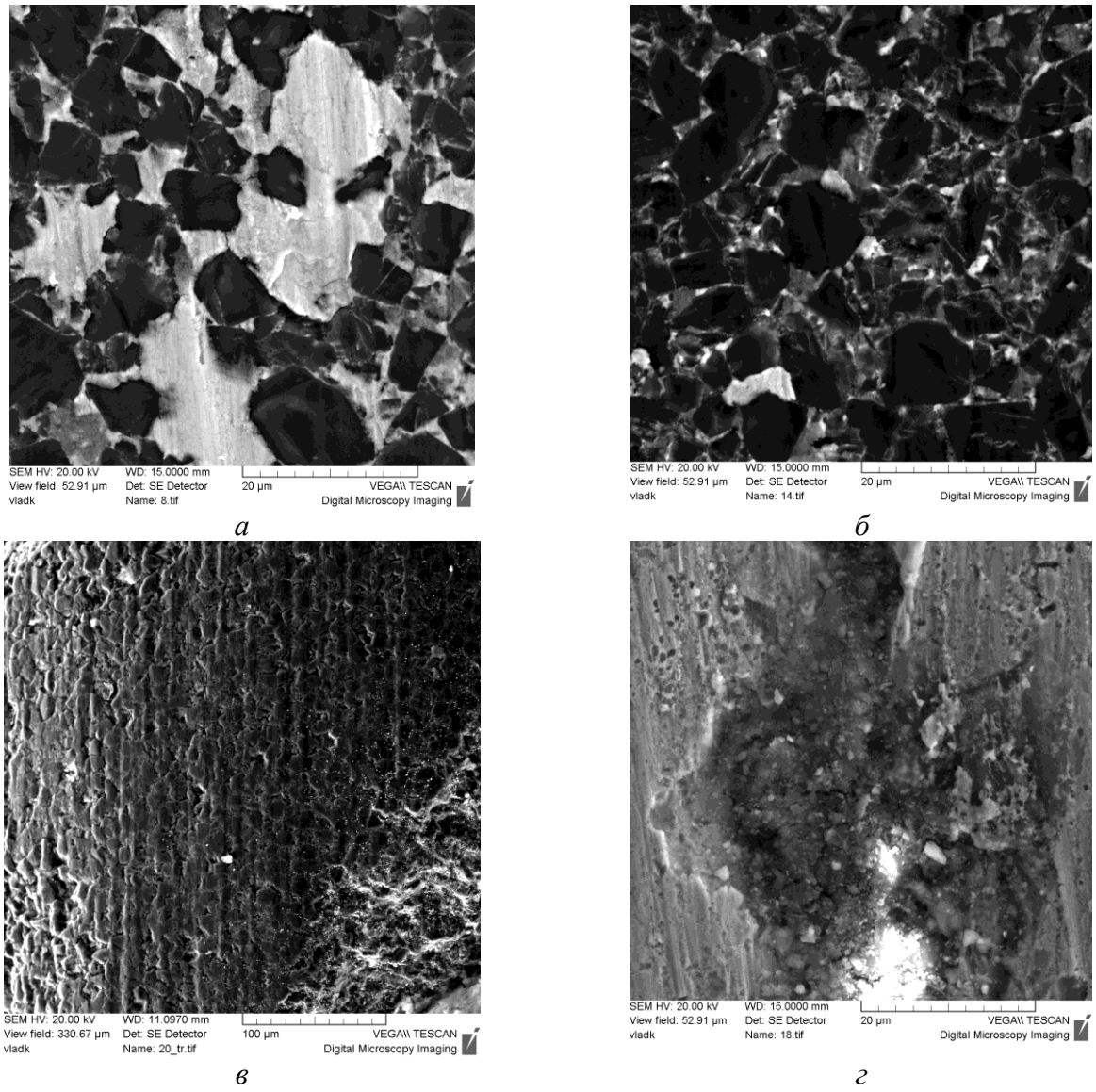


Рис. 3. Морфология поверхности износа композиционного материала с поликристаллами алмаза после обработки стали: а – морфология поверхности зерен на боковой поверхности поликристалла алмаза; б – морфология поверхности зерен на плоской площадке износа поликристалла алмаза; в –морфология поверхности площадки износа поликристалла алмаза; г – морфология поверхности матрицы композиционного материала

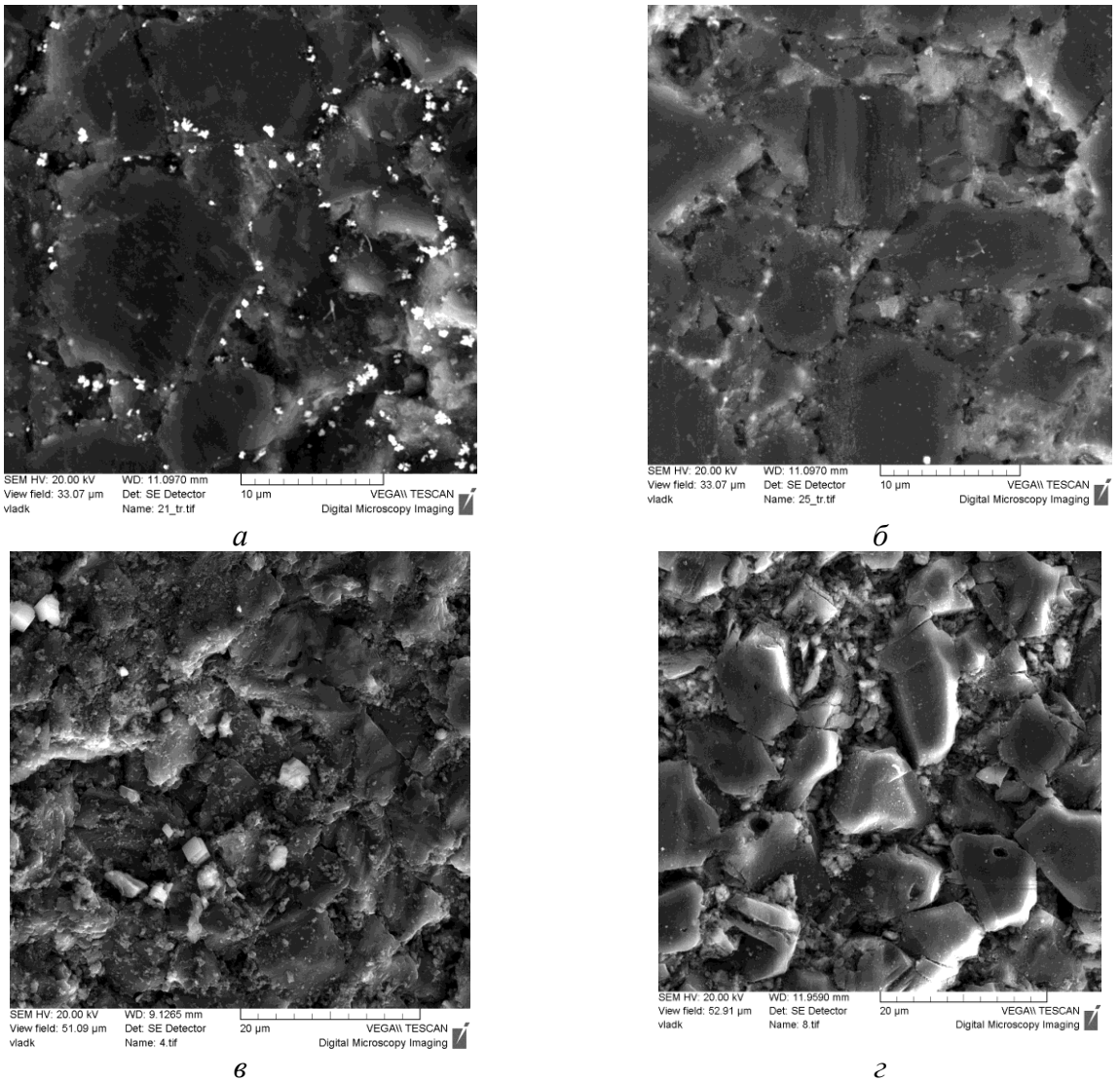
Обработка стали алмазным кругом с композиционным материалом, содержащим поликристаллы алмаза, в течение двух циклов по 15 минут происходит с постоянной режущей способностью. На поверхности сегментов отсутствуют следы от выкрошившихся поликристаллов. На боковых поверхностях износа поликристаллов присутствуют продукты износа стали в форме пленок и отдельных частиц (рис. 3). На режущих поверхностях

поликристаллов продукты износа частиц присутствуют в форме отдельных частиц на поверхности зерен и форме пленок между зернами алмаза.

Морфология поверхности площадок износа (режущих поверхностей) поликристаллов алмаза представляет собой совокупность округлых углублений и гребней, ориентированных в направлении обработки (рис. 3, *в*).

Поверхность матрицы в микроскопическом масштабе плоская, с отдельными бороздами, ориентированными в направлении обработки, углублениями различных размеров (10–40 мкм), часть из которых заполнена продуктами износа стали, некоторые из них имеют округлую форму (рис. 3, *г*).

Травление композиционного материала в растворе кислот и расплаве нитратов изменяет морфологию поверхностного слоя поликристаллов алмаза (рис. 4).



а *б*

в *г*

Рис. 4. Морфология поверхности поликристаллов алмаза после травления в растворе кислот (а, б) и расплава нитратов (в, г): а – боковая поверхность поликристалла; б – поверхность площадки износа; в – поверхность исходного поликристалла; г – поверхность площадки износа поликристалла

На боковых поверхностях поликристаллов продукты износа в форме отдельных частиц и агломератов сохраняются на поверхности между алмазными зернами, в углублениях между ними и в трещинах на алмазных зернах (рис. 4, *а*).

На площадках износа поликристаллов продукты износа стали образуют прослойки между алмазными зернами, заполняют углубления между зернами (рис. 4, *б*). На поверхности алмазных зерен выявляются борозды, ориентированные в направлении обработки, с округлыми кромками (рис. 4, *б*).

Последующие травления поликристаллов в расплаве нитратов калия, натрия приводят к образованию на их поверхности характерных микрорельефов (рис. 4, *в, г*). В исходном состоянии микроструктура поликристалла представляет собой совокупность крупных (5–10 мкм) и мелких (0,5–3 мкм) зерен, расположенных между крупными (рис. 4, *в*).

Микроструктура поверхностного слоя поликристаллов после обработки стали представляет собой композицию из крупных (5–10 мкм) алмазных зерен, выступающих из основы, состоящей из мелких (0,5–1,0 мкм). На поверхности крупных зерен присутствуют плоские площадки с микротрещинами, углублениями (рис. 4, *г*).

Обсуждение результатов

Эксплуатационные характеристики алмазоабразивного инструмента задаются уже на этапе его проектирования (форма, размеры, концентрация алмазных зерен в композиционном материале, размер и форма алмазосодержащего композиционного материала и т. д.) и корректируются технологическими режимами изготовления [1]. Наряду с этими показателями существуют и показатели, которые связаны с режимами обработки, свойствами обрабатываемого материала. Принято считать (и это подтверждено практикой), что оптимум эксплуатационных характеристик инструмента достигается тогда, когда износ матрицы композиционного алмазосодержащего материала компенсирует износ (затупление, разрушения режущих вершин, гребней) алмазных зерен и снижения их концентрации в поверхностном слое [2]. Морфология поверхности композиционного материала с монокристаллами алмаза свидетельствует о том, что при данных режимах обработки матрица изнашивается с большей скоростью, чем оптимальная: большая часть монокристаллов выступает над матрицей (на 0,3–0,5 своего диаметра), а часть выкрошилась из матрицы (рис. 1, *а*). В свою очередь «износ» монокристаллов протекает не монотонно, а резко: скалыванием значительных объемов либо разрушением магистральными трещинами и выкрашиванием осколков монокристалла (рис. 1, *в, г*). Преимущественный износ монокристаллов алмаза по механизму хрупкого разрушения усиливает абразивное воздействие продуктов износа на матрицу композиционного материала, ускоряя ее износ. Изнашивание гранул поликристалла (по морфологическим признакам) протекает по смешенному механизму, в который вносят вклад хрупкое разрушение и абразивный износ (рис. 1, *д*).

Образование на поверхности гранул поликристаллического алмаза плоских площадок износа с бороздами, ориентированными в направлении обработки, указывает на абразивный характер износа (рис. 1, *б*). Однако, в микроскопическом масштабе износ обеспечивают механизмы хрупкого разрушения и абразивного износа (рис. 1, *д*). Превалирующим в макроскопическом масштабе механизмом износа гранул поликристаллического алмаза является механизм абразивного износа. В отличии от монокристаллов алмаза, механизм хрупкого разрушения локализован алмазным зерном (структурным элементом гранул и поликристаллического алмаза): трещина, зародившаяся в алмазном зерне, не распространяется на соседние зерна и транскристалитного разрушения гранулы не

происходит. Выкрашивание отдельных блоков из нескольких зерен можно рассматривать как хрупкое разрушение гранул при ударном воздействии.

Снижение режущей способности алмазного круга с монокристаллами алмаза при обработке стали происходит при уменьшении числа монокристаллов на периферийной поверхности сегментов (рис. 2, *а*). Морфология поверхности матрицы композиционного материала, а именно присутствие на ее поверхности округлых и вытянутых в направлении обработки гребней с округлыми вершинами, указывает на высокую температуру в зоне фрикционного контакта. О высокой температуре в зоне фрикционного контакта при обработке стали кругами с монокристаллами и гранулами поликристаллического алмаза можно судить по цвету и форме частиц износа, удаляемых с поверхности стали [3]. Тепловыделение в зоне фрикционного контакта, обусловленное процессами трения, изменяет механизм износа композиционного материала.

Превалирующим механизмом износа алмазосодержащего композиционного материала становится адгезионный. Повышение температуры в зоне фрикционного контакта, адгезионный механизм износа, динамическая (ударная) составляющая контактного взаимодействия алмазосодержащего композиционного материала со сталью и приводят к увеличению скорости износа матрицы, снижению прочности закрепления монокристаллов и их выкрашиванию из матрицы. Подобный характер взаимодействия выражен в меньшей степени при обработке стали композиционным материалом с гранулами поликристаллического алмаза (рис. 2, б; 3). Присутствие в матрице композиционного материала продуктов износа в форме округлых частиц и агломератов из них, перенос обрабатываемого материала и поверхность гранулы указывают на высокую (1700–1800 К) температуру в зоне фрикционного контакта и на поверхности композиционного материала (рис. 3). Пленки из продуктов износа стали расположены преимущественно между алмазными зернами и на площадках износа гранул (рис. 3).

Борозды на площадках износа гранул являются характерным признаком протекания абразивного износа. Однако, округлая форма борозд, вершин гребней между ними указывает и на пластическую деформацию поверхностного слоя поликристалла несмотря на «зерненную» его структуру (рис. 3, в, 4, б). Формирование поверхности износа с подобной морфологией возможно при высокой температуре в зоне фрикционного контактного взаимодействия. Образование на площадках износа гранул рельефа, характерного для протекания абразивного износа, можно связать с абразивными действиями обломков, либо выкрашиванием из гранулы алмазных зерен.

Воздействие раствора кислот не приводит к полному удалению продуктов износа стали с поверхности гранул поликристаллов (рис. 4, *а, б*). На их месте возникает слой иного состава (рис. 4, *а, б*). Последующее воздействие расплава нитратов на гранулы поликристаллов также сопровождаются изменением морфологии поверхности площадок износа: часть зерен сохранила свои размеры и форму, и несмотря на износ выступают над остальными, меньшими по размерам, которые образуют прослойки между ними (рис. 4). Прослойки меньших по размеру зерен образовались на участках гранул над пленками продуктов износа стали (рис. 3, *а, б*; 4, *а, б*).

Формирование подобных структур на площадках износа гранул поликристаллов алмаза при воздействии раствора кислот и расплава нитратов, морфология поверхностей износа гранул указывает на то, что износ композиционного материала протекает следующим образом. Фрикционное воздействие алмазосодержащего композиционного материала со

сталью приводит к тепловыделению и повышению температуры в зоне контакта. При перемещении поверхности гранулы в вязком с высокой температурой приповерхностном слое частицы железа внедряются в впадины микрорельефа и поверхность алмазных зерен (рис. 3, а). Последующие контакты гранулы со сталью снова повышают температуру ее поверхности, сопровождаются перемещением железа в вязко-пластичном состоянии в впадинах микрорельефа и по поверхности частиц алмаза. Перемещение пленок железа в вязко-пластическом состоянии в условиях динамических воздействий сопровождается их взаимодействием с алмазом, разрушением алмазных зерен и выкрашиванием их из гранул. В условиях высоких (1675–1775К) температур в зоне фрикционного контакта твердость алмаза снижается и воздействие вязко-пластической массы из продуктов износа (железо, осколки алмазных зерен) приводит к износу гранул и образованию на их поверхности микрорельефов, характерных как для абразивного, так и адгезионного механизмов износа (рис. 3, *в*; 4, *г*) [4]. Меньшую скорость износа части алмазных зерен чем остальных можно связать с различной твердостью алмаза в зависимости от их ориентации в направлении обработки [2].

Заключение

Различие в абразивной способности композиционных материалов с монокристаллами и гранулами поликристаллического алмаза нельзя в полной мере связывать с их структурой. Износ монокристаллов и гранул поликристаллического алмаза при обработке бетона протекает по механизму хрупкого разрушения. Износ монокристаллов происходит их разрушением магистральными трещинами, гранул поликристаллического алмаза – хрупким разрушением алмазных зерен и скалыванием отдельных алмазных зерен от гранул. В большей степени абразивная способность композиционных материалов определяется масштабным фактором – размером режущего элемента. Увеличение размеров режущего элемента алмазосодержащего композиционного материала (сегмента) изменяет характер взаимодействия обрабатываемого материала с матрицей, снижая скорость ее износа, и одновременно обеспечивает большую прочность его закрепления в матрице.

Характерным проявлением влияния масштабного фактора на режущую способность композиционного материала является обработка стали: несмотря на перенос частиц стали на поверхность композиционного материала гранулы поликристаллического алмаза обрабатывают сталь, в отличие от монокристаллов алмаза.

Досліджено абразивну здатність композиційних матеріалів з монокристалами і гранулами полікристалічного алмаза. Визначено знос монокристалів і гранул полікристалічного алмаза при обробці бетону і сталі. Знос монокристалів супроводжується руйнуванням магістральними тріщинами гранул полікристалічного алмаза – крихким руйнуванням алмазних зерен і відколюванням окремих алмазних зерен від гранул. Більшою мірою абразивна здатність композиційних матеріалів визначається масштабним фактором – розміром ріжучого елемента. Збільшення розмірів ріжучого елемента алмазовмісного композиційного матеріалу змінює характер взаємодії оброблюваного матеріалу з матрицею, знижуючи швидкість її зносу, і одночасно забезпечує більшу міцність його закріплення в матриці.

***Ключові слова**: алмазоабразивний інструмент, композиційні матеріали, знос, контактні взаємодії.*

A. M. Kuzei, V. E. Babich, V. G. Kudrichkiy

INFLUENCE OF MACROSTRUCTURE OF DIAMOND-CONTAINING COMPOSITE MATERIALS ON CUTTING CAPACITY OF THE TOOL

The abrasive ability of composite materials with monocrystals and granules of polycrystalline diamond is investigated. The wear of monocrystals and granules of polycrystalline diamond when processing concrete and steel is defined. The wear of monocrystals is followed by destruction the main cracks, granules of polycrystalline diamond – fragile destruction of diamond grains and a skalyvaniye of separate diamond grains from granules. More, the abrasive ability of composite materials is defined by a large-scale factor – the size of the cutting element. Increase in the sizes of the cutting element of diamond-bearing composite material changes the nature of interaction of the processed material with a matrix, reducing the speed of its wear, and at the same time provides the big durability of his fixing in a matrix.

Key words: *diamond abrasive tool, composite materials, wear, contact interactions.*

Литература

1. Лавриненко В. И., Солод В. Ю. Инструменты из сверхтвердых материалов в технологиях абразивной и физико-технической обработки: монография. – Каменецкое: ДГТУ, 2016. – 529 с.
2. Епифанов В. И., Песина А. Я., Зыков Л. В. Технология обработки алмазов в бриллианты: Учебник для сред. проф. техн. училищ. – 3-е изд., перераб. и доп. – М.: Высш. школа, 1982 – 350 с.
3. Гуляев А. П. Металловедение. Учебник для вузов – 6-е изд., перераб. и доп. – М.: Металлургия, 1986 – 544 с.
4. Mokbel A. A., Maksoud, T. M. A. Monitoring of the condition of diamond grinding wheels using acoustic emission technique // J. Mater. Process. Technol. – 2000. – 101. – N 1–3. – P. 292–297.

Поступила 29.06.18

References

1. Lavrinenko, V. I. & Solod, V. Yu. (2016) *Instrumenty iz sverkhtverdykh materialov v tekhnologiiakh abrazivnoi i fiziko-tekhnicheskoi obrabotki [Tools from superhard materials in the technologies of abrasive and physicotechnical processing]*. Kamenets: DGTU [in Russian].
2. Epifanov, V. I., Pesina, A. Ya., & Zykov, L. V. (1982) *Tekhnologiia obrabotki almazov v brillianty [Technology of diamond processing in diamonds]*. Moscow: [in Russian].
3. Gulyaev, A.P. Metal science. Textbook for high schools [Metallovedeniye. Uchebnik dlya vuzov] . Moscow: [in Russia].
4. Mokbel, A. A., & Maksoud, T. M. A. (2000). Monitoring of the condition of diamond grinding wheels using acoustic emission technique. *J. Mater. Process. Technol., Vol. 101, 1–3,* 292–297.

УДК 621.787.4

С. В. Сохань, д-р техн. наук, **В. В. Возный**, канд. техн. наук,
А. А. Шульженко, чл.-корр. НАН Украины, **А. Н. Соколов**, **В. Г. Гаргин**,
кандидаты технических наук

Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, ул. Автозаводская 2, 04074 г. Киев, e-mail: kybor@ism.kiev.ua

ПРИМЕНЕНИЕ АЛМАЗНОГО КОМПОЗИЦИОННОГО ТЕРМОСТОЙКОГО МАТЕРИАЛА ПОВЫШЕННОЙ ИЗНОСОСТОЙКОСТИ ДЛЯ АЛМАЗНОГО ВЫГЛАЖИВАНИЯ СТАЛИ 40Х

Изучена возможность использования нового алмазного композиционного термостойкого материала (АКТМ+) для выглаживания сталей, в частности, стали 40Х. Показано, что выглаживающий инструмент, оснащенный вставками из алмазного композита АКТМ+, при выглаживании заготовки из конструкционной легированной стали 40Х по своей стойкости не уступает инструменту, оснащенному природными алмазами. При этом шероховатость обрабатываемой поверхности соответствует требованиям, предъявляемых к данному типу инструмента.

***Ключевые слова**: алмазный композит, выглаживание, наконечник, стойкость, шероховатость*

Введение

Для получения высокого качества поверхностного слоя деталей и повышения их эксплуатационных свойств применяется алмазное выглаживание, представляющее собой процесс пластического деформирования исходного микропрофиля под действием усилия, приложенного к алмазу. В результате происходит сглаживание микрогребешков обрабатываемой поверхности и заполнение впадин микропрофиля объемом сдеформированных гребешков.

При алмазном выглаживании в поверхностном слое детали происходит упруго-пластическая деформация, сопровождающаяся упрочнением материала, появлением сжимающих остаточных напряжений и образованием ориентированной мелкозернистой структуры поверхностного слоя.

Алмазное выглаживание применяется, как правило, при обработке деталей, изготовленных из углеродистых и легированных сталей, улучшенных до 40–50 $HRC_э$ или закаленных до 55–63 $HRC_э$, к которым предъявляются высокие требования по шероховатости и износостойкости поверхностного слоя.

При выглаживании на токарном станке стальных деталей минутная производительность составляет 30–60 мм длины детали, т. е. такая же, как и при тонком точении. Однако следует учитывать, что алмазное выглаживание обеспечивает более чистые поверхности (0,8–0,2 мкм), чем тонкое точение. Трудоемкость алмазного выглаживания деталей, изготовленных из закаленных сталей, меньше трудоемкости суперфиниша, тонкого шлифования и т. п. при требуемой шероховатости 1,6–0,8 мкм – на 10–20%, а при шероховатости поверхности 0,4–0,2 мкм – на 15–30%.

Технологические затраты на операцию алмазного выглаживания невелики. Это связано с тем, что для ее выполнения не требуется дорогостоящего оборудования, приспособления просты и дешевы, а инструмент хотя и дорогой, но обладает большой стойкостью.

Алмазный выглаживающий инструмент, как правило, представляет собой цилиндрическую державку из стали и закрепленный в ней с помощью пайки кристалл алмаза. Рабочая поверхность выглаживателя может иметь форму сферы, цилиндра, кругового тора и конуса. Наиболее распространенной в силу ее универсальности является сферическая форма [1].

Для изготовления выглаживателей используют монокристаллы природного алмаза и синтетические поликристаллические алмазы (ПСА), чаще всего типа «баллас» (АСБ) и «карбонадо» (АСПК), которые получают из графита в НРНТ условиях в присутствии сплавов-растворителей углерода, например, Ni–Cr. Деление на две группы было сделано условно по давлению проведения синтеза поликристаллов: «баллас» – при давлении 6,0 – 7,0 ГПа, «карбонадо» – при 8,0 – 12,0 ГПа [2].

Эти марки ПСА применяют в буровых коронках, для изготовления волок и инструмента, используемого при выглаживании сплавов и чугунов. Свойства этих типов ПСА (твердость, износостойкость) приближаются к свойствам природного алмаза. Преимущество их использования заключается в том, что в отличие от природного алмаза они не обладают анизотропией свойств и поэтому не требуют определенной ориентировки в державке, а недостаток – это низкая термостойкость. В то же время и «баллас» (АСБ), и «карбонадо» (АСПК) при 700 °С и выше под малейшей нагрузкой превращается в зеленоватый порошок [3]. А как известно [4], при выглаживании температура в контактной зоне оказывает существенное влияние на стойкость инструмента. Поэтому, как показали испытания [5], при выглаживании стали марки 40Х стойкость выглаживателя из природного алмаза в 2,6 раза выше, чем выглаживателя из АСБ.

При выглаживании стали ШХ15 стойкость наконечников из АСПК не отличалась от стойкости наконечников из природного алмаза [5].

Таким образом, актуальной задачей повышения эффективности алмазного выглаживания является повышение термостойкости рабочих элементов инструмента, что позволит снизить зависимость его стойкости от температуры пайки при изготовлении инструмента и температуры в зоне контакта при работе, позволит в конечном итоге увеличить скорости выглаживания.

В Институте сверхтвердых материалов им. В.Н. Бакуля НАН Украины спеканием в НРНТ условиях алмазных микропорошков с добавкой n-слойных графенов ($n \geq 2$) в количестве 0,01–0,30 % (по массе) получен новый алмазный композиционный термостойкий материал повышенной износостойкости (АКТМ+) с прочностью не менее, чем на 30%, и износостойкостью при точении песчаника IX категории по буримости не менее, чем в 5 раз выше, чем у поликристаллов, полученных без добавки n-слойных графенов [6]. Высокие эксплуатационные характеристики нового материала достигнуты благодаря высоким трибологическим свойствам вводимых в шихту n-слойных графенов, что обеспечивает уменьшение трения между алмазными зернами и их заклинивание на этапе холодного уплотнения шихты, что в конечном итоге позволяет получать напряженный материал с повышенной плотностью и уровнем микроискажений решетки алмаза на порядок выше, чем у поликристаллов, полученных без добавки графенов.

Цель работы – изучить возможность использования АКТМ+ для алмазного выглаживания сталей, в частности, стали 40Х.

Исходные материалы и методы исследования

Для изготовления АКТМ+ использовали микропорошок синтетического алмаза марки АСМ зернистости 40/28, а в качестве n-слойного графена – продукт фирмы «Angstrom Materials, inc.» (США) марки N 002-PDR (Nano Graphene Platelets), состоящий из чешуек размером менее 10 мкм, толщиной 1,0–1,2 нм и удельной поверхностью 400–800 $м^2/г$.

Спекание шихты проводили при давлении 7,0–7,5 ГПа, температуре 1250–1350 °С по схеме, предложенной в [7]. Продолжительность спекания составляла приблизительно 200 с.

Изготовленные образцы композита АКТМ+ имели твердость HV = 50 ГПа, их износостойкость при точении песчаника IX категории буримости составляла 0,019±0,009 [8], термостойкость 1200 °С.

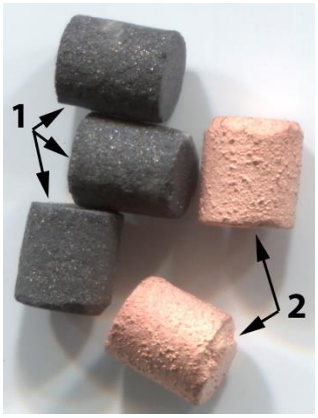


Рис. 1. Внешний вид образцов композита АКТМ+: 1 – после химической очистки; 2 – после металлизации

После спекания поверхность полученных образцов композита диаметром 4 мм и высотой 4,5 мм подвергали химической очистке от остатков графита и металлизировали путем электролитического осаждения меди (рис. 1). Металлизированные вставки из композита АКТМ+ запаивали в отверстие стальной державки из стали 45.

Державку, армированную композитом АКТМ+, для придания необходимой геометрической формы и радиуса обрабатывали на бесцентрово-шлифовальном станке по внешней цилиндрической поверхности, которая в дальнейшем служила базой при центрировании наконечника в специальном поворотном приспособлении для формирования сферической формы рабочей части при его заточке. После обработки цилиндрической поверхности державки наконечника проводили заточку по его рабочей части под углом 100° на круглошлифовальном станке. Формирования сферической формы рабочей части наконечника выполняли на универсально-заточном станке в специальном поворотном устройстве, установленном на столе станка заточного (рис. 2).

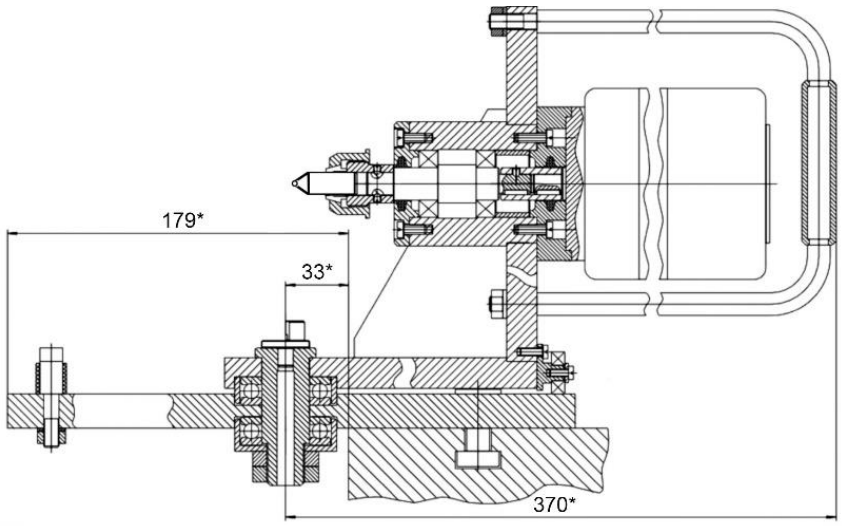
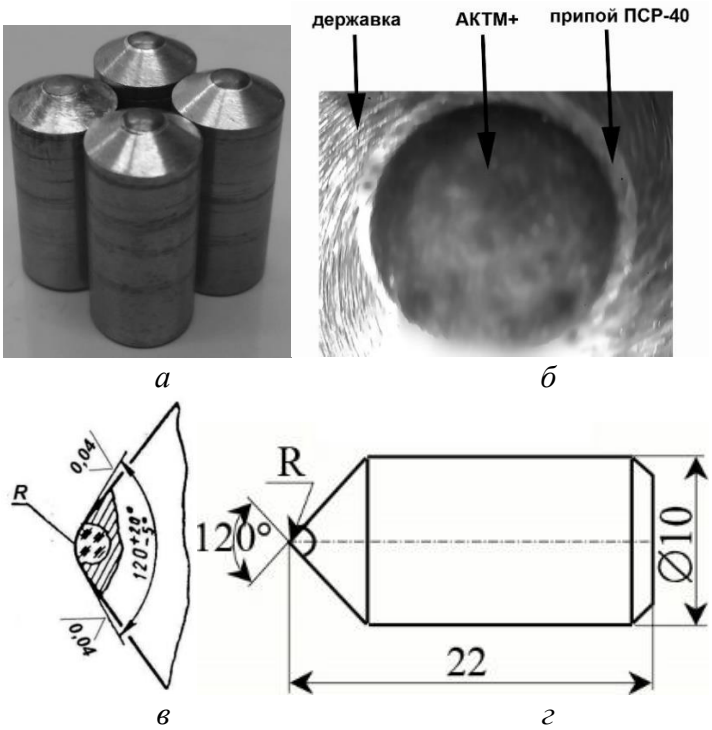


Рис. 2. Поворотное устройство для формирования сферической формы рабочей части наконечника

Радиус сферы рабочей части наконечника, который контролировали на оптическом микроскопе ММ 40 фирмы Nikon с помощью радиусомера, составлял 4 мм.

На рис. 3 показаны внешний вид и основные размеры изготовленных наконечников, армированных композитом АКТМ+.



а *б* *в* *г*

Рис. 3. Общий вид и основные размеры изготовленных износостойких наконечников



Рис. 4. Заготовка из стали 40Х, закрепленная на универсальном токарном станке С11

Испытания на стойкость изготовленных наконечников, армированных композитом АКТМ+, проводили при выглаживании заготовки из конструкционной легированной стали 40Х, имеющей твёрдость НВ = 217 МПа, на универсальном токарном станке С11[1].

Процесс точения наружной поверхности стальной заготовки производился при ее закреплении в центрах (рис. 4) проходным резцом CCMLF KCP в следующем режиме: подача f = 0,07 мм/об; скорость резания ν = 100–130 м/мин. Выглаживание производили в режиме: f = 0,07 мм/об; скорость резания ν = 100–130 м/мин; сила F_y = 150 Н.

Результаты экспериментов

Критерием износа алмаза при выглаживании является резкое и необратимое ухудшение шероховатости обрабатываемой поверхности детали [9]. Устанавливаемая экспериментально пройденная длина пути выглаживателем, при которой начинается катастрофический износ алмазов, определяет стойкость алмаза.

На рис. 5 приведена зависимость шероховатости обрабатываемой заготовки из стали 40Х от длины пути, пройденного наконечником, армированным композитом АКТМ+, а на рис. 6 – внешний вид рабочей части наконечника.



Рис. 5. Зависимость шероховатости обрабатываемой заготовки из стали 40Х от длины пути, пройденного наконечником, армированным композитом АКТМ+

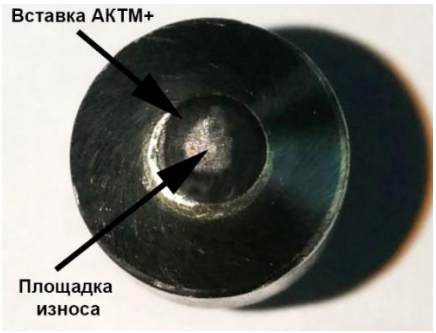


Рис. 6. Внешний вид выглаживателя, оснащенного алмазным композитом АКТМ+, после 95000 м пути

[1] Испытания инструмента на стойкость проводили в Техническом университете – Габрово (г. Габрово, Болгария) под руководством д.т.н. Й. Т. Максимова

Несмотря на появившуюся на вставке из АКТМ+ площадку износа после 95000 м пути, резкого ухудшения шероховатости обрабатываемой поверхности детали не произошло (рис. 5). Следовательно стойкость выглаживателя, оснащенного алмазным композитом АКТМ+, при обработке стали 40Х составляет около 100000 м пути, т. е. он по своей стойкости не уступает инструменту, оснащенному природным алмазом [5].

Таким образом, выглаживающий инструмент, оснащенный вставками из алмазного композита АКТМ+, при выглаживании заготовки из конструкционной легированной стали 40Х по своей стойкости не уступает инструменту, оснащенному природными алмазами. При этом шероховатость обрабатываемой поверхности соответствует требованиям, предъявляемых к данному типу инструмента.

Вивчено можливість використання нового алмазного композиційного термостійкого матеріалу (АКТМ+) для вигладжування сталей, зокрема, сталі 40Х. Показано, що вигладжувальний інструмент, оснащений вставками з алмазного композиту АКТМ+, при вигладжуванні заготовки з конструкційної легованої сталі 40Х за своєю стійкістю не поступається інструменту, оснащеному природними алмазами. При цьому шорсткість оброблюваної поверхні відповідає вимогам, що висуваються до даного типу інструменту.

***Ключові слова**: алмазний композит, вигладжування, наконечник, стійкість, шорсткість*

S. V. Sokhan, V. V. Voznyi, A. A. Shulzhenko, A. N. Sokolov, V. G. Gargin

APPLICATION OF DIAMOND COMPOSITE THERMO-RESISTANT MATERIAL OF INCREASED WEAR-RESISTANCE FOR DIAMOND SMOOTHENING OF STEEL 40X

The possibility of using a new diamond composite heat-resistant material (ACTM +) for ironing steels, in particular, steel 40X, has been studied. It is shown that the smoothing tool, equipped with inserts from the diamond composite ACTM+, when smoothing the workpiece from structural alloyed steel 40X is not inferior to the tool equipped with natural diamonds. In this case, the roughness of the surface to be treated corresponds to the requirements for this type of tool.

***Key words**: diamond composite, smoothing, tip, durability, roughness*

Литература

1. Степанова Т. Ю. Технологии поверхностного упрочнения деталей машин: учебное пособие. –Иваново: Иван. гос. хим.-технол. ун-т, 2009. – 64 с.
2. Лаптев А. И. Классификация синтетических поликристаллических алмазов «баллас» и «карбонадо» // Известия Высших Учебных Заведений. Черная Металлургия. – 2014. – 57. – 1. – С.51–55. DOI:10.17073/0368-0797-2014-1-51-55.
3. Карбонадо // Энциклопедия по машиностроению XXL [Электронный ресурс]. – Режим доступа: http://mash-xxl.info/info/138394/.
4. Кабатов А. А. Анализ финишных методов обработки поверхностным пластическим деформированием // Открытые информационные и компьютерные интегрированные технологии. – 2013. – № 58. С. 49–54.
5. Повышение несущей способности деталей машин алмазным выглаживанием / В. К. Яценко, Г. З. Зайцев, В. Ф. Притченко, Л. И. Ивщенко. – М.: Машиностроение, 1985. – 232 с.
6. Патент на корисну модель № 120296 Україна. МПК B24D 18/00, B01J 3/06. Спосіб виготовлення зносостійкого надтвердого алмазного полікристалічного

композиційного матеріалу // О. О. Шульженко, Л. Яворска, О. М. Соколов, В. Г. Гаргін, А. П. Закора, М. В. Супрун. – Опубл. 25.10.17, Бюл. № 20.
7. Патент на корисну модель № 21897 Україна МПК CO1 B 31/06, CO1 B 31/04, CO1 B 33/025, CO4 B 35/52, CO4 B 35/573. Спосіб одержання композиційного матеріалу на основі алмазу / О. О. Шульженко, В. Г. Гаргін, Н. О. Русінова. – Опубл. 10.04.07, Бюл. № 4.
8. Новый износостойкий сверхтвердый алмазный композиционный поликристаллический материал / А. А. Шульженко, Л. Яворска, А. Н. Соколов и др. // Сверхтвердые матер. – 2018. – № 1. – С. 3–11.
9. Торбило В. М. Алмазное выглаживание. – М.: Машиностроение, 1972. – 105 с.

Поступила 26.04.18

References

1. Stepanova, T. Yu. (2009). *Tekhnologii poverkhnostnogo uprochnenia detalei mashin [Technologies of surface hardening of machine parts]*. Ivanovo: Ivan. state. chem.-technol. un-t [in Russian].
2. Laptev, A. I. (2014). Klassifikatsiia sinteticheskikh polikristallicheskikh almazov “ballas” I “karbonado” [Classification of synthetic polycrystalline diamonds "ballas" and "carbonado"]. *Izvestiia VUZov. Chernaia metallurgiia – Izvestiya. Ferrous Metallurgy, Vol. 57, 51–55* [in Russian].
3. Sait entsiklopedii po mashinostroeniiu XXL [Site of the Encyclopedia of Machine Building XXL]. *mash-xxl.info*. Retrieved from http://mash-xxl.info/info/138394/ [in Russian].
4. Kabatov, A. A. (2013). Analiz finishnikh metodov obrabotki poverkhnostnim plasticheskim deformirovaniem [Analysis of finishing methods of surface plastic deformation treatment]. *Otkritye informatsionnye i kompiuternye integrirovannye tekhnologii – Open Information and Computer Integrated Technologies, 58, 49–54* [in Russian].
5. Yazenko, V. K., Zaitsev, G. Ts., Pritchenko, V. F., & Ivshchenko, L. I. (1985). *Povyshenie nesushchei sposobnosti detalei mashin almznym vyglazhivaniem [Increasing the load-bearing capacity of machine parts by diamond smoothing]*. Moscow: Mashinostroenie [in Russian].
6. Shulzhenko, A. A., Jaworska, L., Sokolov, A. N., et al. (2017). Patent of Ukraine 120296 [in Ukraine].
7. Shulzhenko, A. A., Gargin, V. G., & Rusinova, N. A. (2008). Patent of Ukraine 21897 [in Ukraine].
8. Shulzhenko, A. A., Jaworska, L., Sokolov, A. N., et al. (2018). Novyi iznosostoykiy sverkhtverdyi almaznyi kompozitsionnyi polikristallicheskiy material [Novel Wear-Resistant Superhard Diamond Composite Polycrystalline Material]. *Sverkhtverdye materialy – Journal of Superhard Materials, 1, 3–11* [in Russian].
9. Torbilo, V. M. (1972). *Almaznoe vyglazhivanie [Diamond smoothing]*. Moscow: Mashinostroenie [in Russian].

УДК 547.022.1

И. В. Шугалей, д-р хим. наук[1], **И. И. Новикова**, д-р биол. наук[2], **И. В. Бойкова**, канд.биол.наук[2], **А. Ю. Неверовская**, канд.хим.наук[3], **А. А. Возняковский**, асп.[4], **А. П**. **Возняковский**, д-р хим. наук[3]

[1]Санкт-Петербургский Государственный технологический институт (Технический университет), Московский просп., 26, Санкт-Петербург, Россия, 190013, E-mail: shugalei@mail.ru
[2]Всеросийский научно-исследовательский институт защиты растений РАН, Санкт-Петербург, Пушкин, шоссе Подбельского, 3, Россия, 196608, E-mail: irina_novikova@inbox.ru
[3]ФГУП «НИИ синтетического каучука им. С .В. Лебедева», Гапсальская ул., 1, Санкт-Петербург, Россия, 198035, E-mail: apvozn@gmail.com
[4]Физико-технический институт им. А. Ф. Иоффе РАН, Политехническая ул., 26, Санкт-Петербург, Россия, 194021

ПЕРСПЕКТИВЫ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ ГРАФЕНОПОДОБНОГО МАТЕРИАЛА, ПОЛУЧЕННОГО КАРБОНИЗАЦИЕЙ КРАХМАЛА, ДЛЯ СОЗДАНИЯ КОМБИНИРОВАННЫХ МИКРОБНЫХ ПРЕПАРАТОВ

В статье предложен метод получения графеноподобного материала методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза и изучено воздействие полученного материала на широкий спектр микроорганимов. Полученные результаты показывают перспективы применения полученного материала в создании биопрепаратов.

Ключевые слова: *графен; графеноподобный материал; наночастицы; микробные наногибриды.*

Создание биопрепаратов, содержащих лекарственные, а, в общем случае, биологические объекты, одно из важнейших направлений современных медицины и биологии.

В настоящее время весьма перспективны для разработки новых биопрепаратов продукты, представляющие собой ассоциаты микробных клеток и наночастиц [1, 2]. Подобные ассоциаты не представляется возможным рассматривать как типичные продукты иммобилизации микробных клеток на стандартном неорганическом носителе, так как размеры наноматрицы сопоставимы с размерами микробной клетки (табл. 1, 2)

В отличие от процесса иммобилизации, фиксирующей природные объекты на поверхности носителя, в случае использования наночастиц реализуется полевое воздействие поверхности наночастицы и биообъекта в единый комплекс (рис. 1) [3].

В качестве наноматрицы в ассоциатах такого рода рассматривают наночастицы кремния, углеродные наноматериалы и другие объекты. Особенно велик интерес к ассоциации микроорганизмов и углеродных наноматериалов в связи с возможностью включения углеродного компонента в биогеохимический цикл. В качестве наноуглеродной компоненты рассматриваются различные аллотропные формы наноуглерода: нанотрубки, фуллерены, наноалмазы детонационного синтеза, оксид графена, графен.

Таблица 1. **Размеры клеток микроорганизмов**

Бактерии	Размеры бактерий, мкм	
	длина	ширина
Micrococcus sp.	0,8	0,8
Lactococcus lactis	0,8–1,2	0,5–0,8
Lactobacillus acidophilus	1,5–6,0	0,6–0,9
Escherichia coli	1,0–3,0	0,5–0,8
Lactobacterium casei	2,0–6,0	0,7–0,9
Bacillus subtilis	1,2–3,0	0,8–1,2
Bacillus mesentericus	3,0–10,0	0,75–1,00
Micobacterium tuberculosis	1,5–3,5	0,3–0,5
Bacillus melitensis	0,5–1,5	0,4–0,6

Таблица 2. **Размеры наночастиц, ассоциируемых с микробными клетками**

Наноматериал	Размеры частиц, нм
Фуллерен C_{60}	0,7
Однослойные нанотрубки	Диаметр – 1, длина до 1000
Многослойные нанотрубки	Расстояние между слоями 0,34, длина до 1000 и более
Графен	Толщина – один атом углерода при линейном размере листа до 10 мкм

В отличие от обычной иммобилизации микробных клеток на различных носителях, при ассоциации клеток с нанообъектами в качестве матрицы можно рассматривать не наночастицу, а микробную клетку, на поверхности которой сорбирован наноматериал. То есть, ассоциат в данном случае сформирован на клеточной живой матрице [3] (рис. 1.)



Рис. 1. Агглютинация Pseudomonas aeruginosa в суспензии нанокремнезема (увеличение 20000 раз)

Создание ассоциатов клеток микроорганизмов и углеродных наноматериалов позволяет создать биопрепарат в удобной для применения форме, легко вносимый в различные среды и обеспечивающий высокую локальную концентрацию микроорганизмов при внесении.

Разработка технологии производства биопрепаратов на основе штаммов микроорганизмов состоит из ряда этапов и требует решения целого ряда задач:

– подобрать наноматериал,

эффективно связывающийся с клеточной стенкой микроорганизмов данного типа и обеспечивающий при этом высокую выживаемость культуры, разработать технологию его производства;

- подобрать и оптимизировать питательные среды и физико-химические условия культивирования;
- разработать технологию получения конечной препаративной формы, качество которой в значительной степени определяет длительность хранения и целевую биологическую активность биопрепарата.

Представляет интерес создание ассоциатов углеродных наноматериалов с различными полезными микроорганизмами, принадлежащими к различным физиолого-биохимическим группам. К ним относятся энтомопатогенные микроорганизмы, микробы-антагонисты фитопатогенных грибов и бактерий – возбудителей болезней растений, продуценты БАВ, нефтеокисляющие микроорганизмы и т.д. Успешное создание ассоциатов указанных групп микроорганизмов с углеродными наноматериалами позволит создать биопрепараты, востребованные в технологиях защиты и стимуляции роста растений, эффективной рекультивации территорий, прежде всего в районах нефте- и газодобычи.

Особый интерес в качестве неорганического компонента микробных ассоциатов представляет графен, что должно обеспечить высокую степень ассоциации с микробными клетками, так как площадь поверхности графенового листа достаточно велика.

Однако в настоящее время доступность графена крайне низка, а цена является чрезвычайно высокой. Поэтому одной из задач являлась разработка получения графена из доступного сырья с возможностью последующего масштабирования.

Нами был разработан метод получения графеноподобного материала, основанный на последовательных процессах деструкции органических соединений, имеющих в структуре шестичленные циклы, под влиянием внешних воздействий и самоорганизации продуктов деструкции с формированием новых углеродных структур. Характерным примером такого процесса является детонационный синтез, используемый для получения 3D углеродных структур – детонационных наноалмазов [4].

Предложенный нами метод карбонизации природных биополимеров основан на воздействие экстремально высоких локальных температур, генерируемых в процессе самораспространяющегося высокотемператургорного синтеза (СВС-синтеза) [5]. СВС-синтез представляет собой процесс перемещения волны сильной экзотермической реакции по смеси реагентов (окислителя и горючего), в котором тепловыделение локализовано в слое и передается от слоя к слою путем теплопередачи.

Преимуществами процесса СВС является простота аппаратурного оформления метода, высокие скорости синтеза, возможность проведения синтеза без постоянного подвода энергии от внешних источников питания, возможность проведения синтеза в любой атмосфере или в вакууме, отсутствие принципиальных масштабных ограничений.

Идентичность материала, полученного методом СВС-синтеза, и графена, синтезированного традиционным методом, подтверждена необходимым комплексом физико-химических исследований.

Электронные микрофотографии полученного порошка представлены на рис. 2. Как можно заключить из данных рис. 2, полученные частицы представляют собой объемно-плоскостные «чешуйчатые» частицы. Такой вид частиц характерен для 2*D* графеновых структур – *GNP* (например, [6]).

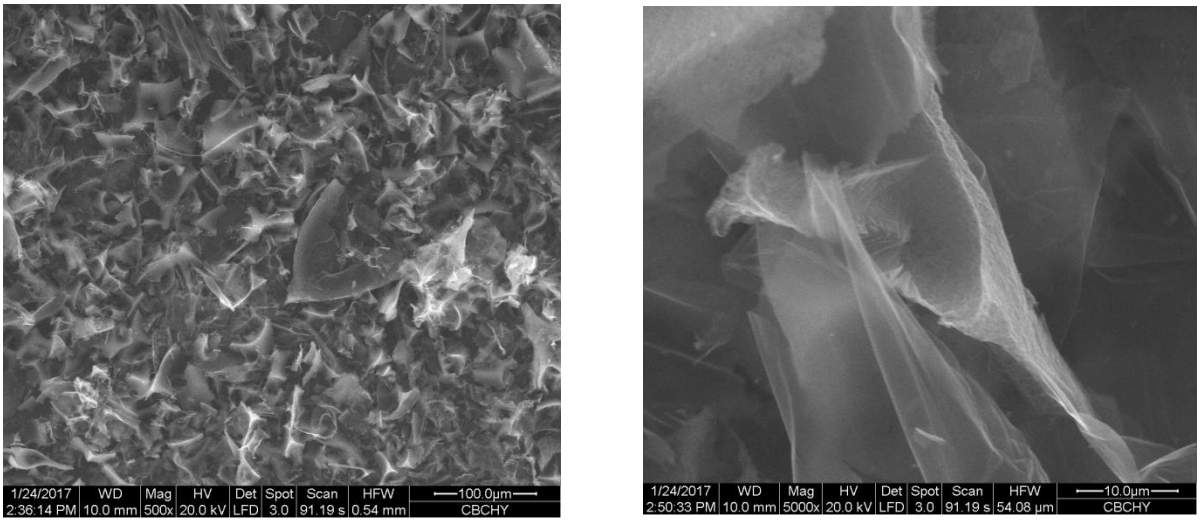


Рис. 2. Микрофотографии карбонизированного крахмала при разном увеличении

Для уточнения природы полученного нами продукта были проведены спектроскопические исследования. Считается, что наиболее достоверную информацию о структуре углеродных структур можно получить из данных Рамановской спектроскопии. Общий вид кривой как по виду, так и по соответствующим максимумам пиков частотам (G пик – 1500–1630 $см^{-1}$; D пик – 1355 $см^{-1}$), отвечает 2*D*-графеновым структурам. Косвенные выводы о количестве графеновых слоев в полученных нами порошках *GNP* можно сделать из сопоставления вида так называемой 2*D* (2700 $см^{-1}$) полосы с литературными данными [7]. Сопоставление этих данных позволяет заключить, что в наших экспериментах среднее число графеновых слоев порошка *GNP* составляет 2–5.

Для выяснения жизнеспособности клеток микроорганизмов в присутствии наноматериала использовали следующие критерии:

- если количество КОЕ/мл тест-штаммов в средах с испытуемым наноматериалом и в средах без него достоверно не отличается, то делается вывод об отсутствии влияния добавок на жизнеспособность культуры *in vitro*;
- в случае достоверного превышения КОЕ/мл тест-штаммов в средах с испытуемым материалом и в средах без него не менее, чем на один логарифмический порядок, делается вывод о стимулирующем действии данного наноматериала в модели *in vitro*;
- в случае достоверного уменьшения КОЕ/мл тест-штаммов в средах с испытуемым наноматериалом и в средах без него не менее, чем на один логарифмический порядок, делается вывод об ингибирующем действии данного материала на рост микроорганизмов *in vitro.*

Полученные результаты (табл. 3) свидетельствуют о том, что клетки микроорганизмов способны адсорбировать наноуглерод с сохранением жизнеспособности. Как видно из табл. 3, наибольшую жизнеспособность проявили следующие штаммы: *Streptomyces loidensis* (продуцент инсектоакарицидных БАВ), *Streptomyces imbricatus* (антагонист фитопатогенных грибов), *Bacillus subtilis* (антагонист фитопатогенных грибов), *Bacillus thuringiensis (H5)* и *Paenibacillus polymyxa* (нефтедеструктор), для которых различия титров КОЕ/мл в средах с

добавками графена и без него различаются менее, чем на одну логарифмическую единицу. Для тестирования были взяты образцы наноуглерода непосредственно после проведения карбонизации методом СВС и после дополнительной очистки.

Таблица 3. **Влияние графеноподобного наноуглерода разной степени очистки на жизнеспособность микроорганизмов**

Вид микроорганизма	Целевая активность культуры	Титр жизнеспособных клеток (КОЕ/мл)			
		GNP, содержащий примесь 2% мас оксида графена		Очищенный *GNP*	
		исходный	через 5 суток	исходный	через 5 суток
Burkhordelia cariophylli	нефтедеструктор	$2 \cdot 10^{10}$	$2 \cdot 10^{7}$	$1{,}2 \cdot 10^{11}$	$1 \cdot 10^{10}$
Rhodococcus zopfii	нефтедеструктор	$1{,}2 \cdot 10^{10}$	$4{,}6 \cdot 10^{8}$	$3 \cdot 10^{11}$	$1 \cdot 10^{10}$
Streptomyces imbricatus	антагонист фитопатогенных грибов	$6 \cdot 10^{8}$	$1{,}5 \cdot 10^{8}$	$2 \cdot 10^{11}$	$1 \cdot 10^{10}$
Streptomyces loidensis	продуцент инсектоакарицидных БАВ	$3 \cdot 10^{10}$	$2{,}2 \cdot 10^{10}$	$5 \cdot 10^{11}$	$8 \cdot 10^{10}$
Trichoderma viride	антагонист фитопатогенных грибов	не определяли	не определяли	10^{10}	10^{9}
Bacillus subtilis	антагонист фитопатогенных грибов	$4 \cdot 10^{10}$	$1{,}6 \cdot 10^{10}$	$1 \cdot 10^{11}$	$3 \cdot 10^{10}$
Bacillus thuringiensis (H1)	энтомопатоген	$4 \cdot 10^{10}$	$3 \cdot 10^{7}$	$2 \cdot 10^{11}$	$4 \cdot 10^{10}$
Bacillus thuringiensis (H5)	энтомопатоген	$5 \cdot 10^{10}$	$9 \cdot 10^{10}$	$1{,}6 \cdot 10^{11}$	$3 \cdot 10^{10}$
Paenibacillus polymyxa	нефтедеструктор	не определяли	не определяли	$1{,}2 \cdot 10^{11}$	$6 \cdot 10^{10}$
Xantomonas sp.	нефтедеструктор	не определяли	не определяли	$1{,}5 \cdot 10^{11}$	$3 \cdot 10^{10}$
Pseudomonas fluorescens	нефтедеструктор	$2 \cdot 10^{11}$	$9{,}6 \cdot 10^{10}$	$4{,}8 \cdot 10^{11}$	$9 \cdot 10^{10}$

Следует отметить, что комбинирование клеток микроорганизмов с очищенным наноуглеродом в большей степени способствует сохранению жизнеспособности клеток: титры клеток были выше как сразу после ассоциации с наноуглеродным материалом, так и спустя 5 суток хранения образцов. Очевидно, что примеси, присутствующие в образце непосредственно после синтеза, проявляют выраженный цитотоксический эффект.

Высокая степень выживаемости микроорганизмов в ассоциации с углеродными наноматериалами делает перспективными исследования по созданию комбинированных биопрепаратов, востребованных для защиты растений и решения экологических проблем при разливах нефтепродуктов.

Экспериментальная часть

Материалы. В качестве исходного сырья использовали технический крахмал марки «*Perfectamyl*» фирмы «*AVEBE*».

В работе использовали отселектированные штаммы микроорганизмов, принадлежащие к разным таксономическим и физиолого-биохимическим группам, из «Государственной коллекции микроорганизмов, патогенных для растений и их вредителей» Центра коллективного пользования научным оборудованием «Инновационные технологии защиты растений» ФГБНУ ВИЗР ФАНО», перспективные для разработки препаративных форм с разной целевой активностью.

Получение GNP. Схема установки для карбонизации биополимеров по механизму СВС представлена на рис. 3.

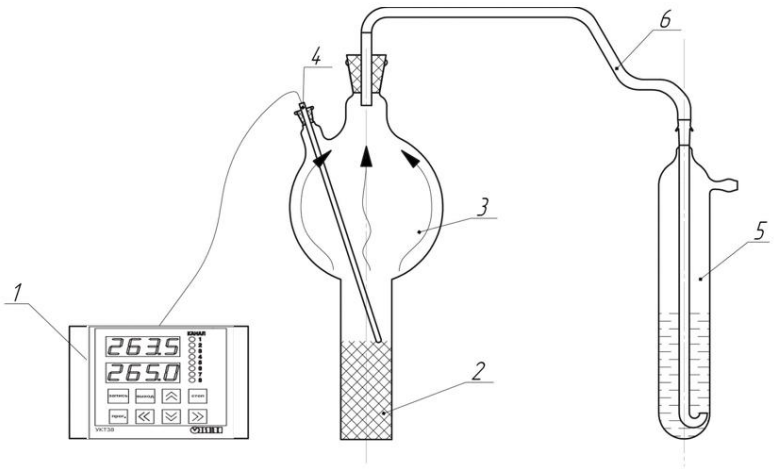


Рис. 2. Схема установки карбонизации

Реактор условно разделен на две зоны: зону реакции (2), и зону расширения газов (3). В зоне (3) скорость выделяющихся при реакции газообразных продуктов реакции резко снижается, что предотвращает унос синтезируемых частиц потоком. Реактор соединен с ловушкой (5) фторопластовой трубкой (6). Температура начала реакции фиксируется по показаниям термопары (4) прибором (1).

Синтез проводили в такой последовательности. Порошки крахмала и нитрата аммония, взятые в соотношении 1:1, механически перемешивали. Далее подготовленную смесь порошков диспергировали в шаровой мельнице до получения однородной смеси.

Полученную смесь загружали в стеклянный реактор, объем которого продували током сухого аргона в течение 5 минут. Для инициации процесса СВС, нижнюю часть стакана опускали в емкость со сплавом Вуда, предварительно нагретого до 200 °С. О старте/окончании реакции судили по началу/окончанию интенсивного газовыделения в ловушке (5).

Методы культивирования микроорганизмов. Маточные культуры микроорганизмов выращивали в пробирках на косяках СПА и среды Чапека при температуре 28–30 °С в течение 7–10 дней, а затем хранили при +4 °С. Глубинное культивирование штаммов микроорганизмов проводили в колбах Эрленмейера объемом 0,75 л с 200 мл среды на роторной качалке (230 об/мин) при температуре 28–30 °С в течение 3–5 суток в зависимости от биологических особенностей культур. Для культивации микроорганизмов были использованы среды, оптимизированные по составу для соответствующих культур.

Комбинирование наноуглерода и микроорганизмов. В стерильную чашку Петри помещали 1 г наноуглерода. К нему постепенно добавляли 1 мл культуральной жидкости штаммов при постоянном перемешивании. После полного поглощения наноуглеродом культуральной жидкости перемешивание прекращали. Чашку Петри закрывали и оставляли при комнатной температуре на 5 суток.

Метод серийных разведений. Для исследования жизнеспособности клеток штаммов микроорганизмов, комбинированных с наноуглеродом, использовали метод десятичных разведений. Для этого 1 г образца помещали в 100 мл стерильной воды и тщательно перемешивали. Разведение (или концентрация) препарата в приготовленной суспензии составляет 0,01 г/см^3. Из него путем последовательных разведений готовили суспензии 10^{-4}, 10^{-6}, 10^{-8}, 10^{-9}. Полученную суспензию объемом 0,1 мл высевали на СПА для штаммов бактерий или агаризованную среду Чапека для штамма *T. asperellum*. Чашки Петри помещали в термостат при 28–30 °С на 2–3 суток до образования различимых колоний. Количество колоний, выросших в 5 чашках Петри (общая сумма – $\Sigma_{5ЧП}$), соответствует числу жизнеспособных спор, содержащихся в 1 мл суспензии данного последнего разведения (0,2 мл ×5). Дальнейший подсчёт количества жизнеспособных спор в препарате ($Т_{пр}$) осуществляется по формуле:

Титр жизнеспособных клеток (КОЕ/г) в образцах вычисляли для каждого из испытуемых разведений по формуле:

$$M = a \times 10^n / V$$

где M – количество клеток в 1 мл; a – среднее количество колоний при высеве из данного разведения; V – объем суспензии в мл, взятой для посева; 10 – коэффициент разведения; n – порядковый номер разведения. За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Выводы

1. Разработан способ получения близкого аналога графена из крахмала методом СВС-синтеза.

2. Показана способность полученного материала образовывать ассоциаты с широким кругом микроорганизмов при сохранении последними высокой степени жизнеспособности.

3. Полученные результаты могут служить основой создания биопрепаратов на базе микробных ассоциатов с наноуглеродными материалами для нужд сельского хозяйства и решения экологических проблем в районах нефтедобычи.

У статті запропоновано метод отримання графеноподібного матеріалу методом високотемпературного синтезу і вивчено вплив отриманого матеріалу на широкий спектр мікроорганімов. Отримані результати показують перспективи застосування отриманого матеріалу в створенні біопрепаратів.

***Ключові слова**: графен; графеноподібний матеріал; наночастинки; мікробні наногібриди.*

I. V. Shugalei, I. I. Novikova, I. V. Boikova, A. Yu. Neverovskaya, A. A. Voznyakovskii, A. P. Voznyakovskii

PROSPECTS FOR USING GRAPHENE-LIKE MATERIAL OBTAINED BY STARCH CARBONIZATION TO CREATE COMBINED MICROBIAL PREPARATIONS

In the article the method of graphene-like nanomaterial production is proposed. The produced material effects upon different microorganisms were tested and low cytotoxicity of the material was shown. These tests elucidate good perspectives for produced graphene-like material in creation of different biopreparations.

***Key words**: graphene; graphene like material; nanoparticles; microbial nanohybrids;*

Литература

1. Byun J. Emerging Frontiers of Graphene in Biomedicine // J. Microbiol. Biotechnol. – 2015. – 25. – N 2. – P. 145–151.
2. Shen H., Zhang L., Liu M., Zhang Zh. Biomedical Applications of Graphene // Theranostics. – 2012. – 2. – 3. – P. 283–294.
3. Hotze E. M., Phenrat T., Lowry G. V. Nanoparticle Aggregation: Challenges to Understanding Transport and Reactivity in the Environment // J. Environmental Quality. – 2010. – 39. – P. 1909–1924.
4. Dolmatov V. Yu. On the mechanism of detonation nanodiamond synthesis // J. Superhard Materials. – 2008. – 30. – N 4. – P. 233–240.
5. Merzhanov A. G. History and Recent Developments in SHS // Ceramics International. – 1995. – 21. – P. 371–379.
6. Graphene oxide and reduced graphene oxide studied by the XRD, TEM and electron spectroscopy methods / Stobinski B., Lesiak A., Malolepszy M. Et al. //Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena. – 2014. – 195. – P. 145–154.
7. Raman Spectrum of Graphene and Graphene Layers / Ferrari A. C., Meyer J. C., Scardaci V. et al. // Physical review letters. – 2006. – 97. – P. 187401-1–187401-4.
8. Nel A., Xia T., Madler L., Li N. Toxic Potential of Materials at the Nanolevel // Science. – 2006. – 311. – P. 622–627.

Поступила 25.04.18

References

1. Byun J. Emerging Frontiers of Graphene in Biomedicine (2015). *J. Microbiol. Biotechnol, Vol. 25, 2,* 145–151.
2. Shen H., Zhang L., Liu M., & Zhang Zh. (2012). Biomedical Applications of Graphene. *Theranostics, Vol. 2, 3,* 283–294.

3. Hotze E. M., Phenrat T., & Lowry G. V. (2010). Nanoparticle Aggregation: Challenges to Understanding Transport and Reactivity in the Environment. *J. Environmental Quality, 39,* 1909–1924.
4. Dolmatov V. Yu. On the mechanism of detonation nanodiamond synthesis (2008). *J. Superhard Materials, Vol. 30, 4,* 233–240.
5. Merzhanov A. G. (1995). History and Recent Developments in SHS, *Ceramics International Vol. 21,* 371–379
6. Stobinski B., Lesiak A., Malolepszy M. Et al. (2014). Graphene oxide and reduced graphene oxide studied by the XRD, TEM and electron spectroscopy methods. *J. Electron Spectroscopy and Related Phenomena, 195,* 145–154.
7. Ferrari A. C., Meyer J. C., Scardaci V. et al. (2006). Raman Spectrum of Graphene and Graphene Layers, *Physical review letters, 97,* 187401-1–187401-4.
8. Nel A., Xia T., Madler L., & Li N. (2006). Toxic Potential of Materials at the Nanolevel, *Science, 311,* 622–627.

УДК 620.22-419:621.921.34:661.657.5

В. Г. Полторацкий, канд. техн. наук[1]; **А. А. Бочечка**, д-р техн. наук[1];
О. В. Лещенко[1]; **В. И. Лавриненко**, д-р техн. наук[1];
Р. Вайшнорас, д-р ф.-м. наук[2]

[1]Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины
04074, Киев, ул. Автозаводская, 2, e-mail: vg.poltoratsky@gmail.com; olesh@ism.kiev.ua
[2]Lithuanian University of Educational Sciences Lithuania, LT08106, Vilnius, Studentu st., 39, e-mail: vaisnorasr@yahoo.com

СРАВНИТЕЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ СВОЙСТВ УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБОК И УГЛЕРОДНЫХ НИТЕВИДНЫХ КРИСТАЛЛОВ

Исследованы физико-химические и технологические свойства углеродных нанотрубок (УНТ) и углеродных нитевидных кристаллов (УНК). Определены следующие характеристики: насыпная плотность, насыпной объём, относительная плотность, относительный объём, пористость, удельная поверхность, сыпучесть, угол откоса, адсорбционная способность. Приведены результаты испытаний шлифовального инструмента из материалов с УНТ и УНК.

***Ключевые слова**: углеродные нанотрубки, углеродные нитевидные кристаллы, физико-химические свойства, технологические свойства дисперсных материалов, насыпная плотность, насыпной объём, сыпучесть, пористость, удельная поверхность, адсорбционная способность.*

Введение

Развитие современных технологий, связанных с получением и использованием углеродных наноматериалов, приводит к кардинальным изменениям во многих направлениях науки и техники, особенно материаловедения, например, к созданию как композиционных

порошковых материалов инструментального назначения [1–3], так и объёмных высокопористых структур для накопления водорода [4–6].

Сверхмалые размеры, необычная структура и, как следствие, уникальные физико-механические, химические и электронные свойства углеродных нанотрубок (УНТ) и углеродных нитевидных кристаллов (УНК) открывают перед ними широкие возможности внедрения в реальное производство.

Углеродные нанотрубки, как и нитевидные кристаллы, являются материалом с рекордно высокими значениями модуля Юнга (≈ 1 ТПа), что обусловлено совершенством структуры и сильной химической связью между атомами углерода, составляющими нанотрубку или нанокристалл. Высокие прочностные свойства УНТ/УНК представляют значительный интерес с точки зрения новых материалов и объектов, обладающих высокими механическими свойствами. Существуют технологии получения сверхпрочных волокон, пряжи и тканей из углеродных нанотрубок, нанокристаллов и нановолокон (УНВ). Такие изделия по своим механическим характеристикам находятся вне конкуренции среди подобных материалов [7, 8].

В настоящее время усилия многих исследователей направлены на получение сверхтвердых композитных материалов, в состав которых введены УНТ/УНК. При этом проблемой является создание сопряжения поверхности основного материала и УНТ/УНК так, чтобы на стыке раздела создавалась химическая связь между сопрягаемыми атомами [7]. Такие материалы, сочетающие твердость алмаза и кубического нитрида бора (cBN) с хорошей электропроводностью, высокой прочностью и упругостью УНТ/УНК, являются уникальными для решения многих проблем материаловедения, в частности инструментального [9, 10].

УНТ/УНК и УНВ являются необычайно прочными структурами. Модуль упругости бездефектных УНТ на порядок превышает модуль упругости высоколегированных сталей. Для УНВ высокие значения модуля упругости наблюдаются в том случае, когда гексагональная сетка графита направлена вдоль продольной оси нановолокна. Известно, что упругая деформация макроскопических твердых тел не превышает 0,01…0,1 %. Упругая деформация УНТ достигает 10–15 %. Необычайно высокие механические свойства позволяют создавать композиционные материалы на основе сверхтвердых материалов (алмаз, кубический нитрид бора). Так, например, введение УНТ/УНК в композит приводит к повышению рассеяния тепловой энергии при циклических переменных нагрузках.

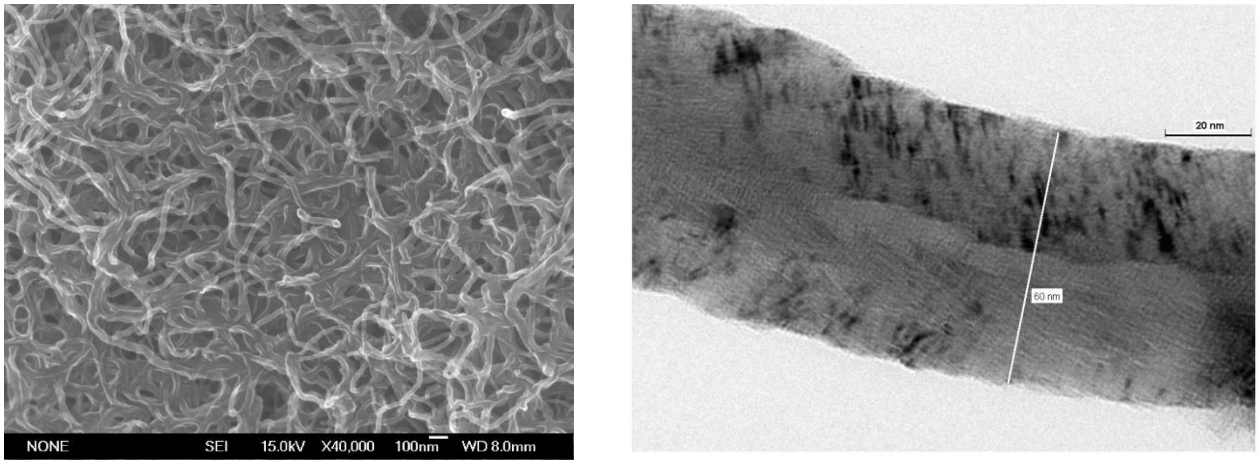
УНТ/УНК могут также использоваться для упрочнения металлов, сплавов и усиления жаропрочности металлов, имеющих хорошую теплопроводность (Cu, Ni). УНТ/УНК выдерживают воздействие высоких температур (до 1500 К), что делает их весьма перспективными материалами-компонентами для создания жаропрочных композитов и металлических связок шлифовального инструмента [7, 11–14].

Цель данной работы – исследование физико-химических и технологических свойств углеродных нанотрубок и углеродных нитевидных кристаллов для их применения в инструментальном материаловедении и в технологических процессах аккумулирования водорода.

Материалы, оборудование, методы исследования

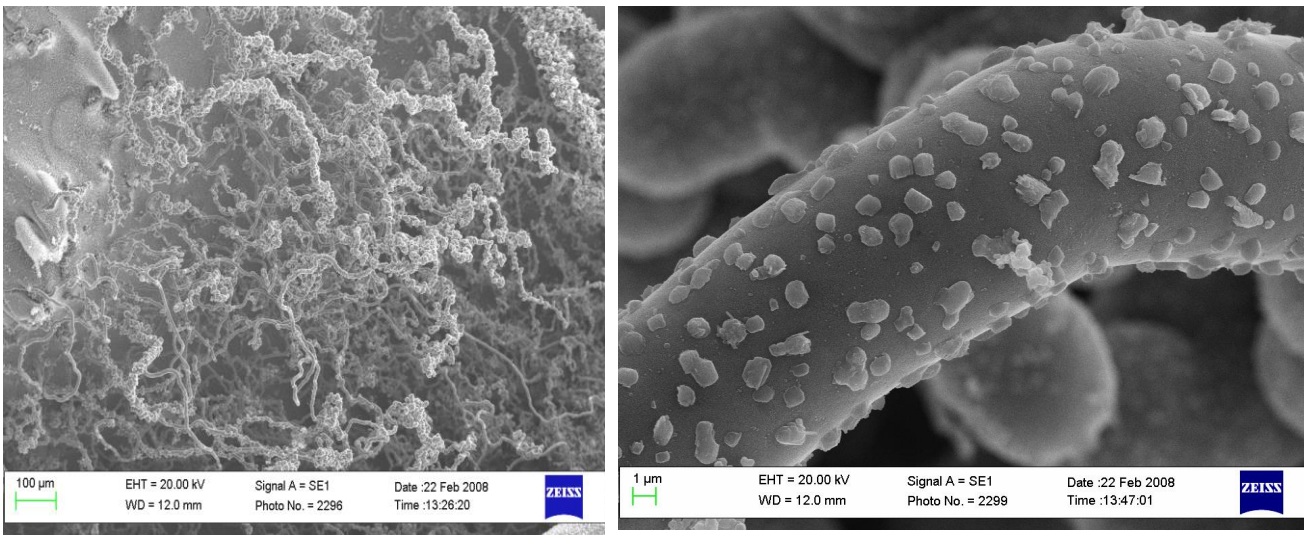
Были определены следующие технологические и физико-химические характеристики углеродных нанотрубок (УНТ) производства NanoGroup Co. (Czech Republic), полученных методом газофазного каталитического осаждения углеводородов на NiO/MgO катализаторе

(каталитический CVD-пиролиз) (рис. 1) [15–17], и углеродных нитевидных кристаллов (УНК) (рис. 2) [18, 19], образовавшихся методом физико-химического синтеза на Mo катализаторе в реакторе установки физико-химического синтеза (ИСМ НАНУ) (рис. 3): насыпная плотность при свободной засыпке и с уплотнением, насыпной объём, относительная плотность, относительный объём, пористость, сыпучесть, угол откоса; удельная поверхность.



а *б*

Рис. 1. УНТ (Ø 20–80 нм, l > 2 μm [15, 16]) производства NanoGroup Co. (Czech Republic), полученные методом газофазного каталитического осаждения углеводородов на NiO/MgO катализаторе (каталитический CVD-пиролиз): а – общий вид УНТ, б – отдельная УНТ



а *б*

Рис. 2. УНК (Ø 400–500 нм, l = 10–30 μm [19]), образовавшиеся методом физико-химического синтеза на Mo катализаторе в реакторе установки физико-химического синтеза (ИСМ НАН Украины): а – общий вид УНТ, б – отдельная УНТ

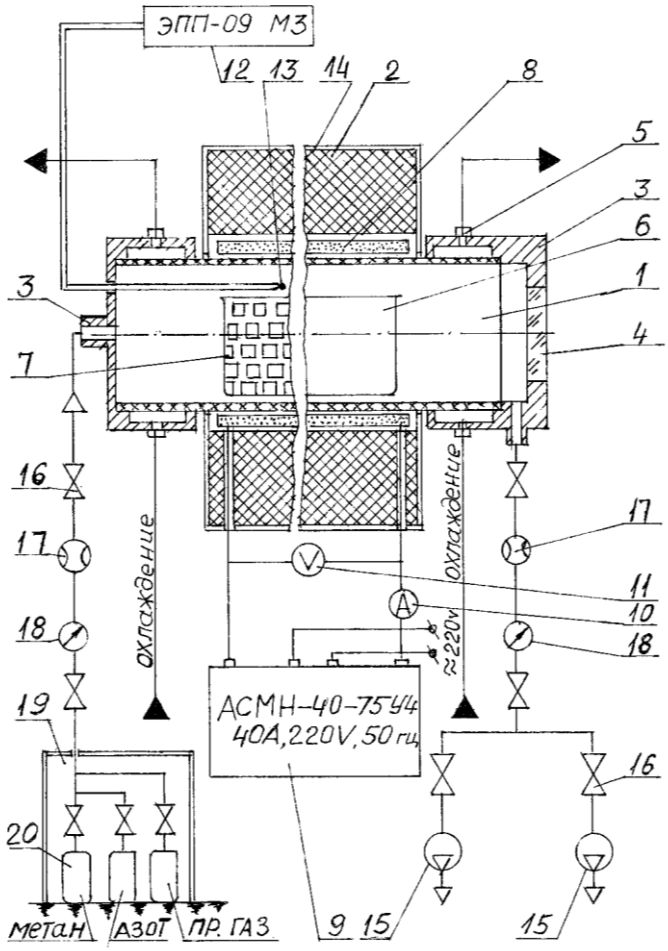


Рис. 3. Схема установки физико-химического синтеза для получения углеродных нитевидных кристаллов: 1 – реактор, 2 – изоляционный материал кожуха, 3 – охлаждающие фланцы, 4 – смотровое окно из жаропрочного стекла, 5 – подвод и отвод охлаждения реактора, 6 – камера для получения УНК, 7 – затравочный катализатор (Mo), 8 – силитовые нагреватели, 9 – автотрансформатор, 10 – амперметр, 11 – вольтметр, 12 – прибор для измерения температуры в реакторе, 13 – термопара (Pt–Rh), 14 – кожух нагревателя, 15 – вакуумные насосы, 16 – вентили, 17 – приборы для измерения вакуума и давления в реакторе, 18 – приборы для измерения расхода газа, 19 – короб для баллонов, 20 – баллоны с газом

Также были изучены термодесорбционные свойства и измерен электрокинетический потенциал УНТ и УНК. Съёмка термодесорбционных спектров происходила с помощью масс-спектрометра МИ 1201 в интервале температур 20–600ºС со скоростью нагрева 30 град./мин. при вакууме 10–6 Па [20]. Электрокинетический потенциал измерялся методом электрофореза с помощью прибора *Zeta Potential Analyzer* производства *Micromeritics Instrument Corp*. (США) [21].

Насыпная плотность

Насыпная плотность, $\gamma_{н.}$, – масса единицы объёма в рыхло-насыпном состоянии – одна из важнейших технологических и качественных характеристик мелкозернистых дисперсных материалов. Насыпная плотность дисперсного материала зависит от размеров частиц, формы и типа укладки частиц, между которыми имеются незаполненные пустоты. Если частицы дисперсного материала имеют развитую поверхность, а их форма далека от идеальной (сферической), то пористость такого дисперсного материала, по сравнению с однородным, значительно снижена, и, следовательно, насыпная плотность материала при прочих равных условиях будет больше.

Неправильная форма частиц, наличие сил трения и ряд других факторов увеличивают фактический объём свободного пространства, а наличие частиц различного размера и формы уменьшает этот объём, так как между крупными частицами размещаются мелкие.

Для определения насыпной плотности углеродных нанотрубок и углеродных нитевидных кристаллов использовались волюмометры двух типов: при свободной засыпке (рис. 4) и с уплотнением (рис. 5).

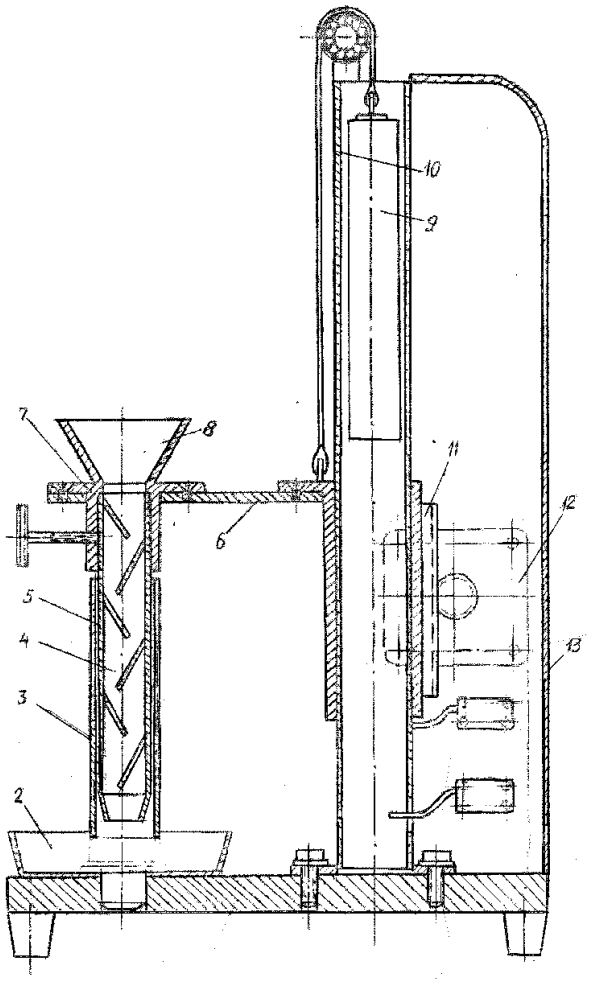


Рис. 4. Схема прибора конструкции ИСМ для определения насыпной плотности дисперсных материалов при свободной засыпке: 1 – подставка, 2 – чашка, 3 – мерный цилиндр, 4 – наклонные перегородки трубки, 5 – трубка, 6 – плита, 7 – втулка, 8 – воронка, 9 – груз, 10 – стойка, 11 – зубчато-реечная передача, 12 – электродвигатель РД-9, 13 – микропереключатели

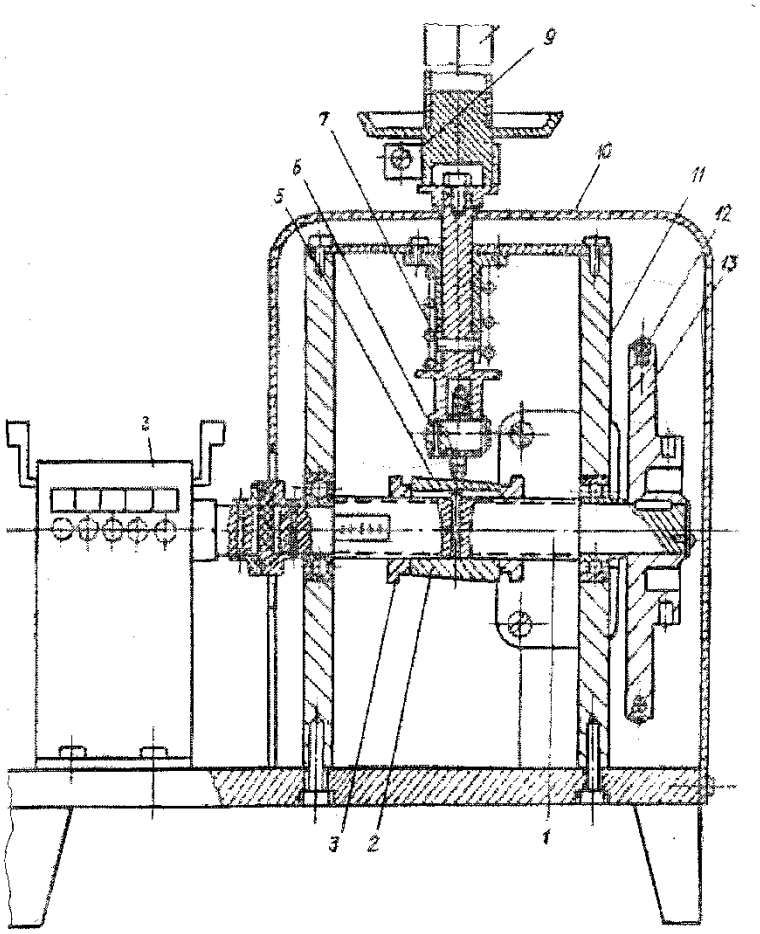


Рис. 5. Схема прибора конструкции ИСМ для определения насыпной плотности дисперсных материалов с уплотнением: 1 – вал, 2 – эксцентрик, 3 – гайки, 4 – счетчик числа оборотов, 5 – штифт, 6 – ролик, 7 – подпружиненный шток, 8 – мерный цилиндр, 9 – клеммы, 10 – кожух, 11 – стойки, 12 – ремень, 13 – шкив

Насыпная плотность дисперсного материала определяется по формуле:

$$\gamma_н = m / V, \qquad (1)$$

где m – масса навески, г; V – объём, занимаемый навеской, см^3.

Насыпную плотность дисперсного материала при свободной засыпке можно определить двумя способами:

1) Емкость определенного объёма и массы полностью заполняем материалом, избыток осторожно сдвигаем шпателем, после чего определяем массу заполненной ёмкости (с навеской) и определяем массу дисперсного материала;

2) Навеска материала определенной массы, ссыпаясь по наклонным перегородкам, засыпается в мерный цилиндр (рис. 4). По шкале, нанесенной на цилиндр, определяется объём. При этом мерный цилиндр взвешивается и устанавливается в подставку прибора. После включения тумблера трубка возвращается в исходное (нижнее) положение. Затем

материал полностью засыпается в воронку, и тумблер переключается в верхнее положение. Трубка поднимается, и материал, ссыпаясь по ее наклонным перегородкам, поступает в мерный цилиндр до его заполнения. Такой способ засыпки материала обеспечивает равномерную скорость его движения и отсутствие заметного уплотнения. После полного выдвижения трубки мерный цилиндр извлекается, поверхность материала в нем разравнивается, после чего цилиндр, заполненный материалом, взвешивается с точностью до 0,01 г.

Насыпная плотность дисперсного материала с уплотнением определяется следующим образом: при снятом кожухе переброской ремня выбираем необходимую скорость вращения вала, с помощью регулировки гаек устанавливаем ход штока, затем кожух крепим к станине (рис. 5). При нажатии на правый рычаг счетчика с помощью кнопок устанавливается число циклов работы прибора, после чего нажатием левого рычага показания счетчика сбрасываются. В предварительно взвешенный мерный цилиндр засыпается навеска материала необходимой массы. Цилиндр устанавливают на подставку, затем прибор включают. В ходе процесса материал добавляют до заполнения цилиндра. Испытания проводятся при скорости вращения вала с эксцентриком 1000 об./мин. в течение 250 циклов встряхивания. Привод автоматически отключается после отработки обусловленного количества циклов встряхивания. Цилиндр извлекается из клеммы и взвешивается с точностью до 0,01 г.

Измерение насыпной плотности УНТ – при свободной засыпке, $\gamma_{н.св.}$, и с уплотнением, $\gamma_{н.уп.}$, – проводилось с применением двух мерных цилиндров разного объёма: 0,69 см^3 (Ø 0,5 см, h = 3,5 см) и 8,85 см^3 (Ø 2,35 см, h = 2,04 см).

Масса навески УНТ при свободной засыпке в цилиндре объёма 0,69 см^3, $m_{1св.}$, составила 0,16 г. Масса навески УНТ с уплотнением в цилиндре такого же объёма (0,69 см^3), $m_{1уп.}$, – 0,20 г.

Масса навески УНТ – при свободной засыпке, $m_{2св.}$, и с уплотнением, $m_{2уп.}$, – в цилиндре объёма 8,80 см^3 составила, соответственно, 2,10 г и 2,50 г.

Определяем по формуле (1) насыпную плотность УНТ при свободной засыпке материала в мерные цилиндры:

$$\gamma_{1н.св.} = m_{1св.} / V_1 = 0{,}16 / 0{,}69 = 0{,}23,$$

$$\gamma_{2н.св.} = m_{2св.} / V_2 = 2{,}10 / 8{,}85 = 0{,}24.$$

Соответственно, насыпная плотность УНТ с уплотнением:

$$\gamma_{1уп.} = m_{1уп.} / V_1 = 0{,}20 / 0{,}69 = 0{,}29,$$

$$\gamma_{2уп.} = m_{2уп.} / V_2 = 2{,}50 / 8{,}85 = 0{,}28.$$

Было проведено по 5 экспериментов для определения насыпной плотности УНТ – при свободной засыпке и с уплотнением – с применением двух мерных цилиндров. По результатам 5 определений вычислялось среднее значение насыпной плотности УНТ, принятое в качестве основного результата (табл. 1).

Таблица 1. **Среднее значение насыпной плотности УНТ – при свободной засыпке и с уплотнением – по результатам 5 измерений с использованием двух мерных цилиндров**

Объём цилиндра волюмометра, V, см^3	Вид засыпки	Насыпная плотность УНТ, γ, г/см^3					
		Эксперимент					Среднее значение
		1	2	3	4	5	
V_1 = 0,69	свободная	0,23	0,22	0,24	0,23	0,24	0,23
	с уплотн.	0,29	0,28	0,30	0,29	0,31	0,29
V_2 = 8,85	свободная	0,24	0,23	0,23	0,23	0,24	0,23
	с уплотн.	0,28	0,29	0,30	0,29	0,30	0,29

Из данных табл. 1 следует, что средние значения насыпной плотности хорошо совпадают, поэтому принимаем:

$$\gamma_{\text{сред.св.}} = 0{,}23\,,$$

$$\gamma_{\text{сред.уп.}} = 0{,}29\,.$$

Пористость

Одной из структурно-физических характеристик дисперсных углеродных материалов является пористость, ε, %. В зависимости от пористости и массы образца материала (УНТ/УНК) протекание разреженного газа сквозь образец происходит с разной скоростью (разное сопротивление потоку). Численно пористость равна отношению суммарного объёма пор к общему объёму, занимаемого материалом, – в процентах.

Пористость УНТ определяется по формуле:

$$\boldsymbol{\varepsilon = \left(1 - \frac{\gamma_н}{\rho_T}\right) \cdot 100\%}\,, \qquad (2)$$

где ρ_T – плотность твердого сплошного тела (например, стенок УНТ), которую мы принимаем равной 2,2 г/см^3 [16].

Пористость УНТ при свободной засыпке и с уплотнением:

$$\boldsymbol{\varepsilon_{св.} = \left(1 - \frac{0{,}23}{2{,}2}\right) \cdot 100\% = 89{,}54}\,,$$

$$\boldsymbol{\varepsilon_{уп.} = \left(1 - \frac{0{,}29}{2{,}2}\right) \cdot 100\% = 86{,}82}\,.$$

Насыпной объём

Насыпной объём, $V_{н.}$, см^3 – величина, обратная насыпной плотности, – определяется по формуле:

$$\boldsymbol{V_{н.} = \frac{1}{\gamma_{н.}}}\,, \qquad (3)$$

т. е., подставляя значения насыпной плотности УНТ, получаем:

$$V_{\text{н.св.}} = 1 / 0{,}23 = 4{,}35,$$
$$V_{\text{н.уп.}} = 1 / 0{,}29 = 3{,}45.$$

Относительный объём

Относительный объём, β, отн. ед., – число, показатель того, во сколько раз насыпной объём ($V_{н.}$) дисперсного материала больше удельного объёма материала кристаллического твердого сплошного тела ($V_{к.}$). Определяется по формуле:

$$\beta = \frac{V_{н.}}{V_{к.}} = \frac{\rho}{\gamma}, \qquad (4)$$

т. е., подставляя значения, получаем:

$$\beta_{св.} = 2{,}2 / 0{,}23 = 9{,}57,$$
$$\beta_{уп.} = 2{,}2 / 0{,}29 = 7{,}59.$$

Относительная плотность

Относительная плотность τ, %, характеризуется долей объёма УНТ, занимаемого в объёме насыпного материала:

$$\tau = \frac{1}{\beta} \cdot 100\%, \qquad (5)$$

т. е., подставляя значения, получаем:

$$\tau_{\text{св.}} = 10{,}45\ \%;\ \tau_{\text{уп.}} = 13{,}18\ \%.$$

Все вышеуказанные измерения и вычисления, проведенные для определения параметров УНТ, были выполнены и для определения параметров УНК.

Полученные результаты определения насыпной плотности и насыпного объёма, относительной плотности и относительного объёма при свободной засыпке и с уплотнением, пористости, а также известные значения плотности и удельной поверхности УНТ и УНК [17–19] представлены в табл. 2.

Таблица 2. **Технологические и физико-химические характеристики углеродных нанотрубок (УНТ) и углеродных нитевидных кристаллов (УНК)**

Дисперс. материал	Насыпная плотность, $\gamma_{н.}$, г/см^3		Насыпной объём, $V_{н.}$, см^3		Относит. плотность, τ, %		Относит. объём, β, отн.ед.		Пористость, ε, %		Плотность, ρ, г/см^3	Уд. пов., $S_{уд.}$, м^2/г
	св. зсп., $\gamma_{н.св.}$	упл. зсп., $\gamma_{н.уп.}$	св. зсп., $V_{н.св.}$	упл. зсп., $V_{н.уп.}$	св. зсп., $\tau_{св.}$	упл. зсп., $\tau_{уп.}$	св. зсп., $\beta_{св.}$	упл. зсп., $\beta_{уп.}$	св. зсп., $\varepsilon_{св.}$	упл. зсп., $\varepsilon_{уп.}$		
УНТ	0,23	0,29	4,35	3,45	10,45	13,18	9,57	7,59	89,54	86,82	2,20	158,50
УНК	0,21	0,27	4,76	3,70	9,55	12,26	10,47	8,15	90,50	88,00	2,20	47,55

Примечание: св. зсп. – свободная засыпка,
упл. зсп. – засыпка с уплотнением

Сыпучесть дисперсного материала характеризуется коэффициентом сыпучести (K_c) и углом откоса (α^o).

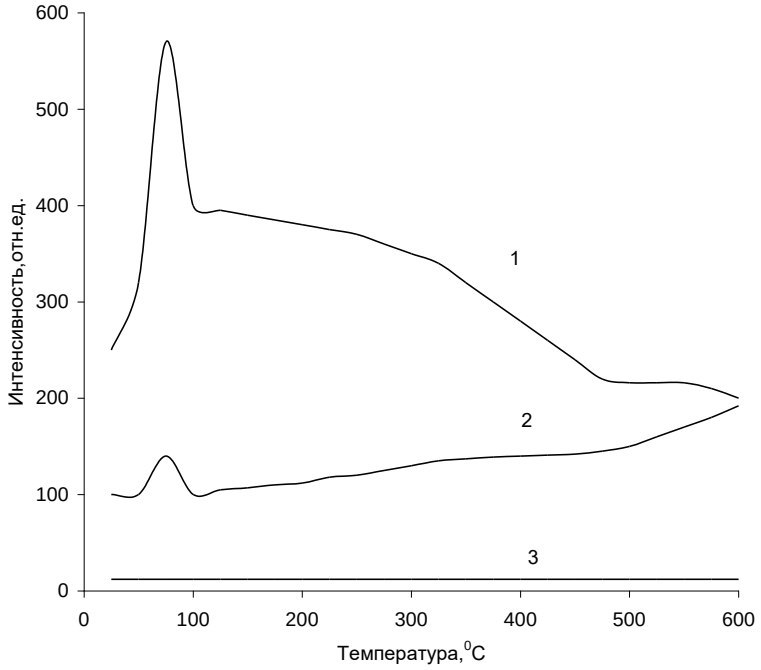


Рис. 6. Термодесорбционные спектры поверхности УНТ: 1 – паров H_2O; 2 – CO; 3 – O-

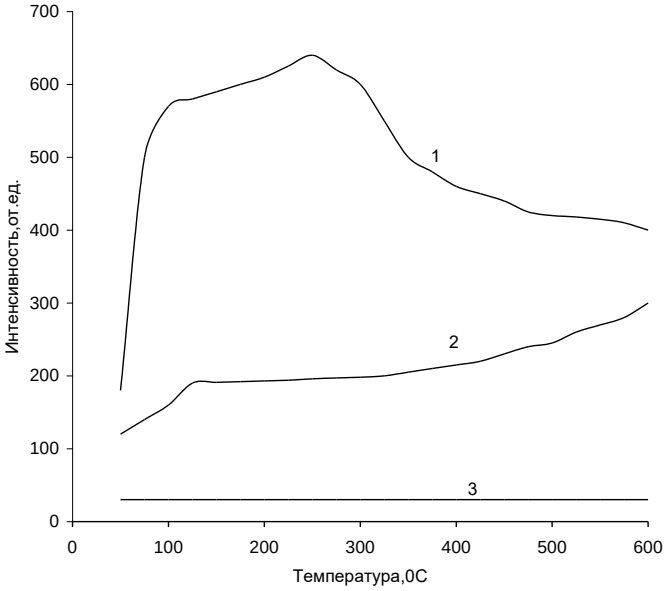


Рис. 7. Термодесорбционные спектры поверхности УНК: 1 – паров H_2O; 2 – CO; 3 – O-

Коэффициент сыпучести и угол откоса углеродных нанотрубок и углеродных нанокристаллов были определены в соответствии с методикой, изложенной в источнике [22]:

$K_{c\ УНТ} = 2{,}12$, $\alpha_{УНТ} = 69^o$,

$K_{c\ УНК} = 1{,}98$, $\alpha_{УНК} = 62^o$.

На рис. 6 показаны термодесорбционные спектры паров воды (H_2O), монооксида углерода (CO) и атомарного кислорода (O-), полученные на углеродных нанотрубках.

Из данных рис. 6 следует, что на углеродных нитях в большом количестве физически адсорбируются пары воды. Максимум десорбции соответствует 75ºС. Химически связанной воды на поверхности нанотрубок значительно меньше. Термодесорбция монооксида углерода достигает максимума также при 75 ºС. Затем наблюдается постепенное усиление процесса десорбции CO. Атомарного кислорода на нанотрубках десорбируется также незначительное количество. Сопоставление термодесорбционных кривых, полученных на углеродных нитях и нанотрубках, показало, что их поверхности активно адсорбируют пары воды. При этом для нанотрубок преимущественно наблюдается физическая адсорбция паров воды, а для

углеродных нитей – соизмеримые процессы десорбции физически и химически связанной воды. Процессы десорбции монооксида углерода похожи. Хотя для нанотрубок при более низких температурах характерно максимум десорбции физически связанного монооксида углерода.

На рис. 7 показаны термодесорбционные спектры паров воды, моно-оксида углерода и атомарного кислорода, полученные на углеродных нитях.

Из данных рис. 7 следует, что на углеродных нитях в большом количестве адсорбируются пары воды, имеющие физические и химические поверхностные связи. Так, до температуры 150 ºС десорбируется физически адсорбированная вода. При более высоких температурах происходит десорбция химически связанной воды. При температуре 350 ºС скорость десорбции химически связанной воды заметно падает. Количество атомарного кислорода, десорбируемого с поверхности углеродных нитей, невысоко. При процессе термодесорбции монооксида углерода максимум наблюдается при температуре 125 ºС, а затем происходит равномерное повышение интенсивности процесса его десорбции.

На рис. 8 показаны катодные потенциодинамические кривые электровыделения водорода на углеродных нитях и углеродных нанотрубках.

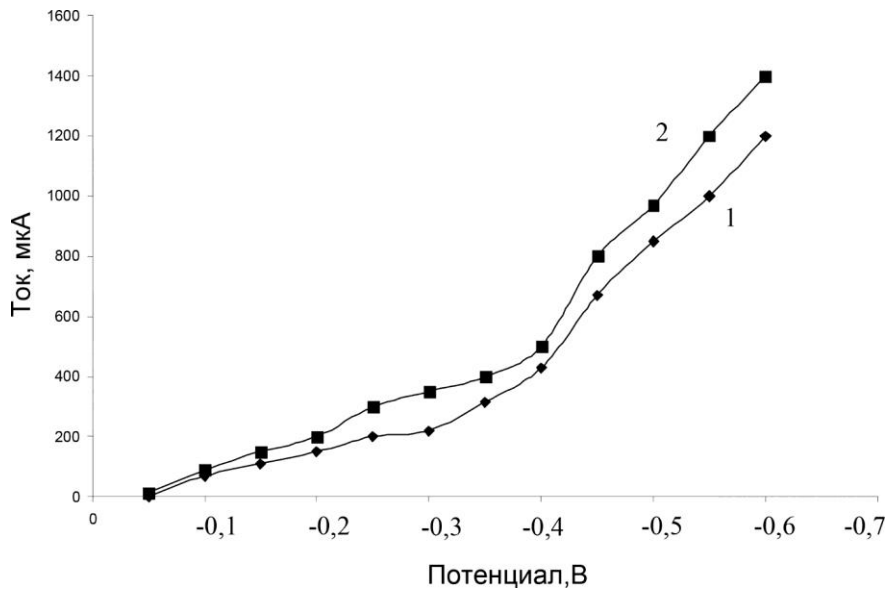


Рис. 8. Катодные потенциодинамические кривые электровыделения водорода, полученные на УНК (1) и УНТ (2)

Из данных рис. 8 следует, что на углеродных нитях и нанотрубках фиксируются высокие токи электровыделения водорода. Таким образом, установлено, что на углеродных нитях и нанотрубках наблюдаются высокие показатели электровыделения водорода, что позволяет использовать эти материалы для аккумулирования водорода.

С учетом полученных данных были изготовлены композиты на основе сверхтвердых материалов (алмаз + cBN) с углеродной связкой, состоящие на 95 % из УНК, обладающие уникальным сочетанием прочностных свойств и термостабильности, что при использовании этого материала в шлифовальном инструменте для шлифования твердых сплавов повышает износостойкость шлифовальных кругов на полимерной и металлополимерной связке в 1,5-3,0 раза.

При выполнении исследований в рамках научной темы ИСМ НАНУ № 0773 «Исследование физико-химического модифицирования поверхности нанопорошков углеродных материалов, входящих в состав композиционных покрытий шлифпорошков алмазов для шлифовального инструмента повышенной износостойкости» установлено, что

металлизация шлифпорошков алмаза АС6, АС20 и композиционных шлифпорошков комбинированными покрытиями Ni + УНТ, Cu–Al + УНТ приводит к повышению шероховатости поверхности зерен порошков, применение инструмента из которых повышает продуктивность обработки в 4 раза. Минимальная шероховатость зерен шлифпорошков наблюдается при металлизации порошков комбинированным покрытием Cu–Al + УНТ.

Выводы

1. Были определены технологические и физико-химические характеристики углеродных нанотрубок (УНТ) производства NanoGroup Co. (Czech Republic), полученных методом газофазного каталитического осаждения углеводородов на NiO/MgO катализаторе (каталитический CVD-пиролиз), и углеродных нитевидных кристаллов (УНК), образовавшихся методом физико-химического синтеза на Мо катализаторе в реакторе установки физико-химического синтеза (ИСМ НАНУ): насыпная плотность при свободной засыпке и с уплотнением, насыпной объём, относительная плотность, относительный объём, пористость, сыпучесть, угол откоса; удельная поверхность.
2. Были изучены термодесорбционные свойства и измерен электрокинетический потенциал УНТ и УНК.
3. Сопоставлены термодесорбционные спектры, полученные на углеродных нитях и нанотрубках. Показано, что их поверхности активно адсорбируют пары воды. При этом для нанотрубок преимущественно наблюдается физическая адсорбция паров воды, а для углеродных нитей – соизмеримые процессы десорбции физически и химически связанной воды. Процессы десорбции монооксида углерода похожи. Хотя для УНТ при более низких температурах наблюдается максимум десорбции физически связанной H_2O и CO.
4. Установлено, что на углеродных нитях и нанотрубках наблюдаются высокие показатели электровыделения водорода, что дает возможность использовать эти материалы для аккумулирования водорода.
5. На основе сверхтвердых материалов (алмаз + cBN) с углеродной связкой, состоящих на 95 % из УНК, обладающих уникальным сочетанием прочностных свойств и термостабильности, были изготовлены композиты, использование которых в шлифовальном инструменте при шлифовании твердых сплавов повышает износостойкость шлифовальных кругов на полимерной и металлополимерной связке в 1,5-3,0 раза.
6. Установлено, что металлизация шлифпорошков алмаза АС6, АС20 и композиционных шлифпорошков комбинированными покрытиями Ni + УНТ, Cu–Al + УНТ приводит к повышению шероховатости поверхности зерен порошков, применение инструмента из которых повышает продуктивность обработки в 4 раза. Минимальная шероховатость зерен шлифпорошков наблюдается при металлизации порошков комбинированным покрытием Cu–Al + УНТ.
7. Показано, что технологические и физико-химические свойства УНТ и УНК позволяют использовать эти материалы в инструментальном материаловедении и в технологических процессах аккумулирования водорода.

Досліджено фізико-хімічні та технологічні властивості вуглецевих нанотрубок та вуглецевих ниткоподібних кристалів. Визначено такі характеристики: насипна густина, насипний об'єм, відносна густина, відносний об'єм, пористість, питома поверхня, сипкість, кут укосу;

адсорбційна здатність. Наведено результати випробовувань шліфувального інструменту з матеріалів з УНТ та УНК.

***Ключові слова**: вуглецеві нанотрубки, вуглецеві ниткоподібні кристали, фізико-хімічні властивості, технологічні властивості дисперсних матеріалів, насипна густина, насипний об'єм, сипкість, пористість, питома поверхня, адсорбційна здатність.*

V. G. Poltoratskii, O. O. Bochechka, O. V. Leshchenko, V. I. Lavrinenko, R. Vaišnoras

COMPARATIVE STUDIES OF PHYSICAL-CHEMICAL AND TECHNOLOGICAL PROPERTIES OF CARBON NANOTUBES AND CARBON FILAMENTOUS CRYSTALS

The physical-chemical and technological properties of carbon nanotubes (CNT) and carbon filamentous crystals (CFC) have been studied. The following characteristics are determined: bulk density, bulk volume, relative density and relative volume, porosity, specific surface, flow-ability, angle of slope; adsorption capacity. The results of testing grinding tools of materials of CNT and CFC are presented.

***Key words:** carbon nanotubes, carbon filamentous crystals, physical-chemical properties, technological properties of dispersed material, bulk density, bulk volume, flow-ability, porosity, specific surface, adsorption capacity.*

Литература

1. Лавриненко В. И., Солод В. Ю. Инструменты из сверхтвердых материа-лов в технологиях абразивной и физико-химической обработки : монография. – Каменское: ДГТУ, 2016. – 529 с.
2. Poltoratskiy V. G., Lavrinenko V. I., Safonova M. N., Petasyuk G. A. A novel composite diamond-containing dispersed material of natural and synthetic diamonds powders and abrasive tools made of it // Diamond and Related Materials. – 2016. – 68. – P. 66–70.
3. Poltoratskyi V. Abrasive superhard composite materials based on diamond and cubic boron nitride structured by nanocarbon binder at subatmospheric pressures intended for grinding and polishing tools and pastes. // Proceedings of the Inter-national Conference on Diamond and Carbon Materials", July 17–18, 2017, Chicago, USA. – P. 96.
4. Елецкий А. В. Сорбционные свойства углеродных наноструктур // Успехи физических наук. – 2004. – 174. – № 11. – С. 1191–1231.
5. Assfour B., Leoni S., Seifert G., Baburin I. Packings of carbon nanotubes – new materials for hydrogen storage. // Advanced Materials. – 2011. – 23, N 10. – P. 1237–1241.
6. Sun L., Wang X., Wang Y., Zhang Q. Roles of carbon nanotubes in novel energy storage devices. // Carbon. – 2017. – 122. – P. 462–474.
7. Ткачев А. Г., Золотухин И. В. Аппаратура и методы синтеза твердо-тельных наноструктур. – М.: Изд-во Машиностроение-1, 2007. – 316 с.
8. Елецкий А. В. Механические свойства углеродных наноструктур и материалов на их основе // Успехи химии. – 2007. – 177. – № 3. – С. 233–274.
9. Полторацкий В. Г. Сверхтвердые композиционные порошки абразив-ного назначения на основе алмаза и кубического нитрида бора, структуриро-ванные углеродной связкой. // Породоразрушающий и металлообрабатыва-ющий инструмент – техника и технология его изготовления и применения. Сб. науч. тр. – Выпуск 20. – Киев: ИСМ им.В.Н.Бакуля, НАН Украины, 2017. – С. 227–242.
10. Полторацкий В. Г., Лещенко О. В. Сверхтвердый композиционный материал на основе алмаза и cBN. Получение, свойства, применение. – Saarbrücken: Verlag LAP LAMBERT Academic Publishing, Germany, 2017. – 90 с.

11. Композити на основі мікропорошків КНБ, структурованих вуг-лецевою зв'язкою, як функціональні елементи в структурі робочого шару алмазно-абразивного інструменту. 1. Шліфпорошки з композитів як абразивні елементи / В. І. Лавріненко, Б. В. Ситник, В. Г. Полторацький и др. // Сверхтвёрдые материалы. – 2014. – № 3. – С. 65–72.
12. Композити на основі мікропорошків КНБ, структуровані вуг-лецевою зв'язкою, як функціональні елементи в структурі робочого шару алмазно-абразивного інструменту. Повідомлення 2. Композити як опорні елементи. / В. І. Лавріненко, Б. В. Ситник, В. Г. Полторацький и др. // Сверхтвёрдые материалы. – 2014. – № 5. – С. 53–60.
13. Лавриненко В. И., Полторацкий В. Г., Солод В .Ю. Новый абразивный инструментальный материал для полирования и шлифования инструмен-тальных сталей. // Оборудование и инструмент для профессионалов (серия – металлообработка). Международный информационный технический журнал. – 2017. – № 2 (194). – С. 32–36.
14. Физико-химические свойства синтетических алмазов, металлизированных композиционными покрытиями. / Е. А. Пащенко, В. И. Лавриненко, В. Н. Ткач и др. // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения. Сб. науч. тр. – Выпуск 19. – Киев: ИСМ им. В. Н. Бакуля, НАН Украины, 2016. – С. 261–266.
15. Padalko V. Carbon nanomaterials in Czech Republic: production, characteristics, application. Proceedings of EuroNanoForum 2009 – Nanotechnology for Sustainable Economy – European and International Forum on Nanotechnology, 2 – 5 June, 2009, Prague, Czech Republic. – P – 099.
16. Нанопорошки многостенных углеродных нано-трубок марок МУНТ-А, МУНТ-В, МУНТ-С. / Г. П. Богатырева, Г. А. Базалий, Г. Д. Ильницкая и др. // Породоразрушающий и металло-обрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и при-менения. Сб. науч. тр. – Выпуск 15. – Киев: ИСМ им.В.Н.Бакуля, НАН Украи-ны, 2012. – С. 398–404.
17. Влияние окислительной обработки на физико-химические свойства многослой-ных углеродных нанотрубок. / Г. П. Богатырева, А. Д. Шевченко, В. Е. Диюк и др. // Породоразрушающий и металлообрабатыва-ющий инструмент – техника и технология его изготовления и применения. Сб. науч. тр. – Выпуск 15. – Киев: ИСМ им. В. Н. Бакуля, НАН Украины, 2012. – С. 404–410.
18. Новиков Н. В., Никитин Ю. И., Полторацкий В. Г., Гордеев С. К. Нитевидные углеродные кристаллы. // Сверхтвёрдые материалы. – 1995. – № 2. – С. 40–45.
19. Полторацкий В.Г. Создание абразивных сверхтвердых композицион-ных материалов на основе алмаза и кубического нитрида бора, структурированных углеродной связкой при давлениях ниже атмосферного дисс. … канд. техн. наук: 05.02.01 – Материаловедение. – К., 2014. – 189 с.
20. Каталитические свойства Pd, Pd-Ag, Ag, нанесенных на алмазные субмикропорошки. / Г. П. Богатырева, Е. В. щенко, М. А. Маринич и др. // Сверхтвердые материалы. – 2000. – № 2. – С. 72–76.
21. М 28.5-277:2008. Метод определения электрокинетического потен-циала нанопорошков СТМ. / Богатырева Г.П., Маринич М.А., Базалий Г.А. – К.: Изд-во ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2008. – 10 с.

22. Никитин Ю. И., Уман С. М., Коберниченко Л. В., Мартынова Л. М. Порошки и пасты из синтетических алмазов. – К.: Наук. думка, 1992. – 284 с.

Поступила 12.06.18

References

1. Lavrinenko, V. I., & Solod, V. Yu. (2016). *Instrumenty iz sverhtviordyh materialov v tehnologiiah abrazivnoi fiziko-himicheskoi obrabotki [Instruments of superhard materials in technologies of abrasive physical-chemical treatment]*. Kamenskoe: DGTU [in Russian].
2. Poltoratskiy, V. G., Lavrinenko, V. I., Safonova, M. N., & Petasyuk, G. A. (2016). A novel composite diamond-containing dispersed material of natural and synthetic diamonds powders and abrasive tools made of it. *Diamond and Related Materials, 68,* 66–70.
3. Poltoratskyi, V. (2017). Abrasive superhard composite materials based on diamond and cubic boron nitride structured by nanocarbon binder at subatmospheric pressures intended for grinding and polishing tools and pastes. Proceedings from Diamond and Carbon Materials ’17: *International Conference (July 17–18, 2017)* (p. 96). Chicago, USA.
4. Eletskii, A.V. (2004). Sorbtsionnye svoystva uglerodnyh nanostruktur [Sorption properties of carbon nanostructures]. *Uspekhi fizicheskih nauk – Physics-Uspekhi (Advances in Physical Sciences), Vol. 174, 11,* 1191–1231 [in Russian].
5. Assfour, B., Leoni, S., Seifert, G., & Baburin, I. (2011). Packings of carbon nanotubes – new materials for hydrogen storage. *Advanced Materials, Vol. 23, 10,* 1237–1241.
6. Sun L., Wang X., Wang Y., Zhang Q. (2017). Roles of carbon nanotubes in novel energy storage devices. *Carbon, 122,* 462–474.
7. Tkachiov, A. G., & Zolotuhin, I. V. (2007). *Apparatura i metody sinteza tverdotelnyh nanostruktur [Equipment and methods of synthesis of solid-state nanostructures]*. Moscow: Publishing company Mechanical engineering - 1 [in Russian].
8. Eletskii, A. V. (2007). Mehanicheskie svoistva uglerodnyh nanostruktur i mate-rialov na ih osnove [Mechanical properties of carbon nanostructures and materials based on it]. *Uspekhi Khimii (Russian Chemical Reviews), Vol. 177, 3,* 233–274 [in Russian].
9. Poltoratskiy, V. G. (2017). Sverhtviordye kompozitsionnye poroshki abrazivnogo naznacheniia na osnove almaza i kubicheskogo nitrida bora, strukturirovannye uglerodnoi sviazkoi [Superhard composite powders of abrasive purpose based on diamond and cubic boron nitride, structured by carbon binder]. *Porodorazrushaiushchii i metalloobrabatyvaiushchii instrument – tehnika i tehnologiia ego izgotovleniia i primeneniia – Rock-destroying and metal-working tools – engineering and technology of its production and application, 20,* 227–242 [in Russian].
10. Poltoratskiy, V. G., Leshchenko, O. V. (2017). *Sverhtviordyi kompozitsionnyi material na osnove almaza i cBN. Poluchenie, svoistva, primenenie [Superhard composite material based on diamond and cBN. Production, properties, application]*. Saarbrücken: Verlag LAP LAMBERT Academic Publishing [in Russian].
11. Lavrinenko, V. I., Sytnik, B. V., Poltoratskiy V. G., et al. (2014). Kompozyty na osnovi mikroporoshkiv KNB, strukturovanyh vugletsevoiu zviazkoiu, yak funktsionalni elementy v strukturi robochogo sharu almazno-abrazyvnogo instrumentu. 1. Shlifporoshky z kompozytiv yak abrazyvni elementy. [Composites based on cBN micron powders structured by carbon binder as functional elements in the structure of the working layer of

a diamond-abrasive tools. 1. Grinding powders of composites as abrasive elements]. *Sverhtviordye materialy – Superhard materials, 3,* 65–72 [in Ukrainian].

12. Lavrinenko, V. I., Sytnik, B. V., Poltoratskiy, V. G., et al. (2014). Kompozyty na osnovi mikroporoshkiv KNB, strukturovani vugletsevoiu zviazkoiu, yak funktsionalni elementy v strukturi robochogo sharu almazno-abrazyvnogo instrumentu. Povidomlennia 2. Kompozyty yak oporni elementy. [Composites based on cBN micron powders structured by carbon binder as functional elements in the structure of the working layer of a diamond-abrasive tools. Report 2. Composites as supporting elements]. *Sverhtviordye materialy – Superhard materials, 5*, 53–60 [in Ukrainian].
13. Lavrinenko, V. I., Poltoratskiy, V. G., & Solod, V. Yu. (2017). Novyi abrazyvnyi instrumenttalnyi material dlia polirovaniia i shlifovaniia instrumenttalnyh stalei [New abrasive tool material for polishing and grinding of tool steels]. *Oborudovanie i instrument dlia professionalov (seriia – metalloobrabotka). Mezhdunarodnyi informatsionnyi tehnicheskii zhurnal – Equipment and tools for professionals (series – metalworking). International Information Technical Journal, 2 (194),* 32–36 [in Russian].
14. Pashchenko, E. A., Lavrinenko, V. I., Tkach, V. N., et al. (2016). Fiziko-himicheskie svoistva sinteticheskih almazov, metallizirovannyh kompozitsionnymi pokrytiiami [Physical-chemical properties of synthetic diamonds metallized by composite coatings]. *Porodorazrushaiushchii i metalloobrabatyvaiushchii instrument – tehnika i tehnologiia ego izgotovleniia i primeneniia – Rock-destroying and metal-working tools – engineering and technology of its production and application, 19,* 261–266 [in Russian].
15. Padalko, V. (2009). Carbon nanomaterials in Czech Republic: production, characteristics, application. Proceedings from Nanotechnology for Sustainable Economy ’09: *European and International Forum on Nanotechnology (2–5 June, 2009).* (p 099). Prague, Czech Republic.
16. Bogatyreva, G. P., Bazalii, G. A., Ilnitskaia, G. D., et al. (2012). Nanoporoshki mnogostennyh uglerodnyh nanotrubok marok MUNT-A, MUNT-B, MUNT-C [Nanopowders of multi-walled carbon nanotubes of MUNT-A, MUNT-B, MUNT-C grades]. *Porodorazrushaiushchii i metalloobraba-tyvaiushchii instrument – tehnika i tehnologiia ego izgotovleniia i primeneniia – Rock-destroying and metal-working tools – engineering and technology of its production and application, 15,* 398–404 [in Russian].
17. Bogatyreva, G.P., Shevchenko, A.D., Diiuk, et al. (2012). Vliianie okislitelnoi obrabotki na fiziko-himicheskie svoistva mnogosloinyh uglerodnyh nanotrubok [Effect of the oxidative treatment on the physical-chemical properties of multilayer carbon nanotubes]. *Porodoraz-rushaiushchii i metalloobrabatyvaiushchii instrument – tehnika i tehnologiia ego izgotovleniia i primeneniia – Rock-destroying and metal-working tools – engineering and technology of its production and application, 15,* 404–410 [in Russian].
18. Novikov, N. V., Nikitin, Yu. I., Poltoratskiy, V. G., Gordeev, S. K. (1995). Nitevidnye uglerodnye kristally [Filamentous carbon crystals]. *Sverhtviordye materialy – Superhard materials, 2,* 40–45 [in Russian].
19. Poltoratskiy, V.G. (2014). Sozdanie abrazivnyh sverhtviordyh kompozitsionnyh materialov na osnove almaza i kubicheskogo nitrida bora, strukturirovannyh uglerod-noi sviazkoi pri davleniiah nizhe atmosfernogo. [Formation of abrasive superhard composite materials based on diamond and cubic boron nitride structured by carbon binder at subatmospheric pressures]. *Candidate’s thesis*. Kiev [in Russian].

20. Bogatyreva, G. P., Ishchenko, E. V., Marinich, M. A. (2000). Kataliticheskie svoistva Pd, Pd-Ag, Ag, nanesennyh na almaznye submikroporoshki [The catalytic properties of Pd, Pd-Ag, and Ag deposited on diamond submicron powders]. *Sverhtviordye materialy – Superhard materials, 2*, 72–76 [in Russian].
21. Bogatyreva, G. P., Marinich, M. A., & Bazalii, G. A. Metod opredeleniia elektrokineticheskogo potentsiala nanoporoshkov STM [Method for determining the electrokinetic potential of nano-powders of SHM]. M 28.5-277:2008. (2008). Kiev: V.Bakul ISM of NAS of Ukraine [in Russian].
22. Nikitin, Yu. I., Uman, S. M., Kobernichenko, L. V., Martynova, L. M. (1992). *Poroshki i pasty iz sinteticheskih almazov [Powders and pastes of synthetic diamonds]*. Kiev: Naukova dumka [in Russian].

УДК 621.921.34-419.002:544.02:622.24.05:621.922

Н. О. Олійник, канд. техн. наук[1], **Г.А. Базалій** наук. співроб.,
Г. Д. Ільницька, канд. техн. наук, **М. А. Марініч**, канд. хім. наук[1],
О. М. Сизоненко, д-р техн. наук[2]

[1]Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України,
вул. Автозаводська, 2, Київ, 04074, Україна, e-mail: oleynik_nonna@ukr.net
[2]Інститут імпульсних процесів і технологій НАН України,
Богоявленський (Жовтневий) проспект, 43а, 54018, Миколаїв, Україна

МОДИФІКОВАНІ ПОРОШКИ ВУГЛЕЦЕВИХ НАНОТРУБОК ДЛЯ АБРАЗИВНОГО ІНСТРУМЕНТУ

Наведено результати дослідження впливу модифікування порошку вуглецевих нанотрубок – послідовного застосування імпульсної обробки високовольтними електричними розрядами, седиментації, хімічної та електрохімічної обробок – на їхні фізико-хімічні характеристики, розподіл частинок порошку та однорідність за розмірами. Розроблено нову технологію модифікування порошку, застосування якої дає змогу отримати тонкодисперсний, однорідний за розмірами, з низьким вмістом домішок, з гідрофобною енергетично активною поверхнею порошок нової марки МУНТ-ПХО. Застосування порошку для виготовлення композиційного покриття алмазу дало змогу отримати регулярну скелетну структуру покриття з розвиненою площею його поверхні, що сприяє підвищенню зносостійкості шліфувальних кругів.

***Ключові слова**: порошки вуглецевих нанотрубок, модифікування порошку, фізико-хімічні характеристики, композиційні покриття*

Підвищення зносостійкості алмазно-абразивного інструменту можливе за рахунок створення композиційних покриттів абразивного складника та підвищення алмазоутримання [1].

Висока міцність 2,0–3,5 ГПа, модуль пружності 220–700 ГПа [2], розвинута питома площа поверхні створюють перспективу застосування порошків вуглецевих нанотрубок як наповнювачів композиційних матеріалів [3].

Відомо, що модифікування порошку змінює хімічний та енергетичний стан його поверхні та впливає на фізико-хімічні характеристики порошку [4]. Для введення порошків

вуглецевих нанотрубок до складу композиційного матеріалу порошок має бути тонкодисперсним, однорідним за розмірами та з певним енергетичним станом поверхні [1].

В Україні для застосування в композиційних матеріалах рекомендовано порошок марки МУНТ-А (ТУ У 24.1- 05417377-321:2017) з характеристиками, наведеними в табл. 1.

Таблиця 1. **Основні фізико-хімічні характеристики порошку багатошарових вуглецевих нанотрубок марки МУНТ-А**

Показники	Порошок марки МУНТ-А
Питома площа поверхні, $м^2/г$	110–200
Сумарний об'єм пор, мл/г	0,2–0,4
Середній радіус пор, Å	60–100
Масова частка домішок, %, не більше	1,5
Масова частка розчинних (Ni, Mg, Fe) домішок, %, не більше	0,70
Вміст домішок аморфного вуглецю, мас.%, не більше	0,50
Питомий електроопір, Ом·м, не менше	0,0006
Питома магнітна сприйнятливість, $10^{-8}\times м^3/кг$, не більше	100,0

З табл. 1 виходить, що показники фізико-хімічних характеристик порошку марки МУНТ-А варіюються в широкому діапазоні та не відображають діапазон розмірів частинок порошку, його однорідність за розмірами та енергетичний стан поверхні. Тому для ефективного застосування порошку потрібно його розширене дослідження та модифікування для створення порошку тонкодисперсного, однорідного за розмірами, з певними гарантованими характеристиками поверхні.

Відомо, що кожна фізична або хімічна дія на порошок вуглецевих нанотрубок впливає на розміри частинок порошку, вміст домішок, змінює питому площу поверхні, адсорбційну спроможність, гідрофільно-гідрофобний баланс [5, 6]. Але ще не вивчено сумарний вплив способів оброблення та модифікування на характеристики порошку.

Мета роботи – дослідження впливу модифікування порошків вуглецевих нанотрубок на їхні фізико-хімічні характеристики та розподіл за розмірами; створення порошку для виготовлення якісного композиційного покриття алмазу та розробка технології отримання порошку.

Методика. Роботу проведено в два етапи на зразку порошку нанотрубок марки МУНТ А, виготовленого в ІНМ ім. В.М. Бакуля НАН України з продукту піролізу CVD-синтезу багатошарових вуглецевих нанотрубок фірми «АЛІТ» (м. Житомир, Україна), який виготовляють за схемою (рис. 1).



Рис. 1. Принципова схема виготовлення порошкувуглецевих нанотрубок марки МУНТ-А

На першому етапі роботи досліджували розподіл та однорідність за розмірами, фізико-хімічні характеристики порошків марки МУНТ-А до та після модифікування, яке виконували у три стадії із послідовним застосуванням імпульсної обробки високовольтними електричними розрядами (ВЕР-обробка), седиментації, хімічної та електрохімічної обробок (рис. 2).

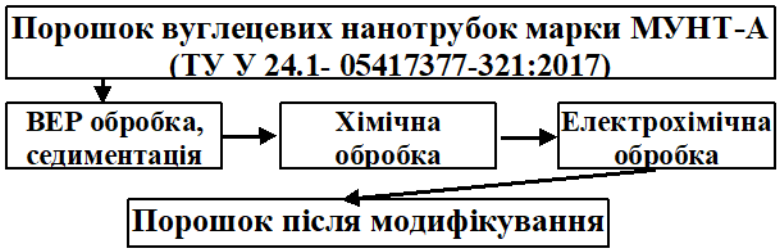


Рис.2. Принципова схема модифікування порошку вуглецевих нанотрубок марки МУНТ-А

ВЕР-обробку зразків проводили в Інституті імпульсних процесів і технологій НАН України (м. Миколаїв). Параметри обробки: інтегральна енергія – 0,6 МДж за напруги 50 кВ, індуктивність розрядного контуру 0,6 мкГ, концентрація твердої фази в рідині (дистильованій воді) 1:50.

Після ВЕР-обробки здійснювали седиментаційний поділ порошку у вигляді суспензії впродовж 48 годин на три фракції. Подальше дослідження і обробку проводили на порошку середньої фракції (з виходом 60,0 мас.%).

Хімічну обробку порошку виконували сумішшю концентрованих сірчаної та азотної кислот за температури кипіння реагуючих мас.

Катодну електрохімічну обробку здійснювали у комірці з платиновими сітчастими електродами та мембраною в електроліті (0,1н розчину сірчаної кислоти). Струм поляризації становив 0,5 А.

Зразки порошку досліджували за допомогою комплексу відомих експериментальних методів. Встановлювали масову частку домішок, кількість розчинних домішок за методиками ДСТУ 3292-95, питому магнітну сприйнятливість [7], вільну енергію насичення поверхні парою води [8], питомий електроопір [9]. Електрокінетичний потенціал визначали методом електрофорезу за допомогою приладу «*Dzeta-potential-analizer*» фірми «*Mikromeritiks*» [10]. Адсорбційно-структурні характеристики порошку (питома площа поверхні, питомий об’єм пор, середній радіус пор) визначали методом адсорбційно-

структурного аналізу (АСА) за допомогою газоадсорбційного аналізатора «*NOVA 2200*» (*Quantachrome,* США) [11, 12].

Розподіл частинок порошку за розмірами та однорідність порошку визначали за коефіцієнтами рівняння Розіна-Раммлера, отриманими за допомогою приладу «*SEISHIN LMS-30*» (Японія).

Дослідження процесу адсорбції водню на поверхні порошку проводили за допомогою потенціостату П-5848 в розчині 0,1 н сірчаної кислоти [13].

За отриманими результатами було проведено порівняльний аналіз характеристик порошку до та після модифікування.

На другому етапі роботи було розроблено технологію модифікування порошку, виготовлено зразок модифікованого порошку та проведено його опробування як дисперсної компоненти композиційного покриття алмазу для застосування в абразивному інструменті.

Композиційне покриття виготовляли в кілька стадій. Проводили металізацію порошку алмазу марки АС-20 зернистістю 100/80 методом хімічного відновлення нікелю (25 мас.%) з додаванням модифікованого порошку вуглецевих нанотрубок (2 мас.%) з подальшою обкаткою порошком алюмінію марки АСД (крупністю –40 мкм) з вмістом спеціальної зв'язки. Потім термічно обробляли зразки за температури 850 °С. Ступінь металізації алмазу з композиційним покриттям становив 70–75 мас.%.

Результати дослідження та їх обговорення

На рис. 3 наведено розподіл за розмірами частинок вихідного порошку (крива 1) та порошку після модифікування (крива 2).

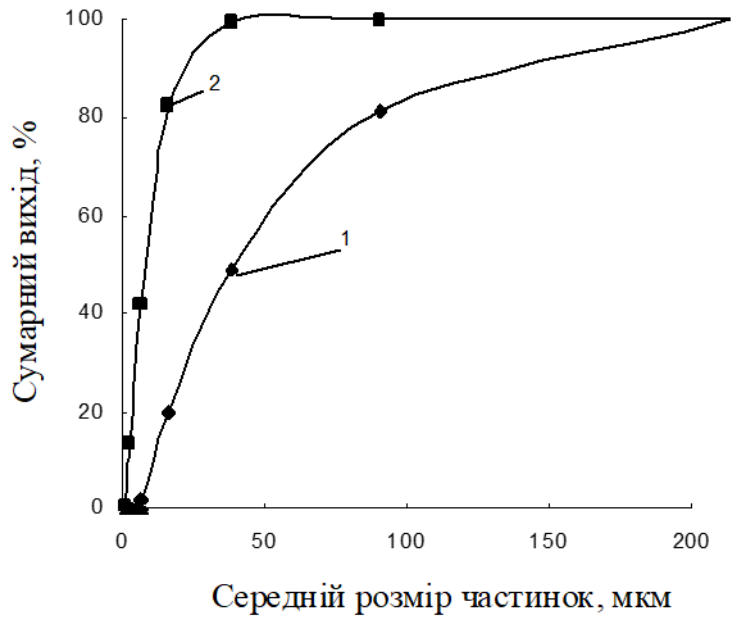


Рис. 3. Розподіл за розмірами частинок порошку вуглецевих нанотрубок марки МУНТ-А (1) та порошку після модифікування (2)

Як бачимо з рис. 3, модифікування порошку істотно змінює розподіл частинок порошку за розмірами. Вихідний порошок складається з частинок розмірами 5,03–213,51 мкм, середнім діаметром 40,19 мкм. Після модифікування порошку його частинки мають розміри 1,29–38,86 мкм з середнім діаметром 8,41мкм. Проведено математичний опис розподілу частинок за розмірами рівнянням Розіна-Раммлера $R=100\exp(-bx^n)$, де R, % – сумарний вихід матеріалу, крупніший за певний розмір x, мкм; коефіцієнти b і n – постійні величини, характерні для цього матеріалу [14]. Достовірність опису розподілу частинок за розмірами рівнянням Розіна-Раммлера в діапазоні розмірів, за яких досягається сумарний вихід частинок

порошку від 10 до 90%, становить 0,90–0,98. Інтервал апроксимації розподілу для порошку МУНТ-А становить 11,79–128,07 мкм, для порошку після модифікування – 2,55–19,66 мкм. Коефіцієнти рівняння для розподілу частинок порошку МУНТ-А дорівнюють n=1,74; b=0,012; порошку після модифікування n=1,83; b=0,013.

У координатах lg (lg (100 / R)) – lg x рівняння Розіна-Раммлера має вигляд прямої, де коефіцієнт n – тангенс кута нахилу прямої; lg (b lg$e$) – відрізок, що відсікається на осі ординат. Чим вище коефіцієнт «n», тим в більш вузькому діапазоні розмірів сконцентровано матеріал – тобто матеріал більш однорідний за розміром. Судячи з цього, однорідність порошку після модифікування підвищується.

Метою хімічного оброблення порошку, яке здійснювали після ВЕР-обробки та седиментації, будо видалення домішок різного походження. Для створення хімічно однорідної гідрофобної поверхні порошку було вивчено кінетику електрохімічних процесів адсорбції водню.

На рис. 4 наведено потенціодинамічні поляризаційні криві процесів адсорбції та виділення водню з 0,1н розчину H_2SO_4 на поверхні порошку вуглецевих нанотрубок марки МУНТ-А та на різних стадіях після його модифікування.

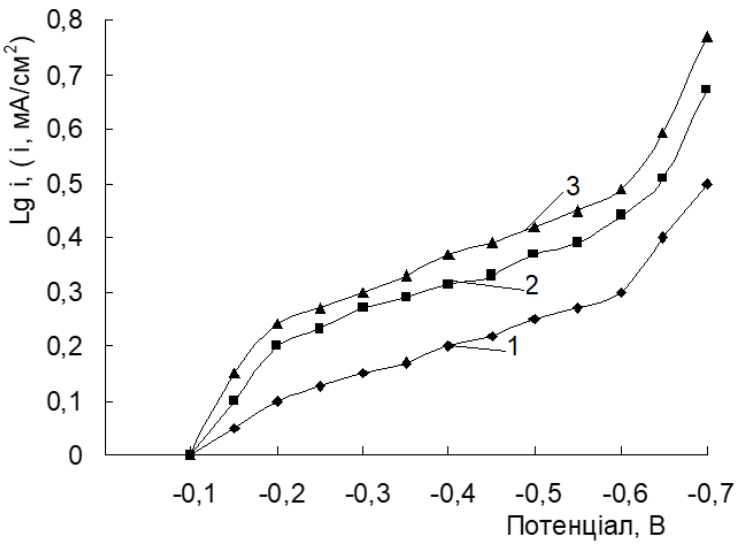


Рис. 4. Потенціодинамічні катодні поляризаційні криві процесу адсорбції та виділення водню з 0,1н розчину H_2SO_4 на поверхні порошку вуглецевих нанотрубок марки МУНТ-А (1) та послідовного оброблення: ВЕР-обробки та седиментації (2) та після повного циклу модифікування (3)

Як видно з рис. 4, в інтервалі від'ємних потенціалів 0,1–0,6 В відбувається адсорбція водню на поверхні порошку, надалі – його виділення. За потенціалу –0,6 В процес адсорбції водню переходить у процес його виділення. За такого потенціалу щільність струму адсорбції водню на поверхні вихідного порошку МУНТ-А (крива 1) становить 2 мА/см^2 , що значно нижче, ніж після хімічної обробки – 2,8 мА/см^2 (крива 2), та після всього циклу модифікування – 3,0 мА/см^2 (крива 3). Швидкість адсорбції водню на поверхні модифікованого порошку значно більша (на 46,4 %), ніж на поверхні вихідного.

Імовірно, підвищення швидкості адсорбції водню на поверхні модифікованого порошку та щільності струму за потенціалу –0,6 В відбувається за рахунок очищення вуглецевих нанотрубок від домішок, що узгоджується з показниками фізико-хімічних характеристик порошку вихідного та модифікованого (табл. 2).

Таблиця 2. **Фізико-хімічні характеристики порошку вуглецевих нанотрубок марки МУНТ-А вихідного та після модифікування**

Показники	Порошок вуглецевих нанотрубок	
	МУНТ-А після модифікування	МУНТ-А
Середній діаметр частинок, мкм	8,409	40,18
Питома площа поверхні, $м^2/г$	156,7	113,6
Сумарний об'єм пор, мл/г	0,462	0,363
Середній радіус пор, Å	87,0	84,0
Масова частка домішок, %,	0,4	1,5
Масова частка розчинних (Ni, Mg, Fe) домішок, %	0,1	0,70
Питомий електроопір, Ом·м	0,0008	0,0006
Питома магнітна сприйнятливість, $х10^{-8}$, $м^3/кг$	20,0	103,7
Електрокінетичний потенціал, мВ	0,105	–0,817
Вільна енергія насичення поверхні парами води, Дж/моль·г	35,7	40,5

За результатами, наведеними у табл. 2, робимо висновок, що модифікування поверхні порошку привело до зниження вмісту домішок, вільної енергії насичення поверхні парами води, питомої магнітної сприйнятливості, електрокінетичного потенціалу та до підвищення питомої площі поверхні, об’єму пор, питомого електроопору.

Отже, дослідженнями вихідного та модифікованого порошку вуглецевих нанотрубок марки МУНТ-А із послідовним застосуванням імпульсної обробки високовольтними електричними розрядами, седиментації, хімічної та електрохімічної обробок встановлено, що модифікування сприяє:

- однорідному розподілу частинок порошку. Інтервал розподілу частинок порошку за розмірами звужується в 5,6 разу, середній діаметр частинок зменшується в 5 разів;
- очищенню порошку від домішок та зміні характеристик порошку. Зменшуються масова частка домішок в 3,7 разу, масова частка розчинних домішок – у 7 разів, питома магнітна сприйнятливість – у 5,2 разу, електрокінетичний потенціал – у 7,8 разу. Відбувається зростання питомого електроопору в 1,3 разу;
- зміні адсорбційно-структурних характеристик порошку. Підвищується питома площа поверхні порошку в 1,4 разу, вільна енергія насичення поверхні парою води знижується на 11,9%, тобто поверхня стає більш гідрофобною. Відбувається зростання швидкості адсорбції водню на поверхні порошку на 46,0% та підвищення щільності струму на 50,0% за потенціалу –0,6 В.

З урахуванням результатів дослідження було розроблено технологію, яка складається з трьох стадій оброблення порошку МУНТ-А (послідовного застосування імпульсної обробки високовольтними електричними розрядами та седиментації, хімічної та електрохімічної обробок), які формують характеристики порошку. Оформлено технологічну документацію для застосування технології та отримання порошку марки МУНТ-ПХО (ТІ 25000.00835, ТУ У 24.1-05417377-330:2018). Виготовлено зразок порошку. Із його

використанням створено композиційне покриття поверхні порошку алмазу марки АС20 100/80 зі скелетною структурою та збільшеною питомою площею поверхні, що підвищує зносостійкість шліфувальних кругів [15**].**

Висновки

1. Розроблено метод модифікування порошку вуглецевих нанотрубок, який дає змогу отримати порошок тонкодисперсний, однорідний за розмірами, з низьким вмістом домішок, з гідрофобною енергетично активною поверхнею. Застосування порошку під час виготовлення композиційного покриття алмазу дало змогу отримати регулярну скелетну структуру покриття з розвиненою площею поверхні.

2. Розроблено технологію та оформлено технологічну документацію для виготовлення порошку вуглецевих нанотрубок марки МУНТ-ПХО (ТІ 25000.00835, ТУ У 24.1-05417377-330:2018.).

Представлены результаты исследования влияния модифицирования порошка углеродных нанотрубок – последовательного применения импульсной обработки высоковольтными электрическими разрядами, седиментации, химической и электрохимической обработок – на их физико-химические характеристики, распределение частиц порошка и однородность по размерам. Разработана новая технология модифицирования порошка, применение которой позволяет получить мелкозернистый, однородный по размерам, с низким содержанием примесей, с гидрофобной, энергетически активной поверхностью порошок новой марки МУНТ-ПХО. Применение порошка при изготовлении композиционного покрытия алмаза позволило получить регулярную скелетную структуру покрытия с развитой площадью его поверхности, что способствует повышению износостойкости шлифовальных кругов.

***Ключевые слова**: порошки углеродных нанотрубок, модифицирование порошка, физико-химические характеристики, композиционные покрытия*.

N. Oliinyk, G. Bazalii, G. Ilnitska, M. Marinich, O. Sizonenko

MODIFIED POWDERS OF CARBON NANOTRUBS FOR ABRASIVE TOOLS

The results of the investigation of the influence of the modification of carbon nanotube powder: successive application of pulsed processing by high-voltage electrical discharges, sedimentation, chemical and electrochemical treatments on their physical and chemical characteristics, the distribution of powder particles and uniformity in size are presented. A new technology of powder modification is developed, the application of which allows to obtain finely dispersed, uniformity in size, with low content of impurities, with a hydrophobic, energetically active surface of a powder of the new brand MWCNT-PCO. The use of powder in the manufacture of composite coating of diamond allowed to obtain a regular skeletal structure of the coating with a developed area of its surface, which contributes to increasing the wear resistance of the grinding wheels.

***Key words**: carbon nanotube powders, powder modification, physicochemical characteristics, composite coatings*

Література

1. Сверхтвердые материалы. получение и применение. Монография в 6 томах / Под общей ред. Н. В. Новикова. Том 3: Композиционные инструментальные материалы / Под ред. А. Е. Шило. – Киев: ИСМ им. В. Н. Бакуля, ИПЦ «АЛКОН» НАНУ, 2005. – 280 с.

2. Влияние концентрации углеродных волокон на механические свойства керамики на основе карбида бора полученной методом инфильтрации / М. Я. Втерковський, Є. В. Солодкий, Ю. И. Богомол и др. //Материаловедение тугоплавких соединений: материалы VI Междунар. конф. к 100-летию Г. В. Самсонова (22 – 24 мая 2018 г.) . – Киев, Украина. – С. 86.
3. Ткачев А. Г., Золотухин И. В. Аппаратура и методы синтеза твердотельных наноструктур. – М.: Машиностроение, 2007. – 316 с.
4. Исследование адсорбционно-структурных и электрофизических характеристик модифицированных углеродных нанотрубок / Г. А. Базалий, Г. Д. Ильницкая, Н. А. Олейник и др. // Наносистеми, наноматеріали, нанотехнології: щокварт. зб. наук. пр. – К.: Інститут металофізики ім. Г. В. Курдюмова НАН України, 2014. – Т. 18. – Вип. 3. – С. 485–493.
5. Исследование влияния химических обработок на физико-химические свойства углеродных нанотрубок / Г. П. Богатырёва, М. А. Маринич, Г. А. Базалий и др. // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: сб. науч. тр. – Киев: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2010. – Вып. 13. – С. 326–331.
6. Вплив високовольтних електричних розрядів на фізико-хімічні та фізико-механічні характеристики нанотрубок / Г. П. Богатирьова, О. М. Сизоненко, Н. О. Олійник та ін. // Наукові нотатки: міжвуз. зб. наук. пр. – Луцьк: Луцький національний технічний університет, 2011. – Вип. 35. – С. 23–28.
7. Методика определения удельной магнитной восприимчивости порошков сверхтвердых материалов (СТМ). М88 Украины 90.256–2004. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2004. – 9 с.
8. Методические рекомендации по изучению физико-химических свойств сверхтвердых материалов (СТМ) / Под ред. Г. П. Богатыревой. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 1992.– 40 с.
9. Методика определения удельного электрического сопротивления дисперсных порошков сверхтвердых материалов. М 23.9–303:2014. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2014. – 7 с.
10. Метод определения электрокинетического потенциала нанопорошков алмаза детонационного синтеза. М 28.5–277:2008. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2008. – 10 с.
11. Вячеславов А. С., Померанцева Е. А. Измерение площади поверхности и пористости методом капиллярной конденсации азота. Методическая разработка. – М.: Московский Государственный Университет им. М. В. Ломоносова, 2006. – 55 с.
12. Грег С., Синг К. Адсорбция, удельная поверхность, пористость / Пер. с англ. под ред. К. В. Чмутова. – М.: Мир, 1970. – 407 с.
13. Методика оценки степени химической неоднородности поверхности дисперсных алмазных нанопорошков. М 28.5–292:2010. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2010. – 7 с.
14. Андреев С. В., Перов В. А., Зверевич В. В. Дробление, измельчение и грохочение полезных ископаемых. – М.: Недра, 1980. – 415 с.
15. Влияние металлизированных композиционных покрытий с добавками углеродных нанотрубок на экпсплуатационные характеристики шлифовального инструмента /

В. И. Лавриненко, Г. Д. Ильницкая, В. В. Шатохин и др. // Современные вопросы производства и ремонта в промышленности и на транспорте: материалы 18-го Международного научно-технического семинара (10–16 февраля 2018 г., г. Брно, Чешская Республика). – Киев: АТМ Украины, 2018. – С. 137–140.

Надійшла 07.06.18

References

1. Shylo, A. E. (Eds.). (2005). Kompozitsionnye instrumentalnye materialy [Composite Tool Materials]. *Sverhtverdye materialy. Poluchenie i primenenie [Superhard materials. production and use]*. N.V. Novikov (Ed.); Kiev ISM im. V. N. Bakulya, IPC «ALKON» NANU. (Vols. 1–6; Vol. 3). [in Russian].
2. Vterkovskii, M. Ia., Solodkii, E. V., Bohomol, Yu. I., et al. (2018). Vliyanie kontsentratsii uhlerodnykh volokon na mekhanicheskie svoyistva keramiki na osnove karbida bora poluchennoyi metodom infiltratsii [Influence of the concentration of carbon fibers on the mechanical properties of ceramics based on boron carbide obtained by the infiltration method]. Proceedings from Material science of refractory compounds ‘18: *VI Mezhdunarodnaia nauchnaia konferentsiia (22–24 maia 2018 hoda). – 6nd International Scientific Conference*. (p. 86). Kiev. [in Russian].
3. Tkachov, A, H., & Zolotukhin, I. V. (2007). *Apparatura i metody sinteza tverdotelnykh nanostruktur [Equipment and methods for the synthesis of solid-state nanostructures]*. Moskow: Mashinostroenie [in Russian].
4. Bazaliy, G. A., Ilnitskaya, G. D., Oleinik, N. A., et al. (2014). Issledovanie adsorbthionno-strukturnykh i elektrofizicheskikh kharakteristik modifitsirovannykh uhlerodnykh nanotrubok [Investigation of adsorption-structural and electrophysical characteristics of modified carbon nanotubes]. *Nanosistemy, nanomaterialy, nanotekhnolohii [Nanosystems, nanomaterials, nanotechnology], 18, 3,* 485–493. [in Russian].
5. Bogatyreva, G. P., Marinich, M. A., Bazaliy, G. A., et al. (2010). Issledovanie vliyaniya khimicheskikh obrabotok na fiziko-khemicheskie svoiystva uhlerodnykh nanotrubok [Investigation of the influence of chemical treatments on the physicochemical properties of carbon nanotubes]. *Porodorazrushayushchiy i metalloobrabatyvayushchiy instrument – tekhnika i tekhnolohiya ego izhotovleniya [Rock Destruction and Metal-Working Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications], 13,* 326–331. [in Russian].
6. Bogatyreva, G. P., Sizonenko, O. M., Oliinyk, N. O., et al. (2011). Vplyv vysokovoltnykh elektryshnykh rozryadiv na fiziko-khemichni ta fiziko-mechanichni kharakterystyky nanotrubok Influence of high-voltage electrical discharges on physical-chemical and physical-mechanical characteristics of nanotubes]. *Naukovi notatky: zb. nauk. pr. LNTU [Scientific Notes: Interuniversity Collection of Scientific Papers LNTU,* 35, 23–28. [in Ukrainian].
7. Metodika opredeleniia udelnoi magnitnoi vospriimchivosti poroshkov sverhtverdyh materialov (STM) [Method for determining the specific magnetic susceptibility of powders of superhard materials (SHM)]: M88 Ukrainy 90.256–2004. (2004). Kiev: ISM im. V. N. Bakulya NAN Ukrainy. [in Russian].
8. Bogatyreva, G. P. (Eds.). (1992). *Metodicheskie rekomendatsii po izucheniyu fiziko-khemicheskikh svoiystv sverhtverdyh materialov (STM) [Methodological*

recommendations for studying the physico-chemical properties of superhard materials (SHM)]. Kiev: ISM im. V. N. Bakulya NAN Ukrainy. [in Russian].

9. Metodika opredeleniya udelnogo ehlektricheskogo soprotivleniya dispersnykh poroshkov sverhtverdykh materialov [Method for determining the specific electrical resistance of dispersed powders of superhard materials]: M 23.9–303:2014. (2014). Kiev: ISM im. V. N. Bakulya NAN Ukrainy. [in Russian].
10. Metod opredeleniya ehlektrokineticheskogo potentsiala nanoporoshkov almazov detonatsionnogo sinteza [Method for determining the electrokinetic potential of diamond nanopowders in detonation synthesis]: M 28.5–277:2008. (2008). Kiev: ISM im. V. N. Bakulya NAN Ukrainy. [in Russian].
11. Vyacheslavov, A. S., & Pomerantseva, E. A. (2006). *Izmerenie ploshchadi poverkhnosti i poristosti metodom kapillyarnoy kondensatsii azota. Metodicheskaya razrabotka [Measurement of surface area and porosity by capillary nitrogen condensation. Methodological working out]*. Moscow: MGU im. M. V. Lomonosova. [in Russian].
12. Greg, S., Sing, K. (1970). Adsorptsiya, udelnaya poverkhnost, poristost. (K. Chmutova, Trans). Moskow: Mir. [in Russian].
13. Metodika otsenki stepeni khimicheskoi neodnorodnosti poverkhnosti dispersnykh almaznykh nanoporoshkov Method for assessing the degree of chemical heterogeneity of the surface of dispersed diamond nanopowders]: M 28.5–292:2010. (2010). Kiev: ISM im. V. N. Bakulya NAN Ukrainy. [in Russian].
14. Andreev, S. V., Petrov, & V. A., Zverevich, V. V. (1980). *Droblenie, izmelchenie, grokhochenie poleznykh iskopaemykh [Crushing, grinding and sifting of minerals]*. Moscow: Nedra. [in Russian].
15. Lavrinenko, V. I., Ilnitskaya, G. D., Shatokhin, V. V., et al. (2018). Vliyanie metalizirovannykh kompozitsionnykh pokrytiy na ekspluatatsionnye kharakteristiki instrumenta. Proceedings from Modern issues of production and repair in industry and transport ‘18: *XVIII Mezhdunarodniy nauchno-tekhnicheskiy seminar (10–16 fevralya 2018 hoda, Brno) – 18th International Scientific and Technical Seminar*. (pp. 137–140). – Kiev: ATM Ukrainy. [in Russian].

УДК 621.921.34-492.2:539.89:621.762.5

О. О. Бочечка, **С. А. Клименко**, доктори технічних наук; **Т. О. Куриляк**, інж.;
С. М. Назарчук, **Ю. О. Мельнійчук**, кандидати технічних наук;
В. М. Ткач, д-р фіз.-мат. наук

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

ВПЛИВ МОДИФІКУВАННЯ ПОВЕРХНІ АЛМАЗНИХ НАНОЧАСТИНОК ЗВ'ЯЗКАМИ W–C НА СПІКАННЯ ТА ВЛАСТИВОСТІ НАНОКОМПОЗИТУ АЛМАЗ–КАРБІД ВОЛЬФРАМУ

Показано,що використання розчиненої солі вольфрамовокислого амонію як середовища для приготування вихідної суміші нанопорошків алмазу та WO_3 покращує спікання нанокомпозиту алмаз–карбід вольфраму. В структурі спеченого композиту відсутні ділянки, в яких би були присутні агломерати частинок алмазу або сполук вольфраму. Твердість даного композиту в 1,2 рази перевищує твердість нанокомпозиту, отриманого без застосування розчинної вольфрамовмісної речовини. Різальний інструмент, оснащений виготовленими зразками композиту, має високу працездатність при обробці виробів із алюмінієво-кремнієвих сплавів, силіфікованого графіту, твердих сплавів.

Ключові слова: *алмазні нанопорошки, високий тиск, спікання, вольфрамовокислий амоній, різальний інструмент.*

Вступ

В ІНМ ім. В. М. Бакуля розроблено спосіб одержання нанокомпозиту алмаз–карбід вольфраму шляхом спікання в умовах високих тиску та температури алмазного нанопорошку з добавками наночастинок вольфраму [1]. Суміші алмазних нанопорошків з вольфрамом були приготовані перемішуванням суспензій нанопорошків алмазу та оксиду вольфраму WO_3 та відпалюванням в атмосфері водню продукту, отриманого після висушування суспензії алмаз – оксид вольфраму.

Введення добавки металічного вольфраму до алмазних нанопорошків вказаним способом дозволило досягти рівномірного розподілу добавки по всьому об'єму порошку, що забезпечило реакційне спікання вольфраму з алмазом по границях алмазних наночастинок з утворенням стійкого карбіду та практично загальмувало процес графітизації алмазу. Проте при виготовленні великого об'єму зразків приготування суспензій значно ускладнює технологію приготування сумішей. Для удосконалення технології необхідно, перш за все, провести пошук способу максимального заповнення пор між алмазними наночастинками вольфрамовмісною речовиною.

Встановлено, що в присутності вольфраму відбувається зменшення швидкості окиснення алмазного нанопорошку [2] в результаті хімічного модифікування вольфрамом поверхні алмазних наночастинок – утворенням зв'язків W – O і зв'язків W – C, ідентифікованих методом ІЧ – спектроскопії [3].

Для інтенсифікації процесу модифікування поверхні алмазних наночастинок зв'язками W–C як рідину для приготування вихідних сумішей для спікання використовували розчинену в дистильованій воді сіль амонію вольфрамовокислого з масовою концентрацією розчину 1,87 %.

В даній роботі описано вплив такого модифікування на процеси ущільнення під дією високого тиску і високої температури сумішей для одержання нанокомпозиту алмаз – карбід вольфраму та на його фізико-механічні і експлуатаційні властивості.

Методика експерименту

Взаємодія нанодисперсних порошків вольфрамовмісної зв'язувальної речовини з рідиною приводить до утворення суспензії. Змішування одержаної суспензії з алмазним порошком забезпечує однорідний розподіл в рідині частинок алмазу та зв'язувальної речовини. Оптимальна концентрація розчину для утворення стабільної суспензії складає 1,87 %. При зменшенні кількості рідини, тобто при більшій концентрації розчину, він стає перенасиченим і відбувається випадання в осад і агломерація. Одне з основних завдань полягало в уникненні утворення агломератів на етапі приготування суміші. Як варіант, було запропоновано в момент приготування використовувати ультразвуковий вплив, тобто змішування порошків відбувалося не лише в рідинному середовищі, а й при одночасному ультразвуковому опроміненні.

Для модифікування алмазного нанопорошку статичного синтезу АСМ5 0,1/0 використовували амоній вольфрамовокислий $(NH_4)_4W_5O_{17} \times 2{,}5H_2O$. Дана речовина погано розчинна у воді, тому при приготуванні розчину даної солі у дистильованій воді її підігрівали. Приготування суміші із алмазу та WO_3 робили з одночасною ультразвуковою дією, але у якості середовища використовували розчинену сіль амонію вольфрамовокислого. При формуванні суміші використовували порошок триоксиду вольфраму, який попередньо пройшов седиментаційне осадження. Отримані шляхом седиментації частинки WO_3 мали розмір менше 500 нм. З вихідного матеріалу робили суміш шляхом перемішування в рідинному середовищі з одночасною дією ультразвукового випромінювання. Суміш мала пастоподібний характер. Суміш готували упродовж 1 години, після чого її висушували у сушильній шафі за температури 110ºС.

Наступним етапом експерименту було формування компактів з отриманих сумішей. Їхнє пресування проводили в стальній прес-формі при кімнатній температурі.

Проведення десорбції газів, фізично адсорбованих поверхнею нанопорошків, здійснювали шляхом термообробки у вакуумі сформованих з них компактів упродовж двох годин за температури 500 ºС до тиску залишкових газів 10^{-3} Па. Відповідно до [4] при такій температурі з поверхні нанодисперсних алмазних порошків практично цілком видаляються фізично адсорбовані вода і CO_2. Після цього компакти поміщали в комірку високого тиску апарату високого тиску (АВТ) та здійснювали її механічну герметизацію.

Склад вихідних сумішей та види їхніх обробок перед спіканням композитів алмаз – карбід вольфраму наведено в табл. 1.

Таблиця 1. **Склад вихідних сумішей на основі алмазного нанопорошку АСМ5 0,1/0 та види їхніх обробок перед спіканням композитів алмаз – карбід вольфраму**

№ п/п	Фазовий склад добавки	Вміст за масою, %	Відпал в атмосфері водню	Вакуумна дегазація
1	WO_2, WO_3	28,2	+	+
2	W, W_2C, WC	28,1	–	+
3	WC_{1-x}	14,8	–	+
4	W	24,2	–	+
5	WO_3, $(NH_4)_4W_5O_{17} \times 2{,}5H_2O$	35,7	+	+

Спікання тривалістю 2,3–90 с в інтервалі температур 1500–1950 ºС проводили в АВТ типу «тороїд» при початковому тиску 8 ГПа.

Густину зразків вимірювали методом гідростатичного зважування в дистильованій воді. Масу визначали за допомогою аналітичних терезів з точністю 0,005 мг. Похибка визначення густини складає ±0,01 г/см^3 при надійності 0,95.

Вивчення структури зразків одержаного алмазного нанокомпозиту проводили на растровому електронному мікроскопі (РЕМ) Zeis EVO 50XVP.

З експериментальної партії спечених заготовок з композитів «алмаз-WC» було виготовлено круглі пластини інструментального призначення діаметром 7,0 мм. Пластини мали задній кут 0; 7 и 11°, товщину 3,18 та 3,97 мм.

Для проведення досліджень було виготовлено токарні різці з механічним кріпленням змінних різальних пластин з «алмаз-WC», які забезпечували установку пластин з різними значеннями заднього кута.

Результати дослідження та їх обговорення

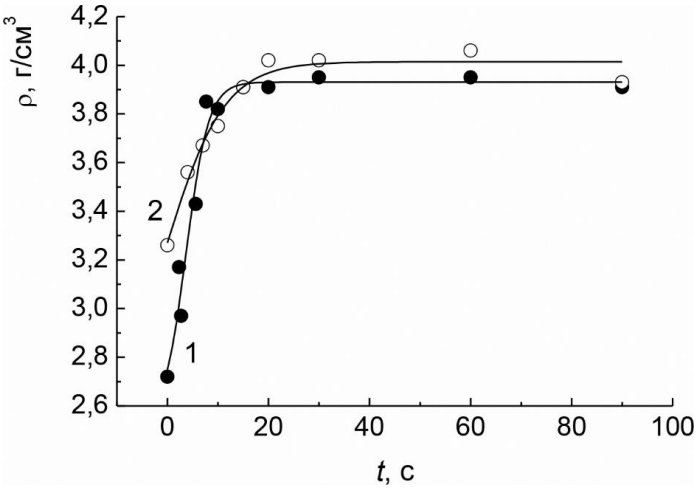


Рис. 1. Залежність від тривалості спікання густини зразків композитів, спечених в АВТ з сумішей алмазного нанопорошку АСМ5 0,1/0 з нанопорошками вольфраму та його сполук: 1 – добавка № 2 в табл. 1, температура спікання 1880 ºС; 2 – добавка № 5 в табл. 1, температура спікання 1900 ºС

Було вивчено залежність густини зразків від тривалості спікання сумішей на основі алмазного нанопорошку статичного синтезу АСМ5 0,1/0 з нанопорошками вольфраму, одержаними різними способами. (рис. 1).

На обох залежностях можна виділити два етапи: різке збільшення густини на першому і повільне ущільнення – на другому. При цьому пористість одержаних зразків зменшується (рис. 2) за експоненціальним законом, оскільки залежність логарифма пористості від часу описується лінійною функцією (рис. 3).

На нашу думку, основну роль в ущільненні вказаних сумішей відіграють процеси, пов’язані з переміщенням і деформацією алмазних частинок, оскільки вміст добавок підібраний так, щоб зберігалися контакти алмаз – алмаз. Очевидно ці процеси суттєво не відрізняються від процесів, які відбуваються при спіканні в АВТ алмазних мікропорошків [5]. На першому етапі ущільнення упродовж 10–15 с відбувається різке зменшення пористості за рахунок взаємного ковзання частинок та розвитку процесів пластичної деформації, які викликають збільшення деформації ґратки. На другому етапі має місце повільне зменшення пористості. При цьому відбувається зниження рівня внутрішніх напруг у зразках алмазних полікристалів. Електронно-мікроскопічними дослідженнями виявлено, що пластична деформація частинок алмазу на першому етапі

проходить з утворенням скупчення дислокацій високої щільності, а також тонких двійників, що перетинаються.

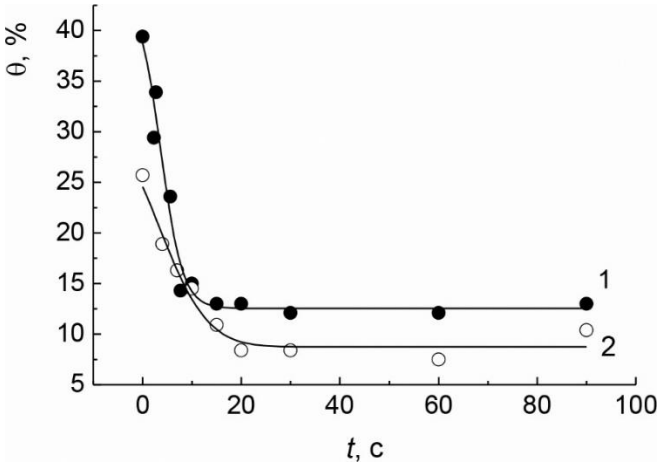


Рис. 2. Залежність від тривалості спікання пористості зразків композитів, спечених в АВТ з сумішей алмазного нанопорошку АСМ5 0,1/0 з нанопорошками вольфраму та його сполук: 1 – добавка № 2 в табл. 1, температура спікання 1880 °С; 2 – добавка № 5 в табл. 1, температура спікання 1900 °С

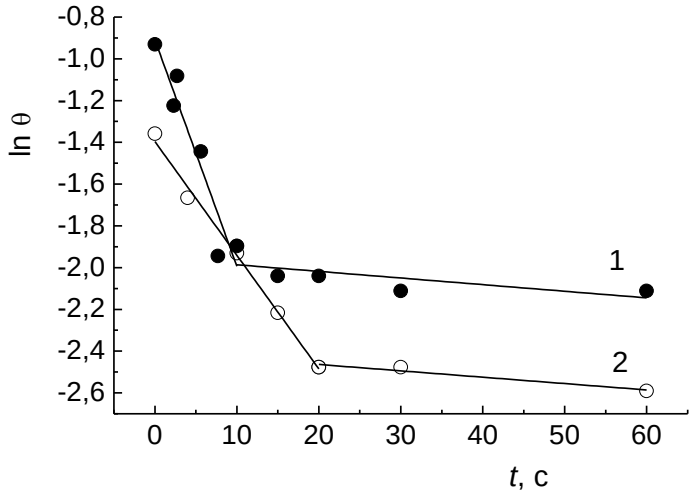


Рис. 3. Залежність від тривалості спікання логарифма пористості зразків композитів, спечених в АВТ з сумішей алмазного нанопорошку АСМ5 0,1/0 з нанопорошками вольфраму та його сполук: 1 – добавка № 2 в табл. 1, температура спікання 1880 °С; 2 – добавка № 5 в табл. 1, температура спікання 1790 °С

На другому етапі відбувається фазове перетворення алмаз→графіт в порах та в несуцільних поверхнях контактів частинок, а також протікають процеси перебудови деформаційної субструктури в зернах шляхом взаємодії дислокацій та двійників [6].

Слід зазначити, що збільшення тривалості спікання до 90 с викликає деяке зменшення густини зразків композитів, (див рис. 3.11). Імовірно, це пов’язано з графітизацією алмазу після того, як вольфрам повністю прореагував як з алмазом, так і з оксигенвмісними

сполуками. Це викликає погіршення фізико-механічних характеристик композитів, тому застосування традиційних для порошкової металургії величин тривалості спікання від десятків хвилин до кількох годин для спікання композитів на основі алмазних нанопорошків недоцільне.

Як було показано в [1], показником ефективності добавок для покращення спікання алмазних нанопорошків є температурна залежність густини отриманих зразків. Так збільшення густини спечених композитів із збільшенням температури спікання в високотемпературній області спостерігається при спіканні нанопорошку УДА з добавкою вольфраму.

Виходячи з такого критерію та з отриманих температурних залежностей (рис. 4) для нанокомпозитів алмаз – карбід вольфраму, спечених із сумішей, склад яких і способи обробки наведені в табл. 1, можна зазначити, що найбільш ефективно покращує спікання алмазного нанопорошку статичного синтезу введення до нього нанопорошку триоксиду вольфраму та розчинної вольфрамовмісної речовини в поєднанні з відпалом одержаної суміші в атмосфері водню.

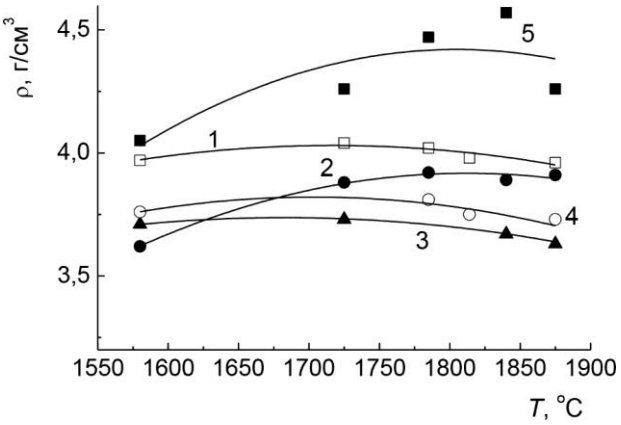


Рис. 4. Залежність від температури спікання густини зразків композитів, спечених в АВТ з сумішей алмазного нанопорошку АСМ5 0,1/0 з нанопорошками вольфраму та його сполук: 1 – 5 відповідає табл. 1; тривалість спікання 20 с

На рис. 5 показано структуру композиту, спеченого з вказаної суміші за 20 с за температури 1900 °С. Як видно з рисунка, в композиті відсутні ділянки, в яких би були присутні агломерати частинок алмазу або сполук вольфраму. Хоча спостерігаються певні коливання в концентрації елементів (табл. 2), проте вони лежать в межах 13 % для карбону і 15 % для вольфраму.

Твердість даного композиту складає 32 ГПа при навантаженні на індентор Кнупа 9,8 Н, , що в 1,2 рази перевищує твердість нанокомпозитів алмаз – WC, отриманих без застосування розчинної вольфрамовмісної речовини.

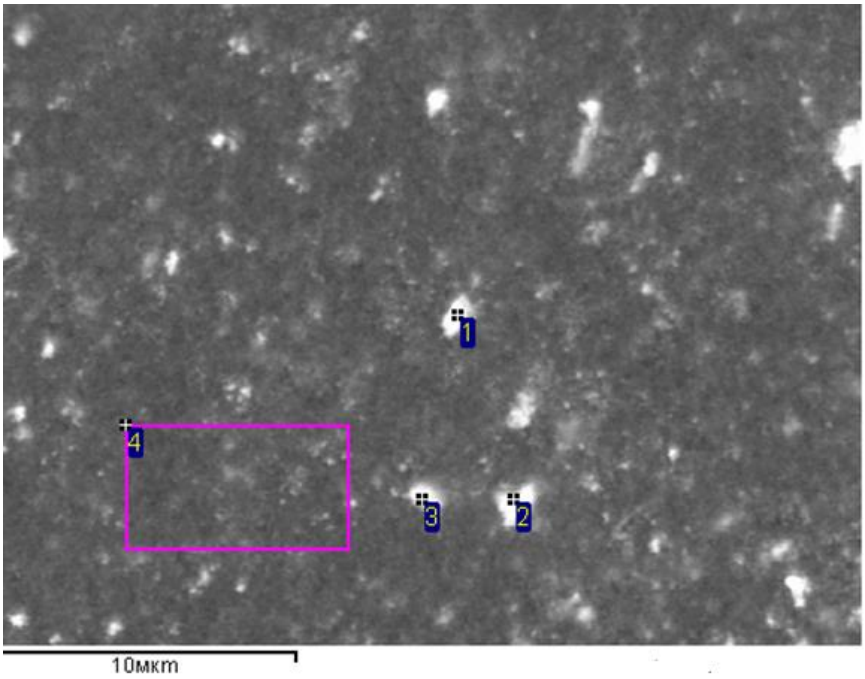


Рис. 5. Структура нанокомпозиту алмаз – карбід вольфраму, спеченого із суміші алмазного нанопорошку статичного синтезу, нанопорошку триоксиду вольфраму та розчинної вольфрамовмісної речовини: цифрами позначено ділянки, на яких визначали елементний склад

Таблиця 2. **Вміст елементів в виділених ділянках нанокомпозиту алмаз – карбід вольфраму**

№ ділянки на рис. 4	Вміст елементів, % (за масою)				
	C	O	W	Pb	Сумарне значення
1	41,61	5,64	52,45	0,31	100,00
2	50,29	7,39	41,96	0,37	100,00
3	58,13	9,22	31,33	1,32	100,00
4	71,69	7,08	18,46	2,75	100,00
Середнє значення	55,43	7,33	36,05	1,19	100,00
Стандартне відхилення	12,77	1,47	14,54	1,14	
Максимальне значеня	71,69	9,22	52,45	2,75	

Для дослідження можливості застосування розроблених композитів «алмаз–WC» були виготовлені втулки діаметром 60 мм та довжиною 80 мм з твердого сплаву ВК15. Порівняння застосування інструмента, оснащеного композитами з «алмаз–WC», алмазно-твердосплавними пластинами (АТП) та композитом на основі КНБ борсиніт показало, що при швидкостях різання до 20 м/хв. не спостерігається суттєвої різниці у працездатності таких композитів. При подальшому підвищенні швидкості різання інтенсивність зношування інструменту з «алмаз–WC» значно нижча у порівнянні з інструментом з АТП (рис. 6).

Зношування інструменту з компоту «алмаз–WC» при точінні твердого сплаву ВК15 має абразивний характер. У процесі точіння переважно зношується задня поверхня з утворенням фаски зносу без суттєвого руйнування різальної кромки.

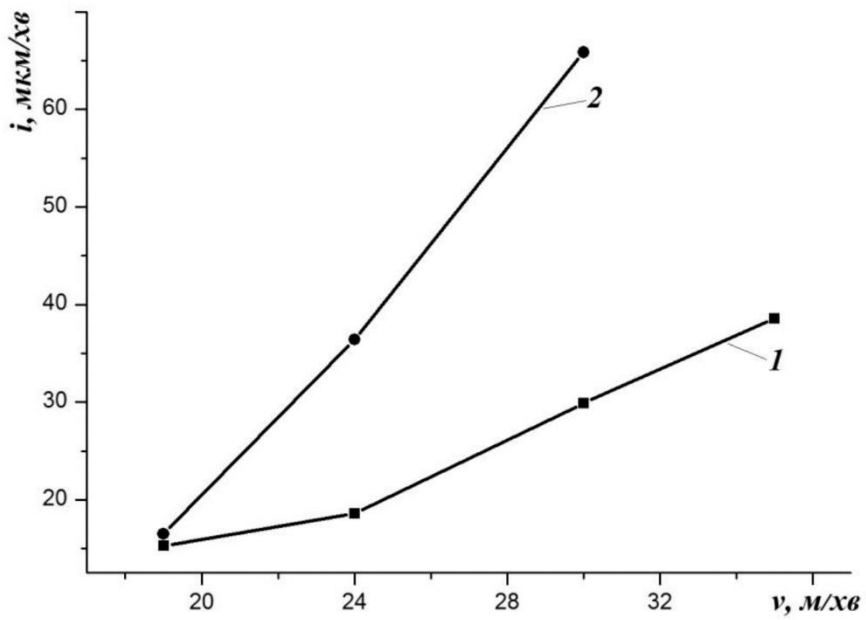


Рис. 6. Залежність швидкості зношування інструменту, оснащеного композитом «алмаз–WC» (1) та пластинами АТП (2) від швидкості різання при точінні твердого сплаву ВК15 (подача S = 0,1 мм/об; глибина різання l = 0,2 мм; γ = 0 °; α = 10 °)

Проведені дослідження показали, що застосування інструменту з «алмаз–WC» дозволяє високоефективно оброблювати вуглеграфіт з високими швидкостями різання 300–350 м/хв. (обробка заготовки під втулку нерухому з вуглеграфіту АГ 1500-С05 ТУ 20-3-72). Детальні дослідження процесу обробки і визначення стійкості інструменту з «алмаз-WC» при точінні вуглеграфіту АГ 1500-С05 в лабораторних умовах не проводилися через високу стійкості такого інструменту.

Із застосуванням пластин з «алмаз–WC» було досліджено перспективність обробки деталей, які виготовляються із силікованого графіту, зокрема втулок підшипників до дизельних турбодвигунів. Заготовки для втулок (зовнішній діаметр 17,2 мм) виготовляються з матеріалу СГП ТУ 147-54-94 (SiC – 74,81%, кремній вільний – 17,18 %, твердість 70–72 HRC).

Для порівняльної оцінки проводили обробку торців. Після п'яти проходів (n = 800 м/хв.; $S_{попер}$ = 0,025 мм/об; h = 0,25 мм) зношування задньої поверхні різальних пластин АТП і «алмаз–WC» одного форморозміру виявилося приблизно однаковим $h_з$ = 0,35 мм. При обробці втулок діаметром 30 мм підвищення числа обертів верстата від 350 до 630 об/хв. при інших постійних параметрах ($S_{попер}$ = 0,050 мм/об; l = 0,20 мм, 4 проходи) не привело до істотного зростання величини зношування інструменту з «алмаз–WC» ($h_з$ = 0,40–0,45 мм). Аналіз отриманих результатів показує, що для підвищення продуктивності попередню обробку силікованого графіту рекомендується проводити на наступних режимах: v = 50–60 м/хв.; S = 0,14–0,17 мм/об; l = 0,1–0,25 мм.

При обробці алюміній-кремнієвих сплавів спостерігається повільне регулярне зношування пластин з композиту «алмаз–WC», інтенсивність якого визначається вмістом кремнію. Стійкість таких різців при обробці алюмінієвих сплавів становить сотні годин, тому проведення стійкісних досліджень в лабораторних умовах пов'язане із значними труднощамиі.

При обробці поршнів двигунів внутрішнього згоряння з алюмінієво-кремнієвого сплаву АЛ25 (ГОСТ 2685-75) в широкому діапазоні швидкостей різання (160–700 м/хв.) спостерігається утворення наросту (особливо інтенсивно в діапазоні невисоких швидкостей різання) і налипання на передній поверхні інструменту оброблюваного матеріалу, що призводить до зростання висотних параметрів шорсткості обробленої поверхні.

Застосування мастильно-охолоджуючих технологічних середовищ дозволяє істотно поліпшити якість обробленої поверхні. Так, при обробці поршнів ДВЗ інструментом з «алмаз–WC» діаметром 7,00 мм ($\gamma = -10°$, $\alpha = 10°$) з використанням 3–5% розчину концентрату напівсинтетичної водорозчинної МОТС "Трибол" і вакуумного масла ВМ6 інтенсивного наростоутворення не спостерігалося, а шорсткість обробленої поверхні в порівнянні із «сухим» точінням знижувалася з *Ra* 1,2 до 0,8 мкм.

Велике значення при обробці кольорових сплавів має вибір геометричних параметрів інструменту. Використання інструменту (v = 570 м/хв.; S = 0,05 мм/об; l = 0,2 мм; МОТС) оснащеного круглими пластинами «алмаз–WC» діаметром 7,00 мм з геометричними параметрами інструменту $\gamma = 0°$, $\alpha = 11°$ дозволяє стабільно отримувати поверхні з *Ra* 0,45–0,52. Збільшення від'ємного значення переднього кута також призводить до значного зростання шорсткості обробленої поверхні.

Використання круглої пластини діаметром 7 мм за рахунок її поворотів забезпечує 6–8 періодів стійкості на кожній пластині, стабільну шорсткість обробленої поверхні. При обробці ділянок поршнів з канавками під компресійні кільця і отвір під шатунний палець інструмент працює з ударними навантаженнями. При точінні поршнів на ріжучих пластинах «алмаз–WC» ($\gamma = 0°$, $\alpha = 11°$, v = 570 м/хв.; S = 0,05 мм/об; l = 0,2–0,3 мм) не спостерігаються сколювання, викликані дією ударних навантажень, що свідчить про високу ударостійкість такого інструменту при обробці алюмінієво-кремнієвих (силумінових) сплавів.

Істотно на шорсткість поверхні впливає поздовжня подача, зі зростанням якої спостерігається погіршення якості поверхні. Тому для досягнення високої якості поверхні чистову обробку деталей з силумінових сплавів рекомендується проводити з подачами 0,02–0,05 мм/об.

Збільшення глибини різання в діапазоні 0,05–0,5 мм не приводить до істотного зростання параметра *Ra*. Швидкість різання в широкому діапазоні (160–570 м/хв.) її значень суттєво не впливає на шорсткість обробленої поверхні при обробці силумінових сплавів.

Висновки

1. Виходячи з отриманих температурних залежностей густини нанокомпозитів алмаз – карбід вольфраму, спечених із сумішей, які відрізняються складом вихідних вольфрамовмісних речовинх і способами обробки, можна зазначити, що найбільш ефективно покращує спікання алмазного нанопорошку статичного синтезу введення до нього нанопорошку триоксиду вольфраму та розчинної вольфрамовмісної речовини в поєднанні з відпалом одержаної суміші в атмосфері водню та вакуумною дегазацією.

2. В структурі композиту, спеченого з вказаної суміші за 20 с за температури 1900 ºС і тиску 8 ГПа, відсутні ділянки, в яких би були присутні агломерати частинок алмазу або сполук вольфраму. Відхилення в концентрації елементів лежать в межах 13 % для карбону і 15 % для вольфраму. Твердість даного композиту при навантаженні на індентор Кнупа 9,8 Н складає 32 ГПа, що в 1,2 рази перевищує твердість нанокомпозитів алмаз – карбід вольфраму отриманих без застосування розчинної вольфрамовмісної речовини.

3. Різальний інструмент, оснащений виготовленими зразками композиту має високу працездатність при обробці виробів із алюмінієво-кремнієвих сплавів (типу АЛ25), силіфікованого графіту, твердих сплавів. У залежності від оброблюваного матеріалу і режимів різання при точінні різцями, оснащеними зразками композиту алмаз-WC, досягається шорсткість оброблюваної поверхні *Ra* 0,35-0,80.

4. Створені інструменти при точінні виробів із алюмінієво-кремнієвих сплавів при високих швидкостях різання (500-700 м/хв.) дозволяють проводити як безударну обробку, так і обробку з динамічними навантаженнями.

5. Інтенсивність зношування інструментів з розробленого композиту при високопродуктивному (v = 30-40 м/хв.) точінні твердого сплаву ВК15 на 30-35 % нижча у порівнянні з інструментами, оснащеними алмазно-твердосплавними пластинами.

Показано, что использование растворенной соли вольфрамовокислого аммония в качестве среды для приготовления исходной смеси нанопорошков алмаза и WO_3 улучшает спекания нанокомпозита алмаз-карбид вольфрама. В структуре спеченного композита отсутствуют участки, в которых бы присутствовали агломераты частиц алмаза или соединений вольфрама. Твердость данного композита в 1,2 раза превышает твердость нанокомпозита, полученного без применения растворимого вольфрамосодержащего вещества. Режущий инструмент, оснащенный изготовленными образцами композита, имеет высокую работоспособность при обработке изделий из алюминиево-кремниевых сплавов, силицированного графита, твердых сплавов

Ключевые слова: алмазные нанопорошки, высокое давление, спекание, вольфрамовокислий аммоний, режущий инструмент.

O. O. Bochechka, S. A. Klimenko, T. O. Kuryliak, S. M. Nazarchuk, Yu. O. Melniichuk, V. M. Tkach

INFLUENCE OF MODIFICATION OF THE DIAMOND NANOPARTICLES SURFACE BY W-C BOND ON SINTERING AND PROPERTIES OF NANOCOMPOSITE DIAMOND-TUNGSTEN CARBIDE

It is shown that the use of a dissolved ammonium tungstate salt as a medium for the preparation of the initial mixture of diamond nanopowders and WO_3 improves the sintering of the diamon -tungsten carbide nanocomposite. There are no sections in the structure of the sintered composite in which agglomerates of diamond particles or tungsten compounds were present. The hardness of this composite is 1.2 times that of a nanocomposite obtained without using a soluble tungsten-containing substance. The cutting tool, equipped with manufactured samples of the composite, has a high working capacity when processing products from aluminum-silicon alloys, silicified graphite, and hard alloys

Key words: diamond nanopowders, high pressure, sintering, ammonium tungstate, cutting tool.

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. А. Романко, І. А. Свєшніков, С. Д. Заболотний. – Опубл. 10.03.11; бюл. № 5.

2. Вплив вольфраму на кінетику окиснення алмазного нанопорошку / В. Я. Забуга, О.О. Бочечка , Г. Г. Цапюк та ін. // Сверхтвердые материалы. – 2016. – №1. – С. 12 – 23.
3. Kurylyak T.O., Bochechka O.O., Kutsay O.M. The influence of tungsten additives on the functional covering of diamond nanopowder ACM 5 0,1/0 // Scientific works of 16-th Int. Young Scientists Conf. “Optics and High Technology Material Science” (SPO 2015, 22-25 October 2015), Kyiv, Ukraine. – Kyiv: AP 18, 2015. – P. 68 – 69.
4. Nozhkina A. V., Kolchemanov N. A., Kardanov A. A., and Dyatkov P. Ya. Physicochemical properties of dynamically synthesized diamond // Journal of Superhard Materials . - 2000. - N 1. - P. 78-84.
5. Bochechka A. A. and Lutsenko A. N. Kinetics of high pressure compaction of diamond powder at different temperatures // Journal of Superhard Materials. – 2002. –N 1. – P. 67–81.
6. Пилянкевич А. Н., Олейник Г.С., Бритун В.Ф. Структурообразование поликристаллических однокомпонентных алмазных материалов // Высокие давления и свойства материалов. – Киев: ИПМ АН УССР, 1988. – С. 10–18.

Надійшла 26.07.18

References

1. Novikov, M. V., Bochechka, O. O., Nazarchuk, S. M., Havrylova, V. S., Oleinyk, H. S., Romanko, L. O., Svieshnikov, I. A., Zabolotnyi, S. D. (2011). Patent of Ukraine 93803.
2. Zabuha, V. Ya., Bochechka, O. O., Tsapyik, H. H., et al. (2016). Vplyv volframu na kinetyku okysnennia almaznoho nanoporoshku [Effect of tungsten on the oxidation kinetics of diamond nanopowder]. *Sverkhtverdye materialy. – Superhard materials, 1,* 12–23 [in Ukrainian].
3. Kurylyak, T. O., Bochechka, O. O., Kutsay, O.M. The influence of tungsten additives on the functional covering of diamond nanopowder ACM 5 0,1/0. Proceedings’15: Scientific works of 16-th Int. Young Scientists Conf. “Optics and High Technology Material Science” (SPO 2015, 22-25 October 2015), (pp. 68–69). Kyiv.
4. Nozhkina, A. V., Kolchemanov, N. A., Kardanov, A. A., and Dyatkov, P. Ya. (2000). Physicochemical properties of dynamically synthesized diamond. *J. of Superhard Materials,1, 78-84.*
5. Bochechka, A. A. and Lutsenko A. N. (2002). Kinetics of high pressure compaction of diamond powder at different temperatures. *J. of Superhard Materials, 1, 67–81.*
6. Piliankevich, A. N., Oleinik, G. S., Britun, V. F. (1988). Strukturoobrazovanie polikristallicheskikh odnokomponentnykh almaznykh materialov [Structure formation of polycrystalline single-component diamond materials]. *Vysokie davleniia i svoiustva materialov. – High pressure and material properties,* 543–550 [in Russian].

УДК 620.22 – 419:621.762.5

Н. О. Русінова, інж.

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

ПІДВИЩЕННЯ МІЦНОСТІ КОМПОЗИЦІЙНОГО МАТЕРІАЛУ ЗА УМОВ ДВОСТАДІЙНОГО СПІКАННЯ В СИСТЕМІ $C_{АЛМ}$ – Si (ОГЛЯД)

Для забезпечення зміцнення зв'язку алмаз-алмаз та підвищення міцності композиційного матеріалу (на 20–25%) систему, яка складається з порошку алмазу та кремнію, спочатку нагрівають до температури, недостатньої для плавлення кремнію, витримують при цій температурі упродовж 40–60 с, потім систему нагрівають до температури, достатньої для плавлення кремнію. Матеріал, отриманий за рахунок використання двостадійного способу спікання (АКТМ) характеризується підвищеною міцністю та має багато областей застосування.

Ключові слова: *композиційні матеріали, алмаз, кремній, пластична деформація, спікання, міцність, термостійкість.*

Сучасний розвиток виробництва бурового та різального інструменту тісно пов`язаний із застосуванням полікристалічних матеріалів на основі алмазу. Оснащення інструменту надтвердими різальними вставками дозволяє суттєво підвищити його ефективність. Існуюча необхідність у створенні нових алмазних полікристалічних композиційних матеріалів, що мають підвищені фізико-механічні властивості (наприклад, зносостійкість, термостабільність, міцність), потребує подальшого всебічного вивчення процесу отримання зазначених матеріалів [1].

Для оснащення бурового інструменту (долот, коронок, різців) використовують алмазні твердосплавні пластини, які складаються з полікристалічного алмазного шару та підкладки із твердого сплаву, що вироблені як одне ціле, та алмазний композиційний термостабільний матеріал (АКТМ) [2].

Відомо, що при спіканні порошків алмазу можна керувати структурою та властивостями полікристалів, змінюючи параметри процесу спікання (тиск, температуру, тривалість процесу спікання). Керуючи параметрами спікання можна отримати полікристали з різним вмістом включень (Co, Si та інші), з інтенсивним та контрольованим зростанням зерен, з різним характером зламу – транскристалітним та інтеркристалітним, з підвищеною зносостійкістю.

Доведено [3], що на міцність отримуваних полікристалічних матеріалів на основі алмазу впливають умови спікання, а саме тиск та температура. За рахунок вдосконалення умов одержання композиційного матеріалу на основі алмазу завдяки вибору режиму нагрівання алмазної маси відбувається зростання площі контакту по межах алмазних частинок і, як наслідок, підвищується його міцність. Відомо [4] спосіб одержання полікристалічного термостійкого високоміцного матеріалу на основі мікропорошків алмазу та карбіду кремнію. Удосконалення способу одержання високоміцного матеріалу забезпечується за рахунок двостадійного спікання композиту. Спосіб забезпечує міцність алмазного композиційного матеріалу на 20–25% вище, ніж міцність матеріалу, одержаного одностадійним способом. Спосіб одержання композиційного матеріалу на основі алмазу включає формування алмазної маси з порошку алмазу та просочувального шару з суміші порошків кремнію, графіту і нанопорошку алмазу, нагрівання цієї системи при тиску не менше 6 ГПа до температури, недостатньої для плавлення кремнію та витримці при цій температурі упродовж 40–60 с, потім систему нагрівають до температури вище температури плавлення кремнію. Формування структури полікристалічних матеріалів на основі алмазу, для яких характерним є наявність неперервного каркасу з алмазних частинок, пов'язане, в першу чергу, з формуванням зв'язку алмаз – алмаз. Основна роль у цьому процесі належить пластичній деформації алмазних частинок під дією високих тиску та температури. Температура початку пластичної деформації мікропорошків алмазу при тиску 8 ГПа складає 1230 К [5]. Показано [6], що при спіканні тиск в точках контакту алмазних зерен може досягати 130 ГПа. В порах між зернами алмазу тиск значно нижче, тому на поверхнях, що не контактують, утворюється графіт [7].

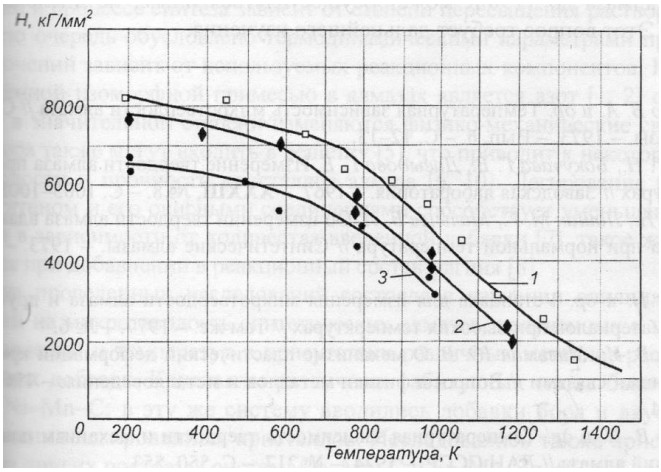


Рис. 1. Залежність мікротвердості природнього (1), синтетичного кубічного габітусу (2), синтетичного кубооктаедричного габітусу (3) монокристалів алмазу від температури

Відомо [8], що твердість алмазу залежить від температури. На рис. 1 видно, що при підвищенні температури до 1000 ºС мікротвердість знижується приблизно в 2 рази.

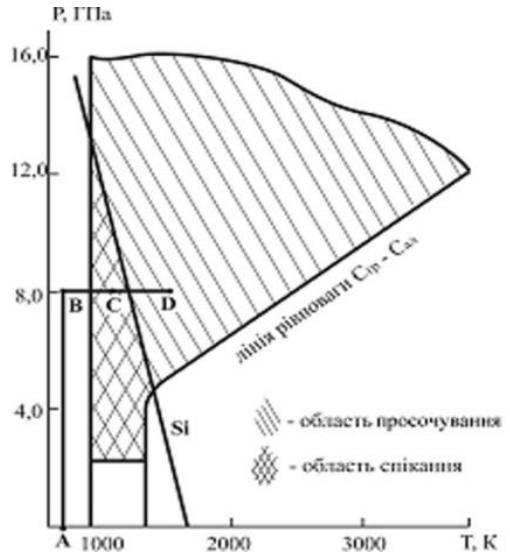
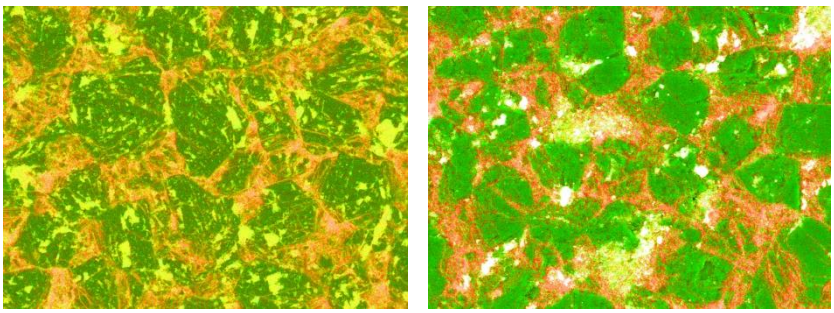


Рис. 2. Діаграмма стану спікання алмазу та плавкості кремнію

Зменшення твердості при температурі, яка нижче температури плавлення кремнію та витримка при цій температурі, створює умови для процесу пластичної деформації. Під дією зазначених умов відбувається підвищення площі контакту частинок алмазу. Це сприяє зміцненню зв'язку алмаз – алмаз та підвищенню міцності композиційного матеріалу, що підтверджується діаграмою стану спікання алмазу та плавкості кремнію (рис. 2). На діаграмі стану спікання алмазу [4] заштрихованою показана область спікання алмазу, а пряма лінія із поміткою Si описує плавлення кремнію залежно від температури і тиску. Спочатку підвищували тиск до 8 ГПа – (від точки А до точки В). Потім нагрівали систему до температури, яка відповідає області спікання алмазів та витримували при цій температурі (точка С), далі проводили нагрівання системи до температури, достатньої для плавлення кремнію (точка D).



а *б*

Рис. 3. Мікроструктура шліфів зразків композиційного матеріалу, виготовлених по двостадійному (а) та одностадійному (б) спіканні

На рис. 3 наведено мікроструктуру шліфів зразків композиційного матеріалу, виготовлених за двостадійного (рис. 3 *а*) та одностадійного (рис. 3 *б*) спікання. Аналіз показує , що у композиційного матеріалу, виготовленного за двостадійного (рис. 3 *а*) спікання та у композиційного матеріалу, виготовленного за одностадійного (рис. 3 *б*) спікання, однорідний розподіл частинок алмазу та утвореної SiC-фази. Фактично між всіма частинками алмазу різних розмірів існують прошарки зв`язувальної фази, але в мікроструктурі зразків, що виготовлені за двостадійного спіканя (рис. 3 *а*) зазначених прошарків значно менше.

Відомо [9], що основною причиною руйнування синтетичного алмазу під дією високих температур є збільшення на 15–20% об′єму включень сплаву-розчинника при нагріванні та їх взаємодія з алмазом. Міцність алмазів після термообробки залежить від вмісту, складу включень, та від структури кристалу. Досліди показали [10], що чим вище вихідна міцність кристалу та більш досконала його структура, тим більше впливають на його міцність після термообробки домішки всередині кристалу.

Згідно [11] масова частка домішок у вигляді розчинних компонентів в шліфпорошках не повинна перевищувати 1%. Масова частка домішок у субмікропорошках не повинна

перевищувати 2%. За домішку може бути наступний хімічний елемент: Co, B, Si, Fe, Mn, Ni, Cr, Ca, Cu.

Відомо [5], що на міцність отримуваного полікристалічного матеріалу на основі алмазу (АПКМ) впливає введення добавки, яка активує процес спікання. Дослідження структури та складу АПКМ, отриманого в системі Салм – Со та системі Салм – Со – 34Ni показали, що підвищення міцності відбувається при використанні як активуючої процес спікання добавки кобальту (Со) та суміші кобальту з нікелем (Со – 34Ni). Отриманий матеріал використовується для оснащення коронок для буріння порід осадочного типу.

Формування міжалмазних границь визначається, головним чином, розвитком масопереносу в місцях взаємного мікроіндентування зерен. Такі добавки як кобальт та нікель, при спіканні в міжзеренних проміжках виконують роль технологічного середовища, в якому відбувається взаємодія в системі алмаз-добавка і проходить процес перекристалізації через рідку фазу, джерелом якої є кобальт та нікель. Це приводить до виникнення зв`язків алмаз-алмаз і підвищення міцності матеріалу. Введення кобальту та нікелю збільшує в`язкість матеріалу (зменшує його крихкість) та відповідно, міцність. Крім цього, сплав кобальту з нікелем, в умовах високих тиску і температур краще змочує алмазні зерна, ніж кобальт. Тобто при використанні зазначених добавок відбувається зрощення зерен алмазу, тому виникає питання – чи відбуваються аналогічні процеси при введенні кремнію (Si) як добавки, що активує процес спікання.

Є дані [12], що при нагріванні синтетичних алмазів до температури 1000 ºС відбувається виплавляння включень сплаву-розчинника. Можна припустити, що мікровключення сплавів-розчинників можуть виділятися при температурі менше 1000 ºС, тому що температура плавлення мікровключень нижча. Можливо, що завдяки наявності включень сплавів-розчинників в частинках вихідного алмазного порошку при використанні кремнію відбувається часткове зрощення зерен, яке приводить до підвищення міцності.

Відомо [7], що застосування природного мікропорошку алмазу для отримання композиційних матеріалів зазвичай сприяє підвищенню термостабільності отриманного матеріалу, так як вважається, що природні алмази, на відміну від синтетичних не містять металічних домішок, які при високих теспературах взаємодіють з алмазом та понижують його експлуатаційні властивості.

Проте було показано [13], що порошки не тільки синтетичного, але й природного алмазу містять домішки та включення. Для отримання зразків алмазних композитів спікали алмазні мікропорошки АСМ 20/10, АСМ 40/28 та АМ 10/40 без добавок, які активують процесс спікання, проте додавали невелику кількість (0,3–0,5% за масою) графена Gn(4). Коерцитивні сили (H_c, Е) отриманих зразків синтетичного алмазу та природного алмазу, без видимих включень, мають значення, які наведено в таблиці.

Коерцитивна сила H_c, е зразків алмазного полікристалічного композиту із різним складом

Зразок	Коерцитивна сила H_c, Е
АСМ 40/28 + 0,5% (за масою) графена Gn(4)	189,79
АСМ 40/28 + 1,0% (за масою) графена Gn(4)	215,01
АМ 10/14 + 0,3% (за масою) графена Gn(4)	303,22

Феромагнітні властивості в отриманих полікристалічних алмазних композитах можуть формуватись як внаслідок вмісту феромагнітних домішок у порошках природного алмазу, а також і домішок і включень металів-розчинників вуглецю (Ni, Fe, Co) у порошках синтетичного алмазу. Як відомо, алмаз, що не містить домішок є діамагнетиком, проте магнитні властивості реальних порошків алмазу, як і електричні, залежать від того, чи містять вони домішки та включення [14, 15].

Завдяки підвищеній міцності композиційний алмазний матеріал отримав широке застосування в багатьох сферах, а саме: при оснащенні бурового інструменту (коронок), коронки використовують при геологорозвідувальному бурінні; при виготовленні свердел для бетону, кераміки, граніту, мармуру; при виготовленні голок для нанесення малюнку на природному камені; при виготовленні накатного інструменту для пластичної деформації металевих поверхонь; вперше розроблено накатний надтвердий інструмент для оброблення матеріалів тиском; зазначений інструмент містить сепаратор, у гнізда якого вставлені виготовлені з полікристалічного композиційного матеріалу тіла кочення зі зв´язком між зернами алмаз-алмаз; при виготовленні накатного інструменту для оброблення матеріалів під тиском; при виготовленні вигладжувачів для доведення металевих поверхонь до дзеркального стану;в олівцях, гребінках та різцях для правлення корундових шліфувальних кругів, вигладжувачах для оброблення закалених сталей, волоках для волочіння сталевого, мідного, молібденового та інших дротів, наконечниках для датчиків автоматичного контролю розміру деталей, деформуючому інструменті для механічного шаржування робочих поверхонь огранного чавунного диску, який застосовують для огранювання алмазів [16, 17, 18].

Висновки

Таким чином, для забезпечення зміцнення зв′язку алмаз-алмаз та підвищення міцності композиційного матеріалу (на 20-25%) систему, яка складається з порошку алмазу та кремнію, спочатку нагрівають до температури, недостатньої для плавлення кремнію, витримують при цій температурі упродовж 40-60 сек., потім систему нагрівають до температури, достатньої для плавлення кремнію. При зазначеній витримці за рахунок пластичної деформації відбувається усадка, підвищується взаємозв’язок між зернами алмазу, відбувається часткове зростання зерен алмазу за рахунок домішок в алмазному порошку металів розчинників, що приводить до підвищення міцності. Матеріал, отриманний за рахунок використання двостадійного способу спікання (АКТМ), характеризується підвищеною міцністю та має багато областей застосування.

Для обеспечения укрепления связи алмаз-алмаз и повышения прочности композиционного материала (на 20–25%) систему, которая состоит из порошка алмаза и кремния, сначала нагревают до температуры недостаточной для плавления кремния, выдерживают при этой температуре в течение 40–60 с, затем систему нагревают до температуры, достаточной для плавления кремния. Материал, полученный за счет использования двухстадийного способа спекания (АКТМ) характеризуется повышенной прочностью и имеет много областей применения.

***Ключевые слова**: композиционные материалы, алмаз, кремний, пластическая деформация, спекание, прочность, термостойкость.*

N. A. Rusinova

STRENGTH INCREASING OF COMPOSITE MATERIAL UNDER CONDITIONS OF TWO-STAGE SINTERING IN A C_{DIAM}-Si SYSTEM (Review)

To provide the strengthening of diamond-diamond and silicon bond powder systems are first heated to a temperature not enough to melt silicon, maintained at this temperature for 40–60 s, to provide diamond diamond strengthening and toughness of the composite material (20–25%), then the system is heated to a temperature sufficient to melt silicon. The material obtained by using a two-stage sintering method (AKTM) is characterized by high strength and has many applications.

***Key words**: composite materials, diamond, silicon, plastic deformation, sintering, strength, thermal stability.*

Література

1. Сверхтвердые материалы. Получение и применение: Монография: в 6 т. / Под общ. ред. Н.В. Новикова: отв. ред. А.А. Шульженко. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля, ИПЦ «Алкон» НАН Украины, 2003. Т. 1: Синтез алмаза и подобных материалов. С. 259–265.
2. Алмазный поликристаллический материал для оснащения бурового инструмента / А. А. Шульженко, Р. К. Богданов, В. Г. Гаргин и др. // Породообразующий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. научн. тр. – Киев: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2007. – Вып. 10. – С. 189–196.
3. Шульженко А. А., Гаргин В. Г., Шишкин В. А., Бочечка А. А. Поликристаллические материалы на основе алмаза. – К.: Наук. думка, 1989. – 192 с.
4. Пат. на корисну модель № 21897, МПК (2006) C01B 31/00 (2007.01).Спосіб одержання композиційного матеріалу на основі алмазу / О. О. Шульженко, В. Г. Гаргін, Н. О. Русінова. – Опубл. 10.04.07, Бюл. № 4.
5. Алмазный поликристаллический композиционный материал и его свойства / А. А. Шульженко, В. Г. Гаргин, Н. А. Русинова и др. // Сверхтвердые материалы: Сб. научн. тр. – Киев: Институт сверхтвердых материалов им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2010. – Вып. 6. – С. 3–14.
6. Novikov N. V., Shulzhenko A. A. Promising superhard materials and efficienttechnologies of their production // Innovative Superhard materials and Sustainable Coatings for Advanced Manufacturing / Ed. By J. Lee, N. Novikov. – The Netherlands: Springer, 2005. – NATO Sci. Ser. II: Mathematics, Physics and Chemistry. – Vol. 200. – P. 91–105.
7. Русинова Н. А. Поликристаллические композиционные термостойкие материалы на основе алмаза и карбида кремния и их физико-механические свойства // Сучасні енергетичні установки на транспорті, технології та обладнання для їх обслуговування: Матеріали. – Херсон: СЕУТТОО, 2014. – С. 306–309.
8. Бакуль В. Н., Лошак В. И., Мальнев В. И. // Всесоюзн. конф. «Новое в теории и практике создания и применения синтетических сверхтвердых материалов»: Тез. докл. – Ч. 1. Синтез и исследование свойств сверхтвердых материалов. – Киев, 1977. – С. 25–28.
9. Новиков Н. В., Шульженко А. А. Новые СТМ и их применение в промышленности // Сверхтвердые материалы. – 1987. – № 5. – С. 8–14.

10. Порошки и пасты из синтетических алмазов / Никитин Ю. И., Уман С. М., Коберниченко Л. В., Мартынова Л. М.,; Отв. Ред. Кислый П. С.; АН Украины. Ин-т сверхтвердых материалав им. В. Н. Бакуля. – Киев: Наук. думка, 1992. – 284 с.
11. ДСТУ 3292-95. Державний стандарт України. Порошки алмазні синтетичні. Загальні технічні умови. – К.: Держстандарт України. 1995. – 71 с.
12. В. Г. Гаргин. Термическое разрушение синтетических алмазов // Сверхтвердые материалы: Сб. научн. тр. – Киев: Институт сверхтвердых материалов им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 1982. – Вып. № 1. – С. 17–20.
13. Электрофизические свойства алмазного композицинного материала / А. А. Шульженко, L. Jaworska, Л. А. Романко // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника, технология его изготовления и применения. Вып. 20. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2017. – С. 218–227.
14. Физические свойства алмаза: справочник / Н. В. Новиков (ред). – К.: Наук. думка, 1987. – 188 с.
15. Wakabayashi K., Fujita M., Kusakabe K., Nakada K. Magnetic structure of graphite ribbon // Czechosl. J. Phys. – 1996. – 46. – N 4. – P. 1865–1866.
16. Алмазный композиционный термостойкий материал для оснащения бурового инструмента / А. А. Шульженко, В. Г. Гаргин, Н. А. Русинова и др. // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2006. – С. 8–12.
17. Шульженко А. А., Розенберг О. А., Гаргин В. Г., Русинова Н. А. Накатной инструмент // Синтез, спекание и свойства сверхтвердых материалов: Сб. научн. тр. – Киев: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2010. – С. 182.
18. Русінова Н. О. Отримання, властивості та застосування полікристалічних композиційних матеріалів на основі алмазу та карбіду кремнію // Інструментальний світ: Зб. наук. пр. – Київ: ІНМ НАН України, 2012. – Вип. № 3-4 (55-56). – С. 24–37.

Надійшла 12.07.18

References

1. Shulzhenko, A. A. (Eds.). (2003). Sintez almaza i podobnykh materialov [Synthesis of diamond and similar materials]. *Sverkhtverdyye materialy. Polucheniye i primeneniye [Superhard materials. Preparation and application]*. N.V. Novikov (Ed.); NAN Ukraine. In-t sverkhtverdikh materialov im. V. N. Bakulia. (Vols. 1–6; Vol. 1). Kiev: IPC «ALKON» [in Russian].
2. Shul'zhenko, A. A., Bogdanov, R. K., Gargin, V. G., et al. (2007). Almaznyy polikristallicheskiy material dlya osnashcheniya burovogo instrumenta [Diamond polycrystalline material for equipping the drilling tool]. *Porodoobrazuyushchiy i metalloobrabatyvayushchiy instrument - tekhnika i tekhnologiya yego izgotovleniya i primeneniya. - Rock Destruction and Metal-Working Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications, 1*, 189–196 [in Russian].
3. Shul'zhenko, A. A., Gargin, V. G., Shishkin, V. A., et al. (1989). *Polikristallicheskiye materialy na osnove almaza [Polycrystalline materials based on diamond]*. Kiev: Nauk. dumka [in Russian].

4. Shulzhenko, A. A., Gargin, V. G., & Rusinova, N. A. (2007). Patent of Ukraine 21897 [in Ukraine].
5. Shul'zhenko, A. A., Gargin, V. G., Rusinova, N. A., et al. (2010). Almaznyy polikristallicheskiy kompozitsionnyy material i yego svoystva [Diamond polycrystalline composite material and its properties]. *Sverkhtverdye materialy. – Journal of Superhard Materials, 1*, 3–14 [in Russian].
6. Novikov, N. V., Shulzhenko, A. A. (2005) Promising superhard materials and efficient technologies of their production. *Innovative Superhard materials and Sustainable Coatings for Advanced Manufacturing, Vol. 200*, P. 91–105.
7. Rusinova, N. A. (2014). Polikristallicheskiye kompozitsionnyye termostoykiye materialy na osnove almaza i karbid kremniya i ikh fiziko-mekhanicheskiye svoystva [Polycrystalline composite heat-resistant materials based on diamond and silicon carbide and their physical and mechanical properties]. Proceedings from Modern energy installations on transport, technologies and equipment for their servicing ’14: *V Mezhdunarodnaia nauchnoprakticheskaia konferentsiia (1–3 oktiabria 2014 hoda) – 5nd International Scientific and Practical Conference*. (pp. 306–309). Kherson: Khersonskaia gosudarstvennaia akademiia [in Russian].
8. Bakul', V. N., Loshak, V. I., & Malnev, V. I. (1977). Novoye v teorii i praktike sozdaniya i primeneniya sinteticheskikh sverkhtverdykh materialov [New in the theory and practice of creating and using synthetic superhard materials]. *Synthesis and study of the properties of superhard matrials. - Sintez i issledovaniye svoystv sverkhtverdykh matrerialov, 1*, 25–28 [in Russian].
9. Novikov, N. V., & Shul'zhenko, A. A. (1987). Novyye STM i ikh primeneniye v promyshlennosti [New STM and their application in industry]. *Sverkhtverdye materialy. – Journal of Superhard Materials, 5*, 8–14 [in Russian].
10. Nikitin, Y. I., Uman, S.M., Kobernichenko, L.V., et al. (1992). *Poroshki i pasty iz sinteticheskikh almazov [Powders and pastes from synthetic diamonds]*. Kiev: Nauk. dumka [in Russian].
11. Poroshki almaznye sinteticheskie. Obshchie tekhnicheskie usloviia [Synthetic diamond powders. General specifications]. (1995). DSTU 3292-95. Kiev:Hosstandart Ukrainy [in Ukrainian].
12. Gargin, V. G. (1982). Termicheskoye razrusheniye sinteticheskikh almazov [Thermal destruction of synthetic diamonds]. *Sverkhtverdye materialy. – Journal of Superhard Materials, 1*, 17–20 [in Russian].
13. Shul'zhenko, A. A., Jaworska, L., Romanko, L. A., et al. (2017). Elektrofizicheskiye svoystva almaznogo kompozitsinnogo materiala [Electrophysical properties of diamond composite material]. *Porodoobrazuyushchiy i metalloobrabatyvayushchiy instrument - tekhnika i tekhnologiya yego izgotovleniya i primeneniya. - Rock Destruction and Metal-Working Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications, 1,* 218-227 [in Russian].
14. Novikov, N. V. (Eds.) (2003). *Fizicheskiye svoystva almaza: spravochnik [Physical properties of diamond: a guide]*. Kiev: Nauk. dumka [in Russian].
15. Wakabayashi K., Fujita M., Kusakabe K., & Nakada K. (1996). Magnetic structure of graphite ribbon. *Czechosl. J. Phys, Vol. 46, 4*, 1865–1866.

16. Shul'zhenko, A.A., Gargin, V.G., Rusinova, N.O. (2006). Almaznyy kompozitsionnyy termostoykiy material dlya osnashcheniya burovogo instrumenta [Diamond composite heat-resistant material for equipping the drilling tool]. *Porodoobrazuyushchiy i metalloobrabatyvayushchiy instrument - tekhnika i tekhnologiya yego izgotovleniya i primeneniya. - Rock Destruction and Metal-Working Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications, 1*, 8–12 [in Russian].
17. Shul'zhenko, A. A., O. A. Rozenberg, O. A., Gargin, V. G., et al. (2010). Nakatnoy instrument [The rolling tool]. *Sintez, spekaniye i svoystva sverkhtverdykh materialov, [Synthesis, sintering and properties of superhard materials]*. N. V. Novikov (Ed.). NAN Ukraine. In-t sverkhtverdikh materialov im. V. N. Bakulia. (Vols. 1–6; Vol. 1). Kiev: Logos [in Russian].
18. Rusinova, N. O. (2012). Otrymannya, vlastyvosti ta zastosuvannya polikrystalichnykh kompozytsiynykh materialiv na osnovi almazu ta karbidu kremniyu [Obtaining, properties and application of polycrystalline composite materials based on diamond and silicon carbide]. *Instrumental world. – Instrumentalnyi svit, 3-4*, 24–37 [in Ukraine].

УДК 621.921.34-492.2

Г. А. Петасюк, д-р техн. наук[1]; **М. Н. Сафонова**[2]**,**
Ю. В. Сирота[1]**,** кандидаты технических наук; **О. У. Петасюк**, вед. инж.[1]

[1]Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, ул. Автозаводская 2, 04074 г. Киев, e-mail: petasyuk@ukr.net
[2]Северо-Восточный федеральный университет имени М.К. Аммосова, г. Якутск, Россия, e-mail: marisafon_2006@mail.ru

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТОЛЩИНЫ ПОКРЫТИЯ МЕТАЛЛИЗИРОВАННЫХ ШЛИФПОРОШКОВ СИНТЕТИЧЕСКОГО АЛМАЗА НА ОСНОВЕ ЭКСТРАПОЛЯЦИОННО-АФФИННОЙ 3D МОДЕЛИ ЗЕРНА

Проанализированы методические особенности опосредованно-аналитического определения толщины покрытия зерен металлизированных шлифпорошков синтетического алмаза. Проведенные исследования показали, что наиболее совершенными есть методы, основанные на применении внешней удельной поверхности. Впервые предложено использовать в этой расчетной схеме экстраполяционно-аффинную 3D модель зерна. На примере шлифпорошка АС125 400/315 доказано преимущество такой 3D модели по сравнению с 3D моделью в форме шара. Использование экстраполяционно-аффинной 3D модели зерна позволяет находить толщину покрытия зерен металлизированных алмазных порошков без традиционного предположения о шарообразной форме их зерен и с меньшей погрешностью. Предложенный новый метод может быть использован и для порошков других абразивных материалов.

***Ключевые слова**: металлизация, покрытие, опосредовано-анлитические методы, 3D модель зерна, внешняя удельная поверхность.*

Металлизация есть одним из действенных методов модификации поверхности зерен порошков синтетического алмаза (СА), кубического нитрида бора и порошков других

сверхтвердых абразивных материалов [1]. Главная цель подобной технологической операции направлена на повышение эффективности применения абразивного инструмента (АИ), изготовленного с использованием металлизированных порошков.

Важным показателем качества металлизированных шлифпорошков СА есть толщина покрытия зерен. Одновременно с однородностью покрытия зерен она является определяющим фактором влияния на микротвердость и трещиностойкость алмазных порошков, на прочность удержания зерен шлифпорошка в режущем слое АИ, а потому и на удельный расход абразивного порошка. Именно удельный расход как характеристика процесса обработки и служит основным критерием эффективности АИ [2].

При этом важно отметить, что такой положительный эффект достигается лишь при выборе оптимальной толщины покрытия, т.е. для конкретной пары связка-покрытие существует оптимальная толщина металлического покрытия [3]. Например, испытание металлизированных алмазных шлифпорошков АСВ (современная марка АС32) зернистостью 125/100 показали, что увеличение толщины никелевого покрытия свыше оптимального не сопровождалось повышением стойкости инструмента [4].

Непосредственное определение толщины покрытия металлизированных зерен теоретически возможно, но крайне сложно в отношении практического осуществления. Поэтому все известные на сегодня методы определения этой характеристики по своей сути являются опосредствованными, поскольку не дают непосредственного ответа относительно толщины покрытия.

Одной из основных методических составляющих известных подходов к опосредствованному установлению толщины покрытия зерен при металлизации есть аналитическое определение объема осредненого зерна порошка начального и после металлизации. Для этой цели обычно пользуются 3D моделью зерна в форме шара с известными аналитическими зависимостями для определения его объема. При этом выходят из допущений относительно однородности покрытия и идентичности формы начального и металлизированного зерен. Объем металла покрытия, нанесенного на одно зерно, находят с учетом плотности и массы металла, израсходованного на покрытие определенной массы шлифпорошка и количества зерен алмазного порошка в одном его карате. Дальше, исходя из аналитических выражений для объема металла-покрытия (v_m), объемов начального (v_a) и металлизированного (v_c) зерен порошка, составляют уравнение соотношения этих объемов в виде $v_m + v_a = v_c$. В это уравнение подставляют аналитические выражения для объемов, которые там фигурируют, и находят толщину покрытия зерен металлизированных порошков (h).

Особенностью известных опосредованно-аналитические методов определения толщины покрытия зерен металлизированных шлифпорошков СА есть использования 3D модели зерна в форме шара, хотя подходы к разработке самых методов отличаются. Из этих известных опосредованно-аналитические методов определения толщины покрытия зерен металлизированных шлифпорошков СА следует выделить метод, примененный в работе [5], который основан на использовании внешней удельной поверхности ($F_{уд}$). Такой подход к определению толщины покрытия металлизированных зерен видится наиболее совершенным, поскольку внешняя удельная поверхность может быть получена как экспериментально, так и опосредованно-аналитическими методами. Для определения толщины покрытия зерен металлизированных шлифпорошков СА в цитированной выше работы предлагается следующая формула

$$h = \frac{\mu}{\rho_a F_{уд}}\ , \qquad (1)$$

которую авторы, принимая 3D модель зерна в форме шара, для которого $F_{уд} = 6/(d\ \rho_a)$, приводят к виду

$$h = \frac{\mu d \varphi}{6} \frac{\rho_a}{\rho_m} \qquad (2)$$

Здесь ρ_a – плотность алмаза, ρ_m – плотность материала металла-покрытия; $\mu = m_M/m_a$ – степень металлизации; m_M – масса металла, израсходованного на покрытие алмазного порошка массой m_a, d – средний размер зерна алмаза до металлизации; φ – эмпирический коэффициент, который зависит от геометрии зерен и характеризует отклонение его объема от объема шара с диаметром, равным среднему размеру зерна. Для шлифпорошков СА авторы предлагают брать его равным 0,7.

Для усовершенствования предложенного в [5] метода определения толщины покрытия зерен металлизированных шлифпорошков СА можно или вообще обойтись без 3D модели зерна, или использовать более оригинальные (в смысле приближения к фактической пространственной форме зерна) 3D модели по сравнению с известными пространственно-классическими телами наподобие шара или куба. Тем не менее, практическое воплощение такой новаторской возможности в работе [5] осталось нереализованным, поскольку ее авторы при определении внешней удельной поверхности, как уже отмечалось, снова обращаются к уже традиционной 3D модели зерна в форме шара. Это вносит значительную погрешность в определение внешней удельной поверхности шлифпорошков СА, фактическая форма зерен которых значительно отличается от шара. К примеру, при определении числа зерен в одном карате и той же внешней удельной поверхности алмазных шлифпорошков такая погрешность составляет 19,9% – 35,6% и 63% – 64 % соответственно [6, 7]. Тем самим вносится погрешность и в результат определения толщины покрытия зерен металлизированных шлифпорошков СА.

В настоящей работе при определении толщины покрытия зерен металлизированных шлифпорошков предлагается использовать экстраполяционно-аффинную 3D модель зерна [8]. Общая формула в таком случае остается такой же, т. е. в виде (1), а внешняя удельная поверхность вычисляется методом, описанным в работе [9]. При этом все необходимые начальные данные получаются на основании результатов DiaInspect-диагностики морфометрических характеристик порошка, который подлежит металлизации. В отличие от конкретизированной в [5] формулы (2), формула (1) в таком случае не содержит эмпирического коэффициента φ, что значительно расширяет границы практического ее применения. Это достигается благодаря тому, что экстраполяционно-аффинная 3D модель зерна абразивных порошков наследует от реального зерна 5 параметров: максимальный (F_{max}) и минимальный (F_{min}) диаметры Фере (Feret) проекции зерна, его высоту (H), периметр (P) и площадь (A_t) проекции. По этим главным показателям адекватности новая 3D модель обладает существенным преимуществом перед известными 3D моделями. Благодаря этому увеличивается точность расчетного определения объема и площади поверхности зерна, а в конечном итоге – и толщина покрытия.

Проводилась апробация предложенного метода определения толщины покрытия зерен на металлизированном титаном стандартном шлифпорошке АС125 400/315 [10]. Именно

такой шлифпорошок одновременно с другими шлифпорошками использовался при изучении физико-химических процессов нанесения покрытий на порошки сверхтвердых материалов с целью создания гетерогенных структур метало-алмазных композитов [10]. И это позволило использовать для апробации абсолютно реальные технологические параметры металлизации и физические свойства абразива и металла покрытия. В частности, степень металлизации (μ) титановым покрытием составляла 5%. Плотность титана (ρ_M) принималась равной 4,5 г/см^3, алмаза (ρ_a) – 3,5 г/см^3. Другие указанные выше и необходимые исходные данные были получены диагностированиям пробы порошка в количестве 2000 зерен прибором *DiaInspect.OSM* [11] и представлены в таблице.

Вычисленные значения толщины покрытия зерен указанного металлизированного порошка предложенным методом (экстраполяционно-аффиння 3D модель зерна) и по методу работы [5] (формула (2), 3D модель зерна в форме шара) составили 1,3 мкм и 3,4 мкм соответственно. При этом диаметр шара, как 3D модели зерна, определялся как среднее арифметическое максимального и минимального диаметров Фере, т. е. $d = (F_{max} + F_{min})/2$. Ориентировочное значение толщины покрытия зерен для данного случая металлизации составляет 1–3 мкм [10]. Как видим, значение толщины покрытия зерен, вычисленное по формуле (2), не вписывается в этот ориентировочный интервал возможных ее значений. Поэтому можем сделать вывод о том, что метод, предложенный в работе [5], дает завышенные значения толщины покрытия зерен. Этот вывод подтверждается и более точным количественным анализом с использованием результатов исследования влияния 3D модели зерна алмазных шлифпорошков на значение их внешней удельной поверхности [7]. По результатам этого исследования внешняя удельная поверхность алмазных шлифпорошков аналогичной с нашим случаем зернистости, вычисленная на основе 3D модели зерна в форме шара, в 2,6 раза меньше ее значения, полученного с использованием экстраполяционно-аффинной 3D модели зерна. При этом экстраполяционно-аффиння 3D модель зерна дает лишь в 1,03 раза заниженные расчетные значения внешней удельной поверхности по сравнению с экспериментальным ее значением (9,72 м^2/кг и 10,0 м^2/кг соответственно), а 3D модель зерна в форме шара – в 2,7 раза (3,67 м^2/кг и 10,0 м^2/кг соответственно). Анализ структуры формулы (1) показывает, что заниженные значения внешней удельной поверхности приводят к пропорциональному увеличению толщины покрытия зерен металлизированных порошков. Такой вывод полностью согласовывает с полученными нашими числовыми данными для рассматриваемых 3D моделей зерна.

Выводы

Использование экстраполяционно-аффинной 3D модели зерна позволяет находить толщину покрытия зерен металлизированных абразивных порошков без каких-либо ограничений относительно формы их зерен и с меньшей погрешностью. Кроме того, применение этой методической новации и разработанного на ее основе метода устраняет необходимость применения разного рода поправочных эмпирических коэффициентов, которые являются источником погрешностей определения толщины покрытия.

Проаналізовано методичні особливості опосередковано-аналітичного визначення товщини покриття зерен металізованих шліфпорошків синтетичного алмазу. Проведені дослідження показали, що найбільш досконалим є методи, засновані на застосуванні зовнішньої питомої поверхні. Уперше запропоновано використовувати в цій розрахунковій схемі екстраполяційно-афінну 3D

модель зерна. На прикладі шліфпорошка АС125 400/315 доведено перевагу такої 3D моделі в порівнянні з 3D моделлю у формі кулі. Використання екстраполяційно-афінної 3D моделі зерна дозволяє знаходити товщину покриття зерен металізованих алмазних порошків без традиційного припущення щодо кулястої форми їхніх зерен і з меншою похибкою. Запропонований на основі такої методичної новації метод може бути використаний і для порошків інших абразивних матеріалів.

***Ключові слова**: металізація, покриття, опосередковано-аналітичні методи, 3D модель зерна, зовнішня питома поверхня.*

G. A. Petasyuk, M. N. Safonova, J. V. Sirota, O. U. Petasyuk

DETERMINATION OF THICKNESS OF COATED OF METALIZED GRINDING POWDERS OF SYNTHETIC DIAMOND BASED ON EXTRAPOLATION-AFFINE 3D MODELS OF GRAIN

Methodological features of the mediated-analytical determination of the thickness of the coating of grains of metallized grinding powders of synthetic diamond are analyzed. The carried out researches have shown, that the most perfect are methods based on application of an external specific surface. For the first time it is proposed to use the extrapolation-affine 3D model of grain in this calculation scheme. The example of the grinding powder AC125 400/315 proved the advantage of this 3D model in comparison with the 3D model in the form of a ball. The use of the extrapolation-affine 3D model of the grain makes it possible to find the thickness of the coating of grains of metallized diamond powders without the traditional assumption of the spherical shape of their grains and with less error. The proposed new method can be used for powders of other abrasive materials

***Key words**: metallization, coating, mediated-analithic methods, 3D model of grain, external specific surface.*

Литература

1. Прудников Е. Л., Дуда Т. М., Зарицкий А. С. Абразивосодержащие электрохимические покрытия.– Киев: Наук, думка, 1985.– 216 с.
2. Сверхтвердые материалы. Получение и применение. Монография в 6 томах. Под общей редакцией академика НАН Украины Н. В. Новикова. – Киев: ИСМ им. В.Н. Бакуля, ИПЦ «АЛКОН» НАНУ, 2005. Том 6. Алмазно-абразивный инструмент в технологиях механообработки. Монография. / Под общей редакцией докт. техн. наук А. А. Шепелева – Киев. – 2007. –339 с.
3. Батурин В. Е., Клебанов Ю. Д., Сумароков В. Н. Измерение толщины металлических покрытий на зернах алмаза и кубического нитрида бора // Синтетические алмазы.–1973.–вып. 3.– С. 13 –16.
4. Влияние металлизированных алмазов на работоспособность инструмента на металлической связке // В.Н. Галицкий, В.А.Муровский, Б.М. Емельянов и др. // Синтетические алмазы.– 1971.– вып. 3.– С. 24–26.
5. Евразийский патент 014582 B1 Композиционный материал с высокой теплопроводностью и способ его получения Абызов А.М. Заявл. 29.12.2009. Опубл. 30.12.2010.
6. 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.
7. Сафонова М. Н., Петасюк Г. А. Количественный анализ адекватности 3D-моделей зерна порошков природного алмаза // Материаловедение.– 2013.– № 5.– С. 49–56.

8. Петасюк Г. А. Экстраполяционно-аффинная 3D модель зерна порошков сверхтвердых материалов и ее инженерия // Современные проблемы естественных наук– 2014.– Т. 1(2).– С. 57–62.
9. Петасюк Г. А. Дискретно–геометрический метод определения внешней удельной поверхности порошков сверхтвердых материалов // Измерительная техника.– 2008. – №.1 - с. 59-64.
10. Звіт за науково-дослідною темою „Дослідження фізико-хімічних процесів нанесення покриттів на порошки НТМ з метою створення гетерогенних структур метало-алмазних композитів" // ІНМ ім. В.М. Бакуля НАНУ.– Номер держ. Регістрації 0108U000011.– Арх № 7277.– 2010.– 212 с.
11. DiaInspect/DiaInspect. OSM operating manual [Электронный ресурс]. – Режим доступа: http://www.vdiamant.de/English/download.htm

Поступила 17.04. 18

References

1. Prudnikov, E. L., Duda, T. M., & Zaritsky, A. S. (1985) *Abrazivosoderzhashchiye elektro-khimicheskiye pokrytiya [Abrasive-containing electro-chemical coatings]*. Kiev: Nauk, dumka [in Russian].
2. Shepelev A. A. (Eds.). (2007) Almazno-abrazivnyy instrument v tekhnologiyakh mekhanoobrabotki [Diamond-abrasive tools in mechanic processing technologies]. *Sverkhtverdyye materialy. Polucheniye i primeneniye [Superhard materials. Preparation and application]*. N. V. Novikov (Ed.); NAN Ukraine. In-t sverkhtverdikh materialov im. V. N. Bakulia. (Vols. 1–6; Vol. 1). Kiev: IPC «ALKON» [in Russian].
3. Baturin, V. Ye., Klebanov, Yu.D. & Sumarokov, V.N. (1973) . Izmereniye tolshchiny metallicheskikh pokrytiy na zernakh almaza i kubicheskogo nitrida bora [Measurement of the thickness of metal coatings on grains of diamond and cubic boron nitride]. *Sinteticheskiye almazy. – Synthetic diamonds, 3*, 13–16 [in Russian].
4. Galitsky, V. N., Murovsky, V. A., Emel'yanov, B. M. et al. (1971). Vliyaniye metallizirovannykh almazov na rabotosposobnost' instrumenta na metallicheskoy svyazke [Influence of metallized diamonds on the tool's working capacity on a metal bond]. *Sinteticheskiye almazy. – Synthetic diamonds*, *3*, 24–26 [in Russian].
5. Abyzov A.M.(2010). Eurasian patent 014582 [in Russian].
6. Petasyuk, G. A. & Sirota, Yu. V. (2012). Analytical determination of a number of particles per carat for diamond powders on the basis of an extrapolation-affine 3D grain model, *J. Superhard Mater., Vol. 34,3*, 200–208.
7. Safonova, M. N. & Petasyuk, G. A. (2013). Kolichestvennyy analiz adekvatnosti 3D-modeley zerna poroshkov prirodnogo almaza [Quantitative analysis of the adequacy of 3D models of grain grains of natural diamond powders]. *Materialovedeniye. – Material Science, 5*, 49–56 [in Russian].
8. Petasyuk G. A. (2014). Ekstrapolyatsionno-affinnaya 3D model' zerna poroshkov sverkhtverdykh materialov i yeye inzheneriya [Extrapolation affine 3D model of powder grains of superhard materials and its engineering]. *Sovremennyye problemy yestestvennykh nauk. – Contemporary Problems of Natural Sciences,* Vol. *1, 2,* 57–62 [in Russian].

9. Petasyuk G. A. A discrete-geometrical method of measuring the specific surface of powders of superhard materials, *Measurement Techniques, 2008, Vol. 51, 1,* p. 94–101.
10. Zvit za naukovo-doslidnoyu temoyu „Doslidzhennya fizyko-khimichnykh protsesiv nanesennya pokryttiv na poroshky NTM z metoyu stvorennya heterohennykh struktur metalo-almaznykh kompozytiv" [Report on the research topic "Investigation of the physico-chemical processes of applying coatings to SHM powders for the purpose of creating heterogeneous structure-tour of metal-diamond composites"] *Instytut nadtverdykh materialiv im. V.M. Bakulya Natsionalnoyi akademiyi nauk Ukrayiny. Nomer derzh. Rehistratsiyi 0108U000011.– Arkh № 7277. – Bakul Institute for Superhard Materials National Academy of Sciences of Ukraine. State number. Registration 0108U000011.- Archive number 7277* [in Ukrainian].
11. DiaInspect/DiaInspect. OSM operating manual. (n.d.). *vdiamant.de*. Retrieved from http://www.vdiamant.de/English/download.htm

УДК 621.922.079

О. І. Чернієнко, канд. техн. наук; **О. О. Бочечка,** д-р техн. наук;
Е. М. Луцак; А. С. Бєляєв; Л. О. Романко, канд. техн. наук;
О. Ю. Клепко, канд. фіз.-мат. наук; **С. О. Лисовенко**, канд. хім. наук

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

ТЕПЛОПРОВІДНІСТЬ І ЕЛЕКТРООПІР АЛМАЗНИХ ПОЛІКРИСТАЛІВ ТА КОМПОЗИТІВ АЛМАЗ-МІДЬ, АЛМАЗ-МІДЬ-ТИТАН

Досліджено залежність питомого електроопору алмазних композитів та полікристалів від тривалості спікання та вплив зв'язки на теплопровідність алмазних матеріалів. Найменше значення питомого електроопору має композит алмаз-мідь, а найвище – алмазні полікристали, що не містять добавок. Показано, що при збільшенні тривалості спікання електроопір зразків зменшується, а густина збільшується. Теплопровідність полікристалів визначається, в основному, фононною компонентою. Введення міді підвищує теплопровідність композитів, а введення зв'язки мідь-титан її зменшує.

Ключові слова: *алмазний композит, алмазний полікристал, теплопровідність, електроопір.*

Вступ

Надтверді композиційні матеріали на основі алмазу широко застосовуються в різальному і буровому інструментах, а також мають потенціал для використання в електроніці.

Створення таких матеріалів здійснюється шляхом спікання алмазного порошку під дією високої температури та високого тиску.

Отримання алмазного композиційного матеріалу (АКМ) є динамічним процесом. Одночасно відбуваються пластична деформація, ущільнення та графітизація зерен алмазного порошку. Для поліпшення спікання алмазних нанопорошків в них вводять активуючі добавки,

які при спіканні сприяють ущільненню порошку чи утворюють хімічні сполуки з карбоном і таким чином зв'язують алмазні частинки. На сьогодні накопичено значний досвід в створенні таких матеріалів, проте вплив на поведінку наноструктурованих матеріалів границь зерен та поділу фаз, градієнтів фізичних полів та інших суттєвих на нанорівні факторів, досліджено недостатньо.

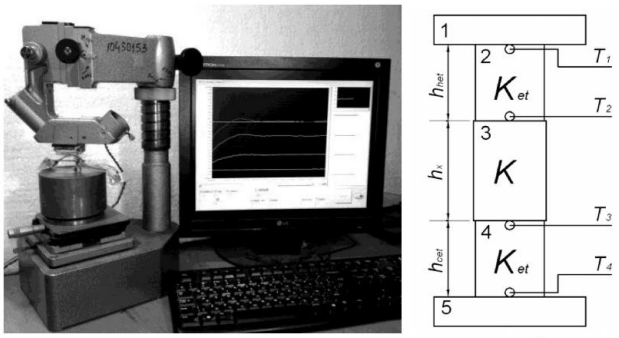
Теоретичне прогнозування та експериментальна перевірка впливу границь зерен та поділу фаз, градієнтів фізичних полів на електричні, теплофізичні і пружні властивості наноструктурованих алмазних полікристалів дозволить зробити подальші кроки для покращення властивостей робочих елементів приладів і пристроїв різного функціонального призначення.

Врахування вказаних, притаманних нанорівню фізичних явищ і механізмів в моделях нанокомпозиту забезпечить адекватне прогнозування основних фізико-механічних властивостей одно- та багатофазних наноструктурованих матеріалів, що дасть змогу визначення умов формування полікристалів і композитів для тепловідводів, для реєстрації іонізуючого випромінювання, як робочих елементів різального інструменту

Для теоретичного моделювання властивостей АКМ потрібно провести модельний експеримент з отримання АКМ шляхом спікання порошку алмазу без добавок та з добавками, які змочують та не змочують алмаз.

Методика експерименту

Алмазні композити (АК) алмаз-мідь та алмаз-мідь-титан отримували спіканням суміші порошків алмазу з міддю, та алмазу з міддю і гідридом титану відповідно, при температурі 1600 °С та тиску 8 ГПа в апараті високого тиску (АВТ) типу тороїд. Алмазні полікристали отримували спіканням алмазного порошку без добавок при тих самих температурі і тиску. Тривалість спікання змінювали від 5 до 20 секунд. Для створення композитів і полікристалів використовували алмазні порошки зернистістю 40/28 мкм. Вміст Cu в АК алмаз-мідь складає 12 % за об’ємом. Вміст міді в АК алмаз-мідь-титан становить 8, а титану – 4% за об’ємом.



а *б*

Рис. 1. Загальний вигляд установки для вимірювання теплопровідності (а) і схема вимірювання (б): 1 – нагрівач; 2 – гарячий еталон; 3 – зразок; 4 – холодний еталон; 5 – холодильник

Значення питомого опору ρ зразків визначали на омічній ділянці ВАХ. Питомий опір визначали з врахуванням геометричних розмірів зразків за формулою:

$$\rho = \frac{U}{I} \cdot \frac{S}{h}$$

де S – площа перерізу зразка, h – товщина зразку, U– прикладена напруга, I – сила струму через зразок.

Для виключення впливу зовнішніх факторів вимірювання електричного опору зразків, виготовлених з цих порошків, та їхніх температурних залежностей проводили в малоінерційному вакуумному кріостаті (тиск залишкових газів $p \cong 10^{-3}$ Па) в інтервалі температур 300–600К в режимі стабілізації температури.

Для вимірювання коефіцієнту теплопровідності зразків АКМ використали комп'ютеризовану установку [1], загальний вигляд та схема якої показані на рис. 1. Для вимірювань використали метод еталону, в процесі вимірювання застосовували два еталони: холодний та гарячий. Як еталон використали армко залізо, коефіцієнт теплопровідності якого складає 60 Вт/(м·К). Холодний еталон контактує з охолоджувачем, яким є масивний мідний циліндр. Гарячий еталон знаходиться в контакті з джерелом тепла потужністю 30 Вт. Для мінімізації контактного опору на всі поверхні еталонів та зразка нанесено спеціальний термоінтерфейс (металевий сплав), який за нормальних умов знаходиться у рідкому стані і змочує контактні поверхні. Коефіцієнт теплопровідності термоінтерфейсу складає 80 Вт/(м·К). При визначенні теплопровідності зразків температура нагрівача не перевищувала 30 ºС, різниця середніх температур на еталонах та зразку складала близько 6 ºС.

Формула для коефіцієнту теплопровідності K_x зразка висотою h_x і площею поперечного перерізу S_x враховує наявність обох еталонів і покази термопар T_i:

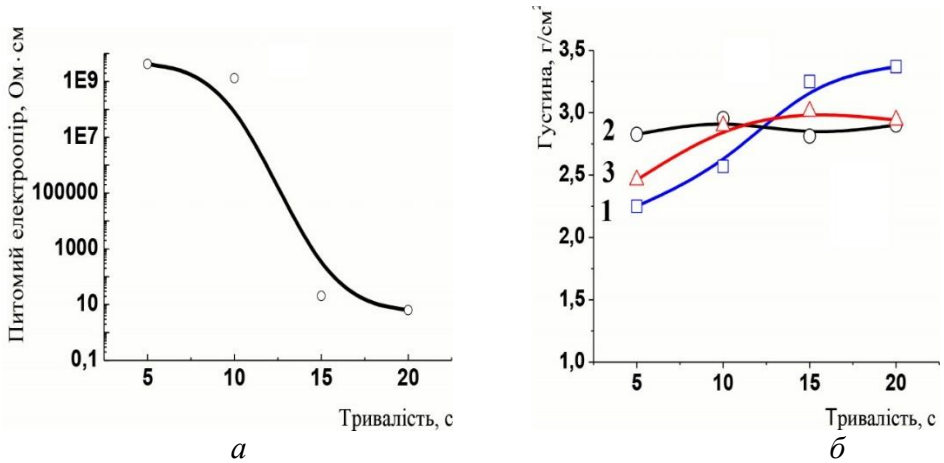
$$K_x = \frac{K_{et} S_{et} h_x}{2 S_x (T_2 - T_3)} \left(\frac{T_1 - T_2}{h_{he}} - \frac{T_3 - T_4}{h_{ce}} \right)$$

де h_{he} і h_{ce} – висота відповідно гарячого і холодного еталонів; S_{et} – площа їхнього поперечного перерізу; K_{et} — коефіцієнт теплопровідності матеріалу еталона. Визначення коефіцієнта теплопровідності зразка відбувається після виходу вимірювальної системи на стаціонарний режим.

Рентгенівські спектри зразків знімали з використанням установки типу ДРОН, на якій випромінювання фокусується за Брегом-Брентано. Ширина щілин складає 0,5 мм – на коліматорі, 1 мм – на детекторі, ширина горизонтальної щілини – 6 мм. Напруга живлення трубки з мідним антикатодом становить 26 кВ, сила струму живлення – 6 мА. Реєстрація рентгенівського випромінювання здійснювалась з використанням сцинтиляційного блоку детектування БДС-6-05.

Результати дослідження та їх обговорення

Питомий електроопір алмазного порошку, який використовували для досліджень, складає ~$3 \cdot 10^{10}$ Ом·см. Значення питомого електроопору алмазних полікристалів, отриманих спіканням під тиском такого алмазного порошку без введення спеціальних добавок, залежить від тривалості спікання. Цю залежність показано на рис. 2.



а *б*

Рис. 2. Залежність від тривалості спікання під тиском: а) питомого електроопору алмазних полікристалів; б) густини: 1 – алмазних полікристалів; 2 – композитів алмаз-мідь; 3 – композитів алмаз-мідь-титан

Полікристали, що спікаються впродовж 5 та 10 с, є ізоляторами зі значенням питомого електроопору понад 10^9 Ом·см, що практично лишається на рівні питомого електроопору вихідних алмазних порошків. При спіканні цих полікристалів тривалістю 15 та 20 с питомий електроопір різко падає до десяти Ом·см. Такий характер залежності питомого електроопору полікристалів від тривалості є оберненим до часової залежності густини цих матеріалів [2], тобто коли густина зростає, електроопір матеріалів знижується. Густина полікристалів, отриманих спіканням тривалістю до 10 секунд, має низьке значення (до 73 % від теоретичного), тоді як при спіканні тривалістю 15 і 20 с густина зростає до 92 % та 96 % відповідно. Вказане падіння електроопору полікристалів можна було б пояснити утворенням графіту чи якоїсь іншої неалмазної фази вуглецю, оскільки питомий електроопір графіту становить $1{,}6 \cdot 10^{-3}$ Ом·см [3], а деяких інших форм вуглецю, наприклад сажі, не перевищує 1 Ом·см [4]. Проте на рентгенівських спектрах зразків, отриманих за тривалості спікання 15 та 20 с, чітких піків, що відповідають спектру графіту не спостерігається (рис. 3). Лише при значенні кута $2\theta = 26{,}7^{\circ}$ присутній незначний імпульс на рівні фону, який відповідає найінтенсивнішому піку графіту. Це може вказувати на те, що електропровідність виникає за рахунок утворення електропровідних рентгеноаморфних вуглецевих фаз, або графіту, кількість якого не перевищує кількох відсотків.

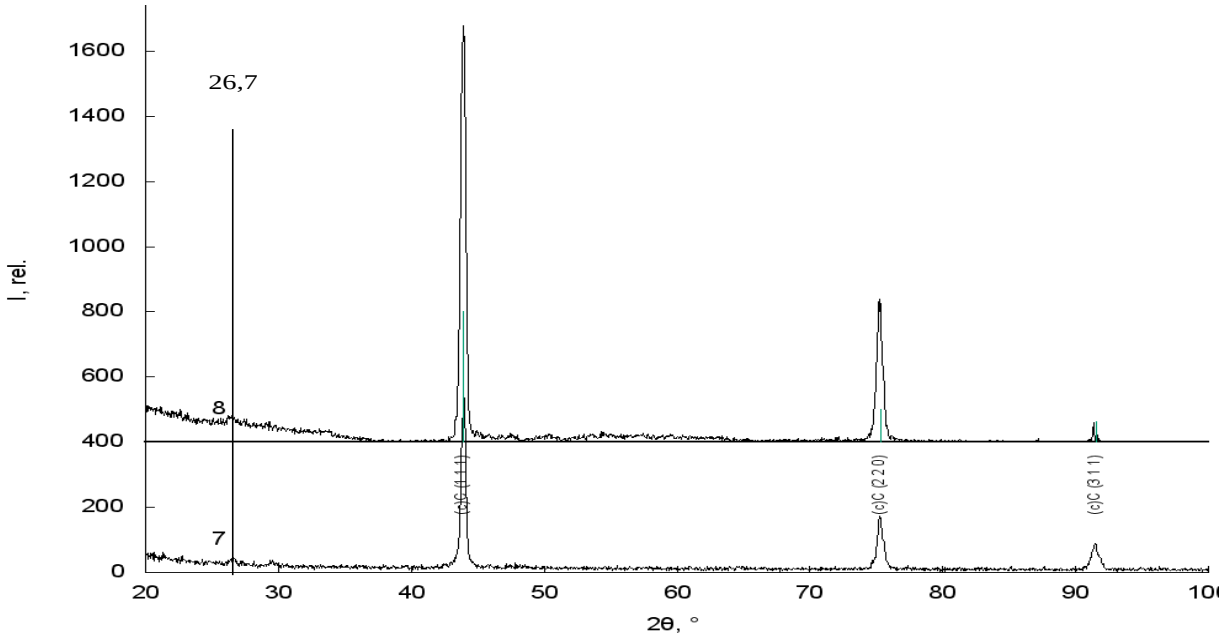


Рис. 3. Рентгенограма алмазного полікристалу, отриманого спіканням під тиском 8 ГПа: 7 – при температурі 1600 °С тривалістю 20 с.; 8 – при температурі 1700 °С тривалістю 15 с

Ще однією причиною падіння електроопору полікристалів може бути виникнення електричної провідності по границях алмазних зерен.

Такі результати вказують на те, що при спіканні в інтервалі часу від 10 до 15 с в полікристалах відбуваються структурні та фазові зміни, в результаті чого полікристал містить електропровідну складову та стає більш ущільненим. Ущільнення здійснюється за рахунок часткового руйнування, пластичного деформування та проковзування алмазних зерен між собою.

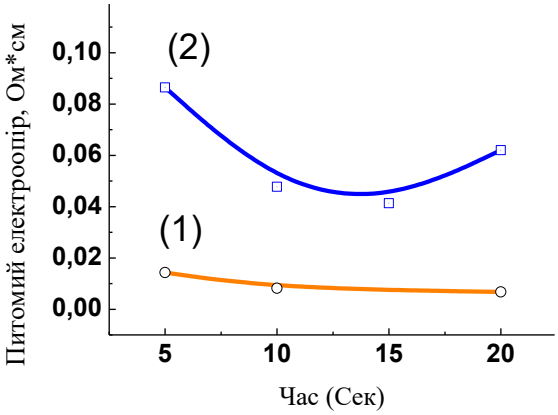


Рис. 4. Залежність питомого електроопору від часу спікання під тиском: 1 – композитів алмаз-мідь; 2 – композитів алмаз-мідь-титан

Введення 12 % (по об'єму) міді до складу АК алмаз-мідь приводить до того, що електрична провідність таких композитів здійснюється за рахунок наявності електропровідної компоненти – міді, а питомий електроопір майже не змінюється від часу спікання і знаходиться в межах 0,007 – 0,014 Ом·см (рис. 4 (1)). При цьому ущільнення композиту проходить упродовж перших 5 с спікання, та припиняється впродовж подальшого спікання до 20 с (рис. 2, б) [1]. Максимальна густина алмазного каркасу в таких АК становить 96 % від теоретичної густини.

Мідь є інертною по відношенні до вуглецю, тому ніяких фазових змін з вуглецем вона не ініціює і не запобігає таким перетворенням. На рентгено-фазовому спектрі зразку алмаз-мідь (рис. 5) присутні піки, які свідчать, що в такому АК наявний оксид міді Cu_2O у незначній кількості. Це свідчить про те, що мідь взаємодіє з присутнім в порах киснем, який може бути ініціатором перетворення алмазу в неалмазні форми вуглецю.

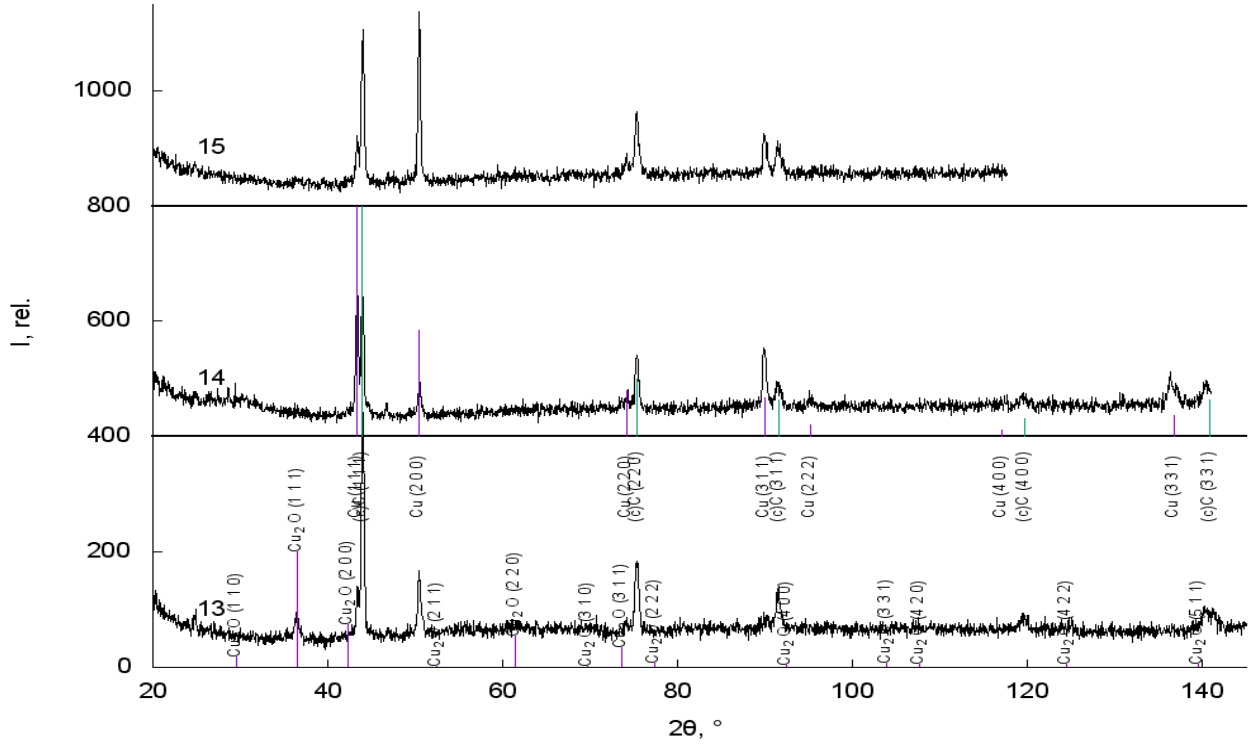


Рис. 5. Рентгенограма алмазних композитів алмаз-мідь, отриманих спіканням під тиском 8 ГПа: 13 – при температурі 1800 °С тривалістю 15 с.; 14 – при температурі 1600 °С тривалістю 15 с.; 15 – при температурі 1700 °С тривалістю 15 с

Таким чином, введення 12 % (за об'ємом) міді до складу АК прискорює процес ущільнення і запобігає руйнуванню алмазних зерен на стадії створення робочого тиску при кімнатній температурі та зв'язує кисень, присутній в порах.

Для дослідження впливу змочування алмазу зв'язкою на процес спікання АК в склад зв'язки до міді добавляли титан, внаслідок чого змочуваність алмазу розплавом мідь-титан підвищується [6].

Електричний струм в таких АК проходить через металеву зв'язку. Значення питомого електроопору АК алмаз-мідь-титан є вищим за питомий електроопір АК алмаз-мідь і складаєх $8{,}6\cdot10^{-2}$ – $4{,}1\cdot10^{-2}$ Ом·см (рис. 3 (2)). Така різниця пов'язана з тим, що питомий електроопір сплавів мідь-титан має тенденцію до підвищення зі збільшенням вмісту титану, та для сплаву, який є близьким за співвідношенням до сплаву у нашому експерименті (Cu – 4,5 % Ti) питомий електроопір становить 15,76 10^{-6} Ом·см [5]. Питомий електроопір композиту зменшується упродовж 15 с, що відповідає зростанню густини, яка досягає максимуму за 15 секунд спікання [2]. Густина алмазного каркасу в АК алмаз-мідь-титан, отриманого спіканням тривалістю 5 с, становить 82 % від теоретичного значення та зростає з продовженням спікання і при тривалості спікання 15 с становить майже 98 % від теоретичного значення. Це максимальне значення густини алмазного каркасу серед досліджених матеріалів.

Титан в складі алмазного композиту здатний взаємодіяти з вуглецем та утворювати карбід титану TiC, також утворювати оксид титану, а при кристалізації з міддю утворювати ряд інтерметалідів. Проте на рентгенограмі для АК алмаз-мідь-титан, отриманих упродовж 15 та 20 с спікання, не спостерігаються фази з титаном (рис. 6). Імовірно, це пов'язано з тим, що він утворює твердий розчині в міді, а вміст можливих фаз є нижчим порогу чутливості рентгенівського апарату.

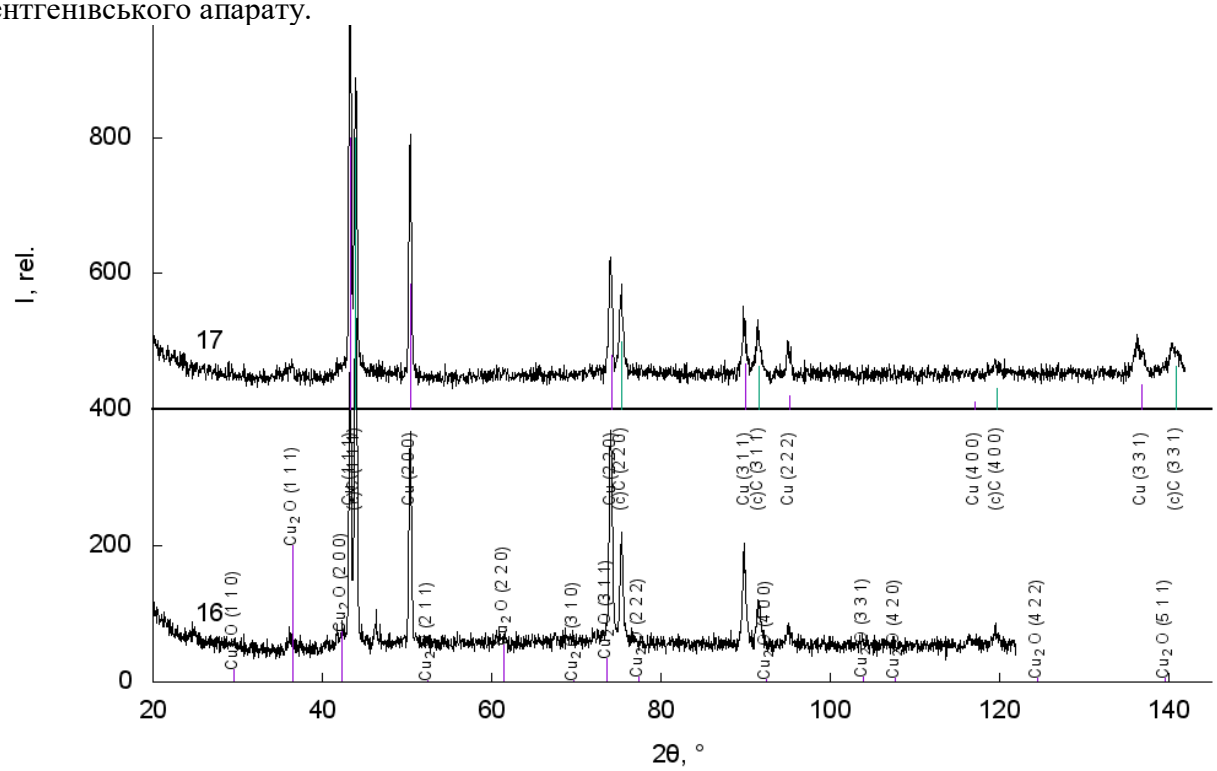


Рис. 6. Рентгенограма алмазних композитів алмаз-мідь-титан отриманих спіканням під тиском 8 ГПа: 16 – при температурі 1600 °С тривалістю 20 с.; 17 – при температурі 1500 °С тривалістю 15 с

Структурно-чутливою характеристикою стану границь зерен композиційного матеріалу є теплопровідність. Вона залежить від теплопровідності складових, стану та кількості границь, розміру компонент та інших характеристик структури композиту [8]. Теплопровідність алмазних полікристалів, отриманих спіканням алмазних порошків зернистістю 40/28 під тиском без введення добавок, змінюється в межах 56–80 Вт/(м·К). АК алмаз-мідь з вмістом міді 12 % (за об'ємом) має значення теплопровідності в межах 87– 95 Вт/(м·К), а АК алмаз-мідь-титан з вмістом зв'язки 12 % (за об'ємом) – 23– 32 Вт/(м·К).

Як відомо, теплопровідність матеріалів формується двома механізмами: поширенням коливань ґратки (фононна компонента), та рухом вільних електронів у провідниках (електронна компонента). В алмазі теплопровідність виключно фононна, і для чистого монокристалу становить 1200 Вт/(м·К) [7]. Для міді загальна теплопровідність складає 399 Вт/(м·К), з якої фононна компонента становить 7,5 Вт/(м·К), а для сплаву мідь-титан (скористаємось літературними даними для близького сплаву Cu-4,5Ti), який має значенням теплопровідності 48,2 Вт/(м·К), фононна складова становить ~ 1,75 Вт/(м·К) [5]. Отже основна теплопровідність міді та сплаву мідь-титан здійснюється електронною компонентою. Вирахувана електронна складова теплопередачі досліджуваних матеріалів за їх електропровідністю у відповідності з формулою Відемана–Франца–Лоренца [5] складає: полікристал без добавок – $7{,}35 \cdot 10^{-4}$ Вт/(м·К), АК алмаз-мідь - 0,1047 Вт/(м·К), АК алмаз-мідь-титан – $9{,}1610^{-3}$ Вт/(м·К). Це означає, що електронна компонента теплопровідності складає мізерну частину, а отже теплопровідність у досліджених композиційних матеріалах та полікристалах здійснюється фононним механізмом.

Це пов'язано з тим, що в АК алмаз-мідь за рахунок поганого змочування алмазу, мідь не просочується між контактами зерен алмазу та не перешкоджає провідності тепла по контактах алмаз-алмаз. А за рахунок того, що зерна зберігаються цілими – теплопровідність такого АК підвищується у порівнянні з полікристалом без введення добавок, який в процесі спікання ущільнюється внаслідок руйнування зерен, при цьому розмір частинок зменшується, зростає площа контактів, на яких відбувається зменшення теплопровідності [8]. У випадку підвищення змочування алмазу зв'язкою мідь-титан відбувається зменшення теплопровідності за рахунок того, що сплав глибше проникає у контакти і ізолює зерна одне від одного, внаслідок чого замість одного теплопровідного контакту алма-алмаз між зернами можуть утворитися два контакти алмаз-сплав, між якими знаходиться шар сплаву з відносно низькою теплопровідністю.

Висновки

За експериментальними результатами дослідження теплопровідності, електропровідності у поєднанні з дослідженням густини алмазних полікристалів та алмазних композитів залежно від тривалості спікання можна зробити наступні висновки:

1. Питомий електроопір алмазних композитів та полікристалів має зв'язок з густиною цих матеріалів: з підвищенням густини електроопір знижується.

2. При спіканні алмазних полікристалів при тиску 8 ГПа і температурі 1600 °С в інтервалі часу від 10 до 15 секунд в алмазних полікристалах відбуваються структурні та фазові зміни, в результаті чого різко зростає густина та формується електропровідна складова полікристалу.

3. Введення 12 % (за об'ємом) міді до складу АК алмаз-мідь прискорює процес ущільнення, який відбувається упродовж перших 5 секунд, і запобігає руйнуванню алмазних зерен на стадії створення тиску при кімнатній температурі та зв'язує кисень, присутній в порах.

4. Густина алмазного каркасу в АК алмаз-мідь-титан, отриманого спіканням тривалістю 5 секунд, становить 82 % від теоретичного значення, та зростає з продовженням спікання і при тривалості спікання 15 секунд становить майже 98 % від теоретичного значення. Це максимальне значення густини алмазного каркасу серед досліджених матеріалів, що досягається за рахунок кращого змочування алмазу сплавом мідь-титан.

5. Теплопровідність у композиційних матеріалах та полікристалах здійснюється фононним механізмом.

6. Введення міді підвищує теплопровідність композитів за рахунок запобігання руйнуванню зерен алмазу в композиті, а введення зв'язки мідь-титан зменшує теплопровідність композитів за рахунок змочування алмазних зерен та ізоляції їх між собою, внаслідок чого на місці одного контакту алмаз-алмаз може виникнути два контакти алмаз-зв'язка з шаром між ними сплаву мідь-титан, який має відносно низьку теплопровідність.

Исследованы зависимость удельного электросопротивления алмазных композитов и поликристаллов от продолжительности спекания и влияние связки на теплопроводность алмазных материалов. Наименьшее значение удельного электросопротивления имеет композит алмаз-медь, а самое высокое - алмазные поликристаллы, не содержащие добавок. Показано, что при увеличении продолжительности спекания электросопротивление образцов уменьшается, а плотность увеличивается. Теплопроводность поликристаллов определяется, в основном, фононной компонентой. Введение меди повышает теплопроводность композитов, а введение связки медь-титан ее уменьшает.

***Ключевые слова**: алмазный композит, алмазный поликристалл, теплопроводность, электросопротивление.*

O. I. Chernienko, O. O. Bochechka, E. M. Lutsak, A. S. Beliaiev, L. O. Romanko, O. Yu. Klepko, S. O. Lysovenko

THERMAL CONDUCTIVITY AND ELECTRICAL RESISTANCE OF DIAMOND POLYCRYSTALS AND DIAMOND-COPPER, DIAMOND-COPPER-TITAN COMPOSITES

The dependence of the electrical resistivity of diamond composites and polycrystals on the sintering duration and the influence of the bond on the thermal conductivity of diamond materials have been studied. The lowest value of the resistivity is in the diamond-copper composite, and above – in the diamond polycrystals, which do not contain additives. It is shown that as the duration of sintering increases, the electrical resistivity of the samples decreases, and the density increases. The thermal conductivity of polycrystals is realized mainly through the phonon component. The introduction of copper bond increases the thermal conductivity of composites, and the introduction of a copper-titanium bond reduces it.

***Key words**: diamond composite, diamond polycrystalline, thermal conductivity, electrical resistivity.*

Література

1. Вплив контактної провідності міжфазної границі «алмаз – металева зв'язка» на теплопровідність алмазовмісних композитів / Р. С. Шмегера, Я. О. Подоба, В. І. Кущ, А. С. Бєляєв // Сверхтвердые материалы – 2015, – №4. – С. 39–52
2. Е. М. Луцак, О. І Чернієнко. Вплив добавки міді та сплаву мідь–титан на ущільнення алмазного порошку при спіканні за високого тиску і високої температури //

Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения – 2017, – Вип. 20. – С. 392–394.
3. А.И. Лутков, Тепловые и электрические свойства углеродных материалов [Thermal and electrical properties of carbon materials] (Москва: Металлургия: 1990)
4. А. И. Лутков, Е. Н. Люкшин, В. Н. Михайлов, Тепло- и электропроводность гранулированной сажи, ТВТ, 1978, том 16, выпуск 4, 876–877
5. Nagarjuna, S. Thermal conductivity of Cu-4.5 Ti alloy. *Bulletin of Materials Science*, 2004, 27.1: 69–71.
6. Вивчення взаємодії в системах Cu–Ti–алмаз і Co–W–алмаз при змочуванні алмазних полікристалів та просочуванні алмазного нанопорошку УДА в умовах високих тиску і температури / Е. М. Луцак, О. О. Бочечка, В. М. Ткач, Н. М. Білявина // Сверхтвердые материалы. – 2014. – № 1. – С. 33–39.
7. Yamamoto, Y., et al. The measurement of thermal properties of diamond. Diamond and Related Materials, 1997, 6.8: 1057-1061.
8. Вплив зернистості алмазного порошку на теплопровідність алмазовмісних композитів / А.С. Бєляєв, В.С. Чернобай, Я.О. Подоба, Ю.В. Сирота // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: ІНМ ім. В.М. Бакуля НАН України, 2015. – Вип. 18. – С. 345–351.

Надійшла 20.07.18

References

1. Shmehera, R. S., Podoba, Ya. O., Kushch, V. I., Beliaiev A. S. (2015). Vplyv kontaktnoii providnosti mizhfaznoii hranytsi «almaz – metaleva zviazka» na teploprovidnist almazovmisnykh kompozytiv [Effect of the Contact Conductivity of the Diamond–Metal Binder Interface on the Thermal Conductivity of DiamondContaining Composites] *Sverkhtverdye materialy. – Journal of Superhard materials, 4*, 39-52 [in Ukrainian]
2. Lutsak, E. M., Cherniienko, O. I. (2017). Vplyv dobavky midi ta splavu mid–tytan na ushchilnennia almaznoho poroshku pry spikanni za vysokoho tysku i vysokoii temperatury [Influence of copper additives and copper-titanium alloy for consolidation diamond powder when sintered under high pressure and high temperature] *Porodorazrushaiushchii i metalloobrabatyvaiushchii instrument-tekhnika i tekhnolohiia eho izhotovleniia i primeneniia. – Rock Destruction and Metal-Working Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications, 20*, 392-394 [in Ukrainian]
3. Lutkov, A. Y. (1990). *Teplovye i elektricheskie svoistva uhlerodnykh materialov [Thermal and electrical properties of carbon materials].* Moskva: Metallurhiia [in Russian]
4. Lutkov, A. Y., Liukshyn, E. N., Mikhailov V. N. (1978) *Teplo- i elektroprovodnost hranulirovannoi sazhi [Thermal and electrical conductivity of granular soot]* TVT, vol 16, 4. [in Russian]
5. Nagarjuna, S. (2004). Thermal conductivity of Cu-4.5 Ti alloy. *Bulletin of Materials Science, V. 27, 1*, 69–71.
6. Lutsak, E. M., Bochechka, O. O., Tkach, V. M., Biliavina N. M. (2014) Vyvchennia vzayemodiii v systemakh Cu–Ti–almaz i Co–W–almaz pry zmochuvanni almaznykh polikrystaliv ta prosochuvanni almaznoho nanoporoshku UDA v umovakh vysokykh

tysku i temperatury [Analysis of the interactions in the Cu–Ti–diamond and Co–W–diamond systems in wetting diamond polycrystals and infiltration of UDD diamond nanopowder at high pressure and temperature] *Sverkhtverdye materialy. – Journal of Superhard materials, 1*, 33–39 [in Ukrainian]

7. Yamamoto, Y., Imai, T., Tanabeet, K., et al. (1997). The measurement of thermal properties of diamond. *Diamond and Related Materials, Vol. 6, 8,* 1057–1061.
8. Beliaiev, A.S., Chernobai, V.S., Podoba, Ya.O., Syrota Yu.V. (2015) Vplyv zernystosti almaznoho poroshku na teploprovidnist' almazovmisnykh kompozytiv [The influence of granularity of a diamond powder on the thermal conductivity of diamond composites] *Porodorazrushaiushchii i metalloobrabatyvaiushchii instrument – tekhnika i tekhnolohiia eho izhotovleniia i primeneniia. – Rock Destruction and Metal-Working Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications, 18,* 345–351 [in Ukrainian]

УДК 669.018.25

Ю. Ю. Румянцева, асп.[1]**; В. Н. Бушля,** проф.[2]; **А. Ю. Ошовская,** студ.[3]; **В. З. Туркевич,** акад. НАН України[1]

[1]Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська 2, 04074 м. Київ, E-mail: yrumuanceva@gmail.com
[2]Division of Production and Materials Engineering, Lund University, Paradisgatan 2 Box 188, 221 00 Lund, Sweden, E-mail: volodymyr.bushlya@iprod.lth.se
[3]Національний технічний університет України «Київський політехнічний інститут имені Ігоря Сікорського», просп. Перемоги, 37, Київ, 03056, E-mail: AnastasiaOshovskaya@gmail.com

АРМУВАННЯ МАТЕРІАЛУ НА ОСНОВІ КУБІЧНОГО НІТРИДУ БОРУ МІКРОВОЛОКНАМИ КАРБІДУ КРЕМНІЮ

Надтверді матеріали – відома група матеріалів для різання металу. Ці матеріали є більш ефективними, енергозберігаючими та екологічними порівняно з традиційними інструментами. Надтверді матеріали мають не тільки найвищий рівень твердості (твердість алмазу – 80–100 ГПа, твердість cBN – 40 ГПа), а й відмінні механічні, термічні, оптичні, акустичні, електричні та хімічні властивості. На жаль, ці різальні матеріали мають і деякі недоліки: тенденцію до окислення, графітизації та незадовільний рівень тріщиностійкості. Одним із відомих способів підвищення в'язкості руйнування та довговічності інструменту є армування мікроволокнами. Армування мікроволокнами широко використовувалося для інших груп матеріалів для різання, але наразі в літературі немає інформації про армування мікроволокнами матеріалів на основі cBN. Отже, у цій роботі було використано цей принцип зміцнення для створення нового надтвердого матеріалу на основі cBN, TaN та Al за рахунок додавання мікроволокон з карбіду кремнію.

Ключові слова: *cBN, мікроволокна SiC, тріщиностійкість*

Вступ

Аналіз основних напрямів розвитку різального інструменту показує, що вдосконалення матеріалів йшло у напрямку покращення таких характеристик як твердість, теплостійкість та зносостійкість при одночасному зниженні тріщиностійкості, міцності на

згин та ударної в'язкості [4]. Проте, як відомо, бажаний напрям розвитку матеріалів різального інструменту – одночасне покращення усіх вищевказаних властивостей [5]. Особливо актуальною ця проблема є для надтвердих матеріалів, що мають високу міцність та теплостійкість (наприклад, теплостійкість цих матеріалів становить близько 1473–1500 К порівняно з теплостійкістю сталей – 500–900 К та твердих сплавів – 1100–1400 К), завдяки чому теоретично можна обробляти широкий діапазон матеріалів. Проте незадовільний рівень ударної в'язкості та тріщиностійкості у поєднанні зі схильністю до окиснення та графітизації в процесі експлуатації суттєво обмежує як спектр матеріалів, що можуть бути оброблені, так і тривалість терміну експлуатації різального інструменту на основі надтвердих матеріалів (зокрема на основі кубічного нітриду бору).

Аналіз літературних даних показав, що тріщиностійкість – одна з основних характеристик матеріалу, підвищення якої приводить до збільшення строку служіння різального інструменту. Покращення тріщиностійкості матеріалів на основі кубічного нітриду бору зазвичай досягається за рахунок коректного вибору технології виробництва, оптимізації технологічних параметрів та хімічного складу композитів.

У цій роботі з метою покращення тріщиностійкості матеріалу на основі кубічного нітриду бору було проведено армування вихідної композиції мікроволокнами карбіду силіцію. Зазвичай армування матеріалів мікроволокнами приводить до збільшення тріщиностійкості завдяки реалізації різних механізмів зміцнення, що стають можливими завдяки надзвичайно високій міцності мікроволокон порівняно з міцністю матеріалу у звичайному стані (міцність на розрив карбіду кремнію у вигляді мікроволокон досягає 11000 МПа, що значно вище за міцність на розрив того ж карбіду кремнію в об'ємному стані – 344 МПа) [6, 7]. Методом отримання композитів було обрано метод високотемпературного спікання у апараті типу «тороїд», який дає змогу досягти майже теоретичних значень міцності спечених матеріалів.

Експериментальна частина

Під час виконання цієї роботи як вихідні матеріали використовували порошки кубічного нітриду бору, алюмінію, нітриду танталу таких фракцій: порошки кубічного нітриду бору – 2–6 мкм, нітриду танталу – 5–7 мкм, алюмінію – 1 мкм. Довжина армуючих мікроволокон карбіду кремнію становила приблизно 15–25 мкм, діаметр мікроволокон – 0,8-1 мкм. Подрібнення та змішування порошків проводили у млині планетарного типу Fritsch Pulverisette 7 [8] у середовищі ізопропілового спирту.

Для подрібнення порошку нітриду танталу було проведено 2 обертальних однохвилинних цикли на швидкості 1100 об./хв., пауза між якими становила 10 хвилин для попередження самозапалення порошку. Після цього було проведено змішування порошку нітриду танталу з порошками нітриду бору та алюмінію за таких параметрів: швидкість обертання – 650 об./хв., час обертання – 20 хв. Щоб запобігти подрібненню мікроволокна карбіду кремнію були змішані з отриманою сумішшю за допомогою ультразвукового змішування. Так було виготовлено 4 суміші порошків на основі кубічного нітриду бору з 0, 5, 10 та 15 об. % вусів карбіду кремнію. Вміст кубічного нітриду бору у всіх зразках становив 50 об.%, алюмінію – 5 об.% для усіх зразків [9]. Як зв'язку використовували нітрид танталу, який, згідно з літературними даними, є хімічно інертним до кисню та 3d-перехідних металів до температур 500–700 °С, а за температур 1100–1350 °С утворює плівку оксинітриду танталу, що попереджує подальше окиснення матеріалу [10]. Після отримання вищевказаних сумішей порошків було здійснено їхнє попереднє пресування за тиску 80–90

МПа у графітові тиглі з метою подальшого відпалу у середовищі аргону та високотемпературного спікання у апаратах високого тиску (АВТ) типу «тороїд».

Для усіх спечених зразків було проведено вимірювання таких механічних властивостей: густини (вимірювалася за допомогою звичайного та гідростатичного зважування); модуля Юнга (вимірювався методом ультразвукового вимірювання за допомогою Digital ultrasonic thickness gage 38 DL Plus) [4, 11]; твердості та тріщиностійкості (вимірювалися за допомогою індентування пірамідою Віккерса). Перед проведенням мікроскопії та індентування зразки попередньо полірувалися алмазною суспензією (на кожному кроці полірування розмір часток алмазу у колоїдній суспензії поступово зменшували від 9 до 1 мкм), після чого для досягнення дзеркального блиску поверхні зразків було використано колоїдний розчин з частками оксиду кремнію (розмір часток становив 0,4 мкм). Мікроструктуру усіх зразків досліджували за допомогою скануючого електронного мікроскопу Hitachi SU8010 Cold Field Emission. Фазовий склад досліджували за допомогою рентгенофазового аналізу з використанням дифрактометру Stoe Stady MP у Cu*K*α випромінюванні. Мікротвердість визначали за Віккерсом як середнє значення двох індентувань за навантаження 9,8 Н, тріщиностійкість – як середнє значення чотирьох індентувань за навантаження 24,5 Н упродовж 15 с.

Аналіз отриманих результатів

Аналіз залежності вимірювань відносної густини зразків від вмісту мікроволокон карбіду кремнію (рис. 1) показав, що збільшення вмісту мікроволокон призводить до погіршення ущільнюваності зразків.

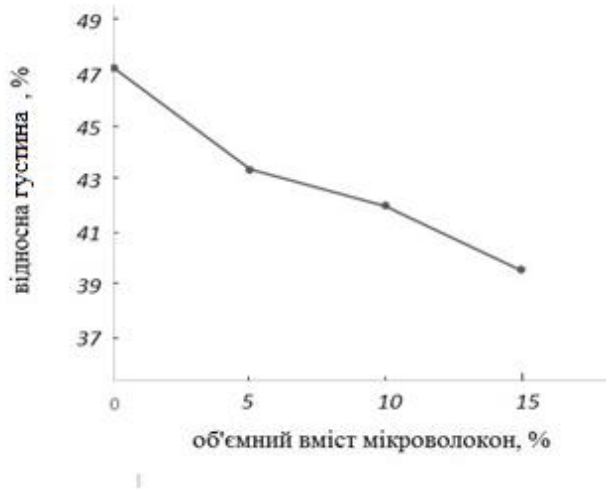


Рис. 1. Залежність відносної густини зразків від об'ємного вмісту мікроволокон карбіду кремнію

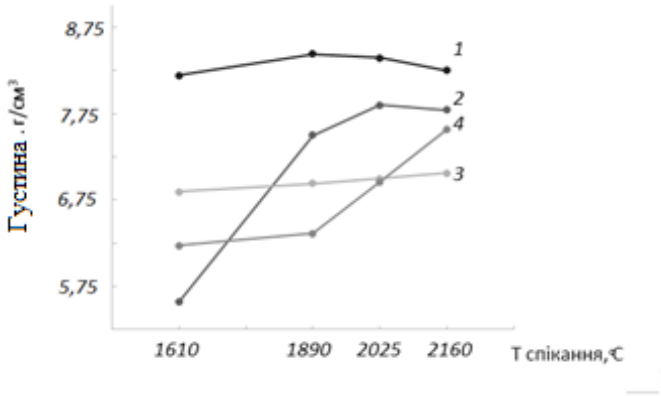
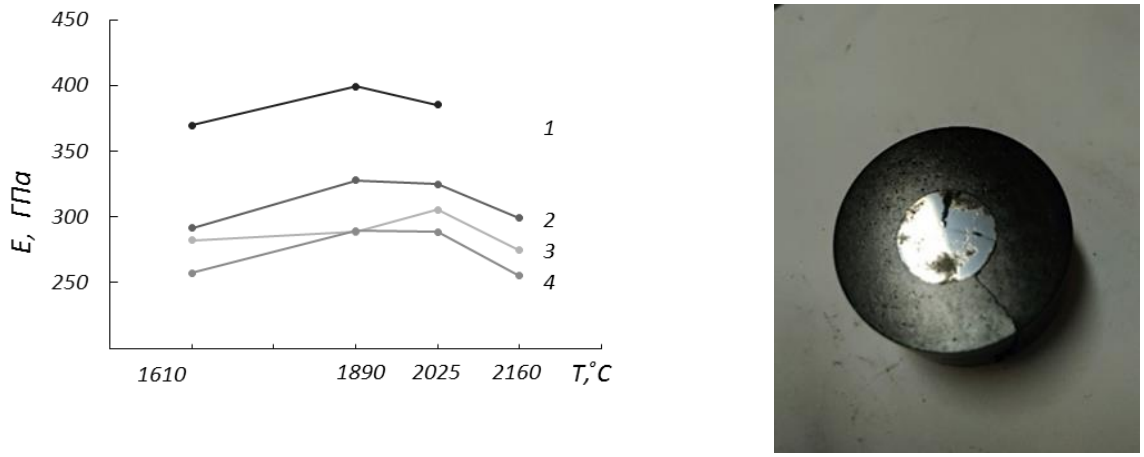


Рис.2. Залежність густини зразків з різним вмістом мікроволокон на основі кубічного нітриду бору (1 – 0 об.%; 2-5 об. %; 3 – 10 об. %; 4 – 15 об. %) від температури спікання

Аналіз густини зразків з різним вмістом мікроволокон карбіду кремнію показав, що додавання мікроволокон призводить до зменшення густини, що узгоджується з

теоретичними даними [12], проте зразки з різним вмістом мікроволокон мають різний характер кривих ущільнення у цьому температурному інтервалі (рис. 2).

Аналіз залежності модуля Юнга від вмісту армуючих мікроволокон та температури спікання показав, що введення мікроволокон карбіду кремнію до складу основного матеріалу призводить до суттєвого зменшення модуля Юнга. Це можна пояснити поганою ущільнюваністю матеріалу з мікроволокнами через надзвичайно високу міцність мікроволокон у поєднанні з розвиненою поверхнею мікроволокон [13], а також досить низькими значення модуля Юнга нітриду танталу (близько 60 ГПа).



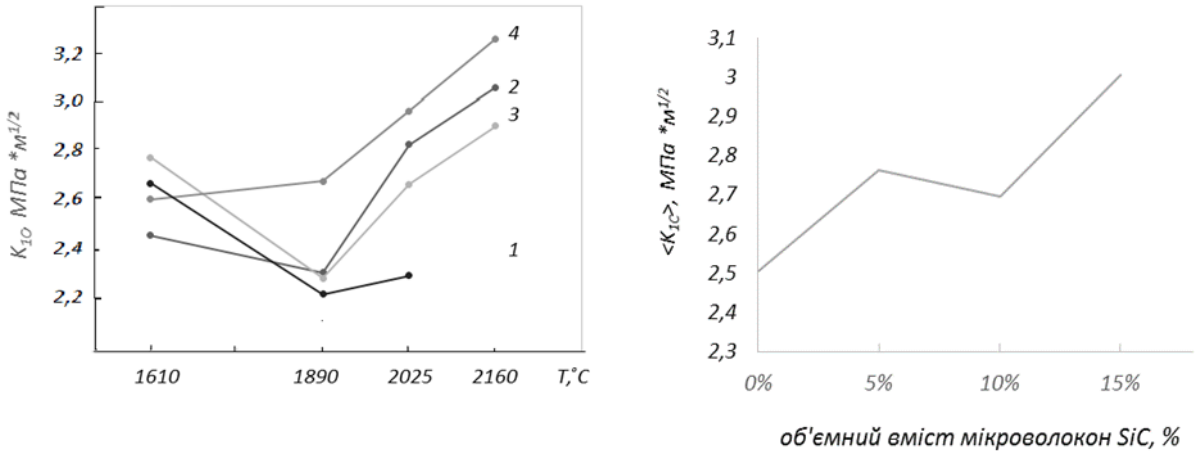
а *б*

Рис. 3. Залежність значень модуля Юнга для зразків на основі cBN з різним вмістом мікроволокон карбіду кремнію від температури спікання (а); зовнішній вигляд зруйнованого зразка (складу 50% cBN, 45% TaN, 5% Al) (б)

Модуль Юнга зразка без додавання мікроволокон (а також усі характеристики, що залежать від модуля Юнга), спеченого за температури 2160 °С, не вимірювався через те, що цей зразок розсипався (рис. 3, *б*). Отже, на основі цього факту попередньо можна зробити висновок, що введення мікроволокон карбіду кремнію призводить до зміцнення зразків [4].

Мікротвердість зразків визначалася методом Віккерса за стандартною формулою $HV=1{,}854 \cdot P/d^2$ та коливалася в межах 22–45 ГПа. Для вимірювання тріщиностійкості використовували режим поляризації на мікроскопі Alicona.

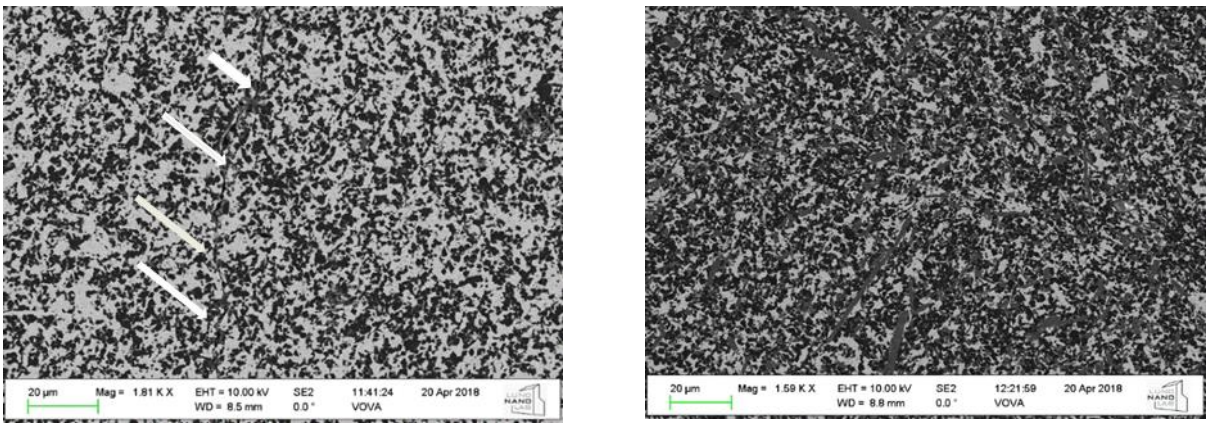
Результати вимірювань показали, що за підвищення температури спікання тріщиностійкість спадає для матеріалу, неармованого мікроволокнами. Натомість для армованих мікроволокнами матеріалів спостерігається зростання значень тріщиностійкості за умови підвищення температури спікання (рис 4, *а*). При цьому середнє значення тріщиностійкості зростає зі збільшенням вмісту мікроволокон SiC (рис. 4, *б*).



а *б*

Рис. 4. Залежність тріщиностійкості для зразків на основі cBN з різним вмістом мікроволокон карбіду кремнію (1 – 0%; 2 – 5%; 3 – 10%; 4 – 15%) від температури спікання (а) та середніх значень тріщиностійкості від об'ємного вмісту мікроволокон (б)

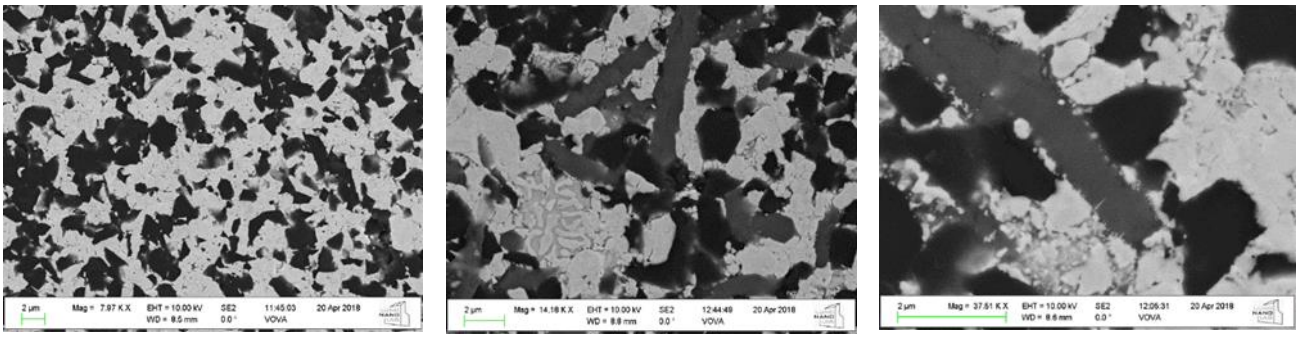
Аналіз мікроструктур показав, що поверхня неармованих зразків має мікротріщини навіть за температури спікання 1610 °С (рис. 5, *а*), тоді як на поверхні армованих зразків не спостерігається мікротріщин навіть для зразків, спечених за температури 2025 °С (напрямок розповсюдження тріщини у матеріалі показано стрілками на рис. 5, *б*). Це підтверджує доцільність армування зразків на основі кубічного нітриду бору мікроволокнами карбіду кремнію. Мікроструктура усіх зразків рівномірна, з гарним розподілом часток, що вказує на правильний вибір параметрів змішування вихідних порошків.



а *б*

Рис. 5. Мікроструктури зразків, отриманих за допомогою скануючоого електронного мікроскопа Hitachi SU8010 Cold Field Emission для неармованого мікроволокнами зразка, спеченого за температури 1610 ℃ (а), та для армованого 5% мікроволокон SiC зразка, спеченого за температури 2025 ℃ (б)

Для більш детального вивчення явищ, що відбуваються у цій системі, також було зроблено знімки мікроструктур при більш високому збільшені. (рис. 6)



а *б* *в*

Рис. 6. Мікроструктури зразків, отриманих за допомогою скануючого електронного мікроскопа Hitachi SU8010 Cold Field Emission для неармованого мікроволокнами зразка, спеченого за температури 1610 ℃ (а), та для армованого 5% мікроволокон SiC зразка, спеченого за 2025 ℃ (б, в)

Аналіз отриманих мікроструктур показав, що температурний вплив ініціює хімічну взаємодію між матеріалом матриці (кубічним нітридом бору) та зв'язкою (нітридом танталу), що призводить до утворення дибориду танталу. Це підтверджується результатами рентгенофазового аналізу та теоретичними розрахунками у програмі *ThermoCalc* (рис. 7).

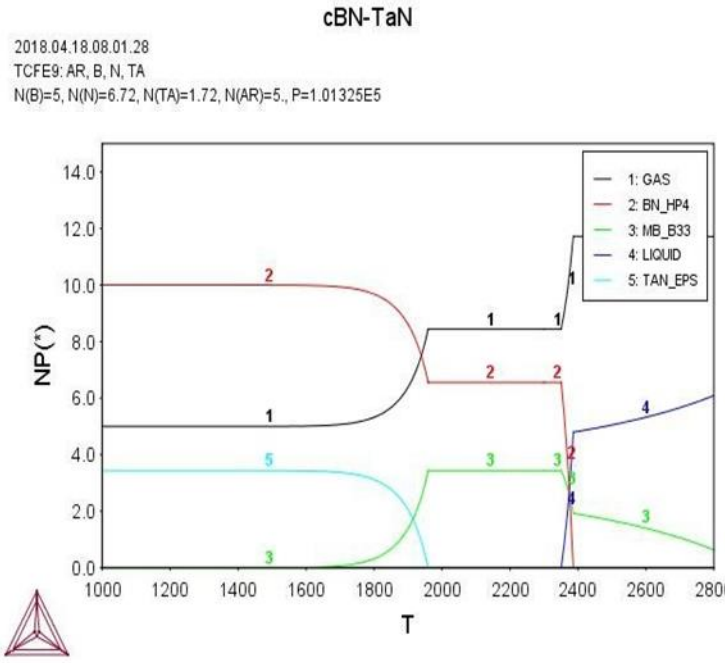


Рис. 7. Термодинамічні розрахунки продуктів реакцій, що утворюються у системі cBN–TaN під впливом тиску та температури за результатами термодинамічних розрахунків поведінки у програмі ThermoCalc

Проте аналіз загального виду мікроструктур зразків, армованих мікроволокнами карбіду кремнію показав, що вплив температури спричиняє розкладання мікроволокон. Незважаючи на це, тріщиностійкість зразків, армованих мікроволокон карбіду кремснію, зростає навіть за температур, вищих за початок хімічного розкладання мікроволокон, що вказує на доцільність армування матеріалів на основі кубічного нітриду бору мікроволокнами карбіду кремнію. У зв'язку з вищезгаданими даними про взаємозв'язок між тріщиностійкістю матеріалу та тривалістю роботи різального інструменту, очікується покращення працездатності різального матеріалу на основі кубічного нітриду бору,

армованого мікроволокнами карбіду кремнію порівняно з неармованим матеріалом. Роботи у цьому напрямі сьогодні продовжуються.

Висновки

У цій роботі було здійснено армування різального матеріалу на основі кубічного нітриду бору, що складається з 50 об.% cBN, 5% Al та TaN як зв'язки, мікроволокнами карбіду кремнію в кількості 5,10 та 15% об.% SiC. Зразки було спечено за допомогою високотемпературного синтезу в апараті типу «тороїд» за тиску 7,5 ГПа. Було досліджено вплив температури спікання та об'ємного вмісту мікроволокон карбіду кремнію на твердість, густину, модуль Юнга та тріщиностійкість отриманих зразків. Аналіз результатів показав, що:

1) підвищення температури спікання для усіх зразків призводить до утворення дибориду танталу, що вказує на проходження хімічної реакцій між кубічним нітридом бору та нітридом танталу;

2) модуль Юнга зменшується з додаванням мікроволокон SiC;

3) підвищення температури спікання призводить до знеміцнення вусів карбіду кремнію внаслідок хімічної взаємодії SiC з cBN;

4) незважаючи на попередні два пункти, одним з основних параметрів, що впливає на тривалість роботи різального інструменту є тріщиностійкість, яка зростає під час додавання мікроволокон до складу основного матеріалу і навіть збільшується з підвищенням температури спікання (див. рис.5, б). Середнє значення тріщиностійкості зростає від 2,5 (для матеріалу, неармованого мікроволокнами) до 3 МПа*м$^{1/2}$. Внаслідок цього очікується покращення характеристик різального інструменту на основі кубічного нітриду бору, армованого мікроволокнами, порівняно з неармованим матеріалом. Отже, це вказує на доцільність армування мікроволокнами матеріалів на основі кубічного нітриду бору у майбутньому.

Сверхтвердые материалы – широко известная группа материалов для резания. Эта группа материалов отличается более высокой эффективностью при резке металла, высокой точностью, экономией энергии и большей экологичностью по сравнению с более традиционными инструментами. Сверхтвердые материалы обладают не только максимальной твердостью (твердость алмаза – 80–100 ГПа, твердость cBN – 40 ГПа), но и отличными механическими, тепловыми, оптическими, акустическими, электрическими и химическими свойствами. К сожалению, эти режущие материалы также имеют некоторые недостатки, такие как склонность к окислению, графитизации и неудовлетворительный уровень трещиностойкости. Одним из хорошо известных способов улучшения трещиностойкости и срока службы инструмента является армирование микроволокнами. Армирование микроволокнами широко использовалось для других групп режущих материалов, но в настоящее время в литературе отсутствует информация о результатах армирования микроволокнами материалов на основе cBN. Следовательно, в этой работе этот принцип армирования использовался для нового сверхтвердого материала на основе cBN, TaN и Al путем добавления микроволокон карбида кремния.

***Ключевые слова**: cBN, микроволокна SiC, трещиностойкость*

Yu. Y. Rumiantseva, V. N. Bushlya, A. Y. Oshovska, V. Z. Turkevich

REINFORCEMENT OF MATERIAL BASED ON THE CUBIC BORON NITRIDE BY THE HELP OF SILICON CARBIDE WHISKERS

Superhard materials – well-known group of materials for metal cutting. These materials are more effective, energy saving and more environmental friendliness compared to traditional tools.. Superhard materials have not only highest level of hardness (hardness of diamond- 80–100 GPa, hardness of cBN – 40

GPa), but they have also excellent mechanical, thermal, optical, acoustic, electrical and chemical properties. Unfortunately, these cutting materials also have some disadvantages, like a tendency to oxidation, graphitization and unsatisfactory level of fracture toughness.. One of the well-known ways of improving fracture toughness and tool life is the use of whisker-reinforcement. Whisker-reinforcement was widely used for other groups of cutting materials, but nowadays literature data doesn't have any information about whisker-reinforcement of cBN-based materials. Hence, in this work this principle of reinforcement was used for novel superhard material based on cBN, TaN and Al due to the addition of silicon carbide whiskers.

***Key words**: cBN, SiC whiskers, fracture toughness*

Литература

1. Ashby M. F. Materials selection in mechanical design.Third Edition – Elsevier, 2005. – 602 p.
2. Инструменты из сверхтвердых материалов / Под ред. Н.В.Новикова. – Киев: ИСМ НАН Украины, 2001. – 528 с.
3. Xia K., Langdon T. G. Review, The toughening and strengthening of ceramic materials through discontinous reinforcement // J. Mat. Sci. – 1994. – 12. – 5219–5231.
4. Mallick, P. K. Fiber-reinforced composites: materials, manufacturing, and design. – CRC press, 2007. – 638 p.
5. Naidoo, M., Raethel, J., Sigalas, I., & Herrmann. Preparation of (Ti, Ta)–(C, N) by mechanical alloying // Int. J. Refractory Metals and Hard Materials – 2012. – 35. – P. 178–184.
6. Mechanical properties of cBN–Al composite materials / A. McKie, J. Winzer, I. Sigalas et al. // Ceramic Imternational – 2011. – 37. – N 1. – P. 1–8.
7. Сайт компании IMC,Olympus. [Электронный ресурс]- Режим доступа: https://www.olympus-ims.com/en/applications/elastic-modulus-measurement/.
8. Schwartz M. M. Composite materials. Volume 1: Properties, non-destructive testing, and repair. – Prentice Hall, 1997. – 432 p.
9. Neikov O., Naboychenko S., Yefimov N. V. Handbook of non-ferrous metal powders: technologies and applications / S. Naboychenko, I. Mourachova, V. Gopienko, I. Frishberg, D, Lotsko (Ed). – Elsevier, 2008. – 634 p.
10. Погребняк А. Д., Шпак А. П., Азаренков Н. А., Береснев В. М. Структура и свойства твёрдых и сверхтвёрдых нанокомпозитных покрытий // Успехи физических наук. – 2009. – 179, № 1. – С. 35–64.
11. Krautkrämer J., Krautkrämer H. Ultrasonic testing of materials. – Berlin-Heidelberg: Springer-Verlag, 1990. – 677 p.
12. Vepřek, S. The search for novel, superhard materials A: Vacuum, Surfaces, and Films // Journal of Vacuum Science & Technology. – 1999. – 17. – N 5. –2401–2420 p.
13. Grzesik, W., Advanced machining processes of metallic materials: theory, modelling and applications. – Elsevier Science, 2008. – 472 p.

Надійшла 30.05.18

References

1. Ashby, M. F. (1994), Materials selection in mechanical design.Third Edition. Elsevier.
2. Novikov, N. V. (Eds.) (2001). Instrumenty iz sverkhtverdykh materialov [Tools from superhard materials]. Kiev: ISM NAN Ukrainy. [in Russian]

3. Xia K., & Langdon T. G. Review. (1994). The toughening and strengthening of ceramic materials through discontinous reinforcement. *J. Mat. Sci., V. 12*, 5219–5231.
4. Mallick, Pankar K. (2007). Fiber-reinforced composites: materials, manufacturing, and design. CRC press.
5. Naidoo, M., Raethel, J., Sigalas, I., & Herrmann, M. P (2012) Preparation of (Ti, Ta)–(C, N) by mechanical alloying. - *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, Vol. 35*, 178–184.
6. McKie, A., Winzer, J., Sigalas, I. et.al. (2011). Mechanical properties of cBN–Al composite materials. *Ceramic Imternational, Vol. 37, 1*, 1–8.
7. Sait companii "IMC,Olympus". [Site of "IMC,Olympus" company] Retrievered from https://www.olympus-ims.com/en/applications/elastic-modulus-measurement/.
8. M.M. Schwartz. (1997). Composite materials. Volume 1: Properties, non-destructive testing, and repair. Prentice Hall.
9. Neikov, Oleg D., Murashova, I. B., et. al. (2009) *Handbook of non-ferrous metal powders: technologies and applications*. Elsevier, ISBN: 978-1-85617-422-0.
10. Pogrebnyak A.D.. Shpak A. P. Azarenkov N.A.. Beresnev V.M. (2009) Struktura i svoystva tverdykh i sverkhtverdykh nanokompozitnykh pokrytiy [Structure and properties of solid and superhard nanocomposite coatings]. *Uspekhi fizicheskikh nauk – Advances of Physical Sciences. – Vol. 179, 1*, 35–64 [in Russian].
11. Krautkrämer, Josef, and Herbert Krautkrämer. (1990). *Ultrasonic testing of materials*. Berlin-Heidelberg: Springer-Verlag.
12. Vepřek, S. (1999) The search for novel, superhard materials A: Vacuum, Surfaces, and Films. *Journal of Vacuum Science & Technology, Vol. 17, 5*, 2401–2420.
13. Grzesik, W.,(2008) Advanced machining processes of metallic materials: theory, modelling and applications. Elsevier Science.

УДК 666.792.3

К. В. Сліпченко, асп., **І. А. Петруша**, д-р техн. наук, **В. З. Туркевич**, акад. НАН України[1], **В. М. Бушля**, канд. тех. наук, **J.-E. Ståhl**, professor[2]

[1]Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська, 2, 04074, Київ, Україна, kateslipchenko@gmail.com
[2]Лундський Університет, вул. Оле Ромерс, 1, 221 00, Лунд, Швеція

ВПЛИВ ДОБАВКИ VC-Al НА СТРУКТУРУ ТА ФАЗОВИЙ СКЛАД НАДТВЕРДИХ МАТЕРІАЛІВ НА ОСНОВІ cBN

Шляхом термобаричного спікання отримано керамо-матричний композиційний матеріал на основі кубічного нітриду бору з добавками карбіду ванадію та алюмінію. Спікання проведено в умовах високого тиску (7,7 ГПа) в широкому діапазоні температур (1450–2450 °С). Об'єктом дослідження обрано три композиції з вмістом cBN 50, 60 та 65 об.%, 5 об.% алюмінію введено в суміш, як гетер кисню. У роботі представлено результати дослідження фазового складу, мікроструктур та механічних властивостей. Варіювання вмісту добавки практично не впливає на

модуль зсуву композитів, найвищі значення мікротвердості отримано в композитах, спечених в температурному інтервалі 1850-2150 °С. За підвищених температурах спікання виявлено формування оксиду алюмінію в усіх досліджуваних системах. Розроблені композити за своїми механічними властивостями наближаються до комерційних аналогів матеріалів групи BL та можуть використовуватися для високошвидкісної обробки сплавів на основі заліза.

***Ключові слова**: апарат високого тиску, надтверда кераміка, КНБ, фазовий склад, структура, ванадій.*

Вступ

Кубічний нітрид бору (cBN) – один з найтвердіших матеріалів, що має високу теплопровідність та стійкість до окислення. Промислова форма виробництва матеріалів на основі cBN є полікристалічним поєднанням надтвердих зерен cBN зі зв'язками у вигляді чистих металів (група BH 70-90% cBN) або кераміками (група BL 45-65% cBN) [1]. Матеріали групи BL переважно використовуються для високошвидкісного чистового точіння сталей та чавунів. Дослідження фізико-механічних процесів зношування, впливу типу та вмісту зв'язки показали, що низький вміст cBN (BL 45-65%) з дрібними зернами в керамічній матриці демонструє найвищу зносостійкість [2]. Домінантним механізмом зносу є дифузійний знос в результаті хімічних взаємодій, що мають місце в контактній зоні «різальна кромка – матеріал заготовки». Мікроструктури комерційних матеріалів на основі cBN складаються з зерен cBN та Ti(C,N), в міжзеренному просторі яких присутні продукти реакції TiB_2, AlN та Al_2O_3. Автори [3–5] припускають, що саме утворення нових фаз у структурі композиту за рахунок взаємодії компонентів суміші під час спікання сприяє підвищенню зносостійкості композиту.

Згідно з теоретичними розрахунками [6], у системах cBN–Ti та cBN–TiN в молярному співвідношенні 1:1 за умов T = 1000 °C, T = 1400 °C, $p = 3 \times 10^{-3}$ Па може відбуватися взаємодія титану з нітридом бору. У результаті такої взаємодії можуть утворюватися три нові фази: TiB_2, TiN та N_2. Під час розрахунків взаємодій у системі cBN–TiN виявлено, що кількість продуктів реакції TiB_2 та TiN залежить від температури. Практичні експерименти зі спікання в цих системах підтвердили наявність фаз TiN та TiB_2 у всіх досліджених зразках. Аналіз мікроструктур методом ТЕМ фіксує утворення фази TiB_2 навколо зерен TiN. Підвищення вмісту cBN призводить до зростання модуля Юнга та твердості композитів системи cBN–TiN, отриманих шляхом спікання за p = 7,5ГПа, T = 1400–2000 °C [7–8].

У дослідженнях [9, 10] виявлено утворення TiB_2 в композиті системи cBN–TiN та формування TiB_2 і $TiC_{0,8}N_{0,2}$ в спеченому композиті системи cBN–TiC. Автори припускають, що взаємодія компонентів з утворенням боридів та нітридів титану приводить до підвищення твердості композитів. У процесі спікання порошків системи cBN–TiN–Al в умовах статичного навантаження (p = 5,8 ГПа і температурах T = 1200 °C та T = 1400 °C) виявлено утворення сполук AlN та TiB [11]. Продукти реакції займають місце навколо зерен cBN та TiN. Формування гомогенної структури сприяє підвищенню твердості, тріщиностійкості і зносостійкості порівняно з композитами системи cBN–Al.

Отже, розробка та дослідження фізико-механічних властивостей композитів на основі cBN групи BL зі зв'язками у вигляді карбідів ванадію є актуальним, отримані матеріали можуть стати кращим аналогом cBN–TiC.

У роботі описано серію виконаних експериментів з отримання композитів на основі cBN групи BL з керамічною зв'язкою VC–Al. Досліджено особливості структури, зміну фазового складу в процесі спікання та механічні властивості композитів.

Методика дослідження

Подрібнення порошків карбіду ванадію проведено в середовищі ізопропілового спирту з використанням планетарного млина *Fritsch* (*Pulverisette 6 classic line*), оснащеного твердосплавним барабаном. Розмір часток після розмелювання становив 1,8 мкм. Шихту для спікання виготовлено з комерційно доступних мікропорошків кубічного нітриду бору (*Element Six*), карбіду ванадію (*Alfa Aesar*) та алюмінію (ABCR) в співвідношеннях cBN:VC:Al – 50:45:5, 60:35:5 та 65:30:5 об. %. Гомогенізацію шихти для спікання проведено в гравітаційному змішувачі. Безпосередньо перед спіканням проведено термодесорбцію у вакуумній печі СШВЛ з метою усунення надлишкового кисню в шихті. Серію термобаричних експериментів проведено в апараті високого тиску типу «тороїд АВТ-ТОР30» в інтервалі температур 1450–2450 °С при прикладенні тиску 7,7 ГПа впродовж 45 с.

Зразки після спікання доводили до розмірів d = 9,52 мм, h = 3,18 мм методом механічного шліфування плоскої та бокової поверхні алмазними кругами. Підготовку металографічних шліфів проведено в апараті *Struers Tegramin*. Рентгеноструктурні дослідження зразків проведено на установці *STOE STADI MP* з використанням сцинтиляційного лічильника у випромінюванні CuKα (λ_{Cu} = 1,54060 Å). Розподіл хімічних елементів досліджено методом енергодисперсійної рентгенівської спектроскопії на сканувальному електронному мікроскопі *Tescan Mira* 3, оснащеному енергодисперсійним аналізатором рентгенівських спектрів *X-MaxN* 80 (*Oxford Instruments*); програмним забезпеченням для аналізу зображень *Automated AZtecEnergy*.

Дослідження мікроструктур проведено з використанням сканувального електронного мікроскопа *Zeiss LEO* 1560 (*NanoLund*, Швеція). Густину композитів вимірювали прямим методом вимірювання геометричних розмірів та маси зразків. Ультразвукову діагностику з метою подальшого визначення пружних властивостей проведено з використанням установки Olympus 38D Plus, оснащеної п'єзокерамічними датчиками. Випробування мікротвердості та тріщиностійкості композитів проведено методом мікроіндентування на мікротвердомірі THV-30MDX – навантаження на індентор Віккерса (алмазна піраміда з кутом з вершинами 136°) не перевищувало 10 Н у разі індентування для вимірювання твердості та 50 Н для вимірів тріщиностійкості; витримка під час заданого навантаження – 15 с.

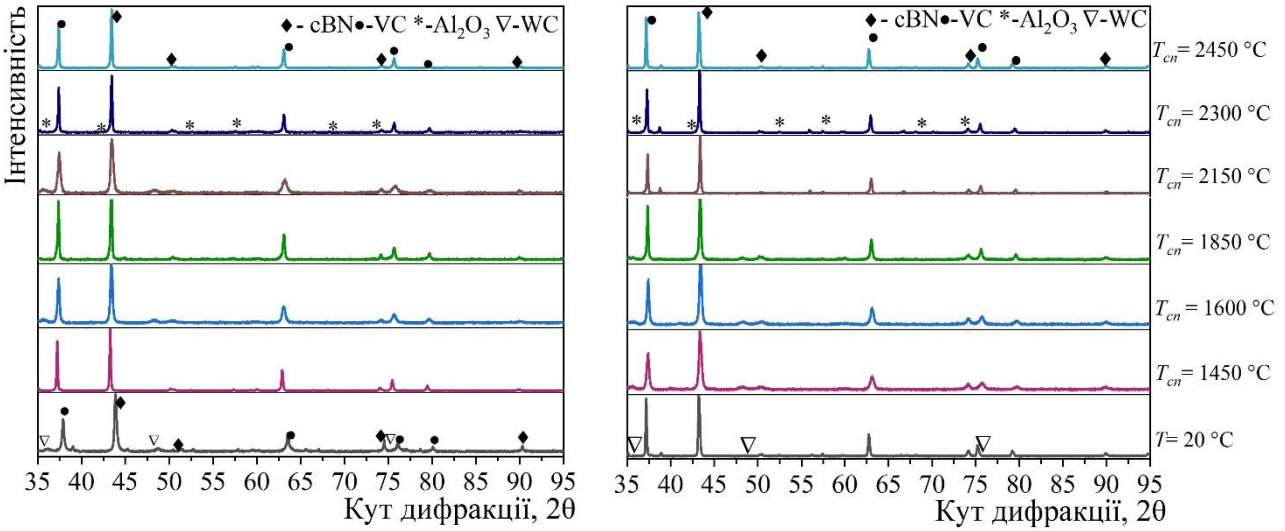
Результати та обговорення

За даними фазового аналізу вихідні суміші для спікання містять кубічний нітрид бору – cBN просторової групи *F-43m* з параметрами ґратки $a = b = c$ = 3,6140 Å, карбід ванадію – VC просторової групи *Fm3m* з періодами ґратки $a = b = c$ = 4,1635 Å, алюміній – Al просторової групи *Fm3m* з параметрами кристалічної ґратки $a = b = c$= 4,0572 Å та карбід вольфраму – WC просторової групи *P-6m2* з періодами ґратки$a = b$ = 2,9070 Å, c = 2,8360 Å. Вміст невеликої кількості карбіду вольфраму зумовлений технологічними особливостями процесу подрібнення порошку карбіду ванадію.

У процесі термобаричного спікання в діапазоні температур 1450–1850 °С фазовий склад композитів усіх груп не зазнає змін. У системі з 60 об.% с за температури спікання 2000°С відбувається взаємодія компонентів суміші (cBN та VC), в результаті якої формується диборид ванадію VB_2 просторової групи *P6/mmm* з параметрами кристалічної ґратки $a = b$= 2,9986 Å, c=3,0739 Å, та відбувається окислення алюмінію та формування

Al_2O_3 просторової групи *R-3c* з параметрами ґратки $a = b = 4{,}7553$ Å, $c = 13{,}0083$ Å. Фазовий склад в експериментах за вищих температур спікання $T_{сп} \geq 2150$°C залишається незмінним, за винятком відсутності рефлексів від оксиду алюмінію.

У системах з вмістом cBN 50 та 65 об.% формування оксиду алюмінію відбувається лише за 2150 °C, подальше підвищення температури спікання не призводить до зміни фазового складу (рис. 1).

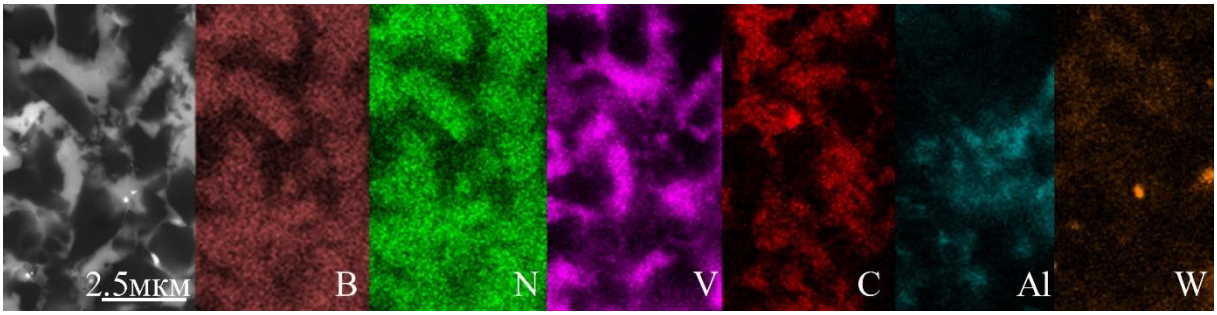


а *б*

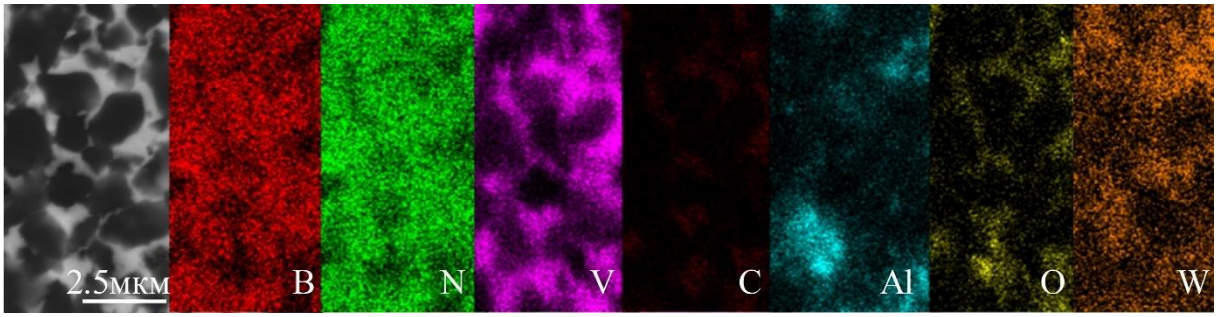
Рис. 1 Рентгенівські дифрактограми композитів системи cBN–VC–Al: а – вміст cBN – 50 об.%; б – вміст cBN – 65 об.%

Методом енергодисперсійної рентгенівської спектроскопії визначено розподіл елементів у зразках системи з вмістом cBN 60 об.%, отриманих за температури 1850 та 2300 °C (рис. 2). Підтверджено наявність алюмінію в обох зразках та кисню – у зразку, спеченому за 2300 °C. В розподілі елементів ванадію та карбону є ділянки (світло-сірі зони на рис. 2), де вказані елементи перекриваються поміж собою та вказують на положення сполуки карбіду ванадію. Також виявлено вміст вольфраму, розподіл якого теж частково перекривається з розподілом карбону. Оскільки рентгенофазові дослідження, описані вище, вказують на наявність сполуки карбіду вольфраму в цьому зразку, то можна стверджувати, що білі зони відповідають фазі WC.

Аналіз мікроструктур спечених композитів підтвердив, що розподіл компонентів є однорідним. Розміри часток cBN не перевищують 2,5 мкм. Агломерація часток зв'язувальної фази не спостерігається. Світло-сірі ділянки – це зони, які відповідають зв'язувальній фазі VC–Al, їхні розміри не перевищують 2 мкм (рис. 3). Видимий вміст карбіду вольфраму у формі білих зерен розмірами порядку 0,2–0,3 мкм виявлено на мікроструктурах зразків, спечених за $T_{сп} = 1450$ °C, за цієї температури зерна cBN мають чіткі межі. З підвищенням температури спікання відбувається зміна морфології зерен cBN.

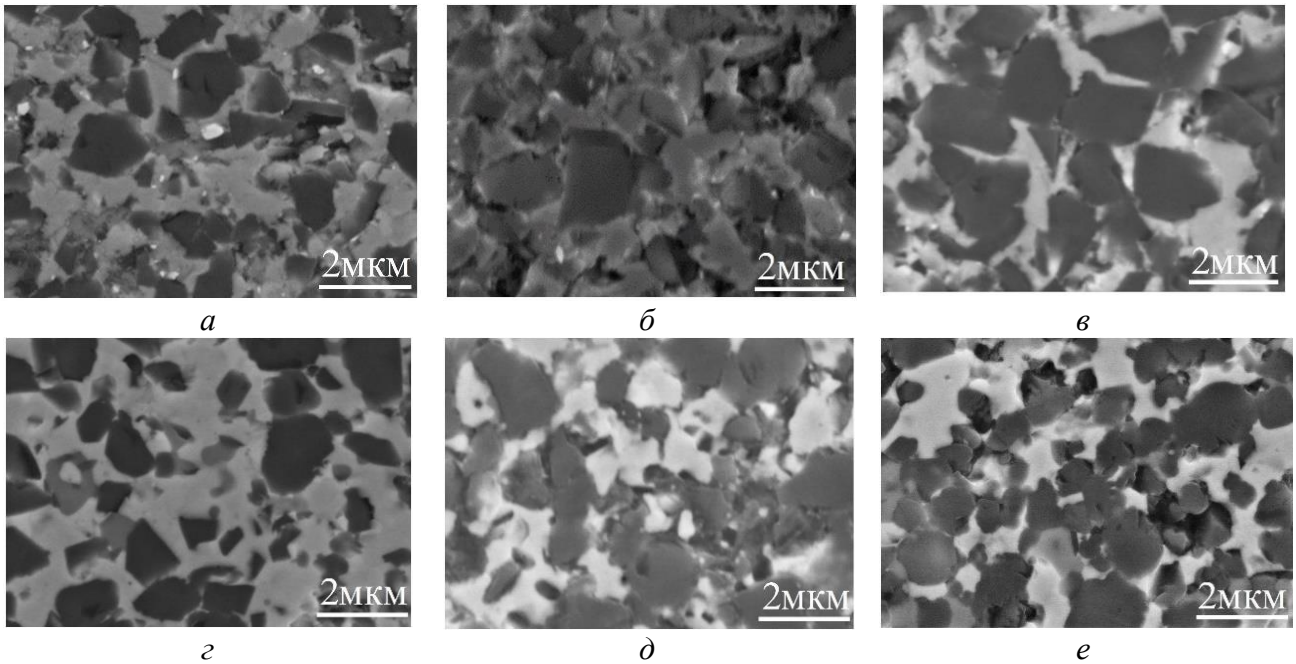


а



б

Рис. 2. Розподіл елементів в зразках системи cBN-VC-Al; вміст cBN – 60 об.%: а – $T_{сп}$ = 1850 °С; б – $T_{сп}$ = 2300 °С



а *б* *в*

г *д* *е*

Рис. 3. Мікроструктури спечених композитів системи cBN–VC–Al: а – вміст cBN 50 об.%, $T_{сп}$=1450 °С; б – вміст cBN 60 об.%, $T_{сп}$= 1850°С; в – вміст cBN 65 об.%, $T_{сп}$=1450 °С; г – вміст cBN 50 об.%, $T_{сп}$=2300 °С; д – вміст cBN 60 об.%, $T_{сп}$=2300 °С; е – вміст cBN 65 об.%, $T_{сп}$= 2300 °С; р = 7,7 ГПа,τ = 45 с

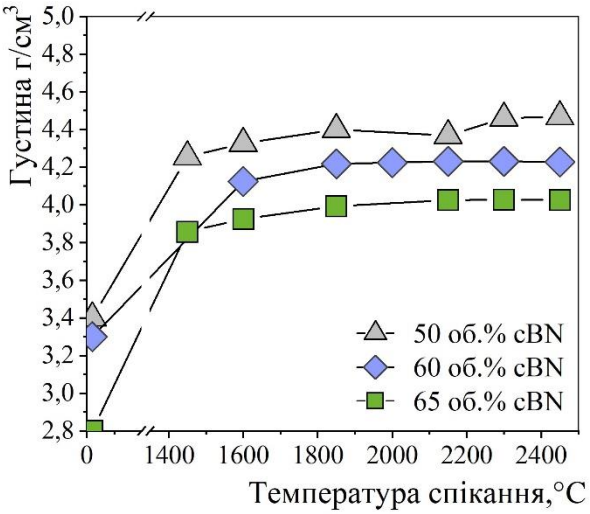
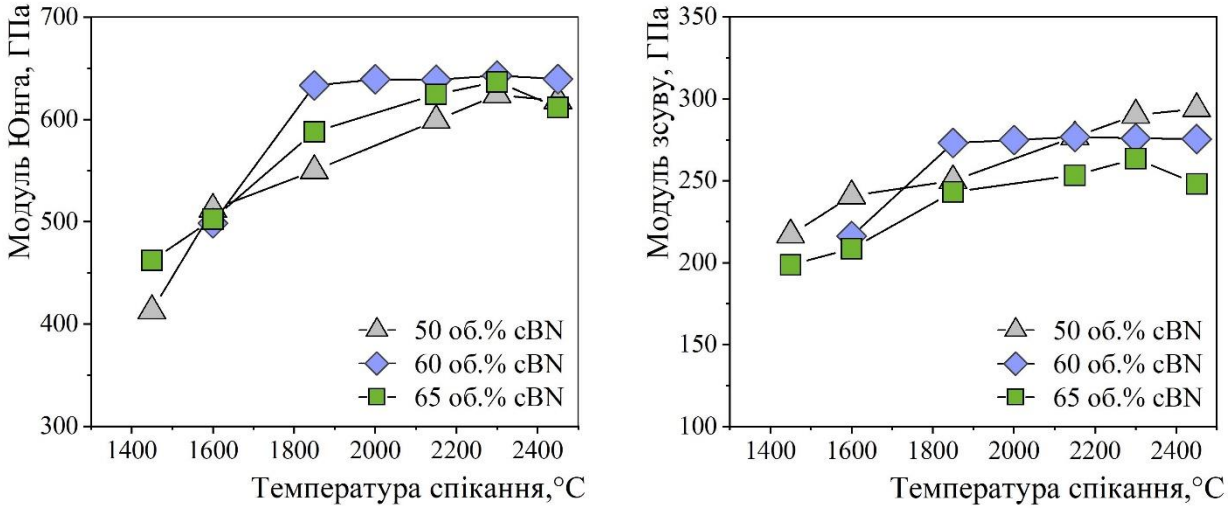


Рис. 4. Вплив температури спікання та вмісту cBN на густину композитів системи cBN–VC–Al

Густина композитів, які зазнали лише дії тиску p = 7,7 ГПа, на 30% менша і варіюється в межах від 2,8 до 3,4 г/см^3 залежно від вмісту cBN (рис. 4). У процесі термобаричного спікання відбувається істотне ущільнення зразків під час прикладення температури, а за $T_{сп}$ = 1600 °С густина зразків підвищується до 3,8–4,3 г/см^3. В подальших експериментах у сфері високих температур $T_{сп} \geq$ 1850 °С густина композитів досягає граничних значень, що зумовлено густиною вихідних компонентів.

У результаті вимірювання швидкості розповсюдження повздовжньої та поперечної звукових хвиль було розраховано модуль Юнга та модуль зсуву композитів в досліджуваних системах. Виявлено, що активне зростання обох фізичних величин спостерігається в діапазоні температур 1450-1850 °С. Так, значення модуля Юнга для всіх зразків, отриманих за 1600°С, становить ~ 500ГПа, модуль зсуву змінюється зі значень порядку 200 ГПа до значень порядку 250–275 ГПа за $T_{сп}$=2150 °С (рис. 5).

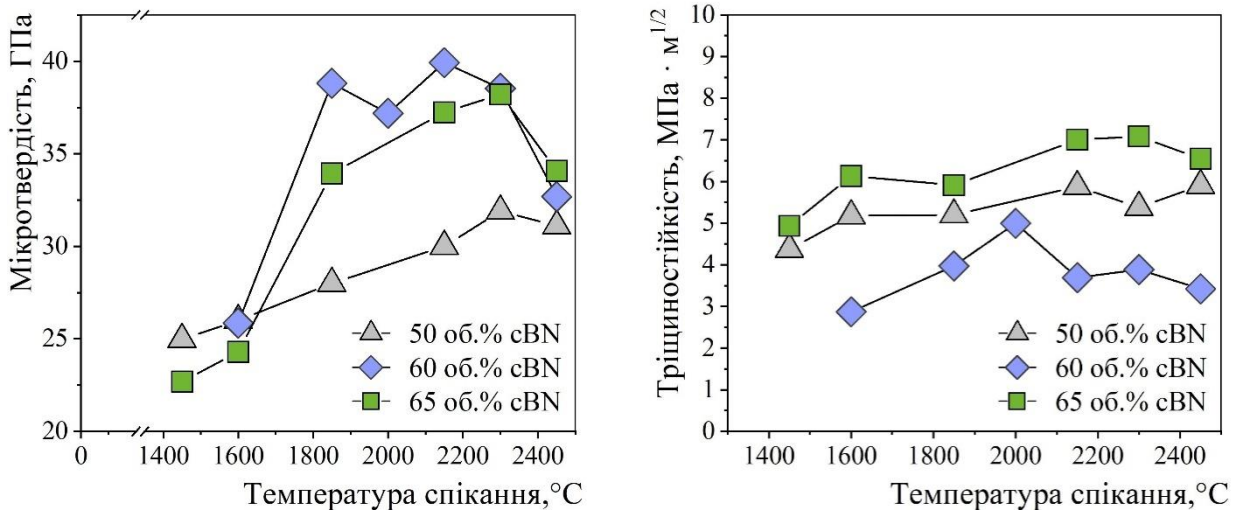


а *б*

Рис. 5. Вплив температури спікання та вмісту cBN композитів системи cBN–VC–Al на:а – модуль Юнга; б – модуль зсуву

Мікротвердість композитів системи з вмістом cBN 50 об.% спершу зростає до 31 ГПа за $T_{сп}$=1600°С. Подальше зниження мікростверлості в температурному діапазоні 1600–

2150 °С зумовлене відпалом дефектів у структурах зразків та початком формування продуктів взаємодії компонентів (рис. 6, *а*). Поява в фазовому складі твердого корунду (Al_2O_3 – 9 за шкалою Мооса) за $T_{сп} \geq 2300$ °С сприяє підвищенню твердості композитів до значень 31–32 ГПа. Підвищення температури спікання практично не впливає на тріщиностійкість композитів системи cBN–VC–Al (50:45:5 об.%): її значення залишається на рівні 5,2–5,4 МПа·м$^{1/2}$ в температурному діапазоні 1600–2150 °С. Різке зниження тріщиностійкості до 4,4 МПа·м$^{1/2}$ за $T_{сп}$ = 2300 °С корелює з формуванням твердого, але крихкого корунду в критичній кількості, що впливає на здатність матеріалу опиратися розтріскуванню (рис. 6, *б*).



а *б*

Рис. 6. Вплив температури спікання та вмісту cBN композитів системи cBN–VC–Al на :а – мікротвердість; б – тріщиностійкість

У системі з вмістом cBN 60 об.% мікротвердість композитів підвищується з 25,9 ГПа за $T_{сп}$ = 1600 °С до 38,8 ГПа за $T_{сп}$ = 1850 °С. Формування дибориду ванадію на міжфазних границях cBN-зв'язки за $T_{сп}$ = 2000°С дещо знижує мікротвердість композиту, але за цієї ж температури спостерігається максимальне значення тріщиностійкості композиту – 5 МПа·м$^{1/2}$. Стрімкого зменшення мікротвердості композитів за $T_{сп}$= 2150 °С та $T_{сп}$ = 2300 °С не виявлено. Зниження мікротвердості зразків, спечених за $T_{сп}$=2450 °С, може бути зумовлене зменшенням кількості дефектів за рахунок їх високотемпературного відпалу в процесі спікання, що полегшує рух дислокацій та викликає зменшення твердості. Тріщиностійкість композитів поступово знижується до 3,4 МПа·м$^{1/2}$ за максимальної температури спікання. Зразки системи з вмістом cBN 60 об.%, спечені в температурному діапазоні 1450–1600 °С, демонструють низькі значення мікротвердості 22 ГПа та 24 ГПа, відповідно. Підвищення температури спікання до 1850 °С також показує проміжне значення мікротвердості – 34 ГПа. Найбільш твердими виявились зразки, спечені в інтервалі температур 2150–2300 °С –37 та 38 ГПа відповідно. Тріщиностійкість у цій системі спершу зростає в температурному діапазоні 1450–1600 °С до значень 6,1 МПа·м$^{1/2}$, подальше підвищення температури спікання до 1850 °С практично не впливає на значення тріщиностійкості (5,9 МПа·м$^{1/2}$), наступне зростання тріщиностійкості відбувається за умови

підвищення $T_{сп}$ до 2150 °С –7,0 МПа·м$^{1/2}$. Загалом прослідковується тенденція підвищення тріщиностійкості з підвищенням температури спікання.

Висновки

З огляду на механічні властивості композитів системи cBN–VC–Al 50; 60; 65 об.% cBN) виявлено, що температурний оптимум для отримання високоміцного керамо-матричного матеріалу коливається в межах 1850–2150 °С. Термобаричне спікання в діапазоні температур 1450–1850 °С не призводить до змін фазового складу в усіх досліджених композиціях. У системі з 60 об.% cBN за температури спікання 2000 °С відбувається взаємодія компонентів суміші (cBN та VC), в результаті якої формується диборид ванадію VB_2 та Al_2O_3. У системах з 50 та 65 об.% cBN виявлено лише формування оксиду алюмінію за температури спікання понад 2150 °С. Варіювання вмісту добавки практично не впливає на модуль зсуву композитів. Найвищий рівень механічних властивостей виявлено в системах з 60 та 65 об.% cBN, мікротвердість композитів за $T_{сп}$ = 2150 °С становить 39 ГПа та 37 ГПа відповідно. Найвища тріщиностійкість виявлена в системі з 65 об.% cBN – 7,1 МПа·м$^{1/2}$ за $T_{сп}$ = 2150 °С. Розроблені композити за своїми механічними властивостями наближаються до комерційних аналогів матеріалів групи BL (Secotools, Element Six).

Дослідження виконано в рамках European Union’s Horizon2020 Research and Innovation Programme проект Flintstone 2020 (грант № 689279) таVisby Scholar ship від Swedish Institute (грант № 02757/2016).

Путем термобарического спекания получено керамо-матричный композиционный материал на основе кубического нитрида бора с добавками карбида ванадия и алюминия. Спекания проведено в условиях высокого давления (7,7 ГПа) в широком диапазоне температур (1450-2450°С). Объектом исследования выбраны три композиции с содержанием cBN 50, 60 и 65 об.%, 5 об.% алюминия введено в смесь в качестве гетера кислорода. В работе представлены результаты исследования фазового состава, микроструктур и механических свойств. Варьирование содержания добавки практически не влияет на модуль сдвига композитов, высокие значения микротвердости получено в композитах, спеченных в температурном интервале 1850–2150 °С. При повышенных температурах спекания обнаружено формирование оксида алюминия во всех исследуемых системах. Разработанные композиты по своим механическим свойствам приближаются к коммерческим аналогам материалов группы BL и могут использоваться при высокоскоростной обработке сплавов на основе железа.

***Ключевые слова**: аппарат высокого давления, сверхтвердые керамика, КНБ, фазовый состав, структура, ванадий*

K. V. Slipchenko, I. A. Petrusha, V. Z. Turkevich, V. M. Bushlya, J.-E. Ståhl

THE INFLUENCE OF VC-Al ADDITIVE CONTENT ON STRUCTURE AND PHASE COMPOSITION OF cBN BASED SUPERHARD MATERIALS

Ceramic matrix materials based on cubic boron nitride with additives of vanadium carbide and aluminum were obtained by high pressure high temperature sintering. Sintering was carried out under pressure 7.7 GPa, in the wide temperature range of 1450-2450 °C. Three compositions containing 50, 60 and 65 vol.% of cBN were selected for investigation, 5% by volume of aluminum introduced into the mixture as oxygen geter. This paper presents the results of the study of the phase composition, microstructures and mechanical properties. It was found that the variation of the additive content has no effect on the shear modulus of composites, the highest values of microhardness were obtained in composites sintered in the

temperature range of 1850 - 2150 °C. Formation of aluminum oxide were detected in all studied systems when sinterinf temperature was higher than 2000 °C. Mechanical properties of developed materialsclose to commercial analogues of BL group materials. Cutting tool materials in system cBN-VC-Al can be used at high-speed processing of alloys on the basis of iron.

***Key words**: high pressure apparatus, superhard ceramics, cBN, phase composition, structure, vanadium*

Література

1. ISO 1832:2017. Indexable inserts for cutting tools–Designation, Publ. 02.2017.
2. Costes, J.P., Guillet, Y., Poulachon, G., Dessoly, M.Tool-life and wear mechanisms of CBN tools in machining of Inconel 718 // International Journal of Machine Tools and Manufacture. – 2007. –47. N 7. – P. 1081–1087.
3. Angseryd,J., Albu,M., Andrén, H. O.,Kothleitner,G.A quantitative analysis of a multi-phase polycrystalline cubic boron nitride tool material using DualEELS // Micron. – 2011. – 42. – 6. – P. 608–615.
4. Angseryd, J., Liu, F., Andrén, H. O. Nanostructure of a cubic BN cutting tool material // International Journal of Refractory Metals and Hard Materials. – 2015.– 49. – N 1. – P. 283–287.
5. Angseryd J., Elfwing M., Olsson E., Andrén, H. O. Detailed microstructure of a cBN based cutting tool material // International Journal of Refractory Metals and Hard Materials. – 2009. – 27. N 2. – P. 249–255.
6. Cubic boron nitride - Ti/TiN composites: Hardness and phase equilibrium as function of temperature / P. Klimczyk, E. enko, K. Lawniczak-Jablonska, et. al. // Journal of Alloys and Compounds. – 2004. – 382. –1–2.– P. 195–205.
7. Klimczyk P. Mechanical properties and cutting performance of cBN-TiN composites sintered using HPHT technique: Joint 20th AIRAPT – 43th EHPRG, June 27 – July 12005. – Karlsruhe/Germany.
8. Gorczyńska-Zawiślan W., Benko E., Klimczyk P. CBN composites with a nanosized binding phase // Solid State Phenomena, – 2005. – 10. – P. 149–152.
9. XPS study of the cBN-TiC system / E.Benko, T. L. Barr, S. Hardcastle, et al. // Ceramics International. – 2001. – 27. – N 6.– P. 637–643.
10. CBN–TiN, cBN–TiC composites: Chemical equilibria, microstructure and hardness mechanical investigations / E. Benko, J. S. Stanislaw, B. Królicka, et al. // Diamond and Related Materials. –1999.– – 8. – N 10. – P. 1838–1846.
11. Rong X.-Z. Z., Tsurumi T., Fukunaga O., Yano T. High-pressure sintering of cBN–TiN–Al composite for cutting tool application // Diamond and Related Materials. – 2002. – 11. – N 2. – P. 280–286.

Надійшла 14.06.18

References

1. Indexable inserts for cutting tools - Designation. (2017). *ISO 1832:2017*.
2. Costes, J.P., Guillet, Y., Poulachon& G., & Dessoly, M. (2007). Tool-life and wear mechanisms of CBN tools in machining of Inconel 718. *International Journal of Machine Tools and Manufacture.Vol. 47, 7,* 1081–1087.
3. Angseryd, J., Albu, M., Andrén, H. O., &Kothleitner,G. (2011). A quantitative analysis of a multi-phase polycrystalline cubic boron nitride tool material using DualEELS. *Micron, Vol. 42,6,* 608–615.

4. Angseryd, J., Liu, F., & Andrén, H. O. (2015). Nanostructure of a cubic BN cutting tool material. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, Vol. 49, 1,* 283–287.
5. Angseryd, J., Elfwing, M., Olsson, E., & Andrén, H. O. (2009). Detailed microstructure of a cBN based cutting tool material. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, Vol 27, 2,* 249–255.
6. Klimczyk, P., Benko, E., Lawniczak-Jablonska, et. al. (2004). Cubic boron nitride – Ti/TiN composites: Hardness and phase equilibrium as function of temperature. *Journal of Alloys and Compounds, Vol. 382, 1–2,* 195–205.
7. Klimczyk, P., et. al. (2005). Mechanical properties and cutting performance of cBN-TiN composites sintered using HPHT technique: Joint 20th AIRAPT – 43th EHPRG, June 27 – July 1, Karlsruhe/Germany.
8. Gorczyńska-Zawiślan, W., Benko, E., & Klimczyk, P. (2005). CBN composites with a nanosized binding phase. *Solid State Phenomena, Vol. 106,* 149–152.
9. Benko, E., Barr, T. L., Hardcastle, S., et al.(2001). XPS study of the cBN-TiC system. *Ceramics International, Vol. 27, 6,* 637–643.
10. Benko, E., Stanislaw, J. S., Królicka, B., et al. (1999). CBN–TiN, cBN–TiC composites: Chemical equilibria, microstructure and hardness mechanical investigations. *Diamond and Related Materials,Vol. 8, 10,* 1838–1846.
11. Rong, X.-Z. Z., Tsurumi, T., Fukunaga, O., & Yano, T. (2002). High-pressure sintering of cBN-TiN-Al composite for cutting tool application. *Diamond and Related Materials, Vol. 11,* 2, 280–286.

УДК 620.22–621.921.34

В. А. Мечник, Н. А. Бондаренко, С. Н. Дуб, доктора технических наук[1],
В. Н. Колодницкий, канд. физ.-мат. наук[1], **Н. О. Кузин**, д-р техн. наук[2]

[1]Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, ул. Автозаводская 2, 04074 г. Киев, e-mail: bond@ism.kiev.ua
[2]Львовская филия Днепропетровского национального университета железнодорожного транспорта им. ак. Лазаряна, ул. Иваны Блажкевич 12-А, 79052 г. Львов, e-mail: n_kuzin@mail.ru

ОСОБЕННОСТИ ВЛИЯНИЯ ДОБАВКИ VN НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА КОМПОЗИТА Fe–Cu–Ni–Sn, ПОЛУЧЕННОГО ГОРЯЧИМ ПРЕССОВАНИЕМ

Для получения объемных нанокомпозитов 49,47Fe–31,04Cu–8,73Ni–7,76Sn-3VN использовали метод прессования при комнатной температуре с последующим горячем прессованием в вакууме. Исследована микроструктура спеченных композитов методами рентгеновской дифракционной и просвечивающей электронной микроскопии. Показано, что в композите 49,47 Fe–31,04Cu–8,73Ni–7,76Sn-3VN происходит растворение нитрида ванадия в γ-железе и образование пересыщенного твердого раствора азота и ванадия в α-железе, первичных и вторичных дисперсных фаз нитрида ванадия. В результате произошло существенное измельчение ферритных зерен (от 5–50 мкм до 20–400 нм) и улучшение механических характеристик. Нанокомпозиты считаются перспективными материалами для создания нового поколения алмазосодержащих композитов.

Ключевые слова: *железо, медь, никель, олово, нитрид ванадия, матрица, горячее прессование, температура, структура, твердый раствор.*

Введение

Разработка композиционных алмазосодержащих материалов (КАМ) с нанокомпозитными металлическими матрицами является одной из приоритетных задач современного материаловедения.

Это связано с тем, что свойства наноматериалов существенно отличаются от свойств крупнозернистых аналогов [1, 2]. Кроме того, металлические матрицы, в отличие от полимерных и керамических, обладают наилучшим соотношением между прочностью и пластичностью. Поэтому для повышения прочности и износостойкости важно добиться максимально возможного уменьшения размера зерен составляющих матрицы в процессе изготовления КАМ. Особый интерес представляют КАМ на основе металлических матриц системы Fe–Cu–Ni–Sn, так как они широко используются для изготовления различных инструментов для камнеобрабатывающей промышленности [3, 4].

Изучению свойств КАМ с крупнозернистой матрицей Fe–Cu–Ni–Sn, полученных методами порошковой металлургии, посвящено много работ. Например, в результате целенаправленного изменения структуры, фазового состава и технологических режимов спекания удается влиять на физико-механические свойства КАМ [5, 6]. Известно положительное влияние диборида хрома (CrB_2) [7], карбида вольфрама (WC) [4] и некоторых нанодиспестных добавок [8] на структуру и свойства КАМ. Перспективной добавкой для измельчения структуры и улучшения механических характеристик рассматриваемых композитов может быть нитрид ванадия (VN). Это обусловлено следующим:

– нитрид ванадия имеет более низкий параметр кристаллической решетки по сравнению с другими тугоплавкими соединениями, что обеспечивает минимальную дилатацию на межфазной границе нитрид–матрица и способствует реализации большего эффекта упрочнения [9, 10];

– характерной особенностью нитрида ванадия является то, что он начинает растворяться в аустените (γ-Fe) при температуре 950–980 °С и практически весь переходит в α-твердый раствор, что при охлаждении приводит к измельчению зерна аустенита [11];

– известно [12], что нитриды переходных металлов широко используются для снижения интенсивности износа режущего инструмента;

– в [13] имеются эпизодические данные о возможности формирования в рассматриваемой системе при горячем прессовании при температуре 900 и 1000 °С твердых растворов на основе ОЦК и ГЦК модификаций, что обеспечивает повышение механических свойств композита.

Однако, как показывает анализ литературных данных, изучение влияния добавки VN на структуру и свойства образцов Fe–Cu–Ni–Sn, полученных методами порошковой металлургии, применительно к КАМ не проводилось.

Цель настоящей работы – исследовать особенности структурообразования в процессе горячего прессования образцов Fe–Cu–Ni–Sn и Fe–Cu–Ni–Sn–VN при температуре 1000 °С и давлении 30 МПа в течение 12 мин. Проанализировать связь механических свойств спеченных образцов с характеристиками конечной структуры для дальнейшего создания КАМ повышенной износостойкости.

Объекты и методы исследования

Объектами исследования были порошковые смеси состава 51Fe–32–Cu–9Ni–8Sn и 49,47Fe–31,04Cu–8,73Ni–7,76Sn–3VN (здесь и далее состав смесей и полученных на их основе образцов представлены в % (по массе)), из которых в металлических пресс–формах получали брикеты при комнатной температуре при давлении 500 МПа и образцы металлических матриц диаметром 10 мм и толщиной 8 мм, а также тонкие фольги из них толщиной ~100 нм.

Для изготовления образцов использовали порошки железа ПЖ1М2 (ГОСТ 9849-74), меди ПМС-1 (ГОСТ 4960-75), никеля ПНЕ (ГОСТ 9722-79), олова ПО-1 (ГОСТ 9723-73) с размером зерен от 5 до 50 мкм и нитрида ванадия (CAS RN 24646-85-3) в состоянии поставки (ONYXMET, Poland) с размерами зерен от 0,1 до 0,7 мкм. Образцы спекали горячим прессованием в вакууме в графитовых формах при окончательных давлении 30 МПа и температуре 1000 °С в течение 12 мин. Горячему прессованию образцы подвергали прямым пропусканием переменного тока через графитовые пресс-формы. Нагревание до температуры изостатической выдержки осуществляли с постоянной скоростью 200 °С/мин.

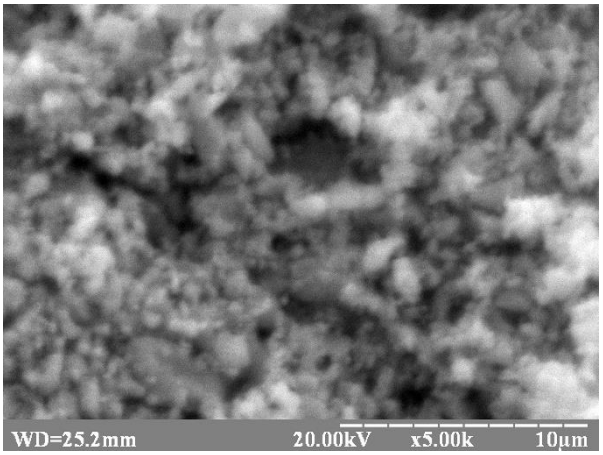
Морфологию и распределение кристаллитов по размерам в частицах порошка нитрида ванадия и исходных смесях изучали по снимках частиц с помощью растрового електронного микроскопа РЭМ–106И (Сумы, Украина) с потенциалом ускорения 30 кВ. Для анализа получали с каждого образца не менее двадцати изображений. Расчеты химического состава осуществляли по методике ZAF коррекции и программного пакета magelanes 3.1. Погрешности определения: для тяжелых элементов ~ 0,01 % мас. и легких ~ 1 % мас. Электронно-микроскопические исследования тонких фольг от спеченных образцов и соответствующие дифракционные картины проводили на трансмиссионном электронном микроскопе ТЭМ-125 (Сумы, Украина) с потенциалом ускорения 125 кВ при разрешении 0,18 нм. Оценку межплоскостных расстояний по микроэлектронограммам (МЭГ) проводили с использованием внутреннего эталона MgO. Количественный фазовый состав композита рассчитывали методом плотнопрофильного анализа с использованием пакета MAUD. Тонкие фольги от спеченных образцов для исследования микроструктуры получили методом электрополировки в растворе $HClO_4$+30%HNO_3+H_2O.

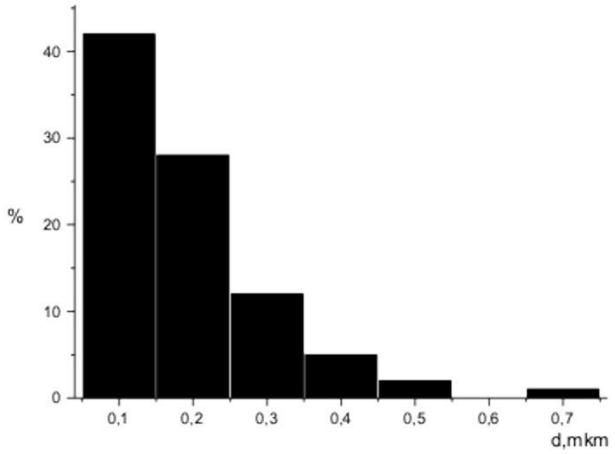
Рентгенограммы от образцов получали с помощью дифрактометра ДРОН 4.13С в излучении медного анода в геометрии Брэгга–Бретано в диапазоне углов $20° \le 2\theta \le 80°$. Рентгенофазный анализ осуществляли по стандартной методике с использованием программного пакета *X-powder* [14]. Дифракционный спектр образцов в виде набора уточненных значений межплоскостного расстояния d_i кристаллической решетки фазы и относительной интенсивности рефлексов этой фазы I_i идентифицировали, сравнивая с эталонным с помощью картотеки *ASTM–ICPDS* [15].

Механические испытания проводили на нанотвердомере *Nano Indenter* II фирмы «*MTS Systems Corporation*» (USA) индентором Берковича при нагрузке 5 мН (~ 0,5 Г). Скорость роста нагрузки была постоянной и равной 0,2 мН/с. Твердость и модуль упругости находили при анализа кривой розгрузки индентора по методу Оливера и Фара [16].

Результаты исследования и их обсуждение

Результаты исследования морфологии нанокристаллического порошка нитрида ванадия методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) и гистограмма распределения зерен по размерам представлены на рис. 1.





а *б*

Рис. 1. Морфология исходного нанокристаллического порошка VN (а) и гистограмма (б) распределение зерен по размерам

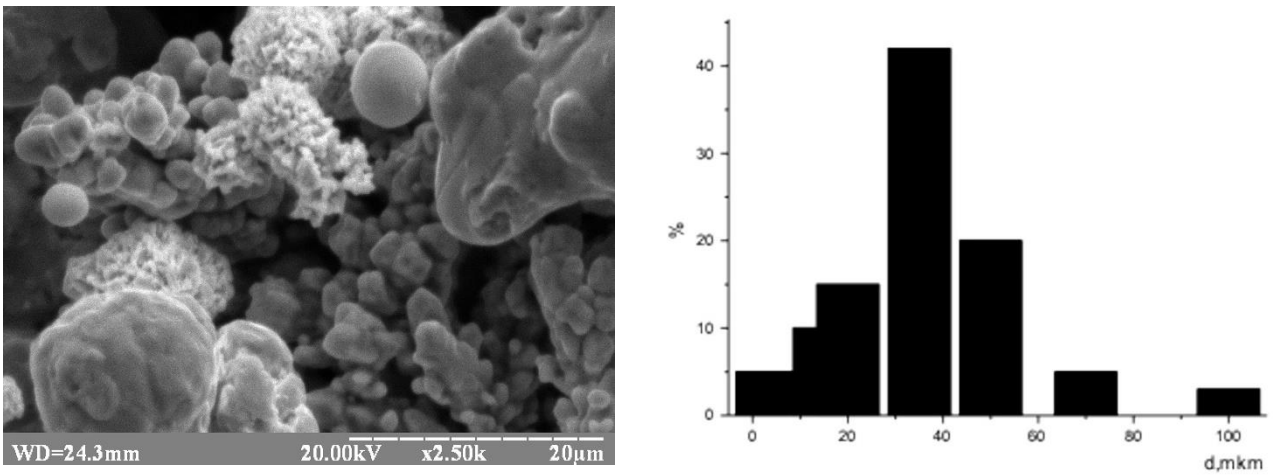
Видно (рис. 1, *а*), что сформировались агломераты первичных частиц двух порядков. Агломераты первого порядка – сферической формы, размером менее 0,1 мкм. Они формируют агломераты второго порядка неправильной многоугольной, со скошенными углами, и округлой форм. Основной размер агломератов второго порядка – 0,3 мкм, а еденичные достигают 1 мкм. Скорее всего, агломераты образуются за счет сил межмолекулярного взаимодействия. Размер кристаллитов в порошке нитрида ванадия колеблется в широком интервале от 0,1 до 0,7 мкм (рис. 1, *б*). Размер наиболее крупных (больше 0,3 мкм) достигает 0,7 мкм, хотя вклад их относительно невелик и не превышает 5%.

Таким образом, по данным электронной микроскопии частицы в исследуемом порошке характеризуются наноразмерами и межчастичной адгезией нанокристаллитов. В препарате еще содержаться более мелкие частицы (менее разрешающей способности прибора), о их наличие можно судить по наличии гало на рентгенограмме.

Компоненты в исходной смеси 51Fe–32Cu–9Ni–8Sn для спекания образца характеризуются относительно равномерным распределением, их размер колеблется в интервале 5–50 мкм (рис. 2, *а*). Частицы порошка железа, которые виды как более крупные темно-серые фазы на фоне более светлых мелких фаз, со средним размером 10–15 мкм имеют преимущественно округлую форму.

Наблюдаются также частицы железа более крупных размеров, которые образуются вследствие слипания более мелких частиц под влиянием сил сцепления. Частицы порошка меди с размерами 6–10 мкм имеют менее плотную и более тонкую пространственную дендроидную структуру, что обусловливает уменьшение относительной насыпной плотности и препятствует их плотной упаковке в насыпном состоянии. Частицы порошка никеля (светлые частицы с развитым рельефом поверхности) с размером 8–12 мкм имеют несглаженные ребра с плотной структурой, что обусловливает, как и в порошках железа, высокую плотность укладки в насыпном состоянии. Частицы порошка олова имеют

шарообразную форму, что способствует их плотной упаковке в насыпном состоянии. Наиболее вероятным размером зерен в рассматриваемой смеси является 10–50 мкм (рис. 2, *б*).



а *б*

Рис. 2. Морфология частиц железа, меди, никеля, олова и нитрида ванадия в смеси 51Fe–32Cu–9Ni–8Sn в исходном состоянии (а) и гистограмма (б) распределение зерен по размерам

Форма и размеры порошков железа, меди, никеля и олова в смеси 49,47Fe–31,04Cu–8,73Ni–7,76Sn–3VN по сравнению с отдельными частицами в смеси 51Fe–32–Cu–9Ni–8Sn практически не изменились. Но при этом характер распределения частиц по размерам несколько меняется.

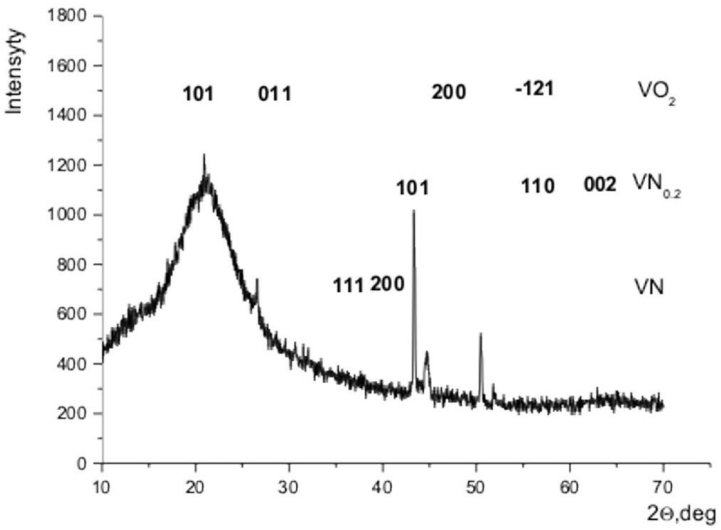


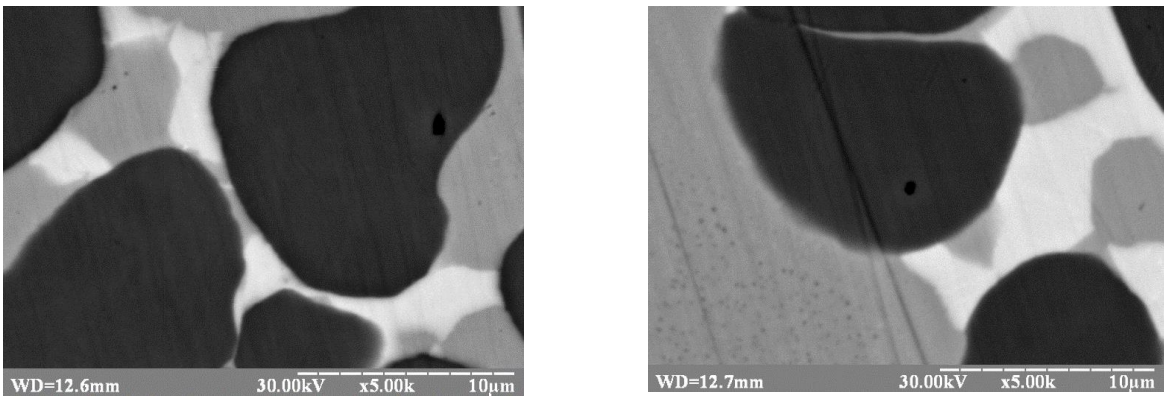
Рис. 3. Рентгенограмма из порошка VN в начальном состоянии

Дифрактометрические исследования показали, что нитрид ванадия (VN) в начальном состоянии имеет трехфазную структуру (рис. 3).

Так, на рентгенограмме из порошка VN (рис. 3) зарегистрированы интерференционные рефлексы от плоскостей (111) (200) для фаз VN (кубический) с периодом кристаллической решетки a = 0,4136 нм; (101), (110), (002) $VN_{0,2}$ и (101), (011), (200), (-121) VO_2 (гексагональный) с периодом кристаллической решетки a = 0,5743 нм, $в$ = 0,4517 нм, c = 0,5375 нм. Полученные результаты хорошо согласуются с литературными значениями картотеки ICPDS–ASTM [15].

Микрорентгеноспектральным анализом выявлено (рис. 4), что структура образца 1, полученного компактированием в стальной пресс-форме при комнатной температуре и

давлении 500 МПа смеси 51Fe-32-Cu-9Ni-8Sn с последующим ее спеканием в графитовой пресс-форме в вакууме при температуре 1000 °С и давлении 30 МПа в течение 12 мин, состоит из твердого раствора на основе железа (темные фазы), твердого раствора на основе меди, олова и железа (фазы серого цвета), а также вероятно фаз на основе меди и олова (светлые фазы).

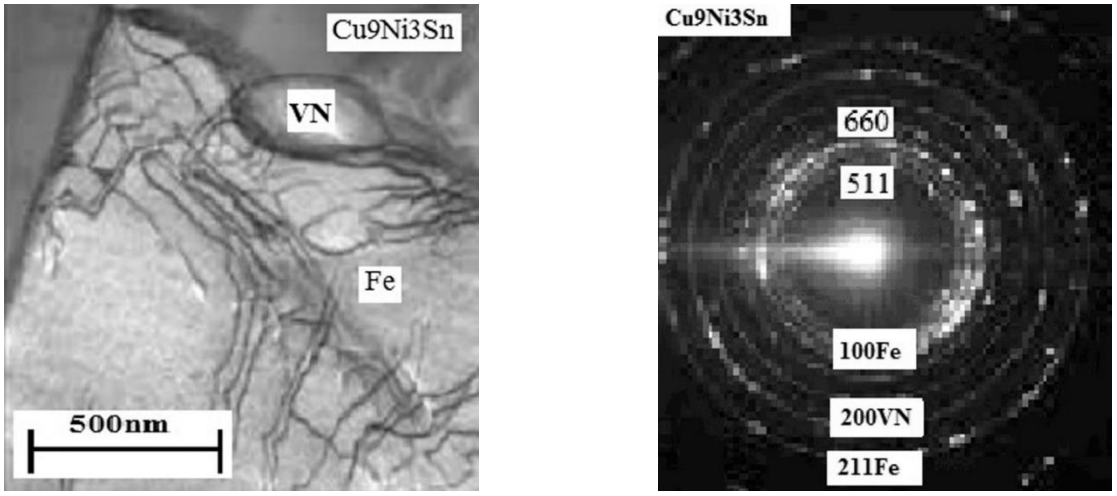


а *б*

Рис. 4. Микроструктура участков (а, б) металлической матрицы для образца 1

Образующиеся фазы имеют разнообразную конфигурацию, размер зерен составляет ~5–40 мкм (рис. 4, *а, б*), что приблизительно соответствует размеру исходных порошков. В некоторых случаях наблюдаются внутризеренные поры.

Структура образца 2, полученного горячим прессованием смеси 49,47Fe-31,04Cu–8,73Ni–7,76Sn–3VN в вакууме при температуре 1000 °С и давлении 30 МПа в течение 12 мин, представлена на рис. 5.



а *б*

Рис. 5. ПЭМ-изображения структуры (а) и соответствующая электронограмма (б) для образца состава 49,47Fe–31,04Cu–8,73Ni–7,76Sn–3VN

Можно видеть, что имеются существенные отличия от структуры сплава 51Fe–32–Cu–9Ni–8Sn, полученного по аналогичному режиму, что обусловлено влиянием нитрида ванадия.

В структуре сплава формируется мелкое зерно феррита (α-Fe) со значительным разбросом по размерам (от 20 до 400 нм) и интерметаллидные фазы Cu_9NiSn_3 (≤400 нм) (рис. 5, *а*). Форма ферритных зерен в основном сохраняется, однако происходит полигонизация и разбиение ферритных зерен на отдельные фрагменты за счет перемещения границ (рис. 5, *а*). Резкое уменьшение, по сравнению со сплавом без нитрида ванадия, размера зерен сплава с нитридом ванадия может улучшить свойства, что важно для разработки КАМ нового поколения. Размер частиц нитрида ванадия (VN) колеблется в интервале от 5 до 100 нм (рис. 5, *а*). Частицы VN размером 50 нм и более – это, по-видимому, первичные частицы порошка. Частицы размером до 10 нм – вторичные частицы VN, выделившиеся при распаде пересыщенного твердого раствора азота и ванадия в α-железе. На электронограммах образца наблюдаются кольцевые отражения от ОЦК решетки α-Fe (110), (211), (200), (310), фаз Cu_9NiSn_3 (511), (660), VN (220), (200) и VO_2 (120), (101), (110) (рис. 5, *б*).

Таким образом, процесс наноструктурирования в сплаве с нитридом ванадия является следствием превращений – «растворение–выделение» нитридов в металлической матрице и может быть представлен схемой: «исходная смесь порошков с нитридом ванадия в матрице сплава» → «пересыщенный азотом твердый раствор» → «наноструктура с первичными и вторичными нитридами и твердым раствором азота и ванадия в железе». Все это оказывает влияние на физико-механические свойства сплавов и, как следствие, композиционных алмазосодержащих материалов на их основе.

Результаты исследования нанотвердости (*H*), модуля упругости (*E*), упругой деформации разрушения (*H/E*) и сопротивления пластической деформации (H^3/E^2) для спеченных образцов приведены в таблице.

Механические характеристики полученных образцов

Образец	Состав	Размер зерен, нм	Твердость *H*, ГПа	Модуль упругости *E*, ГПа	*H/E*	H^3/E^2, МПа
1	Fe–Cu–Ni–Sn	5000–40000	2,68	199	0,013	0,49
2	Fe–Cu–Ni–Sn–VN	20–400	5,37	125	0,043	9,91

Из таблицы видно, что механические характеристики спеченных образцов значительно различаются. В образце 1 значения *H, E, H/E* и H^3/E^2, составляют 2,68 ГПа, 199 ГПа, 0,013 и 0,49 МПа соответственно. При введение 3% VN в состав шихты 51Fe-32-Cu-9Ni-8Sn твердость в образце 2 возростает от 2,68 до 5,37 ГПа, а модуль упругости уменьшается от 199 до 125 ГПа. При этом наблюдается резкое увеличение соотношений *H*/E и H^3/E^2 от 0,013 до 0,043 и от 0,49 до 9,91 ГПа соответственно. Причиной повышения *H, H/E*, H^3/E^2 при снижении *E* в образце 2 по сравнению с образцом 1 является уменьшение размера зерен и отсутствие остаточного (непревращенного) аустенита (ГЦК-фазы), твердость которого мала. Измельчение зерна в образце 2 происходит в результате распада пересыщенного твердого раствора азота и ванадия в α-железе и выделения первичных и вторичных фаз нитрида ванадия. Это в свою очередь может приводить к уменьшению

износа. Подобные данные твердости и отношения *H/E* при низком модуле упругости (~114 ГПа) получены и при исследовании многокомпонентных титановых сплавов, для которых характерна нанокристаллическая структура [17]

Из представленных данных видно, что механические свойства спеченных образцов определяются особенностями их структуры и составом. Спеченный образец 2 с размером зерен 20–400 нм имеет нанотвердость в 2 раза выше, а модуль упругости в 1, 6 раза ниже по сравнению с крупнозернистым образцом 1 (размер зерен ≈ 5000–40000 нм). В результате этого стойкость к упругой деформации разрушения (*H/E*) увеличивается примерно в 3,3 раз, а сопротивление пластической деформации (H^3/E^2) — в 20 раз. В ряде работ также наблюдали улучшение механических свойств различных материалов, в том числе нанокомпозитных. Например, в [18] было показано, что твердость композита системы Cu–Fe с наноразмерной структурой в 2–7 раз выше, чем твердость грубозернистых аналогов.

Выводы

Исследованы закономерности процессов структурообразования сплавов 51Fe–32–Cu–9Ni–8Sn и 49,47Fe–31,04Cu–8,73Ni–7,76Sn–3VN, полученных брикетированием в пресс–форме при давлении 500 МПа с последующим горячим прессованием в вакууме при температуре 1000 °С и давлении 30 МПа в течение 12 мин, и проанализирована связь механических свойств с характеристиками конечной структуры. Установлены преимущества сплава 49,47Fe–31,04Cu–8,73Ni–7,76Sn–3VN по сравнению со сплавом 51Fe–32–Cu–9Ni–8Sn.

1. Использование нанопорошка VN в количестве 3% (мас.) в составе шихты 51Fe–32–Cu–9Ni–8Sn с размером частиц 10–50 мкм позволяет сформировать микрогетерогенную нанокристаллическую структуру с размером зерна 20–400 нм с плотными межзеренными границами, на которых практически отсутствуют поры и дефекты. Структура сплава состоит из пересыщенного твердого раствора азота и ванадия в α–железе, интерметаллида Cu_9NiSn_3, первичных и вторичных дисперсних фаз нитрида ванадия.

2. Механизм измельчения структуры сплава 49,47Fe–31,04Cu–8,73Ni–7,76Sn–3VN по сравнению со сплавом 51Fe–32–Cu–9Ni–8Sn заключается в том, что нитрид ванадия растворяется в γ–Fe, а при охлаждении выделяется в виде самостоятельной дисперсной фазы с одновременным измельчением зерен.

3. Введение 3% (мас.) нанодисперсного порошка VN в состав шихты 51Fe–32–Cu–9Ni–8Sn (образец 2) позволяет повысить нанотвердость от 2,68 до 5,37 ГПа и снизить модуль упругости от 199 до 125 ГПа. В результате упругая деформация разрушения возрастает в 3,3 раз и сопротивление пластической деформации — в 20 раз.

4. Результаты наноструктурирования за счет фазовых превращений $\alpha \rightarrow \gamma \rightarrow \alpha$, представляет практический интерес, так как упрочняемые КАМ на основе рассмотренных матриц могут использоваться для изготовления различных инструментов для камнеобрабатывающей промышленности. Для развития этого направления целесообразно уточнить структуру образца 51Fe–32–Cu–9Ni–8Sn, уяснить механизм способствующий повышению физико–механических свойств композита с добавкой нитрида ванадия и провести трибологические исследования спеченных композитов.

Для одержання об'ємних нанокомпозитів 49,47Fe–31,04Cu-8,73Ni–7,76Sn–3VN використали метод пресування за кімнатної температури з наступним гарячим пресуванням в вакуумі.

Досліджено мікроструктуру спечених композитів методами рентгенівської дифракції і просвічувальної електронної мікроскопії. Показано, що в композиті 49,47Fe–31,04Cu–8,73Ni–7,76Sn-3VN відбувається розчинення нітриду ванадію в γ-залізі і утворення пересиченого твердого розчину нітрогену і ванадію в α-залізі, первинних і вторинних дисперсних фаз нітриду ванадію. В результаті відбулося значне здрібнення феритних зерен (від 5–50 мкм до 20–400 нм) та покращення механічних характеристик. Нанокомпозити вважаються перспективними матеріалами для створення нового класу алмазовмісних композитів.

Ключові слова: *залізо, мідь, нікель, олово, нітрид ванадію, матриця, гаряче пресування, температура, структура, твердий розчин.*

V. A. Mechnik, N. A. Bondarenko, S. N. Dub, V. M. Kolodnits'kyi, N. O. Kuzin

FEATURES OF INFLUENCE OF VN ADDITIVE ON THE STRUCTURE AND PROPERTIES OF Fe–Cu–Ni–Sn COMPOSITE PRODUCED BY HOT PRESSING

To obtain bulk of 51Fe–32–Cu–9Ni–8Sn and 49.47Fe–31.04Cu–8.73Ni–7.76Sn–3VN nanocomposites, a pressing method at room temperature and subsequent hot pressing in a vacuum was used. The microstructure of the sintered composites by X-ray diffraction and transmission electron microscopy was investigated. It is shown that in the 49.47Fe–31.04Cu–8.73Ni–7.76Sn–3VN composite there was a dissolution of vanadium nitride in γ-iron and formation of a supersaturated solid solution of nitrogen and vanadium in the α-iron. As a result, there was a substantial grinding of ferritic grains (from 5–50 μm to 20–400 nm) and improvement of mechanical characteristics occurred. Nanocomposites are considered as promising materials to create a new generation of diamond containing composites.

Keywords: *iron, copper, nickel, tin, vanadium nitride, matrix, hot pressing, temperature, structure, solid solution.*

Литература

1. Gusev A. I. Effects of the nanocrystalline state in solids // Phys. Usp. – 1998. –N 41. –P. 49–76.
2. Glester H. Nanostructured materials: basic concepts and microstructure // Acta Mater. – 2000. – N 48. – P. 1–29.
3. Mechnyk V. A. Diamond–Fe–Cu–Ni–Sn composite materials with predictable stable characteristics // Materials Science. – 2013. – N 48. – P. 591–600.
4. Interaction of diamond grains with nanosized alloying agents in metal–matrix composites as studied by Raman spectroscopy / D. A. Sidorenko, A. A. Zaitsev, A. N. Kirichenko, et al. // Diamond and Related Materials. – 2013. – 38. – P. 59–62.
5. Nitkiewicz Z., Swierzy M. Tin influence on diamond-metal matrix hot pressed tools for stone cutting. // J. Mater. Proc. Technol. – 2006. – 175. – P. 306–315.
6. Mechnik V. A. Production of Diamond−(Fe−Cu−Ni−Sn) Composites with High Wear Resistance // Powder Metall. Met. Ceram. – 2014. – 52. – P. 577–587.
7. Mechnik V. A. Effect of Hot Recompaction Parameters on the Structure and Properties of Diamond–(Fe–Cu–Ni–Sn–CrB2) Composites // Powder Metall. Met. Ceram. – 2014. – 52. – P. 709–721.
8. Diamond tools in metal bonds dispersion-strengthened with nanosized particles for cutting highly reinforced concrete / A. A. Zaitsev, D. A. Sidorenko, E. A. Levashov, et al. // Journal of Superhard Materials. – 2010. – 32. – P. 423–431.
9. Иванова В. С., Баланкин, А. С., Бунин И. Ж., Оксогоев А. А. Синергетика и фракталы в материаловедении. – М.: Наука, 1994. – 383 с.

10. Development of superior high strength low impact transition temperature steels microalloyed with vanadium and nitrogen / M. Eissa, K. El. Fawakhry, M. H. Ahmed et. al. // J. Mater. Sci. and Technol. – 1997. – 5. N 1. – P. 3–19.
11. Скобло Т. С., Сапожников В. С., Сидашенко В. И. Влияние неметаллических включений на эксплуатационную стойкость рельсов // Вісник ХНТУСГ ім. Василенка. – 2017. –Вип. 183. – С. 104–115.
12. Белый А. В., Карпенко Г. Д., Мышкин П. К. Структура и методы формирования износостойких поверхностных слоев. – М.: Машиностроение, – 1991. – 208 с.
13. Peculiarities of obtaining diamond-(Fe-Cu-Ni-Sn) hot pressing / E. Gevorkyan, V. Mechnik, N. Bondarenko, R. Vovk, S. Lytovchenko, V. Chishkala, O. Melnik // Functional Materials. – 2017.– 24, N 1. – P. 31–45.
14. Kraus W., Nolze G. Powder Cell–A program for the representation and manipulation of crystal structures and calculation of the resulting X-ray powder patterns // J. Appl. Cryst. – 1996. – N 29. – P. 301–303.
15. Selected powder diffraction data for education straining (Search manual and data cards). International Centre for diffraction data. USA, 1988. – 432 p.
16. Oliver W. C., Pharr G. M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus load and displacement sensing indentation experiments // J. Mater. Res. – 1992. – 7. – N 6. – P. 1564–1583.
17. Mechanical properties of multicomponent titanium alloy / S. A. Firstov, V. F. Gorban, N. A. Krapivka, et. al. // Strength of Materials. – 2010. – 42. – P. 622–630.
18. Zhiwei W. U., Zhang J., Chen Yi. and Liang M., Effect of rare earth addition on microstructural, mechanical and electrical characteristics of Cu–6% Fe microcomposites // J. Rare Earths. – 2009. – 27. – N 1 – P. 87–91.

Поступила 10.05.18

References

1. Gusev, A. I. (1998). Effects of the nanocrystalline state in solids. *Phys. Usp., 41*, 49–76.
2. Glester H. (2000). Nanostructured materials: basic concepts and microstructure. *Acta Mater. – 2000, 48,* 1–29.
3. Mechnyk, V.A. (2013). Diamond–Fe–Cu–Ni–Sn composite materials with predictable stable characteristics. *Materials Science, 48,* 591–600.
4. Sidorenko, D. A., Zaitsev, A. A., Kirichenko, A. N., et al. (2013). Interaction of diamond grains with nanosized alloying agents in metal–matrix composites as studied by Raman spectroscopy. *Diamond and Related Materials, 38,* 59–62.
5. Nitkiewicz, Z., & Swierzy, M. (2006). Tin influence on diamond-metal matrix hot pressed tools for stone cutting. *J. Mater. Proc. Technol., 175*, 306–315.
6. Mechnik, V. A. (2014). Production of Diamond−(Fe−Cu−Ni−Sn) Composites with High Wear Resistance. *Powder Metall. Met. Ceram., 52,* 577–587.
7. Mechnik, V. A. (2014). Effect of Hot Recompaction Parameters on the Structure and Properties of Diamond–(Fe–Cu–Ni–Sn–CrB_2) Composites. *Powder Metall. Met. Ceram., 52*, 709–721.

8. Zaitsev, A. A., Sidorenko, D. A., Levashov, E. A., et al. (2010). Diamond tools in metal bonds dispersion-strengthened with nanosized particles for cutting highly reinforced concrete. *Journal of Superhard Materials, 32,* 423–431.
9. Ivanova, V. C., Balakina, A. S., Bunin, I. Zh. (1994). *Sinergetika I fraktaly v materialovedenii [Synergetics and fractals in materials science]*. Moscow: Nauka [in Russian].
10. Eissa, M., Fawakhry, K. El, Ahmed, M. H. et. al. (1997). Development of superior high strength low impact transition temperature steels microalloyed with vanadium and nitrogen. *J. Mater. Sci. and Technol, Vol. 5, 1,* 3–19.
11. Skoblo, T. S., Sapozhnikov, V. S., & Sidashenko V. I. (2017). Vliianie nemetallicheskikh vkliuchenii na ekspluatatsionnuiu stoikost relsov [Effect of non-metallic inclusions on the operational stability of rails]. *Visnuk KhNTUSHg im. Vacilenka. – Herald KhNTUSHg im. Vacilenka, Vypysk, 183*, 104–115 [inRussian].
12. Belyi, A. V., Karpenko Hg. D., & Myshkyn P. K. (1984). *Struktura i metody formirovaniia iznosostoikikh poverkhnostnykh sloiv [Structure and methods of formation of wear-resistant surface layers]*. Moscow: Mashinostroenie [in Russian].
13. Gevorkyan, E., Mechnik, V., Bondarenko, N., et al. (2017). Peculiarities of obtaining diamond-(Fe-Cu-Ni-Sn) hot pressing. *Functional Materials. Vol. 24, 1*, 31–45.
14. Kraus, W., & Nolze, G. (1996). Powder Cell–A program for the representation and manipulation of crystal structures and calculation of the resulting X-ray powder patterns. *J. Appl. Cryst, 29,* 301–303.
15. *Selected powder diffraction data for education straining (Search manual and data cards).* (1988). USA: International Centre for diffraction data.
16. Oliver, W. C., & Pharr, G. M. (1992). An improved technique for determining hardness and elastic modulus load and displacement sensing indentation experiments. *J. Mater. Res., 7, 6,* 1564–1583.
17. Firstov, S. A., Gorban, V. F., Krapivka, N. A., et. al. (2010). Mechanical properties of multicomponent titanium alloy. *Strength of Materials, 42,* 622–630.
18. Zhiwei, W. U., Zhang ,J., Chen Yi., et al. (2009) Effect of rare earth addition on microstructural, mechanical and electrical characteristics of Cu–6% Fe microcomposites. *J. Rare Earths*, 27, *1*, 87–91.

УДК 546.26-419

О. В. Савицький, асп., **В. В. Лисаковський**, канд. техн. наук

Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, , вул. Автозаводська, 2, 04074, Київ, Україна, e-mail: savitskiy91@gmail.com

ЕЛЕКТРОПРОВІДНІСТЬ ГРАФІТОВИХ ДЕТАЛЕЙ РЕЗИСТИВНОГО НАГРІВАННЯ, ВИГОТОВЛЕНИХ ШЛЯХОМ ПРЕСУВАННЯ

Вивчення характеристик та дослідження умов виготовлення деталей із графітових матеріалів для струмопровідних деталей контейнерів високих тисків є актуальним завданням під час проведення технологічних процесів для контролювання заданих властивостей. Для визначення значень питомої електропровідності було застосовано метод вихрових струмів, який дає змогу отримувати значення питомої електропровідності матеріалів у локальній області отримуваних деталей. Також було досліджено характеристики графітових матеріалів та деталей, виготовлених шляхом одновісного пресування із цих матеріалів, та визначено особливості формування відповідних властивостей. Отримані результати дають змогу варіювати адитивність резистивної системи нагрівання реакційного об'єму контейнеру високого тиску. Цінність отриманих результатів полягає у можливості отриманні деталей із необхідними електропровідними властивостями для забезпечення резистивного нагрівання реакційного об'єму контейнерів високих тисків.

***Ключові слова**: електропровідність, графіт, резистивне нагрівання, контейнер високого тиску, апарат високого тиску.*

Графіт є однією із модифікацій вуглецю, стабільний за атмосферного тиску, не має фазових перетворень в широкому діапазоні температур і тому використовується як струмопровідний матеріал для резистивного нагрівання [1]. Виготовлення нагрівальних елементів з графіту передбачає їх формування різанням із спечених полікристалічних блоків або пресування заданої форми (зазвичай циліндричних деталей) із порошків. Останній метод є більш простим та економним, але для нього необхідно використання спеціальних марок графіту та контроль гранулометричного складу. Для цього найбільше підходять порошки природних графітів (цейлонський графіт, типу ГСМ-1, ГСМ-2), термічно розширений графіт (ТРГ) та вироби з них. Такі графіти мають відмінні між собою характеристики, що зумовлено їхньою внутрішньою структурою [2].

Суттєвим недоліком електропровідних деталей, отриманих шляхом пресування із графіту, є їхня неоднорідність в осьовому та радіальному напрямку, що є наслідком ефектів пресування, в результаті чого виникають градієнти температури, що істотно впливають на процес нагрівання необхідного експериментального об'єму. Дослідження електропровідних характеристик графітів марок ГСМ-1, ГМЗ та ТРГ було виконано з використанням вихрострумового методу вимірювання питомої електропровідності, реалізованого у багатофункціональному пристрої вимірювання геометричних параметрів "Константа К6" з перетворювачем ПФ-ИЭ-30-У1. Цей прилад призначений для вимірювання електропровідності вуглеграфітових матеріалів [3].

Зразки виготовляли у вигляді дисків діаметром 36 мм та товщиною 3 мм із марок графітів ГСМ-1, ГМЗ та ТРГ з розміром часток від 20 до 300мкм шляхом пресування деталей

за середнього тиску 0,15–0,2 ГПа. Вміст золи (аморфної фази вуглецю) відповідно до маркування для кожної з марок графіту згідно з технічним регламентом [4–6] подано у табл. 1.

Таблиця 1. **Граничний вміст золи у графітах**

Марка графіту	ГСМ-1	ГМЗ	ТРГ
Вміст золи, %	0,1	0,03	0,035–0,5

У виготовлених зразках із графітів марок ГСМ-1 та ГМЗ спостерігається параболічний розподіл електропровідності (рис. 1, 2), що зумовлено схемою навантаження зразків під час їх виготовлення ізостатичним пресуванням.

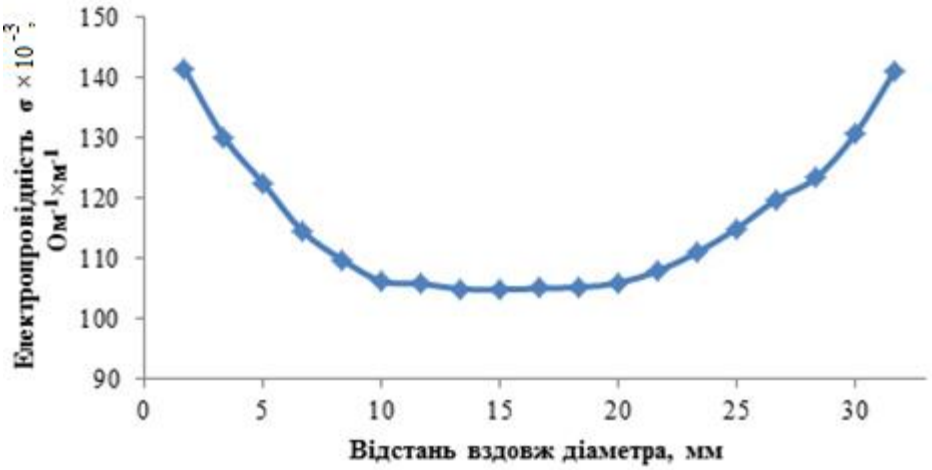


Рис. 1. Розподіл електропровідності графіту марки ГСМ-1 вздовж діаметральної лінії для диску діаметром 36 мм та висотою 3 мм

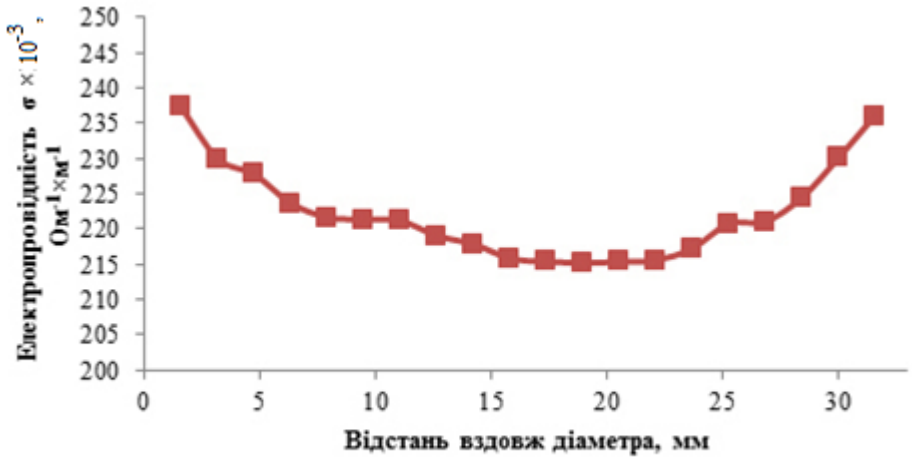


Рис. 2. Розподіл електропровідності графіту марки ГМЗ вздовж діаметральної лінії для диску діаметром 36 мм та висотою 3 мм

Зразок для дослідження електропровідності графіту марки ГМЗ було виготовлено із дрібнодисперсної фракції цього матеріалу із зернистістю -20 мкм, що зумовило зменшення коливання значення електропровідності вздовж діаметральної лінії. Малий коефіцієнт варіації електропровідності графіту ГМЗ, зумовлений великою дисперсністю фракцій, дає змогу щільніше компактувати матеріал, а також даний синтетичний графіт маєх малий вміст золи, що контролюється технічними умовами виготовлення.

Питома електропровідність графіту марки ТРГ залежно від розміщення точки вимірювання щодо центру змінюється в межах від $263{,}127\times10^3$ $Ом^{-1}м^{-1}$ до $287{,}217\times10^3$ $Ом^{-1}м^{-1}$. Найменші значення електропровідності є у центральній частині зразку (рис. 3). Середнє значення питомої електропровідності – $272{,}595\times10^3$ $Ом^{-1}м^{-1}$.

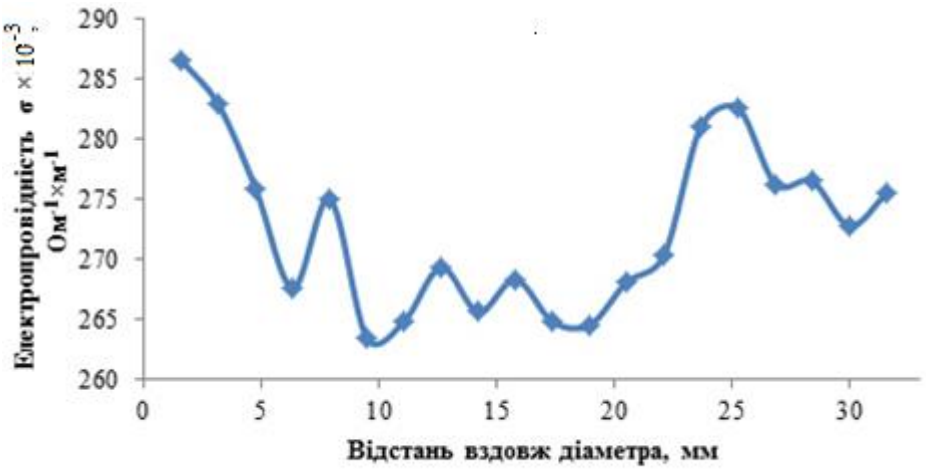


Рис. 3. Графік залежності електропровідності диску термічно розширеного графіту вздовж діаметральної лінії зразка для диску діаметром 36 мм та висотою 3 мм

Як видно із графіка, графіт марки ТРГ має рівномірно стабільний розподіл електропровідності та коефіцієнт варіації 2,5%. Причиною такого розподілу електропровідних характеристик графіту марки ТРГ є його внутрішня будова.

Середні значення визначеної питомої електропровідності досліджуваних графітів наведено у табл. 2.

Таблиця 2. **Значення питомої електропровідності графітів різних марок, визначених за допомогою вихрострумового методу**

Марка графіту	ГСМ-1	ГМЗ	ТРГ
Середнє значення питомої електропровідності, $Ом^{-1}м^{-1}$	$118{,}005\times10^3$	$222{,}375\times10^3$	$272{,}595\times10^3$

З огляду на середні значення питомої електропровідності у виготовлених зразках графітів (табл. 2), можна зробити висновок, що найбільш раціональним матеріалом для виготовлення трубчатих нагрівачів є графіт марки ГСМ-1.

Дослідження трубчатих нагрівачів для апаратів високого тиску, виготовлених із графіту марки ГСМ, показали, що деталі цього типу мають параболічний розподіл електропровідності за висотою (рис. 4) із коефіцієнтом варіації 17,3%; такий розподіл зумовлений особливістю виготовлення цього типу деталей. Зразки являють собою тонкостінний циліндр висотою 13,3 мм.

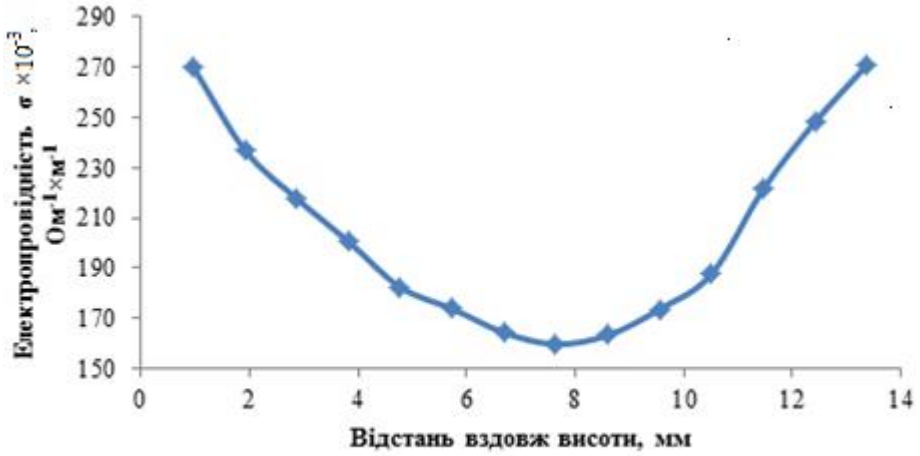


Рис. 4. Розподіл питомої електропровідності у трубчатомому нагрівачі за висотою із діаметром 42 мм та висотою 13,3 мм

Для уникнення подібного розподілу електропровідності для деталей із дисперсних графітів можна застосувати такий підхід: розділити загальну висоту трубчатого нагрівача на максимальні за висотою складові із найменшими відхиленнями електропровідності. Експериментально було визначено, що найменші флуктуації питомої електропровідності мають трубчаті нагрівачі з висотою:

$$h = 2 \times (D - d), \quad (1)$$

де h – висота в мм; D – зовнішній діаметр нагрівача в мм; d – внутрішній діаметр нагрівача в мм.

Отримувані таким способом кільця мають коефіцієнт варіації електропровідності 3,5%. Подальше використання цих кілець може мати два варіанти:

1. Додаткове пресування кілець у трубку, що матиме параболічний розподіл електропровідності із коефіцієнтом варіації до 4% (рис. 5).
2. Використання набірного бічного нагрівача, що за умови навантаження апарату високого тиску буде у подібному до першого варіанту стані, але масова частка матеріалу відрізнятиметься.

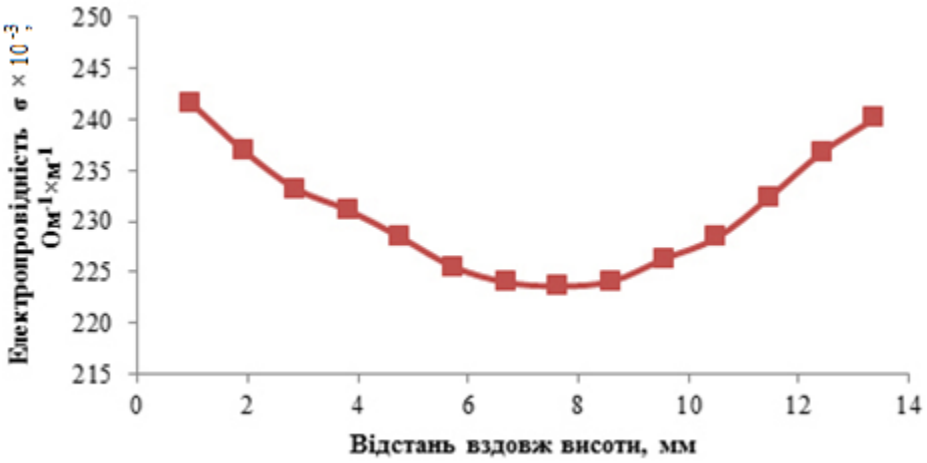


Рис. 5. Розподіл електропровідності у трубчатому нагрівачі, пресованому із кілець, виготовлених із графіту ГСМ-1 із діаметром 42 мм та висотою 13,3 мм

Використання обох варіантів дає змогу отримувати більш рівномірний розподіл температури у реакційному об'ємі контейнеру високого тиску порівняно з трубчатим нагрівачем великої висоти, що виготовляється шляхом ізостатичного пресування.

Висновки

Для виготовлення струмопровідних деталей, а також нагрівальних елементів контейнерів високого тиску необхідно використовувати дисперсно-композиційні суміші, до складу яких входять графіти різних марок та походження, що дає змогу забезпечувати різні значення електропровідності отримуваних деталей.

Розподіл електропровідності у деталях, виготовлених одновісним пресуванням, змінюється за висотою, що зумовлено розподілом та передачею зусилля на матеріал. Визначення умов виготовлення деталей ізостатичним пресуванням дає змогу забезпечувати розподілення питомої електропровідності із коефіцієнтом варіації від 4 до 17,3% в отриманих зразках.

Отримані результати можуть бути використані для створення необхідних умов нагрівання комірок високого тиску, а також варіювання резистивного нагрівання.

Изучение характеристик и исследования условий изготовления деталей из графитовых материалов для токопроводящих деталей контейнеров высоких давлений является актуальным вопросом при проведении технологических процессов для контроля заданных свойств. Для определения значений удельной электропроводности был применен метод вихревых токов, который позволяет получать значение удельной электропроводности материалов в локальной области получаемых деталей. Также были исследованы характеристики графитовых материалов и деталей, изготовленных путем одноосного прессования из этих материалов, и определены особенности формирования соответствующих свойств. Полученные результаты позволяют варьировать аддитивность свойств резистивной системы нагрева реакционного объема контейнера высокого давления. Ценность полученных результатов заключается в возможности получении деталей с необходимыми электропроводящими свойствами для обеспечения резистивного нагрева реакционного объема контейнеров высоких давлений.

***Ключевые слова**: электропроводность, графит, резистивный нагрев, контейнер высокого давления, аппарат высокого давления.*

O. V. Savitskyi, V. V. Lysakovskyi

ELECTRIC CONDUCTIVITY OF RESIST HEATHING DETAILS PRODUCED BY PRESSING

Studying characteristics and conditions of the production parts from graphite materials for conducting components of high pressure sells is an issue in the process. It is nessure to control the specified properties in technological processes. it have used the method of vortex currents to determine the values of specific conductivity. This method allows to get the values of the specific electrical conductivity of materials in the local area. The properties of graphite materials and details made from those material were also investigated. The simlpes were made due one-sided pressing. There ware determinaded features of the formation of the corresponding properties. The obtained results are allow to vary the additivity of the resistive heating system of the reaction volume of the high pressure sells. The possibility of production parts for high pressure sells with necessary electrical conductive properties has technical and scientific values. Becouse it is provide necessary resistive heating of the reaction volume of high pressure sells.

***Key words**: electrical conductivity, graphite, resistive heating, high pressure sell, high pressure apparatus.*

Література

1. Мармер Э. Н. Углеграфитовые материалы. М.: Металлургия, 1973. – 136 с.
2. Сайт виробника «Sealur» Белова М.Ю. Графит, ИГ и ТРГ (краткий обзор) [Електронний ресурс] – 2007. Режим доступу: http://www.sealur.ru/pdf/useful/reports/grafit.pdf.
3. Сайт виробника «Константа» [електронний ресурс]. – Режим доступу: http://constanta.ru/catalog/izmeriteli_elektroprovodnosti2/ konstanta_k6_izmerit_elektroprov/.
4. Графит. Типы, марки и общие технические требования: ГОСТ 17022-81. – 1981. – 15 с.
5. Изделия фасонные из графита различных марок: ТУ 48- 20-86-81. – 1981. – 100 с.
6. Графит особой чистоты в заготовках и деталях: ТУ 48- 20-90-82. – 1982 – 64 с.

Надійшла 28.05.18

Refrences

1. Marmer, E. N. (1973). *Uglegrafitovye materialy. [Carbon graphite materials]* Moscow: Metallurgiya [in Russian].
2. Sait proizvoditelia «Sealur» Belova M. Yu. (2007) Grafit, IG i TRG (kratkiy obzor)[Site of manufacturer «Sealur» Graphite, IG, TEG(short owerview)] *sealur.ru* Retrieved from http://www.sealur.ru/pdf/useful/reports/grafit.pdf [in Russian].
3. Sait proizvodidetlia «Constanta» [Site of manufacturer «Constanta»] *Constanta.ru* Retrieved from http://constanta.ru/catalog/izmeriteli_elektroprovodnosti2/konstanta_k6_ izmerit_elektroprov/ [in Russian].
4. Grafit. Tipy, marki i obschie tehnicheskie trebovaniya [State standard: Graphite, Types, grade and general technical requirements]. (1981*). HOST 17022-81* [in Russian].
5. Izdeliya fasonnyie iz grafita razlichnyih marok [Technical specification: Graphite products of different grade]. (1981). *TU 48- 20-86-81* [in Russian].
6. Grafit osoboi chistoty v zagotovkakh i detaliah [Technical specification: Extra pure graphite in workpieces and pruducts]. (1982). *TU 48- 20-90-82* [in Russian].

УДК 004.94:539.893:539.4

О. О. Лещук, д-р техн. наук, **О. В. Бовсунівський**, асп., **С. Б. Полотняк**, **В. В. Лисаківський**, кандидати технічних наук, **С. А. Івахненко**, член-кор. НАН України

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

МОДЕЛЮВАННЯ НАПРУЖЕНО-ДЕФОРМОВАНОГО СТАНУ КОНТЕЙНЕРА ПРИ СТИСКАННІ ПУАНСОНАМИ КУБІЧНОГО ПРЕСУ

Розроблено чисельну методику моделювання процесу стиснення піpофілітового куба між пуансонами кубічного пресу, досліджено його напружено-деформований стан та визначені особливості процесу деформування контейнерів.

Показано, що методика достатньо точно відображає процес стиснення піpофілітового куба під дією високого тиску, але в той же час потребує корегування для врахування особливостей деформування в області контакту на стику трьох пуансонів

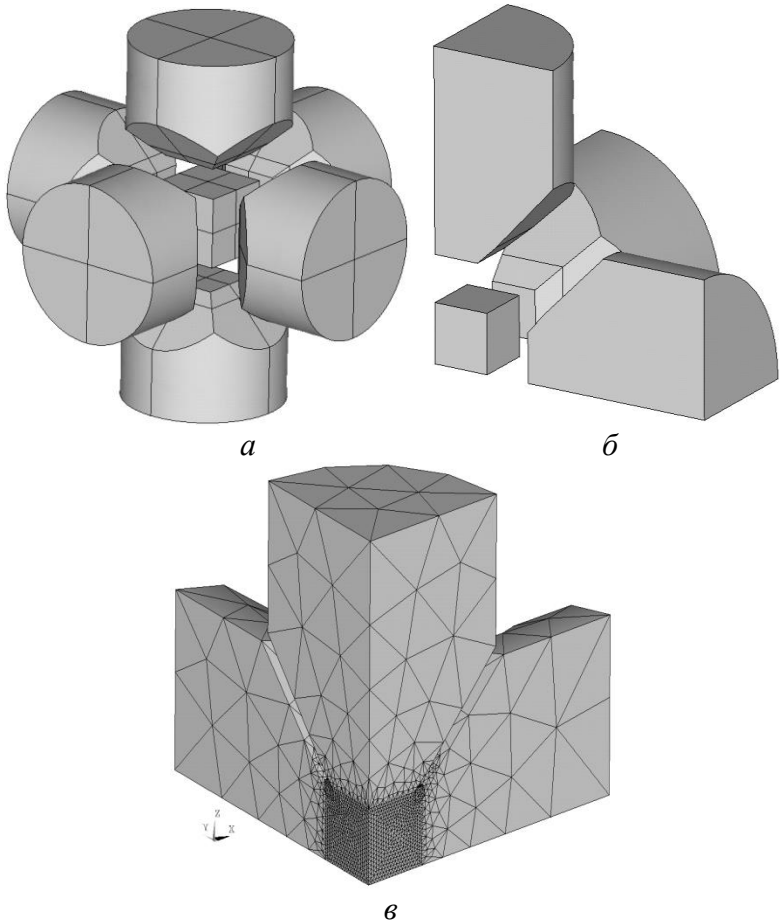
***Ключові слова**: піpофілітовий контейнер, метод скінченних елементів, процес деформування*

Для створення умов, які потрібні для вирощування структурно досконалих монокристалів алмазу, в даний час широко використовують шестипуансонні кубічні апарати високого тиску (АВТ) [1]. Ці АВТ здатні створювати в достатньо великих ростових об’ємах високий квазігідростатичний тиск 6–8 ГПа, температуру до 1800 ºС та спроможні підтримувати їх упродовж тривалого часу.

За останні роки зроблено ряд змін у конструкції пуансонів АВТ даного типу для підвищення ефективності генерування високого тиску [2, 3]. Було розроблено пуансони з подвійно скошеною робочою поверхнею у вигляді двоступеневих пірамідальних площадок, що дало можливість створювати в контейнері апарату з ребром куба до 90–100 мм квазігідростатичний тиск понад 6 ГПа [4].

В таких АВТ у якості матеріалу контейнера, що виконує роль середовища для передачі тиску, забезпечує герметизацію камери високого тиску та здійснює бічну підтримку робочої поверхні пуансонів, зазвичай використовують піpофіліт. Контейнер у формі куба формується з використанням зв’язуючих складових для забезпечення однорідності матеріалу.

Експериментальне дослідження [5] розподілу тиску в пірофілітовому контейнері кубічного АВТ показало, що при тиску всередині контейнера 5,5 ГПа градієнт тиску вздовж осі симетрії куба складає в середньому 50 МПа/мм. Тобто розподіл тиску не є однорідним, в процесі деформування в контейнері виникає складний напружено-деформований стан. Тому ключовим моментом для суттєвого покращення ефективності вирощування монокристалів алмазу є розуміння механізмів формування тиску в контейнері АВТ. Проведений аналіз наявних в літературі даних показав, що в зв'язку зі значною складністю та вартістю кількість таких досліджень обмежена, існує лише декілька робіт по скінчено-елементному моделюванню процесів формування поля тиску в пірофілітовому контейнері кубічного АВТ [6, 7].



а *б* *в*

Рис. 1. Шестипуансонний АВТ: а – загальний вигляд вузла високого тиску, що складається з контейнеру та шести стискаючих пуансонів; б – розрахункова схема; в – її скінчено-елементна дискретизація

Так як дані по розподілу тиску в середовищі, котре передає його, є дуже важливими, а вартість експериментальних досліджень дуже висока, то для визначення впливу геометричних параметрів пуансонів на розподіл тиску в контейнері найбільш доцільним є використання чисельних методів механіки твердого тіла.

Тому мета даної роботи полягає в розробці чисельної методики для моделювання з використанням методу скінченних елементів процесу стиснення пірофілітового куба між пуансонами шестипуансонного АВТ, дослідженні його напружено-деформованого стану та визначенні особливостей процесу деформування контейнерів.

Як об'єкт дослідження розглянуто конфігурацію комірки високого тиску шестипуансонного апарату з діаметром плунжера 560 мм, яка успішно використовується для забезпечення процесу вирощування монокристалів алмазу на затравці [8, 9] (рис. 1). Обрана геометрія робочої поверхні пуансонів має два скоси, пірамідальні натискувальні площадки:

перший з кутом α_1 = 41,5° та довжиною l_1=13,5 мм та наступним під кутом α_2 = 46°; горизонтальна площадка пуансона має розміри 44×44 мм^2.

В зв'язку з симетрією геометрії та умов навантаження як розрахункову схему обрано 1/8 вузла високого тиску. Очевидно, що таке спрощення не впливає на кінцевий результат.

При проведенні розрахунків застосовували розроблені в Інституті надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України алгоритми та програмне забезпечення для чисельного, з використанням методу скінченних елементів, розв'язку контактних термопружнопластичних задач при скінченних деформаціях [10–14]. Були прийняті вихідні положення: матеріал пуансонів деформується пружно, а пластичне деформування пірофілітового куба визначається моделлю лінійно-зміцненого тіла.

В роботі було використано наступні фізико-механічні властивості твердосплавних пуансонів (ВК-8): коефіцієнт Пуассона ν = 0,21; модуль Юнга E = 605 ГПа [4]. Властивості матеріалу пірофілітового куба розмірами 56 мм × 56 × 56 мм для початкових розрахунків були обрані із статті [7].

Як і в роботах [6, 7] процес навантаження пірофілітового куба при стисненні між пуансонами шестипуансонного АВТ був поділений на два етапи.

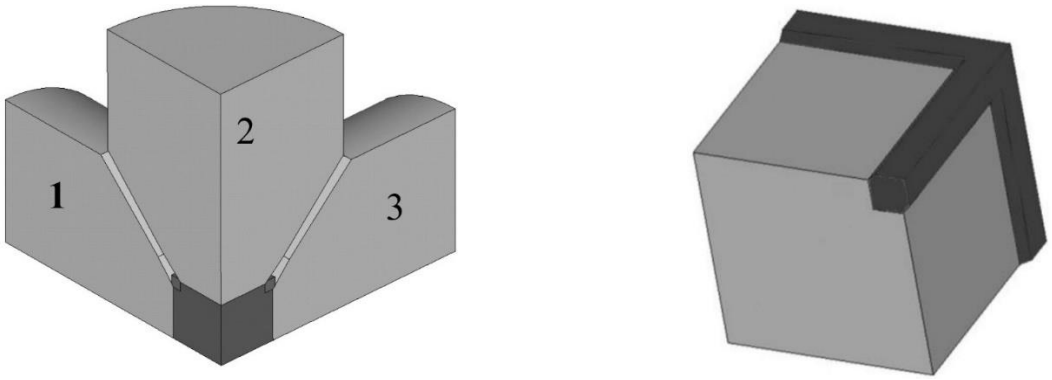
На першому етапі рухаються лише перші три пуансони (рис.2, *а*), три інших залишаються в зафіксованому стані. При початковому зміщенні, котре складало майже 28% від кінцевого, матеріал куба витікає в зазори між пуансонами і формуються прокладки стиснення довжиною близько 1,5 мм (рис. 2, *б*), величина тиску в пірофілітовому кубі дорівнює близько 0,2–0,3 ГПа, з рівномірним розподілом тиску по всьому його об'єму.

На другому етапі рухаються всіх шість пуансонів, довжина прокладок стиснення досягає кінцевих значень у 11–12 мм, камера високого тиску герметизується і йде утворення високого тиску у всьому об'ємі пірофілітового куба.

При моделюванні перший етап нами був заданий як початкова умова (рис. 2, *в*), тобто кінцева стадія його була прийнята як початкова точка для моделювання другого етапу процесу. Така процедура дозволяє уникнути розбіжності розв'зку задачі через високу спотвореність геометрії скінченних елементів і складний механізм пластичної течії матеріалу куба в кутах кубічних пуансонів.

Задавали наступні граничні умови: по зовнішній поверхні пуансонів (протилежній робочій поверхні) осьове переміщення складає 2,6 мм; по поверхням симетрії пуансонів, куба та прокладок стиснення виконуються умови симетрії; на плоскій поверхні контакту пуансон–пірофілітовий куб – умови контактної взаємодії з коефіцієнтом тертя 0,95 (практично умови абсолютного зчеплення), а на поверхнях контакту деформована прокладка стиснення–пуансон – умови контактної взаємодії з коефіцієнтом тертя 0,08.

При розрахунках враховували вплив тиску на пластичні і пружні властивості піроф іліту.



а *б*

Рис.2. Процес навантаження пірофілітового куба при стисненні між пуансонами шестипуансонного АВТ: а – рух пуансонів на першій стадії моделювання:; б – утворення прокладки стиснення на першій стадії моделювання

Як зазначено вище, попередні розрахунки напружено-деформованого стану пірофілітового куба в процесі стискання в шестипуансонному АВТ, були проведені з використанням механічних властивостей пірофіліту з роботи [6]. І при стисненні на 75% (1,9 мм) від запланованого рівня тиск в кубі досягав всього 0,3 ГПа (рис. 3).

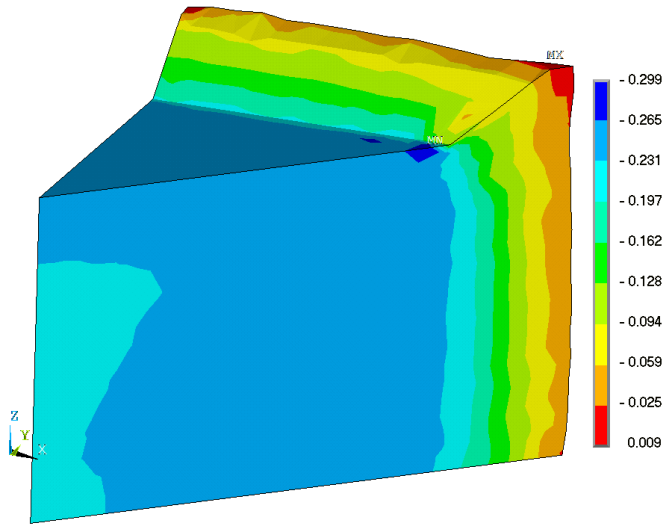


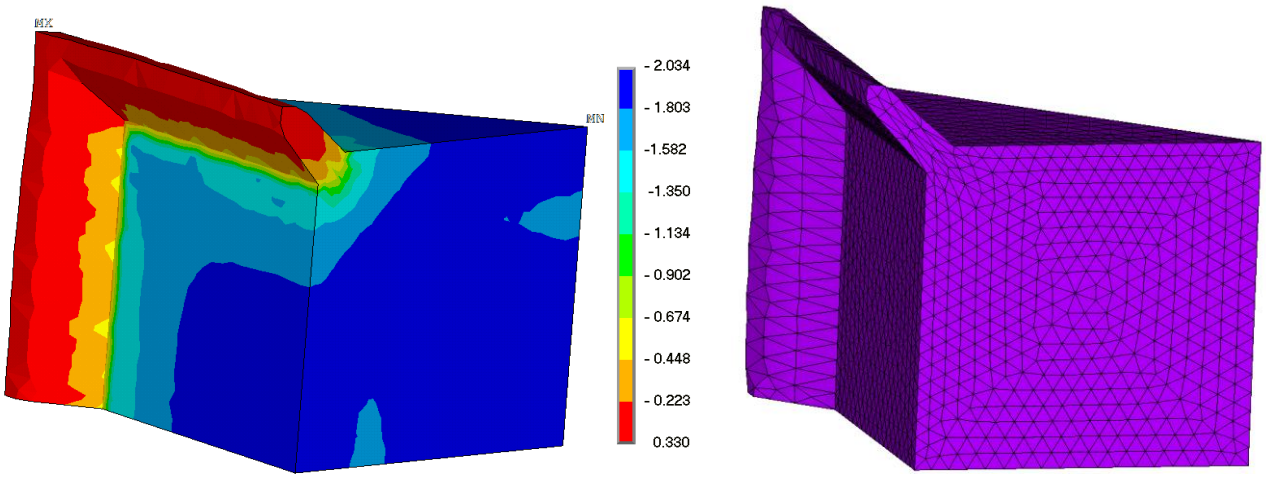
Рис. 3. Розподіл тиску (ГПа) в пірофілітовому кубі при стисненні на 1,9 мм з механічними властивостями пірофіліту з [6]

Тому було проведено корегування властивостей пірофілітового куба і в подальшому процесі моделювання ми використовували наступні параметри [15, 16]:

прокладка стиснення: E = 2,82 ГПа, ν = 0,12, межа плинності 110 МПа;

куб: E = 30 ГПа, ν = 0,12, межа плинності 560 МПа.

Одержаний напружено-деформований стан для куба при вище вказаних параметрах показано на рисунку 4, *а*. Як бачимо, при даних властивостях тиск в піpофілітовому кубі при стисненні на 68 % від запланованого (1,7 мм) досягає 2,03 ГПа, а довжина прокладки стиснення при даному тиску склала 2,7 мм. Порівнявши дані, отримані в нашій роботі, з результатами інших робіт [6, 7], можна зробити висновок, що вони збігаються.



а *б*

Рис. 4. Напружено-деформований стан для куба: розподіл тиску (ГПа) в піpофілітовому кубі при стисненні на 1,7 мм (а); сітка скінченних елементів після стиснення піpофілітового куба на 1,7 мм (б)

Розглянувши детально всі ділянки піpофілітового куба бачимо, що найбільш нестабільна зона в піpофілітовому кубі знаходиться в місці утворення прокладки стиснення на стику трьох пуансонів, так як дана зона є найбільш деформованою зоною у всьому кубі.

Частина моделі, котра характеризує прокладку стиснення, під час моделювання напружено-деформованого стану піpофілітового куба має найбільш деформовану сітку скінчених елементів та з кожним наступним кроком навантаження викривлення стає ще більшим (рис. 4, б), що призводить до суттєвого зменшення кроку навантаження, збільшення часу розрахунку та зменшує стабільність моделі.

Як видно з рис. 4, *а*, найбільший тиск створюється в центрі самого куба та на краях, де іде утворення прокладки стиснення. Це можна пояснити тим, що місце утворення прокладки стиснення є концентратором напружень. При подальшому збільшенні переміщення пуансонів тиск розподіляється таким чином, що в місці утворення прокладки стиснення тиск стає більшим ніж в центрі куба. Це підтверджується експериментальними даними.

Величина накопиченої пластичної деформації в матеріалі куба в середньому дорівнює 60–70%, в той же час в місці сходження трьох пуансонів спостерігається рівень пластичної деформації матеріалу понад 710 %. (рис. 5). Наявність сильно деформованої частини зразку вказує на необхідність корегування розрахункової моделі для урахування можливості руйнування окремих скінчених елементів в процесі деформування

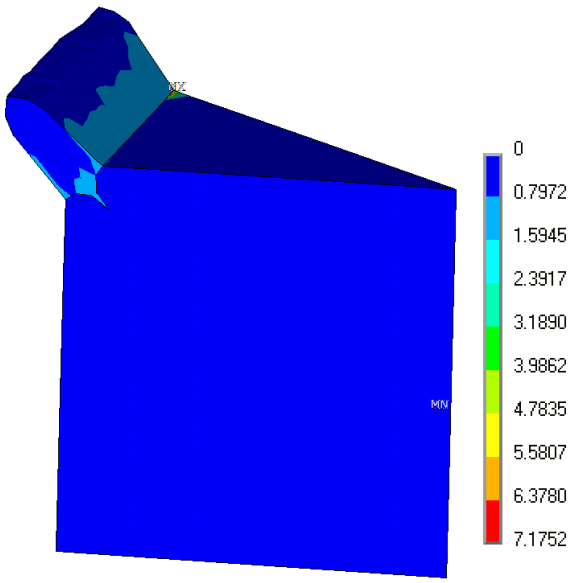


Рис.5. Розподіл накопиченої пластичної деформації в пірофілітовому кубі при тискові 2,03 ГПа

Результати моделювання показали, що використана методика достатньо точно відображає процес стиснення як пірофілітового куба, так і комірок, призначених для дослідження різних матеріалів під дією високих квазігідростатичних тисків в шестипуансонних АВТ. Наявність сильно деформованої частини зразку в області контакту з трьома пуансонами вказує на необхідність корегування розрахункової моделі для урахування можливості руйнування окремих скінчених елементів в процесі деформування.

Висновок

В даній роботі розроблено чисельну методику моделювання процесу стиснення пірофілітового куба між пуансонами шестипуансонного АВТ методом скінченних елементів, досліджено його напружено-деформований стан та визначено особливості процесу деформування з утворенням прокладок стиснення.

Разработана численная методика моделирования процесса сжатия пирофиллитового куба между пуансонами кубического пресса, исследовано его напряженно-деформированное состояние и определены особенности процесса деформирования контейнера.

Показано что методика достаточно точно описывает процесс сжатия пирофиллитового куба под действием высокого давления, но в то же время требует корректировки для учета особенностей деформирования в области контакта на стыке трех пуансонов

***Ключевые слова**: пирофиллитовый контейнер, метод конечных элементов, процесс деформирования*

O. O. Lyeshchuk, O. V. Bovsunivskiy, S. B. Polotnyak, V. V. Lysakovskii, S. A. Ivakhnenko

SIMULATION OF THE STRESS-STRAIN STATE OF THE CONTAINER AT COMPRESSION ON ANVILS OF A CUBIC PRESS

A numerical technique for simulation of the compression of a pyrophyllite cube on anvils of a cubic press has been developed, stress-strain state of a cube has been studied and the peculiarities of the process have been defined.

It is shown that the technique correctly describes the compression of the pyrophyllite cube under high pressure, but at the same time requires an adjustment to take into account the deformation singularities in the contact region at the junction of the three anvils

***Key words**: pyrophyllite container, finite element method, deformation process*

Литература

1. Chien-Min J. Sung. Optimised cell design for high-pressure synthesis of diamond // High Temperatures - High Pressures. – 2001. – 33. – P. 489–501.

2. Design and performance of tapered cubic anvil used for achieving higher pressure and larger sample cell. / Q. G. Han, W. K. Yang, P. W. Zhu, et al. // Rev Sci Instrum. – 2013. – 84. – P. 073902-1 - 073902-5.
3. Wang H. K., He D. W. A hybrid pressure cell of pyrophyllite and magnesium oxide to extend the pressure range for large volume cubic presses // High Press Res. – 2012. – 32. – P. 186–194.
4. FEM study on a double-beveled anvil and its application to synthetic diamonds / Q. G. X. Han, P. Jia, J. M. Qin, et al. // High Press Res. – 2009. – 29. – C. 449–456.
5. Quantitative measurements of pressure gradients for the pyrophyllite and magnesium oxide pressure-transmitting mediums to 8 GPa in a large-volume cubic cell / H. K. Wang, D. W. He, X. Z. Yan, et al. // High Press Res. – 2011. – 31. – C. 581–591.
6. Finite-element analysis on pressure transfer mechanism in large-volume cubic press / R. Li, B. Xu, Q. Zhang, et al. // High Press Res. – 2016. – 36. – P. 575–584.
7. Simulation of pressure distribution in a pyrophyllite high-pressure cell by finite-element analysis / R. Lia, H. A. Maa, Q. G. Hana, et al. // High Press Res. – 2007. –27. – C. 249–257.
8. Лысаковский В. В. Особенности выращивания монокристаллов алмаза в системе Fe–Co–Zr–C // Сверхтвердые материалы. – 2014. – № 5. – С. 11–16.
9. Дефектно-примесный состав монокристаллов алмаза, выращенных в системе Fe–Mg–Al–C / Т. В. Коваленко, С. А. Ивахненко, В. В. Лысаковский, и др. // Сверхтвердые материалы. – 2017. – № 2. – С. 14–19.
10. Полотняк С. Б. Методика чисельного моделювання процесів мартенситних фазових перетворень у малих обсягах матеріалів при деформуванні на алмазних ковадлах // Сверхтвердые материалы. – 2008. – № 2. – С. 13–28.
11. Lavrykov S. A. FEM Tools software system for finite element simulation of 3D mechanical and technology processes on PC. // Proc. 4-th Conf. Numeric. Methods in Mech. of Continua. – 1992. – 38. – P. 91–102.
12. Idesman A. V., Levitas V .I. Finite element procedure for solving contact thermoplastic problems at large strain, normal and high pressures. // Comp. Meth. Appl. Mech. Eng. – 1995. – 126. – P. 39–66.
13. Polotnyak S. B., Idesman A. V. Numerical modelling of the mechanical state of deformable gaskets in diamond anvil cell. // J. Mater. Process. Technol. – 1996. – 60. – P. 685–690.
14. Левитас В. И., Полотняк С. Б., Идесман А. В. Большие упруго-пластические деформации и напряженное состояние деформируемой прокладки аппарата высокого давления с алмазными наковальнями // Пробл. прочности. – 1996. – № 3. – С. 78–88.
15. Sherman W. F., Stadtmuller A. A. Experimental techniques in high pressure research. – London: John Wiley & Sons Ltd, 1987. – 471 c.
16. Edmont J. M., Paterson M. S. Strength of solid pressure media and implications for high pressure apparatus // Contributions to Mineralogy and Petrology. – 1971. – 30. – N 2. – P. 141–160.

Надійшла 26.07.18

References

1. Chien-Min J. Sung. (2001). Optimised cell design for high-pressure synthesis of diamond. *High Temperatures - High Pressures, 33,* 489–501.
2. Han Q. G., Yang W. K., Zhu P. W., et al. (2013). Design and performance of tapered cubic anvil used for achieving higher pressure and larger sample cell. *Rev. Sci. Instrum, 84,* 073902-1–073902-5.
3. Wang H. K., & He DW. (2012). A hybrid pressure cell of pyrophyllite and magnesium oxide to extend the pressure range for large volume cubic presses. *High Press Res, 32,* 186–194.
4. Han Q. G., Jia X. P., Qin J. M., et al. (2009). FEM study on a double-beveled anvil and its application to synthetic diamonds. *High Press Res, 29,* 449–456.
5. Wang H. K., He D. W., Yan X. Z., et al. (2011). Quantitative measurements of pressure gradients for the pyrophyllite and magnesium oxide pressure-transmitting mediums to 8 GPa in a large-volume cubic cell. *High Press Res, 31,* 581–591.
6. Li R., Xu B., Zhang Q., et al. (2016) Finite-element analysis on pressure transfer mechanism in large-volume cubic press. *High Press Res, 36,* 575–584.
7. Lia R., Maa H. A., Hana Q. G., et al. (2007). Simulation of pressure distribution in a pyrophyllite high-pressure cell by finite-element analysis. *High Press Res, 27,* 249–257.
8. Lysakovskii V. V. (2014). Osobennosti vyrashchivaniya monokristallov almaza v sisteme Fe–Co–Zr–C [Special features of growing diamond single crystals in the Fe–Co–Zr–C system]. *Sverkhtverdye Materialy - Journal of Superhard Materials, 5,* 11–16 [in Russian].
9. Kovalenko T. V.. Ivakhnenko S. A.. Lysakovskiy V. V., et al. (2017). Defektno-primesnyi sostav monokristallov almaza, vyrashchennykh v sisteme Fe–Mg–Al–C [Defect-and-impurity state of diamond single crystals grown in the Fe–Mg–Al–C system]. *Sverkhtverdye Materialy – Journal of Superhard Materials, 2,* 14–19 [in Russian].
10. Polotnyak S. B. (2008). Procedure of Numerical Simulation of Martensitic Phase Transformation Processes in Small Volumes of Materials when Deformed in Diamond Anvils. *Journal of Superhard Materials, Vol. 30,* 2, 82–93.
11. Lavrykov S. A. (1992). FEM Tools software system for finite element simulation of 3D mechanical and technology processes on PC. *Proc. 4-th Conf. Numeric. Methods in Mech. of Continua, 38,* 91–102.
12. Idesman A. V., Levitas V. I (1995). Finite element procedure for solving contact thermoplastic problems at large strain, normal and high pressures. *Comp. Meth. Appl. Mech. Eng.,* 126, 39–66.
13. Polotnyak S. B., Idesman A. V. (1996). Numerical modelling of the mechanical state of deformable gaskets in diamond anvil cell. *J. Mater. Process. Technol., 60,* 685–690.
14. Levitas V. I.. Polotnyak S. B.. Idesman A. V. (1996). Large elastoplastic strains and the stressed state of a deformable gasket in high pressure equipment with diamond anvils. *Strength of materials, Vol. 28, 3,* 221–227.
15. Sherman W. F., Stadtmuller A. A. (1987). *Experimental techniques in high pressure research*. London: John Wiley & Sons Ltd.
16. Edmont J. M., Paterson M. S. (1971). Strength of solid pressure media and implications for high pressure apparatus. *Contributions to Mineralogy and Petrology, Vol. 30,* 2, 141–160.

УДК 548.736

А. В. Бурченя; В. В. Лисаковський, канд. техн. наук; **С. О. Гордєєв, В. А. Каленчук**

Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України,
ул. Автозаводская 2, г. Киев, 04074

ФОРМУВАННЯ РОСТОВИХ УМОВ ДЛЯ ОДЕРЖАННЯ СТРУКТУРНО ДОСКОНАЛИХ МОНОКРИСТАЛІВ АЛМАЗУ МЕТОДОМ ТЕМПЕРАТУРНОГО ГРАДІЄНТУ ПРИ ВИСОКИХ ТИСКАХ

Для отримання структурно досконалих алмазів в залежності від складу ростової системи необхідно підтримувати тиск та температуру 5–8 ГПа та 1200–1700 °С відповідно. Оптимальні швидкості росту монокристалів досягають до 8–10 мг/год (тип Ib), 1–2,5 мг/год (тип IIa), 2–4 мг/год (тип IIb). В залежності від конструкції апарату високого тиску та властивостей матеріалів контейнеру визначено гранично допустимі значення температур, при яких можливе збереження стабільності умов вирощування.

Ключові слова: *температурний градієнт, алмаз, апарат високого тиску, розподіл температур, ростова система*

Термодинамічний розрахунок залежності температури рівноваги графіт – алмазу від тиску був вперше виконаний в 1939 р. О. І. Лейпуновським [1]. Лінія рівноваги графіт – алмаз в системі С‌І описується рівнянням:

$$P = 0{,}6865 + 0{,}01441T,$$

де P – тиск в ГПа, T – абсолютна температура в К.

Згідно з цією діаграмою алмаз є стабільною фазою в широкому інтервалі температур, але тільки при температурі 1100 ºС та вище кінетично вигідним є забудова граней алмазу [2]. Запропоновано багато теорій стосовно механізму росту алмазу, які, наприклад, розглядають процес кристалізації алмазу як каталітичний з використанням спеціальних речовин, чи карбідна теорія, згідно якої алмаз в системі з металами кристалізується через карбідну фазу [3]. На сьогоднішній день ці теорії не витримують критики і очевидно, що алмаз в області термодинамічної стабільності кристалізується шляхом розчин-розплавної кристалізації з розчиненням вуглецю в розплаві до значень насичення та його наступною перекристалізацією в алмаз, як це відбувається для всіх відомих кристалічних речовин, що отримуються таким методом [4]. Тому вибір ростових систем обумовлений граничними значеннями розчинності вуглецю в цих системах у рідкому стані; цей процес описується кривими ліквідусу в системах вуглецю з металами. Температурна залежність величини розчинності для різних металів та сплавів змінюється не однаково і тому, якщо керуватись діаграмними міркуваннями, нахил лінії плавлення обумовлює швидкість розчинення вуглецю у ростовій системі [5]. Нижнє граничне значення розчинності обумовлене кінетичними властивостями та складає 1100 ºС, а верхня границя значення залежить від величини тиску, що забезпечує збереження системи в області рівноваги. Типовими розчинниками, що використовуються для кристалізації алмазу є

Fe, Ni та Co і їхні сплави [6]. В сплав можна вводити різноманітні добавки (Al, Ti, Zr та ін.), які змінюють активність вуглецю відносно інших основних домішок, присутніх в розчин-розплавних системах (N, B), та обумовлюють варіювання дефектно-домішкового складу монокристалів та їхніх властивостей.

Для сучасних апаратів високого тиску (АВТ), що дозволяють працювати при довготривалих циклах (до сотень годин) вирощування верхня межа тиску складає ≈ 8 ГПа і відповідає температурі ≈ 1800 ºС. Зазвичай процес кристалізації при вирощуванні алмазу можна забезпечити при температурах, вищих від значень лінії рівноваги на 5–50 ºС. Більші відхилення від цих значень призводять до суттєвого пересичення ростової системи вуглецем. В результаті цього на поверхні розділу рідкої фази з графітом та оточуючими матеріалами ростової комірки спостерігається спонтанна кристалізація. Доказано, що енергія гомогенної кристалізації (всередині розчин-розплаву) менша, ніж енергія гетерогенної кристалізації приблизно в 10 разів [8]. Тому вирощуванні монокристалів алмазу невеликих розмірів (до 0,5-1 мм) використовують суміші частинок металу-розчинника з порошком графіту, на поверхні якого відбувається утворення алмазних частинок.

Для вирощування структурно досконалих монокристалів алмазу в області термодинамічної стабільності найбільш доцільно використовувати метод Стронга-Венторфа [9]. Цей метод передбачає проведення процесу вирощування монокристалів алмазу при температурі, що перевищує температуру рівноваги на декілька десятків градусів, та використання в процесі вирощування затравочних кристалів алмазу, орієнтованих до розчину гранями з індексом {100} чи {111} [10]. Також цей метод передбачає наявність градієнту температури між затравочними кристалами та джерелом вуглецю (зазвичай 4 – 10 ºС/мм), завдяки чому здійснюється перенос вуглецю у напрямку від більших до менших значень температури. Величини градієнтів температур визначають швидкість переносу вуглецю від джерела до затравочних кристалів та впливають на швидкість росту кристалів.

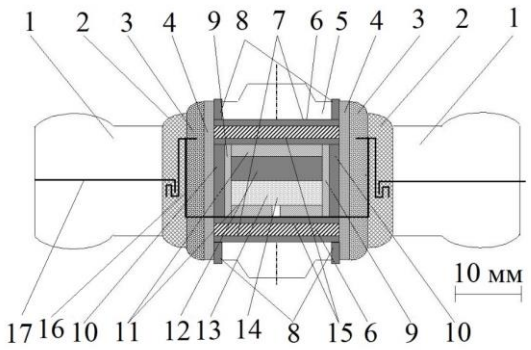


Рис. 1. Схема комірки апарату високого тиску типу «тороїд» для вирощування монокристалів алмазу методом температурного градієнту: 1 – тороїдальне кільце (літографський камінь); 2 – втулка (блочний літографський камінь); 3 – втулка (пірофіліт); 4 – втулка (CsCl); 5 – теплоізолятор (CsCl); 6 – композиційні нагрівальні елементи; 7 – графітовий диск; 8 – струнопідвід; 9 – втулка (CsCl); 10 – трубчатий графітовий нагрівач; 11 – диск (CsCl); 12 – джерело вуглецю; 13 – метал-розчинник; 14 – диск з системою затравочних кристалів; 15 – графітовий диск; 16 – теплоізолююча втулка (CsCl); 17 – термопара

Експериментально встановлено, що для різних типів алмазу значення швидкостей росту змінюються від 1 мг/год до 10 мг/год [11]; ця величина залежить від загальної маси кристалу. Тобто, чим більша маса кристалу, що вирощується – тим більша масова швидкість вирощування. Для кристалів типу Ib швидкості росту мають максимальні значення і змінюються в процесі росту від 4 до 8–10 мг/год; для кристалів типів IIa та IIb ці величини складають від 1 до 4 мг/год, відповідно.

Основними типами АВТ, які використовують для вирощування монокристалів алмазу в області термодинамічної стабільності, є БЕЛТ [10], БАРС [12], АВТ типу «тороїд» [13] та шестипуансонний АВТ кубічного типу [14]. У вітчизняній практиці вирощування монокристалів алмазу проводиться з використанням двох останніх типів АВТ. АВТ типу «тороїд» (рис. 1) – це оригінальна вітчизняна розробка, що дозволяє надійно створювати тиски до 8 ГПа і при цьому стабільно підтримувати ростові умови упродовж тривалого часу за умови прямого вимірювання температури в різних характеристичних точках ростової комірки. Недоліком цього АВТ є невеликий ростовий об'єм – до 3 см^3.

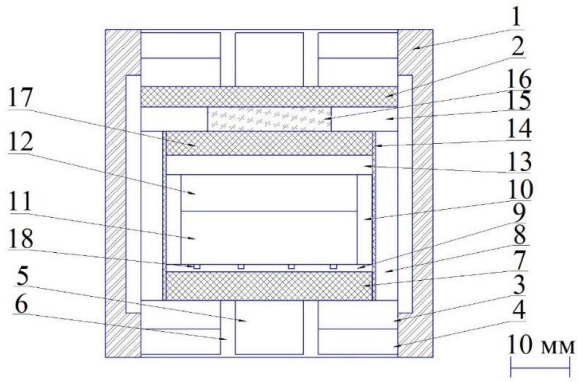


Рис. 2. Схема комірки шестипуансонного апарату високого тиску кубічного типу для вирощування монокристалів алмазу методом температурного градієнту: 1 – пірофілітовий контейнер; 2 – струмопідвідний графітовий диск; 3 – доломітове кільце; 4 – пірофілітове кільце; 5 – теплоізолятор (CsCl); 6 – зовнішній металевий струмопідвід; 7 – струмопідвідний графітовий диск; 8 – теплоізоляційна втулка (CsCl); 9 – електроізоляційний диск диск з системою затравочних кристалів (CsCl); 10 – втулка (CsCl); 11 – метал-розчинник; 12 – джерело вуглецю; 13 – електроізоляційний диск (CsCl); 14 – трубчатий графітовий нагрівач; 15 – електроізоляційний диск (CsCl); 16 –композиційний нагрівальний елемент; 17 – стумопровідний графітовий диск; 18 – затравка

У шестипуансонному АВТ кубічного типу (рис. 2) кубічний контейнер стискається пуансонами в трьох взаємо перпендикулярних напрямках назустріч один одному. Ростовий об'єм даного АВТ складає від 1,5 дм^3 до 4 дм^3, в залежності від діаметру плунжера (560 – 850 мм). Однак проблема контролю тиску та температури в апаратах такого типу до кінця не вирішена і на сьогоднішній день потребує детальної уваги при розробці нових методів вирощування.

Для функціонування АВТ типу «тороїд» та шестипуансонного АВТ кубічного типу використовують різні матеріали контейнера, що забезпечують умови квазігідростатичного стиснення. Це пірофіліт ($Al_2[Si_4O_{10}]$ $(OH)_2$), літографський камінь та доломіт ($CaMg(CO_3)_2$) [15, 16]. Використання цих матеріалів забезпечує необхідне ущільнення робочого об'єму апаратів з утворенням прокладок стиснення для роботи при тисках до 8 ГПа. Як основні теплоізолюючі

матеріали – середовища для комірки високого тиску використовують CsCl, NaCl, ZrO_2, періклаз [17]. Вони запобігають перегріванню деталей контейнеру в результаті створення високих температур при використанні електрорезистивного нагрівання. Перевищення температури понад 1100–1200 та 1500–1600 ºС для піроФіліту та літографського каменю і доломіту, відповідно, призводить до їхньої взаємодії та втрати властивостей як середовища, що передає та підтримує упродовж тривалого часу квазігідростатичні умови.

Висновки

Таким чином, для забезпечення вирощування структурно досконалих монокристалів алмазу в АВТ типу «тороїд» та шестипуансонному АВТ кубічного типу необхідним є виконання наступних умов.

1. В межах ростової комірки повинен створюватися тиск в діапазоні 5–8 ГПа.
2. Температури в області вирощування кристалів алмазу, в залежності від хімічного складу розчин-розплавної системи, що використовується, повинні перевищувати мінімально необхідні значення на 5–50 ºС вище рівновісних для перетворення графіт-алмаз;
3. В залежності від типу отримуваних кристалів, швидкості росту потрібно підтримувати на рівні 8–10 мг/год (для типу Ib), 1–2,5 мг/год (для типу IIa), 2 – 4 мг/год (для типу IIb);
4. Максимальні робочі температури для матеріалів контейнеру не повинні перевищувати 1100–1200 ºС для піроФіліту та літографського каменю і 1500–1600 ºС для доломіту.

Для получения структурно совершенных алмазов в зависимости от состава ростовой системы необходимо поддерживать давление и температуру 5–8 ГПа и 1200–1700 °С, соответственно. Оптимальные скорости роста монокристаллов достигают до 8–10 мг/ч (тип Ib), 1–2,5 мг/ч (тип IIa), 2–4 мг/ч (тип IIb). В зависимости от конструкции аппарата высокого давления и свойств контейнера определены предельно допустимые значения температур, при которых возможно сохранение стабильности условий выращивания.

Ключевые слова: *температурный градиент, алмаз, аппарат высокого давления, распределение температур, ростовая система*

A. V. Burchenia, V. V. Lisakovskyi, S. O. Gordeev, V. A. Kalenchuk

FORMATION OF GROWTH CONDITIONS FOR THE RECEIPT OF STRUCTURALLY PERFECT DIAMONDS UNDER HIGH PRESSURE WITH TEMPERATURE GRADIENT METHOD USING

In depending on the composition of the growth system, structurally perfect diamonds obtaining in pressure and temperature region 5 to 8 GPa and 1200 to 1700 °C, respectively. Single crystals growth rates reach up to 8–10 mg/h (type Ib), 1–2,5 mg/h (type IIa), 2–4 mg/h (type IIb). The maximum permissible values of temperatures at which persist stable conditions of cultivation in design depending of the apparatus of high pressure and container materials properties is determined,.

Key words: *temperature gradient, diamond, high pressure apparatus, temperature distribution, growth system*

Література

1. Лейпунский О. И. Об искуственных алмазах // Успехи химии. – 1939. – 8. – № 10. – С. 1520–1534;

2. Bandy F. P. Direct Conversion of Graphite to Diamond in Static Pressure Apparatus // J. Chem. Phys. – 1961. – 35, N 2. – P. 383–391;
3. Третьяков Ю. Д. Твердофазные рекции: учеб. пос. – М.: Химия, 1978. – 245 с.
4. Эмануэль Н. М., Кнорре Д. Г. Курс химической кинетики: учеб. пос. – М.: Высшая школа, 1974. – 380 с.
5. Физические свойства алмаза: учеб. пос. / Н. В. Новиков, Ю. А. Кочержинский, Л. А. Шульман, и др. – К.: Наукова Думка, 1987. – 187 с.;
6. Современная кристаллография: в 4 т. Т. 3 / А. А. Чернов, Е. И. Геваргизов, Ч. С. Багдасаров и др. – М.: Наука, 1980. – 408 с.
7. Crystal Growth of Diamond / Y. N. Palyanov, I. N. Kupriyanov, A. F. Khokhryakov et al. // Handbook of Crystal Growth; ed. by P. Rudolph. – Elsevier, 2015. – Ch. 17. – P. 671–713.
8. Strong H. M., Wentorf R. H. The growth of large diamond crystals // J. Naturwisenschaften. – 1972. – N 1. – P. 1–7.
9. Шеманин В. И. Гониометрическое изучение кристаллов синтетического алмаза // Геология и геофизика. – 1966. – № 11. – С. 116–118.
10. Синтетические сверхтвердые материалы: в 3 т. Т. 1. Синтез сверхтвердых материалов / под ред. Н. В. Новикова. – К.: Наукова думка, 1986. – 280 с.
11. Пат. 4034066 США, МКИ С 01 В 31/06. Способ качественного контроля выращивания алмаза на алмазной затравке и реакционный сосуд высокого давления для осуществления этого способа / Х. Стронг, Р. Тафт. – Опубл. 05.07.77.
12. Пат. 2252066 РФ, МКИ С01 В 31/06. Способы получения цветных алмазов в условиях высоких давлений и температур / Э. Т. Ричард, Б.С. Шанкарапа. – Опубл. 25.08.99.
13. Выращивание крупных кристаллов алмаза на беспресовых аппаратах типа «разрезная сфера» / Ю. Н. Пальянов, И. Ю. Малиновский, Ю. М. Борздов, и др. // Докл. АН СССР. – 1990. – Т. 315, № 5. – С. 1221-1224.
14. Лысаковский В. В. Проблемы выращивания монокристаллов алмаза на затравках с использованием шестипуансонных аппаратов высокого давления большого обьема // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения. – 2015. – Вып. 17. – С. 191–203.
15. Пат. 2941248 США МКИ С 01 И31/06. Аппарат высокого давления и температуры / Ч. Холл. – Опубл. 02.07.60.
16. А. с. 35586 СССР МКИ С 01 В 31/06. Устройство для создания высокого давления и температуры / Л. Ф. Верещагин, В. Н. Бакуль, А. А. Семерчан и др. – Опубл. 05.06.87.
17. Тонков Е. Ю. Фазовые диаграммы соидинений при высоком давлении (соединения Li, Na, K, Rb, Cs, Be, Mg, Ca, Sr, Ba). – М.: Наука, 1983. – 280 с.

Надійшла 26.07.18

References

1. Leipunskiy, O. I. (1939). Ob iskustvennikh almazah [About syntetic diamonds]. *Uspekhi khimii, Vol. 8, 4,* 1520–1534 [in Russian].
2. Bandy, F. P. (1961). Direct Conversion of Graphite to Diamond in Static Pressure Apparatus. *J. Chem. Phys., Vol. 35, 2*, 383–391.

3. Tretyakov, Y. D. (1978). *Tverdofazhie reaktsiyi. [Solid-phase reactions]*– M.: Khimiya [in Russian].
4. Emanuel, N. M. & Knorre, D. G. (1974). *Kurs Khimicheskoi kinetiki [Course of chemical kinetics]*. Moscow: Visshaya shkola [in Russian].
5. Novikov, N. V., Kocherzhinskii, Y. A., Shulman, L. A. et al. (1987) *Phizicheskie svoistva almaza [Physical properties of diamond]*. Kyiv: Naukova Dumka [in Russian].
6. Chernov, A. A., Gevargizov, E. I., Bagdasov, Ch. S., et al. (1980). *Sovremennaya kristallografiya [Modern crystallography]* (Vols. 1–4). Moscow: Nauka [in Russian].
7. Palyanov, Y. N., Kupriyanov, I. N., Khokhryakov, A. F., et al. (2015) Crystal Growth of Diamond. *Handbook of Crystal Growth, 17,* 671–713.
8. Strong, H. M., & Wentorf, R. H. (1972). The growth of large diamond crystals. *J. Naturwisenschaften, 1,* 1–7.
9. Shemanin, V. I. (1966). Goniometricheskoe izuchenie kristallov sinteticheskogo almaza [Goniometric study of synthetic diamond crystals]. *Geologiaya i geofizika, 11,* 116–118 [in Russian].
10. Novikov, N. V. (1986). *Sintetichiskie sverkhtverdie materiali [Syntetic super hard materials]*. Novikov, N. V. (Ed.) (Vols. 1–3). Kyiv: Naukova Dumka [in Russian]
11. Strong, G., & Taft, R. (1977). Patent of USA 4034066.
12. Richards, E. T., & Shankarapa B. S. (1999). Patent of RF.
13. Palyanov, Yu. Ya., Malinovskii, I. Yu., Bordzov, Yu. M., et al. (1990). Virashchivanie kruphikh kristallov almaza na bespressovih apparatakh tipa «rozreznaya sfera» [Growing of large diamond crystals on non-stop devices such as «cutting sphere»]. *Doklad AN SSSR, 315, 5,* 1221–1224.
14. Lisakovskii, V. V. (2015). Problemi virashchivaniya monokristallov almaza na zatravkakh s ispolzovaniem shestipuansonnskh apparatov visokogo davleniya bolshogo obiema [The problems of growing single diamond crystals on seeds with use six-punch high-pressure apparatus with large volume]. *Porodorazrushayushchii I metalloobrabativayushchii instrument – tekhnika I tekhnologiya ego izgotovleniya i primineniya – Rock Destruction and Metal-Working Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications, Vol. 17,* 191–203.
15. Holl, Ch. (1960). Patent of USA 2941248.
16. Vereshchagin, L. F., Bakul, V. N., Semerchan, A. A. et al. (1987) Patent of USSR 35586.
17. Tonkov, E. Yu. (1983). *Fazovie diagrammi soidinenii pri visokom davlenii (soidineniya Li, Na, K, Rb, Cs, Be, Mg, Ca, Sr, Ba) [The phase diagrams of compounds at high pressure (compounds Li, Na, K, Rb, Cs, Be, Mg, Ca, Sr, Ba)]*. Moscow: Nauka [in Russian].

УДК 671.152

А. В. Ножкина, д-р техн. наук[1,2], **В. И. Костиков**, член-корр. РАН[2], **В. Г. Ральченко,** канд. физ-мат. наук[3], **Н. Н. Стопарева**[4], **А. Ю. Разбегаев**[2], **Э. Р. Катаева**[2], **Е. А. Заведеев**[3]

[1]ВНИИАЛМАЗ, Москва, ул. Гиряровского, 62, e-mail: nojkina@inbox.ru
[2]Национальный исследовательский университет «МИСиС», Москва, Ленинский пр. д.4
[3]ФГБУН «Институт общей физики им. А. М. Прохорова РАН», 119991, Москва, ул. Вавилова, 3, e-mail: ralchenko@nsc.gpi.ru
[4]ГНИИ конструкционных материалов на основе графита «НИИграфит» (АО «НИИграфит»), Электродная ул., 2, Москва, Россия, 111524

МЕХАНИЧЕСКАЯ ОБРАБОТКА АЛМАЗНЫХ МОНОКРИСТАЛЛОВ АЛМАЗНЫМИ МИКРОПОРОШКАМИ С ПОКРЫТИЕМ

Проведено исследование свойств и работоспособности микропорошков синтетических алмазов марки АСМ 10/7 КМ с химически активным по отношению к углероду покрытием на основе сплавов кремния по сравнению с микропорошков АСМ 10/7 без покрытия.

Экспериментально установлено, что покрытие увеличивает абразивную способность алмазного порошка на 15–22%. Показано также, что применение покрытий на алмазных порошках увеличивает их термостойкость вследствие уменьшения напряжений в кристаллах, а также залечивания трещин и других дефектов в зернах алмазных порошков. Экспериментально установлено, что микропорошок с покрытием имеет вдвое больший коэффициент съёма алмаза по сравнению с микропорошком без покрытия за счет эффекта влияния использования физико-химической среды на скорость обработки кристалла.

***Ключевые слова**: алмазный монокристалл, алмазный микропорошок, покрытие, механическая обработка*

Анализ теоретических расчетов и полученных нами экспериментальных данных по влиянию металлов на процессы упрочнения или химического разрушения алмаза позволил нам предложить способ управления производительностью обработки алмазов в бриллианты. Способ основанн на применении для этой цели нового абразивного материала – алмазных микропорошков с покрытием, которое упрочняет зерно алмазного микропорошка, защищает его от графитизации и окисления и содержит на своей поверхности элементы, способствующие быстрому истиранию обрабатываемого алмаза, вследствие каталитической графитизации его поверхности [1]. Идея – объединение упрочняющего и ингибирующего действия покрытия на зерно алмазного абразива, и наличие в этом же составе покрытия катализатора окисления обрабатываемого монокристаллы алмаза – не имеет аналогов в мировой практике.

Следует отметить, что крупнейшие фирмы мира, производящие алмазные абразивы для ведущих областей промышленности, развивали исследовательские работы по улучшению качества, дифференцированному применению и созданию специальных марок алмазных порошков для инструментов, предназначенных для металлообработки, камнеобработки. Однако качество алмазных абразивов для применения их при обработке монокристаллов алмазов не претерпело сколько-нибудь значительных изменений, вследствие чего производительность их оставалась на уровне XX века.

Теоретический анализ показал, что нанесение на алмазы металлических покрытий позволяет упрочнить зерно алмазного абразива, повысить его работоспособность, увеличить тем самым срок действия алмазного инструмента [1]. В настоящее время во всем мире значительная часть алмазных шлифпорошков применяют с покрытиями, состоящими из сплавов металлов, окислов, карбидов, нитридов и т.д.

Известно, что прочность реальных твердых тел определяется не только их физико-химической природой, а существенным образом зависит от дефектности структуры. В структуре, например, зерна алмазного абразива всегда имеются различного вида дефекты, такие как микро и макротрещины, различного происхождения полости и включения, границы зерен и блоков структуры, скопления дислокаций и т.д.

В процессе работы таким зерном оно деформируется, в окрестности дефектов создается высокая концентрация напряжений, что приводит к образованию зародышевых и росту уже имеющихся трещин, т.е. к локальному или полному разрушению зерна. Как показывает опыт, такое явление особенно характерно для случая хрупкого разрушения деформируемых твердых тел. Поэтому необходимо разработать способы повышения прочности хрупкого алмазного зерна. Наиболее оптимальным решением является нанесение покрытий на алмазные микропорошки с целью увеличения их работоспособности при обработке алмазов.

Теоретический анализ процессов обработки алмаза алмазными микропорошками с покрытием показал, что покрытие на микропорошках алмаза должно отвечать следующим требованиям.

1 Ускорить процесс графитизации поверхности обрабатываемого алмаза.

2 Уменьшить работу разрушения монокристалла алмаза.

3 Увеличить прочность микропорошков.

4 Защитить микропорошок от графитизации.

Работа разрушения алмаза зависит от величины свободной поверхностной энергии алмаза. В соответствии с теорией разрушения хрупких тел зависимость величины критического напряжения определяется формулой Гриффитса [6]

$$\sigma_{кр} = \sqrt{\frac{2E\gamma_{эф}}{\pi l_{кр}}}, \qquad (1)$$

где σ – свободная поверхностная энергии твердого тела, *кгс/см*; *l* – полудлина трещины, см; *E* – модуль Юнга, кгс/см^2.

Было установлено, что расхождение между теоретической и действительной прочностью вещества обусловливается, прежде всего, состоянием их поверхности. Значительное влияние на прочность оказывают микроскопические поверхностные или внутренние трещины. Упругое напряжение концентрируется на краях таких трещин, где и начинается разрыв при сравнительно малой величине растягивающего усилия. Минимальное значение напряжения *F,* при котором хрупкий образец начинает разрушаться, определяется по формуле Гриффитса (1).

Выполненные нами исследования смачиваемости алмаза химически активными по отношению к углероду металлами показали, что свободная поверхностная энергия алмаза

уменьшается в контакте с ними, жидкие переходные металлы и кремний снижают свободную поверхностную энергию алмаза [1]. На основании этих результатов можно полагать, что при одновременном воздействии нагрузки на алмаз и контакта с жидким металлом, переходные металлы снижают прочность алмаза. Это подтверждено экспериментально [3, 4].

Поэтому необходимо разработать способы повышения прочности хрупкого алмазного зерна. Наиболее оптимальным решением оказалось создание покрытий на алмазных микропорошках с целью увеличения работоспособности алмазных порошков, применяемых для обработки алмазов и других труднообрабатываемых материалов [2, 3]. Покрытия из металлов и сплавов повышают прочность алмаза вследствие влияния пластичности металла, входящего в состав покрытия, на процесс разрушения в соответствии с принципом Ирвина-Орована, согласно которому, при распространении трещины в квазихрупком материале, содержащим пластическую составляющую, микропластические деформации сосредоточены в тонком слое материала, примыкающем к поверхности трещины [5]. Отсюда следует, что при учете предельного напряжения нужно принимать во внимание не только поверхностную энергию твердого хрупкого тела $\sigma_{т\text{-}г,}$ но и энергию пластической деформации, затрачиваемую на образование единицы новой поверхности $\gamma_{пл}$. В этом случае формула для определения величины удельных напряжений принимает вид:

$$F=\sqrt{\frac{2E(\sigma_{T-Г}+\gamma_{пл})}{\pi l}} \qquad (2)$$

Обозначения те же, что и в формуле (1); $\gamma_{пл}$ – удельная работа пластической деформации на единицу поверхности трещины при квазихрупком разрушении.

Таким образом, используя принцип Ирвина-Орована, возможно управление реальной прочностью алмаза путем подбора состава покрытия. В качестве химически активной среды, влияющей на уменьшение работы разрушения алмаза вследствие снижения свободной поверхностной энергии и усиления каталитической графитизации алмаза [1, 7– 9], мы выбрали металлы VIII группы периодической системы элементов Менделеева, которые наносили на алмазные микропорошки различными методами. В качестве металла, ингибирующего графитизацию алмазных микропорошков, был выбран кремний, образующий с углеродом прочный в термодинамическом отношении карбид кремния, а с кислородом - прочный оксид. Причем, метод нанесения покрытия обеспечивал повышенное содержание кремния в виде карбида кремния на поверхности алмазного порошка и преимущественное содержание никеля в поверхностном слое покрытия, контактирующего с поверхностью обрабатываемого монокристалла алмаза [2], Присутствие карбида кремния и незначительного количества никеля и олова на межфазной границе алмаз - покрытие предохраняло его от графитизации и обеспечивало повышение прочности алмазного порошка с покрытием по сравнению с непокрытым алмазным порошком [3], как это следует из уравнения (2).

Для достижения поставленной цели были сформулированы основные задачи:

1. В процессе обработки алмазными порошками в зоне контакта возникают высокие температуры, которые приводят к разрушению алмазных абразивов. В связи с этим было необходимо исследовать: а) влияние температуры на прочность алмазных порошков без покрытия; б) влияние температуры на прочность алмазных порошков с покрытием.

2. Исследовать фазовый состав покрытия для выявления наличия катализатора, графитизации и упрочняющего слоя.

3. Провести исследование работоспособности алмазных микропорошков с покрытием при огранке алмаза, чтобы показать влияние микропорошков с покрытием , содержащим катализаторы графитизации алмаза, на скорость его обработки.

4. Исследовать рельеф и шероховатость поверхности алмаза, обработанной микропорошками с покрытием.

На основании изложенных выше рекомендаций были разработаны технологические процессы получения алмазных материалов с заданными свойствами, в том числе алмазные микропорошки с покрытием КМ 20 по модифицированной технологии, предназначенные для обработки природных монокристаллов алмаза в бриллианты и ограненных ювелирных вставок из синтетических алмазов. Исследование влияния покрытия на процесс механической обработки крупных монокристаллов синтетических алмазов проведено впервые. Для исследований были выбраны кристаллы синтетических алмазов типа Ib (массой 1,2 ct) и IIa (массой 4,4 ct).

Было проведено исследование влияния покрытия на прочность алмазных шлифпорошков отечественного производства. Показано, что покрытие упрочняет алмазные порошки.

Показатель прочности увеличивается с нанесением покрытия вследствие влияния пластичности металла на процесс разрушения согласно исследованиям Ирвина-Орована.

После растворения покрытия показатели прочности выше, чем до его нанесения, потому что металл проникает в тонкие каналы, из которых его трудно вытравить, так как образуются карбидные прослойки.

Состав покрытия на микропорошках, применяемых для огранки алмаза, определяли методом рентгенофазового анализа, который проводили на автоматизированной рентгеновской установке ДРОН-4. Результаты рентгенофазового анализа представлены на рис. 1–5.

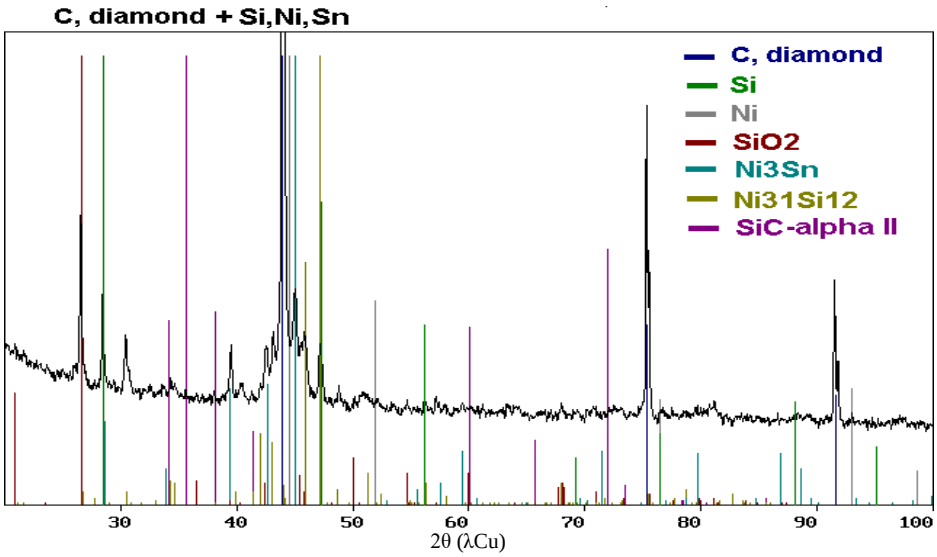


Рис. 1. Рентгенограмма покрытия КМ-20

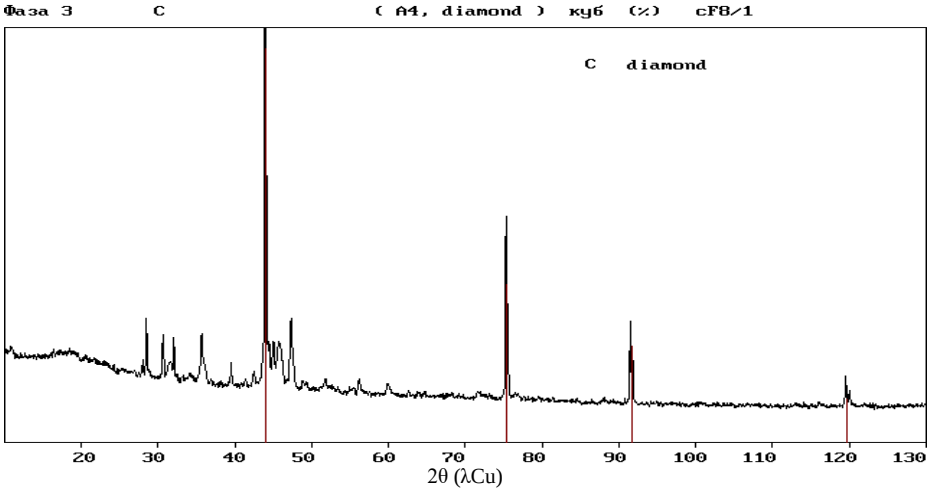


Рис. 2. Рентгенограмма покрытия КМ-20 с выделенной фазой C-diamond

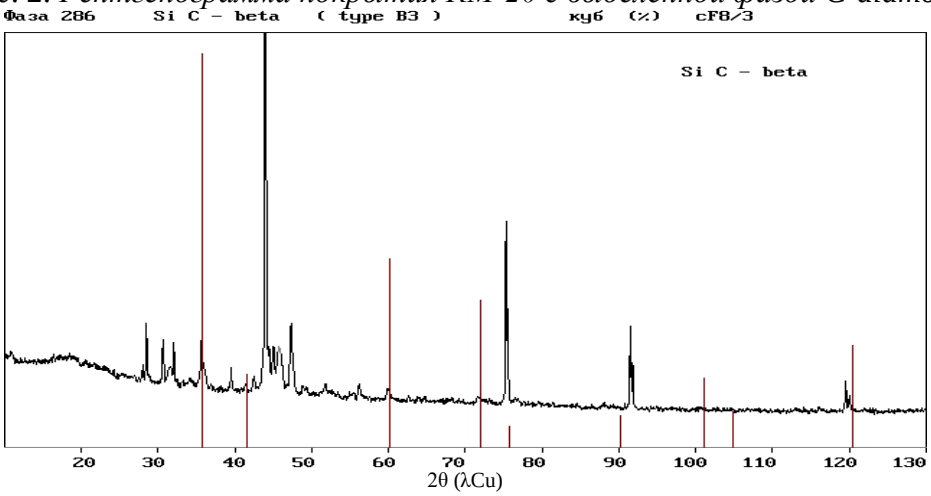


Рис. 3. Рентгенограмма покрытия КМ-20 с выделенной фазой SiC-beta

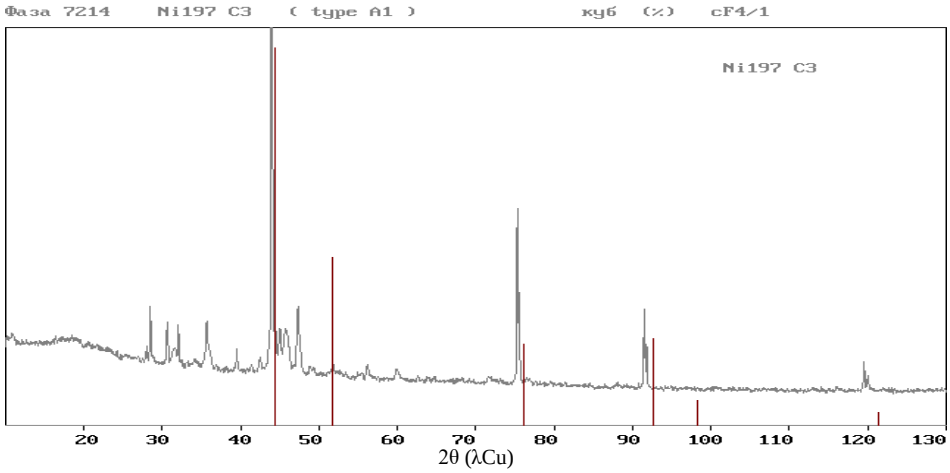


Рис. 4. Рентгенограмма покрытия КМ-20 с выделенной фазой $Ni_{197}C_3$

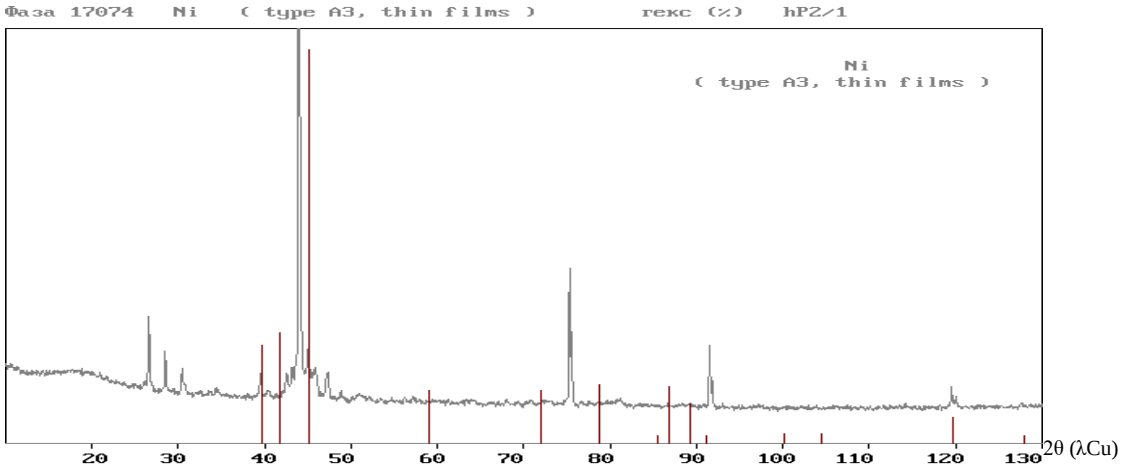


Рис. 5. Рентгенограмма покрытия КМ-20 с выделенной фазой Ni

Результаты рентгенофазового анализа показали, что покрытие КМ-20 содержит:

−модификации карбида кремния;

−никель, присутствующий в виде тонкой прослойки;

−двухкомпонентные сплавы никеля с кремнием, оловом и углеродом.

Установлено отсутствие графита (рис. 2). Оксид и карбид кремния (рис. 1 и 3) защищает поверхность алмазного зерна от графитизации и окисления. Никель (рис. 5) является сильным катализатором фазового превращения алмаза в графит. Интересно отметить, что этот состав покрытия получен при более низких температурах по сравнению с базовым, хотя по работоспособности алмазный порошок с покрытием КМ-М работает несколько лучше, что, по-видимому, связано с образованием устойчивых оксидов кремния.

Результаты сравнительных испытаний алмазных микропорошков с покрытием КМ20 при огранке монокристаллов новых видов синтетических алмазов, выполненных в колледже предпринимательства № 11, представлены в таблице.

Средняя скорость обработки монокристалла синтетического алмаза

АСМ 10/7 КМ20		АСМ 10/7	
Общее время обработки	Изменение массы	Общее время обработки	Изменение массы
11 мин	0,044 карат	11 мин	0,025 ct
Средняя скорость обработки 0,004 карат/мин		Средняя скорость обработки 0,002 карат/мин	

В процессе исследования получены результаты изменения массы и высоты образца после шлифования с фиксированным интервалом времени. Масса образца измерялась на аналитических весах с точностью до 0,001 карата, высота образца измерялась индикатором типа Лэверидж, точностью измерения 0,01 мм. Результаты измерений представлены на рис. 6, показывающие изменения массы монокристалла алмаза в процессе огранки в зависимости

от марки применяемого микропорошка (АСМ 10/7 без покрытия и АСМ 10/7 с покрытием КМ20).

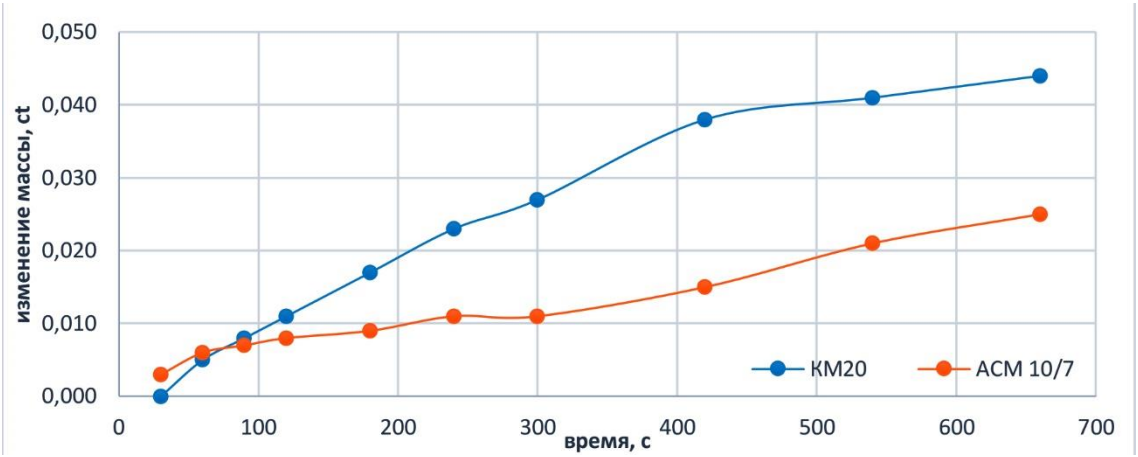


Рис. 6. Изменение массы алмаза в процессе огранки микропорошками с покрытием КМ и без покрытия, в зависимости от времени механической обработки

Разработана методика проведения исследования, подготовлен опытный образец – монокристалл природного алмаза (рис. 7), подготовлены «сухим» методом два ограночных диска, шаржированных микропорошком АСМ 10/7 и микропорошком с покрытием 10/7 КМ20 (рис. 8).



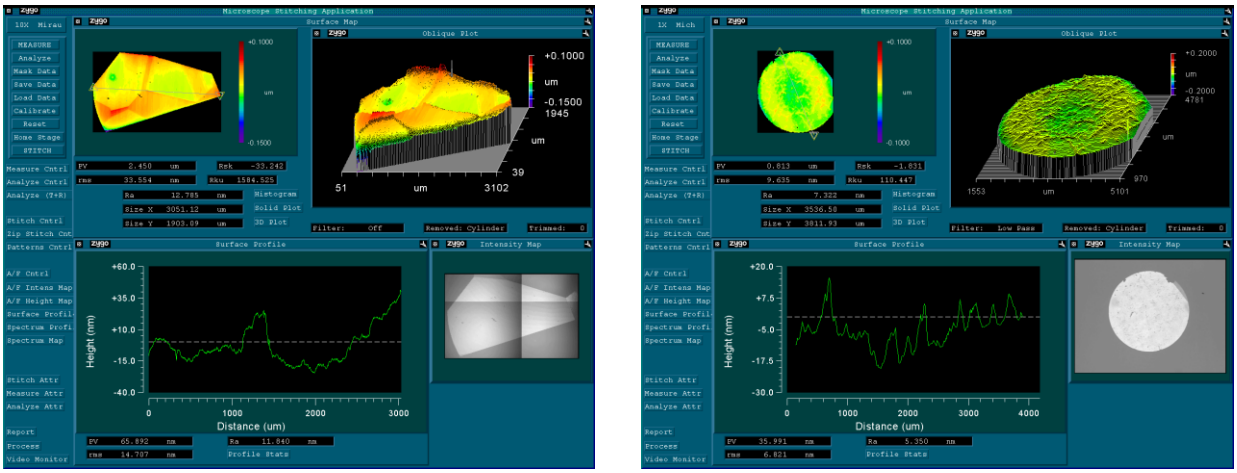
Рис. 7. Монокристалл природного алмаза, подготовленный к эксперименту



Рис. 8. Ограночный диск, шаржированный для эксперимента

Анализ полученных данных показывает, что применение алмазных порошков с покрытием КМ увеличивает скорость обработки монокристаллов синтетического алмаза в два раза за счет эффекта влияния физико-химической среды на скорость обработки кристалла. То есть, помимо механического скалывания частиц с поверхности обрабатываемого кристалла, происходит графитизация этой поверхности, что существенно облегчает процесс съёма материала.

После огранки проводили исследование шероховатости поверхности монокристалла алмаза, обработанного микропорошками с покрытием КМ-20 на интерференционном микроскопе ZYGO NewView 5000. В результате проведённых измерений, получили значения Ra для двух видов поверхности монокристалла алмаза: обработанного алмазными микропорошками с покрытием и непокрытыми. Результаты исследования приведены на рис. 9.



а *б*

Рис. 9. Рельеф и шероховатость поверхности монокристалла алмаза: а – обработанного алмазными микропорошками без покрытия, б – алмазными микропорошками с покрытием КМ-20 Н

Снижение шероховатости поверхности объясняется уменьшением свободной поверхностной энергии за счет химического взаимодействия алмаза с металлом, входящими в состав покрытия, которая определяет критическую нагрузку разрушения. При меньших нагрузках откалываются более мелкие алмазные частицы, рельеф должен характеризоваться меньшей шероховатостью.

Таким образом, экспериментально установлено:

1. покрытия из сплавов кремния с металлами повышают прочность алмазных порошков вследствие влияния пластичности металла на процесс разрушения;

2. покрытие КМ-20 защищает зерна алмазных порошков от графитизации за счет наличия карбида кремния, который является ингибиторами графитизации;

3. скорость огранки монокристаллов синтетических алмазов порошками марки АСМ 10/7 с покрытием из сплавов кремния в 2 раза превышает скорость их огранки с применением алмазных микропорошков без покрытия при достижении наноразмерной шероховатости обработанной поверхности.

Изложенные в данной работе научные и практические результаты свидетельствуют об определяющем влиянии физико-химических процессов, протекающих в зоне контакта обрабатываемого монокристалла синтетического алмаза с алмазным микропорошком на производительность процесса изготовления ювелирной вставки.

Использование микропорошков с покрытием вдвое эффективнее, чем непокрытых, за счет увеличения производительности процесса.

Проведено дослідження властивостей і працездатності мікропорошків синтетичних алмазів марки АСМ 10/7 КМ з хімічно активним по відношенню до вуглецю покриттям на основі сплавів кремнію в порівнянні з мікропорошків АСМ 10/7 без покриття.

Експериментально встановлено, що покриття збільшує абразивну здатність алмазного порошку на 15–22%. Показано також, що застосування покриттів на алмазних порошках збільшує їхню термостійкість внаслідок зменшення напруги в кристалах, а також заліковування тріщин і інших дефектів в зернах алмазних порошків. Експериментально встановлено, що мікропорошок з покриттям має вдвічі більший коефіцієнт знімання алмаза в порівнянні з мікропорошками без покриття за рахунок ефекту впливу використання фізико-хімічної середовища на швидкість обробки кристала.

***Ключові слова**: алмазний монокристал, алмазний мікропорошок, покриття, механічна обробка*

A. V. Nozhkina, V. I. Kostikov, V. G. Ralchenko, N. N. Stopareva, A. Yu. Razbegaev, E. R. Kataeva, E. A. Zavedeev

MECHANICAL PROCESSING OF DIAMOND MONOCRYSTALS BY DIAMOND MICROPROUTS WITH COATING

The properties and working capacity of micropowders of synthetic diamonds of grade ACM 10/7 KM with a chemically active coating on carbon based on silicon alloys as compared to micropowder ACM 10/7 without coating were investigated.

It has been experimentally established that the coating increases the abrasive ability of the diamond powder by 15-22%. It is also shown that the use of coatings on diamond powders increases their thermal stability due to the reduction of stresses in crystals, as well as the healing of cracks and other defects in grains of diamond powders. It has been experimentally established that the coated micropowder has a twice higher coefficient of diamond removal compared to the micropowder without coating due to the effect of the use of the physico-chemical medium on the processing speed of the crystal.

***Key words**: diamond single crystal, diamond micropowder, coating, machining*

Литература

1. Ножкина А. В. Взаимодействие алмаза с металлами и сплавами // Вячеслав Петрович Елютин (1907–1993): ученый, педагог, гос. деятель / под ред. Ю. С. Карабасова. – М.: МИСиС: Руда и металлы, 2005.
2. Исследование контактного взаимодействия алмаза с покрытием / П. П. Отопков, А. В. Ножкина, В. И. Костиков и др. // Вопросы теории и практики алмазной обработки. Труды ВНИИалмаза. – 1977. – № 5. – С. 44–51.
3. Отопков П. П., Ножкина А. В. Влияние металлов на прочность алмазов // Алмазы. – 1971. – № 7. – С. 5–7.
4. Шульпяков Ю. Ф., Геншафт Ю. С. Взаимодействие алмазов с различными веществами в условиях высоких давлений и температур. Труды ВНИИАЛМАЗа. – 1974. – № 3. – С. 50–58.
5. Irwin G. R. Fracture // Handbuch der Physik VI / Flugge S., Ed. – Berlin: Springer-Verlag, 1958. – P. 551–590.
6. Панасюк В. В. Предельное равновесие хрупких тел с трещинами. Монография. — Киев: Наукова думка, 1968. – 246 с.
7. T. Evans, C. Phaal Imperfections in type I and type II diamonds. Proc. R. Soc. Lond. A. – 1962. – 270. – N 1343. – P. 538–552; DOI: 10.1098/rspa.1962.0243.

8. Bandy F. P., Bovekerk H. P., Strong H. M., Wentorf R. H. Diamond-Graphite Equilibrium Line from Growth and Graphitization of Diamond // J. Chem. Phis. – 1961. – 35. – N 2. – P. 383–391.
9. Ножкина А.В. Влияние металлов на фазовое превращение алмаза в графит // Труды ВНИИАЛМАЗа. – 1982. – № 4.

Поступила 26.07.18

References

1. Nozhkina, A. V. (2005) Vzaimodeistvie almaza s metallami I splavami [The interaction of diamond with metals and alloys]. *Viacheslav Petrovich Eliutin (1907–1993): uchenyi, pedagog, gos. Deiatel [Vyacheslav Petrovich Elyutin (1907-1993): scientist, teacher, statesman]*. Yu. Karabasov (Ed.); MISiS. Moskow: Ruda I metally. [In Russian].
2. Otopkov, P. P., Nozhkina, A. V., Kostikov, V. I., et al. (1977). Issledovanie kontaktnogo vzaimodeistviia almaza s pokritiem [Investigation of the contact interaction of diamond and coating]. *Voprosy teorii I preaktiki almaznoi obrabotki. Trudi VNIIalmaza – Issues of theory and practice of diamond processing. Proceedings of VNIIalmaz, 5*, 44–51. [In Russian].
3. Nozhkina, A. V., & Otopkov, P. P. (1971). Vliianie metallov na prochnost almazov [The influence of metals on the strength of diamonds]. *Almazy – Diamonds, 7,* 5–7. [In Russian].
4. Shulpiakov, Yu. F., & Genshaft, Yu. S. (1974). Vzaimodeistvie almazov s razlichnimi vtshchestvami v usloviiakh vysokikh davlenii I temperatur. *Trudi VNIIalmaza – Proceedings of VNIIalmaz, 3,* 50–581. [In Russian].
5. Irwin, G. R. (1958). Fracture. *Handbuch der Physik VI.* Flugge, S. (Ed.); (pp. 551–590). Berlin: Springer-Verlag.
6. Panasiuk, V. V. (1968). Predelnoe ravnovesie khrupkikh tel s treshchinami. Monografiia [Limit equilibrium of brittle bodies with cracks. Monograph]. Kiev: Naukova dumka. [In Russian].
7. Evans, T., & Phaal C. (1962). Imperfections in type I and type II diamonds. *Proc. R. Soc. Lond., Vol. A270, 1343,* 538–552.
8. Bandy, F. P., Bovekerk, H. P., Strong, H. M., & Wentorf, R. H. (1961). Diamond-Graphite Equilibrium Line from Growth and Graphitization of Diamond. *J. Chem. Phis., Vol. 35, 2,* 383–391.
9. Nozhkina, A. V. (1982). Vliianie metallov na fazovoe prevrashchenie almaza v grafit [The influence of metals on the phase transformation of diamond into graphite]. *Trudi VNIIalmaza – Proceedings of VNIIalmaz, 4.* [In Russian].

УДК 661.657.5; 621.762.5

М. П. Беженар, д-р техн. наук; **Я. М. Романенко**, інж.;
Т. О. Гарбуз, С. М. Коновал, кандидати технічних наук

Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська, 2, 04074, м. Київ, e-mail bezhenar@ukr.net

ДВОШАРОВІ КОМПОЗИТИ НА ОСНОВІ КУБІЧНОГО НІТРИДУ БОРУ ДЛЯ ВИКОРИСТАННЯ В ЛЕЗОВОМУ ІНСТРУМЕНТІ

В роботі наведено результати дослідження структури і властивостей PCBN композитів, отриманих при реакційному спіканні в умовах високого тиску і температури порошків cBN з Al, Ti, Co і Ni на підкладці з твердого сплаву ВК15. Окремо досліджували структуру і властивості модельних двошарових композитів на підкладках з TiC, TiN, TiB_2. Використовували апарати високого тиску типу «ковадло з заглибленням». Отримані зразки після механічної обробки вільним і зв'язаним абразивом мали циліндричну форму діаметром до 15 мм і висотою до 5 мм. Фазовий склад композитів визначали методом рентгеноструктурного аналізу. Твердість визначали при використанні піраміди Кнупа, навантаження на індентор 10 Н, електроопір - з використанням цифрового омметра. Працездатність різців з двошарових надтвердих композитів досліджували на автоматизованому стенді на базі токарного верстата мод. 1К62 при чистовому точінні сталі ХВГ HRC 58-60.

***Ключові слова**: кубічний нітрид бору, надтвердий композит, двошарові пластини, твердість, різальні властивості, лезовий інструмент.*

Композити кубічного нітриду бору за основним найбільш поширеним призначенням являють собою матеріали для лезового інструменту (різальні пластини класу PCBN. На даний час відомо більше 200 марок PCBN матеріалів, які випускаються провідними світовими фірмами, розробниками надтвердих матеріалів. В номенклатурі інструментальних PCBN матеріалів відомих світових фірм ПАР, США, Японії, Китаю є різальні непереточувані одношарові пластини і двошарові пластини із шаром cBN на твердосплавній підкладці. Діаметр двошарових пластин – до 50,8 мм, загальна товщина – до 6,35 мм, товщина шару cBN – до 1,6 мм. Пластини на твердосплавній підкладці зазвичай піддають лазерній порізці для отримання заготовок, з яких паянням з подальшим заточуванням виготовляють інструменти складного профілю.

В [1] проаналізовано основні вимоги до характеристик PCBN відповідно їх призначенню, які виходять з Міжнародного стандарту специфікації і застосування твердих інструментальних матеріалів ISO513:2001. Серед інших — вимоги до матеріалу інструмента – його складу, структури, фізико-механічних і технологічних властивостей.

В ІНМ ім. В. М. Бакуля створено наукову і технологічну базу для розробки і виробництва при високому тиску надтвердих PCBN композитів у вигляді пластин, що складаються з робочого шару на основі cBN і твердосплавної підкладки, міцне з'єднання яких здійснюється в процесі спікання в апаратах високого тиску (АВТ).

У даній роботі наведено результати дослідження структури і властивостей PCBN композитів, отриманих при реакційному спіканні в умовах високого тиску (4,2 або 7,7 ГПа) і температури (1750–2300 К) порошків cBN з Al, Ti, Co і Ni на підкладці з твердого сплаву ВК15 а також на підкладках з TiC, TiN, TiB_2. Використовували апарати високого тиску типу

«ковадло з заглибленням». Отримані зразки після механічної обробки вільним і зв'язаним абразивом мали циліндричну форму з розмірами до 15 мм по діаметру і до 5 мм по висоті. Фазовий склад композитів визначали методом рентгеноструктурного аналізу (ДРОН-3, CuKα - випромінювання). Твердість визначали на приладі ПМТ-3 при використанні піраміди Кнупа, навантаження на індентор 10 Н, електроопір – з використанням цифрового омметра Щ-34, діапазон вимірювань якого 10^{-3}–10^{9} Ом. Працездатність різців з двошарових надтвердих композитів досліджували на автоматизованому стенді на базі токарного верстата мод. 1К62 при чистовому точінні сталі ХВГ HRC 58–60.

В першій серії дослідів в АВТ тороїд-20 спікали шихту складу 90% cBN, 10% Al на пресованих з підкладках з TiC, TiN, TiB_2. Паралельно на цих же підкладках спікали порошки cBN без добавок. Температура спікання 2300 К, тиск – 7,7 ГПа. Розміри підкладок – діаметр 9, висота 2 мм. Для одержання підкладок з TiC використовували два варіанти вихідного порошку: з розміром зерен менше 100 мкм і менше 3 мкм (після розмолу). Розмір зерен порошків TiN і TiB_2 – менше 100 мкм. Композити системи cBN–Al одержували спіканням з попереднім просоченням, а з чистих cBN – одностадійним спіканням. Одержані цілі зразки з розмірами 8,2 - 8,5 мм за діаметром і 5 мм за висотою піддавали механічній обробці до розміру 7,5 мм за діаметром і 3,5 мм за висотою.

Структуру одержаних двошарових пластин досліджували XRD методом. Результати досліджень показали, що композити зі сторони підкладки однофазні з параметрами кристалічної структури, близькими до параметрів кристалічної структури вихідного порошку (TiC, TiN, TiB_2). Зі сторони шихти cBN–Al досліджувані зразки багатофазні і крім cBN та AlN мали в своєму складі диборид MeB_2, періоди гратки якого займають проміжне положення між періодами граток боридів TiB_2 та AlB_2, у випадку підкладок з TiC, TiN в складі робочого шару були ще сліди TiC і TiN, відповідно. Це свідчить про те, що в умовах високих тисків і температур алюміній взаємодіє з матеріалом підкладки (матеріал підкладки розчиняється в алюмінії, розноситься по об’єму робочого шару композиту і вже з розчину викристалізовуються бориди або вихідні TiC, TiN). При спіканні на підкладці порошку cBN без алюмінію (без добавок) на рентгенограмах не зафіксували слідів TiB_2 (TiC, TiN).

Результати рентгенівського дослідження вихідного порошку TiB_2 і модельних двошарових пластин приведено в табл. 1.

Таблиця 1. **Результати дослідження зразків (cBN + 10% Al) – TiB_2, спечених при 7,7 ГПа, 2300 К**

Періоди гратки TiB_2, нм			Досліджуваний зразок
a	*c*	*c/a*	
0,3028	0,3228	1,0660	Літературні дані для TiB_2 [2]
0,30293(1)	0,32278(1)	1,0655	Вихідний порошок
0,30297(2)	0,32283(1)	1,0656	В композиті зі сторони підкладки TiB_2
0,30223(7)	0,32402(6)	1,0721	В композиті зі сторони робочого шару cBN
0,30050	0,32537	1,0828	Літературні дані для AlB_2 [3]

Одержані результати показують, що за рахунок масопереносу титану розплавом алюмінію в процесі реакційного спікання шихти (cBN + 10% Al) – TiB_2 (TiC, TiN) при високих тисках і температурах утворюються взаємні тверді розчини $Ti_xAl_{1-x}B_2$. Найбільш

показово це проявляється при спіканні на підкладці з TiB_2, в меншій мірі на підкладках з TiC, TiN.

Наступна серія дослідів повторює попередню, тільки між підкладкою і шихтою на основі cBN розміщували пресований диск з алюмінію діаметром 9 і висотою 1 мм. В більшості випадків алюміній просочувався в робочий шар (і підкладку), проблеми були при використанні підкладок з TiC, і субмікронного порошку cBN (КМ 1/0, КМ 0,25/0). В цьому випадку в алюмінії розчинявся графіт нагрівника, утворювався карбід алюмінію (Al_4C_3). В подальшому в деяких випадках на зразках в зоні контакту підкладка – робочий шар виділявся жовтий порошок, який мав різкий запах і руйнував зразки (з часом частина зразків перетворювалась на пил. Причина – взаємодія карбіду алюмінію з парою води і киснем (4 Al_4C_3, + 6 H_2O + 9O_2 → 8 Al_2O_3 + 6C_2H_2).

В табл. 2 приведено значення твердості робочого шару досліджуваних композитів із серії 1. Твердість складає 32–36 ГПа і близька до твердості кибориту-1. Недолік даної (першої) серії пластин – крихкість підкладки, в деяких випадках на підкладці утворювались тріщини, зколи. Що стосується пластин з проміжним шаром з алюмінієм, то крім випадків з утворенням карбіду алюмінію, пластини мало відрізнялись від таких без проміжного шару, але загроза утворення Al_4C_3 робила такий спосіб одержання пластин нетехнологічним.

Таблиця 2. **Твердість робочого шару двошарових зразків на підкладках TiB_2 (TiC, TiN), спечених при 7,7 ГПа, 2300 К**

Шихта робочого шару	Твердість композиту на підкладці з:, ГПа		
	TiN	TiC	TiB_2
cBN + 10% Al	32±1	31±2	33±1
cBN	36±2	36±2	36±2

Зразки з робочим шаром без алюмінію мали вищу твердість, але були крихкішими (більша ймовірність зколів, тріщин після механічної обробки). Найвища твердість у композитів системи cBN – Al на підкладці з TiB_2 очевидно пояснюється деформаційним зміцненням структури композиту високомодульним боридом зв'язки.

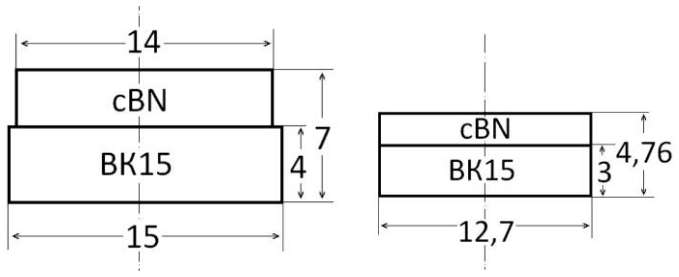


Рис. 1. Форма і розміри спеченої заготовки (а) і ріжучої пластини (б) двошарового PCBN композиту

Більш технологічним вважається одержання двошарових PCBN композитів на спечених підкладках з твердого сплаву групи ВК. Як показав наш попередній досвід [4], найкраще одержувати такі пластини в сталевих АВТ «ковадло з заглибленням», робочими параметрами яких є тиски до 4,5 ГПа і температури до 1800 К.

Для експериментальних досліджень найзручнішим виявився варіант спікання а сталевому АВТ КЗ-40 заготовок для подальшого виготовлення ріжучих пластин діаметром 12,7 мм і висотою 4,76 мм (RNMN 120400). Спечена підкладка з твердого сплаву ВК15 після механічної обробки (плоске шліфування і округлення алмазним абразивом) мала розміри

14,9 мм в діаметрі і 4,0 мм по висоті. Як шихту на основі cBN використовували порошкові суміші систем cBN–Al, cBN–Ti, cBN–Ti–Al, cBN–Co–Al, cBN–Ni–Al. Режими спікання: тиск 4,2 ГПа, температура 1750 К, тривалість спікання 4 хвилини, в системах з алюмінієм використовували режим попереднього просочення при тиску 2,5 ГПа, температурі 1300 К упродовж 30 с. На рис. 1 показано вигляд і розміри спеченої заготовки і ріжучої пластини двошарового PCBN композиту.

Згідно рис. 1, товщина підкладки ріжучої пластини 3,0 мм, а робочого шару cBN – 1,76 мм. Насправді, зважаючи, що допуск на висоту пластини становить ± 0,13 мм з врахуванням особливості технології механічної обробки двошарових композитів, реальні значення висоти незначно відхилялись від приведеної. В табл. 3 приведено значення висоти 5 оброблених пластин PCBN композиту системи cBN–Al.

Таблиця 3. **Загальна висота і висота окремих шарів двошарових пластин PCBN композиту системи cBN–Al, після механічної обробки**

Висота, мм	Номери пластин				
	1	2	3	4	5
Загальна	4,70	4,70	4,69	4,71	4,71
Підкладки ВК	2,92	2,93	2,71	2,85	2,98
Шару з cBN	1,78	1,77	1,98	1,86	1,73

В табл. 4 приведено значення твердості і питомого електроопору двошарових пластин, спечених на підкладці ВК15 в АВТ КЗ-40 при тиску 4,2 ГПа, температурі 1750 К, тривалості спікання 4 хв.

Таблиця 4. **Твердість і електроопір двошарових композитів системи cBN-Me-Al, (Me - Ni, Co, Ti), одержаних в АВТ КЗ-55 при тиску 4,2 ГПа, температурі 1750 К**

Шихта	Твердість, ГПа	Електроопір $R_{ср}$, Ом*м	Електроопір робочого шару, Ом*м
90 % cBN, 10 % Al	27±1	$7,5*10^{-2}$	$1,9*10^{-1}$
80 % cBN, 10 % Ti, 10 % Al	26±1	$8,7*10^{-4}$	$2,2*10^{-3}$
67 % cBN, 23 % Ti, 10 % Al	25±1	$2,8*10^{-4}$	$7,2*10^{-4}$
57 % cBN, 33 % Ti, 10 % Al	23±1	$1,5*10^{-4}$	$3,9*10^{-4}$
85 % cBN, 5 % Co, 10 % Al	25±1	$3,2*10^{-2}$	$8,3*10^{-2}$
83 % cBN, 7 % Ni, 10 % Al	26±1	$4,4*10^{-2}$	$1,1*10^{-1}$

При одержанні композитів використали 6 варіантів шихти систем cBN– Al, cBN–Ti–Al, cBN–Co–Al, cBN–Ni–Al.

Твердість двошарових композитів мало відрізняється від твердості одношарових, одержаних з такої ж шихти при тих же умовах спікання.

Електроопір двошарових композитів в кілька раз нижчий, ніж в одношарових того ж складу, але тут треба врахувати, що електроопір підкладки значно нижчий, ніж робочого шару (питомий електроопір ВК15 – $19,4\cdot10^{-8}$ Ом·м. З врахуванням цього факту і значення середньої товщини твердосплавної підкладки (див. табл. 3), значення питомого електроопору робочого шару двошарової пластини було перераховано (останній стовпчик в табл. 4).

Електроопір робочого шару двошарової пластини трохи нижчий, ніж в одношарових, причина може бути пов'язана з міграцією кобальту в робочий шар композиту, подібне явище спостерігали в [5]. Крім того кобальт з алюмінієм може утворювати електропровідні інтерметаліди і вони можуть пронизувати структуру композиту, створювати електропровідні містки. Питомий електроопір кобальту $6{,}5 \cdot 10^{-8}$ Ом·м, а алюмінію – $2{,}62 \cdot 10^{-8}$ Ом·м.

Паралельно з двошаровими спікали трьохшарові PCBN композити. Були варіанти використання металів (Co, Ni, Al) в якості перехідного шару між підкладкою і робочим шаром на основі cBN, але більш технологічним виявився варіант, де в якості перехідного шару використали суміш порошків ВК15, cBN і Al у відношенні за вагою 10:9:1, тобто фазовий склад шихти перехідного шару був 50 % ВК15, 45% cBN і 5 % Al. Товщина перехідного шару не перевищувала 0,5 мм. Одержані пластини несуттєво відрізнялись від двошарових пластин такої ж системи. За властивостями (твердість) суттєвої різниці між двошаровими і трьохшаровими пластинами не було. У випадку спікання пластин, в яких висота більша за діаметр, перехідний шар необхідний, інакше зразки розшаровувались по контакту ВК – шар cBN. Наприклад, при одержанні композитів висотою 12–14 мм і діаметром 6 мм при товщині твердосплавної підкладки 3 мм використання проміжного шару необхідно, тільки зразки з перехідним шаром не розшаровувались. Для зразків, в яких діаметр значно більший висоти, наявність проміжного шару не впливає суттєво на технологічність процесу одержання композиту.

Дослідження різальних властивостей пластин здійснювали на верстаті 1К62. Точіння проводили без ударного навантаження. Для випробувань використовували токарні прохідні прямі різці з механічним кріпленням змінних пластин, що не переточуються, геометричні параметри різальної частини: передній кут $\gamma = -10°$, задній кут $\alpha = 10°$, кут нахилу різальної кромки $\lambda = 0$. Оброблюваний матеріал – заготовки сталі ХВГ, загартованої до твердості 58–60 HRC. Розмір заготовок: діаметр – 90–95 мм, довжина – 300 мм. Режими випробувань: швидкість різання V = 90 м/хв; глибина різання t = 0,02 мм; подача S = 0,07 мм/об. За критерій стійкості інструменту при точінні загартованої сталі прийнято величину зносу ріжучої пластини із композиційного матеріалу по задній поверхні $h_з$, мм. В табл. 5 приведено результати випробувань. Для порівняння в табл. 5 приведено також результати дослідження одношарових пластин, одержаних за тих же умов, що і двошарові і з тої ж шихти, що і робочий шар двошарових пластин.

Таблиця 5. **Різальні властивості пластин двошарових композитів системи cBN-Me-Al, (Me - Ni, Co, Ti), одержаних в АВТ КЗ-40 при тиску 4,2 ГПа, температурі 1750 К**

Шихта	Величина зносу по задній поверхні ($h_з$, мм) при тривалості роботи різця			
	Двошарові		Одношарові	
	10 хв	30 хв	10 хв	30 хв
90 % cBN, 10 % Al	0,12	0,24	0,12	0,22
80 % cBN, 10 % Ti, 10 % Al	0,11	0,21	0,08	0,16
67 % cBN, 23 % Ti, 10 % Al	0,12	0,25	0,12	0,24
57 % cBN, 33 % Ti, 10 % Al	0,13	0,28	0,13	0,28
85 % cBN, 5 % Co, 10 % Al	0,13	0,23	0,09	0,19
83 % cBN, 7 % Ni, 10 % Al	0,13	0,26	0,10	0,22

Таким чином, при обробці загартованої сталі ХВГ твердістю 57–58 HRC в режимі безперервного точіння кращі результати показали зразки, одержані з шихти складу 80 % cBN, 10 % Ti, 10 % Al, трохи поступаються їм зразки з шихти складу 85 % cBN, 5 % Co, 10 % Al. Одношарові зразки з шихти такого ж складу мають зносостійкість на 20–30 % вищу, ніж двошарові (див. табл. 5).

Можна стверджувати про перспективність систем cBN–Ti–Al, cBN–Co–Al і cBN–Ni–Al при спікання двошарових композитів на підкладці ВК завдяки покращенню зв'язку між підкладкою і робочим шаром. При цьому двошарові PCBN композити мають нижчі властивості, ніж одношарові, одержані при тих же умовах (шихта, параметри). Їхня зносостійкість при точінні сталі ХВГ нижча на 30%, електроопір робочого шару – в 2–3 рази. Тришарові PCBN композити ефективні, якщо в якості перехідного шару застосувати суміш cBN–WC–Co–Al, їхні властивості майже співпадають з властивостями двошарових, одержаних за тих же умов.

В работе представлены результаты исследования структуры и свойств PCBN композитов, полученных при реакционном спекании в условиях высокого давления и температуры порошков cBN с Al, Ti, Co и Ni на подложке из твердого сплава ВК15. Отдельно исследовали структуру и свойства модельных двуслойных композитов на подложках из TiC, TiN, TiB_2. Использовали аппараты высокого давления типа «наковальня с углублением». Полученные образцы после механической обработки свободным и связанным абразивом имели цилиндрическую форму диаметром до 15 мм и высотой до 5 мм. Фазовый состав композитов определяли методом рентгеноструктурного анализа. Твердость определяли при использовании пирамиды Кнупа, нагрузка на индентор 10 Н, электросопротивление – с использованием цифрового омметра. Работоспособность резцов из двухслойных сверхтвердых композитов исследовали на автоматизированном стенде на базе токарного станка мод. 1К62 при чистовом точении стали ХВГ HRC 58-60.

***Ключевые слова**: кубический нитрид бора, сверхтвердый композит, двуслойные пластины, твердость, лезвийный инструмент, режущие свойства*

M. P. Bezhenar, Ya. M. Romanenko, T. O. Garbuz, S. M. Konoval

TWO-LAYER PCBN COMPOSITES FOR USE IN A TOOL

In this paper the results of studying the structure and properties of PCBN composites produced by reactive sintering under high pressure and temperature powders of cBN with Al, Ti, Co and Ni on a VK15 hard alloy substrate are presented. The structure and properties of model two-layer composites on TiC, TiN, and TiB_2 substrates were studied separately. High-pressure apparatuses «anvil with recess» were used. The obtained samples after mechanical treatment with a free and bound abrasive had a cylindrical shape with a diameter of up to 15 mm and a height of up to 5 mm. The phase composition was determined by X-ray diffraction analysis. The hardness was determined using the Knoop pyramid, the load on the indenter is 10 N, the electric resistivity is measured using a digital ohmmeter. The cutters working capacity of two-layered superhard composites was investigated on an automated stand based on a turning machine 1К62 at the final turning of CVH steel HRC 58-60.

***Key words**: cubic boron nitride, superhard composite, two-layered plates, hardness, tool, cutting properties*

Література

1. Application areas for PCBN materials / J. Barry, G. Akdogan, P. Smyth et al. // Industrial Diamond Rev. – 2006. – 66. – N 3. – P. 46–53.

2. Lundstrom T. Preparation and Crystal Chemistry of some refractory Borides and Phosphides // Arkiv. Kemi. – 1969. – 31. – P. 227–266.
3. On the electronic and structural properties of aluminium diboride $Al_{0.9}B_2$ / U. Burkhard, V. Gurin, F. Haarmann et al. // Solid State Chemistry. – 2004. – 177. – P. 389 – 394.
4. Electrical conductivity of cubic boron nitride-on- carbide substrate composites and the possibility for spark cutting them / S. V. Tkach, A. A. Shulzhenko, N. P. Bezhenar, et al. // Journal of Superhard Materials. – 2006. – N 1. – P. 16–24.
5. The structure formation and hardness of cubic boron nitride composites in reaction sintering on carbide substrates / A. A. Shulzhenko, N. P. Bezhenar, S. V. Tkach, et al. // Journal of Superhard Materials. – 2005. – N 3. – P. 3–13.

Надійшла 29.07.18

References

1. Barry J., Akdogan G., Smyth P., et al. (2006). Application areas for PCBN materials. *Industrial Diamond Rev., Vol. 66, 3,* 46–53.
2. Lundstrom T. (1969) Preparation and Crystal Chemistry of some refractory Borides and Phosphides. *Arkiv. Kemi, Vol. 31,* 227–266.
3. Burkhard U., Gurin V., Haarmann F., et al. (2004). On the electronic and structural properties of aluminum diboride $Al_{0.9}B_2$. *Solid State Chemistry., Vol. 177.,* 389–394.
4. Tkach S. V., Shulzhenko A. A., Bezhenar N. P., et al. (2006). Electrical conductivity of cubic boron nitride-on- carbide substrate composites and the possibility for spark cutting them. *Journal of Superhard Materials, 1,* 16–24
5. Shulzhenko A. A., Bezhenar N. P., Tkach S. V., et al. (2005). The structure formation and hardness of cubic boron nitride composites in reaction sintering on carbide substrates. *Journal of Superhard Materials, 3,* 3–13

УДК 666.792.34:539.89

В. С. Урбанович, канд. физ-мат. наук[1]; **Н. В. Шипило**, науч. сотр.[1];
L. Jaworska, д-р техн. наук[2]; **S. Cygan**[2]; **M. Rosmus,** канд. техн. наук[2];
B. Matovic, д-р техн. наук[3]; **В. С. Нисс,** канд. техн. наук[4]; **С. В. Григорьев**[4]

[1]ГО «Научно-практический центр НАН Беларуси по материаловедению», ул. П. Бровки, 19, 220072 г. Минск, Беларусь, e-mail: urban@physics.by
[2]The Institute of Advanced Manufacturing Technology, 37a Wroclawska st, 30-011 Krakow, Poland, e-mail: lucyna.jaworska@ios.krakow.pl
[3]The Institute of Nuclear Sciences, Belgrade, Serbia, e-mail: mato@vin.bg.ac.rs
[4]НТП БНТУ «Политехник», ул. Я. Коласа, 24, 220013 г. Минск, Беларусь, e-mail: gsv@metolit.by

ВЛИЯНИЕ ДИСПЕРСНОСТИ ПОРОШКА, ДАВЛЕНИЯ И ТЕМПЕРАТУРЫ СПЕКАНИЯ НА МИКРОСТРУКТУРУ И ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КЕРАМИКИ ИЗ КАРБИДА БОРА

Основной целью настоящей работы было получение высокоплотного сверхтвердого керамического материала на основе карбида бора спеканием под высоким давлением без использования активирующих добавок. Исследованы микроструктура, плотность и твердость по Виккерсу образцов, спеченных из порошков карбида бора различной дисперсности при давлении 4 ГПа в интервале температур 1200 – 2000 ° С. Наилучшей спекаемостью при указанном давлении обладает порошок с бимодальным распределением частиц. Установлено, что с увеличением дисперсности порошка максимум на кривых зависимости твердости образцов от температуры спекания сдвигается в сторону более низких температур. Образцы с наиболее высокой твердостью получены из микронного порошка с частицами осколочной формы размерами от 3,0 до 12,0 мкм, и содержащего значительное количество мелких осколков со средним размером ~ 0,2 мкм. Установлено, что с увеличением давления спекания до 7,7 ГПа плотность и твердость образцов карбида бора повышаются без существенного роста зерна в структуре материала. Это достигается за счет высокой скорости нагрева и малого времени спекания. Получен высокоплотный сверхтвердый керамический материал из карбида бора с мелкозернистой структурой (D ~ 0,5 – 1,3 мкм), относительной плотностью 99,6 % и твердостью по Виккерсу HV1 47 ГПа. Полученные результаты будут использованы при разработке новых композиционных материалов различного назначения.

***Ключевые слова**: карбид бора, спекание, высокие давления и температуры, плотность, твердость*

Введение

Карбид бора B_4C обладает широким спектром физических, физико-механических и химических свойств и является перспективным материалом для различных отраслей промышленности [1]. Для достижения высоких эксплуатационных характеристик изделий из B_4C необходимо наличие плотной мелкозернистой структуры [2]. Основная проблема получения прочных материалов из карбида бора состоит в трудности достижения беспористого состояния образцов. Это связано с низкой диффузионной подвижностью при спекании карбида бора, что обусловлено наличием в этом соединении сильных ковалентных связей.

Таблица 1. **Параметры спекания и характеристика B_4C, спеченного различными методами**

***d*, мкм**	**Режимы спекания**	**$\rho_{отн}$, %**	***D*, мкм**	***HV* (9,81 Н), ГПа**	**Литература**
Горячее прессование					
3	36 МПа, 2150 ° С, 60 мин.	95,5	4 – 8	32,5 (98 Н)	[4]
1 – 3	45 МПа, 1900 ° С, 120 мин.	95		28 (98 Н)	[5]
0,68 – 3,58	100 МПа, 1900 ° С, 30 мин, Ar	99,73	1,96	37,85	[6]
SPS					
0,8	88 МПа, 1750 ° С, 5 мин	99,2	2	27,45 (2,94 Н)	[7]
~ 4,05	32 МПа, 1900 - 2000 ° С, вакуум			32 (20 Н)	[8]
0,5	75 МПа, 1700 ° С, 3 мин, 100 °С/мин, вакуум	100	0,688	36,4	[9]
~ 0,5	1600 °С, 3 мин, 100 ° С/мин	98,33	4,17	31	[10]
~ 0,22	75 МПа, 1700 ° С, 3 мин, 100 ° С/мин	98,7	0,37	37,8	[11]
0,8	50 МПа, 2100 ° С, 10 мин, 50 ° С/мин	97,8	1,7	35,3	[12]
2,4	50 МПа, 1800 ° С, 15 мин, 100 °С/мин, вакуум	100	2 – 6	37,2 (4,9 Н)	[13]
2,36	80 МПа, 1700 ° С, 5 мин	99,7	2,36	37,8	[14]
~ 0,04	отжиг + 75 МПа, 1600 ° С, 100 ° С/мин, вакуум	97,5	0,18	32,5	[15]
4,33+ 10 мас. %	90 МПа, 1950 ° С, 10 мин, 100 ° С/мин	98,3		42,2 (4,9 Н)	[16]
0,56	90 МПа, 2050 ° С, 10 мин, 100 ° С/мин	98,0		47,9 (4,9 Н)	
0,22	75 МПа, 1700 ° С, 3 мин, 100 ° С/мин	98,5	0,37	36	[17]
0,04	75 МПа, 1600 ° С, 3 мин, 100 ° С/мин	94,7	0,12	28	
Высокие давления					
2 – 80	5,5 ГПа, 1927 ° С, 1 мин + отжиг	93		40	[18]
2 – 80	5,5 ГПа, 1927 ° С, 4 мин	98,4	0,1 – 7	41	[19]
27 – 108	7,7 ГПа, 2000 ° С, 4 мин + отжиг	90 – 93	0,1 – 7	41	[20]
2,05	4,5 ГПа, 1300 ° С, 5 мин, 150 К/мин	99,65	~ 2,1	38,04	[21]

Введение определенных добавок в порошок карбида бора активирует процесс его уплотнения за счет жидкофазного спекания. Однако при спекании без давления, даже при использовании добавок, уплотнение B_4C все еще затруднено [3]. Основными методами получения поликристаллического карбида бора без использования активирующих добавок являются: горячее прессование, SPS-метод и спекание под высоким давлением. В табл. 1 представлены литературные данные по относительной плотности ($\rho_{отн}$), среднему размеру зерна (D), твердости по Виккерсу (HV) с указанием нагрузки на индентер от режимов и методов спекания порошка B_4C различной дисперсности (d).

Как следует из табл. 1, применение метода горячего прессования не позволяет достичь высокой плотности B_4C, наблюдается рост зерна в структуре материала, что обусловлено длительностью процесса спекания. *SPS*-метод способствует лучшему уплотнению, ограничивает рост зерна, и способствует повышению физико-механических характеристик, однако требует большого времени спекания. Наиболее высокие показатели твердости керамики из карбида бора получены с использованием метода спекания при высоких давлениях. Этот метод позволяет сократить время спекания, сформировать плотную мелкозернистую структуру материала и повысить его физико-механические свойства.

Анализ характеристик спеченных образцов, полученных с использованием техники высоких давлений и температур (табл. 1), показывает, что наилучшие результаты по плотности (99,65 %) и наименьшему размеру зерна (D ~ 2,1 мкм) достигнуты в работе [21] при спекании порошка карбида бора с размером частиц 2,05 мкм при давлении 4,5 ГПа, температуре 1300 ° С и времени спекания 5 мин. Твердость полученных образцов составляет 38,04 ГПа. Низкая температура спекания образцов обеспечивает размер зерна, сопоставимый с размером частиц исходного порошка (табл. 1).

Более высокие значения твердости 40–41 ГПа образцов карбида бора получены авторами [19, 20] при более высоких давлениях 5,5 и 7,7 ГПа и температурах 1927–2000 ºС. Время спекания достигало 4 мин. При этом использовались достаточно грубые порошки с размером частиц в интервале 2–80 нм и 27–108 мкм соответственно. Поэтому достигнутые значения относительной плотности составляли 93–98 %. Добавка 10 мас. % более мелкого порошка (d ~ 0,56 мкм) к более грубому (d ~ 4,33 мкм) позволила авторам [16] получить методом *SPS* образцы с плотностью около 98 % и более высокой твердостью (до 47,9 ГПа) при близких температурах спекания, но с более длительной выдержкой 10 мин.

Известно, что на свойства карбида бора оказывает значительное влияние его стехиометрический состав. Например, физико-механические свойства композиционных покрытий на основе карбида бора имеют максимальные значения при величине соотношения B/C, близкой к 4, а отклонение от этого значения приводит к их снижению [22]. Кроме этого, дисперсность исходного порошка также влияет на характеристики спекаемого материала [16]. Однако в случае метода спекания под высоким давлением этот вопрос изучен недостаточно. Поэтому целью настоящей работы являлось исследование возможности получения сверхтвердого материала на основе карбида бора с малым размером зерна, высокой плотностью и твердостью методом спекания под высоким давлением. В настоящей работе было исследовано влияние дисперсности порошков карбида бора различных производителей, а также величины давления и температуры спекания на микроструктуру и физико-механические свойства спеченной керамики.

Методика эксперимента

В качестве исходных использовались порошки карбида бора различной дисперсности и химического состава в зависимости от производителя: B_4C (Е) (ФГУП «УНИХИМ с ОЗ», Екатеринбург, Россия); B_4C(S) («*H.C. Stark*», Germany); B_4C(A) (*Electrozshmelzwerk, Kempten, Germany*)**.** Порошки для экспериментов использовали в состоянии поставки, не подвергая никакой предварительной обработке.

Спекание производили при двух давлениях 4 и 7,7 ГПа. При давлении 4 ГПа и температурах 1200–2000 ^oC использовали устройство высокого давления типа «наковальни с углублениями» и пресс ДО137 А усилием 5 МН [23]. Цилиндрические порошковые заготовки диаметром 11 мм и высотой 4 мм прессовали в стальной пресс-форме при давлении 1,0 ГПа. Спекание заготовок, помещенных внутри составного графитового нагревателя, осуществляли в контейнерах из прессованного литографского камня. Между торцами заготовок и внутренними поверхностями нагревателя располагали прокладки из гексагонального нитрида бора. Спекание при давлении 7,7 ГПа и температурах 1600–2000 ^oC осуществляли в АВД типа «тороид» на прессовой установке ДО 044 усилием 20 МН. Использовали точеные графитовые нагреватели. Методика приготовления образцов диаметром 13 мм описана в [24]. В обоих устройствах высокого давления контроль режимов спекания осуществляли при помощи контроллера спекания КС-5 [25]. Скорость нагрева спекаемых образцов до начала спекания достигала 2000–3000 ^oC/мин, а время спекания составляло 60 с. Контроль времени спекания осуществлялся по мощности тока нагрева.

Плотность спеченных образцов определяли методом гидростатического взвешивания в четыреххлористом углероде при комнатной температуре. Твердость по Виккерсу измеряли на микротвердомере МНТ–240 *LECO* (США) при нагрузке 10,0 Н. Элементный состав карбида бора определяли с помощью энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии. Исследования микроструктуры образцов проводили с использованием сканирующего электронного микроскопа S-4800 фирмы «*Hitachi*» в НПЦ «Белмикросистемы» НПО «Интеграл».

Результаты и обсуждение

Основные результаты представлены в табл.2 и на рис. 1–3.

Данные энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии исходных порошков B_4C (табл. 2) свидетельствуют о наличии небольшого количества примесей до ~ 0,4 ат. %, основной из которых является кислород.

Таблица 2. **Химический состав порошков карбида бора**

Порошок	**Химический анализ, атом.%**				**B/C**
	B	**C**	**O**	**Другие элементы**	
B_4C (E)	49,05	50,77	-	0,18	1
B_4C (S)	80,28	19,34	0,27	0,11	4,2
B_4C (A)	80,84	18,81	0,35	-	4,3

На рис. 1 представлены электронно-микроскопические изображения частиц различных порошков карбида бора. Видно, что порошки отличаются зернистостью и морфологией частиц. Порошок B_4C (Е) с бимодальным распределением частиц по размерам

содержит более мелкую субмикронную фракцию размером 270 – 300 нм и более грубую со средним размером 4,5 мкм. Порошок B_4C (A) - субмикронный, с размером частиц 100-750 нм, содержащий незначительное количество более крупных размером до 3,7 мкм. Порошок B_4C (S) содержит частицы осколочной формы со средним размером 3-5 мкм. Имеется небольшое количество значительно более мелких осколков со средним размером ~ 0,2 мкм и более крупных с размером до 12 мкм.

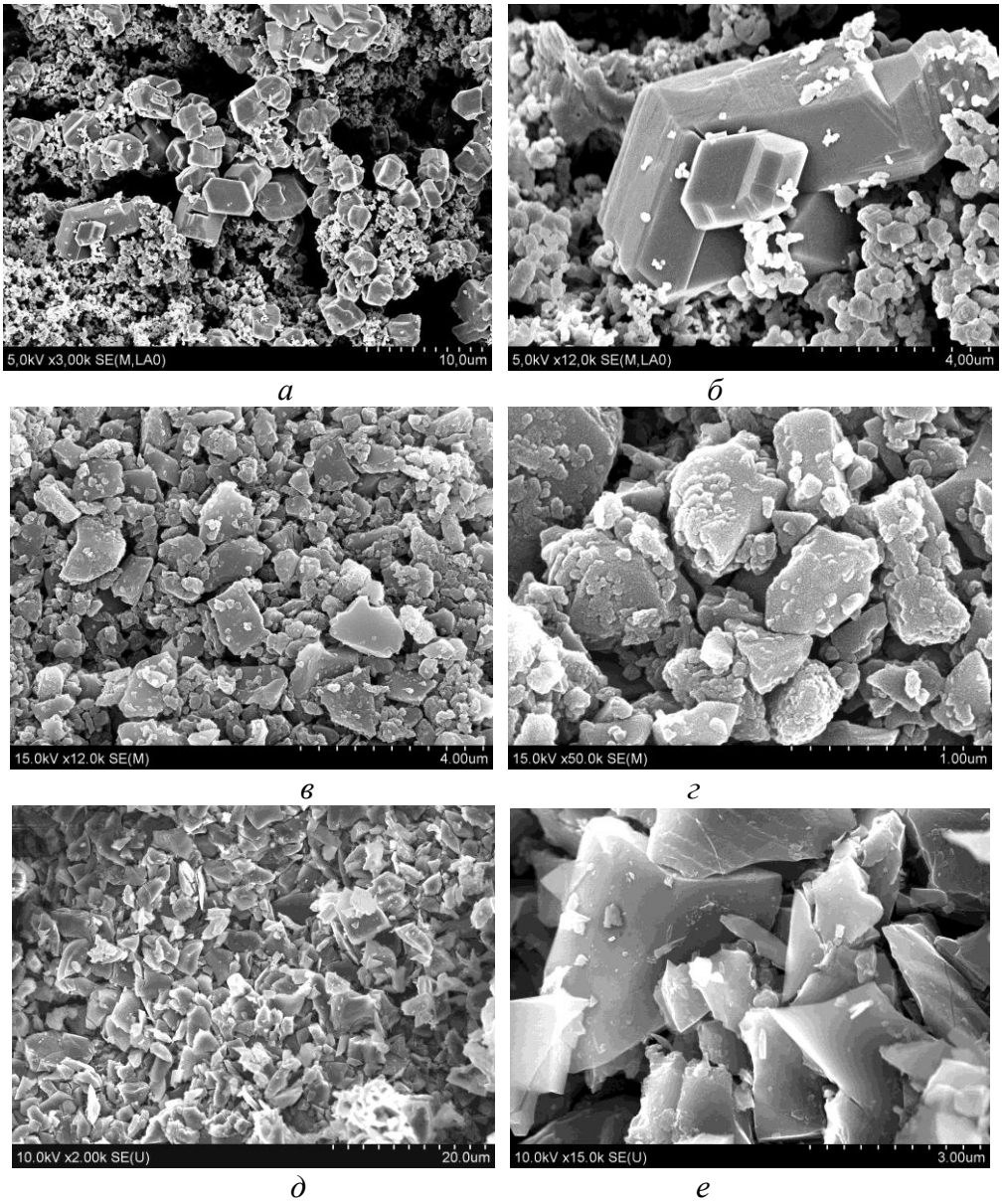
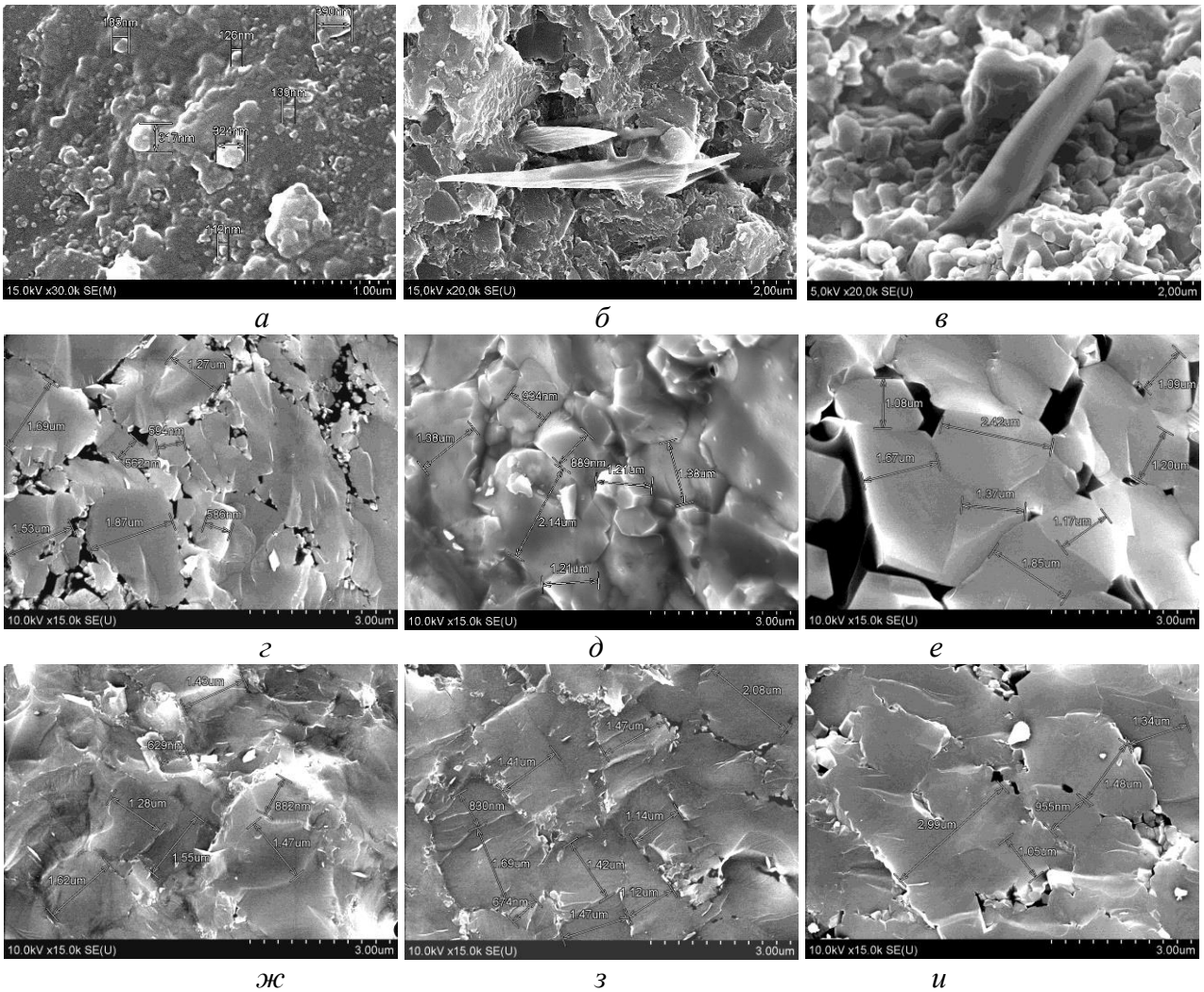


Рис. 1. Электронно-микроскопические изображения порошков карбида бора при различном увеличении: а (×3000), б (×12000) – B_4C (E); в (×12000), г (×50000) – B_4C (A) и д (×2000), е (×15000) – B_4C (S)

На рис. 2 представлена микроструктура образцов из различных порошков карбида бора, спеченных при давлениях 4 и 7,7 ГПа в интервале температур 1400–2000 ºС.



а *б* *в*

г *д* *е*

ж *з* *и*

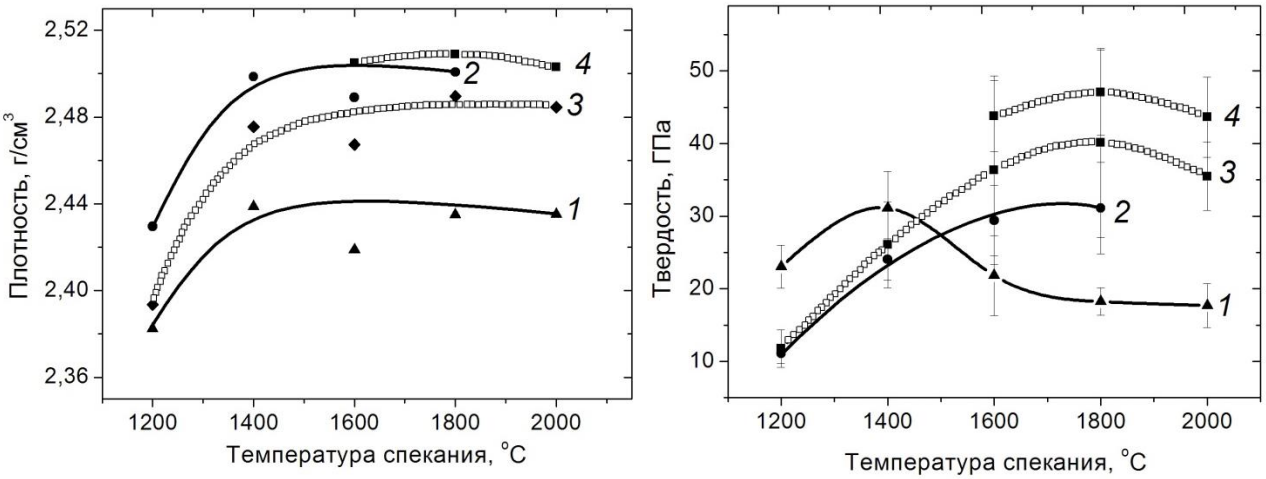
Рис. 2. Микроструктура образцов карбида бора B_4C (E) (а), B_4C (A) (б, в,) и B_4C (S) (г–и), спеченных при давлениях 4 ГПа (а–е), 7,7 ГПа (ж–и) и температурах, ºС: а – 1400; г, ж – 1600; б, в, д, з – 1800; е, и – 2000

Установлено, что в процессе спекания под давлением 4 ГПа при увеличении температуры от 1400 до 1800 °С размер зерна в структуре материала уменьшается: для образцов B_4C (A) с 0,04–1,62 мкм до 0,01–1,33 мкм, для образцов B_4C (E) – с 0,27–0,63 мкм до 0,07–0,39 мкм и для B_4C (S) с 0,6–2,4 мкм до 0,5–1,33 мкм.

Для микроструктуры образцов B_4C (A) характерно наличие игл (рис. 2 *б, в*). Зеренная структура образцов B_4C (S), полученных при давлении 4 ГПа, является неоднородной в интервале температур спекания 1600–2000 °С (рис. 2 *г, д, е*). Структурные изменения для образцов B_4C (S), полученных при давлении 4 ГПа, в зависимости от температуры спекания показаны на рис. 2 *г, д, е*. В образцах, спеченных при 1600 °С, наблюдается первичная

рекристаллизация: на межзеренных границах деформированных зерен со средним размером D ~ 1,5 мкм видны зародыши новых зерен с размером ~ 0,1–0,2 мкм и поры (рис. 2 *г*). С повышением температуры спекания до 1800 °С в процессе собирательной рекристаллизации происходит увеличение размеров мелких зерен. Формируется практически беспористая структура с размером зерен 0,5–2,1 мкм (рис. 2 *д*). При увеличении температуры спекания до 2000 °С наблюдается дальнейший рост зерен до размеров 1,0–3,1 мкм, а на стыках происходит порообразование (рис. 2 *е*).

На рис. 3 показаны изменения плотности (*а*) и твердости (*б*) образцов карбида бора, полученных в различных режимах спекания.



а *б*

Рис. 3. Зависимость плотности (а) и твердости (б) образцов карбида бора от температуры спекания: 1 – B_4C (A), 2 – B_4C (E), 3, 4 – B_4C (S) при давлениях 4 ГПа (1, 2, 3) и 7,7 ГПа (4)

Установлено, что при давлении 4 ГПа наибольшая плотность достигается у керамики, полученной из порошка B_4C (E) с бимодальным распределением частиц по размерам (270–300 нм и 4,5 мкм) (рис. 3 *а*), в отличие от образцов, спеченных из микронного B_4C (S) и субмикронного B_4C (A) порошков. Однако максимальное значение твердости (40 ГПа) получено у образцов из наиболее крупного порошка B_4C (S) (рис. 3 *б*), что может быть связано со стехиометрией исходного материала, т.е. с более высоким атомным отношением B/C = 4,2 по отношению к B_4C (E) (табл. 2). При спекании наиболее дисперсного порошка B_4C (A) с близким значением B/C = 4,3 характер изменения твердости от температуры спекания заметно отличается от других порошков карбида бора и ее максимальное значение достигается при более низкой температуре 1400 ºС (рис. 3 *б*).

Таким образом, используя более крупный порошок B_4C (S) в условиях высоких давлений (4 ГПа) и температур (Т = 1800 ºС), можно получить керамический материал с твердостью до 40 ГПа. Поэтому данный порошок был использован нами в дальнейшем для спекания под более высоким давлением 7,7 ГПа.

Микроструктура образцов, спеченных при давлении 7,7 ГПа, достаточно однородная (рис. 2 *ж, з, и*) и более плотная, чем при давлении 4 ГПа, с незначительным количеством

нанопор. С повышением температуры спекания наблюдается рост отдельных зерен: ~ 0,6 – 1,5 мкм (при 1600 ºС), ~ 0,8–1,5 (при 1800 ºС), 0,9–3,0 мкм (при 2000 ºС). Следует отметить, что характер разрушения у образцов, спеченных при температуре 1800 ºС и давлении 7,7 ГПа, транскристаллитный, в отличие от образцов, спеченных при этой же температуре, но при более низком давлении 4 ГПа, где наблюдается интеркристаллитное разрушение.

Используя более высокое давление 7,7 ГПа при спекании, можно повысить плотность за счет большего уплотнения исходного порошка, его дробления [20] и уменьшения пор в структуре материала. С увеличением температуры спекания до 1800 ºС при давлении 4 ГПа твердость полученной керамики возрастает практически монотонно вместе с плотностью, а с повышением давления спекания до 7,7 ГПа происходит их увеличение (рис. 3). При 1800 ºС формируется плотная структура (рис. 2 *д, з*) и достигаются максимальные значения плотности 2,49 и 2,51 г/см^3, твердости ~ 40 и ~ 47 ГПа, соответственно для давлений 4 и 7,7 ГПа. Для более высокого давления величина относительной плотности составляет 99,6 % от теоретического значения. Дальнейшее увеличение температуры спекания до 2000 º С приводит к незначительному снижению плотности и твердости образцов, что связано с процессами рекристаллизации.

Полученное нами значение твердости 40 ГПа для давления спекания 4 ГПа хорошо согласуется с результатами работ других авторов [18–21], а твердость образцов, спеченных при давлении 7,7 ГПа, значительно выше (47 ГПа). Можно полагать, что более высокая, чем в работе [21], твердость наших образцов карбида бора при одинаковой плотности, близкой к теоретическому значению, обусловлена большим давлением спекания, обеспечивающим более высокую прочность межзеренных границ. Основное отличие от известных методов состоит в том, что наша технология позволяет осуществлять нагрев до температуры спекания материала с очень высокой скоростью (~ до 2000–3000 ºС/мин). Такой высокоскоростной нагрев в сочетании с высокими давлениями и малой выдержкой при спекании позволяет значительно замедлить рост зерна, а в ряде случаев и полностью его исключить.

Выводы

Исследовано влияние дисперсности и элементного состава различных порошков карбида бора на их спекание при давлении 4 ГПа в интервале температур 1200 – 2000 º С. Установлено, что наибольшая плотность (2,50 г/см^3) достигается у керамики, полученной из порошка B_4C (E) с бимодальным распределением частиц по размерам (270 – 300 нм и 4,5 мкм). При спекании наиболее дисперсного порошка B_4C (A) с размером частиц 100 – 750 нм, содержащего незначительное количество более крупных размером до 3,7 мкм, максимальное значение твердости (~ 31 ГПа) достигалось в области более низких температур (1400 º С). Более твердые (40 ГПа) образцы получены из менее дисперсного порошка B_4C (S) с частицами осколочной формы со средним размером 3 – 5 мкм, содержащего незначительное количество мелких осколков размером ~ 200 нм и более крупных с размером до 12 мкм.

Изучено влияние величины давления 4 и 7,7 ГПа спекания на микроструктуру и физико-механические свойства спеченной керамики из менее дисперсного порошка B_4C (S). Установлено, что с увеличением давления от 4 до 7,7 ГПа плотность и твердость спеченных образцов карбида бора повышаются до 2,51 г/см^3 и 47 ГПа соответственно без существенного роста зерна в структуре материала. Это достигается за счет высокой скорости нагрева и малого времени спекания.

Основною метою цієї роботи було отримання високоякісного надтвердого керамічного матеріалу на основі карбіду бору спіканням під високим тиском без використання активуючих добавок. Досліджені мікроструктура, щільність і твердість по Віккерсу зразків, спечених з порошків карбіду бору різної дисперсності при тиску 4 ГПа в інтервалі температур 1200–2000 °С. Найкращою спікливість за вказаного тиску має порошок з бімодальним розподілом частинок. Встановлено, що зі збільшенням дисперсності порошку максимум на кривих залежності твердості зразків від температури спікання зсувається в бік більш низьких температур. Зразки з найбільш високою твердістю отримані з мікронного порошку з частинками осколкової форми розміром 3,0–12,0 мкм, і містить значну кількість дрібних осколків із середнім розміром ~ 0,2 мкм. Встановлено, що зі збільшенням тиску спікання до 7,7 ГПа щільність і твердість зразків карбіду бора підвищуються без істотного зростання зерна в структурі матеріалу. Це досягається за рахунок високої швидкості нагріву і малого часу спікання. Отримано високощільний надтвердий керамічний матеріал з карбіду бору з дрібнозернистою структурою (D ~ 0,5–1,3 мкм), відносною щільністю 99,6% і твердістю по Віккерсу HV1 47 ГПа. Отримані результати будуть використані при розробці нових композицій матеріалів різного призначення.

***Ключові слова**: карбід бору, спікання, високі тиски і температури, щільність, твердість*

V. S. Urbanovich, N. V. Shipilo, L. Jaworska, S. Cygan,
M. Rosmus, B. Matovic, S. V. Grigoriev, V. S. Niss

EFFECT OF DISPERSITY OF POWDER, PRESSURE AND SINTERING TEMPERATURES FOR MICROSTRUCTURE AND PHYSICO-MECHANICAL PROPERTIES OF BORON CARBIDE CERAMICS

The main purpose of this work was to obtain a high-density superhard ceramic material based on boron carbide by sintering under high pressure without the use of activating additives. The microstructure, density and Vickers hardness of samples sintered from boron carbide powders of various dispersities at a pressure of 4 GPa in the temperature interval 1200–2000 °C were investigated. The powder with a bimodal particle distribution exhibits the best sinterability at this pressure. It was established that with an increase in the dispersion of the powder, the maximum on the curves of the dependence of the hardness of the samples on the sintering temperature shifts toward more low temperatures. Samples with the highest hardness were obtained from a micron powder with particles of fragment size ranging from 3.0 to 12.0 μm, and containing a significant number of fine fragments with an average size of ~ 0.2 μm. It was found that with increasing sintering pressure to 7.7 GPa, the density and hardness of boron carbide samples increase without significant grain growth in the material structure. This is achieved by a high heating rate and a short sintering time. A highly density superhard ceramic material made of boron carbide with a fine-grained structure (D ~ 0,5–1,3 μm), a relative density of 99.6 %, and a Vickers hardness HV1 47 GPa was obtained. The obtained results will be used in the development of new composite materials for various applications with usage of high pressure sintering with free of activating additives.

***Key words**: boron carbide, sintering, high pressures and high temperatures, density, hardness*

Литература

1. Микро- и наноразмерный карбид бора: синтез, структура и свойства / Р. А. Андриевский // Успехи химии. – 2012. – 81. – № 6. – С. 549–559.
2. Сверхлегкие керамические бронезащитные материалы, получаемые с применением наноструктурных механоактивированных порошков карбида бора / Кременчугский М. В., Савкин Г. Г., Малинов В. И. и др. // Российские нанотехнологии. – 2008. –3. – № 3/4. – С. 141–146.

3. Suri A. K., Subramanian C., Sonber J. K., Murthy T. S. R. C. Synthesis and consolidation of boron carbide: a review // Int. Mater. Rev. – 2010. – 55. – 1. – P. 4–40.
4. Jianxin D. Erosion wear of boron carbide ceramic nozzles by abrasive air-jets // Mater. Sci. Eng. A. – 2005. – 408. – N 1/2. – P. 227–233.
5. Sonber J. K., Murthy T. S. R. C., Subramanian C., et al. Densification and Characterization of Boron Carbide // Trans. Ind. Ceram. Soc. – 2013. – 72. – N 2. – P. 100–107.
6. Zhang X., Gao H., Zhang Z., et al. Effects of pressure on densification behaviour, microstructures and mechanical properties of boron carbide ceramics fabricated by hot pressing // Ceram Int. – 2017. – 43. – N 8. – P. 6345–6352.
7. Ghosh D., Subhash G., Sudarshan T. S., et al. Dynamic indentation response of fine-grained boron carbide // J. Am. Ceram. Soc. – 2007. – 90. – № 6. – P. 1850–1857.
8. Hayun S., Paris V., Driel M. P., Frage N., Zaretzky E. Static and dynamic mechanical properties of boron carbide processed by spark plasma sintering // J. Eur. Ceram. Soc. – 2009. – 29. – N 16. – P. 3395–3400.
9. Moshtaghioun B. M. Effect of spark plasma sintering parameters on microstructure and room-temperature hardness and toughness of fine-grained boron carbide (B_4C) // J. Eur. Ceram. Soc. – 2013. – 33. – N 2. – P. 361–369.
10. Li X., Jiang D., Zhang J., Huang Z. Densifi cation behavior and related phenomena of spark plasma sintered boron carbide // Ceram. Int. – 2014. – 40. – № 3. – P. 4359–4366.
11. Moshtaghioun B. M., Cumbrera F. L., Ortiz A. L., Castillo-Rodríguez M., Gómez-García D. Additive-free superhard B_4C with ultrafine-grained dense microstructures // J. Eur. Ceram. Soc. – 2014. – 34. – N 3. – P. 841–848.
12. Badica P., Grasso S., Borodianska H., Vasylkiv O. Tough and dense boron carbide obtained by high-pressure (300 MPa) and low-temperature (1600 °C) spark plasma sintering // J. Ceram. Soc. Jpn. – 2014. – 122. – N 1424. – P. 271–275.
13. Sairam K., Sonber J. K., Murthy T. S. R. C., Subramanian C., Fotedar R. K., Nanekar P., Hubli R.C. Influence of spark plasma sintering parameters on densification and mechanical properties of boron carbide // Int. J. Refract. Met. Hard Mater. – 2014. – 42. – P. 185–192.
14. Ji W., Rehman S. S., Wang W., Wang H., Wang Y., Zhang J., Zhang F., Fu Z. Sintering boron carbide ceramics without grain growth by plastic deformation as the dominant densification mechanism // Sci Rep. – 2015. – 5. – P. 1–8.
15. Moshtaghiouna B. M., Ortizb A. L, Gómez-Garcíaa D., Domínguez-Rodrígueza A. Densification of B_4C nanopowder with nanograin retention by spark-plasma sintering // J. Eur. Ceram. Soc. – 2015. – 35. – N 6. – P. 1991–1998.
16. Хасанов А. О. Разработка составов и технологии спарк-плазменного спекания керамических материалов, композитов на основе микро- и нанопорошков B_4C: диссертация на соискание уч. степени канд. техн. наук: спец. 05.17.11 «Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов». – Томск, 2015. – 201 с.

17. Moshtaghioun B. M, Gomez-Garcia D, Dominguez-Rodriguez A, et al. Grain size dependence of hardness and fracture toughness in pure near fully-dense boron carbide ceramics // J. Eur. Ceram. Soc. – 2016. – 36. – N 7. – P. 1829–1834.
18. Стратийчук Д. А., Шульженко А. А., Белявина Н. Н, Маркив В. Я. Формирование сверхтвердой керамики на основе карбида бора в условиях высокого давления // Сверхтвердые материалы. – 2003. – № 4. – С. 11–15.
19. Shul`zhenko A. A., Stratiichuk D. A., Oleinik G. S., et al. Formation of polycrystalline boron carbide B_4C with elevated fracture toughness // Powder Metallurgy and Metal Ceramics. – 2005. – 44. – N 1/2. – P. 75–83.
20. Стратийчук Д. А. Особенности спекания B_4C в условиях высоких давлений // В сб.: «УкрНДІ Вогнетривів ім. А. С. Бережного». – Харьков, 2010. – С. 119.
21. Liu L., Li X., He Q., et al. Sintering dense boron carbide without grain growth under high pressure // J. Am. Ceram. Soc. – 2018. – 101. – P. 1289–1297.
22. Niihara K., Nakahira A., Hirai T. The Effect of Stoichiometry on Mechanical Properties of Boron Carbide // J. Am. Ceram. Soc. – 1984. – 67. – N 1. – P. 13–14.
23. Физико-механические свойства β-Si_3N_4, спеченного при высоких давлениях / В. С. Урбанович, В. С. Нисс, С. В. Григорьев, P. Klimczyk, L. Jaworska, S. Cygan, Л. В. Судник, Т. Д. Маликина // Физика и техника высоких давлений. – 2017. – 27. – № 2. – С. 108–117.
24. Klimczyk P., Figiel P., Petrusha I., Olszyna A. Cubic boron nitride based composites for cutting applications // Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering. – 2011. – 44. – N 2. − P. 198−204.
25. Urbanovich V. S., Shkatulo G. G. Computerized System for the Sintering of Nanoceramics at High Pressures. Powder Metallurgy and Metal Ceramics. – 2003. – 42. – N 1/2, − P. 19–23.

Поступила 03.08.18

References

1. Andriyevskii, R. A. (2012). Mikro- i nanorazmernyi karbid bora: sintez, struktura i svoistva. *Uspekhi khimii. – The success of chemistry, Vol. 81, 6,* 549–559 [in Russian].
2. Kremenchugskii, M. V., Savkin, G. G., Malinov, V. I., et al. (2008). Sverkhlegkie keramicheskie bronezashchitnye materialy, poluchaemye s primeneniem nanostrukturnykh mekhanoaktivirovannykh poroshkov karbida bora. *Rossiiskie nanotekhnologii. – Russian nanotechnology, Vol. 3, 3/4,* 141–146 [in Russian].
3. Suri, A. K., Subramanian, C., Sonber, J. K., & Murthy, T.S.R.C. (2010). Synthesis and consolidation of boron carbide: a review. *Int. Mater. Rev., Vol. 55, 1,* 4–40.
4. Jianxin, D. (2005). Erosion wear of boron carbide ceramic nozzles by abrasive air-jets. *Mater. Sci. Eng. A, Vol. 408, 1/2,* 227–233.
5. Sonber, J. K, Murthy, T. S. R. C., Subramanian, C, et al. (2013). Densification and Characterization of Boron Carbide. *Trans. Ind. Ceram. Soc., Vol. 72, 2,* 100–107.

6. Zhang, X., Gao, H., Zhang, Z., et al. (2017). Effects of pressure on densification behaviour, microstructures and mechanical properties of boron carbide ceramics fabricated by hot pressing. *Ceram Int., Vol. 43, 8,* 6345–6352.
7. Ghosh, D., Subhash, G., Sudarshan, T. S., et al. (2007). Dynamic indentation response of fine-grained boron carbide. *J. Am. Ceram. Soc., Vol. 90, 6,* 1850–1857.
8. Hayun, S., Paris, V., Driel, M. P., Frage, N., & Zaretzky, E. (2009). Static and dynamic mechanical properties of boron carbide processed by spark plasma sintering. *J. Eur. Ceram. Soc., Vol. 29, 16,* 3395–3400.
9. Moshtaghioun, B. M. (2013). Effect of spark plasma sintering parameters on microstructure and room-temperature hardness and toughness of fine-grained boron carbide (B_4C). *J. Eur. Ceram. Soc., Vol. 33, 2,* 361–369.
10. Li, X., Jiang, D., Zhang, J., & Huang, Z. (2014). Densifi cation behavior and related phenomena of spark plasma sintered boron carbide. *Ceram. Int., Vol. 40, 3,* 4359–4366.
11. Moshtaghioun, B. M., Cumbrera, F. L., Ortiz, A. L., Castillo-Rodríguez, M., & Gómez-García, D. (2014). Additive-free superhard B_4C with ultrafine-grained dense microstructures. *J. Eur. Ceram. Soc., Vol. 34, 3,* 841–848.
12. Badica, P., Grasso, S., Borodianska, H., & Vasylkiv, O. (2014). Tough and dense boron carbide obtained by high-pressure (300 MPa) and low-temperature (1600 °C) spark plasma sintering. *J. Ceram. Soc. Jpn., Vol. 122, 1424,* 271–275.
13. Sairam, K., Sonber, J. K., Murthy, T. S. R. C., Subramanian, C., Fotedar, R. K., Nanekar, P., & Hubli, R. C. (2014). Influence of spark plasma sintering parameters on densification and mechanical properties of boron carbide. *Int. J. Refract. Met. Hard Mater., Vol . 42,* 185–192.
14. Ji, W., Rehman, S. S., Wang, W., Wang, H., Wang, Y., Zhang, J., Zhang, F., & Fu, Z. (2015). Sintering boron carbide ceramics without grain growth by plastic deformation as the dominant densification mechanism. *Sci Rep., Vol. 5, 1* –8.
15. Moshtaghiouna, B. M., Ortizb, A. L, Gómez-Garcíaa, D., & Domínguez-Rodrígueza, A. (2015). Densification of B_4C nanopowder with nanograin retention by spark-plasma sintering. *J. Eur. Ceram. Soc., Vol. 35, 6,* 1991–1998.
16. Khasanov, A. O. (2015). Razrabotka sostavov i tekhnologii spark-plazmennogo spekaniia keramicheskikh materialov, kompozitov na osnove mikro- i nanoporoshkov B_4C [Development of compositions and technology of spark-plasma sintering of ceramic materials, composites based on micro- and nanopowders B_4C]. *Candidate's thesis*. Tomsk [in Russian].
17. Moshtaghioun, B. M, Gomez-Garcia, D, Dominguez-Rodriguez, A, et al. (2016). Grain size dependence of hardness and fracture toughness in pure near fully-dense boron carbide ceramics. *J. Eur. Ceram. Soc., Vol. 36, 7,* 1829–1834.
18. Stratiichuk, D. A., Shul'zhenko, A. A., Beliavina, N. N., & Markiv, V. YA. (2003). Formirovanie sverkhtverdoi keramiki na osnove karbida bora v usloviiakh vysokogo davleniia. *Sverkhtverdye materialy. – Superhard materials, 4,* 11–15 [in Russian].

19. Shul'zhenko, A. A., Stratiichuk, D. A., Oleinik, G. S., et al. (2005). Formation of polycrystalline boron carbide B_4C with elevated fracture toughness. *Powder metallurgy and metal ceramics, Vol. 44, 1/2,* 75–83.
20. Stratiichuk, D. A. (2010). Osobennosti spekaniia B_4C v usloviiakh vysokikh davlenii [Features of sintering B_4C under high pressure conditions]. Proceedings: *V sbornike «UkrNDI Vognetriviv im. A. S. Berezhnogo»* (p. 119). Kharkiv [in Russian].
21. Liu, L., Li, X., He, Q., et al. (2018). Sintering dense boron carbide without grain growth under high pressure. *J. Am. Ceram. Soc., Vol. 101,* 1289–1297.
22. Niihara, K., Nakahira, A., & Hirai, T. (1984). The Effect of Stoichiometry on Mechanical Properties of Boron Carbide. *J. Am. Ceram. Soc., Vol. 67, 1,* 13–14.
23. Urbanovich, V. S., Niss, V. S., Grigor`ev, S. V., et al. (2017). Fiziko-mekhanicheskie svoistva β-Si_3N_4, spechennogo pri vysokikh davleniiakh. *Fizika i tekhnika vysokikh davlenii. – High Pressure Physics and Techniques, Vol. 27, 2,* 108-117.
24. Klimczyk P., Figiel P., Petrusha I., & Olszyna A. (2011). Cubic boron nitride based composites for cutting applications. *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering. Vol. 44, 2,* 198−204.
25. Urbanovich V. S., & Shkatulo G. G. (2003). Computerized System for the Sintering of Nanoceramics at High Pressures. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics, Vol. 42, 1/2,* 19−23.

Раздел 3

РАЗРАБОТКА И ВНЕДРЕНИЕ ОБОРУДОВАНИЯ И ИНСТРУМЕНТА, ОСНАЩЕННОГО ТВЕРДЫМИ СПЛАВАМИ, В РАЗЛИЧНЫХ ОТРАСЛЯХ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

УДК 669.018.25

І. О. Гнатенко, канд. техн. наук; **В. П. Бондаренко,** член-кор. НАН України;
О. І. Боримський, І. В. Андреєв, кандидати технічних наук

Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України,
вул. Автозаводська, 2, 04074 м. Київ, e-mail: gnatenko_i@ukr.net

ВПЛИВ ТЕРМОБАРИЧНОЇ ОБРОБКИ НА СТРУКТУРУ ТВЕРДОГО СПЛАВУ WC—4Co

Наведено результати досліджень обробки твердого сплаву WC–4Co в умовах високого тиску (4,5 ГПа) і температури (1310–1450 °С). Обробку попередньо спечених у вакуумі зразків здійснювали в апараті високого тиску. Дослідження мікроструктури зразків твердого сплаву здійснювали методами металографічного аналізу. Показано, що термобарична обробка твердого сплаву призводить до зниження рівня пористості та зменшення дефектів у структурі обробленого в умовах високого тиску твердого сплаву. Результати дослідження можуть бути корисними в галузі розробки конструкційних елементів апаратів високого тиску для синтезу та спікання надтвердих матеріалів.

Ключові слова: *твердий сплав, спікання, високий тиск, структура.*

Актуальність роботи

Спечені тверді сплави системи WC–Co часто застосовуються як елементи конструкцій різних інструментів і обладнання. Незважаючи на широкий спектр знань та відомостей про природу, властивості, особливості виготовлення твердих сплавів, які дають змогу отримувати сплави з високими експлуатаційними характеристиками, підвищення їхньої якості є досі актуальним завданням. З метою підвищення якості твердого сплаву використовують різні технологічні прийоми, такі як легування карбідами тугоплавких металів, термокомпресійна та термічна обробки.

Відомо, що термокомпресійна обробка сприяє зменшенню залишкової мікропористості твердих сплавів, що може утворюватись внаслідок багатьох технологічних факторів під час спікання. Термокомпресійна обробка істотно підвищує експлуатаційні властивості металообробного інструменту [1–3]. Термічна обробка дає змогу підвищити експлуатаційну стійкість робочих елементів апаратів високого тиску (АВТ) у декілька разів [4, 5]. Вплив термокомпресійної обробки на властивості робочих елементів АВТ вивчено недостатньо. Основним матеріалом, що застосовується для виготовлення робочих елементів апаратів високого тиску (до 12 ГПа) є сплав типу WC–Co із вмістом кобальту 3–8% (за масою). Вивчення змін структурних характеристик твердих сплавів, що працюють в умовах високих тисків, є актуальним завданням з погляду розуміння процесів, що відбуваються у твердому сплаві, а також визначення способів підвищення експлуатаційної стійкості конструкційних елементів апаратів високого тиску. У цій роботі здійснено спробу аналізу впливу високого тиску (4,5 ГПа) за різних температур (1310 ºС, 1380 ºС та 1450 ºС) на структурні характеристики твердого сплаву WC–4Co.

Методика експерименту

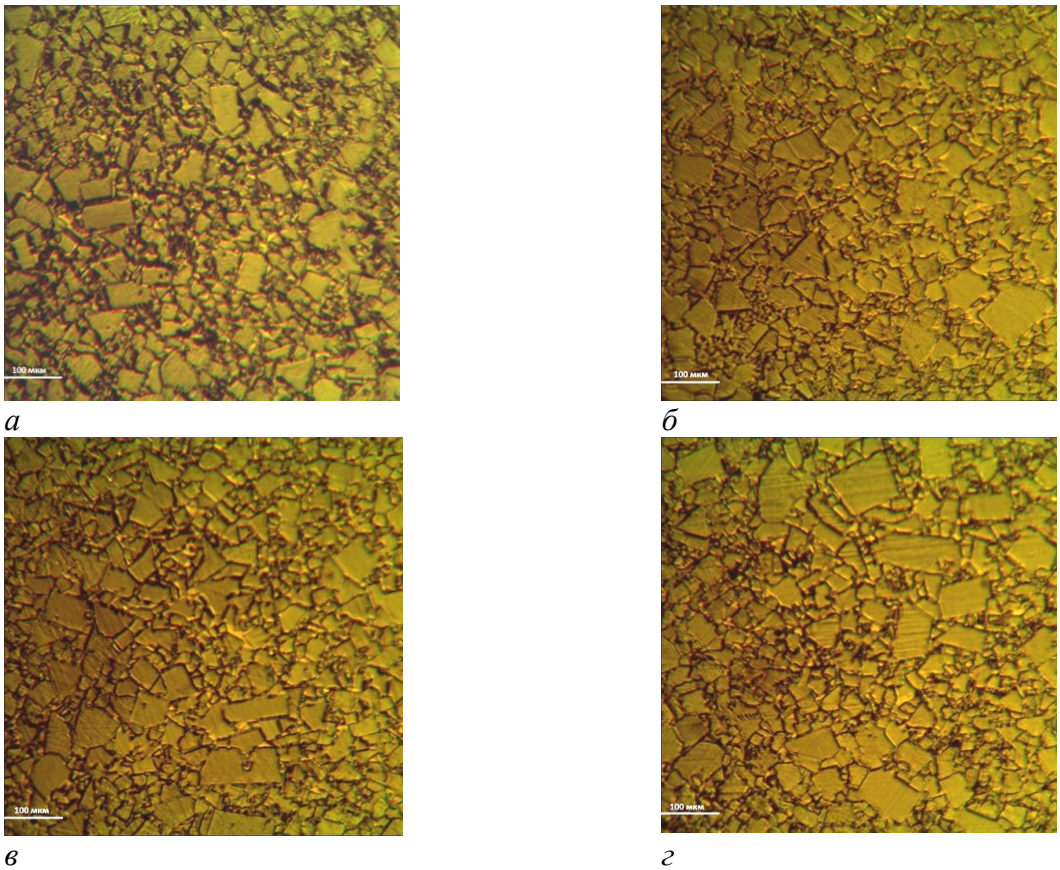
Для проведення досліджень щодо впливу високого тиску на структуру і властивості твердого сплаву типу WC–4Co було виготовлено зразки сплаву методом вакуумного спікання. Приготування дослідних зразків здійснювали за загальноприйнятою методикою. Порошки карбіду WC та Co у відповідних пропорціях було розмелено у кульовому млині

протягом 48 годин. Отриману суміш пластифікували шляхом замішування з розчином каучуку в бензині. Пресування зразків Ø 10 мм і h=10 мм проводили на гідравлічному пресі з тиском 200 МПа. Температура спікання становила 1470 °С, витримка – 30 хв. Тиск газового середовища під час спікання становив 2,6 Па. Розміри спечених зразків після спікання становили ∅ 8 мм; h=8 мм. Коефіцієнт усадки становив 1,25. Спечені зразки піддавалися обробці тиском в АВТ типу «ковадло з заглибленням». Тиск під час обробки становив 4,5 ГПа за температури 1310; 1380 та 1450 °С, витримка становила 60 с.

На досліджуваних зразках до (зразок № 1) і після обробки тиском (зразки №№ 2–4) на мікроскопі МИМ-8 при збільшенні ×1000 визначали структурні характеристики: мікропористість, вміст вільного вуглецю, наявність η_1- фази, товщина прошарків Со-зв'язки, середній розмір карбідного зерна та рівномірність їхнього розподілу. Виявлення структури здійснено шляхом хімічного травлення поверхні шліфа зразків реактивом «Муракамі» (4 хв.) та насиченим розчином хлорного заліза $FeCl_3$ в соляній кислоті (0,5 хв.) [6]. Для визначення структурних характеристик твердих сплавів, таких як середній розмір зерен карбідної фази (d_{WC}) та товщина кобальтових прошарків (l_{Co}), аналізували 5 полів зору (розмірами 60×60 мкм) для кожного зразка. Результати вимірювань зводили до таблиць.

Результати металографічного дослідження

Встановлено, що η_1- фаза у всіх зразках відсутня (рис. 1).



а *б*

в *г*

Рис. 1. Мікроструктура твердого сплаву WC–4Co: а – вихідний, б–г – оброблений тиском за температури: б – 1310 ºС; в – 1380 ºС; г – 1450 ºС

З рис. 1 видно, що структура вільно спеченого сплаву WC–4Co дещо відрізняється від сплавів, допечених під тиском.

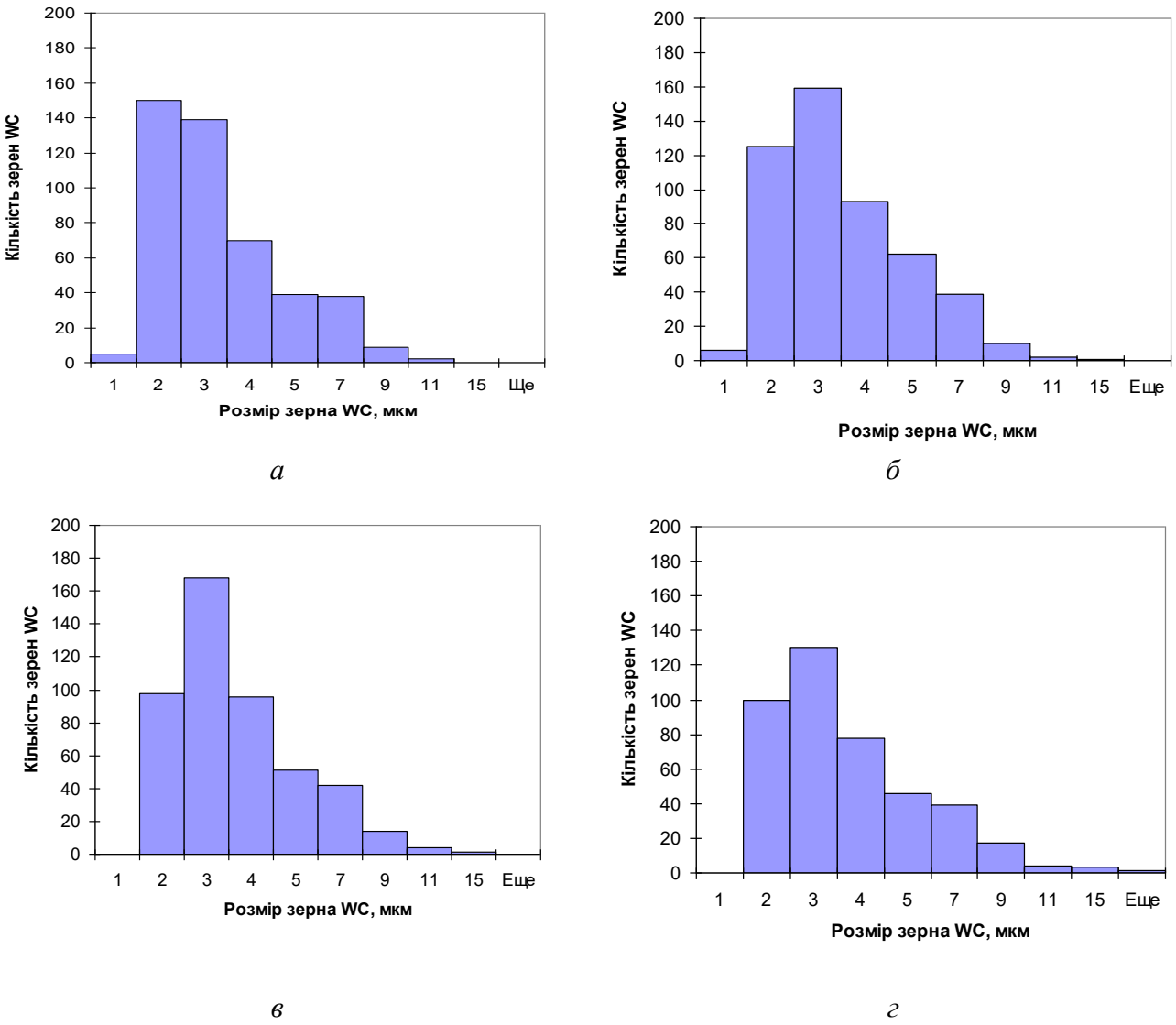
Значення пористості, вмісту графіту і середнього розміру зерна WC наведено в табл. 1.

Таблиця 1. **Результати металографічних досліджень зразків твердих сплавів WC–4Co, спечених за різних умов**

№ зразка	Умови спікання	Пористість%	Вміст графіту	Середній розмір зерна WC, d_{WC}, мкм
1	Вільне спікання у вакуумі, 1470 ºС	А 4-0,06	0,4 %	2,9
2	Вільне спіканні у вакуумі + баротермічна обробка, 1310 ºС	А 1-0,02; А 2-0,04	немає	3,1
3	Вільне спіканні у вакуумі + баротермічна обробка, 1380 ºС	А 1-0,02	немає	3,2
4	Вільне спіканні у вакуумі + баротермічна обробка, 1450 ºС	А 1-0,02	немає	3,4

З табл. 1 видно, що за умови прикладення тиску загальна пористість зразка зменшується з 0,06 % (вільно спечений сплав) до 0,02 % (допечені під тиском сплави). Розміри мікропор до 10 мкм (А1 за шкалою пористості). У структурі вихідного зразка (вільно спечений сплав) наявний графіт, а в зразках, допечених під тиском, графіту не виявлено. Також було встановлено, що середній розмір зерен карбіду вольфраму у досліджуваних зразках після обробки тиском дещо збільшується, причому чим вища температура допікання, тим більший середній розмір зерна. Проте зміна середнього розміру не суттєва і змінюється в межах однієї зернистості сплаву. Розподіл за розмірами карбідних зерен в досліджуваних сплавах наведено на рис. 2, 3.

З рис. 2, 3 випливає, що розподіл зерен WC вихідного сплаву і сплавів після допікання подібні. Водночас слід зазначити, що у вихідного сплаву та сплаву, допеченого за температури 1310 ºС, у структурі наявні зерна розмірами до 1 мкм, а в сплавах, допечених за більш високих температур, вони відсутні. З наведеного на рис. 3 розподілу видно, що підвищення температури допікання до 1450 ºС призводить до істотного збільшення окремих зерен WC, розміри яких сягають 15–20 мкм. У вихідному стані до обробки тиском в структурі сплаву спостерігається більший вміст дрібних (1–2 мкм) зерен, що становить 30–35% від загальної кількості. З прикладенням тиску та допікання кількість таких зерен зменшується до 20–25%. Такі зміни в структурі і відображаються на значеннях середнього розміру зерна сплаву.



а *б*

в *г*

Рис. 2. Розподіл карбідних зерен в структурі твердого сплаву WC–4Co: а - вихідний, (б–г) – оброблений тиском за температури: б – 1310 ºС; в – 1380 ºС; г – 1450 ºС

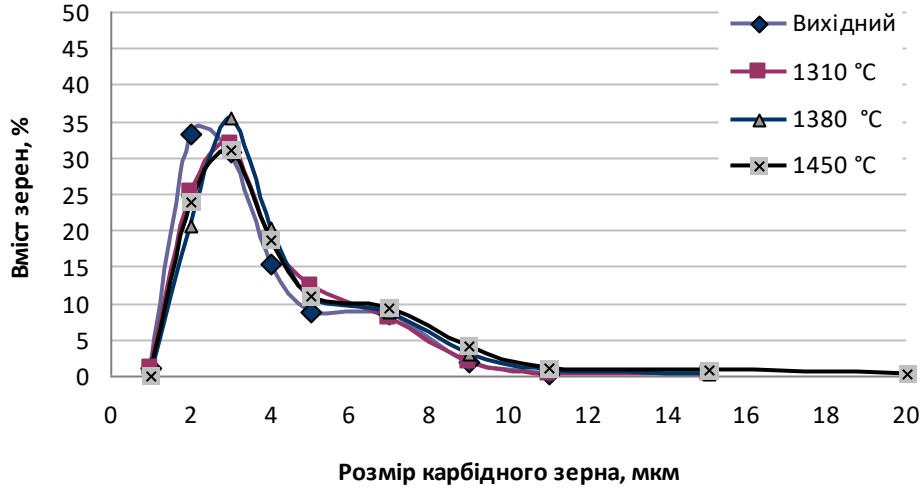


Рис. 3. Зміна розподілу карбідних зерен за розмірами в структурі спеченого твердого сплаву WC–4Co залежно від температури додаткової обробки тиском

Розподіл ширини прошарків зв'язуючої фази наведено на рис. 4.

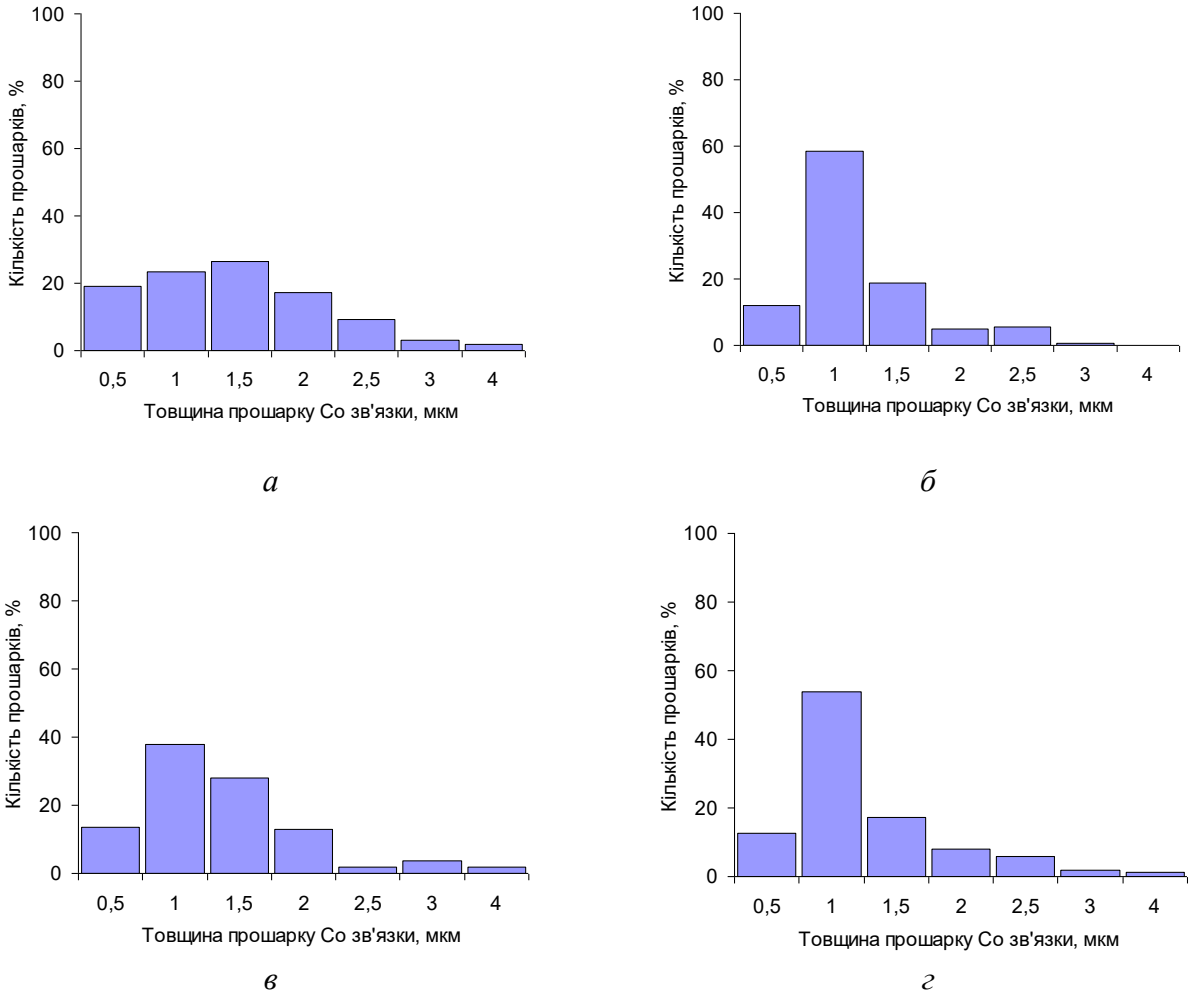


Рис. 4. Розподіл товщини прошарків Со-зв'язки в структурі твердого сплаву WC–4Co: а – вихідний, (б–г) – оброблений тиском за температури: б – 1310 ℃; в – 1380 ℃; г – 1450 ℃

З наведених на рис. 4 розподілів прошарків Со можна зробити висновок, що прикладення тиску під час допікання призводить до зменшення кількості прошарків товщиною 0,5 мкм з 30 до 20%, та до істотного збільшення кількості прошарків Со товщиною 1 мкм. Зіставлення середнього значення товщини прошарків Со з середнім розміром зерна сплаву за різних умов спікання твердого сплаву WC–4Co наведено на рис. 5.

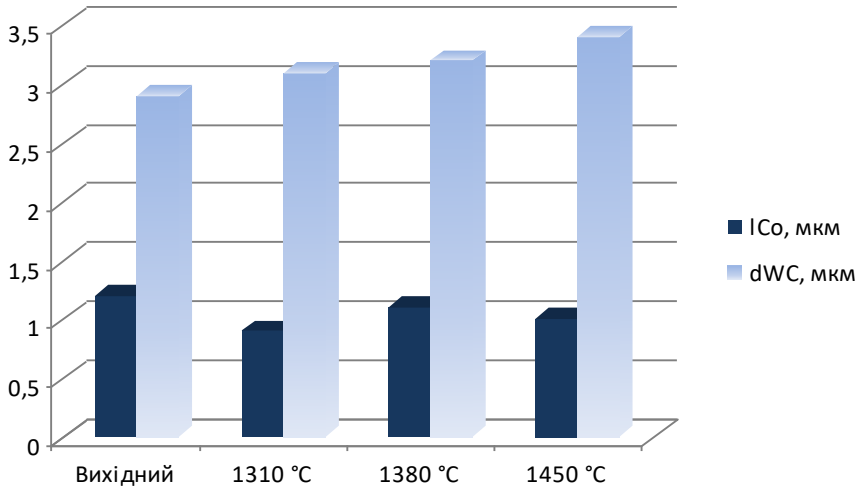


Рис. 5. Зміна товщини прошарків Co–зв'язки (l_{Co}) та середнього розміру зерна WC (d_{WC}) залежно від умов спікання твердого сплаву WC–4Co

З рис. 5 видно, що з прикладенням тиску та температури під час допікання твердого сплаву WC–4Co відбувається прямопропорційне збільшення середнього розміру зерна WC, а середня товщина прошарків Co–зв'язки від температури допікання має складний характер, бо на її величину по різному впливають тиск і температура.

Товщина прошарків Co–фази змінюється за складним законом. За температури 1310 ºС зменшується кількість як прошарків товщиною 0,5 мкм, так і товщиною 2,5–4,0 мкм, бо збільшення зерен WC ще незначне. За температури 1380 ºС і 1450 ºС тиск і ріст зерен WC складно впливають на товщину прошарків Co–зв'язки. Кількість прошарків товщиною 2,5 мкм за 1380 ºС продовжує зменшуватись, але кількість прошарків товщиною 3 і 4 мкм починає збільшуватися завдяки збільшенню кількості крупних (9–15 мкм) зерен WC. За 1450 ºС кількість прошарків товщиною 2,5 мкм знову збільшується.

Висновки

Застосування тиску до 4,5 ГПа за температур допікання в діапазоні існування рідкої фази дає змогу зменшити загальну мікропористість твердих сплавів з рівня А4 до рівня А1 внаслідок проникнення рідкої фази в пори.

З підвищенням температури допікання середній розмір зерен WC закономірно збільшується, тому що вплив температури перевищує вплив тиску. Товщина прошарків Co–фази під час допікання зумовлюється трьома факторами: температурою, розміром зерна і кількістю рідкої фази. Тому залежність товщини Co фази від температури допікання не є монотонною.

Для більш точного визначення впливу умов допікання на товщину прошарків необхідні додаткові спеціальні експерименти.

Приведены результаты исследований в области обработки твердого сплава типа WC–4Co в условиях высокого давления (4,5 ГПа) и температуры (1310–1450 °С). Обработку предварительно спеченных в вакууме образцов проводили в аппарате высокого давления. Исследование микроструктуры образцов твердого сплава проводили методами металлографического анализа. Показано, что термобарическая обработка твердого сплава приводит к снижению уровня общей

пористости и уменьшению числа дефектов в структуре обработанного в условиях высокого давления твердого сплава. Результаты исследования могут быть полезны в области разработки технологий изготовления конструкционных элементов аппаратов высокого давления для синтеза и спекания сверхтвердых материалов.

Ключевые слова: *твердый сплав, спекание, высокое давление, структура.*

I. O. Hnatenko, V. P. Bondarenko, O. I. Borymsky, I. V. Andreiev

THE INFLUENCE OF A BAROTHERMAL TREATMENT ON THE STRUCTURE OF CEMENTED CARBIDE WC–4Co

The results of researches of treatment of cemented carbide WC–4Co under high pressure (4.5 GPa) and temperature (1310–1450 ° C) are observed. Processing of pre-sintered samples in a vacuum was carried out in a high pressure apparatus. The studying of the microstructure of samples of cemented carbides was carried out by methods of metallographic analysis. It is shown that barothermal treatment of cemented carbide leads to a decrease in the porosity and defects in the structure of the cemented carbide processed under high pressure conditions. The results of the study may be useful in the development of structural elements of high pressure apparatus for the synthesis and sintering of superhard materials.

Key words: *cemented carbide, sintering, high pressure, structure.*

Література

1. Прокопив Н. М., Бондаренко В. П., Харченко О. В., Гнатенко И. А. Влияние термокомпрессионной обработки на структуру и свойства сплава WC–Co с добавками Cr_3C_2 // Сверхтв. материалы. – 2006. – № 6 – С. 47–51.
2. Grewe H., Osterman G. Hot isostatic secondary compression of hardmetals // Technis chemitteilungen Krupp: Farschung berichte. – 2001. – 35, N 1. – P. 51–58.
3. Лаптев А. В., Пономарев С. С., Очкас Л. Ф. Особенности структуры и свойств сплава 84 % WC–16 % Co, полученного горячем прессованием в твердой и жидкой фазах // Порошковая металлургия. – 2001. – № 9/10. – С. 3–13.
4. Лошак М. Г., Александрова Л. И. Упрочнение твердых сплавов. – Киев: Наукова думка, 1977. – 148 с.
5. Лошак М. Г. Прочность и долговечность твердых сплавов. – Киев: Наукова думка, 1984. – 328 с.
6. Гнатенко І. О. Удосконалення методу оцінювання стану карбідного скелета вольфрамових твердих сплавів і визначення впливу технологічних факторів на нього: автореф. на здобуття ступеня канд. техн. наук за спеціальністю 05.02.01- «Матеріалознавство» – Київ, 2017 . – 168 с.

Надійшла 15.06.18

References

1. Prokopiv, N. M., Bondarenko, V. P., Kharchenko, O.V., and Gnatenko, I. A. (2006). Effect of the thermal-compression machining on the structure and properties of the WC–Co alloy with the Cr3C2 additives, *Superhard Mater., Vol. 28, 6,* 47–51.
2. Grewe, H., & Osterman, G., (2001). Hot isostatic secondary compression of hardmetals, *Technische Mitteilungen Krupp: Farschungberichte, Vol. 35, 1,* 51–58.
3. 3.Laptev, A. V., Ponomarev, C. C., & Ochkas, L. F.(2001). Osobennosti struktury i svoistva splava 84 % WC–16 % Co, poluchennogo goriachim pressovaniem v tverdoi I zhidkoi fazakh [Peculiarities of the structure and properties of the alloy 84% WC–16%

Co, produced by pressing in the solid and liquid phases], *Powder Metallurgy, 9/10,* 3–13[in Russian].
4. Loshak, M. G. & Aleksandrova, L. I.(1977). *Uprochnenie tverdykh splavov [Strengthening of hard alloys]*. Kiev: Naukova Dumka [in Russian].
5. Loshak, M. G.(1984). *Prochnost' and dolgovechnost' tverdykh splavov [Strength and durability of hard alloys]*. Kiev: Naukova Dumka [in Russian].
6. Hnatenko I. O. (2017). Udoskonalennia metodu otsiniuvannia stanu karbidnogo skeleta volframovykh tverdykh splaviv i vyznachennia vplyvu tekhnologichnykh factoriv na niogo [Improving the state evaluation method of tungsten carbide hard metal skeleton and determine the impact of technological factors on it]. *Extended abstract of candidates thesis.* Kyiv [in Ukrainian].

УДК 669.017.16

В. П. Бондаренко, член-кор. НАН України, **М. О. Юрчук,** канд. техн. наук

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

ВПЛИВ ЗОВНІШНЬОГО ОДНООСЬОВОГО СТИСКУ НА СТРУКТУРУ ТА ВЛАВСТИВОСТІ ПОПЕРЕДНЬО СПЕЧЕНОГО ТВЕРДОГО СПЛАВУ ВН20 (80% WC + 20% Ni) ПРИ КІНЦЕВОМУ СПІКАННІ У ВАКУУМІ

Наведено результати дослідження впливу зовнішнього одноосьового статичного стиску рівного 0,7 МПа на зміну структури та властивості при спіканні у вакуумі попередньо спеченого карбідовольфрамового твердого сплаву з нікелевою зв'язкою (80% WC + 20% Ni) ВН20 при температурі 1460 ^{0}C.

***Ключові слова**: твердий сплав, стиск, структура, властивості, спікання, температура.*

В роботі наведені результати дій зовнішнього одноосьового статичного стиску до 0,7 МПа різної тривалості на зміну структури та властивості при спіканні у вакуумі попередньо спеченого при різних режимах карбідовольфрамового твердого сплаву з нікелевою зв'язкою (80% WC + 20% Ni) ВН20 при температурі 1460 °С. Відмінність наведеного методу одержання сплаву від методу гарячого пресування, що широко використовується, полягає в тому, що твердосплавну заготовку спікають під тиском у не в графітовій формі, яка надає заготовці відповідні форму та розміри, крім того вона призводить до надлишкового навуглецювання заготовки. Також використання графітової форми погіршує умови праці, підвищує собівартість виробів.

Результати аналогічних більш прогресивних експериментів спікання твердих сплавів наведено в [1, 2]. Також можна відзначити, що відмінним приведеного методу одержання сплаву є прикладання стиску тільки до торця заготовки. За такої схеми спікання заготовка не обмежується з боків і може вільно розтікатись в різні боки.

Мета дослідження – дослідити вплив різної величини одноосьового стиску на структуру та властивості попередньо спеченого карбідовольфрамового твердого сплаву з нікелевою зв'язкою (80% WC + 20% Ni) ВН20, при спіканні у вакуумі при температурі 1460 °С.

Марки вихідних порошкових сумішей, особливості та тривалість підготовки їх з метою одержання зразків для дослідів та їх розміри, значення середнього розміру зерна карбіду вольфраму, особливості визначення кількості загального вуглецю, особливості випалювання каучуку та нормалізуючи, попереднє та кінцеве спікання, особливості навантаження зразків, зовнішній вигляд зразків (циліндрів), попередньо спечених у відповідних режимах у метановодневому середовищі та вакуумі і вільно кінцевоспечених у середовищі вакууму наведено в [2].

Особливості спікання сплавів під дією зовнішнього одноосьове напруження стиску наведено в табл. 1. Для порівняння наведені дані змін структури та властивостей сплаву при температурі 1400 °С.

Таблиця 1. **Технологічні режими попередньої термообробки (спікання) кінцевого спікання в вакуумі твердого сплаву під дією зовнішнього напруження стиску**

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
Від 0 до 0,7	1060	1150	1250	1350	1400
Від 0 до 0,7	1060	1150	1250	1350	1460

В табл. 2 наведені результати визначення коефіцієнтів усадки сплаву після різних варіантів попереднього спікання у водні та вакуумі при температурах від 1060 до 1460 °С.

Таблиця 2. **Вплив режимів попереднього спікання у водні та вакуумі твердого сплаву ВН20 на коефіцієнти усадки:а) попереднє спікання у водні при температурах від 1060 до 1250 °С**

Режими попереднього спікання			Коефіцієнт усадки $K_{ус}= D_{брикета} / D_{спеченого\ зразка}$ по	
Температура випалювання у водні каучуку (°С) при витримці 60 хв	Температура нормалізуючого спікання у водні (°С) при витримці 180 хв	Температура спікання у водні (°С) при витримці 60 хв	діаметру	висоті
1060	–	–	1,08	1,05
	1150	1250	1,15	1,15

б) попередні спікання у водні та вакуумі при температурах від 1060 до 1350 °С і кінцеве спікання у вакуумі при температурі 1400 °С

Режими попереднього спікання					Коефіцієнт усадки $K_{ус}= D_{брикета} / D_{спеченого\ зразка}$ по	
Температура випалювання у водні каучуку (°С) при витримці 60 хв	Температура нормалізуючого спікання (°С) при витримці 180 хв	Температура першого попереднь-ого спі-кання (°С) при витримці 60 хв	Температура другого попереднього спікання у вакуумі (°С) при витримці 30 хв	Температура кінцевого спікання у вакуумі (°С) при витримці 30 хв	діаметру	висоті
1060	–	–	–	1400	1,22	1,20
	1150	1250	1350		1,25	1,25

в) спікання у водні та вакуумі при різних варіантах попереднього спікання і температурі кінцевого спікання у вакуумі при 1460 °С

Режими попереднього спікання					Коефіцієнт усадки $K_{ус}= D_{брикета} / D_{спеченого\ зразка}$ по	
Температура випалювання у водні каучуку (°С) при витримці 60 хв	Температура нормалізуючого спікання у водні (°С) при витримці 180 хв	Темпера-тура першого попереднього спікання у водні (°С) при витримці 60 хв	Температура другого попереднього спікання у вакуумі (°С) при витримці 30 хв	Температура кінцевого спікання у вакуумі (°С) при витримці 30 хв	діаметру	висоті
1060	–	–	–	1460	1,25	1,23
	1150	1250	1350		1,25	1,25

Графіки залежності усадки по висоті та діаметру циліндричних зразків, попередньо спечених по різних режимах та кінцево спечених під дією одноосьового стиску у вакуумі при температурах 1400 та 1460 °С, наведено на рис. 1 та 2.

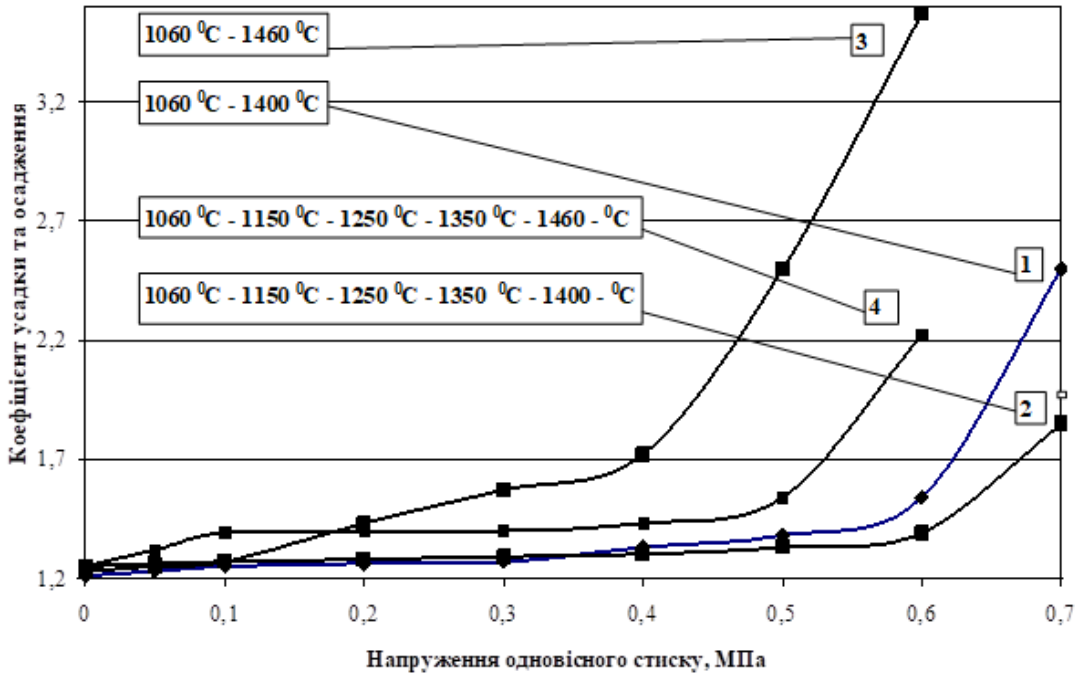


Рис. 1. Графік усадки по висоті циліндрів (зразків) твердого сплаву ВН20 попередньо спечених по різних режимах та кінцево спечених у водні та вакуумі при температурах 1400 та 1460 °С

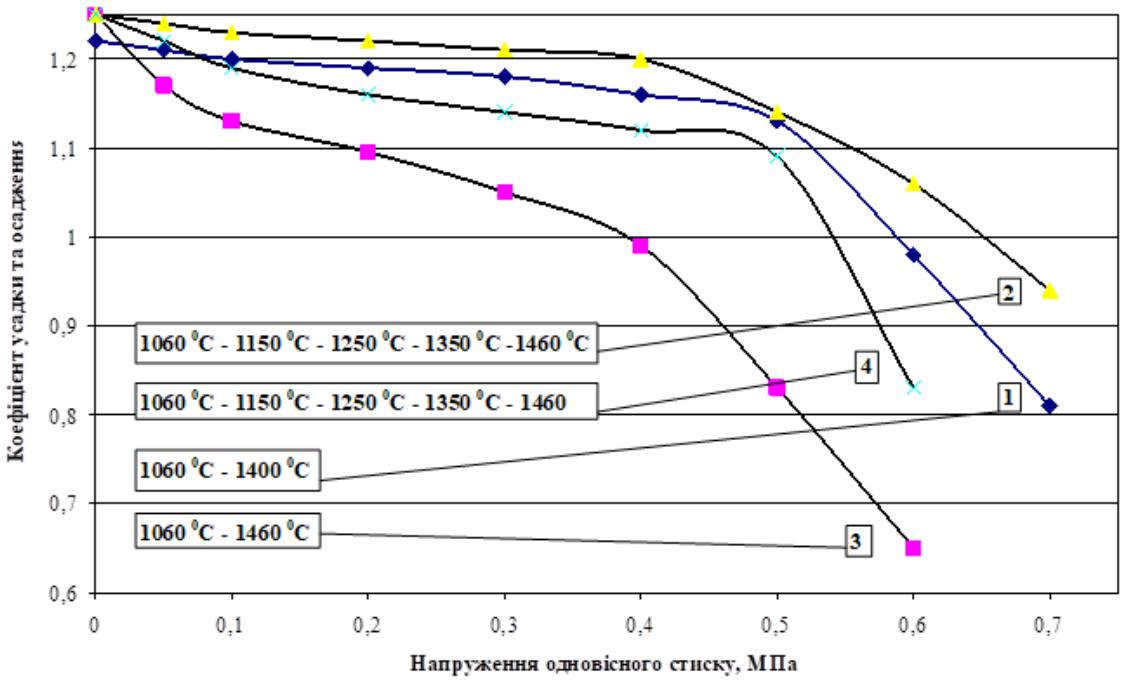


Рис. 2. Графік усадки по діаметру циліндрів (зразків) твердого сплаву ВН20 попередньо термооброблених по різних режимах та кінцево спечених у водні та вакуумі при температурах 1400 та 1460 °С

При температурі спікання 1400 °С (крива 1) форма «бочка» на зразках (різниця між діаметрами зразка на торцях і посередині висоти не менше 0,5 мм) утворилася при стиску 0,7 МПа (7,0 кг/см^2, навантаження 4,8 кг), а при температурі спікання 1460 °С (крива 3) форма «бочка» на зразках утворилася при тиску 0,6 МПа (6,0 кг/см^2, навантаження 4,08 кг). Зразки по вказаних режимах попередньо спікалися по спрощеному варіанту 1. Цей варіант проводився при температурі 1060 °С тривалістю 30 хв в графітовій крупці в водневому середовищі, при цьому спіканні проходила відгонка каучуку із зразка.

З рис. 1 (криві 1, 3) видно, що із зниженням температури кінцевого спікання зменшуються значення коефіцієнтів усадки. При температурі кінцевого спікання 1460 °С значення коефіцієнта усадки по висоті склало 3,57, а при 1400 °С – 2,5. Ускладнений (варіант 2) режим попереднього спікання складався з наступних етапів. Етап 1: попереднє спікання проводилось при 1060 °С тривалістю 30 хв. в графітовій крупці в водневому середовищі, при цьому спіканні проходила відгонка каучуку із зразка. Етап 2: попереднього спікання проводилось також в середовищі водню при 1150 °С загальною тривалістю 3 год. При цій температурі було проведене 3-х разове спікання. Тривалість кожного спікання становила 1 годину. При цьому спіканні проходило насичення сплаву вуглецем до його стехіометричного складу, спостерігалась зміна начального стану структури сплаву в бік її покращення. Критерієм закінчення цього етапу спікання була зупинка збільшення ваги зразка. Етап 3 проходив також в середовищі водню при 1250 °С тривалістю 2 год. При такому твердофазному спіканні більш повно видалялися гази з об’єму заготівки сплаву до захлопування пор та фіксувався менший розмір наявних пор. Етап 4 повторного попереднього спікання проводилось при температурі 1350 °С у вакуумі тривалістю 1 год. На цьому етапі сплав досягав компактного стану. В цілому варіант 2 попереднього спікання сплаву забезпечив дещо менші значення коефіцієнтів усадки по висоті зразка. Так, при температурі кінцевого спікання 1460 °С значення коефіцієнта усадки по висоті зразка склало 2,22, а при 1400 °С – тільки 1,85.

Важливо відмітити, що у спечених зразках досліджуваного сплаву при вказаних температурах та навантаженнях, при яких утворювалась форми «бочка», на бокових поверхнях зразків не спостерігалося виділення зв’язки. На рис. 2 приведено чотири кривих, з яких видно особливості зміни діаметра зразків (циліндрів) (зміни коефіцієнтів усадки) в залежності від температури спікання та величини стиску. Криві 1, 3 показують особливість зміни коефіцієнтів усадки, в яких перед кінцевим спіканням у вакуумі при температурах 1400 (крива 1) та 1460 °С (3) було відігнано каучук при температурі 1060 °С. Із зниженням температури кінцевого спікання зменшуються значення коефіцієнтів усадки. При температурі кінцевого спікання 1460 °С коефіцієнт усадки по діаметру склав 0,65, а при 1400 °С він збільшився до 0,81. Ускладнений режим спікання (варіант 2) в цілому забезпечив дещо більші значення коефіцієнта усадки по діаметру зразка. Так, при температурі кінцевого спікання 1460 °С значення коефіцієнта усадки по діаметру склало 0,81, а при 1400 °С – 0,94.

Слід відмітити, що на шліфах, одержаних на горизонтальній площині перерізу симетрії зразків, які мали набуту форму «бочка», були відсутні тріщини чи пустоти.

Зведені значення коефіцієнтів усадки по висоті та діаметру зразків при яких спостерігається на зразках сплаву утворення поверхонь, наближених до форми «бочка» в залежності від тривалості спікання, табл. 3.

Таблиця 3. **Значення коефіцієнтів усадки по висоті та діаметру зразків при характерних температурах спікання та напруженнях стиску, при яких спостерігається на зразках сплаву ВН20 утворення поверхонь, наближених до форми «бочка» в залежності від тривалості спікання**

Температура кінцевого спікання у вакуумі, °С	Варіант попередн-нього спікання зразка, °С	Напру-ження стиску, МПа	Коефіцієнт усадки зразка		Тривалість спікання в хв. при якій спостерігається утворення форми «бочка»
			по висоті	по діаметру	
1400	1	0,7	2,5	0,81	15
	2		1,85	0,94	30
1460	1	0,6	3,57	0,65	5
	2		2,22	0,83	

Утворення форми «бочка» у сплаві при температурі 1460 ^{0}С під дією навантаження 0,6 МПа на зразках спостерігалася починаючи з 5 хв. При температурі 1400 ^{0}С під дією навантаження від 0,7 МПа утворення форми «бочка» на зразках спостерігалася протягом 15 та 30 хв. Причина такої тривалості утворення бочки не встановлена.

Значення густини сплаву попередньо спеченого по різних режимах перед кінцевим спіканням наведене на рис. 3.

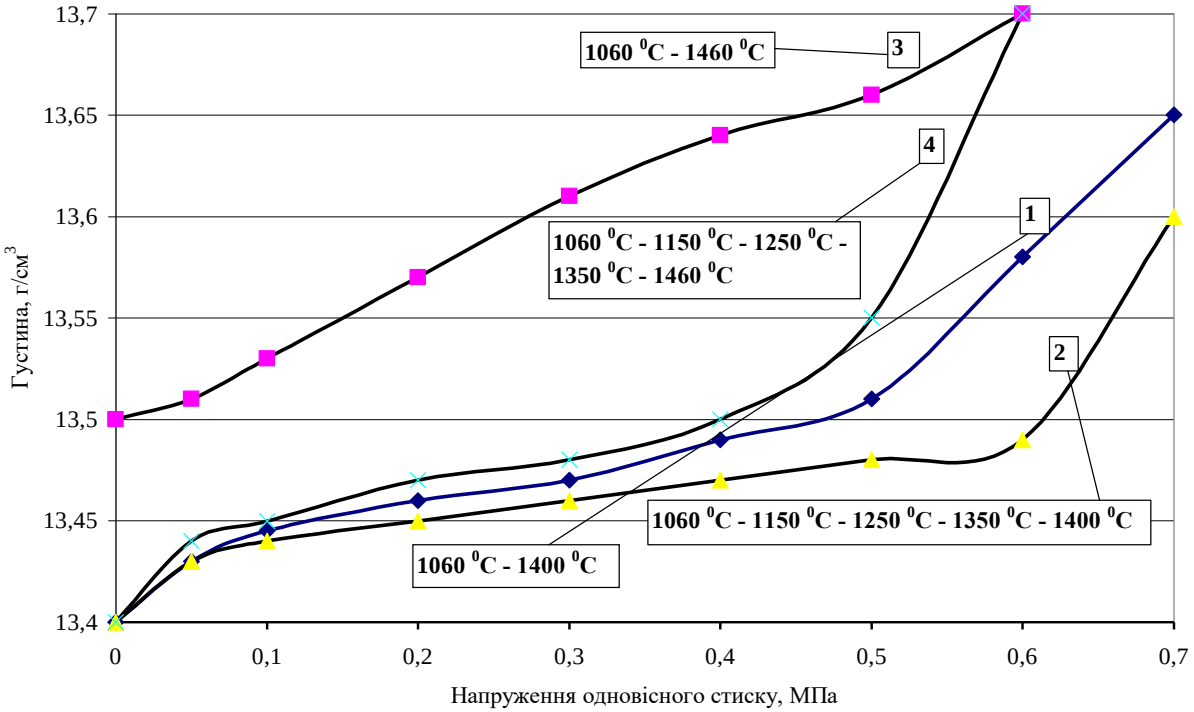


Рис. 3. Графік зміни значення густини твердого сплаву ВН20, попередньо термообробленого по різних режимах та кінцево спеченого у вакуумі при температурах 1400 та 1460 °С, від одноосьового стиску при кінцевому спіканні

Аналізуючи хід зміни значення густини сплаву, рис. 3, слід відзначити, що майже на всіх кривих спостерігається зона непропорціональної зміни густини від зміни величини напруження одновісного стиску від 0 до 0,7 МПа.

На кривих 1, 2 та 4 спостерігалося зниження інтенсивності зростання значення густини від підвищення напруження одноосьового стиску. При напруженні одноосьового стиску від 0,1 до 0,6 МПа та при вище наведених температурах кінцевого спікання у сплаву не спостерігалося структурних змін. В той же час, зростання значення густини сплаву від підвищення напруження одноосьового стиску проходило з зміною структури сплаву внаслідок руйнування конгломератів із зерен карбіду вольфраму та карбідного скелету в цілому: крива 1 (1060–1400 °С), 3 (1060–1460 °С), 2 (1060–1150–1250–1350–1460 °С) та 4 (1060–1150–1250–1350–1400 °С). Крім того з поведінки кривих 1 (1060–1400 °С), 2 (1060–1150–1250–1350–1460 °С) та 4 (1060–1150–1250–1350 – 1400 °С) при температурах 1400 та 1460 °С кінцевого спікання у вакуумі сплаву, попередньо спеченого по різних режимах та при напруженнях одноосьового стиску від 0,1 до 0,4 МПа, спостерігалося майже однаковий непропорційний характер зміни густини від зміни величини напруження одновісного стиску.

Значення густини сплаву, попередньо спеченого по різних режимах та кінцево спеченого у вакуумі під дією одноосьових тисків, які забезпечили утворення форми «бочка» на зразках наведено в табл. 4.

Таблиця 4. **Значення густини сплаву ВН20, попередньо спеченого по різних режимах та кінцево спеченого у вакуумі під дією одноосьових стисків, які забезпечили утворення форми «бочка» на зразках**

Температура кінцевого спікання у вакуумі, °С	Напруження стиску, МПа	Варіант попереднього спікання сплаву	Значення густини сплавів згідно з ГОСТ 3882–81 та ТУ У 28.4-30153645.001–2001, г/см^3	Значення густини досліджуваного сплаву, г/см^3
1400	0,7	1	13,4 – 13,7	13,65
	0,7	2	13,4 – 13,7	13,7
1460	0,6	1	13,4 – 13,7	13,7
	0,6	2	13,4 – 13,7	13,6

Встановлено, що підвищення густини сплаву в основному обумовлено зниженням мікропористості з 0,2 до 0%.

Висновки

Встановлені наступні особливості усадки - осадження зразків сплаву:

1. Найменша температура кінцевого спікання при якій утворюється «бочка» становить 1400 ^{o}С незалежно від температури попереднього спікання.

2. Підвищення температури кінцевого спікання на 60 ^{0}С (з 1400 до 1460 °С) при обох варіантах попереднього спікання привело до зменшення величини одновісного стиску, при якому утворюється форма «бочка», на 0,1 МПа (з 0,7 до 0,6 МПа).

3. Ускладнення режиму попереднього спікання в цілому привело до зростання значення коефіцієнтів усадки – осадження по висоті і зниження по діаметру зразка сплаву при температурах кінцевого спікання (1400 та 1460 °С).

4. Вважається, що при утворенні форми «бочка» на зразках проходить максимальне переміщення маси сплаву під дією навантаження, при цьому проходить максимальне роздрібнення конгломератів зерен в сплаві, які утворюються в процесі перекристалізації в рідкій зв'язці. Утворення конгломератів зерен в сплаві проходить також і по другій причині - зерна, які знаходяться на центральній осі зразка, натикаються одне на одне під час спікання під дією зовнішнього напруження стиску, що активує процес коалесценції зерен карбіду вольфраму. Зерна, що знаходяться на периферії зразка, при осаджені мають можливість вільно переміщатися одне відносно одного разом зі зв'язкою до бокових сторін зразка, що в основному забезпечує зберігання своїх початкових розмірів. Серед цих зерен утворюються нові конгломерати зерен, але в процесі переміщення маси сплаву вони руйнуються, що забезпечує суттєве збереження вихідної зернистості сплаву. Це дає можливість створювати сплав з прогнозованою структурою, а значить і властивостями. Таке розмаїття процесів, що проходять в сплавах при утворені форми «бочка» спонукало досліджування таких і близько до таких умов одержання сплаву.

5. З наведених даних видно, що пороговий термін 5 хв. утворення форми «бочка» при спіканні при температурі (1460 ºС) по обох варіантах сплаву проходить при величині зусилля 0,6 МПа. Пороговий термін 15 хв. утворення форми «бочка» при кінцевому спіканні проходить при нищій температурі 1400 ºС, по першому варіанті, і при нищій величині зусилля 0,7 МПа. При цій же температурі і величині зусилля, але при спіканні по другому варіанті пороговий термін утворення форми «бочка» здійснюється вже протягом 30 хв.

Приведены результаты исследования влияния внешнего одноосевого статического давления равного 0,7 МПа на изменение структуры и свойств при спекании у вакууме предварительно спеченого карбидовольфрамового твердого сплава на никелевой связке (80% WC + 20% Ni) ВН20 при температуре 1460 ℃

***Ключевые слова**: твердый сплав, давление, структура, свойства, спекание, температура.*

V. P. Bondarenko, M. O. Yurchuk

INFLUENCE OF EXTERNAL SINGLE TANNING ON STRUCTURE AND FUNCTION OF PREVIOUSLY CLEANED SOLID ALLOY VN20 (80% WC + 20% Ni) AT THE END OF VICTORY SUCCESS

The influence of external uniaxial static compression (0,7 MPa) on the change of the structure and properties (80% WC + 20% Ni) BN20 hard alloy at sintering temperature 1460 ℃ under vacuum was studied.

***Key words**: hard alloy, cemented carbide, compression, structure, properties, sintering, temperature.*

Література

1. Бондаренко В. П., Галков О. В., Юрчук М. О. Особливості структури та властивості карбідовольфрамового твердого сплаву з нікелевою зв'язкою ВН 20 (80 % WC + 20 % Ni), спеченого у вакуумі під зовнішнім одноосьовим тиском // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника, технология его изготовления и применения. Вып. 17. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2014. – С. 437–444.
2. Бондаренко В. П., Юрчук М. О. Результати дослідження впливу умов спікання твердого сплаву ВН 20 (80 % WC + 20 % Ni) у вакуумі під зовнішнім одноосьовим тиском на його усадку та густину // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника, технология его изготовления и применения. Вып. 20. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2017. – С. 430–439.

Надійшла 06.06.18

References

1. Bondarenko, V. P., Galkov, O. V., Yurchuk, M. O. (2014). Osoblyvosti struktury ta vlastyvosti karbidovolframovogo tverdogo splavu z nikelevoiu zviazkoiu VN (80% WC = 20% Ni), zpechenogo u vakuumi pid zovnishnim odnoociovym tyskom [Features of the structure and properties of carbide-tungsten solid alloy with nickel bond VH 20 (80% WC + 20% Ni) sintered in a vacuum under external uniaxial pressure]. *Porodorazrushayushchii I metalloobrabativayushchii instrument – tekhnika I tekhnologiya ego izgotovleniya i primineniya – Rock Destruction and Metal-Working Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications*, *Vol. 17*, 437–444. [In Ukrainian].
2. Bondarenko V.P. , & Yurchuk M.O. (2017). Rezultaty doslidzhennia vplyvu umov spikannia tverdogo splavu VN 20 (80 % WC + 20 % Ni) u vakuumi pid zovnishnim odnoociovym tyskom na yogo usadku ta gustynu [Results of the study of the influence of the conditions of sintering of a solid alloy VH 20 (80% WC + 20% Ni) in a vacuum under external uniaxial pressure on its shrinkage and density]. *Porodorazrushayushchii I metalloobrabativayushchii instrument – tekhnika I tekhnologiya ego izgotovleniya i primineniya – Rock Destruction and Metal-Working Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications, Vol. 20,* 430–439. [In Ukrainian].

УДК 621.762

М. М. Прокопів, **О. В. Харченко** кандидати технічних наук

Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська, 2, 04074 м. Київ, e-mail: keramtex@ukr.net; e-mail: injenner214@bigmir.net

ВПЛИВ ГАРТУВАННЯ НА СТРУКТУРУ, ФІЗИКО-МЕХАНІЧНІ ТА ЕКСПЛУАТАЦІЙНІ ВЛАСТИВОСТІ СПЛАВУ ВК10-ОМ

Подано результати дослідження впливу гартування на структуру, фізико-механічні та експлуатаційні властивості сплаву ВК10-ОМ після спікання в різних технологічних умовах. Показано, що гартування зменшує мікропористість в структурі сплаву і підвищує його фізико-механічні властивості більшою мірою на поверхні, ніж в об'ємі зразка, особливо після вакуумного спікання. Показано, що підвищення експлуатаційної стійкості різців після гартування в умовах безперервного точіння сталі 45 корелюється із підвищенням властивостей сплаву і зменшенням адгезійної взаємодії його щодо оброблюваного матеріалу. Гартування не впливає на залишкову мікропористість, фізико-механічні і експлуатаційні властивості сплаву після вакуумно-компресійного спікання під тиском газу до 2,5 МПа.

***Ключові слова**: спікання, метано-водневе, вакуумне, вакуумно-компресійне, гартування, адгезійна взаємодія, абразивне зношення.*

На сьогодні металообробна галузь України використовує твердосплавний інструмент у великих обсягах. Це високоякісні і дорогі пластини провідних фірм світу і менш якісні, але значно дешевші пластини російських та китайських виробників.

Висока продуктивність сучасного твердосплавного інструменту у світовій практиці досягається шляхом формування однорідної, дрібнодисперсної високощільної структури матеріалу під час спікання з тиском газу до 10 МПа [1–4]. У виробництві менш якісного

інструменту російські, китайські і вітчизняні фірми з об'єктивних причин продовжують застосовувати технології вільного спікання в метано-водневому середовищі і у вакуумі. Причиною низької якості такого інструменту є наявність у структурі матеріалу високої залишкової мікропористості і окремих крупних пор розміром > 50 мкм. Висока ціна на імпортну сировину, обмеженість матеріальних ресурсів, велика конкуренція на глобальному ринку стали основними причинами призупинення промислового випуску вітчизняного твердосплавного інструменту.

В ІНМ ім. В. М. Бакуля НАН України проводяться дослідження для вирішення цієї проблеми шляхом обробки робочих поверхонь інструменту розплавами металів [5], відпалу у вакуумі [6], термокомпресійної обробки під тиском газу до 3 МПа [7].

Одним з доступних і економічно доцільних способів підвищення властивостей твердих сплавів є також різні способи їх гартування [7, 8], поверхневе гартування [9], циклічне гартування [10] та ін. Можливість такої обробки ВК-сплавів автори цитованих робіт пов'язують в основному зі зміною розчинності карбіду вольфраму в кобальті у твердому стані і алотропічне перетворення Со-фази з підвищенням температури [11]. Об'єктом цих досліджень було визначення впливу гартування на еволюцію фаз, їх напружений стан у структурі переважно середньозернистих твердих сплавів після метано-водневого середовища. Через неоднозначність результатів досліджень різних авторів цей метод не знайшов широкого практичного застосування.

На сьогодні за допомогою цього методу в ІНМ ім. В. М. Бакуля НАН України підвищують експлуатаційну стійкість матриць з твердого сплаву ВК6 після метано-водневого спікання, які використовуються в апаратах високого тиску для синтезу штучних алмазів [12]. Причиною цього також є і те, що не досліджувався вплив гартування на еволюцію мікропористості в структурі, особливо поверхневого шару виробів з твердого сплаву.

Можна передбачити закономірний позитивний вплив різкої зміни температури на поверхні, нагрітій на повітрі до 1350ºС і охолодженій в мастилі, на залишкову мікропористість в його структурі. До того ж ступінь такого впливу може залежати від умов попереднього спікання твердого сплаву. Крім того, нагрівання в повітряному середовищі і охолодження в мастилі може впливати також на пасивацію поверхневого шару інструменту до фізичної і хімічної взаємодії його з оброблюваним матеріалом у процесі різання.

Інформація про проведення аналогічних досліджень наразі нам не відома.

Метою роботи є дослідження впливу об'ємного гартування на залишкову мікропористість, фізико-механічні властивості, стійкість і механізми зношування в процесі різання дрібнодисперсного твердого сплаву ВК10-ОМ залежно від умов попереднього спікання.

Методика дослідження

Дослідження проводили на штабках розміром 5×5×35 мм (по 8 штук). Для дослідження використовували зразки, спечені в метано-водневому середовищі [13], вакуумі [14]. Вакуумно-компресійне спікання проводили під тиском газу (аргон) 2,5 МПа за температури 1350 °С з 20-хвилинною витримкою та охолодженням під цим самим тиском [15].

Попередньо проводили нормалізувальне спікання у метано-водневому середовищі за температури 970 °С [16] для забезпечення двофазності в структурі твердого сплаву.

Гартування зразків проводилась згідно з [10] нагріванням до температури 1350 °С в соляній ванні (витримка 15 хв) з наступним охолодженням в мастилі до 40 °С.

На шліфованих зразках 5×5×35 до і після гартування визначали коерцитивну силу, межу міцності під час вигину за триточковою схемою з відстанню між нижніми опорами 30 мм. Щільність зразків вимірювали методом гідростатичного зважування, твердість – за Роквеллом.

Структуру зразків досліджували на полірованих шліфах за допомогою оптичного мікроскопа МІМ-8М і растрового електронного мікроскопа «*CamScan*». Дрібну пористість (до 50 мкм), скупчення сполучної і WC-фаз оцінювали відповідно до ГОСТ 9391-80 на оптичному мікроскопі МІМ-6 зі збільшенням 100.

Розподіл зерен за фракціями визначали за методом Глаголєва зі збільшенням ×1350 на оптичному мікроскопі МІМ-8М.

Для дослідження впливу гартування на різальні властивості сплаву на торцевій частині половинок штапиків після вивчення їхніх фізико-механічних властивостей заточували різальні кромки з радіусом заокруглення r = 0,4 мм. Порівняльні випробування проводили під час поздовжнього точіння сталі 45 (ГОСТ 1050-74) з режимами різання: швидкість v = 110 м/хв, глибина t = 0,5, 1,0 мм, подача s = 0,2 мм/об. Значення швидкості різання вибрали так, щоб воно виходило за межі (90 м/хв.), вище від якої в процесі безперервного різання не повинен утворюватися наріст стружки на передній робочій частині різця [17]. Головний і допоміжний кути в плані мали величину 45°, задній і передній кути пластини досягалися установкою державки в супорті токарного верстата моделі 16К20 і становили 7°.

Критерієм затуплення різальної крайки був розмір ($h_з$ = 0,8 мм) стрічки зносу на задній поверхні, який фіксувався кожні 5 хв. різання за допомогою мікроскопа з відліковою мікрометричною головкою. Випробовували по шість пластин кожної партії. Поверхню зносу різальної крайки досліджували на електронному мікроскопі «*CamScan*» і оптичному (МІМ-8), оснащеному цифровою камерою для фотографування.

Результати досліджень

У таблиці подано результати дослідження характеристик структури та фізико-механічних властивостей зразків сплаву ВК10-ОМ, спеченого за трьома технологіями з гартуванням. У зразках після спікання були відсутні вкраплення вільного графіту і η-фази.

Структурні і фізико-механічні властивості твердого сплаву ВК10-ОМ після спікання і гартування

№ п/п	Властивості	Технологія спікання					
		Метано-водневе		Вакуумне		Вакуумно-компресійне	
		вихідний	ТО	вихідний	ТО	вихідний	ТО
1	Середній розмір зерна d_{wc}мкм	1,48	1,55	1,34	1,39	1,44	1,49
2	Розмір окремих великих зерен WCмкм	18, 20	16, 19	15, 21	16, 22	15, 20	15, 20
3	Об’ємна пористість %	Д3 0,3	Д2 0,3	В3 0,3	В2 0,2	А2 0,2	А2 0,2
4	Кількість пор > 50 мкм	2×75, 1×55	2×75, 1×55	1×63, 1×52	1×51	–	–
5	Кількість вільного вуглецю %	0,1	0,1	–	–	–	–
6	Коерцитивна сила *Hc* кА/м	16,4	16,7	16,9	16,9	16,7	16,7
7	Густина γ г/см^3	14,3	14,35	14,4	14,48	14,55	14,55
8	Твердість *HRa*	88,0	88,2	88,5	88,7	89,2	89,2
9	Границя міцності під час згинання R_{bm}, МПа	1550	1570	1580	1650	1950	1930
10	Коефіцієнт тріщиностійкості K_{1C} МПа·м$^{1/2}$	11,4	11,4	11,7	11,9	12,2	12,1

Як видно з таблиці, характеристики структури і фізико-механічні властивості твердого сплаву ВАК10-ОМ після вакуумного спікання дещо перевищують аналогічні характеристики сплаву після метано-водневого спікання. Гартування зразків трохи покращує ці показники. Так, для зразків після метано-водневого мікропористість зменшується з Д3 0,3 до Д2 0,3, а після вакуумного – з В2 0,3 до В2 0,2. Крім того, в структурі останніх зразків зменшується розмір окремих крупних пор >50 мкм

Варто відзначити вплив гартування на зменшення до А1 0,1 (рис. 1) залишкової мікропористості в структурі поверхневого шару на глибину 0,04-0,1 мм зразка після вакуумного спікання. При цьому на глибині від 0,1 до 0,3 мм мікропористість була вже на рівні А2 03. Окремих крупних зерен розміром >50 мкм в поверхневій структурі не виявлено.

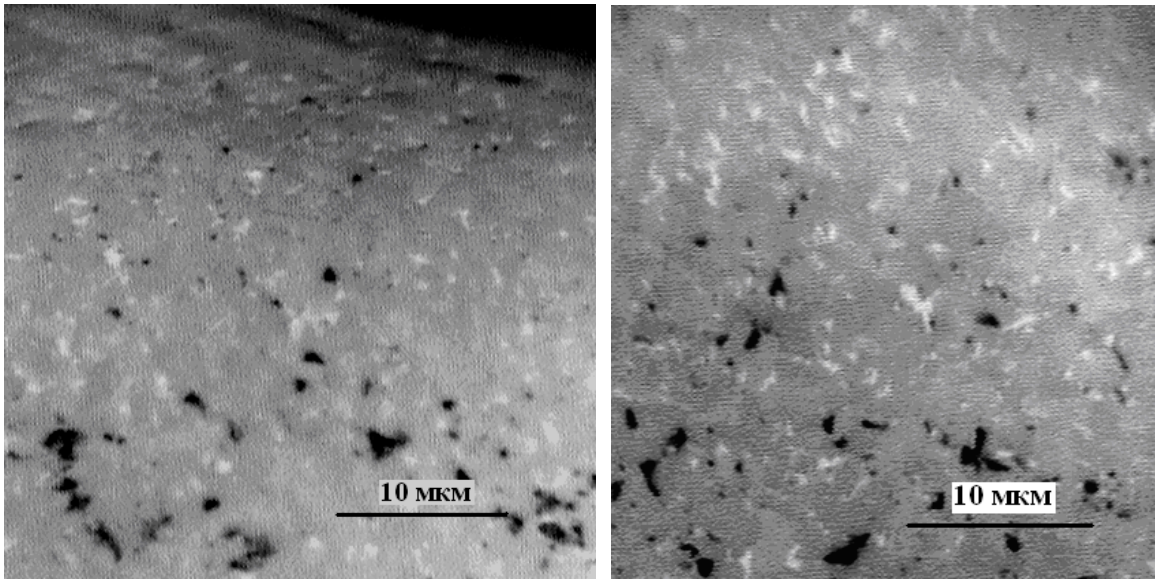
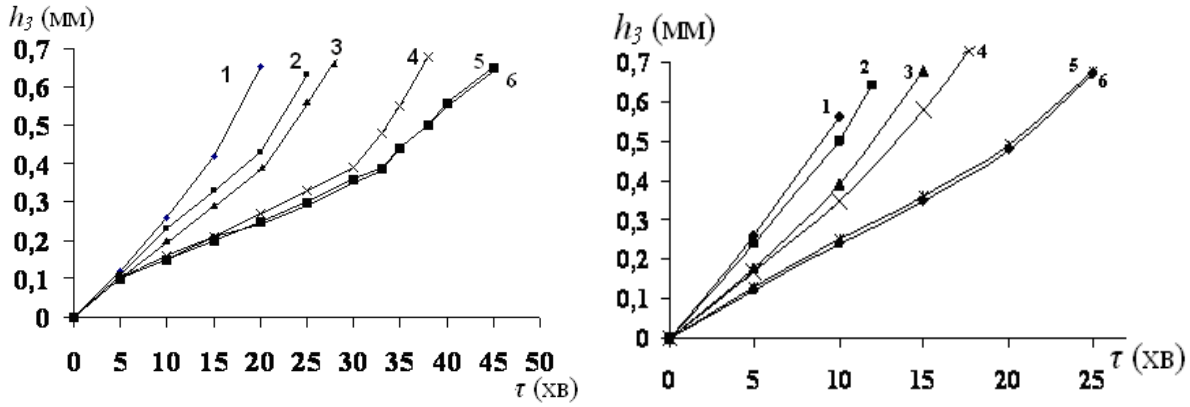


Рис. 1. Структура поверхневого шару на зразках, спечених за технологією вакуумного спікання і після гартування ×1250

Отже, процес гартування у вказаних умовах твердого сплаву ВК10-ОМ більшою мірою зменшує мікропористість в структурі після вакуумного спікання, ніж після метано-водневого. До того ж, цей вплив значно більший на поверхні пластини, ніж в її об’ємі. Як наслідок, збільшується густина та границя міцності під час згинання (див. таблицю).

Залишкова мікропористість в структурі зразків після вакуумно-компресійного спікання – на рівні А2 02. Така ж мікропористість залишилася і в структурі цього зразка після гартування. Без істотних змін залишилися й інші основні структурні характеристики і фізико-механічні властивості цих зразків.

Результати дослідження експлуатаційної стійкості різців із твердого сплаву ВК10-ОМ після метано-водневого, вакуумного і вакуумно-компресійного спікання і додаткового гартування показано на рис. 2.



а *б*

Рис. 2. Залежність величини зносу h_3 (мм) від часу різання τ (хв) з глибиною різання: а – 0,5 мм; б – 1,0 мм; пластин, спечених за різними технологіями: 1, 2 – метано-водневе; 3, 4 – вакуумне; 5, 6 – вакуумно-компресійне; 1, 3, 5 – вихідні; 2, 4, 6 – після гартування

Встановлено, що для різців, які спікались в метано-водневому середовищі і додатково гартувались, стійкість різання підвищилась на 10%. Зношування пластин відбувається в результаті абразивного зношування на задній поверхні з утворенням стрічки зносу та адгезійного – з утворенням лунки зносу на передній поверхні. Втрата працездатності відбувається в результаті досягнення h_3 величини 0,7 мм мікросколювання різальної крайки. Налипання, приварювання чи утворення наросту стружки на передній поверхні робочої частини різця не виявлено.

Для глибини 1,0 мм пластини спечено за технологією метано-водневого спікання, та вони ж після гартування показали однакову стійкість на рівні 10 хв. Втрата працездатності сталася в результаті макроруйнування різальної крайки.

Гартування різців після вакуумного спікання підвищило на 20% стійкість під час різання з глибиною 0,5 мм. При цьому у вихідних пластин після 5 хв на передній поверхні під час сходження стружки виявлено її приварювання на довжині 1,0–1,5 мм до передньої поверхні різця. Втрата працездатності на 27 хвилині роботи сталася через досягнення h_3 значення 0,69 мм (рис. 3 *а, б*).

Стійкість різців після вакуумного спікання на 15% перевищує стійкість різців після метано-водневого спікання і залишається на рівні стійкості тих же різців, але після гартування.

Водночас для пластин, спечених у вакуумі та гартованих, приварювання стружки на передній поверхні було відсутнє, але утворився наріст на різальній крайці висотою до 0,1 мм. Вихід з ладу різця зафіксовано на 38 хвилині через досягнення критичного зносу на задній поверхні 0,68 мм, утворення струмкового зносу на стрічці на задній поверхні та утворення лунки зносу на передній поверхні розміром 0,6х0,4 мм та глибиною 0,3 мм (рис. 3, *в, г*).

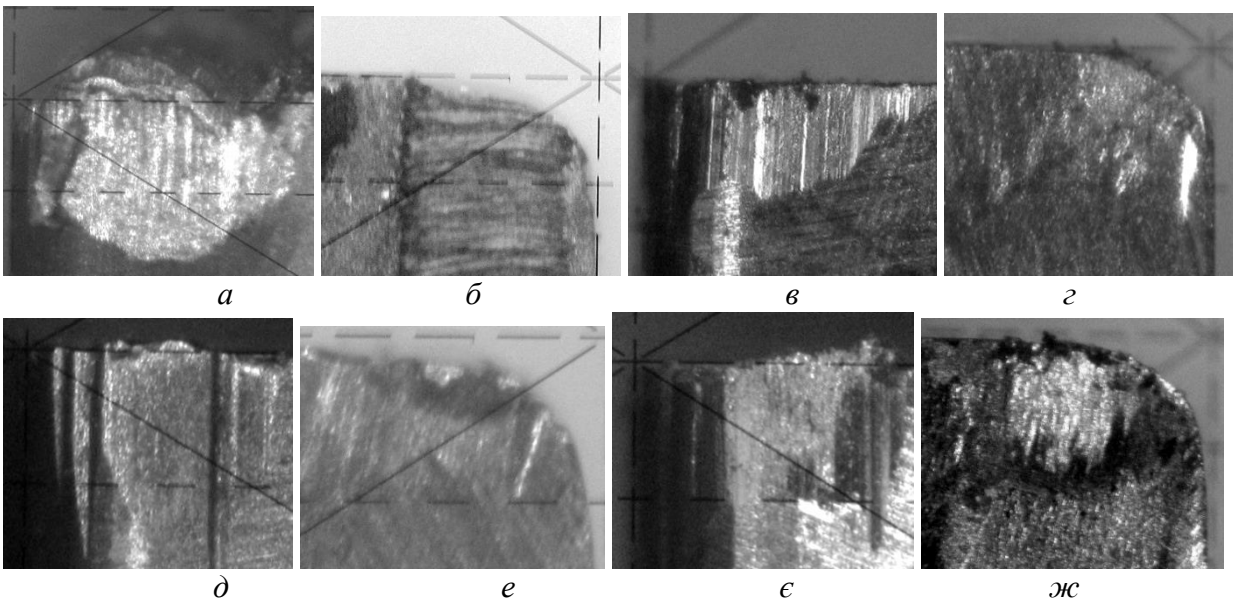


Рис. 3. Характер зносу пластин, спечених за технологією вакуумного спікання та гартованих, після закінчення роботи: а–г – глибина 0,5 мм; д–ж – глибина 1,0 мм; а, б, д, е – спечені у вакуумі; в, г, є, ж – спечені у вакуумі та гартовані

Для пластин, спечених у вакуумі, стійкість різання для глибини 1,0 мм до втрати працездатності зафіксовано на рівні 14 хв. За цей час знос на задній поверхні становить 0,66 мм. Крім того, в процесі різання на різальній крайці утворився наріст висотою 0,1 мм, а на задній поверхні довжиною 0,70 мм та передній від вершини довжиною 0,2 мм зафіксовано струмковий знос (рис. 3, *д, е*).

Для цих же пластин після гартування стійкість збільшилась на 25 %. Як і на глибині 0,5 мм, втрата працездатності сталася через знос по задній поверхні на ширину 0,65 мм, утворення струмкового зносу, утворення лунки зносу на передній поверхні 0,35×0,35 мм та глибиною 0,3 мм. При цьому лунка зносу на передній поверхні пластини має кільцеву структуру: в середині пляма світлого, а ззовні – кільце темного забарвлення (рис. 3, *ж* (поверхневий шар – основна структура – світла пляма)). Опосередковано можна вважати, що на поверхні пластини в процесі гартування під дією повітряного середовища за умови нагрівання і мастила – охолодження утворився шар з певною структурою. І цей шар зменшує активність до фізичної і хімічної взаємодії робочої поверхні різця до оброблюваного матеріалу, як наслідок – підвищення його стійкості.

Для технології вакуумно-компресійного спікання стійкість пластин (як вихідних, так і після гартування) зафіксовано на одному рівні 25 хв – вона перевищує стійкість пластин після вакуумного спікання в 1,6 разу та гартованих – у 1,25 разу.

Для пластин, виготовлених за технологією вакуумно-компресійного спікання, стійкість становила 25 хвилин – як для вихідних, так і для загартованих. Вихід з ладу пластин відбувається через досягнення величини зносу по задній поверхні значення 0,59–0,63 мм, утворення мікросколів на різальній крайці розміром 0,10–0,15 мм та лунки зносу на передній поверхні глибиною 0,1–0,13 мм.

Обговорення результатів

Зменшення впливу гартування на мікропористість в структурі твердого сплаву ВК10-ОМ після метано-водневого середовища пов’язано з наявністю в ній залишкових газів [18].

Це є причиною збільшення пасивності твердого сплаву до адгезійної взаємодії різця з оброблюваним матеріалом.

Більший вплив гартування на зменшення залишкової мікропористості в зразку після вакуумного спікання є наслідком відсутності залишкових газів в його структурі. Відсутність залишкових газів в структурі після вакуумного спікання і призвело до збільшення взаємодії різця з оброблюваним матеріалом, про що свідчить утворення наросту і приварювання стружки на його передній поверхні.

Підвищена стійкість різця після ВКС зумовлена низькою залишковою мікропористістю. Це стало причиною відсутності впливу гартування на рівень пористості, фізико-механічних і експлуатаційних властивостей твердого сплаву, а також на механізми його зношуванні під час точіння з глибинами різання 0,5 і 1,0 мм

Істотна зміна структури, особливо поверхневого шару різця, після вакуумного спікання та гартування пояснюється так: після вакуумного спікання в об'ємі сплаву залишаються пори зі зниженим (на рівні тиску 70 Па) тиском газу. Після нагрівання у соляній ванні до температури 1350 °С (температура рідкофазного спікання) і витримки впродовж 15 хв та охолодженні у мастилі за атмосферного тиску відбувається різка зміна температури на поверхні різця. Це закономірно створює високі напруження стиску на поверхні за існування рідкої фази в середині зразка, в результаті чого зменшується залишкова мікропористість структури, особливо суттєва в поверхневому шарі різця. Крім того, поверхня різця насичується компонентами соляної ванни після нагрівання до 1350 ºС і парами мастила після охолодження. Внаслідок цього зменшується адгезійна та хімічна активність сплаву до взаємодії з оброблюваним матеріалом.

Висновки

1. Встановлено, що залишкова мікропористість зменшується, а фізико-механічні властивості і експлуатаційна стійкість в умовах напівчистового безперервного точіння сталі 45 збільшується у зразків, які спікались в ряду: метано-водневе середовище, вакуум і ВКС.

2. Встановлено, що гартування зразків зі сплаву ВК10-ОМ впливає так:

- після метано-водневого спікання зменшує Д3 0,3 до Д2 0,2, залишкову мікропористість і не впливає на адгезійне зношування різця;
- вакуумне спікання зменшує В3 0,3 до А1 0,2, залишкову мікропористість в структурі на поверхні пластини, збільшує адгезійну пасивність сплаву до оброблюваного матеріалу і підвищує його експлуатаційну стійкість;
- ВКС не впливає на залишкову мікропористість в структурі, фізико-механічні властивості, як результат – відсутність зміни стійкості і механізмів зношування.

Приведены результаты исследования влияния тушения на структуру, физико-механические и эксплуатационные свойства сплава ВК-ОМ после спекания в различных технологических условиях. Показано, что тушение уменьшает микропористость в структуре сплава и в большей степени увеличивает его физико-механические свойства на поверхности, чем в объеме образца, особенно в случае вакуумного спекания. Показано, что увеличение эксплуатационной устойчивости резцов после закалки в условиях непрерывной разливки стали 45 коррелирует с увеличением свойств сплава и уменьшением адгезионного взаимодействия его с обработанным материалом. Такелаж не влияет на остаточную микропористость, физико-механические и эксплуатационные свойства сплава после вакуумного обжатия при давлении газа до 2,5 МПа.

Ключевые слова: *закаливание, метано-водородная спекания, вакуумное спекание, вакуумно-компрессионное спекания, адгезионное взаимодействие, абразивный износ.*

N. M. Prokopiv, O. V. Kharchenko

THE INFLUENCE OF MAKING ON STRUCTURE, PHYSICAL-MECHANICAL AND OPERATIONAL PROPERTIES OF ALLOY VK10 OM

The results of the study of the effect of quenching on the structure, physical-mechanical and operational properties of the alloy VK10 OM after the sintering under different technological conditions are presented. It is shown that quenching reduces microporosity in the alloy structure and increases its physical and mechanical properties to a greater extent on the surface than in the sample volume, especially in the case of vacuum sintering. It is shown that increasing the operational stability of the incisors after the quenching in the conditions of continuous casting of steel 45 correlates with the increase of the properties of the alloy and the decrease of adhesive interaction of it to the treated material. The rigging does not affect the residual microporosity, physical-mechanical and operational properties of the alloy after vacuum-compression baking under pressure of gas up to 2.5 MPa.

***Key words**: quenching, methano-hydrogen sintering, vacuum sintering, vacuum-compression sintering, adhesion interaction, abrasive wear.*

Література

1. Schubert C. Feinstkornegefuge erhohen Belastbarkeit maderner Werkyeugwerkstoffe. – Vfschinenmarkt. – 1999 – 105. – N 12. – P. 62–65.
2. Фальковский В. А., Клячко Л. И., Хохлов А. М. Тенденции совершенствования твёрдых сплавов карбид вольфрама – кобальт // Цветные металлы. – 2000. – №5. – С. 112–114.
3. German R M. Liquid phase sintering. – N.Y. London: Plenum Press. 1985. – 240 p.
4. Прокопів Н .М., Бондаренко В. П., Харченко О. В., Цап И. В. Вплив умов спікання сплаву ВК10 ОМ на кінетику й механізми зносу його в умовах чистового й ударного точіння // Матер. Наук.-техн. конф. «Інтерпартнер 2008». – 2008. – С. 312–327.
5. Прокопів М. М., Харченко О. В. Вплив відпалу у вакуумі сплаву ВК10 ОМ, спеченого у метано-водневому середовищі, на його структуру, фізико-механічні властивості, кінетику та механізми зносу в умовах різання // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: Изд-во ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2009. – Вып. № 12. – С. 431–437.
6. Прокопів М. М., Харченко О. В., Ущаповський Ю. П. Вплив умов спікання на стійкість інструменту для наплавлення міді тертям з перемішуванням із сплаву групи WC-Co // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2015. – Вып. 18. – С. 494–499.
7. Панов В. С., Чувилин А. М. Технология и свойства спечённых твёрдых сплавов и изделий из них. Учебное пособие для вузов. – М.: МИСиС, 2001. – 428 с.
8. Туманов В. И., Гольдберг З. А., Чернышев В. В., Павлова З. И. Термостойкость сплавов карбид вольфрама – кобальт. // Порошковая металлургия. – 1966. – № 10. – С.71–76.
9. Клочко Н.А., Херсонский А.К. Исследование влияния термической обработки на напряжённое состояние и свойства изделий из спечённых твёрдых сплавов WC-Co / Основы технологии пайки и термообработки твердосплавного инструмента: Сб. науч. трудов. – М.: Металлургия, 1981. – С. 56–60.
10. Лошак М. Г., Александрова Л. И. Упрочнение твердых сплавов – К.: Наукова думка, 1977. – С.123–126.

11. Третьяков В. И. Основы металловедения и технологии производства спеченных твёрдых сплавов – М.: Металлургия, 1976. – 528 с.
12. Бондаренко В. П. Павлоцкая Э. Г. Спекание твердых сплавов в прецизионно контролируемой газовой среле. – Киев: Наук.думка, 1995. – 201 с.
13. Фальковский В. А., Клячко Л .И. Твердые сплавы. – М.: Издательский дом «Руда и металлы», 2005. – 416 с.
14. Харченко О. В. Визначення ефективних тисків азоту при спіканні дрібнозернистих інструментальних твердих сплавів WC-Co з підвищеною зносостійкістю: автореф. дис. …канд. техн. наук: 05.02.01 / НАН України, Ін-т надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля. – Київ: – 2014. – 20 с.
15. Панов В. С., Чувилин А. М., Фальковский В. А. Технология и свойства спеченных твердых сплавов и изделий из них. – М.: МИСиС, 2004. –464 с.
16. Трент Е. М. Резание металлов. – М.: Машиностроение, 1980. – 263 с.
17. Термодесорбционная очистка твердых сплавов после спекания в газових середах / Н. М. Прокопив, О. В. Харченко, Э. С. Геворкян, и др. // Сучасні технології в машинобудуванні. – 2012. – Вип. № 7. – С. 112–121.

Надійшла 18.06.18

References

1. Schubert, C. (1999). Feinstkornegefuge erhohen Belastbarkeit maderner Werkyeugwerkstoffe. *Vfschinenmarkt. Vol. 105, 12,* 62–65.
2. Falkovsky, V. A., Klyachko, L. I., & Khoklov, A. M. (2000) Tendentsii sovershenstvovania tverdukh splavov karbid wolframa – kobalt [Tendencies of perfection of solid alloys of tungsten carbide - cobalt]. *Zvetnye metally – Non-ferrous metals, 5,* 112–114 [in Russian].
3. German R. M. (1985). *Liquid phase sintering*. – N.Y. London: Plenum Press.
4. Prokopiv, N. M., Bondarenko, V. P., Kharchenko, & O. V., Tsap, I. V. (2008). Vplyv umov spikannia splavu VK10 OM na kinetyku i mekhanizmy znosu yoho v umovakh chystovoho i udarnoho tochinnia [Influence of the conditions of sintering of the alloy VK10 OM on the kinetics and mechanisms of its wear in conditions of finishing and impacting sharpening] Proceedings from Interpartner ’08: *Nauchnotekhnicheskaia konferentsiia – Technical sciences conf.* (pp. 312–327) [in Ukrainian].
5. Prokopiv, M. M., & Kharchenko, O. V. (2009) Vplyv vidpalu u vakuumi splavu VK10 OM, spechenoho u metano-vodnevomu seredovyshchi, na yoho strukturu, fizyko-mekhanichni vlastyvosti, kinetyku ta mekhanizmy znosu v umovakh rizannia [Influence of annealing in the vacuum of the alloy VK10 OM, sintered in the methane-hydrogen environment, on its structure, physical and mechanical properties, kinetics and mechanisms of wear under cutting conditions] *Porodorazrushayushchii I metalloobrabativayushchii instrument – tekhnika I tekhnologiya ego izgotovleniya i primineniya – Rock Destruction and Metal-Working Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications, Vol. 12,* 431–437 [in Ukrainian]
6. Prokopiv, M. M., Kharchenko, O. V., & Uschapovsky, Yu. P. (2015) Vplyv umov spikannia na stiykist instrumentu dlya naplavlennya midi tertyam z peremishuvannyam iz splavu hrupy WC-Co [Influence of the sintering conditions on the stability of the instrument for welding the copper to friction with the mixing from the alloy of the group WC-Co] *Porodorazrushayushchii I metalloobrabativayushchii instrument – tekhnika I tekhnologiya ego izgotovleniya i primineniya – Rock Destruction and Metal-Working*

Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications, Vol. 18, 494–499 [in Ukrainian].

7. Panov, V. S., & Chuvilin, A. M. (2001) *Tekhnologiya i svoystva spechonnykh tvordykh splavov i izdeliy iz nikh. [Technology and properties of sintered solid alloys and products from them.]*. Moscow: MISiS [in Russian].
8. Tumanov, V. I., Goldberg, Z. A., Chernyshev, V. V., & Pavlova Z. I. (1996) Termostoikost splavov karbid volframa – kobalt [Technology and properties of sintered solid alloys and products from them.] *Powder Metallurgy, 10*, 71–76 [in Russian].
9. Klochko, O. N., & Khersonskii, A. K (1981) Issledovanie vliianiia termicheskoi obrabotki na napriazhonnoe sostoyanie i svoistva izdelii iz spechonnykh tvordykh splavov WC–Co [Investigation of the influence of thermal treatment on the stress state and properties of products from sintered solid alloys WC–Co]. *Osnovy tekhnolohii paiki i termooobrabotki tverdosplavnogo instrumenta – Fundamentals of the technology of soldering and heat treatment of a carbide tool.* (pp. 56–60). – Moscow: Metallurhia [in Russian].
10. Loshak, M. G., & Alexandrova, L. I. (1977). *Uprochnenie tverdykh splavov [Hardening of hard alloys]*. (pp.123–126). Kiev: Naukova dumka [in Russian].
11. Tretiakov, V. I. (1976). *Osnovy metallovedeniia i tekhnolohii proizvodstva spechennykh tviordykh splavov [Fundamentals of metallurgy and technology of the production of sintered solid alloys]*. Moscow: Metallurhia [in Russian].
12. Bondarenko, V. P., & Pavlotskaya, E. G. (1995) *Spekanie tverdykh splavov v pretsizionno kontroliruemoi gazovoi srede. [Sintering of solid alloys in a precisely controlled gas atmosphere]*. Kiev: Naukova dumka [in Russian].
13. Falkovskii, V. A., & Crumble, L. I. (2005). *Tverdye splavy* [*Solid Alloys]*. Moscow: Publishing House «Rud and Metals» [in Russian].
14. Kharchenko, O. V. (2014). Vyznachennya efektyvnykh tyskiv azotu pry spikanni dribnozernystykh instrumental'nykh tverdykh splaviv WC–Co z pidvyshchenoiu znosostiikistiu [Determination of effective nitrogen pressures during the sintering of fine-grained instrumental solid alloys WC-Co with increased wear resistance] *Extended abstract of candidate's thesis*: Kyiv. [In Ukrainian].
15. Panov, V. S, Chuvilin, A. M, & Falkovskii, V. A (2004) *Tekhnolohiia i svoistva spechennykh tverdykh splavov i izdeliy iz nikh. [Technology and properties of sintered solid alloys and products from them]*. Moscow: MISiS [in Russian].
16. Trent, E. M. (1980) *Rezanie metallov [Cutting of metals]*. Moscow: Mashinostroenie.
17. Prokopiv, M. M., Kharchenko, O. V., Gevorgyan, E. S., et al. (2012) Termodesorbtsionnaia ochistka tverdykh splavov posle spekaniia v gazovykh sredakh. [Thermoseduction cleaning of solid alloys after sintering in gas media]. *Suchasni tekhnolohii v mashinibuduvanni – Modern technologies in mechanical engineering, Vol. 7* 112–121 [in Russian].

УДК 519.688:536.2

Н. В. Литошенко, канд. техн. наук

Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська, 2, 04074 м. Київ, Україна, e-mail: lytnat@ukr.net

ПОРІВНЯННЯ ДВОХ ПІДХОДІВ ДО МОДЕЛЮВАННЯ ГРАНИЦІ ПРУЖНОСТІ СПЛАВІВ WC–Co ПІД ЧАС РОЗТЯГУВАННЯ

Завдання наукового дослідження полягає в тому, щоб пояснити отриману за допомогою рівнянь механіки термопружності композитів теоретичну залежність для границі пружності з погляду дислокаційних уявлень про пластичні деформації, що виникають в реальних твердих сплавах WC–Co. Для цього проведено порівняння отриманого розв'язку модельної задачі про взаємодію гвинтової дислокації з зернами WC в твердих сплавах WC–Co з оцінкою границі пружності цих сплавів, виконаною за допомогою рівнянь термопружності двофазних композитів. Встановлено, що теоретична залежність умовної границі пружності для сплаву WC–25%Co практично збігається з виразом для оцінки знизу границі текучості за наявності смуги зсуву в суміжних площинах кристалічної ґратки під час розтягування. Отже, створені з використанням традиційної механіки пружних композитів математичні моделі є фізично правдоподібними і можуть бути розвинутими. Їх застосування дасть змогу проводити контроль точності вимірювання деформаційних характеристик промислових марок твердих сплавів.

Ключові слова: *твердий сплав WC–Co, математичне моделювання, границя пружності, розтягування, гвинтова дислокація.*

Вступ

Як свідчить огляд сучасної літератури, присвяченої комп'ютерному моделюванню напружено-деформаційного стану сплавів WC-Co, встановлюючи кореляційні зв'язки між структурою і властивостями твердих сплавів, дослідники здебільшого використовують атомістичні обчислювальні моделі [1, 2]. Інформацію, отриману за допомогою, наприклад, молекулярно-динамічного методу, пов'язують з континуальними моделями пружності з урахуванням теорії дислокацій. Для розв'язання модельних задач здебільшого використовують двовимірний метод скінченних елементів.

Автор статті ставить за мету встановити, як узгоджується між собою два різні підходи до моделювання умовної границі пружності сплавів WC–25%Co під час випробування на розтягування. Перший із запропонованих підходів базується на фундаментальних положеннях фізичного матеріалознавства і механіки пружно-пластичних композитів, а другий – на принципах фізичної теорії пластичності кристалів.

Числовий експеримент

Під час механічних випробувань твердих сплавів на розтягування використовують довгі зразки, в середній частині яких створюється однорідний одноосьовий напружений стан.

Для оцінювання границі пружності твердого сплаву WC–25%Co виходимо з відповідних характеристик його карбідної і кобальтової фаз з урахуванням залишкових термічних напружень, що виникли в процесі охолодження після спікання [3]. Рівняння термопружності двофазних композитів встановлюють зв'язок між середніми за об'ємом напруженнями фаз сплаву WC–Co та макроскопічним напруженням розтягування. Під дією напруження розтягування фіксованого значення трьохосьовий напружений стан, що виникає в його фазах, істотно відрізняється.

Під час збільшення зовнішнього навантаження, що розтягує зразок з твердого сплаву WC–25%Co, першою з фаз, в якій досягається границя пружності, є кобальтова зв'язка. Тому умовна границя пружності цього сплаву розраховується за формулою [3]:

$$\sigma_y = \frac{\sigma_{yCo}\,\mu(\mu_{WC}-\mu_{Co})\nu_{Co}}{\mu_{Co}(\mu_{WC}-\mu)},$$

де $\sigma_{yCo} = 0{,}27 + 0{,}22\cdot(l_{Co})^{-0.5}$ – границя пружності кобальтової зв'язки; μ, μ_{WC}, μ_{Co} – модулі зсуву сплаву, карбідної і кобальтової фази відповідно; ν_{Co} – об'ємний вміст кобальту в сплаві. Середнє значення товщини кобальтових прошарків. l_{Co} обчислюється за формулами [3]:

$$l_{Co} = \frac{d_{WC}\nu_{Co}}{(1-C)\nu_{WC}}, \qquad C = 1-0{,}65\,(1+2{,}57\,V)\,\nu_{Co}^{0{,}78},$$

де d_{WC} – середній розмір карбідних зерен, C – коефіцієнт суміжності зерен WC, а V – коефіцієнт варіації розподілу зерен WC за розмірами.

Отримані значення σ_y для різних d_{WC} та коефіцієнта варіації V = 0,5 подано в таблиці.

Залежність границі пружності σ_y під час розтягування сплаву WC–25%Co від середнього розміру карбідних зерен d_{WC}

d_{WC}, мкм	1	2	3	4	5
σ_y, ГПа	0,81	0,70	0,65	0,62	0,60

Літературні дані про механічні випробовування твердих сплавів WC–Co на розтягування, на жаль, нечисленні і досить суперечливі [4]. Наведемо деякі з них для WC–25%Co. Так, границя пропорційності, виміряна в [4], становить 0,52-0,54 ГПа, умовна границя текучості за залишкової пластичної деформації 0,01% – 0,76–-0,92 ГПа [5]. З діаграми деформування під час розтягування в [6] видно, що границя пружності дорівнює приблизно 0,76 ГПа. За даними таблиці, для розмірів карбідних зерен d_{WC}= (1–3) мкм середнє значення σ_y = 0,72 ГПа. Така відповідність свідчить на користь застосованого методу обчислення границі пружності.

Подана в таблиці залежність $\sigma_y(d_{WC})$ може бути апроксимована виразом:

$$\sigma_y = 0{,}559 + 0{,}257/d_{WC} \qquad (1)$$

з коефіцієнтом регресії 0,994.

Застосуємо інший підхід для встановлення залежності границі пружності твердого сплаву WC–25%Co від середнього розміру зерен WC. В ньому традиційна механіка пружних композитів поєднується з фізичною теорією пластичності кристалів. Розглянемо матричний композит з регулярним розташуванням сферичних включень, в якому створено гвинтову дислокацію. Вважається, що на великій відстані від дислокації композитний матеріал знаходиться в умовах однорідного напруженого стану. Основним механізмом пластичного деформування композиту вважається ковзання в площинах симетрії його елементарної комірки. Розглядається така система ковзання, що під час деформування подовжнього зсуву матеріалу відповідає найбільш легкому ковзанню. В такому разі дислокація під час руху не

перетинає частинки дисперсної фази. Переваги застосованого методу полягають в тому, що на відміну від наведеного, наприклад в [7], він враховує ефект взаємного впливу твердофазних включень на напружено-деформаційний стан матриці.

Запропонована модель структури композита може розглядатися як двовимірний аналог багатокобальтового твердого сплаву WC–Co, мікроструктура якого наближається до матричної. Для оцінювання умовної границі пружності під час розтягування твердого сплаву WC–25%Co скористаємося теоретичними результатами [8]. Границя текучості композитного матеріалу під час зсуву має вигляд:

$$\tau = \tau_m + \frac{b\mu_m}{\pi d}\,\tau(\nu,\mu), \tag{2}$$

де τ_m – границя текучості на зсув матеріалу матриці, b – модуль вектора Бюргерса матеріалу матриці, d – діаметр частинок наповнювача, ν – об'ємна концентрація наповнювача, $\mu = \mu_f / \mu_m$ – відношення модулів зсуву матеріалів включення і матриці. Залежність параметра $\tau(\nu, \mu)$ від аргументів наведено в [8]. Аналогічне співвідношення для границі текучості під час розтягування з урахуванням того факту, що вона в $\sqrt{3}$ разів більша за границю текучості під час зсуву [9], має такий вигляд:

$$\sigma = \sigma_m + \sqrt{3}\,\frac{b\mu_m}{\pi d}\,\tau(\nu,\mu), \tag{3}$$

де σ_m – границя текучості під час розтягування матеріалу матриці. Оскільки нами розглянуто випадок, коли одна дислокація переміщується в площині найлегшого ковзання, то запропонований вираз для границі текучості за випробовування на розтяг можна розглядати як оцінку знизу границі текучості реального сплаву WC–Co і порівняти її з умовною границею пружності (1).

Для твердого сплаву WC–25%Co параметри рівняння (3) мають такі значення: b = 2,56 нм, μ_m = 3,7, ν = 0,63, $\tau(\nu, \mu)$ = 0,54. Для σ_m вибираємо значення 0,552 ГП, що наведено в [10] для кобальтової зв'язки. В результаті проведених розрахунків співвідношення (3) перетворюється на залежність границі текучості під час розтягування від середнього розміру карбідних зерен d_{WC} в сплаві WC–25%Co.

$$\sigma = 0{,}552 + 0{,}062/d_{\mathrm{WC}}. \tag{4}$$

Порівняння залежностей (1) і (4) вказує на те, що вони будуть практично співпадати у разі збільшення коефіцієнта 0,062 в чотири рази. Варто зауважити, що в цьому випадку вираз (4) відповідатиме теоретичному розв'язку розглянутої задачі моделювання смуги зсуву в чотирьох площинах кристалічної ґратки.

Висновки

Проведений порівняльний аналіз свідчить про те, що математичне моделювання умовної границі пружності під час розтягування твердих сплавів WC–Co, алгоритми якого базуються на фундаментальних положеннях фізичного матеріалознавства та механіки пружно-пластичних матеріалів, добре узгоджується з дислокаційними уявленнями про пластичне деформування багатокобальтових твердих сплавів WC–Co. Отже, створені в [3] і [11] з використанням такого підходу математичні моделі є фізично правдоподібними і можуть розвиватися у майбутньому. Застосування отриманих аналітичних залежностей

властивостей сплавів WC–Co від структурних параметрів дає змогу проводити контроль точності вимірювання деформаційних характеристик промислових марок твердих сплавів.

Задача научного исследования заключается в том, чтобы объяснить полученную с помощью уравнений механики термоупругости композитов теоретическую зависимость для предела упругости с точки зрения дислокационных представлений о пластических деформациях, возникающих в реальных твердых сплавах WC–Co. Для этого проведено сравнение полученного решения модельной задачи о взаимодействии винтовой дислокации с зернами WC в твердых сплавах WC–Co с оценкой предела упругости этих сплавов, выполненной с помощью уравнений термоупругости двухфазных композитов. Установлено, что теоретическая зависимость условной границы упругости для сплава WC–25%Co практически совпадает с выражением для оценки снизу предела текучести при наличии полосы сдвига в смежных плоскостях кристаллической решетки при растяжении. Таким образом, созданные с использованием традиционной механіки упругих композитов математические модели являются физически правдоподобными и могут быть развитыми. Их применение позволит проводить контроль точности измерения деформационных характеристик промышленных марок твердых сплавов.

Ключевые слова: *твердый сплав WC–Co, математическое моделирование, предел упругости, растяжение, винтовая дислокация.*

N. V. Lytoshenko

COMPARISON OF TWO APPROACHES TO THE MODELING OF THE TENSILE ELASTIC LIMIT OF THE WC-CO HARDMETAL

The task of the scientific study is to explain the theoretical dependence obtained from the equations of the mechanics of thermoelasticity of composites for the elastic limit from the point of view of dislocation concepts of plastic deformations arising in real WC–Co hardmetals. To do this, we compare the solution of the model problem for the interaction of a screw dislocation with WC grains in WC–Co hardmetal with an estimate of the elastic limit of these alloys, carried out using the equations of thermoelasticity of two-phase composites. It is established that the theoretical dependence of the conditional elasticity limit for the WC–25%Co alloy practically coincides with the expression for estimating the yield point from below in the presence of a shear band in adjacent planes of the crystal lattice under tension. Thus, mathematical models created using the traditional mechanics of elastic composites are physically plausible and can be developed. Their application will allow controlling the accuracy of measuring the deformation characteristics of industrial grades of hardmetals.

Keywords: *WC–Co hardmetals, mathematical simulation, elastic limit, tensile, screw dislocation*.

Література

1. Johansson S. A computational study of interface structures and energetics in cemented carbides and steels // PhD thesis, Chalmers University of Technology, 2010.
2. Chang-Soo K., Ted R. Massa, Gregory S. R. Modeling the relationship between microstructural features and the strength of WC–Co composites // Int. J. of Refr. Met. & Hard Mat. – 2006. –24. – P. 89–100.
3. Литошенко Н. В. Оценка условного предела упругости твердого сплава WC-Co при растяжении // Пробл. прочн. – 1999. – № 6. – С. 116–122.
4. Креймер Г. С. Прочность твердых сплавов.–М.: Металургия, 1977.–248 с.
5. Bock H., Hoffmann H., Blumenauer H. Mechanische Eigenschaften von Wolframkarbid-Kobalt-Legierungen//Technik. – 1976. – B31. – N 1. – P. 47–51.
6. Лошак М. Г. Прочность и долговечность твердых сплавов.– К.: Наук. думка, 1984. – 327 с.

7. Sendeckyi G. P. Screw dislocations near circular inclusions// Phys. Stat. Sol.(A). – 1970. – 3, N 2.– P. 529–535
8. Бондаренко В. П., Литошенко Н. В. Оценка влияния волокон на предел текучести волокнистого композита при деформации продольного сдвига // Прикл. механ. – 1998. – 34, № 9. – С. 83–89.
9. Качанов Л. М. Основы теории пластичности. – М.: Наука, 1969.– 420 с.
10. Оцука А., Того К., Тагава Т. Анализ остаточных напряжений после спекания, микронапряжений и микродеформаций при приложении одноосной растягивающей нагрузки в твердом сплаве типа WC–Co// Trans. Jap. Sos. Mech. Eng.(A).– 1987. – 53. – N 495. – P. 1969–1976.
11. Golovchan V. T., Litoshenko N. V. The stress-strain behavior of WC–Co hardmetals // Comp. Mat. Sci. – 2010. – 49. – N 3.– P. 593–597.

Надійшла 04.05.18

References

1. Johansson S. (2010). A computational study of interface structures and energetics in cemented carbides and steels. *PhD thesis*. Chalmers University of Technology
2. Chang-Soo K., Ted R. Massa, & Gregory S. R. (2006). Modeling the relationship between microstructural features and the strength of WC–Co composites. *Int. J. of Refr. Met. & Hard Mat., 24,* 89–100.
3. Litoshenko, N. V. (1999). Otsenka uslovnogo predela uprugosti tverdogo splava WC-Co pri rastyagenii.[Estimation of the conditional limit of elasticity of a hard alloy WC-Co under stretching]. *Probl. proch. – Strength problems , 6,* 116–122 [in Russian].
4. Kramer, G.S. (1977). *Prochnost tverdykh splavov [Strength of hard alloys]*. Moscow: Metallurhiia [in Russian].
5. Bock, H., Hoffmann, H., & Blumenauer, H. (1976). Mechanische Eigenschaften von Wolframkarbid-Kobalt-Legierungen [Mechanical properties of tungsten carbide cobalt]. Technik [in German].
6. Loshak, M. G. (1984). Prochnost i dolgovechnost tverdykh splavov [Strength and durability of hard alloys]. Kiev: Nauk. dumka. [in Russian].
7. Sendeckyi, G.P. (1970). Screw dislocations near circular inclusions *Phys. Stat. Sol.(A), Vol. 3, 2,* 529–535.
8. Bondarenko, V. P., & Litoshenko, N. V. (1998). Otsenka vliianiia volokon na predel tekuchesti voloknistogo kompozita pri deformatsii prodolnogo sdviga[Evaluation of the influence of fibers on the yield strength of a fibrous composite under deformation of a longitudinal shear]. *Prikl. Mekhan. – Applied mechanics, Vol. 34, 9,* 83–89. [in Russian].
9. Kachanov, L.M. (1969). Osnovi teorii plastichnocti. [The fundamentals of the theory of plasticity]. Moscow. Nauka. [in Russian].
10. Otsuka A., Togo, K., Tagava, T. (1987). Analysis of residual stresses after sintering, microstresses and microdeformations when a uniaxial tensile load is applied in a solid alloy of the WC-Co type. *Trans. Jap. Sos. Mech. Eng. (A), Vol.* 53, 49, 1969–1976.
11. Golovchan, V.T., Litoshenko, N.V. (2010). The stress-strain behavior of WC–Co hardmetals. *Comp. Mat. Sci., Vol. 49, 3,* 593–597.

УДК 539.216:621.762

В. В. Івженко, О. М. Кайдаш, кандидати технічних наук, **В. З. Туркевич,** акад. НАН України, **А. Л. Майстренко**, член-кор. НАН України, **В. Г. Кулич**, **П. П. Іценко** кандидати технічних наук, **В. М. Ткач**, д–р фіз.–мат. наук

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

ДОСЛІДЖЕННЯ ВПЛИВУ СИЛІЦІЮВАННЯ НА СТРУКТУРУ ТА ВЛАСТИВОСТІ ГАРЯЧЕПРЕСОВАНОГО ПОЛІКРИСТАЛІЧНОГО КАРБІДУ КРЕМНІЮ

Вивчено закономірності спікання під тиском полікристалічних SiC–матеріалів різної дисперсності. Досліджено особливості формування структури, фазовий склад та властивості гарячепресованих матеріалів, отриманих з порошків SiC при тиску 10 і 25 МПа з подальшим силіціюванням. Показано, що у матеріалах, виготовлених з SiC розміром 5 мкм, просочення кремнієм відбувається повністю. Встановлено, що після силіціювання полікристалічного карбіду кремнію границя міцності під час згинання підвищується на 10%–80%, а тріщиностійкість – на 30%–80% залежно від вихідної пористості. Для матеріалу SiC, виготовленого з 5 мкм–порошку, фізико-механічні властивості досягають прийнятних значень: R_{bm} = 320 МПа, K_{1c} = 3,5 МПа·м$^{1/2}$.

***Ключові слова**: карбід кремнію, гаряче пресування, просочення кремнієм, пористість, границя міцності під час згинання, тріщиностійкість*

Карбід кремнію має значний потенціал для виготовлення високотемпературних, зносостійких та корозійностійких матеріалів внаслідок високої твердості, міцності [1], високого опору повзучості [2] та значної стійкості до окислення [3].

Технологія гарячого пресування широко використовується в порошковій металургії тугоплавких сполук для отримання матеріалів з мінімальною пористістю. Основним недоліком цієї технології є висока вартість виробів через низьку стійкість графітової оснастки. Графітові пресформи використовуються в середньому 1–3 рази залежно від температури спікання, тиску пресування та розміру виробу. Під час гарячого пресування матеріалів на основі карбіду кремнію за температури 1900–1950 °С, тиску 20–25 МПа графітова оснастка використовується не більше одиного разу. При зменшенні тиску до 5–10 МПа графітова оснастка може використовуватись до 5–20 разів залежно від розміру виробу. Але при цьому неможливо отримати щільні карбідокремнієві матеріали без значного збільшення вмісту ущільнюючих домішок, які негативно впливають на механічні властивості карбіду кремнію за високих температур.

Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України має 30-річний досвід розробки карбідокремнієвих матеріалів, отриманих гарячим пресуванням і реакційним спіканням. Розроблено жароміцні матеріали і технологічні процеси виготовлення виробів з реакційнозв’язаного карбіду кремнію для використання в машинобудуванні, металургії, космічній техніці [4–6].

Мета роботи полягає у вивченні закономірностей формування структури та властивостей полікристалічних карбідокремнієвих матеріалів, отриманих методом гарячого пресування при зниженому тиску 10 МПа з наступним спіканням у парах кремнію.

Для дослідження використали порошок α–SiC марки М5 та М10 виробництва Запорізького абразивного комбінату з середнім розміром частинок 5 і 10 мкм відповідно.

Вихідні порошки містили не менш ніж 98% SiC і не більш ніж 0,1% Fe, 1,5% O і 0,4% $C_{вільн}$. Зразки отримали гарячим пресуванням в графітових пресформах за температури 1980–2080 °C під тиском 10 і 25 МПа протягом 60 хв. Нагрівали пресформи індукційним способом. Після гарячого пресування зразки розміром 60 × 60 × 15 мм шліфували і просочували кремнієм в індукційній печі, розплавом і парами кремнію – у безкисневому середовищі за температури 2000–2150 °C протягом 15 хв. Густину і пористість матеріалу розраховували за методикою, регламентованою ГОСТ (ДСТ) 20018–74. Отримані матеріали досліджували поєднанням рентгенівського фазового і структурного аналізів, а також мікрорентгеноспектрального аналізу з електронною мікроскопією (*SEM*, ZEISS EVO 50 XVP). Границю міцності під час згинання R_{bm} визначали методом триточкового згину на призматичних зразках розміром 5 × 3,5 × 40 мм з відстанню між опорами 30 мм. Швидкість навантаження становила $6{,}5 \cdot 10^{-5}$ м/с. Тріщиностійкість (в'язкість руйнування K_{1c}) визначали через довжину радіальних тріщин з кутів відбитка індентора Віккерса.

Параметри гарячого пресування (ГП) та деякі характеристики полікристалічних гарячепресованих SiC–матеріалів до і після просочення (ПРС) кремнієм наведено у табл. 1.

Таблиця 1. **Параметри гарячого пресування і просочення кремнієм та пористість зразків гарячепресованих SiC–матеріалів ($h_{зразка}$ = 15 мм)**

№ зразка	Склад, % (за масою) / *d*, мкм	Параметри ГП:			П, %		Параметри просочування		
		T, ºС	*P*, МПа	*t*, хв	до ПРС	після ПРС	$h_{нш}$, мм	$\Delta h/15$	$\Delta l/l$, %
1	SiC (10 мкм)	1980	25	60	28	16	1	0,9	0
2	SiC (10 мкм)	1980	10	60	37	19	9	0,4	+ 1,7
3	SiC (10 мкм)	2080	10	60	11	14	0	1,0	+ 4,6
4	SiC (5 мкм)	1980	10	60	45	4	0	1,0	+ 3,3

Примітка. Середній розмір частинок – *d*, пористість – П, висота непросоченого шару – $h_{нш}$

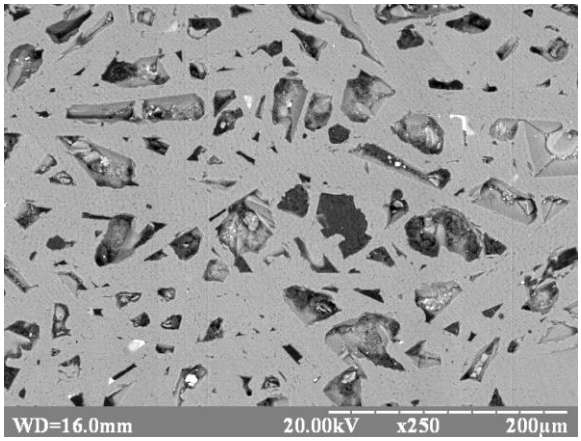
Результати досліджень показали, що карбід кремнію за Т = 1980 °C, тиску 25 МПа (зразок 1) спікається до пористості 28%. За умови зниження тиску до 10 МПа пористість отриманого матеріалу зростає на третину – до 37% (зразок 2). При підвищенні температури до 2080°C пористість матеріалу істотно знижується – навіть за невисокого тиску 10 МПа – до 11% (зразок 3). Якщо використати дрібніший порошок SiC дисперсністю 5 мкм, вихідні (сирі) компакти матимуть майже на 20% вищу початкову пористість і, хоча ущільнення матеріалу за Т = 1980 °C відбувається активно, пористість все ж залишається значною і досягає після гарячого пресування 45% (зразок 4).

Проведені дослідження закономірностей спікання під тиском полікристалічних матеріалів з карбіду кремнію показують, що активують процес ущільнення карбіду підвищення тиску пресування з 10 МПа до 25 МПа, зниження дисперсності вихідних частинок з 10 мкм до 5 мкм та підвищення температури спікання з 1980 °C до 2080 °C.

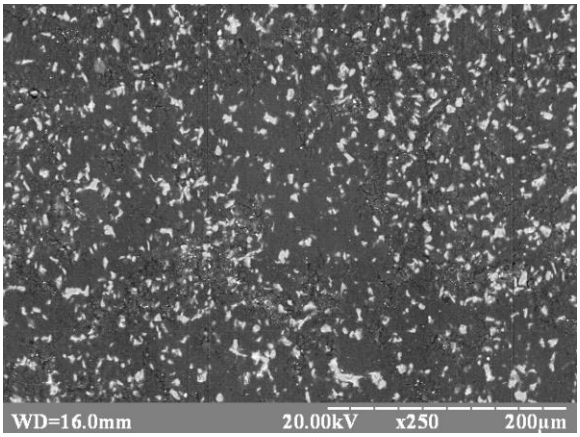
Вивчення процесу просочування кремнієм гарячепресованих полікристалічних карбідокремнієвих матеріалів показало, що залежно від пористості матеріалів та розміру зерен вихідного порошку SiC змінюється як швидкість, так і ступінь просочування кремнієм

(див. табл. 1). Для зразка 1, отриманого після підвищення тиску гарячого пресування 25 МПа, непросочений шар малий – він менший ніж 7% висоти виробу. А ось у зразку 2 непросочений парами кремнію шар – значний, досягає 60%. Підвищення температури спікання (зразок 3), або зниження розміру вихідного зерна SiC (зразок 4) дозволяє досягнути повного просочування матеріалів (відносне просочення $\Delta h/15 = 1$). Останній зразок продемонстрував суттєве зниження пористості – до 4%. Він також дещо збільшився у розмірі ($\Delta l/l$) – на 3,3%. Зміна розміру найбільш значна у зразка 3 і досягає 4,6%.

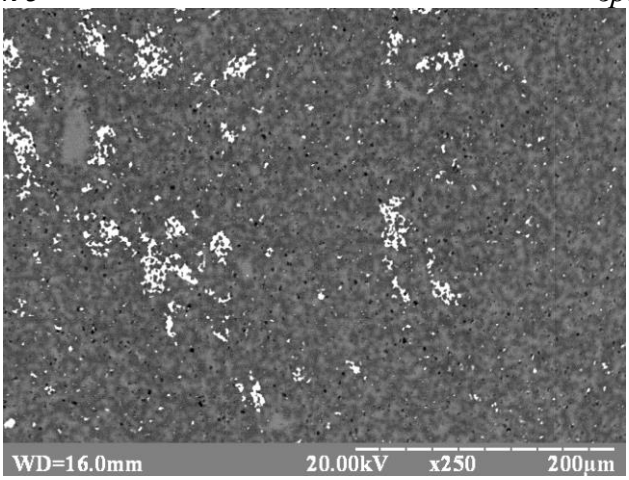
Структура полікристалічних карбідокремнієвих матеріалів, отриманих за температури від 1980°С до 2080°С з порошку SiC різної дисперсності (див. їх характеристики у табл. 1), показана на рис. 1, а результати рентгенівського фазового аналізу (дифрактограми) наведено на рис. 2.



a,
зразок 3



b,
зразок



c,
зразок 4

Рис. 1. Мікроструктура шліфів полікристалічного SiC, отриманого ГП (10 МПа, 60 хв) за Т: a –2080 ℃; b, c – 1980 ℃ та наступним просоченням парами Si. Середній розмір порошку SiC: a, b – 10 мкм; c – 5 мкм

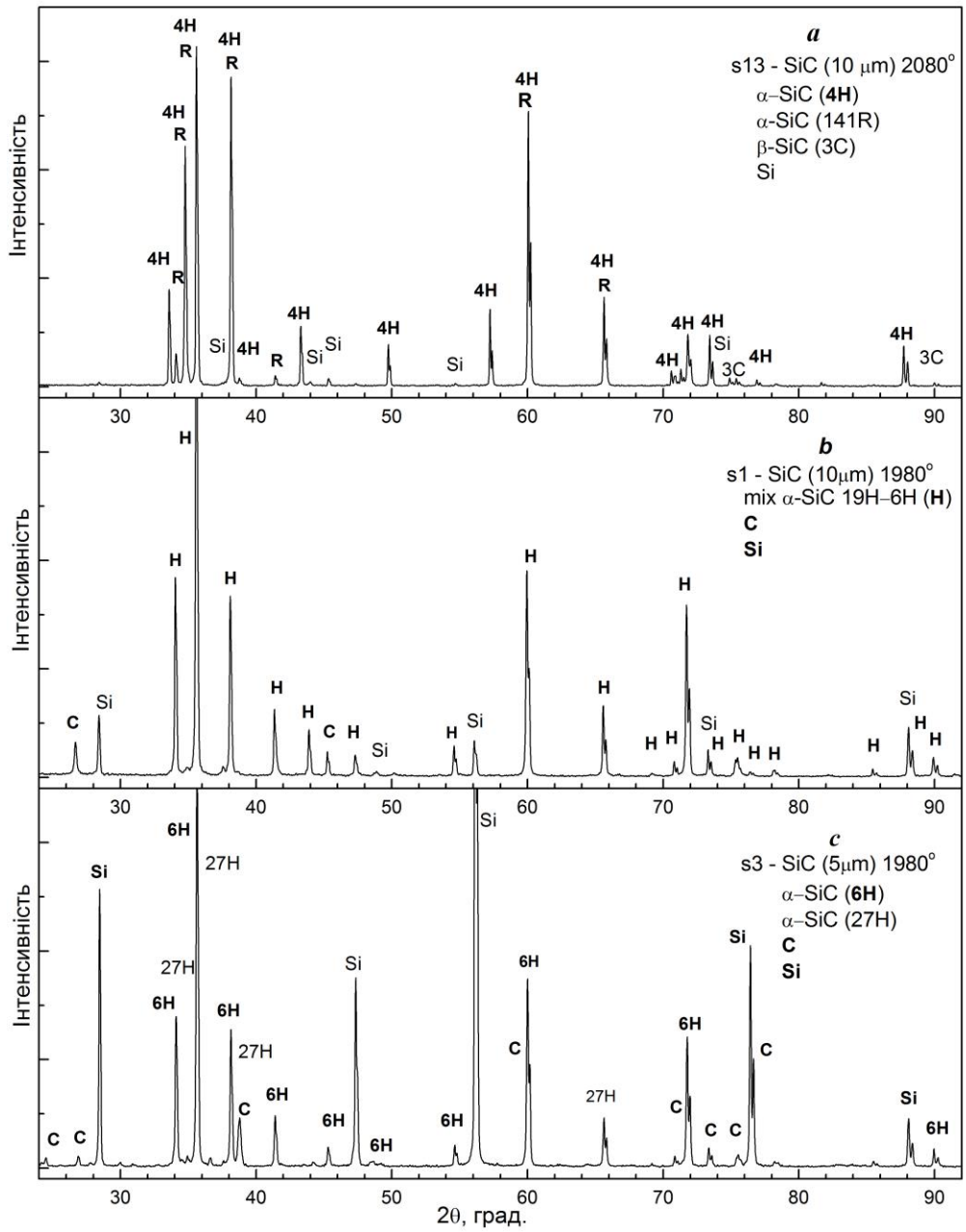


Рис. 2. Типові дифрактограми полікристалічного SiC-матеріалу, отриманого ГП (10 МПа, 60 хв) за температури: a –2080 ℃ (зразок 3); b, c – 1980 ℃ (зразки 2, 4) та наступним просоченням парами кремнію. Середній розмір вихідного порошку SiC: a, b – 10 мкм; c – 5 мкм

За даними рентгенівського фазового аналізу, матеріали містять суміш політипів SiC, в основному α–фази з гексагональною граткою 6*H*, 27*H* (зразок 4 у табл. 2), 6*H*, 19*H* (зразок 2), 4*H* (зразок 3). Наявні у незначній кількості ромбоедрична α–фаза SiC 15*R* та кубічна β-фаза SiC 3*C*, а також вільний вуглець – від 0,2% до 3,7% та кремній. Вміст основного політипу 6*H*–SiC після ГП за 1980°C не відрізняється від вмісту у вихідних порошках обох розмірів. Результати рентгеноструктурного аналізу карбідокремнієвих полікристалічних матеріалів наведено у табл. 3.

Таблиця 2. **Результати рентгенівського фазового аналізу полікристалічного карбіду кремнію, отриманого гарячим пресуванням з наступним силіціюванням**

Назва фази, кристалічна структура	Вміст фази, %	
	Центр зразка	Край зразка
SiC 5 мкм, ГП (1980 °С, 10 МПа, 60 хв.) та силіціювання (зразок 4, дифрактограма *c* на рис. 2)		
α–SiC 6*H* (гексагональна, вюрцит)	**75**	**65**
α–SiC 27*H* (гексагональна, вюрцит)	9	8
Si	14	23
C, графіт	2	4
SiC 10 мкм, ГП (1980 °С, 10 МПа, 60 хв.) та силіціювання (зразок 2, дифрактограма *b* на рис. 3),		
α–SiC 6*H* (гексагональна, вюрцит)	**98**	**78**
α–SiC 19*H* (гексагональна, вюрцит)	2	–
Si	–	19
C, графіт	–	3
SiC 10 мкм, ГП (2080 °С, 10 МПа, 60 хв.) та силіціювання (зразок 3, дифрактограми на рис. 4)		
α–SiC 4*H* (гексагональна, вюрцит)	**95**	**87**
α–SiC 15*R* (ромбоедрична)	3	1
β–SiC 3*C* (кубічна, сфалерит)	1	–
Si	1	12

Таблиця 3. **Результати рентгенівського структурного аналізу полікристалічного карбіду кремнію, отриманого з порошку SiC розміром 10 мкм гарячим пресуванням з наступним силіціюванням**

Назва фази, кристалічна структура	Постійна ґратки, нм		
	A	*b*	*c*
ГП (1980 ºС, 10 МПа, 60 хв) та силіціювання (зразок 2, дифракт. *b*, рис. 3)			
α–SiC 6*H* (гексагональна, вюрцит)	0,30806	0,30806	1,51161
α–SiC 19*H* (гексагональна, вюрцит)	0,30798	0,30798	4,77989
Si	0,54265	0,54265	0,54265
C, графіт	0,24724	0,42589	0,66625
ГП (2080 ºС, 10 МПа, 60 хв) та силіціювання (зразок 3, дифракт. *a*, рис. 4)			
α–SiC 4*H* (гексагональна, вюрцит)	0,30776	0,30776	1,00763
α–SiC 15*R* (ромбоедрична)	0,30763	0,30763	3,78015
β–SiC 3*C* (кубічна, сфалерит)	0,43552	0,43552	0,43552
Si	0,79919	0,48080	0,47891

Параметри ґратки гексагональних політипів практично не відрізняються, тільки за підвищення температури спікання на 100°С до 2080°С відбувається перехід до більш рівновісного α–політипу з ґраткою 4*H*. Схожий перехід було зафіксовано під час

рідкофазного спікання α–фази карбіду кремнію у роботі [7]. За літературними даними, саме політип 4*H* має найнижчу загальну енергію і тому повинен бути найбільш стабільним [8].

У процесі вивчення просочення кремнієм SiC-матеріалів для порівняння виконано аналіз центральної і зовнішньої частин виготовлених зразків. Надалі ці ділянки називатимемо центр і край (периферія) зразка. Такі дифрактограми наведено для зразка 4 – на рис. 3, для зразка 3 – на рис. 4, відмінності за вмістом фаз показано у табл. 2.

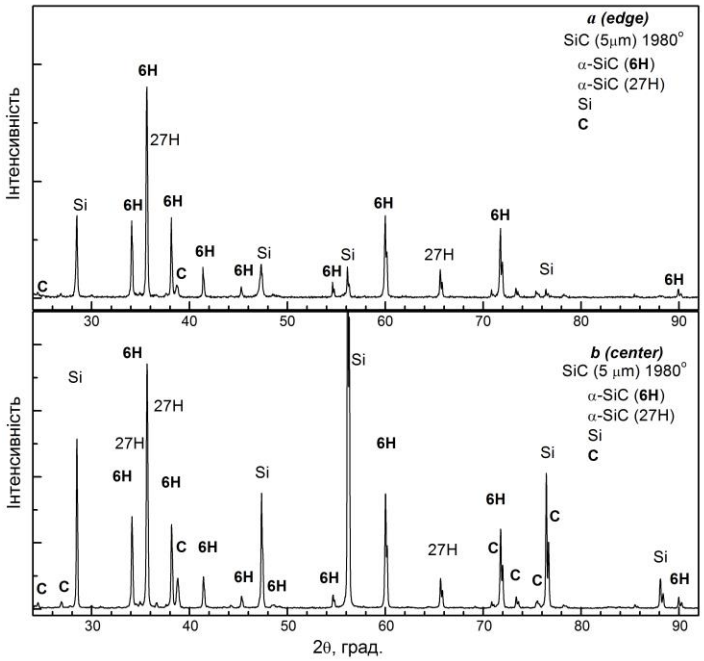


Рис. 3. Типові дифрактограми полікристалічного карбіду кремнію (зразок 4) (порошок SiC розміром 5 мкм), отриманого ГП (1980 °С, 10 МПа, 60 хв) з наступним просоченням парами кремнію: a – край зразка, b – центр зразка

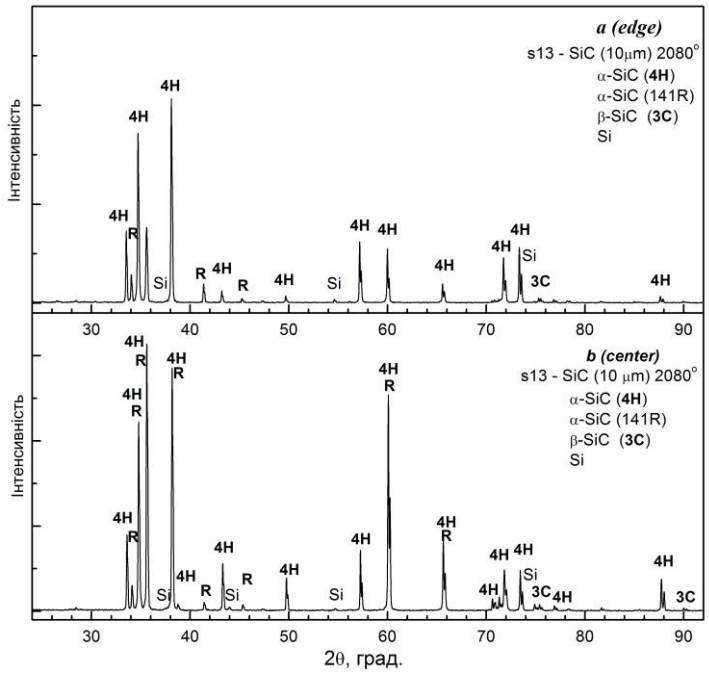


Рис. 4. Типові дифрактограми полікристалічного карбіду кремнію (зразок 3) (порошок SiC розміром 10 мкм), отриманого ГП (2080 °С, 10 МПа, 60 хв) з наступним просоченням парами кремнію: a – край зразка, b – центр зразка

Для зразка 4, виготовленого з дрібного порошку SiC розміром 5 мкм, у якому просочення кремнієм пройшло повністю, відмінності за вмістом фаз між центром та краєм зразка незначні. Край зразка після просочення збагачений кремнієм, а у центральній частині спостерігається зростання вмісту карбіду кремнію майже на 10% (табл. 2).

Це відбувається, зокрема, і за рахунок утворення вторинного SiC з вільних кремнію та вуглецю, що підтверджується одночасним зниженням їх кількості (табл. 2). Як показали мікроструктурні дослідження та проведений мікрорентгеноспектральний аналіз, полікристалічні матеріали з карбіду кремнію містять переважно тугоплавкий карбід SiC (його вміст досягає 75–85%). Міжзернова фаза складається або з кремнію, або з твердого розчину Si–C–Me. Загальний вміст металічних домішок незначний і менший за 0,1% (ат.). Майже немає відмінностей для такого матеріалу і в центрі зразка. Цей висновок також підтверджено порівняльним аналізом дев'яти різних зон на глибину до 2,8 мм. Вміст кремнію та вуглецю від зони до зони практично не змінюється. А ось для матеріалів, виготовлених з крупнішого порошку SiC розміром 10 мкм, відмінності між центром і краєм зразка досить значні. Встановлено зростання на краю зразків вмісту вільного кремнію до 12% та 19%. У зразку 2 (T = 1980 °C) просочення відбулося не повністю.

Результати дослідження фізико–механічних властивостей матеріалів, отриманих з порошків SiC дисперсністю 5 мкм і 10 мкм гарячим пресуванням за температури 1980°C–2080°C, тиску 10 МПа і 25 МПа за 60 хв, а також властивості гарячепресованих матеріалів після просочення їх кремнієм наведено в табл. 4.

Таблиця 4. **Фізико-механічні властивості гарячепресованих полікристалічних SiC-матеріалів до і після просочення кремнієм**

№ зразка	Склад, % (за масою)	d, мкм	Параметри ГП:			П, %		R_{bm}, МПа		K_{1c}, МПа·м$^{1/2}$		
										після ГП	після ПРС	
			T, °C	P, МПа	t, хв	до ПРС	після ПРС	до ПРС	після ПРС		центр	Край
1	SiC	10	1980	25	60	28	16	210	235	< 2	< 2	3,3
2	SiC	10	1980	10	60	37	19	170	220	< 2	< 2	3,3
3	SiC	10	2080	10	60	11	14	250	240	< 2	2,5	3,0
4	SiC	5	1980	10	60	45	4	180	320	< 2	3,6	3,5

Як свідчать результати, пористість матеріалів значно знижується, а границя міцності під час згинання R_{bm} підвищується. Так, в матеріалі, отриманому з порошку SiC дисперсністю 5 мкм (зразок 4), пористість зменшується до 4%. При цьому значення R_{bm} збільшується вдвічі і досягає прийнятного рівня 320 МПа, співставного з міцністю 300 МПа – 320 МПа, гарячепресованого матеріалу, отриманого у [9]. Тріщиностійкість також підвищується на 80% і досягає величини 3,5 МПа·м$^{1/2}$, причому як у центрі, так і на краю повністю просоченого кремнієм зразка 4.

Винятком є матеріал, отриманий з порошку SiC дисперсністю 10 мкм за температури спікання 2080°С і тиску 10 МПа (зразок 3): після просочення кремнієм його пористість навпаки підвищується з 11% до 14%, міцність R_{bm} практично не змінюється, а K_{1c} зростає на 25% до 3,0 МПа·м$^{1/2}$. Дослідження мікроструктури цього матеріалу показали збільшення розмірів зерен карбіду кремнію на порядок, що призвело до зростання міжкристалітної пористості.

Висновки

1. Вивчено закономірності спікання SiC під тиском 10 МПа полікристалічних матеріалів різної дисперсності. Показано, що підвищення температури приводить до зменшення пористості на 30%. При зниженні дисперсності вихідного порошку карбіду кремнію з 10 до 5 мкм пористість залишається значною і досягає після гарячого пресування 45%.

2. Вивчено особливості структуроутворення та фазовий склад гарячепресованих SiC–матеріалів після просочування парами кремнію. Полікристалічні матеріали містять до 85% тугоплавкого карбіду кремнію. Він складається з суміші політипів α–фази SiC з гексагональною ґраткою 6*H*, 19*H*, 27*H*, з домішками ромбоедричної α–фази 15*R* та кубічної β-фази 3*C*. Міжзернова фаза є твердим розчином на основі кремнію Si–C–Me. Підвищення температури гарячого пресування до 2080°С приводить до швидкого зростання призматичних зерен SiC і утворення грубозернистої структури.

3. Для гарячепресованих матеріалів з SiC розміром 5 мкм, що повністю просочуються кремнієм, відмінності за вмістом фаз між центром та краєм зразка незначні. Центр виробу має на 10% підвищений вміст карбіду кремнію за рахунок утворення вторинного SiC з вільних кремнію та вуглецю. Край виробу збагачений кремнієм.

4. Досліджено вплив просочення кремнієм на властивості гарячепресованого карбіду кремнію. Після силіціювання полікристалічного карбіду кремнію границя міцності під час згинання підвищується на 10%–80%, а тріщиностійкість на 30%–80% залежно від вихідної пористості. Для матеріалу з порошку SiC (розміром 5 мкм) вони досягають прийнятних значень: R_{bm} = 320 МПа, K_{1c} = 3,5 МПа·м$^{1/2}$.

Изучены закономерности спекания под давлением поликристаллических SiC–материалов различной дисперсности. Исследованы особенности формирования структуры, фазовый состав и свойства горячепрессованных материалов, полученных из порошков SiC при давлении 10 и 25 МПа с последующим силицированием. Показано, что в материалах, изготовленных из SiC размером 5 мкм, пропитка кремнием проходит полностью. Установлено, что после силицирования поликристаллического карбида кремния предел прочности при изгибе повышается на 10%–80%, а трещиностойкость на 30%–80% в зависимости от исходной пористости. Для материала SiC, изготовленного из 5 мкм–порошка, физико–механические свойства достигают приемлемых значений: R_{bm} = 320 МПа, K_{1c} = 3,5 МПа·м$^{1/2}$.

***Ключевые слова**: карбид кремния, горячее прессование, пропитка кремнием, пористость, предел прочности при изгибе, трещиностойкость*

V. V. Ivzhenko, O. N. Kaidash, V. Z.Turkevych,
A. L. Maistrenko, V. G. Kulich, P. P. Itsenko, V. N. Tkach

RESEARCH OF THE INFLUENCE OF SILICONIZING ON THE STRUCTURE AND PROPERTIES OF HOT-PRESSED POLYCRYSTALLINE SILICON CARBIDE

The regularities of sintering under pressure of polycrystalline SiC–materials of different dispersion are studied. The peculiarities of structure formation, phase composition and properties of hot pressed materials produced from SiC powders at a pressure of 10 and 25 MPa with followed by siliconizing have been researched. It is shown that in materials made from 5–micron SiC, impregnation with silicon occurs

completely. It was found that after the siliconization of polycrystalline silicon carbide, the bending strength increased by 10%–80%, and crack resistance by 30%–80% depending on the initial porosity. For a SiC material, made from 5 μm powder, physical and mechanical properties reach acceptable values: R_{bm} = 320 МПа, K_{1c} = 3,5 МПа·м$^{1/2}$.

***Key words**: silicon carbide, hot pressing, impregnation with silicon, porosity, bending strength, fracture toughness*

Література

1. Конструкционные карбидокремниевые материалы / А. П. Гаршин, В. В. Карлин, Г. С. Олейник, В. И. Островерхов. – Л.: Машиностроение, 1975. – 152 с.
2. Prochaska S., Scanlan R. M. Effect of Boron and Carbon on sintering of SiC // J. Amer. Ceram. Soc. – 1975. – **58.** – P. 2.
3. Гнесин Г. Г. Карбидокремниевые материалы. – М.: Металлургия, 1977. – 216 с.
4. Майстренко А. Л., Кулич В. Г., Ткач В. Н. Закономерности формирования высокоплотной структуры самосвязанного карбида кремния // Сверхтвердые матер. – 2009. – № 1. – С. 18–35.
5. Исследование упругого последействия при инжекционном литье термопластичных масс на основе порошков SiC, AlN, WC и его влияния на механические свойства материала заготовок изделий / В. В. Ивженко, Н. В. Новиков, Г. Ф. Сарнавская и др. // Сверхтвердые матер. – 2009. – № 1. – С. 49–57.
6. Получение и свойства горячепрессованных материалов на основе карбида кремния с добавками карбидов бора и титана / В. В. Ивженко , О. Н. Кайдаш , Г. Ф. Сарнавская и др. // Сверхтвердые матер. – 2016. – 38. – № 5. – С. 25–34.
7. Lee S. K., Kim C. H. Effects of α–SiC versus β–SiC starting powders on microstructure and fracture toughness of SiC sintered with Al_2O_3–Y_2O_3 additives // J. Amer. Ceram. Soc. – 1994. – 77. – № 6. – P. 1655–1658.
8. Fan J. and Chu P. K. Silicon Carbide Nanostructures. Fabrication, structure and properties. Chapter 2 – General Properties of Bulk SiC // Engineering Materials and Processes. – Springer International Publishing Switzerland, 2014. – P. 7–114. – DOI 10.1007/978-3-319-08726-9_2
9. Григорьев О. Н., Гогоци Г. А., Гогоци Ю. Г., Субботин В. И., Бродниковский Н. П. Получение и свойства керамики системы SiC–B_4C–MeB_2 // Порошковая металлургия. – 2000. – № 5/6. – С. 29–42.

Надійшла 04.06.18

References

1. Garshin, A. P., Karlin, V. V., Oleynik, G. S., & Ostroverkhov, V. I. (1975). *Konstruktsionnye karbidokremniyevye materialy [Structural silicon carbide materials]*. L.: Mashinostroenie [in Russian].
2. Prochaska, S., Scanlan, R. M. (1975). Effect of Boron and Carbon on sintering of SiC. *J. Amer. Ceram. Soc, Vol. 58,* 2.
3. Gnesin, G. G. (1977). *Karbidokremnievye materialy [Silicon carbide materials]*. M.: Metallurgiша [in Russian].
4. Maistrenko, A. L., Kulich, V. G., & Tkach, V. N. (2009). Zakonomernosti formirovaniia vysokoplotnoi struktury samosviazannogo karbida kremniia [Regularities in the formation of a high-density structure of self-bonded silicon carbide]. *Sverkhtverdye mater.* –

Superhard Materials, 1, 18–35 [in Russian].

5. Ivzhenko, V. V., Novikov, N. V., Sarnavskaya, G. F. et al. (2009). Issledovanie uprugogo posledeystviia pri inzhektsionnom lite termoplastichnykh mass na osnove poroshkov SiC, AlN, WC i yego vliianiia na mekhanicheskie svoistva materiala zagotovok izdelii [Investigation of the elastic aftereffect at injection molding of thermoplastic masses on the base of SiC, AlN, WC powders and its influence on the mechanical properties of the preforming material]. *Sverkhtverdyye mater. – Superhard Materials, 1,* 49–57 [in Russian].
6. Ivzhenko, V. V., Kaidash, O. N., Sarnavskaya, G. F. et al. (2016). Poluchenie i svoistva goriachepressovannykh materialov na osnove karbida kremniia s dobavkami karbidov bora i titana [Production and properties of hot-pressed materials based on silicon carbide with addition of boron carbide and titanium0. *Sverkhtverdyye mater. – Superhard Materials, 5,* 25–34 [in Russian].
7. Lee, S. K., & Kim, C. H. (1994). Effects of α–SiC versus β–SiC starting powders on microstructure and fracture toughness of SiC sintered with Al_2O_3–Y_2O_3 additives. *J. Amer. Ceram. Soc., Vol. 77, 6,* 1655–1658.
8. Fan, J. and Chu, P.K. (2014). Silicon Carbide Nanostructures. Fabrication, structure and properties. Chapter 2 – General Properties of Bulk SiC. *Engineering Materials and Processes*. 9hh. 7–114). Springer International Publishing Switzerland.
9. Grigorev, O. N., Gogotsi, G. A., Gogotsi, YU. G., Subbotin, V. I., & Brodnikovskii, N. P. (2000). Poluchenie i svoistva keramiki sistemy SiC–B_4C–MeB_2 [Production and properties of ceramics of the SiC–B_4C–MeB_2 system]. *Poroshkovaia metallurgiia – Powder metallurgy, 5/6,* 29–42 [in Russian].

УДК 621.921.34 – 419: 004.942

А. С. Бєляєв, **В. С**.**Чернобай**;
Р. С. Шмегера, О. П. Виноградова, кандидати технічних наук

Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, вул.Автозаводська 2, 04074 м. Київ

ВПЛИВ МІЖФАЗНОЇ ГРАНИЦІ «АЛМАЗ-МЕТАЛЕВА ЗВ'ЯЗКА» НА КОЕФІЦІЄНТ ТЕРМІЧНОГО РОЗШИРЕННЯ ТА ЗНОСОСТІЙКІСТЬ ЕЛЕКТРОСПЕЧЕНИХ КАМ

Розроблено мікромеханічну модель композиту з недосконалим контактом фаз, яка враховує вплив ступеню недосконалості міжфазної границі "алмаз-металева зв'язка" на коефіцієнт термічного розширення (КТР) та зносостійкість алмазовмісного композиту (КАМ). Міжфазна границя моделюється відповідними контактними умовами на поверхні розділу, а пружно-механічні константи матеріалів фаз визначаються дослідним шляхом або з теоретичних моделей нижчого рівня. Отримані теоретичні дані експериментально підтверджені для зразків електроспечених КАМ на зв'язці NiSn(6%) з включеннями синтетичних алмазів з різними типами покритів та без. Модель дозволяє якісно оцінити вплив контактної пружності міжфазної границі та розміру включень на КТР. Встановлено, що механічне нанесення хрому на алмазні зерна сприяє підвищенню КТР та зносостійкості КАМ даного класу, за рахунок більш якісного міжфазного зв'язку.

***Ключові слова**: модель, міжфазна границя, контактна пружність, коефіцієнт термічного розширення, алмазовмісні композити, зносостійкість.*

Вступ

Алмазовмісні композити на металевих зв'язках широко використовуються для виробництва бурового та каменеобробного інструменту. Оскільки елементи з КАМ у такому інструменті працюють при значних термосилових навантаженнях, здатність КАМ утримувати алмази у робочому шарі та відводити тепло з робочої зони є суттєвими чинниками, які впливають на якість роботи інструменту. Для наведених факторів впливу стан міжфазної границі «алмаз-зв'язка» є визначальним. Метою даної роботи є розробка способу теоретичної оцінки такого впливу.

В основу теоретичного підходу покладено мембранну модель міжфазної поверхні, у якій недосконала міжфазна границя моделюється заданням відповідних контактних умов на поверхні розділу. Контактна пружність є параметром цієї континуальної моделі і являє собою кількісну характеристику міжфазної границі композиту. Для її оцінки використано коефіцієнт термічного розширення композиту, який є структурно-чутливим параметром. Його вимірювання і наступний аналіз дозволяють зробити висновок про стан міжфазної границі алмаз-зв'язка і працездатність створеного на основі КАМ алмазного інструменту.

Теоретична модель

*Постановка задач*і. В якості мікромеханічної моделі розглянуто композит матричного типу з ізотропними фазами, пружні властивості яких задано модулем Юнга $E^{(i)}$ і коефіцієнтом Пуасона $\nu^{(i)}$. Індекс i = 0 використано для матриці, i = 1 – для включень. Постановка модельної крайової задачі для оцінки ефективної пружності композиту з адгезійним контактом включає рівняння пружної рівноваги, умови зовнішнього навантаження та умови адгезійного контакту на поверхні розділу S. Останні задано у вигляді

$$T_n^{(0)} = T_n^{(1)} = D_n(u_n^{(0)} - u_n^{(1)}), \qquad (2)$$

де T_n – нормальна компонента вектору нормальних напружень **T**, D_n – контактна пружність, u_n – переміщення.

В роботі розвинуто підхід, який базується на схемі усереднення Максвела і дозволяє одержати прямий аналог формули Хасельмана-Джонсона для ефективних пружних властивостей композита матричного типу зі сферичними включеннями і недосконалим контактом фаз.

Мікромеханічна модель для оцінки ефективної пружності та термічного розширення композиту. Запропонований Максвелом [1] підхід до визначення ефективних властивостей структурно-неоднорідних матеріалів базується на порівнянні асимптотик збурень від представницького об'єму реального композиту і еквівалентного однорідного включення з заздалегідь невідомими ефективними властивостями. Що важливо, умова рівності вказаних асимптотик еквівалентна умові рівності відповідних дипольних моментів [2]. При цьому, дипольний момент представницького об'єму дорівнює сумі дипольних моментів кожного окремого включення. Це дозволяє сформулювати схему усереднення по Максвелу для пружності у вигляді:

$$\sum_i \mathbf{t}^{(i)}(\mathbf{C}_i) = \mathbf{t}(\mathbf{C}^*); \qquad \sum_i V_i = cV_{eq}; \qquad (1)$$

де c – об'ємний вміст включень в композиті, **t** –тензор дипольних моментів включень, V_i – об'єм i-того включення, V_{eq} – об'єм еквівалентного включення. З цих рівнянь тензор ефективної пружності композиту $\mathbf{C}^*$ (тензор, у загальному випадку) визначається однозначним чином. Макроскопічна пружна поведінка ізотропного композиту повністю визначається двома ефективними константами, зокрема модулями об'ємного стиску k^* та зсуву μ_1^*:

$$k^* = \frac{\left(C_{1111}^* + 2C_{1122}^*\right)}{3}; \quad \mu_1^* = \frac{\left(C_{1111}^* - C_{1122}^*\right)}{2} = C_{1212}^*$$

Для визначення ефективного коефіцієнту термічного розширення для КАМ з недосконалим контактом фаз, скористаємось мультипольним підходом [3], який базується на розвиненні переміщень і напружень в ряд по гармонікам з невідомими коефіцієнтами, у поєднанні зі схемою Максвела (1). Тепер достатньо розглянути нагрів композиту на ΔT за відсутності зовнішніх навантажень. Відповідна одночастковій моделі крайова задача є центрально-симетричною, що суттєво спрощує її аналіз. Так, мультипольні розклади переміщень та напружень містять лише одну гармоніку. Їх підстановка у (2) після певних алгебраїчних перетворень дозволяє отримати вираз для ефективного об'ємного модуля у вигляді

$$\frac{k^*}{k_0} = \frac{1 + \frac{4\mu_0}{3k_0} cA_{00}^{(1)}}{1 - cA_{00}^{(1)}}, \tag{3}$$

де $A_{00}^{(1)}$ - коефіцієнт при першій гармоніці розвинення у ряд переміщень у включеннях. При всебічному розтягу $E_{11} = E_{22} = E_{33} = 1$ $A_{00}^{(1)}$ є єдиним ненульовим коефіцієнтом і дорівнює

$$\frac{A_{00}^{(1)}}{R^3} = \left[\frac{3k_1 RD_n}{2\mu_0\left(3k_1 + RD_n\right)} - \frac{3k_0}{2\mu_0}\right] \Big/ \left[2 + \frac{3k_1 RD_n}{2\mu_0\left(3k_1 + RD_n\right)}\right].$$

Порівнюючи отримане співвідношення (3) із аналогічними виразами для еквівалентного включення з властивостями k^* та α^*, отримаємо формулу для КТР:

$$\alpha^* = \alpha_0 + \frac{\alpha_1 - \alpha_0}{(1/k_e - 1/k_0)}\left(\frac{1}{k^*} - \frac{1}{k_0}\right) \tag{4}$$

де $k_e = \dfrac{3k_1 RD_n}{\left(3k_1 + RD_n\right)}$.

Дослідні дані

З метою дослідження впливу міжфазних границь на КТР та зносостійкість, методом інтенсивного електроспікання, були виготовлені зразки КАМ: на основі матриці *NiSn(6%)* з алмазами марки АС 300Т зернистістю 400/315 мкм без покриття та з покриттями гідриду титану (TiH_2) та хрому (Cr), нанесеними механічном способом; на основі матриці *NiSn(6%)* з алмазами марки АС160Т зернистістю 400/315 мкм з покриттям корбідом титану *TiC*, нанесеним іонно-плазмовим методом.

Коефіцієнт термічного розширення КАМ. На рис.1 приведено значення КТР, отримані дослідним шляхом, в діапазоні температури від 100 до 200°С для чистого нікелю [5] (крива 1), зв'язки *Ni6%Sn* (крива 2) та КАМ з алмазами, покритими *TiH2* (крива 3), *TiC* (крива 4) і *Cr* (криві 5 і 6).

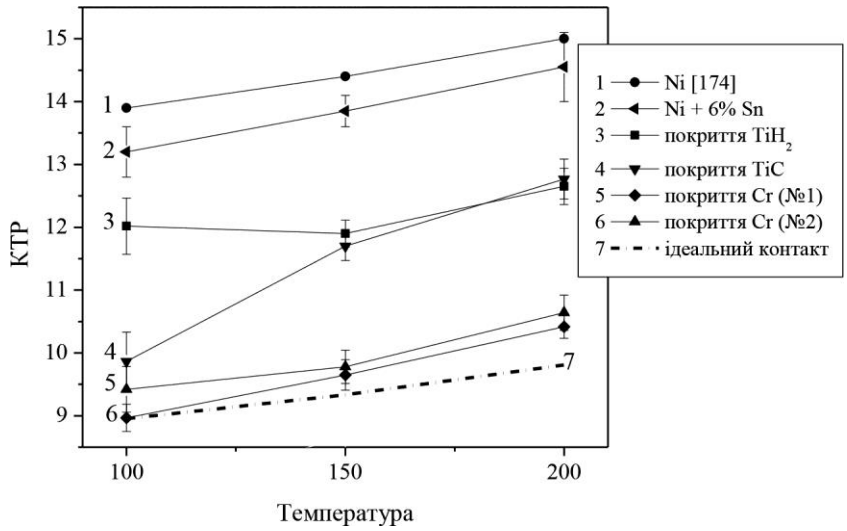


Рис. 1. Залежність коефіцієнта термічного розширення матеріалу зв'язки Ni6%Sn і КАМ від температури і матеріалу покриття

Штрих-пунктирна лінія 7 побудована відповідно до теоретичної моделі (4) в припущенні, що механічний контакт між фазами є ідеальним. Як і варто було очікувати з огляду на малий КТР ($1.0 \cdot 10^{-6}$ [1/К]) і великий модуль Юнга (1150 ГПа) алмазу, в останньому випадку КТР композиту є найменшим і зростає по мірі збільшення температури (погіршення контакту). КАМ з алмазами покритими хромом (лінії 5, 6) мають найменший КТР з усіх досліджених, що говорить про гарний контакт між фазами, який є максимально наближеним до ідеального.

Зносостійкість КАМ. Випробування на зносостійкість породоруйнівних елементів з КАМ проводили згідно методики наведеній у [4]. В якості елементу, для руйнування використали міцний сірий пісковик Торезького родовища України IX категорії буримості (твердість по штампу $P_ш$ = 2,90 ГПа), який має стабільні фізико-механічні властивості, високу абразивність та твердість. Інтенсивність зносу I (мг/м) розраховувалася як співвідношення втрати маси породоруйнівного елемента $\Delta m = m_н - m_к$ до величини проходки L на елемент, де $m_н$ та $m_к$ (мг) – маса зразка відповідно до і після випробування:

$$I = \frac{\Delta m}{L}; \quad L = \frac{\pi D n}{60} t$$

де D – діаметр керну, м; n – частота обертання шпинделя станка, хв$^{-1}$; t – тривалість руйнування, хв. Було виконано два дослідних випробування КАМ на зносостійкість, при заглибленні 0,5 мм. та 1 мм. Одержані дослідні дані наведено в таблицях 1 та 2.

Таблиця 1. **Випробування породоруйнівних елементів з КАМ на зносостійкість при заглибленні 0,5 мм**

№ елементу із КАМ	Зусилля притиску вставки, Н	Контактні напруження МПа	Втрата маси, мг	Інтенсивність зношування по масі, *I*, мг/км
1	2	3	4	5
1 – АС 300Т без покриття	200	2,76	69,0	70,8
2 – АС 300Т з механічно нанесеним покриттям TiH_2	200	2,76	87,0	94,2

Закінчення табл. 1

1	2	3	4	5
3 – АС160Т з іоно-плазмовим покриттям *Ti*	200	2,76	77,0	91,1
4 – АС 300Т з механічно нанесеним покриттям *Cr*	200	2,76	45,0	56,3

Таблиця 2. **Випробування породоруйнівних елементів з КАМ на зносостійкість при заглибленні 1,0 мм**

№ елементу із КАМ	Зусилля притиску вставки, Н	Контактні напруження МПа	Втрата маси, мг	Інтенсивність зношування по масі, *I*, мг/км
1 – АС 300Т без покриття	230	3,17	329	506,2
2– АС 300Т з механічно нанесеним покриттям TiH_2	230	3,17	189	337,5
3– АС160Т з іоно-плазмовим покриттям *Ti*	300	4,14	139	293,7
4– АС 300Т з механічно нанесеним покриттям *Cr*	250	3,45	114	271,4

Як видно з табл. 1, найвищу зносостійкість має зразок №4 з покриттям хрому, така ж тенденція зберігається і для даних таблиці 2, які відповідають заглибленню зразка в породу на 1,0 мм. Тут абсолютна величина інтенсивності зношування суттєво (до 5 разів) більша, оскільки в даному випадку величина навантаження на зразок була закритичною і відповідала режиму так званого блокованого різання. Але навіть в такому «критичному» випадку вплив типу покриття і обумовлених ним властивостей міжфазної границі є очевидним.

Аналіз та порівняння отриманих результатів

Теоретична модель (4) не тільки дозволяє розрахувати ефективний КТР композиту при різних контактних умовах між фазами, але і отримати теоретичні значення ефективного КТР композиту як функції радіусу включень для ряду значень контактної пружності D_n (рис. 2.) На цьому ж графіку, чорними кружечками позначено дослідні дані по КТР при Т = 150 °С для композита з 100% концентрацією с = 0,25 алмазів зернистістю 400/315 (середній радіус R = 180 мкм), покритими хромом, карбідом титану та гідридом титану. Наведені дані демонструють суттєву залежність коефіцієнту термічного розширення композиту як від зернистості алмазів (питомої площі поверхні розділу фаз), так і від якості міжфазного контакту.

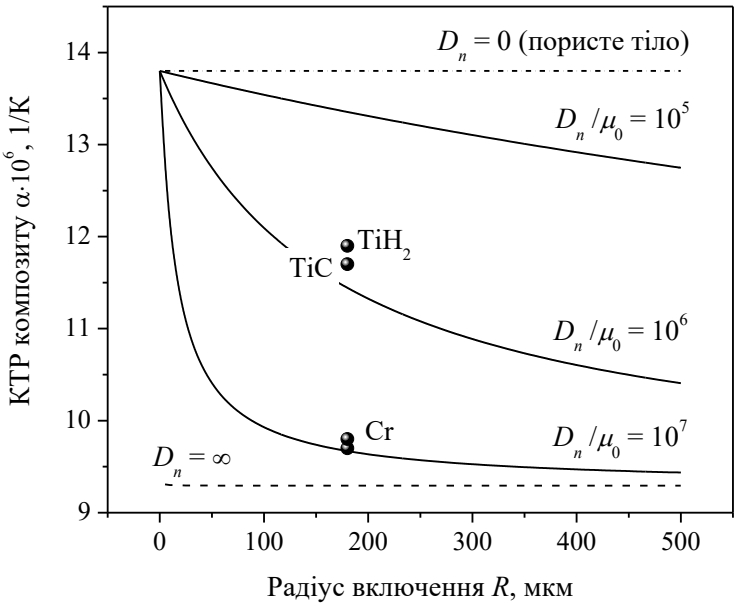


Рис.2. Залежність ефективного КТР КАМ від розміру включень. Нижня пунктирна пряма відповідає Dn = ∞ (досконалий контакт), нижня штрих-пунктирна пряма – Dn = 0 (відсутність контакту); кружки – дослідні дані

На основі дослідних даних по КТР композита, шляхом розв'язання зворотньої задачі, можна оцінити контактну пружність міжфазної границі. В таблиці 3. приведено значення ефективного КТР композиту, який містить алмазні кристали зернистістю 400/315 з покриттям, та перераховані за формулою (4) значення D_n/μ_0 [1/м].

Таблиця 3. **Залежність КТР композиту α* і контактної пружності D_n/μ_0 міжфазної границі КАМ від температури і матеріалу покриття**

		T = 100°C		*T* = 150°C		*T* = 200°C	
№	Алмази	α*, [1/К]	D_n/μ_0, [1/м]	α*, [1/К]	D_n/μ_0, [1/м]	α*, [1/К]	D_n/μ_0, [1/м]
1	покриття *TiH₂*	$12{,}0\cdot10^{-6}$	$3{,}6\cdot10^{5}$	$11{,}9\cdot10^{-6}$	$6{,}6\cdot10^{5}$	$12{,}6\cdot10^{-6}$	$6{,}3\cdot10^{5}$
2	покриття *TiC*	$9{,}9\cdot10^{-6}$	$3{,}0\cdot10^{6}$	$11{,}7\cdot10^{-6}$	$7{,}9\cdot10^{5}$	$12{,}8\cdot10^{-6}$	$5{,}2\cdot10^{5}$
3	покриття *Cr* (№1)	$9{,}4\cdot10^{-6}$	$7{,}1\cdot10^{6}$	$9{,}8\cdot10^{-6}$	$7{,}2\cdot10^{6}$	$10{,}6\cdot10^{-6}$	$4{,}4\cdot10^{6}$
4	покриття *Cr* (№2)	$9{,}0\cdot10^{-6}$	$4{,}0\cdot10^{7}$	$9{,}7\cdot10^{-6}$	$9{,}0\cdot10^{6}$	$10{,}4\cdot10^{-6}$	$6{,}1\cdot10^{6}$

Розрахунки показують, що у випадку покриття алмазного зерна хромом значення D_n є на порядок вище ніж для титану. Цей результат є певною мірою неочікуваним, оскільки наявні літературні дані говорять про добру адгезію титану до алмазу. Імовірною причиною є те, що вибрані нами термобарочасові параметри процесу інтенсивного електроспікання для дослідних зразків КАМ не забезпечили надійного з'єднання алмазів з матрицею. Зокрема, негативні наслідки могла мати дисоціація *TiH₂* з утворенням вільного водню у вигляді

пороутворення або гідрогенізації алмазних граней, яка призводить до катастрофічного зменшення роботи адгезії алмазу з металом [6]. Отримані значення D_n для покриття хрому є найбільш близькими до досконалого міжфазного контакту.

Отже зразки КАМ з алмазми покритими хромом мають найнижчий ефективний КТР, що обумовлено якісним міжфазним контактом який характеризується найвищім значенням контактної пружності.

Висновки

Розроблено мікромеханічну модель композиту з недосконалим контактом фаз для оцінки впливу контактної пружності міжфазної границі на коефіцієнт термічного розширення композиту. Модель дозволяє, шляхом вирішення оберненої задачі, кількісно оцінити значення контактної пружності міжфазної границі. Виконано і дослідно підтверджено теоретичну оцінку впливу розміру включень та ступеню недосконалості міжфазної границі на коефіцієнт термічного розширення. Дослідним шляхом доведено, що механічне нанесення хрому на алмазні зерна є на даний час найбільш ефективним способом підвищення зносостійкості та КТР електроспечених КАМ даного класу.

Разработана микромеханическая модель композита с несовершенным контактом фаз, учитывающая влияние степени несовершенности межфазной границы «алмаз – металлическая связка» на коэффициент термического расширения (КТР) и износостойкость алмазосодержащего композита (КАМ). Межфазная граница моделируется соответствующими контактными условиями на поверхности раздела, а упруго-механические константы материалов фаз определяются опытным путем либо из теоретических моделей низшего уровня. Полученные теоретические данные экспериментально подтверждены для образцов електроспеченных КАМ на связке NiSn (6%) с включениями синтетических алмазов с различными типами покрытий и без. Модель позволяет качественно оценить влияние контактной упругости межфазной границы и размера включений на КТР. Установлено, что механическое нанесение хрома на алмазные зерна способствует повышению КТР и износостойкости КАМ данного класса за счет более качественного межфазного контакта.

***Ключевые слова**: модель, межфазная граница, контактная упругость, коэффициент термического расширения, алмазосодержащие композиты, износостойкость.*

A. S. Belyaev, V. S. Chernobai, R. S. Shmegera, O. P.Vinogradova

EFFECT OF THE DIAMOND-METAL BINDER INTERFACE ON THE THERMAL EXPANSION COEFFICIENT AND WEAR RESISTANCE OF ELECTROSINTED DIAMOND COMPOSITES

The micromechanical model of a composite with an imperfect interface is developed. It considers the effect of the degree of imperfection of the diamond-metal interface on the coefficient of thermal expansion (CTE) and wear resistance of the diamond composite. The interphase boundary is modeled by the corresponding contact conditions at the interface and the elastic-mechanical constants of the phase materials are determined experimentally or from theoretical models of the lowest level. The obtained theoretical data were experimentally confirmed for the samples of composites produced by electrosintering method on a NiSn(6%) bond with inclusions of synthetic diamonds with different types of coatings and without coating. This model can evaluate the effect of the contact elasticity of the interface and the size of the inclusions on the CTE. It exhibits that the mechanical covering of chromium to diamond grains leads to an increase of CTE and wear resistance of diamond composites of this class, due to a better interfacial contact.

***Key words**: model, interphase boundary, contact elasticity, coefficient of thermal expansion, diamond-containing composites, wear resistance.*

Література

1. Maxwell J. C. Treatise on Electricity and Magnetism. Vol. 1. – Oxford: Clarendon Press

(1st edition.), 1873 . – 425 p.
2. Kushch V. I., Sevostianov I. Effective elastic moduli of a particulate composite in terms of the dipole moments and property contribution tensors // International Journal of Solids and Structures. – 2015. – 53. – P. 1–11.
3. Kushch V. I. Micromechanics of composites: multipole expansion approach. – Elsevier, 2013. – 489 p.
4. Інтенсивність зношування породоруйнівних елементів з КАМ в залежності від хімічного складу та способу нанесення покриттів на алмазні зерна / А. Л. Майстренко, А. П. Закора, Р. С. Шмегера та ін. // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: Изд-во ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2017. – Вып. № 20. – С. 469 – 481.
5. Hidnert P. Thermal Expansion of Some Nickel Alloys // Journal of Research of the National Bureau of Standards. – 1957. – 58. – N 2. – P. 89–92.
6. Monachon C., Weber L. Influence of diamond surface termination on thermal boundary conductance between Al and diamond // Journal of Applied Physics. – 2014. – 113. – 183504.

Надійшла 12.06.18

References

1. Maxwell, J. C.(1873). *Treatise on Electricity and Magnetism.* (Vols 1–3; vol. 1). Oxford: Clarendon Press (1st edition).
2. Kushch, V. I., Sevostianov, I. (2015). Effective elastic moduls of a particulate composite in terms of the dipole moments and property contribution tensors. *International Journal of Solids and Structures 53*, 1–11.
3. Kushch V. I. (2013). *Micromechanics of composites: multipole expansion approach*. Elsevier.
4. Maystrenko, A.L., Zakora, A.P., Shmegera, R.S., et. al. (2017). Intensivnist znoshuvannia porodoruinivnykh elementiv z KAM v zalezhnosti vid himichnogo skladu ta sposobu nanesennia pokryttiv na almazni zerna [The intensity of wear of rock cutting tools from diamond composites, depending on the chemical composition and method of coating the diamond grains]. *Porodorazrushayushchii I metalloobrabativayushchii instrument – tekhnika I tekhnologiya ego izgotovleniya i primineniya – Rock Destruction and Metal-Working Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications, Vol. 20,* 469–481 [in Ukrainian].
5. Hidnert, P. (1957). Thermal Expansion of Some Nickel Alloys. *Journal of Research of the National Bureau of Standards.Vol. 58, 2,* 89–92.
6. Monachon, C., Weber, L. (2014). Influence of diamond surface termination on thermal boundary conductance between Al and diamond. *Journal of Applied Physics. Vol.113, 18,* 183504.

УДК 621.762; 546.261

О. Н. Кайдаш, канд. техн. наук, **В. З. Туркевич,** акад. НАН Украины, **В. В. Ивженко, П. П. Иценко,** кандидаты технических наук[1], **А. О. Криль,** инж.[2], **А. А. Лещук, С. Н. Дуб,** доктора техн. наук[1], **В. Н. Ткач,** д-р физ.-мат. наук[1]

[1] *Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, ул. Автозаводская, 2, 04074, г. Киев, E-mail: ivv@ism.kiev.ua*

[2] *Ивано-Франковский национальный технический университет нефти и газа, ул. Карпатская, 15, 76019, г. Ивано-Франковск, Украина*

ВЛИЯНИЕ БОРИДОВ TiB_2-TiB_2-(ВТОРИЧНЫЙ) НА СТУКТУРУ, СВОЙСТВА И АБРАЗИВНЫЙ ИЗНОС ГОРЯЧЕПРЕССОВАННЫХ СМС-КОМПОЗИТОВ B_4C–(TiB_2–TiH_2)

Изучены особенности структуры и уровень фізико–механических свойств горячепрессованных СМС[1]–композитов системы B_4C–5÷15 мас. % (TiB_2–TiH_2). Получены плотные, прочные материалы с высоким пределом прочности при изгибе R_{bm} 520–580 МПа и повышенной трещиностойкостью K_{1c} 4,6–5,4 МПа·м$^{1/2}$, при сохранении твердости HKN 23,8–25,9 ГПа. Увеличение содержания диборида титана в композитах до 10 % обеспечивает возрастание износостойкости материалов в 2,1–2,3 раза. Полученные СМС–композиты из карбида бора перспективны для использования в условиях жесткого абразивного износа.

***Ключевые слова**: СМС–композит, B_4C, TiB_2, TiH_2, предел прочности при изгибе, твердость по Кнупу, трещиностойкость, абразивный износ.*

Введение

Высокая твердость и стойкость к износу B_4C–керамики позволяет использовать ее в качестве уплотнений в узлах насосов для перекачивания абразивних сред, соплах для пескоструйной аэро– и гидроабразивной обработки, резания под высоким давлением воды [1; 2]. Практическое применение таких материалов ограничивает их хрупкость и высокая температура спекания. Развитие техники требует создания материалов, способных работать в условиях повышенного абразивного износа, а для этого необходимо повысить их физико–механические и эксплуатационные свойства.

Известно, что введение активирующих спекание карбида бора диборидов переходных металлов замедляет рост зерен, увеличивает прочность и трещиностойкость спеченных композиций [2]. Особенности взаимодействия B_4C с боридами переходных металлов IV–VI групп Периодической системы изучены в работах С. С. Орданьяна [3]. Достаточно хорошо изученной является система B_4C–TiB_2 [4–6], по остальным материалам встречаются единичные публикации. В настоящее время поиск перспективных добавок для разработки композиционных материалов и оптимизации технологии их производства продолжается. Бориды переходных металлов, образующиеся *in situ*, т. е. непосредственно в процессе спекания, имеют значительный потенциал для улучшения прочностных характеристик материалов на основе карбида бора.

Целью работы является изучение влияния добавок титана (в виде TiH_2) и/или диборида титана TiB_2 в B_4C–керамику на состав, формирование структуры, уровень физико-механических свойств и износостойкость СМС–композитов на основе карбида бора.

[1] CMC-ceramic matrix composite

Для исследования использовали порошок карбида бора производства Донецкого завода химреактивов (ДЗХР, ТУ6-09-668-76). Содержание углерода в порошке B_4C повышено, размер частиц находится в диапазоне 0,3–0,5 мкм. В качестве модифицирующих добавок использовали порошки гидрида титана (ТУ 10–5–76) и/или диборида титана (ТУ6–09–03–5–75). Диапазон размеров частиц порошков составил 5–15 мкм. Смешивание и размол смесей B_4C с 5–15 %[2] добавок проводили в шаровой мельнице. Для сравнения изготовили также образцы поликристаллического B_4C с добавлением 2 % углерода. Горячее прессование брикетов размером 60×60×17,4 мм проводили при 2200 °С, 30 МПа, 25 мин. Технологические особенности процесса горячего прессования и измерения свойств материалов подробно описаны в [7]. Исследовали аэроабразивный износ B_4C–композитов, при угле атаки абразивных частиц 15º и скорости частиц 76 м/с. Абразивным материалом служил карбид кремния марки 54С, производства Запорожского абразивного комбината с размером частиц порядка 100 мкм. Их микротвердость составила 33 ГПа. Масса абразива – 5 кг. Эталоном служил образец из стали 45. Относительную износостойкость оценивали путем сравнения величины износа исследуемого и эталонного образцов по формуле: $\varepsilon = (\Delta m_e \cdot \rho_d)/(\Delta m_d \cdot \rho_e)$, где Δm_e и Δm_d – потеря массы эталонного и исследуемого образцов, а ρ_e и ρ_d – удельная масса эталонного и исследуемого образцов, соответственно.

Изменение состава композитов после горячего прессования показано в табл. 1.

Таблица 1. **Состав исходных смесей и фазовый состав композитов B_4C–MeB_2, полученных горячим прессованием (2200 °С, 30 МПа, 25 мин)**

Состав исходной смеси, % (по массе)	Содержание фаз в композите, % (по массе). Оценка по данным рентгеновского фазового анализа
B_4C	99,0B_4C–1,0$C_{своб}$
B_4C–15TiH_2	80,0B_4C–16,0TiB_2(вторичный)–4,0$C_{своб}$
B_4C–15TiB_2	84,5B_4C–15,0TiB_2–0,5$C_{своб}$
B_4C–7,5TiB_2–7,5TiH_2	82,6B_4C–15,4(TiB_2 + TiB_2–вторичный)–2,0$C_{своб}$

Поликристаллический B_4C по данным МРСА[3] содержит повышенное количество углерода и до 0,7 % кислорода. При этом, в центре зерен B_4C кислорода наблюдается меньше (0,2 %), а на поверхности – больше – до 1–2 %. Вероятно, частицы порошка были покрыты слоем B_2O_3. Расчетная формула соединения может быть записана как $B_{3,87}CO_{0,03}$. Повышенное содержание углерода подтверждено рентгеновским структурным анализом, поскольку горячепрессованный ромбоэдрический B_4C имеет сниженные параметры решетки $a = b = 0{,}5604$ нм, $c = 1{,}2070$ нм (табл. 2) по сравнению с $B_{13}C_2$ $a = b = 0{,}5617$ нм и $c = 1{,}209$ нм [8]. На рентгенограмме появляется слабая линия свободного углерода (рис. 1), однако его содержание в полученном поликристаллическом материале не превышает 1 %.

[2] Здесь и далее по тексту % по массе.
[3] МРСА микрорентгеноспектральный анализ

Таблица 2. **Параметры решетки фаз в горячепрессованных СМС-композитах B_4C–TiB_2 в сравнении с литературными данными**

Состав композита, % по массе	Параметры решетки B_4C, нм		Параметры решетки TiB_2, нм		*c* / *a*	Фаза
	a = *b*	*c*	*a* = *b*	*c*		
B_4C (исх. порошок)	0,5604	1,209	–	–	2,16	B_4C
B_4C поликристаллич.	0,5604	1,207	–	–	2,15	B_4C
B_4C–15TiB_2–(вторичный)	0,5610 –	1,212 –	– 0,3040	– 0,3250	2,16 1,07	B_4C TiB_2
B_4C–15TiB_2	0,5602	1,208	– 0,3035	– 0,3230	2,16 1,06	B_4C TiB_2
B_4C–15(TiB_2–TiB_2–вторичный)	0,5598 –	1,209 –	– 0,3028	– 0,3246	2,16 1,07	B_4C (Ti)B_2
$B_{13}C_2$ [8]	0,5617	1,209	–	–	2,15	$B_{13}C_2$
B_4C [9]	0,5600	1,208	–	–	2,16	B_4C
TiB_2 [10]	_	_	0,3038	0,3220	1,06	TiB_2
TiB_2 [11]	_	_	0,3024	0,3220	1,07	TiB_2

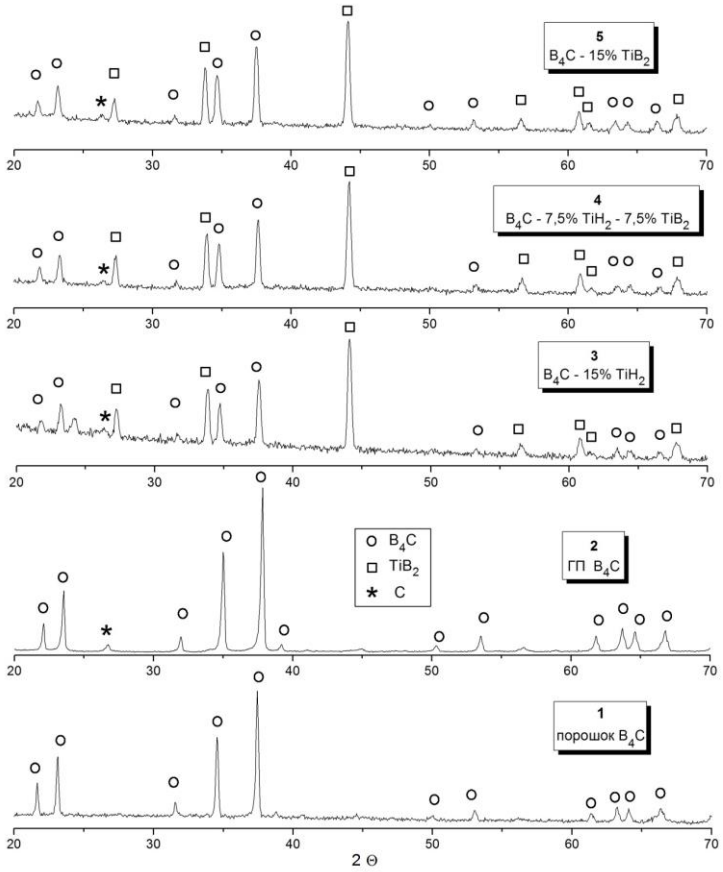
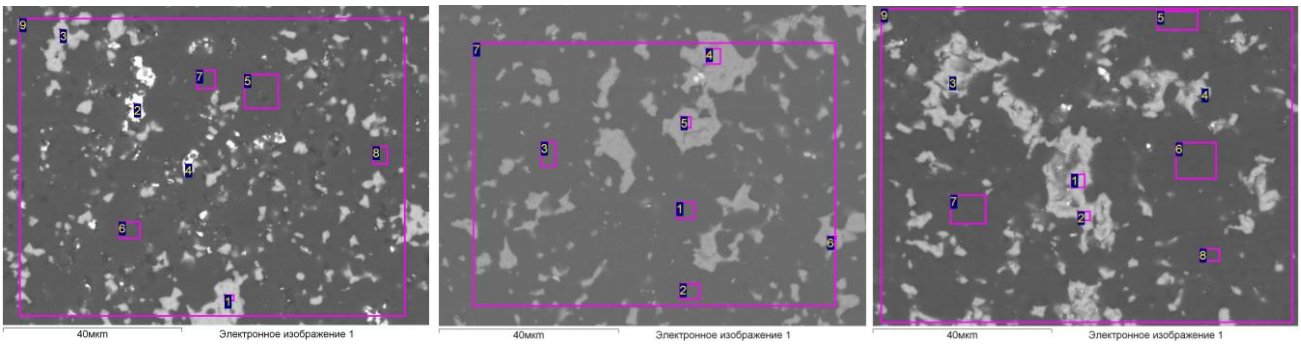


Рис. 1. Дифрактограммы исходного порошка (1) и композитов, полученных горячим прессованием при T = 2200 °C и давлении 30 МПа (2–5): 1 – исх. порошок B_4C (ДЗХР); 2 – поликристаллический B_4C; 3 – B_4C–15TiH_2; 4 – B_4C–7,5TiB_2–7,5TiH_2; 5 – B_4C–15TiB_2

Все остальные материалы относятся к классу СМС–композитов, их микроструктура показана на рис. 2.



а *б* *в*

Рис. 2. Микроструктура поверхности шлифов горячепрессованных композитов, полученных из смесей: а – B_4C–15TiB_2; б – B_4C–15(TiB_2–TiH_2); в – B_4C–15TiH_2

После горячего прессования смеси B_4C–15TiH_2 получают плотный материал (П = 0 %), состоящий из зерен карбида бора, на границах которого присутствует соединение титана с гексагональной решеткой типа AlB_2 и немного свободного углерода (табл. 1). Для упрощения будем называть это соединение диборидом титана, хотя фактически это оксикарбоборид, в котором часть бора изоморфно замещена углеродом и кислородом (табл. 3).

Таблица 3. **Результаты МРСА горячепрессованых B_4C–композитов**

№ спектра	Характеристика фази	Содержание элементов, % (ат.)			
		B	C	O	Ti
композит B_4C–15TiB_2 (рис. 2, *а*)					
1	межзеренная TiB_2	61,9	10,6	2,4	25,1
3	межзеренная TiB_2	63,4	9,6	2,0	25,0
5	основная (матричная) B_4C	78,7	20,0	1,2	0,1
6	основная (матричная) B_4C	76,6	22,8	0,5	–
композит B_4C–15(TiB_2–TiH_2) (рис. 2, *б*)					
1	основная (матричная) B_4C	76,7	22,8	0,4	0,1
2	основная (матричная) B_4C	78,3	20,8	0,3	0,6
4	межзеренная TiB_2	61,7	9,4	3,0	25,9
5	межзеренная TiB_2	60,3	11,4	3,1	25,2
композит B_4C–15TiH_2 (рис. 2, *в*)					
1	межзеренная TiB_2	53,3	15,6	6,8	24,2
4	межзеренная TiB_2	49,0	24,9	5,7	20,2
7	основная (матричная) B_4C	78,4	20,6	0,9	0,1
8	основная (матричная) B_4C	77,7	21,3	0,8	0,2

После горячего прессования содержание бора в соединении B_4C повышается, о чем свидетельствует возрастание периодов решетки до a = 0,5610 нм (Δa = 0,006 нм), c = 1,212 нм (Δc = 0,003 нм) (табл. 2). Это можно объяснить частичным удалением углерода

из структуры карбида бора. Мы предполагаем, что формирование структуры при реакционном горячем прессовании происходит следующим образом: при достижении 650 °С гидрид титана диссоциирует с выделением химически активного титана и создает восстановительную атмосферу, очищающую поверхность порошков от кислорода и свободного углерода и способствующую лучшему уплотнению. Свыше 1800 °С образуется наиболее стабильный термодинамически устойчивый диборид титана TiB_2 и выделяется свободный углерод С [8].

В работах K. Niihara в композите $B_4C–TiB_2$, полученном реакционным спеканием смеси $B_4C–TiC$, на всех межзеренных границах зафиксировано осаждение прослоек углерода по плоскостям (002) [9]. На полученной нами рентгенограмме слабая линия свободного углерода также присутствует и его содержание выше, чем в поликристаллическом B_4C (табл. 2, рис. 1). Согласно данным МРСА, в B_4C незначительно (до 0,6 %) растворяется титан (табл. 3). Невысокая взаимная растворимость боридов титана и карбида бора известна из литературы [1, 10]. Повышение диффузионной активности компонентов при взаимной растворимости способствует уплотнению в областях границ раздела контактирующих фаз. Содержание кислорода в композиционном материале возрастает. Так, в зернах B_4C оно не превышает 1,2 %, а в фазе диборида титана 2,4–6,8 % (табл. 3). В микроструктуре материала диборид титана выглядит как светлая межзеренная фаза в прослойках между зернами и в более крупных скоплениях в стыках зерен. Параметры решетки образовавшегося *in situ* TiB_2: a = 0,3040 нм, c = 0,3250 нм близки к известным из литературы значениям a = 0,3038 нм, c = 0,3220 нм [11].

Смесь $B_4C–15TiB_2$ в процессе горячего прессования не изменяет состав, однако материал имеет до 6 % пор. Соединение TiB_2 имеет гексагональную решетку типа AlB_2 с соотношением периодов c/a = 1,06 (табл. 2). Диборид титана в сравнении с другими диборидами переходных металлов IV–VI групп присуща самая большая жесткость решетки, о чем свидетельствует его высокая твердость и температура плавления. Матричная фаза карбида бора обогащается углеродом до $B_{3,47}C$, титан в ней растворяется мало – до 0,1 %. Дисперсная межзеренная фаза TiB_2 размером до 2–4 мкм распределена в структуре композита равномерно, изредка встречаются небольшие скопления до 7–10 мкм (рис. 1.1), в ней растворяется до 5 % углерода, т.е. образуется карбоборид титана.

Состав после горячего прессования смеси $B_4C–7{,}5TiB_2–7{,}5TiH_2$ подобен составу композита $B_4C–15TiB_2$ (П = 0 %) потому, что в процессе реакционного горячего прессования из гидрида титана образуется вторичная фаза диборида титана. Происходит образование твердого раствора замещения между вновь образованным вторичным TiB_2 и присутствующим в смеси первичным TiB_2. Такой процесс обеспечивает более совершенную межфазную границу $B_4C–TiB_2$ в том числе за счет восстановительной среды вновь образованного водорода, что приводит к уменьшению присутствия примесей кислорода и углерода. Это явление может положительно влиять на повышение механических свойств композита. Матричная фаза карбида бора обогащается углеродом до $B_{3,52}C$, титан растворяется мало – до 0,6 % (табл. 3).

Физико–механические свойства полученных материалов показаны на рис. 3 и 4. Присутствие фазы TiB_2 в композитах в виде межзеренных включений ингибирует (затрудняет) рост зерна B_4C и препятствует распространению трещин. В дополнение к этому, вновь образовавшаяся из TiH_2 фаза диборида титана имеет наиболее совершенные связи с поверхностью зерен B_4C. Вероятно, именно с этим связано повышение на 60 % предела прочности при изгибе R_{bm} до 583 МПа и трещиностойкости K_{1c} до 5,2 МПа·м$^{1/2}$ в композите, полученном из $B_4C–TiH_2$ (рис. 3).

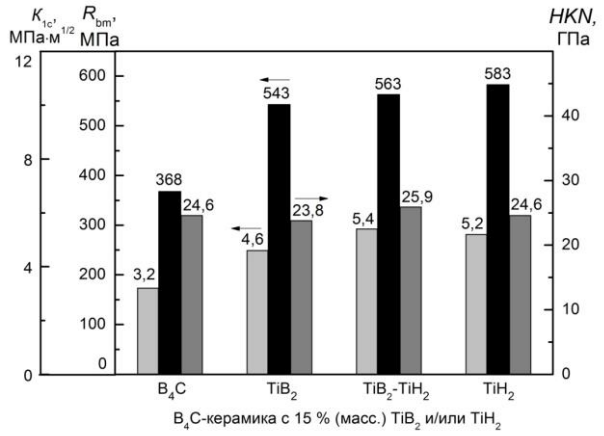


Рис. 3. Зависимость предела прочности при изгибе R_{bm} (столбец по центру), твердости по Кнупу HKN (справа) и трещиностойкости K_{1c} (слева) B_4C–керамики с 15 % добавок (TiB_2, TiB_2–TiH_2, TiH_2)

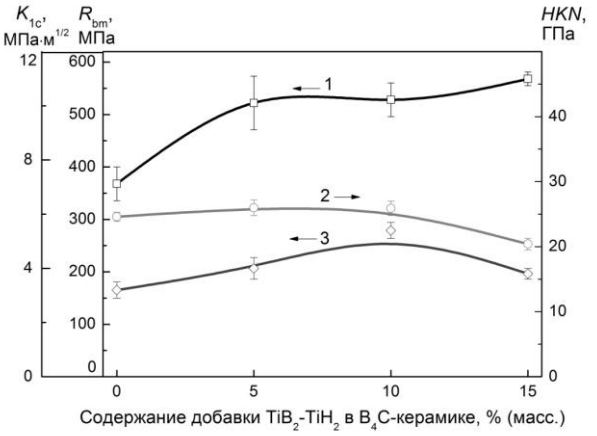


Рис. 4. Зависимость предела прочности при изгибе R_{bm} (□, 1), твердости по Кнупу HKN (○, 2) и трещиностойкости K_{1c} (◊, 3) B_4C–керамики от содержания модифицирующей добавки TiB_2:TiH_2. Соотношение в добавке = 1:1

Прочность полученных нами материалов превышает прочность композитов B_4C–TiB_2 на 16 % [6]. Известно, что увеличение размера включений TiB_2 с 0,5 до 2,5 мкм влияет на повышение трещиностойкости K_{1c} с 2,8 МПа·м$^{1/2}$ до 3,5 МПа·м$^{1/2}$ [5]. В нашем материале включения диборида титана больше и достигают 5–10 мкм (см. микроструктуру на рис. 2.1), поэтому и K_{1c} возрастает до 5,2 МПа·м$^{1/2}$. Однако, эта величина ниже трещиностойкости 6,0 МПа·м$^{1/2}$ полученных нами аналогичных по составу, но более крупнозернистых материалов [7]. В отличие от этих материалов в двух остальных композитах наблюдаются скопления межзеренной фазы большего размера до 10–15 мкм (рис. 2). При повышении содержания в карбиде бора добавок TiB_2–TiH_2, твердость материалов по Кнупу (*HKN*) незначительно снижается (рис. 4). При содержании добавки в количестве 15 % самая высокая твердость 25,9 ГПа присуща композиту B_4C–(TiB_2–TiH_2). Анализ полученных результатов показывает, что добавка гидрида титана наиболее эффективно улучшает механические свойства горячепрессованного карбида бора.

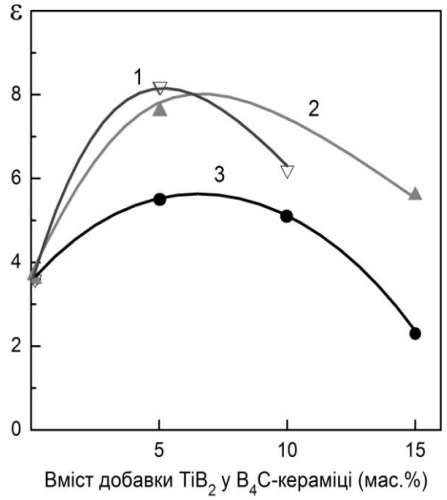


Рис. 5. Зависимость износостойкости ε от состава горячепрессованных B_4C–материалов, полученных из композиций: 1 – (▽) B_4C–TiB_2, 2 – (▲) B_4C–TiB_2–TiH_2; (●) B_4C–TiH_2

Экспериментально полученная зависимость износостойкости ε от состава материалов на основе карбида бора приведена на рис. 5.

Из рис. 5 следует, что при повышении содержания добавок TiH_2, TiB_2 до 5 %–10 %, износостойкость материала возрастает до максимальных значений и увеличивается в 2,1–2,3 раза. При повышении содержания добавок до 15 % износостойкость материалов начинает падать. Таким образом, можно сделать вывод, что дальнейшее повышение содержания TiH_2 и/или TiB_2 в исходных композициях нецелесообразно.

Выводы

1. Изучены особенности образования структуры и фазовый состав материалов на основе карбида бора с добавками TiH_2 и/или TiB_2. Установлено, что в результате реакционного спекания образуются композиты, которые состоят из зерен карбида бора, *in situ* образованных включений диборида титана и свободного углерода. В тройной системе B_4C–TiB_2–TiH_2 происходит образование мелкодисперсного твердого раствора диборидов TiB_2–TiB_2–вторичный, что имеет значительный потенциал для улучшения прочностных характеристик.
2. Изучены физико-механические свойства материалов на основе карбида бора с добавками 5÷15 мас.% (TiB_2–TiH_2) в зависимости от особенностей структуры и фазового состава.
3. Получены перспективные для использования в условиях жесткого абразивного износа плотные, прочные материалы с повышенным пределом прочности при изгибе R_{bm} 540 МПа–580 МПа и возросшей трещиностойкостью K_{1c} 4,6 МПа·м$^{1/2}$–5,4 МПа·м$^{1/2}$, при сохранении твердости *HKN* 23,8 ГПа–25,9 ГПа.
4. Установлено, что при концентрации добавок TiH_2, TiB_2 5–10 мас. %, износостойкость материала возрастает в 2,1–2,3 раза. Дальнейшее повышение содержания добавок нецелесообразно.

Вивчені особливості структури та рівень фізико-механічних властивостей гарячепресованих СМС-композитів системи B_4C–5÷15 мас.%(TiH_2–TiB_2). Отримані щільні, міцні матеріали з високою границею міцності під час згинання R_{bm} 520–580 МПа, і підвищеною тріщиностійкістю K_{1c} 4,6–5,4 МПа·м$^{1/2}$, при збереженні твердості HKN 23,8–25,9 ГПа. Збільшення вмісту дибориду титану в композитах до 10 % забезпечує зростання зносостійкості матеріалів в 2,1-2,3 рази. Отримані СМС–композити з карбіду бору перспективні для використання в умовах жорсткого абразивного зносу.

***Ключові слова**: композиційний матеріал, B_4C, TiB_2, TiH_2, границя міцності під час згинання, твердість по Кнупу, тріщиностійкість, абразивние зношування.*

O. N. Kaidash, V. Z. Turkevych, V. V. Ivzhenko, P. P. Itsenko, A. O. Kryl, A. A. Leshchuk, C. N. Dub, V. N. Tkach

INFLUENCE OF TiB_2-TiB_2-(SECONDARY) BORIDS ON STUCTURE, PROPERTIES AND ABRASIVE WEAR OF HOT-PRESSING CMC-COMPOSITES B_4C–(TiB_2–TiH_2)

The peculiarities of the structure and the level of physico–mechanical properties of hot pressing CMC–composite of B_4C–5÷15 mass.% (TiB_2-TiH_2) system. A dense, strong materials with a high bending strength R_{bm} 520–580 MPa and increased fracture toughness K_{1c} 4,6–5,4 MPa·m$^{1/2}$, while maintaining the hardness HKN 23,8–25,9 GPa, have been produced. An increase of the content of titanium diboride in the composites up to 10 % provides an increase of the wear resistance of materials by 2.1–2.3 times. The manufactured of CMC–composites from boron carbide are promising for use in hard abrasive wear.

***Key words**: CMC-composite, B_4C, TiB_2, TiH_2, bending strength, Knoop hardness, fracture toughness, abrasive wear.*

Литература

1. Кислый П. С., Кузенкова М. А., Боднарук Н. И., Грабчук Б. Л. Карбид бора. – К.:

Наук. думка, 1988. – 216 с.
2. Thevenot F. Boron carbide – a comprehensive review // J. Eur. Ceram. Soc. – 1990. – N 6. – P. 205–225.
3. Орданьян С. С. О закономерностях взаимодействия в системе B_4C–$Me^{IV–VI}B_2$ // Огнеупоры. – 1993. – № 5. – С. 15–17.
4. Skorokhod V., Krstic V.D. High strength-high toughness B_4C–TiB_2 composites // J. Mater. Sci. Lett. – 2000. – 19. – N 3. – P. 237–239.
5. High strength B_4C–TiB_2 composites fabricated by reaction hot-pressing / S. Yamada, K. Hirao, Y. Yamauchi, S. Kanzaki // J. Eur. Ceramic Soc. – 2003. – 23. – N 7. – P. 1123–1130.
6. Synthesis and properties of hot pressed B_4C–TiB_2 ceramic composite / X. Yue, S. Zhao, P. Lü, et al. // Materials Science and Engineering. – 2010. – A 527. – N 27-28. – P. 7215–7219.
7. Особенности формирования структуры и свойств в системе B_4C–TiH_2 при реакционном спекании под давлением / В. В. Ивженко, О. Н. Кайдаш, Г. Ф. Сарнавская и др. // Сверхтв. материалы – 2011. – № 1. – С. 46–58.
8. Kwei G. H., Morosin B. Structures of the Boron-Rich Boron Carbides from Neutron Powder Diffraction: Implications for the Nature of the Inter-Icosahedral Chains // J. Phys. Chem. – 1996. – 100. – P. 8031–8039.
9. PCPDF 35–0787. B_4C
10. Самсонов Г. В., Серебрякова Т. И., Неронов В. А. Бориды. – М.: Атомиздат. – 1975. – 376 с.
11. Goldschmidt H. J. Interstitial Alloys. Chapter 6. Borides. Plenumю – New York; Butterworths, London. – 1967. – P. 254–295.

Поступила 29.05.18

References

1. Kislyi, P. S., Kuzenkova, M. A., Bodnaruk, N. I., & Grabchuk, B. L. (1988). *Karbid bora [Boron carbide]*. Kiev: Nauk. dumka [in Russian].
2. Thevenot, F. (1990). Boron carbide – a comprehensive review. *J. Eur. Ceram. Soc, 6,* 205–225.
3. Ordanian, S. S. (1993). O zakonomernostiakh vzaimodeistviia v sisteme B_4C–$Me^{IV–VI}B_2$ [On the regularities of interaction in the system B_4C–$Me^{IV–VI}B_2$]. *Ogneupory [Refractories], 5,* 15–17 [in Russian].
4. Skorokhod, V. & Krstic, V.D. (2000) High strength–high toughness B_4C–TiB_2 composites. *J. Mater. Sci. Lett., Vol. 19, 3,* 237–239.
5. Yamada, S., Hirao, K., Yamauchi, Y., & Kanzaki, S. (2003). High strength B_4C–TiB_2 composites fabricated by reaction hot-pressing. *J. Eur. Ceramic Soc., Vol. 23, 7,* 1123–1130.
6. Yue, X., Zhao, S., Lü, P. et al. (2010). Synthesis and properties of hot pressed B_4C–TiB_2 ceramic composite. *Materials Science and Engineering, Vol. A 527, 27–28,* 7215–7219.
7. Ivzhenko, V. V., Kaidash, O. N., Sarnavskaya, G. F. et al. (2011). Osobennosti formirovaniia struktury i svoistv v sisteme B_4C–TiH_2 pri reaktsionnom spekanii pod davleniem [Features of the formation of structure and properties in the B_4C–TiH_2 system under reaction pressure sintering]. *Sverkhtv. Materialy – Superhard Materials, 1,* 46–58 [in Russian]
8. Kwei, G. H. &Morosin, B. (1996). Structures of the Boron-Rich Boron Carbides from

Neutron Powder Diffraction: Implications for the Nature of the Inter-Icosahedral Chains. *J. Phys. Chem*, *100,* 8031–8039.
9. PCPDF 35–0787. B_4C
10. Samsonov, G. V., Serebryakova, T. I., & Neronov, V. A. (1975). *Boridy [Borides]*. Moscow: Atomizdat [in Russian]
11. Goldschmidt, H. J. (1967) *Interstitial Alloys*. *Chapter 6. Borides.* (pp. 254–295). Plenum, New York; Butterworths, London..

УДК 669.018.25

В. П. Ботвинко, канд. техн. наук

Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України,
вул. Автозаводська, 2, м. Київ, Україна

ВПЛИВ ЛЕГУЮЧИХ МІКРОДОБАВОК VC, TaC НА СТРУКТУРУ ТА ФІЗИКО-МЕХАНІЧНІ ВЛАСТИВОСТІ ТВЕРДОГО СПЛАВУ ВК10

Досліджено вплив технологічних чинників на структуру, фізико-механічні та експлуатаційні властивості сплаву ВК10, легованого карбідами VC та TaC. Визначено оптимальні технологічні режими спікання для виготовлення легованих сплавів ВК10 з поліпшеними фізико-механічними властивостями та структурою.

Ключові слова: *мікродобавка, структура, фізико-механічні властивості, твердий сплав ВК10, легування, карбідний скелет*

Вступ

Твердосплавний інструмент в експлуатації витримує високі, нерівномірно розподілені за об’ємом, періодичні термомеханічні навантаження. Тому доцільним є підвищення фізико-механічних та експлуатаційних властивостей твердого сплаву легуванням карбідами VC та TaC [1−4]. Під час легування збільшується границя плинності твердого сплаву, міцність міжфазних границь, площа і якість міжкарбідних границь, удосконалюються форма і розмір зерен WC, кобальтових прошарків [1−4]. Тому розробка нових легованих твердих сплавів ВК10 для бурового та різального інструменту є актуальною науковою і технологічною проблемою.

Методика дослідження

Основний метод приготування сумішей − додавання до готової твердосплавної суміші або суміші карбіду WC з порошком в’язального металу Co мікродобавок тугоплавких сполук з подальшим розмелюванням.

Середньозернисті твердосплавні суміші замішували на 5%-ому розчині синтетичного каучуку у бензині згідно з технологічною інструкцією [1−4]. Вміст 5%-го розчину каучуку в бензині становив 350±20 $см^3$ на 1 кг суміші. Розчин каучуку готували за технологічною інструкцією [1−4]. Замішані на розчині синтетичного каучуку твердосплавні суміші висушували у витяжній шафі, безперервно перемішуючи їх аптечним шпателем вручну. Просушені суміші подрібнили з одночасним усередненням у вібромлині з порцеляновими кулями № 10 (діаметром 15 мм) протягом 2 год та просіяли крізь сито з розміром комірок 340 мкм.

З підготовлених сумішей спресували контрольні штапики розміром 7×7×45 мм для встановлення оптимальних режимів спікання партії суміші.

Структурні особливості сплавів після спікання досліджували на зразках у вигляді циліндрів діаметром 10–11 мм і висотою 17–19 мм.

Пресували зразки з підготовлених до пресування сумішей у сталевих прес-формах на гідравлічному пресі. Наважку на один зразок або заготовку розраховували з огляду на об'єм спечених зразків і густину відповідної марки сплаву. Пористість пресовки становила 50%.

Усі отримані зразки, заготовки кілець та пластин просушували в сушильній шафі за температури $T \approx 150$ ºС протягом 24 год.

Кінцеве спікання пресовок здійснювали в метано-водневому середовищі у прохідних печах за температури 1370−1500ºС, у водні – за температури 1400^0С та у вакуумі − за температури 1400–1500 ºС. Температуру нагрівання під час спікання в печах вимірювали вольфрам-ренієвою термопарою.

Фізико-механічні властивості та структурні параметри вихідних матеріалів та отриманих зразків твердих сплавів визначались, відповідно, за методиками [1−4].

Результати дослідження та їх обговорення

Легування карбідами VC і TaC сплавів ВК10 підвищує у більшості випадків границю міцності під час згинання до 25%, твердість на 1–1,5 *HRA*, незначно зменшує кількість вуглецю (табл. 1, 2, рисунок).

Таблиця 1. **Вплив легуючих мікродобавок VC, TaC на властивості твердих сплавів ВК10 (мас.%)**

№.зразка. Марка сплаву.	$T_{сп}$,°С-вит-римка	H_{cM}, кА/м	ρ, г/см^3	Вміст С, %	*HRA*	Середн. розмір зерна, мкм	R_{bm}, МПа	Вміст зерен WC за класами зернистості, %					
								0,5 мкм	1 мкм	2 мкм	3 мкм	4-5 мкм	6-7 мкм
1.ВК10Квих	1470–30	5,8	14,12	0	85	2,81	1600	-	37	21	10	18	14
2.ВК10КС	1470–30	6,4	14,47	0,1-0,2	87,5	2,245	1730	25	29	18	16	9	9
3 ВК10+ 0,1%VC*	1460–12	9,5	14,2	0,2-0,3	88	1,43	1790	30	41	16	5	6	2
4.ВК10К+ 0,5 % VC	1470–30	6,8	14,16	0,3	86,1	1,495	1640	39	26	17	10	6	2
5.ВК10КС +0,5%VC	1470–30	6,4	14,35	0,3-0,4	88	2,33	1500	-	33	17	18	22	2
6.ВК10+ 0,5 % VC	1470–30	5,5	13,04	0,4	85	1,93	1610	-	47	30	13	9	1
7.ВК10+ +0,5 %TaC	1470–30	6,3	14,12	0,3-0,5	85	2,21	1550	-	43	28	22	11	1
8.ВК10КС+ 0,5%TaC	1470–30	6,0	14,43	0,1	88	2,695	1840	-	30	30	20	15	8
9.ВК10+ 0,6 %TaC	1450-30	11,5	14,43	0	89	2,185	1590	24	46	23	6	1	0

Найбільш високу границю міцності під час згинання сплавів ВК10 отримано у легованих 0,05–0,1% VC і 0,1−0,6% TaC, становить відповідно 2100–1900 МПа після спікання в метано-водневому середовищі за температури 1440 °С, витримки 120 хв та у вакуумі за температури 1470 °С і витримки 30 хв. Оптимальна кількість мікродобавок за VC близька до даних фірми «*Kennametal*», а за TaC − до даних фірми «*Sandvik Hard Materials*».

Таблиця 2. **Вплив легуючих мікродобавок (мас.%) на властивості сплаву ВК10 після спікання у метано-водневому середовищі ($T_{сп}$ = 1420 ^{0}С, витримка 120 хв.)**

Вміст добавки (мас.%)	Густина, г/см^3	H_{CM}, кА/м	Вміст С, %	*HRA*	R_{bm}, МПа	Серед. розмір зерна, мкм	Розподіл зерен WC за класами зернистості, %					
							1 мкм	2 мкм	3 мкм	4–5 мкм	6–7 мкм	8-10 мкм
1	2	3	4	5	6		7	8	9	10	11	12
ВК10 вих..	14,37	8,1	0,3–0,4	87,7	1650	2,13	48	21	19	8	2	2
0,05% VC	14,40	8,9	0,2	88,5	1780	2,195	51	18	14	12	3	2
0,1% VC	14,46	8,8	0,3	88,5	2040	2,445	51	12	14	15	4	4
0,2% VC	14,45	8,8	0,1	88,7	1620	2,24	50	19	13	12	4	2
0,4% VC	14,53	9,8	0,1	88,7	1640	2,59	55	16	7	6	6	10
0,05% TaC	14,35	8,9	0,2	88,5	1880	1,935	54	27	8	7	2	2
0,1% TaC	14,47	9,3	0,1–0,2	89,1	1850	1,985	55	17	15	11	1	1
0,15% TaC	14,37	9,2	0,2	88,6	1900	1,83	59	20	11	8	1	1
0,5 % TaC*	14,43	6,0	0,1	88	1840	2,5	30	30	20	15	5	0

*спікання в вакуумі за температури 1470^{0}С, витримки 30 хв

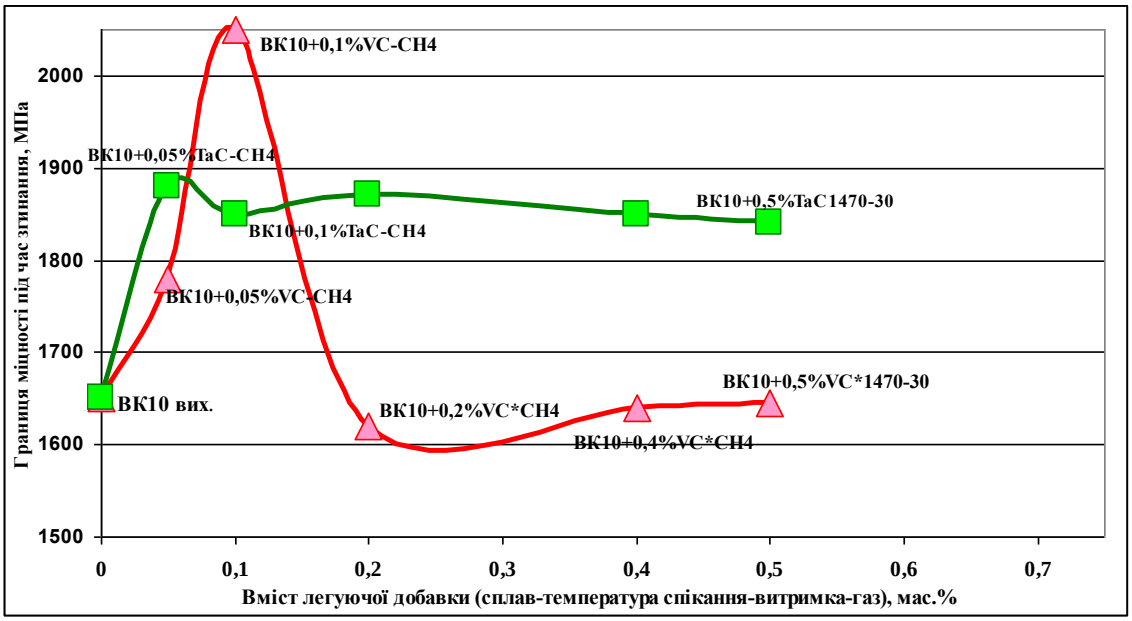


Рисунок. Залежність максимальної границі міцності під час згинання сплавів ВК10 від вмісту мікродобавок VC і TaC (мас.%)

Коерцитивна сила збільшувались, а середній розмір зерна сплавів ВК10 зменшувався під час легування TaC та майже не змінювались під час легування VC зі збільшенням вмісту фракції розміром 1 мкм, залежали від температури спікання, витримки, вмісту легуючої мікродобавки.

Найбільше підвищували твердість HRA легування сплавів ВК10 0,05−0,6% TaC та 0,05−0,4% для карбіду VC.

Більший ефект зміцнення твердих сплавів ВК10 легуванням карбідом VC порівняно з TaC можна пояснити формуванням під час спікання карбідного скелета WC з розвиненою рельєфною поверхнею з тонкими плівками складних карбідів (WV)C, які підвищують роботу руйнування границь WC-WC внаслідок утримання на їхніх гранях більшої кількості кобальту та більшій міцності зчеплення прошарку кобальту з гранню кристала WC порівняно з тонкими плівками складних карбідів (WTa)C, більшою розчинністю в кобальті, стійкістю до окиснення та меншою температурою евтектики (V або Ta)$_x$C$_y$–Co.

Висновки

1. Підвищення тривалості спікання до 2 год призводить до збільшення зерен WC за одночасного зниження інгібуючого впливу VC, TaC на збільшення зерен WC. Під час спікання у вакуумі сильніший інгібуючий вплив має карбід TaC, а в метано-водневому середовищі – карбід VC, що потребує подальших досліджень.
2. У сплавах ВК10 після спікання в вакуумі наявна фракція зерен WC розміром 0,5 мкм, а після спікання в метано-водневому середовищі вона відсутня.
3. Оптимальний вміст мікродобавок у сплавах ВК10 становить 0,05−0,5% для TaC та 0,1−0,15% для карбіду VC.
4. Оптимальна кількість мікродобавок у верхній межі для VC близька до даних фірми «*Kennametal*», для TaC – близька до даних фірми «*Sandvik Hard Materials*».

Исследовано влияние технологических факторов на структуру, физико-механические и эксплуатационные свойства сплава ВК10, легированного карбидами VC и TaC. Определены оптимальные технологические режимы спекания для изготовления сплавов ВК10 с улучшенными физико-механическими властивостями и структурой.

Ключевые слова: *микродобавка, структура, физико-механические свойства, твердый сплав ВК10, легирования, карбидный скелет.*

V. P. Botvinko

THE INFLUENCE OF VC AND TAS ALLOYING MICROADDITIVES ON THE STRUCTURE AND PHYSICO-MECHANICAL PROPERTIES OF VK10 HARD ALLOYS

The influence of technological factors on the structure, physico-mechanical and operational properties of the VK10 alloy doped by VC, TaC carbides were studied. The optimum technological sintering conditions for manufacturing alloys VK10 with enhached structure and physico-mechanical properties were defined.

Key words: *microdoad, structure, physical and mechanical properties, solid alloy ВК10, doping, carbide skeleton.*

Література

1. Третьяков В. И. Основы металловедения и технологии производства спеченных твердых сплавов. – М.: Металлургия, 1976. – 528 с.
2. Фальковский В. А., Клячко Л. И. Твердые сплавы. – М.: Руда и металлы, 2005. – 413 с.
3. Киффер Р., Шварцкопф П. Твердые сплавы. – М.: Металлургиздат, 1957 – 664 с.
4. Панов В. С., Чувилин А. М., Фальковский В. А. Технология и свойства спеченных твердых сплавов и изделий из них. – М.: МИСИС, 2004. – 464 с.

Надійшла 24.05.18

References

1. Tretyakov V. I. (1976). *Osnovy metallovedenia i technolohii spechennykh tverdykh splavov [Bases of metal science and technology of production of sintered hard alloys]*. Moscow: Metallurgy [in Russian].
2. Falkovsky V. A., & Kliachko L. I. (2005) *Tverdye splavy [Solid alloys]*. Moscow: Ruda and metals [in Russian].
3. Kieffer R., & Schwarzkopf P. V. (1957) *Tverdye splavy [Solid alloys]*. Moscow: Metallurgizdat [in Russian].
4. Panov V. S., Chuvilin A. M., Falkovsky V. A. (2004) *Technolohia spechennykh tverdykh splavov i izdelii iz nikh [Technology and properties of sintered hard alloys and their products]*. Moscow: MISiS [in Russian].

УДК 621.791.582

Г. М. Григоренко, д-р техн. наук[1]; **М. А. Полещук**[1], канд. техн. наук; **Л. И. Адеева**[1], **А. Ю. Туник**[1], **В. И. Зеленин**[1], **В. И. Лукаш**[2], кандидаты технических наук; **Е. В. Зеленин**[1], **С. Д. Заболотный**[2], **Ю. А. Никитюк**[2], инженеры

[1]Институт электросварки им. Е. О. Патона НАН Украины, ул. Казимира Малевича 11, 03150 г. Киев,Украина, e-mail: office@paton.kiev.ua
[2]Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, ул. Автозаводская 2, 04074 г. Киев, e-mail: lukva@ism.kiev.ua

СТРУКТУРА И СВОЙСТВА БИМЕТАЛЛОВ, СВАРЕНЫХ ТРЕНИЕМ С ПЕРЕМЕШИВАНИЕМ

Исследованы структуры и свойства биметаллических соединений разнородных металлов, полученных сваркой трением с перемешиванием. Исследованы системы с неограниченной (Ni–Cu) и с ограниченной (Cu–Fe) растворимостью, а также с отсутствием растворимости (Al–Fe) компонентов в твердом состоянии. Сваркой трением с перемешиванием были получены качественные соединения с взаимным проникновением одного металла в другой. Основную роль в этом процессе играет механическое перемешивание металлов и измельчение структуры. При этом диффузионные процессы незначительны. В процессе сварки происходит значительное измельчение зерна как в зоне рекристаллизации, так и в зонах термомеханического и термического влияния.

В результате сварки трением с перемешиванием (СТП) алюминия с железом образовалась зона соединения значительного объема с проникновением алюминия в железо на глубину до 2,5 мм. При этом происходит взаимодействие металлов: массоперенос в первую очередь алюминия и последующее образование соединений F_2Al_7, $FeAl_2$.

Результаты проведенных исследований позволяют рекомендовать данный способ сварки для получения биметаллических соединений разнородных металлов, имеющих различную растворимость элементов в твердом состоянии.

***Ключевые слова**: биметалл, сварка трением с перемешиванием (СТП), сварное соединение, механическое, диффузия, растворимость в твердой фазе, микроструктура, рентгеноспектральный микроанализ, элементный состав, микротвердость.*

Использование биметаллов позволяет сочетать эксплуатационные свойства присущие разнородным металлам в одном изделии – это коррозионная стойкость, механическая

прочность, теплопроводность, жаропрочность и т. д. Поэтому биметаллы находят все более широкое применение в современной промышленности. В силу разнородности свойств некоторых металлов, в частности в большей разнице в температуре плавления, их соединение в качестве биметаллов, например, сваркой плавлением невозможно. Именно СТП [1] открыло значительные возможности для их более широкого применения.

Большинство исследователей указывает на многочисленные преимущества СТП по сравнению с другими способами получения неразъемных соединений [2–7]: сохранение в значительной мере свойств основного металла в зоне соединения, отсутствие вредных испарений и ультрафиолетового излучения в процессе соединения; возможность получения бездефектных швов на сплавах, отсутствие необходимости в применении присадочных материалов и защитных газов.

На практике метод СТП применяют для соединения многих разнородных металлов. Так в работах [8–11 приведены результаты сварки алюминия и стали, алюминия и магния, в работах [12, 14] – Al–Cu, Ni–Cu. Как отмечают авторы этих публикаций, решающее влияние на свариваемость разнородных металлов оказывает температура плавления, металлургическая совместимость, определяемая взаимной растворимостью соединяемых металлов в жидком и в твердом состоянии, а также образование хрупких химических соединений – интерметаллидов.

Целью настоящей работы является получение методом СТП биметаллов, изучение особенностей их структуры и свойств с различной растворимостью компонентов в твердом состоянии. Исследовались соединения нахлесточного типа, полученные способом СТП.

Технология сварки, и используемый при этом инструмент рассмотрены в [14, 15].

Для СТП были отобраны пластины исходных сплавов: меди, никеля, стали 3, алюминия и армко-железа.

Режимы СТП и характеристика свариваемых материалов приведены в табл. 1.

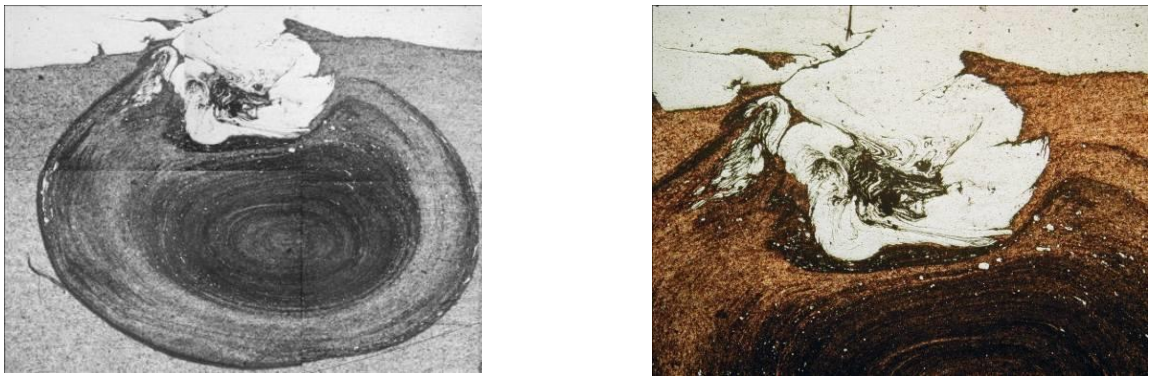
Таблица 1. **Режимы СТП и характеристика свариваемых материалов**

Тип биметаллич. соединения	Марка материала верхней/нижней пластины	Толщина пластин, мм	Глубина погружения - инструмента, мм	Микро-твердость пластин, МПа	Скорость сварки, мм/мин	Скорость вращения - инструмента, об/мин
Ni / Cu	Н1 / М0	4/10	5,0	1069/1160	40	1250
Cu / Сталь	М0 / Ст.3	7/8	8,0	1160/2160	60	1250
Al / Fe	АМг-6 /008ЖР	5/3	6,0	552/1260	60	1250

При проведении исследований использовали комплексную методику, включающую металлографию (оптический микроскоп «Неофот-32») и дюрометрический анализ (твердомер М-400 фирмы «*LECO*» при нагрузке 0,249 и 0,496 Н). Электронное исследование структуры и определение ее элементного состава методом рентгеноспектрального микроанализа (РСМА) проводили на базе аналитического комплекса, состоящего из сканирующего электронного микроскопа *JSM*-35 CF фирмы «*JEOL*» (Япония) и рентгеновского спектрометра с дисперсией по энергии рентгеновских квантов (модель *INCA Energy*-350 фирмы «*Oxford Instruments*» (Великобритания)). Для выявления структуры исследуемых соединений использовали химические реактивы [16].

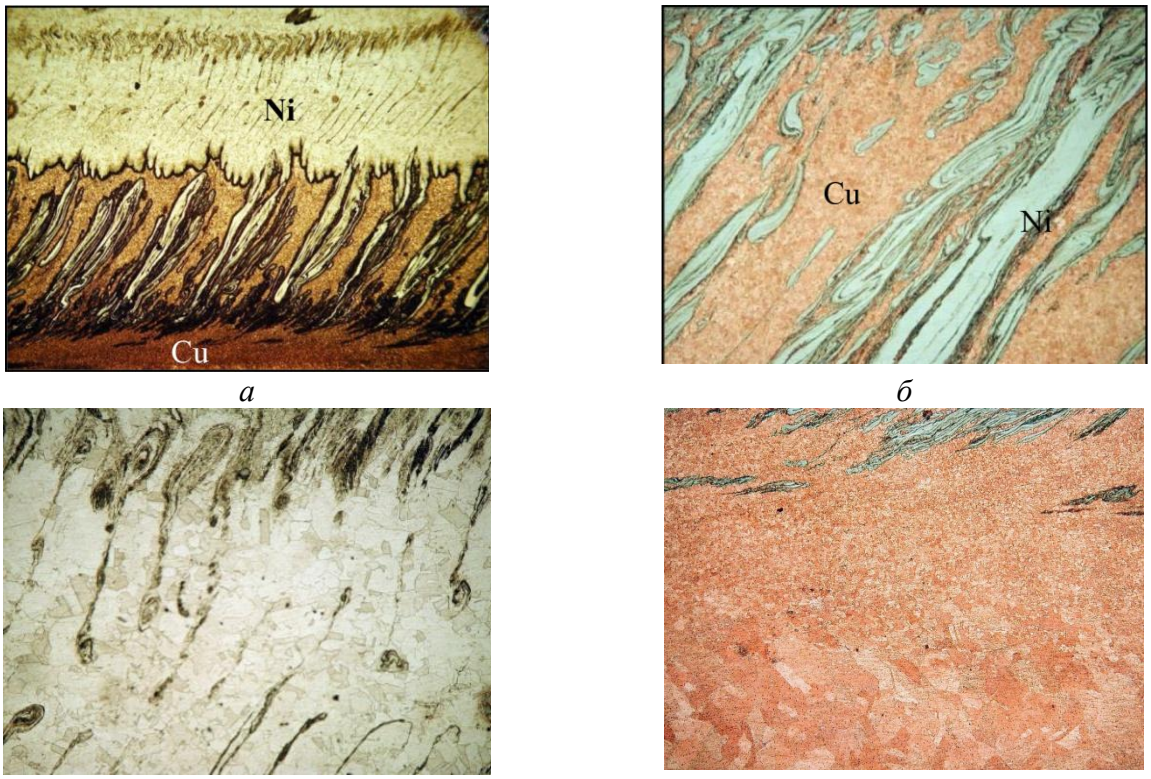
Методом СТП было получено и исследовано соединение Ni/Cu, как металлов с неограниченной растворимостью элементов друг в друге. В зоне соединения никеля и меди

происходит взаимное проникновение этих металлов на глубину до 3 мм (рис. 1). Массоперенос металлов отмечен в виде взаимопроникающих чередующихся полос, направленных в сторону движения – инструмента (рис. 2).



а *б*

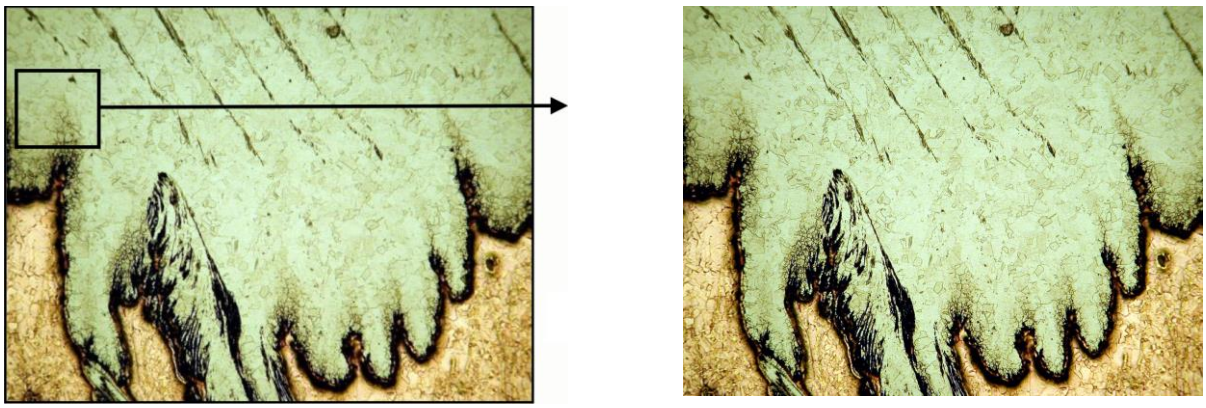
Рис. 1. Микроструктура биметаллического соединения Ni/Cu (поперечное сечение): а – общий вид (×15); б – область массопереноса Ni в Cu (×50)



а *б*

в *г*

Рис. 2. Микроструктура сварного соединения Ni/Cu (продольное сечение): а, б – зона массопереноса Ni в Cu; в – зона термомеханического влияния в Ni; г – зона термомеханического влияния в Cu; д, е – зона взаимодиффузии Cu и Ni; а - ×15; б–д – ×100; е – ×1000



д *е*

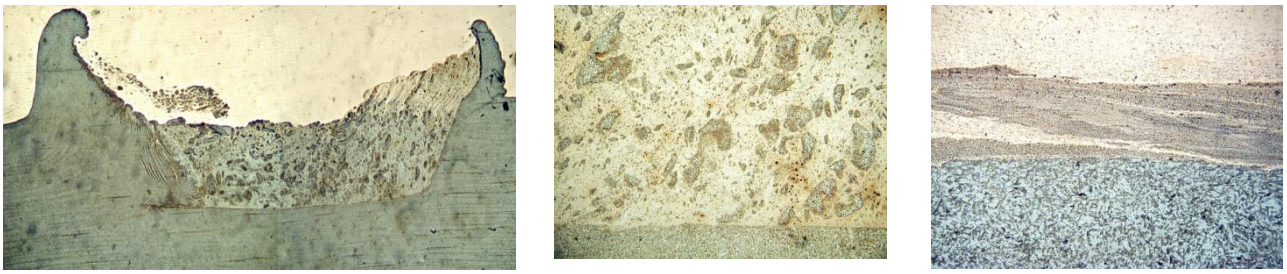
Окончание рис. 2

Исследованиями установлено, что взаимодиффузия меди и никеля происходит преимущественно по границам зерен. При этом ведущую роль в процессе СТП играет массоперенос металлов, в значительно меньшей степени – их взаимодиффузия.

С целью изучения возможности получения способом СТП соединения разнородных металлов с ограниченной растворимостью компонентов в твердом состоянии была рассмотрена система медь – железо.

Известно, что добавка углерода в железо несколько уменьшает растворимость меди в твердом железе, но не меняет общей картины. Поэтому для анализа процесса рассматривали сварной шов медной пластины и низкоуглеродистой стали, режимы сварки приведены в табл. 1.

Исследование сечений сварного соединения показало, отсутствие трещин, непроваров и пор (рис. 3). Поскольку сталь имеет твердость гораздо больше меди, то в поперечном сечении зоны соединения не произошло образование классического овального ядра (рис. 3 *а*).



а *б* *в*

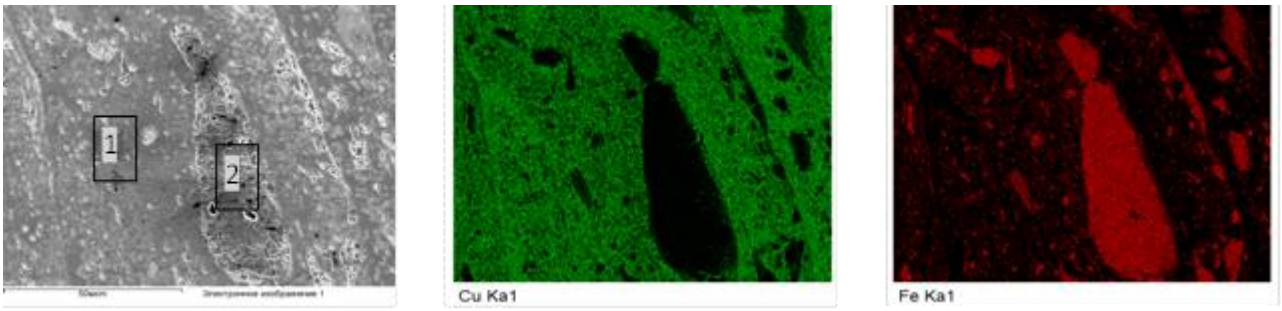
Рис. 3. Микроструктура, соединения Си–Ст.3, полученного СТП: а – поперечное сечение (×15); б – область перемешивания; в – продольное сечение (×100)

Зона соединения в верхней части состоит из меди, а нижняя часть – из смеси стальных частичек различной величины в медной матрице. Установлено, что в продольном сечении соединение носит зубчатый характер. В меди наблюдаются клинообразные внедрения Fe, наклоненные в сторону направления сварки. Максимальная глубина их проникновения составила 500 мкм. Эта область состоит из внедренных в деформированную медь мельчайших стальных частиц размером 1–10 мкм, микротвердость этих участков 2740–3020 МПа.

Над такими клинообразными внедрениями находится участок неполной перекристаллизации меди – зерна округлой формы размером 30–100 мкм, хаотично расположенные между зернами основного металла меди.

Ширина зоны ЗТВ в стали достигает 4,5 мм. Четко просматриваются участки неполной перекристаллизации, мелкого и среднего зерна. Участок среднего зерна расположен непосредственно в зоне соединения с медью. В зоне контакта размер зерна стали на порядок меньше, чем в основном металле. Микротвердость этого участка составляет 2290±120, в то время как ферритно-перлитной стали – 2160±100 МПа.

Как показали исследования (рис. 4), клинообразные внедрения имеют ферритно-перлитную структуру и практически не содержат меди. В зоне соединения меди со сталью отмечено образование большого количества включений железа внедренных в медь в виде отдельных полос и механической смеси меди со сталью. В медной матрице зафиксировано значительное количество железа (21,75–31,69 мас. %) в виде дисперсных включений (табл. 4).



а *б* *в*

Рис. 4. Изображение зоны перемешивания Cu/Ст.3 во вторичных электронах (а), характеристическом излучении Cu (б) и Fe (в)

Таблица 2. **Химический состав исследуемых участков, отмеченных на рис. 1**

Исследуемый участок	Химический состав, мас./ат.			
	Si	Mn	Fe	Cu
1	0	0,26/0,29	21,47/23,72	78,27/75,99
2	0,27/0,53	1,14/1,16	97,60/97,44	0,99/0,87

Исследовав граничные участки внедренной стальной полосы (рис. 5), можно сделать предположение о том, что наряду с вкраплениями меди проходят процессы взаимодиффузии между металлами с образованием твердого раствора.

Соединения разнородных металлов способом СТП при отсутствии взаимной растворимости элементов в твердой фазе была изучена на примере системы Fe–Al. В поперечном сечении зоны соединения образуется ядро размером 8,2×5,4 мм и клинообразное внедрение железа на глубину 2 мм с двух сторон от ядра (рис. 5). Структура ядра неоднородная, состоит из трех зон. Ядро в первую очередь образовалось в результате массопереноса алюминия, так как все зоны по данным РСМА имеют алюминиевую матрицу.

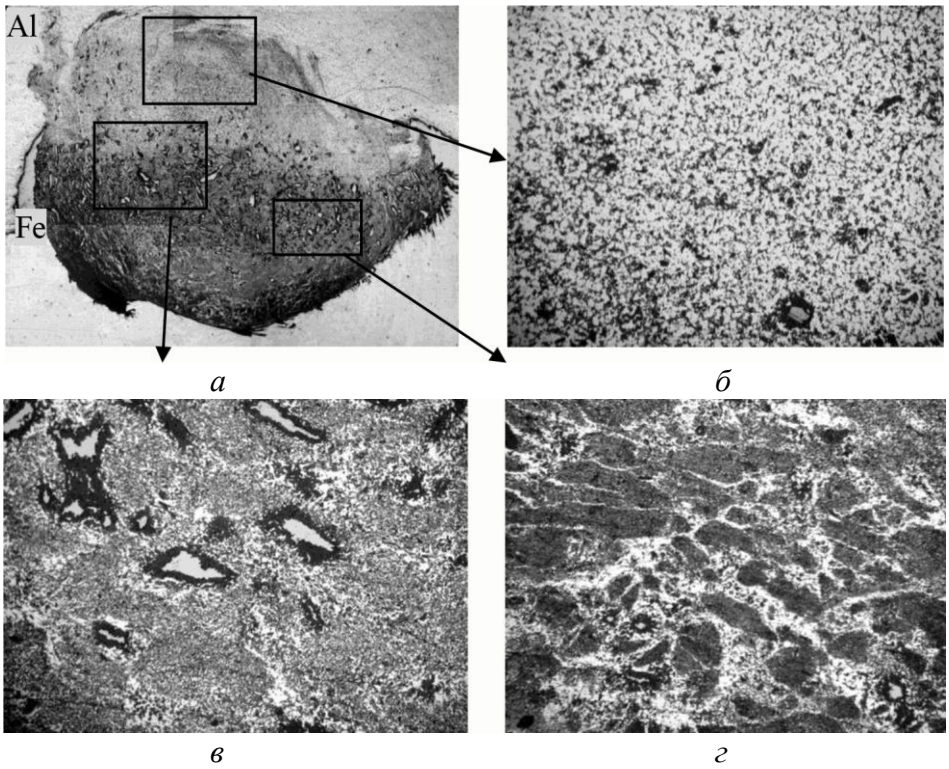


Рис. 5. Общий вид (а) и микроструктура (б–г) поперечного шлифа сварного соединения Fe/Al, полученного СТП (а – ×15; б–г – ×100)

В зоне ядра, которая непосредственно контактирует с железом, основной структурной составляющей является алюминиды Fe_2Al_7 и $FeAl_2$, которые образуют языкообразные внедрения в Fe. Алюминиды железа расположены в Al матрице, поэтому микротвердость этой зоны невелика – 2340–3220 МПа, относительно микротвердости самих интерметаллидов (~10000 МПа). В структуре ядра наблюдается микропористость, что очевидно обусловленная образованием интерметаллидных фаз. По данным РСМА в Al – сплаве и в Fe на расстоянии 10–15 мкм от ядра взаимодиффузия элементов не наблюдается.

Таким образом, в результате исследования биметаллического соединения Al/Fe установлено, что в процессе СТП происходит взаимодействие металлов – массоперенос, в первую очередь алюминия, и последующее образование соединений: $FeAl_3$, Fe_2Al_7, $FeAl_2$. Наиболее твердые участки зоны соединения, состоящие из интерметаллиды в Al-матрице, более чем в 3 раза мягче алюминидов железа.

При исследовании продольного сечения зоны соединения обнаружено, что она сплошная, не содержит дефектов и носит волнообразный характер, изменяясь по ширине от 3 до 7 мм. Ее структура состоит из участков, аналогичных выше описанным, при анализе поперечного сечения данного сварного соединения.

Выводы

При СТП Cu/Ni получается биметаллическое соединение, с взаимным проникновением одного металла в другой на глубину ~3 мм. При этом происходит измельчение структуры. Ведущую роль в процессе СТП играет массоперенос металлов и в меньшей степени их взаимодиффузия.

В результате исследования сварного соединения Cu со сталью, установлено, что ведущую роль,каки в предыдущей системе, играет массоперенос металла При этом значительное измельчение зерна происходит, как в зоне рекристаллизации, так и в зонах термомеханического и термического влияния.

При сварке Al/Fe образовывается зона соединения с проникновением Al в Fe на глубину до 2,5 мм. С образованием соединений: $FeAl_3$, Fe_2Al_7, $FeAl_2$. Наиболее твердые участки зоны соединения (2340–3220/МПа) состоят из интерметаллидов, расположенных в Al матрице, поэтому микротвердость этой структуры в несколько раз ниже микротвердости самих интерметаллидов.

Результаты проведенных исследований позволяют рекомендовать метод СТП для получения биметаллических материалов, при этом возможно создавать биметалл по типу наплавки.

Досліджено структури і властивості біметалевих з'єднань різнорідних металів, отриманих зварюванням тертям з перемішуванням. Досліджено системи з необмеженою (Ni-Cu) і з обмеженою (Cu-Fe) розчинністю, а також з відсутністю розчинності (Al-Fe) компонентів в твердому стані. Зварюванням тертям з перемішуванням були отримані якісні з'єднання з взаємним проникненням одного металу в інший. Основну роль в цьому процесі відіграє механічне перемішування металів і подрібнення структури. При цьому дифузійні процеси незначні. У процесі зварювання відбувається значне подрібнення зерна як в зоні рекристалізації, так і в зонах термомеханічного і термічного впливу.

В результаті зварювання тертям з перемішуванням (СТП) алюмінію з залізом утворилася зона з'єднання значного обсягу з проникненням алюмінію в залізо на глибину до 2,5 мм. При цьому відбувається взаємодія металів: масоперенос в першу чергу алюмінію і подальше утворення з'єднань F_2Al_7, $FeAl_2$.

Результати проведених досліджень дозволяють рекомендувати даний спосіб зварювання для отримання біметалевих з'єднань різнорідних металів, що мають різну розчинність елементів у твердому стані.

***Ключові слова**: біметал, зварювання тертям з перемішуванням (ЗТП), зварне з'єднання, механічне, дифузія, розчинність в твердій фазі, мікроструктура, рентгеноспектральний мікроаналіз, елементний склад, мікротвердість.*

G. M. Grigorenko, M. A. Poleshchuk, L. I. Adeeva, A. Yu. Tunik, V. I. Zelenin, V. A. Lukash, E. V. Zelenin, S. D. Zabolotnie, Yu. N. Nikityuk

STRUCTURE AND PROPERTIES OF BIMETALS DRIED BY FRICTION WITH MIXING

The structures and properties of bimetallic compounds of dissimilar metals obtained by friction stir welding (FSW) were studied. Systems with unlimited (Ni-Cu) and limited (Cu-Fe) solubility, as well as the absence of solubility (Al-Fe) of the components in the solid state are investigated. By friction stir welding, were obtained qualitative compounds with mutual penetration of one metal into another. The main role in this process is the mechanical mixing of metals and grinding of the structure. The diffusion processes are insignificant. In the process of welding, there is a significant grinding of the grain both in the recrystallization zone and in the zones of thermomechanical and thermal influence.

As a result of friction stir welding of aluminum with iron, a zone of considerable volume was formed with penetration of aluminum into iron to a depth of 2.5 mm. In this case, the interaction of metals takes place: mass transfer primarily of aluminum and the subsequent formation of the compounds F_2Al_7, $FeAl_2$.

The results of the conducted investigations allow us to recommend this welding method for obtaining bimetallic compounds of dissimilar metals having different solubility of the elements in the solid state.

***Key words**: bimetal, friction stir welding (STF), welded joint, mechanical, diffusion, solubility in solid phase, microstructure, X-ray microanalysis, elemental composition, microhardness.*

Литература

1. GB Patent № 9125978.8. Friction stir butt welding / W.M. Thomas, E. D. Nicholas, J. C. Needam et al. – Publ. Oct. 1995.
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, 1987. – 236 с.
4. Mishraa R. S., Ma Z. Y.Friction stir welding and processing // Mater. Sci. and Eng. – 2005. – 50. – P. 1–78.
5. Эрикссон Л. Г., Ларссон Р. Ротационная сварка трением – научные исследования и новые области применения // Технология машиностроения. – 2003. – № 6. – С. 81–84.
6. Людмирский Ю. Г., Котлышев Р. Р. Сварка трением с перемешиванием алюминиевых сплавов в строительстве // Науч. вестн. ВГАСУ. Стр-во и архитектура. – 2010. – № 3. – С. 15–22.
7. Технология восстановительного ремонта слябовых кристаллизаторов МНЛЗ наплавкой трением с перемешиванием / Ю. Н. Никитюк, Г. М. Григоренко, В. И. Зеленин и др. // Современ. электрометаллургия. – 2013. – № 3. – С. 51–55.
8. Watanabe H., Takayama H., Yanagisawa A. Joining of aluminum alloy to steel by friction stir welding // J. Mater. Proc. Technol. – 2006. – 178. – P. 342–349.
9. Interfacialreaction in steel-aluminum joints made by friction stir welding / W.-B. Lee, M. Schmuecker, U. A. Mercardo et al. // Scripta Mater. – 2006. – 55. – P. 355–358.
10. Microstructure of friction stir welding of aluminium alloy to magnesium alloy / A. Kostka, R. S. Coelho, J. dos Santos, A.R. Pyza // Ibid. – 2000. – 66. – P. 953–956.
11. Kwon Y. J., Shigematsu I., Saito N. Dissimilar friction stir welding between magnesium and aluminium alloys // Materials Letters. – 2008. – 62. – P. 3827–3829.
12. Effect of friction stir welding parameters on the microstructure and mechanical properties of the dissimilar Al—cu joints / P. Xue, D.R. Ni, D. Wang et al. // Mater. Sci. and Eng. – 2011. – 528. – P. 4683–4689.
13. Saeida T., Abdollah-Zadehb A., Sazgarib B. Weldability and mechanical properties of dissimilar aluminum-copper lap joints made by friction stir welding // J. Alloys and Compounds. – 2010. – 490. – P. 652–655.
14. Технология ремонта медных слябовых кристаллизаторов наплавкой трением с перемешиванием / Ю. А. Никитюк, В. И. Зеленин, М. А. Полещуки др. // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника, технология его изготовления и применения. Вып. 16. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2013. – С. 520–523.
15. Патент на промисловий зразок № 25394, Україна. Вставка робочого інструменту установки для зварювання і наплавлення методом тертя з перемішуванням / М. А. Полещук, Г. М. Григоренко, П. М. Кавуненко та ін. – Опубл. 10.09.13, Бюл. № 17.
16. Беккерт М. К., Клемм Х. Способы металлографического травления: справочник. – М.: Металлургия, 1988. – 400 с.

Поступила 27.06.18

References

1. Thomas, W. M., Nicholas, E. D., Needam, J. C., et al. (1995). Patent 9125978.8 of GB.
2. Vill, V. I. (1970). *Svarka treniem metallov [Friction welding of metals]*. Leningrad: Mashinostroenie [in Russian].

3. Lebedev, V. K., Chernenko, I. A., Mikhalski, R., et al. (1987). *Svarka treniem: spravochnik [Friction welding: a guide]*. Leningrad: Mashinostroenie [in Russian].
4. Mishraa, R. S., & Ma, Z. Y. (2005). Friction stir welding and processing, *Mater. Sci. and Eng., 50,* 1–78.
5. Eriksson L. G., & Larsson R. (2003). Rotatsionnaia svarka treniem – nauchnye issledovaniia i novye oblasti primeneniia [Rotational friction welding – scientific research and new applications]. *Tekhnologiya mashinostroeniya – Technology of mechanical engineering], 6,* 81–84 [in Russian].
6. Lyudmirskiy, Yu. G., & Kotlyshev, P. P. (2010). Svarka treniem s peremeshivaniem aliuminievykh splavov v stroitelstve [Friction welding with mixing of aluminum alloys in construction]. *Nauch. vestn. VGASU. Str-vo i arkhitektura – Scientific Herald of VGASU. Construction and architecture, 3,* 15–22 [in Russian].
7. Nikitiuk, Yu. N., Grigorenko, G. M., Zelenin, V. I,. Et al. (2013). Tekhnologiia vosstanovitelnogo remonta sliabovykh kristallizatorov MNLZ naplavkoi treniem s peremeshivaniem [Technology of repair repair of slab molds of continuous casting machine with friction stir welding]. *Sovremen. Elektrometallurgiia – Modern Electrometallurgy, 3,* 51–55.
8. Watanabe, H., Takayama, H., & Yanagisawa, A. (2006). Joining of aluminum alloy to steel by friction stir welding. *J. Mater. Proc. Technol., 178,* 342–349.
9. Lee, W.-B., Schmuecker, M., Mercardo, U. A., et al. (2006). Interfacialreaction in steel-aluminum joints made by friction stir welding. *Scripta Mater., 55,* 355–358.
10. Kostka, A., Coelho, R. S., dos Santos, J., & Pyza, A.R. (2009). Microstructureof friction stir welding of aluminium alloy to magnesium alloy. *Scripta Mater., 60,* 953–956.
11. Kwon, Y. J., Shigematsu, I., & Saito, N. (2008). Dissimilar friction stir welding between magnesium and aluminium alloys. *Materials Letters., 62,* 3827–3829.
12. Xue, P., Ni, D.,R., Wang, D., et al. (2011). Effect of friction stir welding parameters on the microstructure and mechanical properties of the dissimilar Al-Cu joints. *Mater. Sci. and Eng., 528,* 4683–4689.
13. Saeida, T., Abdollah-Zadehb, A., & Sazgarib B. (2010). Weldability and mechanical properties of dissimilar aluminum-copper lap joints made by friction stir welding. *J. Alloys and Compounds*, 490, 652–655.
14. Nikitiuk, Yu. A., Zelenin, V. I., Poleshchuk, M. A. et al. (2013). Tekhnologiiya remonta mednykh sliabovykh kristallizatorov naplavkoi treniem s peremeshivaniem [Technology of repair of copper slab crystallizers by friction welding with mixing]. *Porodorazrushayushchii I metalloobrabativayushchii instrument – tekhnika I tekhnologiya ego izgotovleniya i primineniya – Rock Destruction and Metal-Working Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications, Vol. 16,* 520–523. [in Russian].
15. Poleshchuk, M. A., Grigorenko, G. M.,. Kavunenko, P. M., et al. (2013). Patent of Ukraine 25394. [in Ukrainian].
16. Bekkert, M. K., & Klemm Kh. (1988). *Sposoby metallograficheskogo travleniia: spravochnik [Methods of metallographic etching: a guide]*. – Moscow: Metallurgiia.

УДК 621.371

Ю. Д. Філатов, В. І. Сидорко, доктори технічних наук, **С. В. Ковальов[1], В. А. Ковальов, О. Я. Юрчишин**, кандидати технічних наук[2]; **М. А. Данильченко**, **А. Г. Вєтров**, інженери[1]

[1]Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська 2, 04074 м. Київ, e-mail: filatov@ism.kiev.ua
[2]Національний технічний університет України «Київський політехнічний інститут ім. Ігоря Сікорського», пр. Перемоги 37, 03056 м. Київ, e-mail: urchyshynoks@ukr.net

ДОСЛІДЖЕННЯ СТАНУ РОБОЧОЇ ПОВЕРХНІ ІНСТРУМЕНТУ ПРИ ПОЛІРУВАННІ ПІДКЛАДОК З НІТРИДУ АЛЮМІНІЮ

Метою даного дослідження є вивчення механізму взаємодії частинок шламу та зносу полірувального порошку при поліруванні підкладок з кераміки на основі нітриду алюмінію за допомогою суспензії порошків нітриду бора КМ 0,5/0. На основі квантово-механічної теорії розсіювання частинок розраховано повний ефективний переріз розсіювання частинок шламу та зносу, який характеризує ймовірність розсіювання частинок в напрямку робочої поверхні притиру, та функцію його розподілу в залежності від радіусу колових зон поверхні притиру. Експериментально встановлено, що фрагменти нальоту із частинок шламу та зносу розташовуються в коловій зоні, розміри і координати місцезнаходження якої практично співпадають з розрахованими теоретично межами. Результати дослідження можна використовувати для аналізу процесу полірування неметалевих матеріалів за допомогою суспензій з різних полірувальних порошків, що має велике практичне значення, особливо, при розробці технологічних процесів фінішної обробки деталей електронної техніки та оптичних систем зі скла, кераміки, ситалів, оптичних та напівпровідникових кристалів. Особлива цінність результатів дослідження полягає в можливості прогнозування працездатності нових полірувальних суспензій стосовно використання конкретних матеріалів притиру.

***Ключові слова**: полірування, нітрид алюмінію, частинки шламу, частинки зносу полірувального порошку.*

Вступ

При аналізі контактної взаємодії поверхонь оброблюваної деталі та інструменту, а також частинок шламу оброблюваного матеріалу з частинками зносу полірувального порошку на основі фізико-статистичної моделі утворення та видалення частинок шламу [1; 2] та результатів дослідження динаміки їх зіткнень та розсіювання, вивчено механізм утворення і локалізації нальоту з продуктів зносу на робочій поверхні інструменту [3; 4]. Разом з тим, процеси взаємодії частинок шламу і частинок зносу полірувального порошку в зоні контакту оброблюваної поверхні з поверхнею притиру всередині полірувальної суспензії при поліруванні кераміки та напівпровідникових кристалів для оптико-електронної техніки вивчені недостатньо, а причини виникнення нальоту з частинок шламу та зносу на поверхні притиру остаточно не з’ясовані.

Метою даного дослідження є вивчення механізму взаємодії частинок шламу та зносу між собою та з поверхнями оброблюваної деталі, притиру та зерен полірувального порошку

при поліруванні підкладок з кераміки на основі нітриду алюмінію за допомогою суспензії порошків нітриду бора КМ 0,5/0.

Закономірності взаємодії частинок шламу і зносу

Плоскі поверхні підкладок з нітриду алюмінію (блок Ø 60 мм) полірували суспензією порошків КМ 0,5/0 на верстаті мод. 2ШП-200М при частоті обертання притиру (пінополіуретан Ø 100 мм) 90 об./хв., зусиллі притискання деталі до притиру 50,5 Н, температурі в зоні контакту 300 *К* та часі полірування 30 хв.

При аналізі взаємодії частинок шламу на основі класичної теорії розсіювання показано, що траєкторії їх руху закручуються і переходять на орбітальні траєкторії (Ø 25–100 нм), розташовані біля оброблюваної поверхні [4]. Оскільки класичний підхід в теорії зіткнень частинок обмежений співвідношенням невизначеності Гейзенберга [5], а оцінка невизначеності координат та імпульсу частинок показує, що невизначеність швидкості руху частинки складає ≈ 1,9 м/с і перевищує значення самої швидкості в 7–22 рази, при вивченні взаємодії частинок шламу між собою та з частинками зносу полірувального порошку необхідно використовувати квантово-механічну теорію розсіювання і замість значень векторів координат і імпульсів розглядати повний ефективний переріз розсіювання частинок $Q = 2\pi\int_0^{\pi} |f(\vartheta)|^2 \sin\vartheta d\vartheta$ (ϑ – кут розсіювання) [5].

При квантово-механічному розгляді руху частинок в полі $V(r)$ хвильова функція задовольняє рівнянню Шредінгера і має вигляд [5] $\varphi_k(r) = e^{ik(\rho)z} + \frac{f(\vartheta)e^{ik(\rho)z}}{r}$ (де $k(\rho) = \frac{mu(\rho)}{\hbar}$ – хвильове число; m – маса частинки; $u(\rho)$ – швидкість частинки; ϑ – кут розсіювання; $f(\vartheta)$ – амплітуда розсіяної хвилі). Для амплітуди розсіювання частинок використовують точний вираз [5] $f(\vartheta) = \frac{1}{2ik}\sum_{l=0}^{\infty}(2l+1)P_l(\cos\vartheta)e^{2i\delta_l}$ (де l – азимутальне квантове число; $P_l(\cos\vartheta)$ – поліноми Лежандра; δ_l – фазовий зсув хвильової функції), а кут розсіювання частинок визначається рівнянням $\int_{r_0}^{\infty} \frac{bdr}{r^2\sqrt{1-\frac{V(r)}{W}-\left(\frac{b}{r}\right)^2}} = \frac{\pi \mp \vartheta}{2}$ (де b – прицільна відстань; W – кінетична енергія частинки).

Взаємодія частинок шламу і частинок зносу полірувального порошку відбувається завдяки міжмолекулярним та електричним силам, потенціали яких визначаються у відповідності до формул [6; 7]:

$$V_{kl}(r) = -\frac{\hbar\omega_{kls}}{16\pi}\left[\frac{d_k d_l}{r(d_k+d_l)} - 2\ln\left(\frac{d_k d_l}{r(d_k+d_l)}\right)\right], \quad (1)$$

$$U_e(r) = \frac{q_k q_l}{4\pi\varepsilon_0\varepsilon_s r}, \quad (2)$$

де k, l = 1, 2 – індекси, якими позначаються частинки шламу (1) та частинки зносу полірувального порошку (2); $\hbar$ = 1,05·10^{-34} Дж·с – стала Планка; r – найкоротша відстань

між частинками; $\omega_{kls} \approx \int_0^{\infty} \frac{[\varepsilon_k - \varepsilon_s][\varepsilon_l - \varepsilon_s]}{[\varepsilon_k + \varepsilon_s][\varepsilon_l + \varepsilon_s]} d\Omega$ – функція діелектричних проникностей [1]; ε_1, ε_2, ε_s – статичні діелектричні проникності відповідно оброблюваного матеріалу, полірувального порошку та суспензії; $q_1 = -1{,}6 \cdot 10^{-19}$ Кл, $q_2 = 1{,}6 \cdot 10^{-19}$ Кл – електричні заряди відповідно частинок шламу та частинок зносу; $\varepsilon_0 = 8{,}85 \cdot 10^{-12}$ Ф/м – електрична стала.

1. Потенціал взаємодії частинок шламу з розмірами $d_1(i)$ і $d_1(j)$ між собою (k = 1, l = 1) визначається сумарною дією на них електричних і ван-дер-ваальсових сил $U(r) = V_{11}(r,i,j) + U_e(r)$ (формули (1)–(2)) і спадає при збільшенні відстані між ними. Кінетична енергія частинок шламу $E_i(\rho) = \frac{1}{2}\rho_1 v_i u(\rho)^2$ (ρ_1 – густина оброблюваного матеріалу, v_i – об'єм i-ї частинки, $i,j = \overline{0, N-1}$ – номер частинки, N = 5; $P(i,\nu)$ – розподіл Пуассона; $u(\rho)$ – швидкість переміщення елементу оброблюваної поверхні, розташованого в коловій зоні радіусу ρ.

Повний переріз розсіювання частинок шламу, розрахований згідно формулі $Q_{opt}(\rho) = [4\pi/k(\rho)]Im[f(0)]$ [5], для дрібних частинок незначно відрізняється від аналогічних значень, отриманих традиційним методом, в той час, коли для крупних частинок отримані значення на порядок менше. Представлені на рис. 1 координатні залежності величин повного перерізу розсіювання частинок шламу на частинках шламу $Q^1{}_{11}(\rho) = \sum_{i,j} Q_{11}(\rho)$ (крива 1) і $Q^2{}_{11}(\rho) = \sum_{i,j} Q_{11opt}(\rho)$ (крива 2), показують, що середня величина повного перерізу розсіювання частинок шламу на частинках шламу складає приблизно 520 Гб, що на порядок менше класичного значення ($\sum_{i,j}\left(\frac{\pi}{4}\right)(d(i) + d(j))^2 = 5{,}8$ Тб).

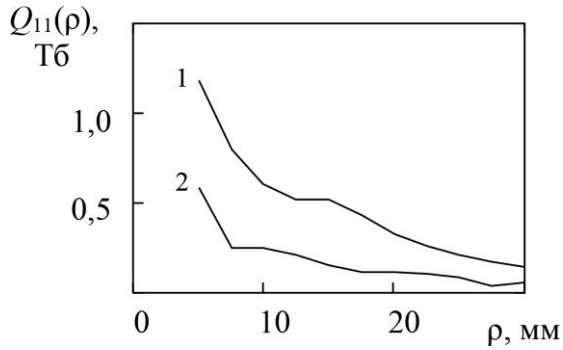


Рис. 1. Залежності повного перерізу розсіювання всіх частинок шламу Q111(ρ) (1) і Q211(ρ) (2) на частинках шламу від радіусу колових зон

2. Взаємодія частинок шламу розмірами $d_1(i)$ і частинок зносу полірувального порошку розмірами d_2 (k=1, l=2) здійснюється завдяки міжмолекулярним та електричним силам притягання, енергія їх взаємодії визначається у відповідності до формул (1)–(2): $U(r) = V_{12}(r,i) + U_{12}(r)$ та спадає при збільшенні відстані між частинками. Кінетична енергія частинок зносу незначно відрізняється від кінетичної енергії найбільш дрібних частинок шламу і приблизно в 10 разів менше кінетичної енергії найбільш крупних частинок.

Наведені на рис. 2 координатні залежності величин повного перерізу розсіювання частинок шламу на частинках зносу $Q^1{}_{12}(\rho) = \sum_i Q_{12}(\rho)$ (крива 1) і $Q^2{}_{12}(\rho) = \sum_i Q_{12opt}(\rho)$ (крива 2), показують, що величина повного перерізу розсіювання частинок шламу на частинках зносу, характерна для центральної зони оброблюваної поверхні змінюється в

межах від 10 до 20 Гб, що більш ніж у 40 разів менше класичного значення ($\sum_i \left(\frac{\pi}{4}\right)(d(i) + d_2)^2 \approx 0{,}8$ Тб).

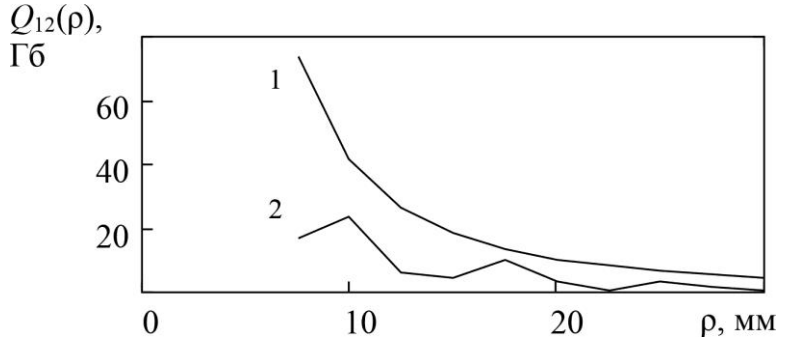


Рис. 2. Залежності повного перерізу розсіювання частинок шламу на частинках зносу Q112(ρ) (1) і Q212(ρ) (2) від радіусу колових зон

3. Взаємодія частинок зносу полірувального порошку (k = 2, l = 2), середній розмір яких d_2 = 1,7 нм, відбувається за міжмолекулярних сил притягання та відштовхувальних електричних сил. Енергія взаємодії частинок зносу між собою, що визначається у відповідності до формул (1)–(2) $U(r) = V_{22}(r) + U_{22}(r)$ та зменшується при збільшенні відстані між частинками. Залежності повного перерізу розсіювання частинок зносу на частинках зносу від радіусу колових зон (рис. 3, криві 1, 2) показують, що середня величина повного перерізу розсіювання змінюється в межах від 28 Гб до 112 Гб, а в центральних колових зонах оброблюваної поверхні вона практично співпадає з класичним значенням (πd_2^2 = 0,1 Тб) і приблизно в 4 рази менше – в периферійних.

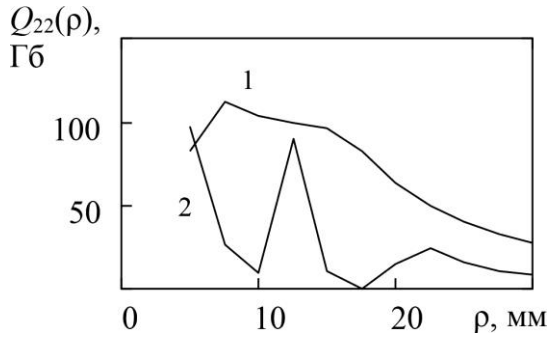


Рис. 3. Залежність повного перерізу розсіювання частинок зносу полірувального порошку на частинках зносу від радіусу колових зон

4. Взаємодія частинок зносу полірувального порошку розмірами d_2 з частинками шламу розмірами $d_1(i)$ (k = 2, l = 1) відбувається в результаті дії міжмолекулярних та електричних сил притягання, потенціали яких визначаються у відповідності до формул (1)–(2). Повний переріз розсіювання частинок зносу на частинках шламу монотонно зменшується в напрямку від центра до периферії оброблюваної поверхні у відповідності до функції $Q_{21}(\rho) = \alpha\rho^{-2}$ (де α = 0,003). Наведені на рис. 4 координатні залежності величин повного перерізу розсіювання частинок зносу на частинках шламу $Q_{21}(\rho) = \sum_i Q_{21}(i,\rho)$ показують, що він зменшується в напрямку «від центра до краю», а його середня величина складає 0,1–0,2 Тб, що в 4–8 разів менше класичного значення (0,8 Тб).

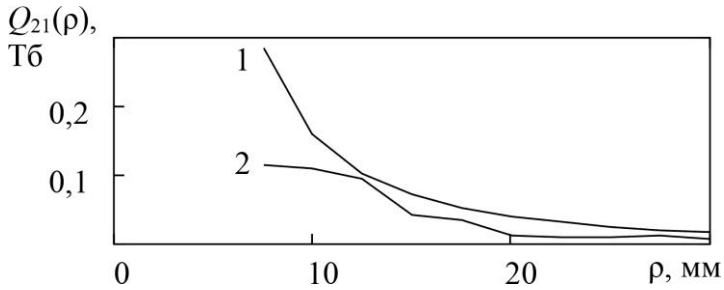


Рис. 4. Залежності повного перерізу розсіювання частинок зносу на частинках шламу від радіусу колових зон оброблюваної поверхні

Повний переріз розсіювання частинок шламу на частинках шламу і на частинках зносу, що характеризує ймовірність розсіювання всіх частинок шламу в усіх напрямках, визначається у відповідності до формули $Q_s(\rho) = \sum_{i,j} Q_{11opt}(i,j,\rho)P(j,\nu) + \sum_{i} Q_{12opt}(i,\rho)P(i,\nu)$ залежить від радіусу колових зон оброблюваної поверхні (рис. 5) і показує, що розсіювання частинок шламу відбувається переважно в коловій зоні радіусом 10 мм.

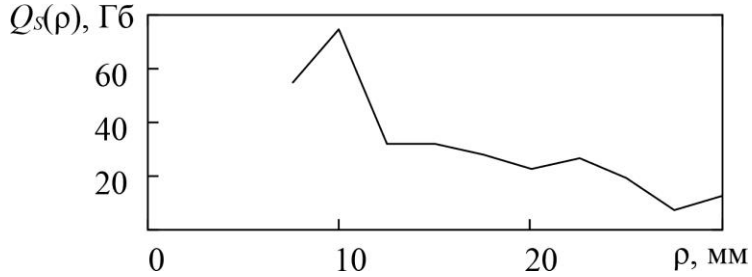


Рис. 5. Залежність повного перерізу розсіювання частинок шламу на частинках шламу і зносу від радіусу колових зон оброблюваної поверхні

Профіль хвильового фронту частинок шламу, що рухаються в напрямку поверхні притиру, можна представити наближеною функцією $\psi_1(\rho) = \begin{cases} 0, & \rho < a \\ \overline{Q_s}, & a \le \rho \le b \\ 0, & \rho > b \end{cases}$, яка є прямокутним «імпульсом» (a=7,5 мм, b=12,5 мм) на рівні $\overline{Q_s} = \frac{1}{b-a}\int_a^b Q_s(\rho)d\rho$. Функція розподілу повного перерізу розсіювання частинок шламу вздовж радіусу колових зон поверхні притиру має вигляд $k_1(r) = \begin{cases} \Psi_1(r), & r_{\min} \le r \le r_{\max} \\ 0, & r \le r_{\min}, \quad r \ge r_{\max} \end{cases}$ (де $\Psi_1(r)=\psi_1(e_0-r)$; $r_{\min}$=26,5 мм, $r_{\max}$=31,5 мм – радіуси, що обмежують зону, в яку розсіюються частинки шламу).

Повний переріз розсіювання частинок зносу полірувального порошку на частинках шламу і на частинках зносу залежить від радіусу колових зон оброблюваної поверхні та функції розподілу частинок шламу за розмірами і виражається у відповідності до формули $Q_{2s}(\rho) = Q_{22}(\rho) + \sum_i Q_{21}(i,\rho)P(i,\nu)$ (рис. 6), яка показує, що він змінюється в межах від 6 Гб до 100 Гб, має характерний максимум при ρ=12,5 мм.

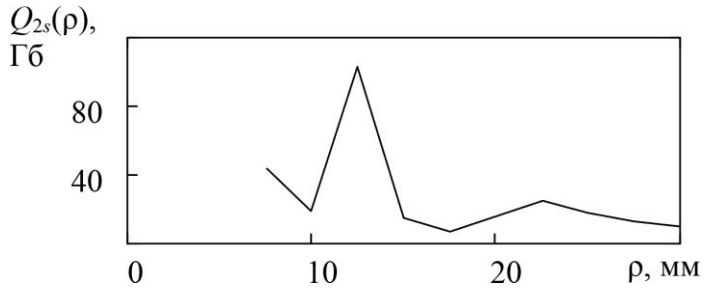


Рис. 6. Залежність повного перерізу розсіювання частинок зносу полірувального порошку на частинках шламу і зносу від радіусу колових зон

Найменш ефективно розсіювання частинок відбувається в коловій зоні ρ=10 мм. Профіль хвильового фронту частинок зносу полірувального порошку можна описати наближеною функцією $\psi_2(\rho) = \begin{cases} 0, & \rho < c \\ \overline{Q_{2s}}, & c \le \rho \le d \\ 0, & \rho > d \end{cases}$, яка є прямокутним «імпульсом» (c=10,0 мм, d=15,0 мм) на

рівні $\overline{Q_{2s}} = \frac{1}{d-c}\int_c^d Q_{2s}(\rho)d\rho$. Функція розподілу повного перерізу розсіювання частинок зносу полірувального порошку вздовж радіусу колових зон поверхні притиру має вигляд $k_2(r) = \begin{cases} \Psi_2(r), & r_{\min} \le r \le r_{\max} \\ 0, & r \le r_{\min}, \quad r \ge r_{\max} \end{cases}$ (де $\Psi_2(r) = \psi_2(e_0 - r)$; $r_{\min}$=24,0 мм, $r_{\max}$=29,0 мм – радіуси, що обмежують зону, в яку розсіюються частинки).

При поліруванні підкладок із AlN частинки шламу рухаються переважно в напрямку притиру і локалізуються на ній у вигляді нальоту в зоні [26,5; 31,5], а частинки зносу рухаються в тому ж напрямку і локалізуються в зоні [24,0; 29,0]. Функція розподілу повного перерізу розсіювання частинок шламу та зносу вздовж радіусу колових зон поверхні притиру визначається сумою $k_{12}(r) = k_1(r) + k_2(r)$. Область визначення функції $k_{12}(r)$ характеризується інтервалом радіусів колових зон поверхні притиру $[r_1; r_4]$, в якому вона відмінна від нуля.

Дослідження стану робочої поверхні притиру проводилось на окремих ділянках, що розташовані в різних колових зонах, за допомогою мікроскопів ЛОМО «МЕТАМР-1», оснащеного цифровою камерою Vision «STD-Res Series» і Zeiss EVO 50, показали, що на ділянці поверхні притиру розмірами 10х10 мм^2, що розташована в коловій зоні [r_1 – 1 мм; r_4 +1 мм] ([23 мм; 33 мм]), утворюється наліт із частинок шламу і зносу, який розташовується в коловій зоні, в якій функція розподілу повного перерізу розсіювання частинок шламу та зносу має максимальне значення. Встановлено, що фрагменти нальоту із частинок шламу та зносу розташовуються в коловій зоні, розміри і координати якої практично співпадають з розрахованими теоретично межами.

Висновки

При дослідженні стану поверхні притиру при поліруванні елементів оптико-електронної техніки з напівпровідникових кристалів, встановлено, що при поліруванні нітриду алюмінію за допомогою суспензії порошків нітриду бору на робочій поверхні притиру утворюється наліт із частинок шламу і зносу, який розташовується в коловій зоні, в якій функція розподілу повного перерізу розсіювання частинок шламу та зносу має максимальне значення. За допомогою оптичної та електронної мікроскопії показано, що фрагменти нальоту із частинок шламу та зносу розташовуються в коловій зоні, розміри і координати якої розраховані теоретично.

Целью данного исследования является изучение механизма взаимодействия частиц шлама и износа полировального порошка при полировании подложек из керамики на основе нитрида алюминия с помощью суспензии порошков нитрида бора КМ 0,5/0. На основе квантово-механической теории рассеяния частиц рассчитано полное эффективное сечение рассеяния частиц шлама и износа, характеризующее вероятность рассеяния частиц в направлении рабочей поверхности притира, и функцию его распределения в зависимости от радиуса круговых зон поверхности притира. Экспериментально установлено, что фрагменты налета с частиц шлама и износа располагаются в круговой зоне, размеры и координаты местонахождения которой практически совпадают с рассчитанными теоретически пределами. Результаты исследования можно использовать для анализа процесса полирования неметаллических материалов с помощью суспензий из разных полировальных порошков, что имеет большое практическое значение, особенно, при разработке технологических процессов финишной обработки деталей электронной техники и оптических систем из стекла, керамики, ситаллов, оптических и полупроводниковых кристаллов. Особая

ценность исследования заключается в возможности прогнозирования работоспособности новых полировальных суспензий при использовании конкретных материалов притира.

***Ключевые слова**: полирование, нитрид алюминия, частицы шлама, частицы износа.*

Yu. D. Filatov, V. I. Sidorko, S. V. Kovalev, V. A. Kovalev, O. I. Yurchishin, M. A. Danilchenko, A. G. Vetrov

STUDY OF THE STATE OF THE WORKING SURFACE OF THE TOOL AT POLISHING THE SUBSTRATE FROM NITRIDE ALUMINUM

The purose of this study is to study the mechanism of interaction of sludge particles and wear of a polishing powder when polishing substrates of ceramics based on aluminum nitride using a suspension of boron nitride KM 0.5 / 0 powders. On the basis of the quantum mechanical theory of particle scattering, the total effective scattering cross-section of slime and wear particles is calculated that characterizes the probability of scattering of particles in the direction of the working surface of the lap and the function of its distribution, depending on the radius of the circular zones of the surface of the lapping. It has been experimentally established that the fragments of the plaque from the particles of slime and wear are located in a circular zone whose dimensions and coordinates of the location practically coincide with those calculated theoretically. The results of the study can be used to analyze the polishing of nonmetallic materials with the help of suspensions from different polishing powders, which is of great practical importance, especially in the development of technological processes for finishing parts of electronic equipment and optical systems of glass, ceramics, glass, optical and semiconductor crystals. A special value of the study is the ability to predict the performance of new polishing suspensions using specific lap materials.

***Key words**: polishing, aluminum nitride, sludge particles, wear particles.*

Література

1. Філатов Ю. Д., Сідорко В. І., Філатов О. Ю., Ковальов С. В. Фізичні засади формоутворення прецизійних поверхонь під час механічної обробки неметалевих матеріалів. Монографія. – К.: Наукова думка, 2017.– 248 с.
2. Filatov Yu. D. Sidorko V .I. Statistical approach to wear of nonmetallic workpiece surfaces in polishing // Journal of Superhard Materials. – 2005. – 27. – N 1. – P. 53–60.
3. Filatov A.Yu., Sidorko V. I., Filatov Yu. D. Special features of macro- and microrelief formation in non-metallic flat surface in diamond grinding. // Journal of Superhard Materials. – 2007. – 29. – N 6. – P. 361–368.
4. Sidorko V., Novikov M., Filatov Yu. Diamond-abrasive finishing non-metallic materials // Conference Proceedings of International Conference «Advanced Processing for Novel Functional Materials – APNFM 2008». – 23–25 January 2008. – P. 141–143.
5. Эйринг Г., Лин С. Г., Лин С.М. Основы химической кинетики: Пер. с англ. – М.: Мир, 1983. – 528 с.
6. Кац Е. И. Силы Ван-дер-Ваальса, Казимира и Лифшица в мягкой материи // Успехи физ. наук. – 2015. – 185. – № 9. – С. 964–969.
7. Дерягин Б. В., Абрикосова И. И., Лифшиц Е. М. Молекулярное притяжение конденсированных тел // Успехи физ. наук. – 2015. –185. – № 9. – С. 981–1001.

Надійшла 14.05.18

References

1. Filatov, Yu. D.б Sidorko, V. I.б Filatov, O. Yu. & Kovalov, S. V. (2017). *Fizychni zasady formoutvorennia pretsyziinykh poverkhon pid chas mekhanichnoi obrobky nemetalevykh materialiv [Physical basis for the formation of precision surfaces in the machining of nonmetallic materials]*. – Kyiv: Naukova dumka [in Ukrainian].
2. Filatov Yu. D. & Sidorko V. I. (2005). Statistical approach to wear of nonmetallic workpiece surfaces in polishing. *Journal of Superhard Materials, Vol. 27, 1,* 53–60.
3. Filatov A. Yu., Sidorko V. I., & Filatov Yu.D. (2007). Special features of macro- and microrelief formation in non-metallic flat surface in diamond grinding. *Journal of Superhard Materials, Vol. 29, 6*, 361–368.
4. Sidorko V., Novikov M., & Filatov Yu. (2009). Diamond-abrasive finishing non-metallic materials. Proceedings from Advanced Processing for Novel Functional Materials ’08: *International Conference «Advanced Processing for Novel Functional Materials – APNFM 2008» (23–25 January 2008).* (pp. 141–143). International Congress Center Dresden, Germany.
5. Эirynh H., Lyn S.H., & Lyn S.M. (1983). *Osnovy khymycheskoi kynetyky [Fundamentals of Chemical Kinetics]*. Moscow: Mir [in Russian].
6. Kats E. I. (2015). Sily Van-der-Vaalsa, Kazimira i Lifshitsa v miahkoi materii [The forces of van der Waals, Casimir and Lifshitz in soft matter]. *Uspekhy fyzicheskikh nauk – Advances of Physical Sciences, Vol. 185, 9,* 964–969 [in Russian].
7. Deriahin, B. V., Abrikosova, I. I., & Lifshits, E. M. (2015). Molekuliarnoe pritiazhenie kondensirovannykh tel [Molecular attraction of condensed bodies]. *Uspekhy fyzicheskikh nauk – Advances of Physical Sciences, Vol. 185, 9,* 981–1001 [in Russian].

УДК 621.941

Л. Н. Девин, д-р техн. наук, **Н. Е. Стахнив**, канд. техн. наук,
А. С. Антонюк, инж., **С. В. Рычев**, м.н.с.

[1]Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, ул. Автозаводская 2, 04074 г. Киев, e-mail: ldevin@ism.kiev.ua

ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ РЕЗАНИЯ ПРИ ЧИСТОВОМ ТОЧЕНИИ РЕЗЦАМИ С АЛМАЗНО–ТВЕРДОСПЛАВНЫМИ ПЛАСТИНАМИ КРУГЛОЙ ФОРМЫ

Исследовано влияние скорости резания на температуру при чистовом точении титанового сплава ВТ1-0, алюминиевого сплава АК6 и латуни Л80 алмазно-твердосплавными пластинами. Приведено описание градуировки термопары. Установлено, что при чистовом точении титанового сплава ВТ1-0 резцами с круглыми пластинками АТП: с увеличением скорости резания от 0,4 до 4,2 м/с при подаче 0,1 мм/об и 0,05 мм/об температура в зоне резания нелинейно увеличивается от 400° до 1200 °С; при скорости резания 1,5 м/с температура в зоне резания превышает 700 °С, что обуславливает образование высокотвердых оксидов и нитридов титана. Установлено, что при чистовом точении алюминиевого сплава АК6 и латуни Л80 резцами с круглыми пластинками АТП с увеличением скорости резания от 0,5 до 4,0 м/с при подаче 0,1 мм/об температура в зоне резания нелинейно увеличивается от 110 до 400 °С.

***Ключевые слова**: Точение, титановые сплавы, алюминиевые сплавы, латунь, алмазно-твердосплавные пластины, температура резания, скорость резания.*

Перспективным направлением повышения эффективности чистовой обработки цветных сплавов является применение резцов с алмазно-твердосплавными пластинами (АТП) [1].

В процессе резания металлов около 80 % работы затрачивается на пластическое и упругое деформирование срезаемого слоя и слоя, прилегающего к обработанной поверхности, и около 20 % работы – на преодоление сил трения по передней и задней поверхностям резца [2]. Примерно 85–90 % всей работы резания превращается в тепло, количество которого (в зоне резания) определяет на износ и стойкость инструмента, а также шероховатость обработанной поверхности. Установлено, что свыше 70 % этой теплоты уносится стружкой, 15–20 % поглощается инструментом, 5–10 % – деталью и только 1 % излучается в окружающее пространство [2]. Температура в зоне резания зависит от физико-механических свойств обрабатываемого материала, режимов резания, геометрических параметров режущего инструмента и применяемой смазочно-охлаждающей жидкости. С увеличением прочности и твердости обрабатываемого материала температура в зоне резания повышается и при тяжелых условиях работы может достигнуть 1000–1200 °С.

Титановые сплавы обладают в несколько раз меньшей теплопроводностью, чем алюминиевые, железоуглеродистые и никелевые сплавы [3], поэтому в зоне контакта инструмент – деталь при точении происходит большая концентрация теплоты. Кроме того, титановые сплавы по сравнению с другими обрабатываемыми материалами обладают большим коэффициентом трения [4], Большой коэффициент трения и низкая теплопроводность способствуют росту температуры в зоне резания. Высокая температура резания приводит к образованию твердых оксидов и нитридов титана в зоне контакта резца и заготовки, что приводит к быстрому износу инструмента.

Таким образом, при исследовании процесса точения различных материалов основополагающими являются температура в зоне резания. что в свою очередь оказывают влияние на силы, износ инструмента и качество обработанной поверхности.

Условия точения резцами с круглыми АТП отличаются от обработки резцами с острым углом при вершине. Поэтому важно провести экспериментальные исследования с использованием новых сверхтвердых материалов и установить влияние скорости резания на температуру в зоне резания.

Цель настоящей работы – экспериментально исследовать влияние режимов резания на температуру при чистовом точении титанового сплава ВТ1-0, алюминиевого сплава АК6 и латуни Л80 круглыми алмазно-твердосплавными пластинами (АТП).

Условия проведения эксперимента

Точение выполняли на высокоточном токарном станке ТПК-125ВМ с изменением скорости вращения шпинделя главного привода от 120 до 1800 об/мин при подачах 0,05 мм/об и 0,1 мм/об. Глубина резания t = 0,1 мм. В качестве инструмента использовали сборной проходной резец, оснащенный механически закрепленной круглой пластиной АТП (диаметр – 7 мм) на подложке из твердого сплава ВК15. Геометрия режущей кромки: передний угол 0°, задний угол – 10°.

Для измерения температуры резания при точении титана использовали автоматизированную систему исследования процесса точения [5], которая, включает хромель-алюмелевую термопару, разработанный усилитель, АЦП ADA 1406 фирмы «*HOLIT DataSystems*» и персональный компьютер. Управление АЦП, регистрацию и

предварительную обработку экспериментальных данных выполняли с помощью программы «*PowerGraph*» [6].

Градуировка термопары

Для измерения температуры резания в державку была встроена хромель-алюмелевая термопара, контактирующая с режущей вставкой. Для градуировки термопары был разработан специальный стенд (рис. 1), который обеспечивал нагрев вершины резца до температур, которые возникают в зоне резания.

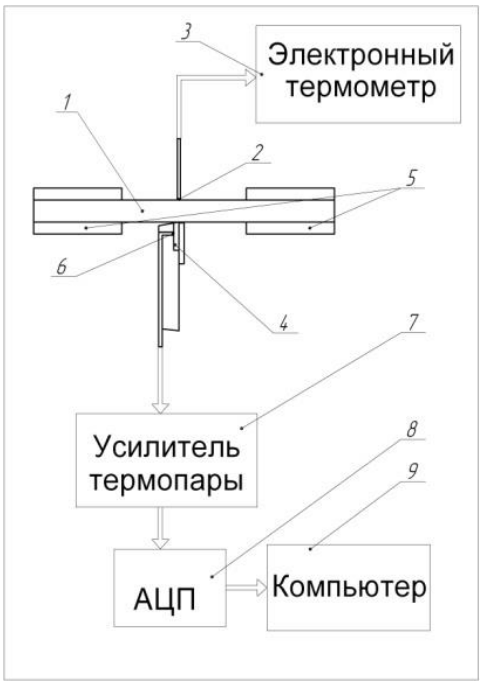


Рис. 1. Блок-схема стенда для градуировки термопары

Стенд для градуировки термопары состоял из нагреваемой медной пластины 1 толщиной 8 мм, с одной стороны которой была зачеканена контрольная термопара 2, соединенная с электронным термометром 3, а с другой стороны располагали вершину резца 4. По краям медной пластины симметрично были установлены два электронагревателя 5.

Температуру медной пластины от 200 до 800 °С обеспечивали за счет изменения напряжения трансформатора. Измерение температуры пластины 1 выполняли термопарой 2 и электронного термометра ТМ-902С (-50–1300 °С). Напряжение задавали таким образом, чтобы стабильно в течение не менее 60 с обеспечить заданную температуру $T_{нагр}$ медной пластины 1.

Когда эта температура стабилизировалась, к медной пластине прижимали резец 4 со встроенной термопарой 6. Сигнал от термопары 6 $T_{тер}$ через усилитель 7 посредством аналого-цифрового преобразователя 8 записывали на компьютер 9.

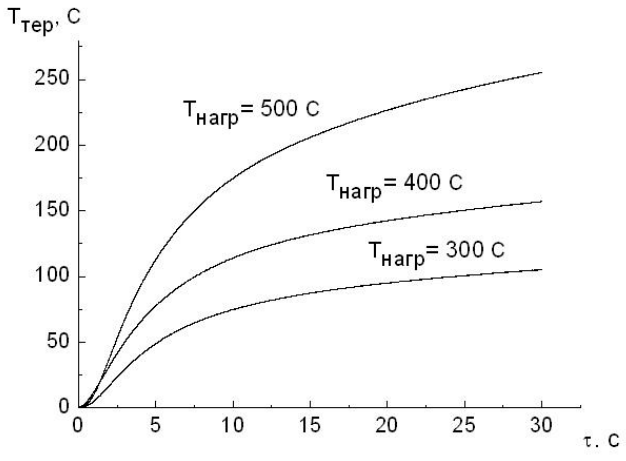


Рис. 2. Примеры графиков показания термопары $T_{тер}$ в зависимости от времени контакта τ при разных температурах нагрева $T_{нагр}$ медной пластины

Полученные графики зависимости показаний термопары $T_{тер}$ под режущей вставкой резца от времени контакта τ показаны на рис. 2. Видно, что наиболее интенсивно изменение температуры под режущей пластиной происходит в течение 10 с после контакта вершины резца с медной пластиной.

В дальнейшем учитывали величину показаний термопары на 10 с. В результате выполненной градировки и обработки экспериментальных данных была установлена зависимость, которая позволила установить связь между температурой термопары $T_{тер}(10)$ на 10 с и температурой нагревателя $T_{нагр}$

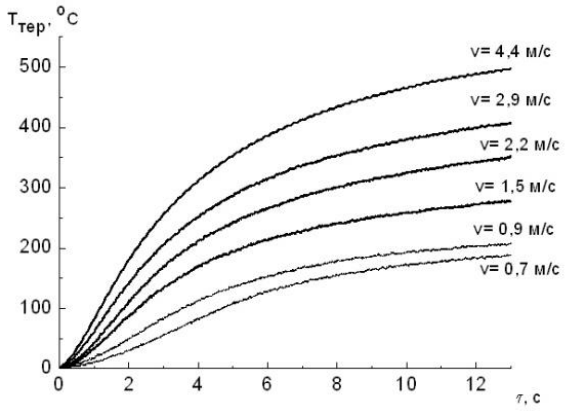
$$T_{\text{нагр}} = \frac{-4+\sqrt{16-23\cdot(13{,}95-T_{\text{тер}}(10))}}{0{,}115}, \quad (1)$$

которая позволила определять температуру в зоне резания $T_{рез}$ по величине температуры термопары $T_{\text{тер}}(10)$.

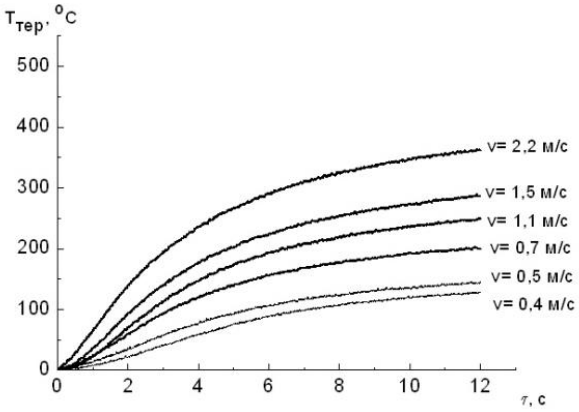
Исследование температуры в зоне резания

На рис. 3 приведены графики изменения температуры под режущей пластиной в зависимости от времени обработки τ при точении сплава титана ВТ1-0.

По полученным графикам (рис. 3) определяли значения температур на 10 сек. В дальнейшем эти величины использовали в формуле (1) для определения температуры резания. Аналогичные графики были получены при обработке сплава алюминия и латуни.



а



б

Рис. 3. Графики изменения температуры термопары $T_{тер}$ резца в зависимости от времени обработки τ для разных скоростей резания v при точении сплава титана с подачей S = 0,05 мм/об (а) и S = 0,1 мм/об (б)

На рис. 4 приведены зависимости влияние скорости v на температуру в зоне резания T при точении сплава титана при глубине резания t = 0,1 мм для подач S = 0,05 мм/об и S = 0,1 мм/об.

1. При увеличении скорости резания v температура в зоне резания $T_{\text{рез}}$ нелинейно увеличивается.

2. При одинаковых скоростях резания для подачи S = 0,1 мм/об и подачи S = 0,05 мм/об, температуры в зоне резания $T_{\text{рез}}$ незначительно отличаются (в пределах погрешности измерения).

3. При увеличении скорости резания v > 1,5 м/с температура в зоне резания превышает 700° С. При таких температурах происходит взаимодействие титана с кислородом и азотом воздуха, что в свою очередь обуславливает образования высокотвердых оксидов и нитридов титана [3].

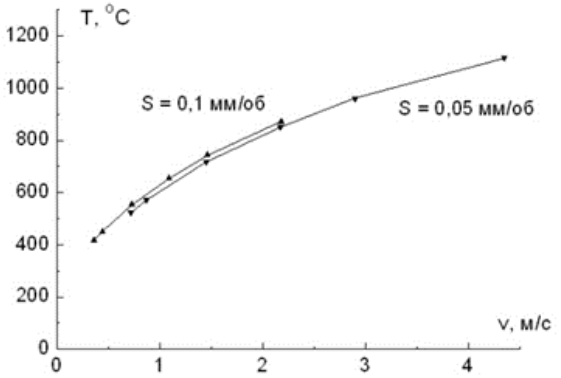
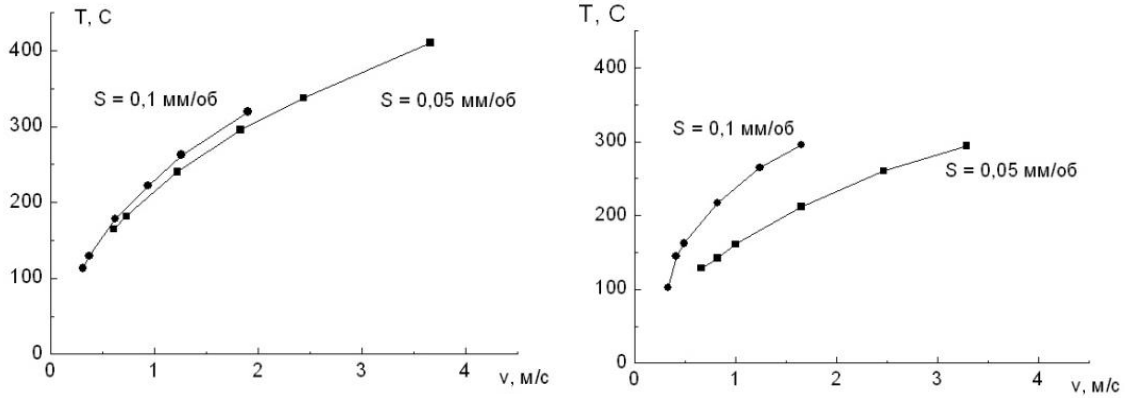


Рис. 4 График изменения температуры в зоне резания T при обработке сплава титана в зависимости от скорости резания v

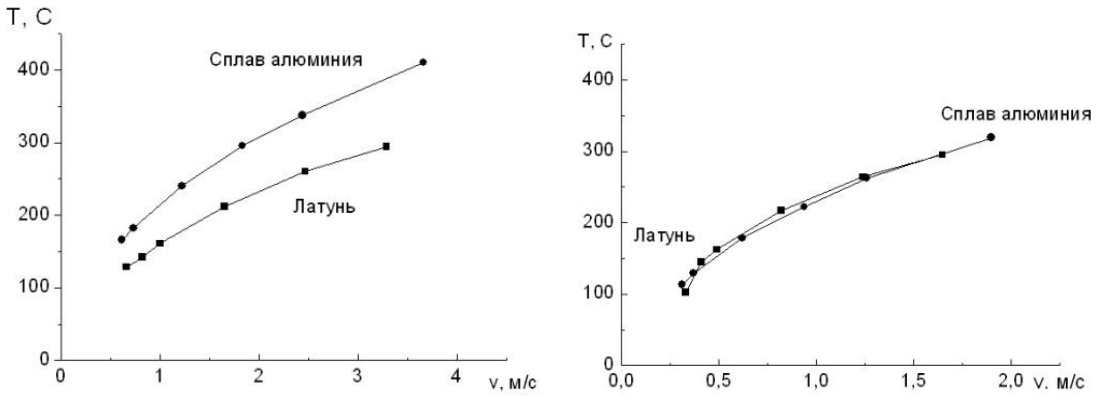
Образования оксидов и нитридов титана происходит не только на обработанной поверхности, но также в зоне обработки, что скажется на увеличении сил резания и износе резца.

На рис. 5 и 6 приведены зависимости влияние скорости резания *v* на температуру в зоне резания *T* при точении сплава алюминия и латуни при подачах *S* = 0,05 мм/об и *S* = 0,1 мм/об, глубина резания *t* = 0,1 мм.



а *б*

Рис. 5. График изменения температуры в зоне резания T при обработке сплава алюминия (а), латуни (б) в зависимости от скорости резания v



а *б*

Рис. 6. График изменения температуры в зоне резания T при обработке с подачей S = 0,05 мм/об (а) и S = 0,05 мм/об (б) в зависимости от скорости резания v

Из анализа графиков на (рис. 5 и 6) следует, что:

1. При чистовом точении сплава алюминия с увеличением скорости резания *v* от 0,5 до 4,0 м/с (*S* = 0,05 мм/об) температура в зоне резания *T* нелинейно увеличивается от 150° до 400° С.

2. При чистовом точении латуни с увеличением скорости резания *v* от 0,7 до 3,5 м/с (*S* = 0,05 мм/об) температура в зоне резания *T* нелинейно увеличивается от 110° до 270° С.

3. Для сплава алюминия при одинаковых скоростях резания для подач *S* = 0,1 мм/об, температура в зоне резания *T* на 4–6 % выше, чем при подаче *S* = 0,05 мм/об (рис. 5, *а*).

4. Для латуни при одинаковых скоростях резания для подач *S* = 0,1 мм/об, температура в зоне резания *T* на 28–35 % выше чем при подаче *S* = 0,05 мм/об (рис. 5, *б*).

5. При подаче *S* = 0,05 мм/об и одинаковых скоростях резания при точении сплава алюминия температура в зоне резания *T* на 25-30 % выше, чем при точении латуни (рис. 6, *а*).

6. При подаче *S* = 0,1 мм/об и во всем исследуемом диапазоне скоростей резания при точении сплава алюминия и латуни температуры в зоне резания *T* совпадают (рис. 6, *б*).

Уменьшение подачи с 0.1 мм/об до 0,05 мм/об приводит к уменьшению температуры резания для сплава алюминия на 4–6 %, а для латуни – на 25–35% во всем исследованном диапазоне скоростей резания.

Выводы

1. При чистовом точении титанового сплава ВТ1-0 резцами с круглыми пластинками АТП с увеличением скорости резания *v* от 0,4 до 4,2 м/с при подаче *S* = 0,1 мм/об и *S* = 0,05 мм/об температура в зоне резания *T* нелинейно увеличивается от 400° до 1200° С. При скорости резания *v* = 1,5 м/с температура в зоне резания превышает 700° С, что обуславливает образование высокотвердых оксидов и нитридов титана.

2. При чистовом точении алюминиевых сплавов и латуни резцами с круглыми пластинками АТП с увеличением скорости резания *v* от 0,5 до 4,0 м/с при подаче *S* = 0,1 мм/об температура в зоне резания *T* нелинейно увеличивается от 110° до 400° С.

3. При чистовом точении латуни резцами с круглыми пластинками АТП с увеличением скорости резания *v* от 0,7 до 3,5 м/с и подаче *S* = 0,05 мм/об температура в зоне резания *T* нелинейно увеличивается от 110° до 270° С.

Досліджено вплив швидкості різання на температуру при точінні титанового сплаву ВТ1-0, алюмінієвого сплаву АК6 і латуні Л80 алмазно-твердосплавними пластинами. Наведено опис градуювання термопари. Встановлено, що при чистовому точінні титанового сплаву ВТ1-0 різцями з круглими пластинками АТП: зі збільшенням швидкості різання від 0,4 до 4,2 м/с при подачі 0,1 мм/об і 0,05 мм/об температура в зоні різання нелінійно збільшується від 400 до 1200 °С; при швидкості різання 1,5 м/с температура в зоні різання перевищує 700 ° С, що зумовлює утворення високо твердих оксидів і нітридів титану. Встановлено, що при чистовому точінні алюмінієвого сплаву АК6 і латуні Л80 різцями з круглими пластинками АТП зі збільшенням швидкості різання від 0,5 до 4,0 м/с при подачі 0,1 мм/об температура в зоні різання нелінійно збільшується від 110 до 400 °С.

***Ключові слова**: Точіння, титанові сплави, алюмінієві сплави, латунь, алмазно-твердосплавні пластини, температура різання, швидкість різання.*

L. N. Devin, N. E. Stakhniv, A. S. Antoniuk, S. V. Rychev

INVESTIGATION OF CUTTING TEMPERATURE IN TURNING CUTTERS WITH DIAMOND-CARBIDE PLATES

The influence of the cutting speed on the temperature during the turning of the titanium alloy VT1-0, aluminum alloy AK6 and brass L80 with diamond-carbide plates. The description of the thermocouple calibration is given. It was found that when the titanium alloy VT1-0 was turning with round diamond-carbide plates: with an increase in the cutting speed from 0.4 to 4.2 m/s with a feed of 0.1 mm/rev and 0.05 mm/rev, the cutting temperature nonlinearly increases from 400 to 1200 °C; at a cutting speed of 1.5 m/s, the temperature in the cutting zone exceeds 700° C, which causes the formation of high-strength oxides and titanium nitrides. It has been established that when the aluminum alloy AK6 and brass L80 was turning with round diamond-carbide plates with an increase in the cutting speed from 0.5 to 4.0 m/s with a feed of 0.1 mm/rev, the cutting temperature increases nonlinearly from 110 to 400 °C.

***Key words**: Turning, titanium alloys, aluminum alloys, brass, diamond-hard alloy plates, cutting temperature, cutting speed.*

Литература

1. Инструмент из сверхтвердых материалов / Под ред. Н. В. Новикова, С. А. Клименка – Изд. 2 е переработанное и доп. – М. Машиностроение, 2014. – 608 с.
2. Розенберг Ю. А. Резание материалов: Учебник для техн. вузов – Курган: Изд-во ОАО «Полиграфический комбинат» Зауралье, 2007. – 294 с.
3. Кривоухов В. А., Чубаров В. Д. Обработка резанием титановых сплавов. – М.: Машиностроение, 1970. – 180 с.
4. Саютин Г. И., Носенко В. А. Шлифование деталей из сплавов на основе титана. – М.: Машиностроение, 1980. – 180 с.
5. Девин Л. Н. Прогнозирование работоспособности металлорежущего инструмента. – К.: Наукова думка, 1992. – 131 с.
6. Девин Л. Н., Сулима А. Г. Применение пакета Power Graph для исследования процесса резания // Промышленные измерения контроль, автоматизация диагностика (ПиКАД). – 2008. – № 3. – С. 24–26.

Поступила 15.05.18

References

1. Novikov, N. V., & Klimenko, S. A. (Eds.). (2014). *Instrumenty iz sverkhtverdykh materialov (Izd. 2-e) [Tool made of superhard materials (2d ed.)]*. Moscow: Mashinostroenie [in Russian].
2. Rozenberg, Ju. A. (2007). *Rezanie materialov: Uchebnik dlia tehn. Vuzov [The Cutting of Materials: A Textbook for Techn. Universities]*. Kurgan: Izd-vo OAO «Poligraficheskii kombinat» Zaurale [in Russian].
3. Krivoukhov, V. A., & Chubarov, V. D. (1970) *Obrabotka rezaniem titanovykh splavov [*Cutting of titanium alloys*]*. – Moscow: Mashinostroenie [in Russian].
4. Saiutin, G. I., & Nosenko, V. A. (1980). *Shlifovanie detalei iz splavov na osnove titana [Grinding of details from alloys on the basis of the titan]*. – Moscow: Mashinostroenie [in Russian].
5. Devin, L. N. (1992) *Prognozirovanie rabotosposobnosti metallorezhushhego instrumenta [The performance of efficiency of the metal cutting tool]*. Kiev: Naukova dumka [in Russian].
6. Devin, L. N. & Sulima, A. G. (2008). Primenenie paketa Power Graph dlja issledovanija processa rezanija [Application of the Power Graph package for investigation of the cutting

process]. *Promyshlennye izmereniia, kontrol, avtomatizaciia, diagnostika (PiKAD), 3*, 24–26 [in Russian].

УДК 621.923

С. В. Рябченко, канд.техн.наук; **В. Т. Федоренко**, **Я. Л. Сильченко**, инженеры

Институт сверхтвердых материалов им. В.Н. Бакуля НАН Украины, ул. Автозаводская 2, 04074 г. Киев, e-mail: s.riabchenko@ukr.net

ПРОЦЕСС ЧИСТОВОГО ШЛИФОВАНИЯ ЦИЛИНДРИЧЕСКИХ ПОВЕРХНОСТЕЙ ЧАШЕЧНЫМИ АЛМАЗНЫМИ КРУГАМИ

В работе представлен метод доводочного шлифования цилиндрических поверхностей до высоких классов чистоты алмазными кругами. Получила развитие теория этого вида шлифования, с точки зрения на осуществляющую фрикционный контакт пару инструмент – обрабатываемый цилиндр, как на динамическую систему. В зоне контакта на рабочей поверхности круга появляется участок, который охватывает обрабатываемую цилиндрическую поверхность, что снижает уровень вибраций.

***Ключевые слова**: шлифование, цилиндрическая поверхность, алмазный круг.*

Способ доводочного шлифования цилиндрических поверхностей до высоких классов чистоты кругами из синтетических алмазов известен сравнительно давно. Он заключается в том, что чашечный алмазный круг с помощью пружины поджимают к обрабатываемой детали с постоянным усилием и устанавливают так, что оси вращения круга и детали взаимно перекрещиваются под прямым углом (рис. 1). Это позволяет получить высокий класс чистоты обработанной поверхности [1].

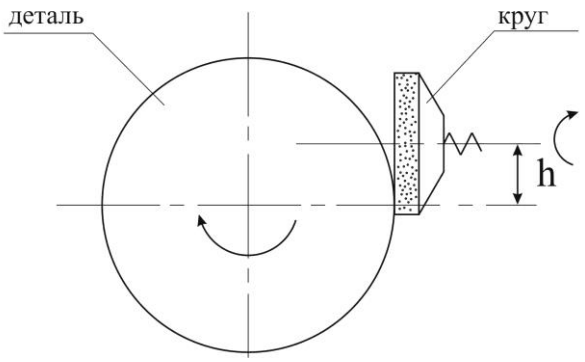


Рис.1. Метод шлифования цилиндрической поверхности чашечным кругом (h – расстояние между осями)

Движение подачи осуществляется, как правило, перемещением вращающегося алмазного круга вдоль оси вращения детали. Несмотря на то, что этот способ изобретён сравнительно давно, в среде специалистов не прекращаются споры по поводу процессов, имеющих место в зоне контакта инструмент – деталь, дающих возможность произвести прецизионную обработку столь простыми и доступными средствами. Работы, посвящённые теории данного метода шлифования очень немногочисленны, и на наш взгляд, не отражают в полной мере сущности реальных явлений.

Актуальность данной работы состоит в том, что до настоящего времени существует проблема финишной обработки валков большого диаметра (диаметром 400 мм и длиной 2000 мм) из нержавеющей стали, используемых в технологических процессах получения

тонких органических плёнок [5]. Эта задача стимулировала нас переосмыслить и попытаться развить представления об этом процессе, взглянув на контактирующую пару заготовка – инструмент, как на динамическую систему.

Из-за сложности процессов, происходящих в данном случае шлифования, мы не ставили перед собой задачу сформулировать условия получения наперёд заданного класса шероховатости, а лишь дать объяснение эффективности данного способа обработки.

В работах [1–3], опираясь на классические представления о процессе шлифования, авторы построили свою теорию, взяв за основу два утверждения.

Утверждение первое – для достижения высокого класса шероховатости обработанной поверхности при шлифовании, необходимо создать такие условия, чтобы на единицу обрабатываемой поверхности приходилось максимально возможное количество режущих зёрен, с чем можно безоговорочно согласиться. Однако, далее автор делает к этому утверждению дополнение, связывающее получаемую шероховатость обработанной поверхности с величиной площадки контакта круга с деталью. При этом утверждается, что с увеличением площади контакта пропорционально повышается количество зёрен, участвующих в формировании обработанной поверхности, уменьшается нагрузка на зёрна, и как следствие этих факторов уменьшается величина микронеровностей обработанной поверхности. Именно на этом дополнении строятся дальнейшие рассуждения.

С этим дополнением можно согласиться только отчасти, дав соответствующие пояснения, а именно, что это дополнение в большей мере относится к случаям шлифования плоских поверхностей, как чашечными кругами, так и кругами формы 1А1. В рассматриваемом здесь случае шлифования дело обстоит несколько сложнее. При данной схеме шлифования обрабатывается не плоская, а цилиндрическая поверхность. Рассуждения на этот счёт мы приведём впереди.

Утверждение второе – для достижения высокого класса шероховатости необходимо, чтобы образуемые при шлифовании риски-царапины имели наибольшую протяжённость. Что касается связи длины рисок, оставляемых зёрнами на обработанной поверхности с параметрами шероховатости R_z и R_a, то такая связь представляется нам бездоказательной. В этой связи можно говорить только о «сетке», своеобразном узоре, при определённых условиях формируемой следами зёрен на поверхности изделия и которая может переноситься на плёнку. Угол наклона рисок, при этом, подчиняется зависимости следующей зависимости:

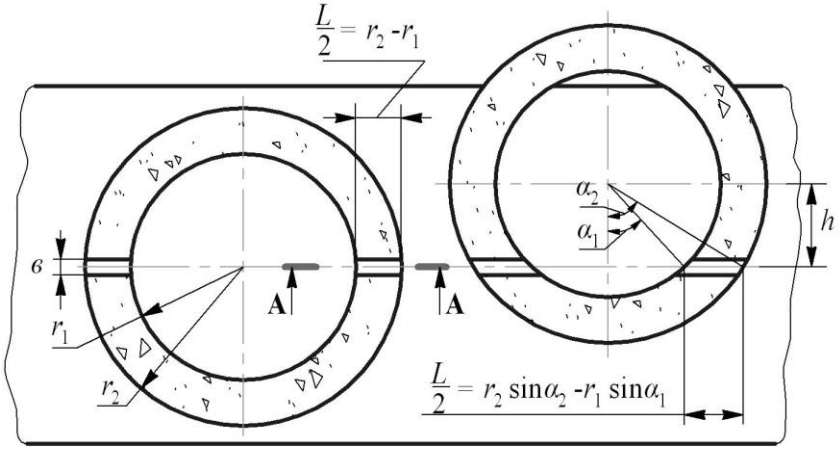


Рис. 2. Фронтальная проекция зоны контакта круг – цилиндр при $h < r_1$

$$tg\alpha = \frac{\sqrt{r^2 - h^2}}{h},$$

где r – расстояние от центральной оси чашечного круга до режущего зерна.

Согласно [1, 2], при этом условии $h = 0$ (рис. 2) круг контактирует с изделием двумя плоскими участками и суммарная площадь контакта минимальна.

Как видно из рис. 2, с изменением положения изделия относительно круга, а именно с увеличением h до величины r_1, увеличивается суммарная площадь контакта круга с изделием за счёт увеличения длины площадей контакта – L (рис. 3).

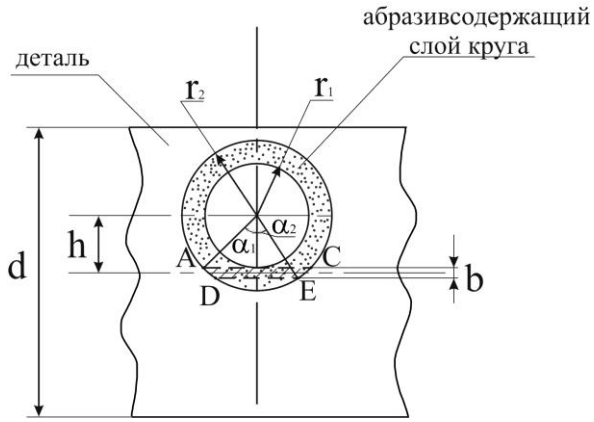


Рис. 3. Фронтальная проекция зоны контакта круг – цилиндр при $h > r_1$

Одним из недостатков похода, который используется в работах [1, 2], мы считаем то, что автор рассматривает формирование шероховатости на площадке контакта алмазоносного слоя с обрабатываемой поверхностью, исходя из того, что контакт является плоской площадкой. Некорректность такого подхода представляется нам по двум причинам.

Фрикционный контакт в случае $h < r_1$ (рис. 2), представляет собой часть поверхности вращения, радиальное сечение которой ограничено частью эллипса. На рис. 4, меньшая полуось равна глубине шлифования – t, если принять систему СПИД абсолютно жёсткой. Об особенностях формы контакта круга с обрабатываемой поверхностью при $h > r_1$ (рис. 3), которая имеет очень важное значение для понимания процесса, мы скажем ниже.

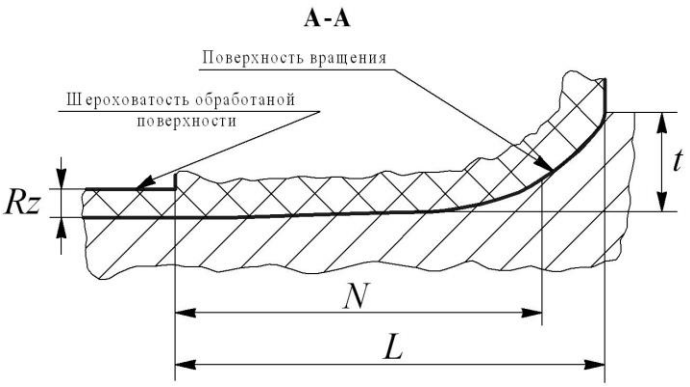


Рис. 4. Сечение А-А (на рис.2) поверхности круга плоскостью

Жесткость J согласно [6] определяется следующим образом:

$$J = \frac{\Delta P}{\Delta\alpha}\left[\frac{кГ}{мм}\right],$$

где ΔP – приращение нагрузки, кГс; $\Delta\alpha$ – приращение упругого отжатия, мм.

Под идеализированной, абсолютно жёсткой системой СПИД, мы понимаем наличие в ней качества, заключающегося в том, что $J = \infty$.

Причина вторая – представим процесс шлифования по описываемой схеме при абсолютно жёсткой системе СПИД. Можно согласиться, что при доводочном шлифовании, когда глубина шлифования составляет величину порядка нескольких микрон и меньше, кривизна площадки контакта очень мала и её можно, признать плоской. Однако, только при $h < r_1$, (как это и делается в работах [1, 2]) и при этом можно отметить, что такая площадка может существовать только при неподвижном барабане. В реальности, при вращающемся барабане, такая площадка не существует. Как не существует и воображаемая шероховатость на этой воображаемой площадке, якобы зависящей от количества зёрен, одновременно её формирующих. К тому же воображаемая шероховатость этой воображаемой площадки, была бы неравномерной, так как зёрна, расположенные в центре контакта делали бы самые

глубокие царапины. Царапины, производимые остальными зёрнами, были бы всё мельче, по мере их удаления от центра. Как станет ясно по ходу нашего исследования, такое упрощение, как признание формы контакта плоским, является непродуктивным. Мы откажемся от такого упрощения, и в дальнейшем будем представлять фрикционный контакт алмазный круг – деталь не плоским, а трёхмерным, называя его зоной контакта. Это поможет нам в дальнейшем более ясно представлять ход процессов, протекающих в нём.

Пойдя на идеализацию, представим систему СПИД абсолютно жёсткой.

Рассмотрение начнём с положения круга относительно обрабатываемого цилиндра, когда $h = 0$. При перемещении (подаче) вращающегося круга вдоль оси подвергаемого шлифованию цилиндра на поверхности цилиндра образуется след, представляющий собой винтообразную ленту (рис. 5).

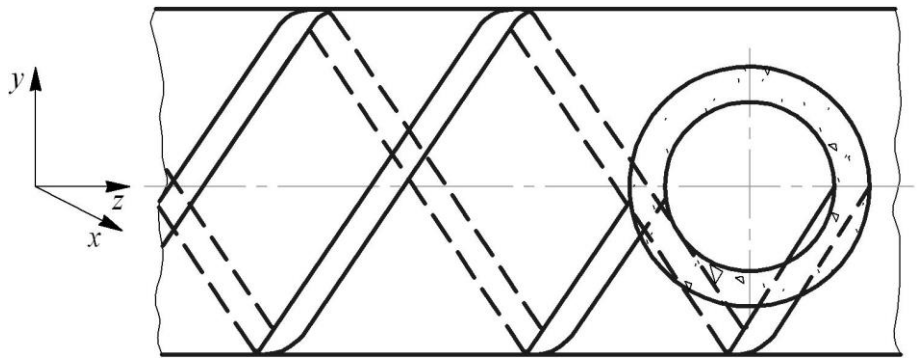


Рис. 5. След, оставляемый алмазоносным слоем круга на поверхности цилиндра

Винтовая линия записывается системой следующих уравнений [7]

$$x = \frac{d}{2}\cos\varphi;\ y = \frac{d}{2}\sin\varphi;\ z = \frac{d}{2}p\varphi,$$

где d – диаметр цилиндра; φ – угол поворота пятна контакта круга и обрабатываемого цилиндра вокруг оси цилиндра; $p = \frac{u}{\varphi}$ параметр винта, u –скорость перемещения; φ – оси вращения круга относительно оси вращения цилиндра; ω – угловая скорость вращения цилиндра.

Необходимые условия, чтобы цилиндрическая поверхность была полностью обработана.

$$\sqrt{r_2^2 - h^2} - \sqrt{r_1^2 - h^2} \geq 2\pi\text{р}, \text{ для случая, когда } h < r_1, \text{ (рис. 2)}$$

$$\sqrt{r_2^2 - h^2} \geq 2\pi\text{р}, \text{ для случая, когда } h \geq r_1, \text{ (рис. 3)}$$

Однако для чистовой обработки эти условия не представляет практического интереса. Из опыта известно, что высокое качество поверхности получается при подачах порядка 0,2–0,3 мм на оборот изделия.

В реальном процессе система СПИД не обладает абсолютной жёсткостью, поэтому малая ось эллипса в разы превышает глубину шлифования, но это, в принципе, не отражается на ходе рассуждений. Шероховатость обработанной поверхности при шлифовании поверхности в общем случае зависит от многих факторов. В частности, от величины продольной подачи, скорости вращения круга, формы и характеристики рабочего

слоя, физических и химических свойств обрабатываемого материала, жёсткости системы СПИД, температурного режима, степени пластической деформации срезаемого и поверхностного слоёв материала. В данной работе мы не рассматриваем глубоко процесс финишного шлифования, с учётом вышеперечисленных факторов, а только ограничиваясь фактическим материалом, полученным из практики.

Он заключается в том, что при обработке барабанов диаметром 400 мм из нержавеющей стали, наименьшая шероховатость (Ra = 0,025 мкм) получается при скорости шлифования порядка $V_{кр}$ = 13–15 м/сек, продольной подаче круга порядка $S_{пр.}$ = 0,2–0,3 мм⁄об, скорости вращения обрабатываемого барабана порядка $V_{вр.}$ = 12 об/мин, при использовании специальной органической связки и алмазов АСМ, зернистостью 40/28 и использовании СОТС. Это, с одной стороны, ведёт к сужению рамок исследований, определённой потере универсальности и общности выводов, их привязке к конкретному технологическому процессу [4].

Такой подход не даёт возможности, в принципе, сформулировать условия для получения наперёд заданной шероховатости поверхности. Однако, с другой стороны, он вполне даёт возможность, исследуя процесс, установить, объяснить, и теоретически обосновать наиболее благоприятное относительное расположение осей вращения обрабатываемой цилиндрической поверхности и чашечного шлифующего круга с точки зрения получения наименьшей шероховатости поверхности. При этом предоставляется возможность отказаться от рассмотрения факторов, установление влияния которых сопряжено с определёнными методологическими трудностями.

Выводы

В результате проведенной работы получило дальнейшее развитие теория доводочного шлифования цилиндрических поверхностей алмазными кругами. Уточнено условие обеспечения оптимального контакта алмазного чашечного круга и обрабатываемого вала. Это условие позволяет обеспечить получение минимальной шероховатости цилиндрической поверхности валков.

В роботі представлено метод доводочного шліфування циліндричних поверхонь до високих класів чистоти алмазними кругами. Набула розвитку теорія цього різновиду шліфування з погляду на здійснюючу фрикційний контакт пару інструмент – циліндр який обробляється, як на динамічну систему. В зоні контакту на робочій поверхні кругу з'являється ділянка, яка охоплює циліндричну поверхню, яка обробляється, що знижує рівень вібрацій.

Ключові слова: *шліфування, циліндрична поверхонь, алмазний круг.*

S. V. Riabchenko, V. T. Fedorenko, Ya. L. Silchenko

THE FINISH GRINDING PROCESS OF CYLINDRICAL SURFACES BY CUP GRINDING DIAMOND WHEELS

The paper presents a method of finishing polishing cylindrical surfaces to high purity classes with diamond circles. The theory of this type of grinding has been developed, from the point of view of a tool that performs a frictional contact - a machining cylinder, as a dynamic system. In the contact area, a section appears on the working surface of the circle, which covers the cylindrical surface to be treated, which reduces the level of vibrations.

Key words*: grinding, cylindrical surfaces, diamond wheel.*

Литература

1. Мишнаевский Л. Л. Исследование процесса доводочного шлифования цилиндрических поверхностей торцом алмазного круга: автореф. дис. … канд. техн. наук. – Пермь, 1963. – 24 с.
2. Мишнаевский Л. Л. Износ шлифовальных кругов – К. : Наук. думка, 1982. – 192 с.
3. Карпусь А. Н. Алмазное шлифование титановых барабан-катодов: автореф. дис. ... канд. техн. наук. – К.: 1984. – 25 с.
4. Мишнаевский Л. Л., Рябченко С. В., Карпусь А. Н. Качество поверхности деталей машин при шлифовании кругами из сверхтвёрдых материалов / Качество поверхности и эксплуатационные свойства деталей машин: Сб. науч. работ. АН УССР. Ин-т сверхтвердых материалов. – К., 1987. – С. 39–45.
5. Рябченко С.В., Федоренко В.Т., Сильченко Я.Л., Чуйко Л.Д. Финишная обработка валков из нержавеющей стали для получения полиамидных пленок / Инженерия поверхности и реновация изделий. Материалы 14-й Международной научно-технической конференции, 02–06 июня 2014 г., г. Свалява. Киев, АТМ Украины, 2014. – С. 135–137.
6. Балакшин Б. С.Теория и практика технологии машиностроения, книга 2. – М. : Машиностроение, 1982. – 367 с.
7. Люкшин В. С. Теория винтовых поверхностей в проектировании режущих инструментов – М.: Машиностроение, 1968. –372 с.

Поступила 28.05.18

References

1. Mishnayevsky, L. L. (1963). Issledovanie processa dovodocnogo shlifovaniya cilindriceskih poverhnostej torcem almaznogo kruga [Investigation of the process of finishing polishing cylindrical surfaces of the end face of a diamond circle]. *Extended abstract of candidate's thesis.* Perm [in Russian].
2. Mishnaevskii, L. L. (1982). *Iznos shlifovalnikh krugov [Wear of grinding wheels]*. Kiev: Nauk. dumka [in Russian].
3. Karpus, A. N. (1984) Almaznoe shlifovanie titanovih baraban-katodov [Diamond grinding of titanium drum-cathodes]. *Extended abstract of candidate's thesis.* Kiev [in Russian].
4. Mishnaevskii, L. L., Riabchenko, S. V., & Karpus, A. N. (1987) Kachestvo poverkhnosti detalei mashin pri shlifovanii krugami iz sverkhtverdikh materialov [Surface quality of machine parts when grinding with circles of superhard materials] *Kachestvo poverkhnosti i ekspluatacionnie svoistva detalei mashin [Surface quality and performance properties of machine parts]*. AN UkSSR. Institut sverkhtverdikh materialov. (pp. 39–45). Kiev [in Russian].
5. Ryabchenko, S. V., Fedorenko, V. T., Silchenko, Ya. L, & Chuiko, L. D. (2014). Finishnaia obrabotka valov iz nerzaveiuchei stali dla poluceniia poliamidnikh plenok [Finishing of stainless steel rolls for production of polyamide films]. Proceedings from Surface Engineering and Renovation of Products '14: *XIV Mezhdunarodnaia nauchnotekhnicheskaia konferentsiia (2–6 iiunia 2014 hoda, Svaliava) – 14th International Scientific and Technical Conference.* (pp. 135–137). Kiev [in Russian].
6. Balakshin, B. S. (1982). *Teoriia i praktika tekhnolohii mashinostroeniia, kniha 2 [Theory and practice of engineering technology, book 2]*. Moscow: Mashinostroenie [in Russian].

7. Liukshin, V. S. (1968) *Teoriia vintovikh poverkhnostei v proektirovanii rezhuzhchikh instrumentov [Theory of screw surfaces in the design of cutting tools]*. Moscow: Mashinostroenie [in Russian].

УДК 621.941: 534.647

Л. М. Девін, д-р техн. наук; **С. В. Ричев, С. Н. Іванов**

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

ОСОБЛИВОСТІ КОНТАКТНОЇ ВЗАЄМОДІЇ ІНСТРУМЕНТ - ДЕТАЛЬ ДЛЯ РІЗНИХ НАДТВЕРДИХ МАТЕРІАЛІВ НА ПІДСТАВІ АНАЛІЗУ СИГНАЛІВ АКУСТИЧНОЇ ЕМІСІЇ

В роботі досліджено вплив вибору інструментального надтвердого матеріалу і режимів тонкого точіння на рівень сигналів акустичної емісії. Для цього при точінні алюмінієвого сплаву при терті задньої поверхні інструмента об оброблений матеріал для монокристалічних різців із природного, синтетичного алмазу, а також твердого сплаву ВК6 сигнали АЕ поділяли на дві частини. Вдалося встановити відмінності реєстрованих сигналів АЕ в залежності від вибраного ріжучого матеріалу, а також проаналізувати вплив глибини, подачі та швидкості різання на середньоквадратичне відхилення сигналів $АЕ_{RMS}$, внаслідок чого вдалося визначити експериментальні константи. На підставі експериментальних результатів можна зробити висновок, що найбільш високий рівень сигналу $АЕ_{точ}$ має місце при точінні твердосплавним різцем ВК6, менш високий – при точінні різцем з синтетичним алмазом, найменший рівень сигналу $АЕ_{точ}$ – для різця з природним алмазом. $АЕ_{тр}$ при алмазному точінні природним алмазом практично наближається до нуля, в той час як для твердосплавного різця цей сигнал вище в декілька разів

Ключеві слова: *акустична емісія, процес тертя при механічній обробці, режими різання, тонке точіння*

Інтелектуальний моніторинг ріжучого інструменту є одним з напрямків підвищення ефективності сучасного машинобудування. Дослідження останніх десятиліть показали, що високочастотні пружні коливання (сигнали акустичної емісії (АЕ)), які випромінюються під час обробки, містять значну інформацію про процес різання. Дослідження акустичної емісії в процесах різання, а особливо при обробці високотвердими матеріалами вивчався багатьма зарубіжними вченими, серед яких – *R.Teti, D. Dornfeld* [1, 2], а також В. Н. Подураевим, О. В. Кібальченко [3, 4]. У процесі таких досліджень були отримані математичні залежності амплітуди сигналів акустичної емісії від стану інструменту при тих чи інших режимах обробки. Запропоновані математичні моделі і знайдені залежності справедливі лише для конкретних умов обробки. Для прикладу, модель з обмеженнями, запропонована *D. Dornfeld* [2], досить точно описує процес стружкоутворення на основі сигналу АЕ.

Всі спроби *R. Teti, D. Dornfeld* моделювати і вивчати процес точіння на основі сигналу АЕ були спрямовані на опис контактних взаємодій в зоні стружкоутворення. Однак при цьому не враховувалися особливості контактного тертя задньої грані інструменту по поверхні деталі в процесі різання. Дана складова сигналу АЕ, що реєструється в процесі різання, істотна і відрізняється для різних матеріалів. Особливості контактної взаємодії

методом АЕ при алмазному точінні вивчали південнокорейські вчені *Gi Heung Choi, Gi Sang Choi* [5]. Їх методика досліджень була взята за основу даної роботи.

Мета роботи – дослідження впливу інструментального матеріалу і режимів тонкого точіння на рівень сигналів акустичної емісії. Для цього при точінні алюмінієвого сплаву при терті задньої поверхні інструмента об оброблений матеріал для монокристалічних різців з природного, синтетичного алмазу, а також твердого сплаву ВК6 сигнали акустичної емісії поділяли на дві частини. Перша була отримана при утворенні стружки в процесі різання при робочій подачі, а друга – при відключеній подачі, тільки як результат тертя задньої поверхні інструмента з заготовкою при увімкнених обертах шпинделя верстату.

Акустична емісія, тобто випромінювання матеріалом пружних хвиль напружень, викликаних локальної перебудовою його структури, містить інформацію про фізичні процеси, які відбуваються при терті, деформації та руйнуванні матеріалу [1]. На рис. 1 показані джерела виникнення сигналів АЕ при точінні. При цьому виділяють три джерела АЕ: перше – зона зсуву – містить інформацію про пластичну і, в меншій мірі, пружну деформацію зсуву і руйнування в поверхні зсуву, два інші – поверхня розділу різець-стружка і поверхня розділу різець-оброблена деталь. АЕ з третьої зони містить інформацію про контактну взаємодію, пов'язаному зі зносом різця та шорсткістю обробленої поверхні.

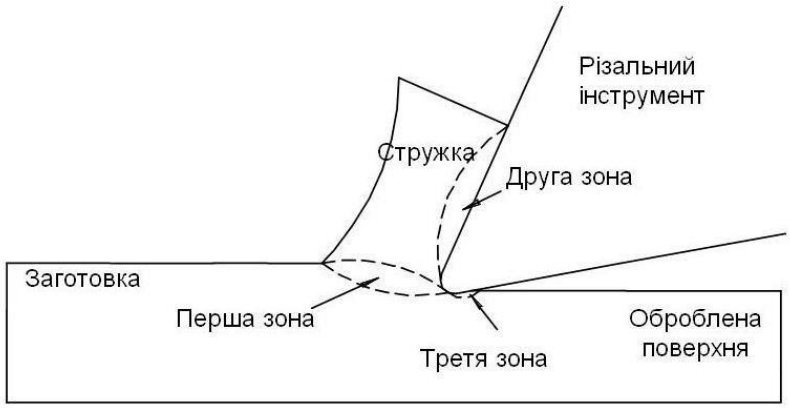


Рис. 1. Джерела виникнення сигналів АЕ при точінні

Відомо, що параметри сигналу АЕ чутливі до оброблюваного матеріалу, геометрії інструменту і до протікання процесів, що відбуваються з інструментом в процесі різання, таких як знос та мікросколи. З режимів різання найбільш сильний вплив на АЕ чинить швидкість різання, що було підтверджено багатьма дослідниками. В той же час сигнал АЕ також чутливий і до зміни глибини різання та подачі.

Функціональна математична модель, запропонована для опису зв'язків між середньоквадратичним значенням амплітуди сигналу акустичної АЕ (AE_{RMS}) в роботі [2] і параметрами різання, має вигляд (1):

$$AE_{RMS} = Kv^a t^b S^c + C, \quad (1)$$

де *K*, *a*, *b* та *c* – константи; *v* – швидкість різання; *t* – глибина різання; *S* – подача; *C* – константа зміщення; AE_{RMS} – рівень середньоквадратичного значення амплітуди сигналу, який розраховується за формулою (2):

$$AE_{RMS} = \sqrt{\frac{1}{N}\sum_{i=1}^{N} \chi_i^2}, \quad (2)$$

де χ – миттєва *i*-а амплітуда сигналу АЕ; N - кількість вимірювань.

Якщо міцність матеріалу заготовки невелика, то глибина різання слабо впливає на сигнал АЕ. Але якщо матеріал має велику міцність, то вплив глибин різання становиться

значним. Крім того, для найбільш часто використовуваних на практиці діапазонах режимів різання при алмазному точінні для звичайний токарних операцій $C \approx 0$ [5].

Для дослідження процесу точіння інструментом з монокристалів алмазу в Інституті надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України була використана автоматизована система вимірювання акустичної емісії [6, 7]. На рис. 2 представлена блок-схема апаратної части системи.

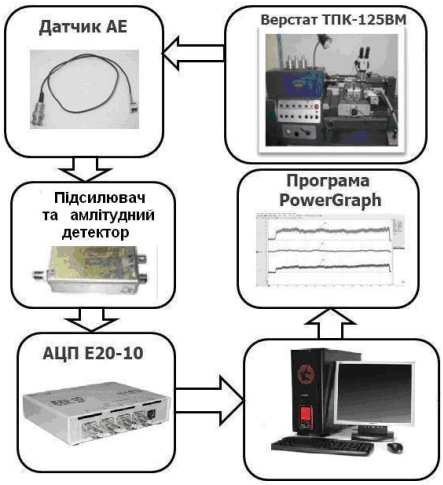


Рис. 2. Блок-схема автоматизованої вимірювальної системи

Для алмазного точіння використовували різцеву вставку з монокристалів синтетичного алмазу фірми «*De Beers*» і монокристалів природного алмазу вагою 0,1 карат, орієнтація {111}. Для порівняння були також проведені експерименти зі вставками з твердого сплаву ВК6. Заточку алмазних різців здійснювали на верстаті ЗАР3637, доведення – на чавунному притирі, шаржованому алмазним порошком марки АМ 40.

Для вимірювання сигналів АЕ використовували широкосмуговий датчик акустичної емісії ДІСМ-1 [8]. Частотний діапазон 300-1200 кГц при нерівномірності не більше 8,5 Дб і чутливістю 125 мВ/(м·с$^{-2}$). Сигнал з датчика АЕ надходив на блок попереднього підсилювача і амплітудного детектора, який з високочастотного сигналу АЕ в діапазоні частот від 0.1 до 2 МГц виділяв низькочастотну (від 10 до 22 кГц) огинаючу. Далі сигнал подавався на аналогово-цифровий перетворювач (АЦП) ADA E20-10 фірми *HOLIT Data Systems* і персональний комп'ютер. Керування АЦП, запис на жорсткий диск комп'ютера і попередню обробку експериментальних даних для сигналу АЕ виконували програмою *PowerGraph*.

Дослідження проводили при торцевому точінні на високоточному токарному верстаті ТПК-125ВМ при частоті обертання шпинделя 1450 об/хв. За рахунок торцевого точіння в процесі одного проходу швидкість різання змінювалася від 2 до 6 м/с. Матеріал, що оброблявся – алюмінієвий сплав 1817. Геометрія різців після доведення: радіус при вершині – 2 мм, кути $\gamma = 0°$, $\alpha = 1{,}5°$; режими різання: глибина 50–100 мкм, подача 10–20 мкм/об. Для запису сигналу АЕ тільки при терті задньої поверхні різця і заготовки зупиняли подачу на 10–20 с, при цьому обертання заготовки не переривалося. Сигнал при точінні позначений як $АЕ_{точ}$, а при терті без різання – $АЕ_{тр}$.

На рис. 3, *а* наведено приклад осцилограми, записаної під час точіння різцем з природного алмазу. Записаний сигнал був розбитий на дві ділянки для знаходження на кожному з них середньоквадратичного значення сигналу $АЕ_{RMS}$. Вертикальна лінія на графіках вказує момент, коли була зупинена подача. Видно, що друга частина сигналу АЕ спадає і потім стабілізується. Для різних ріжучих матеріалів, використаних в роботі, тривалість такого падіння різна. Так, для природного алмазу (рис. 3, *б*), тривалість спаду досить коротка, всього 0,1 с, в той час як для синтетичного (рис. 3, *в*) – 8 с, твердого сплаву (рис. 3, *г*) – 3 с. Стабільний залишковий сигнал і є випромінювання хвиль АЕ з третьої зони – тобто із зони контакту задньої поверхні інструмента з заготовкою. Видно, що залишковий

сигнал АЕ при точінні природним різцем з монокристала алмазу і при точінні іншими інструментальними матеріалами відрізняється.

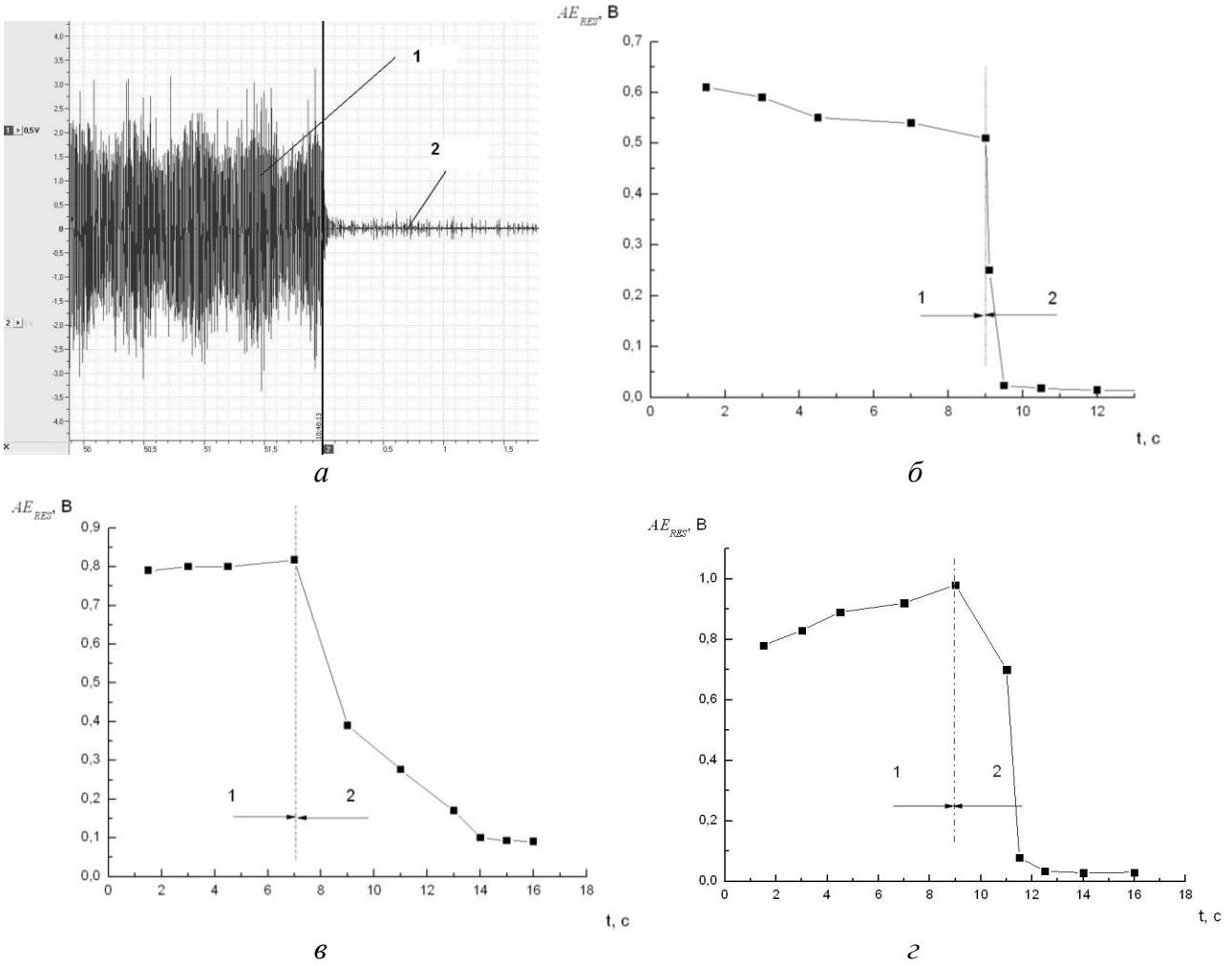


Рис. 3. Сигнал АЕ (а), середньоквадратичне значення сигналу AERMS для природного алмазу (б), синтетичного алмазу (в), твердого сплаву (ТС) (г); режими різання: t = 100 мкм, S = 0,02 мм/об, n = 1450 об/хв, v = 6 м/с; АЕточ (1), АЕтр (2)

Величина $АЕ_{RMS}$ при зміні швидкості різання при точінні природним і синтетичним алмазом, а також твердосплавним різцем ВК6, показані на рис 4. $АЕ_{тр}$ в даному випадку – це залишковий сигнал АЕ від тертя різця по задній поверхні. З графіків на рис. 4 можна зробити висновок, що при точінні природним алмазом швидкість різання не впливає на рівень сигналу $АЕ_{тр}$, який є постійним на всьому діапазоні швидкостей. Для синтетичного алмазу (рис. 4, *а, в*), як правило, рівень $АЕ_{точ}$ і $АЕ_{тр}$ більший, ніж для природного алмазу і залежить від швидкості різання. Рівень сигналу $АЕ_{точ}$ при точінні твердим сплавом при $v > 4{,}5$ м/с падає, але залишається більше, ніж при точінні алмазним різцем (рис. 4, *б, г*) При використанні в різці природного алмазу рівень $АЕ_{точ}$ незначно зростає, але залишається нижчим, ніж при використанні синтетичного алмазу (рис. 4, *а, в*) і твердосплавного різця (рис. 4, *б, в*).

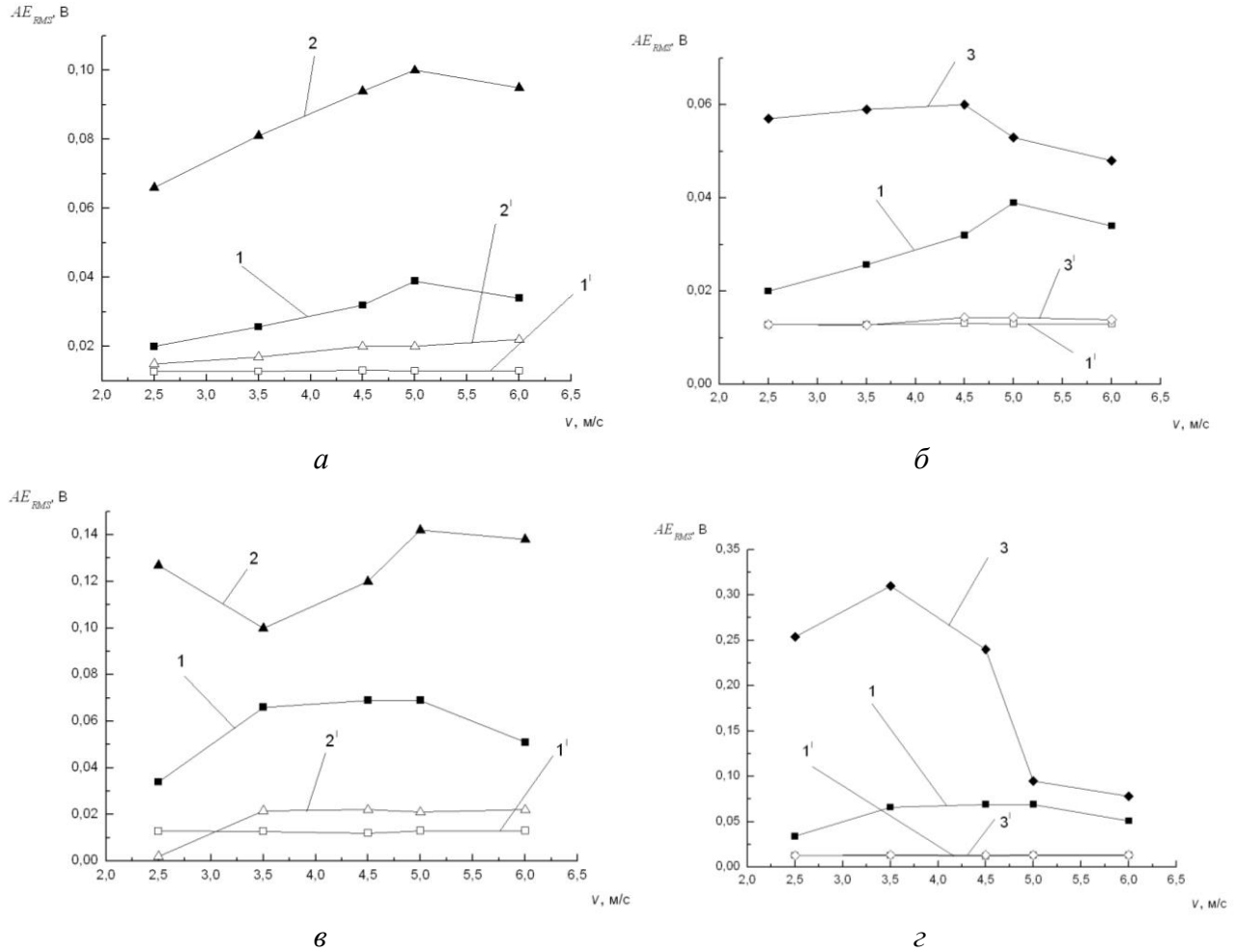


Рис. 4. Вплив швидкості різання на AE_{RMS}, при точінні природним (1, 1′) і синтетичним (2, 2′) алмазом, твердосплавним різцем (3, 3′), режими різання: t = 50 мкм, S = 0,01 мм/об, n = 1450 об/хв (а, б); t = 100 мкм, S = 0,02 мм/об, n = 1450 об/хв. (в, г); $AE_{точ}$ (1, 2, 3), $AE_{тр}$ (1′, 2′, 3′)

Вплив глибини різання і подачі на AE_{RMS} при точінні природним і синтетичним алмазом, а також твердосплавним різцем ВК6 показані на рис. 5 і 6. Як видно з залежностей, глибина і подача практично не впливають при точінні природним різцем на рівень залишкового сигналу при $AE_{тр}$. Незначну зміну рівня для $AE_{тр}$ можна побачити при точінні синтетичним алмазом і твердим сплавом (див. рис. 5, 6) – сигнал для $AE_{тр}$ значно змінювався в процесі зміни подачі і глибини різання, що говорить про нестабільність контактних процесів при терті твердого сплаву по алюмінію. Говорячи про основний реєстрований сигнал AE_{RMS}, можна зробити висновок, що при точінні природним алмазом вплив глибини був незначним, при точінні синтетичним алмазним різцем вплив був неоднозначним в діапазоні глибин 50–70 мкм, але в цілому сигнал мав тенденцію до збільшення, при різанні ж твердосплавним різцем ВК6 сигнал зростав на всьому діапазоні глибин (рис. 5). Таку ж неоднозначну зміну AE_{RMS} можна простежити для алмазних різців по мірі збільшення подачі (рис. 6). В діапазоні подач 8-10 мкм/об сигнал зменшувався, потім в діапазоні 10-15 мкм/об

значно зростав, після чого знову зменшувався. При обробці же твердим сплавом, сигнал незначно збільшувався в діапазоні подач 8–15 мкм/об, після чого зменшився.

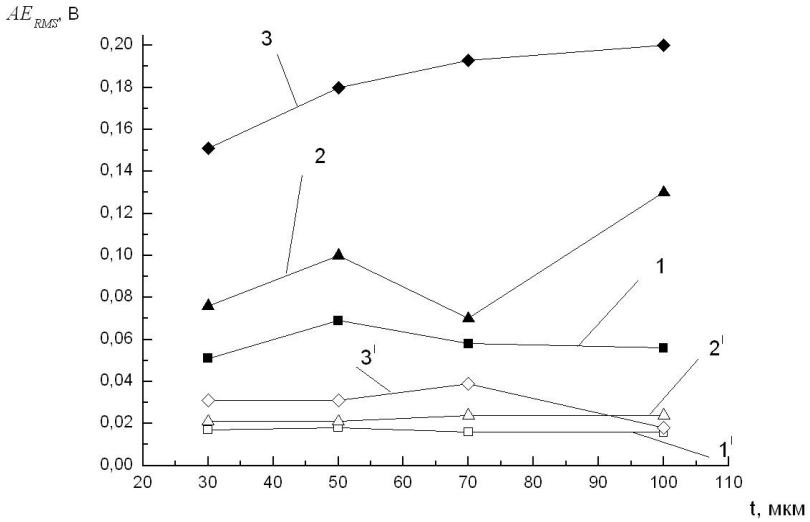


Рис. 5. Вплив глибини різання на AE_{RMS} при точінні природним (1, 1′) и синтетичним (2, 2′) алмазом, твердосплавним різцем (3, 3′); режими різання: S = 0,01 мм/об, n = 1450 об/хв, v = 6 м/с; $AE_{точ}$ (1, 2, 3), $AE_{тр}$ (1′, 2′, 3′)

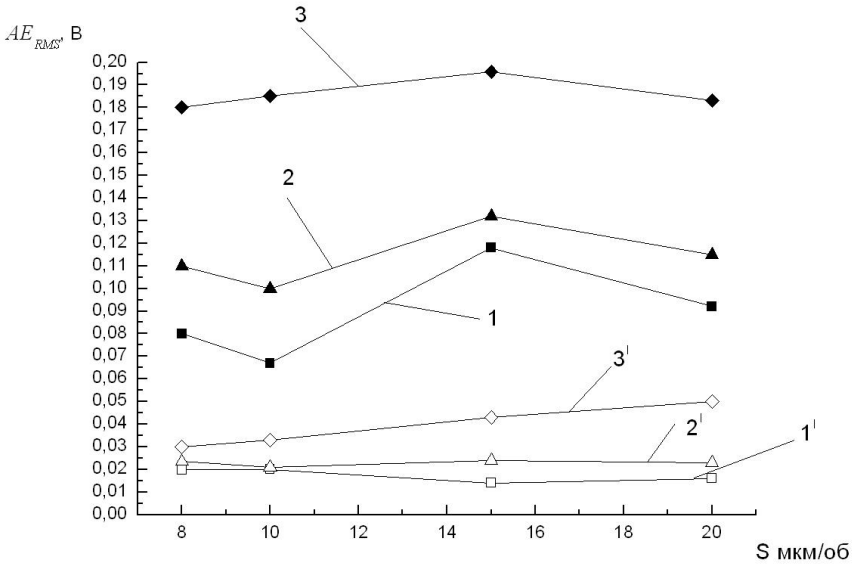


Рис. 6. Вплив подачі на AE_{RMS} при точінні природним (1, 1′) и синтетичним (2, 2′) алмазом, твердосплавним різцем (3, 3′); режими різання t = 50 мкм, n = 1450 об/хв, v = 6 м/с; $AE_{точ}$ (1, 2, 3), $AE_{тр}$ (1′, 2′, 3′)

З урахуванням залишкового сигналу в роботі [5] формулу (1) представимо у вигляді:

$$AE_{RMS} = (AE_S)_c + (AE_S)_t + C = K_t v^{a_c} t^{b_c} S^{c_c} + K\, v_w^{a_t} t^{b_t} S^{c_t} + C\,, \qquad (3)$$

де a_c, b_c и c_c – константи, що враховують ефект від формування стружки в першій і другій зоні; a_t, b_t и c_t – константи враховують сигнали АЕ з третьої зони (таблиця), отримані авторами шляхом обробки AE_{RMS}.

Експериментальні константи

Константа	Точіння твердим сплавом	Точіння природним алмазом	Точіння синтетичним алмазом
a	$a \approx 1$, $a_c \approx 1$, $a_t \approx 1$	$a \approx 1$, $a_c \approx 1$, $a_t \approx 0$	$a \approx 1$, $a_c \approx 1$, $a_t \neq 0$
b	$b \neq 0$, $b_c \neq 0$, $b_t \neq 0$	$b \approx 0$, $b_c \approx 0$, $b_t \approx 0$	$b \neq 0$, $b_c \neq 0$, $b_t \approx 0$
c	$c \neq 0$, $c_c \neq 0$, $c_t \neq 1$	$c \neq 0$, $c_c \neq 0$, $c_t \approx 0$	$c \neq 0$, $c_c \neq 0$, $c_t \approx 0$

Висновки

Таким чином, в даному експериментальному дослідженні вдалося проаналізувати два види випромінюваних сигналів – перший сигнал $АЕ_{точ}$ в процесі різання, другий – $АЕ_{тр}$ в процесі тертя під час зупинки подачі, але продовження обертання заготовки. Вдалося встановити відмінності реєстрованих сигналів АЕ в залежності від обраного ріжучого матеріалу, а також проаналізувати вплив глибини, подачі і швидкості різання на середньоквадратичне відхилення сигналу $АЕ_{RMS}$, внаслідок чого вдалося визначити експериментальні константи.

На підставі експериментальних результатів можна зробити висновок, що найбільш високий рівень сигналу $АЕ_{точ}$ має місце при точінні твердосплавним різцем ВК6, менш високий – при точінні різцем з синтетичним алмазом, найменший рівень сигналу $АЕ_{точ}$ – для різця з природним алмазом. $АЕ_{тр}$ при алмазному точінні природним алмазом практично наближається до нуля, в той час як для твердосплавного різця цей сигнал вище в декілька разів.

В работе исследовано влияние выбора инструментального сверхтвердого материала и режимов тонкого точения на уровень сигналов акустической эмиссии. Для этого при точении алюминиевого сплава при трении задней поверхности инструмента об обработанный материал для монокристаллических резцов из природного, синтетического алмаза, а также твердого сплава ВК6 сигналы АЭ разделяли на две части. Удалось установить различия регистрируемых сигналов АЭ в зависимости от выбранного режущего материала, а также проанализировать влияние глубины, подачи и скорости резания на среднеквадратическое отклонение сигнала AERMS, вследствие чего удалось определить экспериментальные константы. На основании экспериментальных результатов можно сделать вывод, что наиболее высокий уровень сигнала AEточ возникает при точении твердосплавным резцом из ВК6, менее высокий – при точении резцом с синтетическом алмазом, наименьший уровень сигнала AEточ – для резца с природным алмазом. AEтр при алмазном точении природным алмазомпрактически приближается к нулю, в то время, как для твердосплавного резця этот сигнал выше в несколько раз.

***Ключевые слова**: акустическая эмиссия, процесс трения при механической обработке, режимы резания, тонкое точение*

L. N. Devin, S. V. Richev, S. N. Ivanov

PECULIARITIES OF CONTACT INTERACTION TOOLS - DETAIL FOR VARIOUS SUPERHARD MATERIALS BASED ON ANALYSIS OF ACOUSTIC EMISSION SIGNALS

This work is present the influence of the choice of instrumental superhard material and fine-turning regimes on the level of acoustic emission signals. For this, when turning an aluminum alloy during friction

of the back surface of the tool, the processed material for single-crystal cutters made of natural, synthetic diamond, and also the hard alloy VK6, the signals AE were divided into two parts. It was possible to determine the differences in the recorded AE signals depending on the selected cutting material, and also analyze the influence of depth, feed and cutting speed on the standard deviation of the AERMS signal, as a result of which it was possible to determine the experimental constants. Based on the experimental results, it can be concluded that the highest level of the AEToch signal occurs at the sharpening with a hard alloy blade VK6, less high – with a sharpening with a synthetic diamond cutter, the lowest level of the AEToch signal for a natural diamond cutter. AETr with diamond-cut of natural diamond is practically close to zero, while for a carbide cutting tool this signal is higher several times.

***Key words**: acoustic emission, friction process in the machining, cutting conditions, fine turning*

Література

1. Kannatey-Asibu Jr. E., Dornfeld D. Quantitative relationships for acoustic emission from orthogonal metal cutting // ASME J. Engr. for Ind. – 198l. – 103. – P. 330–340.
2. Teti R., Dornfeld D. Modeling and Experimental Analysis of Acoustic Emission from Metal Cutting // ASME J. Engr. for Ind. –1989. **–** 111. – P. 229–237.
3. Подураев В. Н., Барзов А. А., Горелов В. А. Технологическая диагностика резания методом акустической эмиссии. – М.: Машиностроение, 1988. – 56 с.
4. Кибальченко А. В. Применение метода акустической эмиссии в условиях гибких производственных систем. – М.: ВНИИ-ТЭМР, 1986. – 56 с.
5. Gi Heung Choi, Gi Sang Choi. Experimental study on AE from precision diamond machining // KSME Int. J. – 1997. – 11. – N 6. – P. 605–610.
6. Девин Л. Н. Стахнив Н. Е., Найденко А. Г. Применение метода акустической эмиссии для оценки работоспособности резцов из АТП при точении алюминиевых сплавов // Резание и инструмент в технологических системах: Междунар. науч.-тех. сб. – Харьков: НТУ «ХПИ», 2002. – Вып. 62. – С. 44–47.
7. Девин Л. Н., Стахнив Н. Е, Сулима А. Г. Автоматизированная система для измерения сигнала акустической эмиссии в процессе прецизионного алмазного точения / Современные проблемы производства и ремонта в промышленности и на транспорте: Материалы 11-го Междунар. науч.-техн. семинар, г. Свалява. 21–25 февр. 2011г. – К.: АТМ Украины 2011. – С. 79–81.
8. Девин Л. Н., Новиков Н. В. Широкополосные датчики акустической эмиссии для диагностики состояния режущих инструментов // Техническая диагностика и неразрушающий контроль. – 2008. – № 4. – С. 81–85.

Надійшла 31.05.18

References

1. Kannatey-Asibu Jr. E., & Dornfeld D. (1981) Quantitative relationships for acoustic emission from orthogonal metal cutting. *ASME J. Engr. for Ind., 103,* 330–340.
2. Teti R., & Dornfeld D. (1989) Modeling and Experimental Analysis of Acoustic Emission from Metal Cutting. *ASME J. Engr. for Ind., 111,* 229–237.

a. Poduraev V. N., Barzov A. A., Gorelov V. A. (1988) *Tekhnologicheskaia diahnostika rezaniia metodom akusticheskoi emissii [Technological diagnostics of cutting by acoustic emission method]*. Moscow: Mashinostroenie. [in Russian].

3. Kibalchenko A. B. (1986) *Primenenie metoda akusticheskoi emissii v usloviiakh gibkikh proizvodstvennykh sistem [Application of acoustic emission method in conditions of flexible production systems]*. Moscow: VNII-TEMR [in Russian].

4. Gi Heung Choi, & Gi Sang Choi. (1997) Experimental study on AE from precision diamond machining. *KSME Int. J. Vol. 11, 6,* 605–610.
5. Devin L. N. Stakhniv N. Ye., & Naydenko A. G. (2002) Primenenie metoda akusticheskoi emissii dlia otsenki rabotosposobnosti reztsov iz ATP pri tochenii aliuminievykh splavov [Application of the acoustic emission method for evaluating the operability of cutting tools made from ATP during turning of aluminum alloys] *Mezhdunar. nauch.-tekh. Sb. issue 62.: Rezaniye i instrument v tekhnologicheskikh sistemakh – Cutting and Instrument in Technological Systems.* (pp. 44–47). Khar'kov: NTU "KHPI" [in Russian].
6. Devin L. N., Stakhniv N. Ye, & Sulima A. G. (2011) Avtomatizirovannaya sistema dlya izmereniya signala akusticheskoy emissii v protsesse pretsizionnogo almaznogo tocheniya [Automated system for measuring the acoustic emission signal in the process of precision diamond turning]. Proceedings from Modern problems of production and repair in industry and transport '11: *11 Mezhdunar. nauch.-tekhn. seminar (21–25 fevralia 2011 hoda) – XInd scientific-techn. Seminar.* (pp. 79–81). Kiev: ATM Ukrainy [in Russian].
7. Devin L. N., & Novikov N. V. (2008) Shirokopolosnye datchiki akusticheskoi emissii dlia diagnostiki sostoianiia rezhushchikh instrumentov [Broadband acoustic emission sensors for diagnosing the state of cutting tools] *Tekhnicheskaya diagnostika i nerazrushayushchiy kontrol. – Technical diagnostics and non-destructive testing ,4,* 81–85 [in Russian].

УДК 620.3

В. М. Ткач, д-р фіз.-мат наук, **В. В. Садохін** канд. техн. наук,
Д. В.Соколюк, **В. П**. **Садохін**, **М. В. Фефілатьєв**

Інститут надтвердих матеріалів НАН України ім. В.М. Бакуля, вул. Автозаводська 2, 04074, г. Київ, e-mail: savikor2015@gmail.com

НАНОТЕХНОЛОГІЯ ОДНОСТАДІЙНОГО ЛОКАЛІЗОВАНОГО ІОННО-ПЛАЗМОВОГО ДИСПЕРГУВАННЯ В ВАКУУМІ

Узагальнені результати досліджень у зв'язку з зміною деяких властивостей електропровідних матеріалів одного хімічного складу, при їх іонно-плазмовому диспергуванні в вакуумі в рідну основу, від їх масиву, до нано рівня. Результативним науково-дослідницьким рішенням даної проблематики розглядається конструкторсько-технологічні розробки з моделювання принципово важливих спеціалізованих блоків з автоматизованим контролем та керуванням технологічним процесом. Комплектуючі модулі плазменной нанодиспергації, а також налаштування таких блоків і пристроїв повинні підкорятися програмним командам з персонального комп'ютера. Повторюваність фізико-хімічних властивостей дозволить провести сертифікацію та скоротити інноваційний шлях нових наноматеріалів від наукової розробки до його комерціалізації

***Ключові слова**:нанотехнологія, локалізоване іонно- плазмове диспергування у вакуумі.*

Вступ

Нанотехнологію, визначають зараз як сукупність методів синтезу, зборки, структуроутворення, нанесення, видалення і модифікування матеріалів, включаючи систему знань, навичок та вміння, апаратурне, матеріалознавче, метрологічне, інформаційне

забезпечення процесів та технологічних операцій, направлених на створення матеріалів та систем з новими властивостями, що зумовлені проявом розмірних ефектів при наномаштабах. Дослідження наноструктур є в даний час одним з пріоритетних напрямків в науці. Серед перспективних методик отримання наночастинок металів посідає своє чільне місце метод, заснований на одностадійному вакуумному диспергуванні наночастинок електропровідних металів в потоці інертного газу в рідку фазу, який дозволяє отримувати наночастки з регульованим середнім розміром і з чистотою вихідного матеріалу.

Актуальність

Науковий і практичний (бізнесовий) інтерес спрямований на пошук ефективних рішень в області сучасного матеріалознавства. Одним з таких рішень є модифікація матеріалів різними нанодобавками або створення наноструктур при синтезі матеріалу.

Нанооб'єкти можуть бути отримані безпосередньо при синтезі композиційного матеріалу, або окремо і потім введені при отриманні матеріалу в певній концентрації. Нанооб'єкти – дискретна частина матерії або, навпаки, її локальна відсутність (порожнечі, пора), розмір якої хоча б в одному вимірі знаходиться в нанодіапозоне (як правило, 1–100 нм) (див. ISO/TS80004-5-2014).

Подібні технології дозволяють значно покращувати характеристики матеріалів, створювати матеріали із заданими властивостями, проводити заміну металевих конструкцій на полімерні.

В Інституті надтвердих матеріалі ім. В. М. Бакуля НАН України розроблена технологія одностадійного іонно-плазмового диспергування (далі див.ТОСІД) і отримані агрегативно стабільні суспензій наночастинок електропровідних металів з керованими розподілом за розмірами та концентраціями в рідкій основі (гліцерин особливо чистий). Підкреслюємо – *досягнута технологічна можливість отримувати середній розмір наночасток електропровідних матеріалів 10–30 нм, що принципово важливо* в матеріалознавстві.

Загальновідомо, що найбільш поширеними рідкими інградієнтами в кінцевих промислових продуктах є гліцерин і передбачаючи необхідні додаткові споживчі властивості нового нанопродукту, досить імплантувати в нього наночастинки необхідного металу, в незначній масовій кількості і отримати сучасний матеріал серійного виготовлення без додаткового переобладнаня виробництва [2, 3]. Процесс реалізовується в нанореакторі неупинно і безступенево, що має перспективу його економічно доцільного впровадження в виробництво.

Результатами критичного аналізу літературних джерел визначено, що отримання агрегативно стабільних наносуспензій металів та їх колоїдних розчинів з керованими фізико-хімічними властивостями має найбільше науково-бізнесове значення і є магістральним шляхом розвитку наноматеріалознавства.

Проблематика

Розмірна розмаїтність найбільшою мірою важлива саме для наноматеріалів, оскільки характеризується, як правило, великою часткою поверхневих атомів, які зумовлюють особливості фізико-хімічних властивостей. Більшість наноматеріалів є термодинамічно не рівноважними, тому не рівноважна (відмінна від форми монокристала даної речовини) морфологія є відображенням метастабильности наноматеріалів, тобто знаходження системи в локальному мінімумі вільної енергії. Наночастинки за своєю природою проявляють інші фізико-хімічні властивості, які залежать від їх розміру, від адгезивних, каталітичних, оптичних, електричних, квантово-механічних властивостей і від їх геометрії, розподілу по розмірами і порядку їх організації в нанооб'єкті [2]. Розмірна «вилка» є найбільш дієвим способом управління функціональними характеристиками наноматеріалів, а також впливом на їх біосумісність, оскільки є, по суті, відображенням результату еволюції (трансформації)

поверхні (межі розділу середовищ) в процесі технологгічного впливу при отримання матеріалу [1].

При розмірах часток металів менше 50 нм (кілька сотень атомів) відбувається різка зміна їх властивостей. Наприклад, при зменшенні розмірів частинок золота до 2 нм його температура плавлення зменшується з 1065 до 200 °С. Такі наночастинки металу, навіть стикаючись одна з одною, майже не проводять електричний струм, утворюючи замкнуті електронні системи з декількох десятків атомів.Загальні властивості металів – висока електро- і теплопровідність, блиск, гнучкість і пластичність. Наприклад, питома електропровідність мідного дроту буде однією і тією ж у дроту товщиною 1 мм, 0,01 мм і 0,001 мм, але якщо ми спробуємо створити струмопровідну доріжку на ізолюючої підкладці товщиною в 10 атомів міді або приблизно 1,3 нм, то мідна доріжка швидко перетвориться в набір «кластерів з закритими електронними оболонками», тому на їх основі не вийде ні електро, ні теплопровідності, характерною для міді. Хімічна поведінка для частинок з десятків і сотень атомів відрізняється від «шматків» з тисяч і мільйонів атомів. *У підсумку, приблизно на рівні розміру в 10 нм була виявлена фундаментальна межа, при переході від якої, до менших розмірів світ помітно змінюється, і властивості речовин треба фактично вивчати заново* [4]

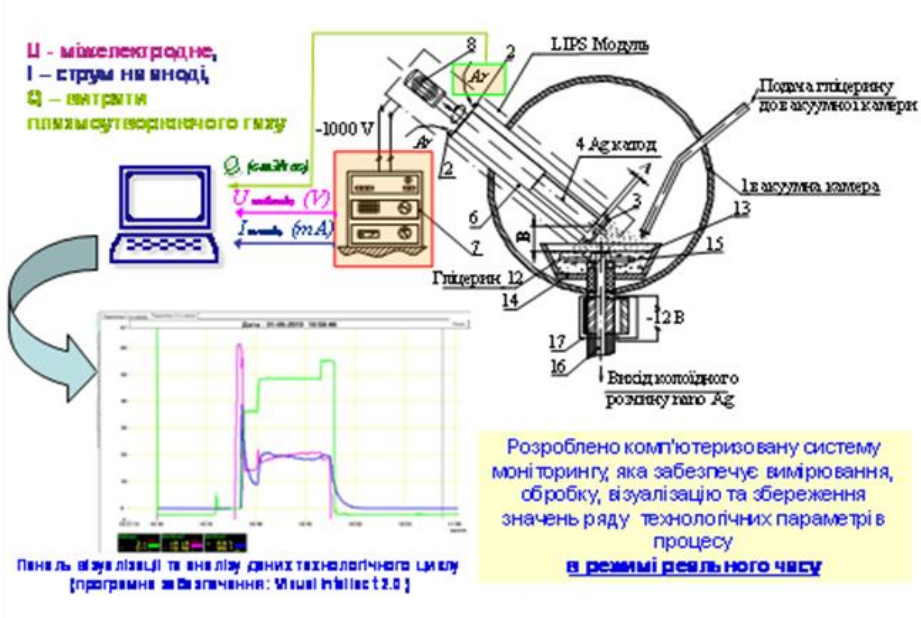
Відповідно, накопичені за багато десятиліть дані про фізико-хімічні характеристики речовин мають істотно доповнюватись, а іноді формуватись заново. Як приклад, відомо досить широкому колу науковців що межа зерен матеріалів є бар'єром для дислокації, тому зменшення розміру приводить до зростання характеристики міцності. Залежність межі текучості від розміру зерен описується прямим законом Холла-Петча що має граничні межі, за якими механічна міцність змінюється і в наукових колах з'явився термін – зворотній закон Холла-Петча. Підкреслюється, при цьому, що в області часток *10–30 нм,* характеристики міцності зменшуються, що зумовлено тим, що при розмірах зерен збільшується об'ємна доля зерно межових областей з нерегулярною структурою [5].

В теоретичних і прикладних інформаційних джерелах підтверджувалось що, чим вужче межа за розподілом розмірів наночасток, тим краще метод їх отримання, тому, що матимемо безпосередню можливість повторити результати як наукового дослідження, так і визначення екологічно-без пекової складової, що посідає, своє чільне місце [1, 2, 6].

Шляхи вирішення

Розуміння складності протікання ТОСІД , у зв'язку з активним використанням як основної складової у ньому плазми, передбачає чітке вивірення параметрів в заданих діапазонах. Лише утримання заданих параметрів, ведення процесу в стабільному режимі роботи дозволяє добитися високих результатів кінцевого продукту. Як показує практика, при керуванні плазмовими установками оператори часто помиляються через те, що фізіологічні можливості людини вельми обмежені. Складність, також, становить необхідність вимірювання технічних параметрів у вакуумі, що суттєво звужує коло можливого використання датчиків, приладів, контролюючих та управляючих органів при незмінно високим вимогам щодо точності та часу спрацювання останніх.Основою ТОСІД – створення матеріалів з новими та перспективними властивостями являється сам газовий розряд, низькотемпературна плазма, електроди, а також приелектродні області. В кожній з вказаних областей реалізуються свої умови розряду і своя специфіка утворення кінцевих матеріалів.При виборі інструментом нанодиспегрування саме локалізованого плазмового розряду великого значення набуває вивчення фізики процесу та вимірювання об'ємних кутових розподілів потоків вибитого з катоду матеріалу, вимірювання швидкості

розпилювання (масопереносу в одиницю часу) та тепловкладень у функції відстані від місця розряду. При сталих оптимальних технологічних параметрах процесу розпилення – напруги та струму розряду – характеристики масопереносу та кутових розподілів струменів матеріалу, вибитого з катоду, складають важливі параметри ефективності та продуктивності процесу виготовлення наносуспензій. Вимірювання тепловкладень у оброблювану рідину, дають можливість підтримувати рівноважний температурний режим, при якому оброблювана рідина не деструктується, а внесені наночастки мають достатню енергію для імплантаціїї та перемішування і створення гомогенної наносуспензії. Аналіз експериментальних даних з використанням дифузної моделі формування наночасток та їхніх агрегатів показав її придатність в умовах, що розглядаються. Формування наночасток відбувається в тонкому приповерхневому шарі робочої рідини при її проходжені крізь місце напилювання. Агрегати наночасток утворюються в тому ж робочому прошарку. Зростання наночасток та їхніх агрегатів припиняється при виході з місця напилювання та перемішування розчину. Кінцевий розмір наночасток в умовах, що розглядаються, практично залежить від режиму напилювання. Особливу увагу приділяється розвитку систем програмованого управління ТОСІД, з метою зменшення впливу оператора на кінцевий результат – отримання наносуспензії (рисунок).



Блок-схема керування ТОСІД наночасток електропровідних матеріалів в рідину

Схема складається з вакуумної камери з відповідними технічними засобами для досягнення та постійного підтримання необхідного вакууму (1), високовольтного джерела постійного струму (7), сопла-аноду (3) закріпленого за допомогою ізолятора (6) на певній регульованій відстані ***A*** від катоду (4), і, відповідно, електрично поєднанного з позитивним полюсом джерела постійного струму (7), а також підключеного до газопідводу (2) для підведення до сопла плазмоутворюючого газу, що утворює плазмовий струмінь; а також катоду (4), який електрично поєднаний з негативним полюсом джерела постійного струму (7). За допомогою зворотньо-поступального руху катоду регулюється зазор ***A*** між анодом (3) та розпилювальним катодом (4). Ємність (14) з рідиною, що обробляється (12),

охолоджуються за допомогою теплообмінника (15), що знаходиться на охолоджуваній трубці (16) від блоку-генератора холоду (17). Це забезпечує необхідний температурний режим несучої рідини, в яку імплантуються наночастинки металу. Головні параметри ТОСІД виводяться через RS 485 на монітор персонального комп'ютера і архивуються на його жорсткий диск.

Технологічний цикл приготування суспензії наноструктурних частинок електропровідних матеріалів у несучих рідинах, поміщених у ємність (14), починається з досягнення необхідного тиску (розрядження) у вакуумній камері, причому цикл відкачки збільшується на додатковий час, необхідний для дегазації рідини-носія (12), що підлягає обробці. По закінченні виходу розчинених у рідині підпалюється локалізований плазмовий розряд. Для цього на катод (4), що електрично поєднаний з негативним полюсом джерела постійного струму (7), подається висока напруга (0,3–1,5 кВ). Одночасно до газопідводу (2) підводиться плазмоутворюючий газ, що витікає із сопла-аноду (3). Локалізований плазмовий розряд, що розпилює поверхню катоду (4), вибиваючи нанорозмірні частинки його матеріалу, утворює плазмовий струмінь, який захоплює вибиті наноструктурні частинки матеріалу катоду з робочого проміжку ***A*** та транспортує і спрямовує їх в своєму подальшому русі на поверхню оброблюваної рідини і занурює (імплантує) ці частки у оброблювану рідину (12). Шляхом обертання катоду (4) за допомогою приводу (8) та висування його вздовж осі обертання по мірі розпилення досягається збереження величини регульованого робочого проміжку ***A*** і, таким чином, стабілізується струм плазмового розряду і підтримується рівномірність розпилення матеріалу катоду [2].

За допомогою вибору параметрів технологічного процесу локалізованого іонно-плазмового диспергування можна отримати певні нанорозміри вибитих частинок матеріалу катоду та отримати досить вузьке їх розподілення. Розподіл одержаних наночастинок металу в суспензіях за розмірами вивчався за допомогою методів просвічуючої електронної мікроскопії, кросс-кореляційної спектроскопії та ін. на базі декількох незалежних вітчизняних і закордонних лабораторій і показав споріднені результати, які відтворені в таблиці [8].

Середній характеристичний діаметр наночастинок металів в суспензіях

Me	Розмір частинок, нм				
	кореляційна спектроскопія	СЕМ	високошвидкісне центрифугування	крос-кореляційна спектроскопія	СЕМ після обробки в диспергаторі
Cu	**36**	агломерати		**39,56**	
Ag	**33**		86 % частинок має розмір 35-78 нм	**31,05**	75 % частинок має розмір 30 - 60 нм
Au	**42**	**20-30**		**36,89**	
Pd	**12** **50**	**10-13** **16-37**		**1,64** **49,21**	

Тиск плазмоутворюючого газу та параметри розряду вибираються таким чином, щоб плазмовий струмінь не тільки вніс (імплантував) наноструктурні частинки у рідину, але й постійно оновлював приповерхневий прошарок несучої рідини, що створює умови для

однорідного розповсюдження в ній частинок та створення гомогенної суспензії високої концентрації при достатньому часі обробки рідини. Теоретичне підґрунтя комп'ютерного моделювання розпилення матеріалів іонним пучком розглянуто в роботі [9].

Висновок

Програмно, комбінуючи співвідношення компонентів, можна отримувати матеріали з необхідними характеристиками.

Впровадженя керування іонно-плазмовим диспергуванням електропровідних матеріалів на базі мікропроцесорів (наприклад МИК-51, МИК-52) в програмному середовищі *Visual Intellect* з архівуванням ТОСІД, дозволить, прогнозувати і досить точно керувати термодинамачіними характеристиками процесу, базуючись на статистичному пакеті архівованих і відпрацьованих данних і співставляти з сертифікованою за характеристичними: розміром, розподілом та концентрацією отримувати якісні партії наноматеріалів з високими показниками повторюваності фізико-хімічних характеристик.

Обобщены результаты исследований в связи с изменением некоторых свойств электропроводящих материалов одного химического состава, при их ионно-плазменном диспергировании в вакууме в жидкую основу, от их массива, до нано уровня. Результативным научно-исследовательским решением данной проблематики просматриваются конструкторско-технологические проработки по моделированию принципиально важных специализированных блоков с автоматизированным контролем и управлением технологическим процессом. Комплектующие модуля плазменной нанодиспергации, а также конфигурации таких блоков и устройств должны подчиняться програмным командам с персонального компьютера. Повторяемость физико-химических свойств позволит проводить сертификацию и сократить инновационный путь новых наноматериаллов от научной розработки до его коммерциализации.

Ключевые слова: *Нанотехнология, локализованное ионно плазменное диспергирования в вакууме.*

V. M. Tkach, V. V. Sadokhin, D. V. Sokoliuk, V. P. Sadokhin, M. V. Fefilatiev

NANOTECHNOLOGY OF A SINGLE-STAGE LOCALIZED ION-PLASMA DISPERSION IN A VACUUM

The results of studies are summarized in connection with the change in certain properties of electrically conductive materials of a single chemical composition, when they are ion-plasma dispersed in a vacuum into the liquid substrate, from their mass, to the nano level. A productive scientific and research solution to this problem looks at design and technological studies on the modeling of fundamentally important specialized units with automated monitoring and control of the technological process. The components of the plasma nanodispersion module, as well as the configuration of such units and devices, must obey the program commands from the personal computer. Repeatability of physical and chemical properties will allow to carry out certification and reduce the innovative path of new nanomaterials from scientific development to its commercialization.

Key words*: Nanotechnology, localized ion-plasma dispersion in vacuum.Keywords: Nanotechnology, localized ion-plasma dispersion in vacuum.*

Література

1. Тринеева В. В. Технология получения металл/углеродных нанокомпозитов и применение их для модификации полимерных материалов: автореферат дис. ... доктора технических наук: 05.17.06. – Ижевск, 2015. – 41 с.
2. Садохін В. В. Отримання суспензій наночастинок металів з керованими розподілом розмірів та концентраціями комбінованим методом іонно-плазмового

диспергування. Інститут надтвердих матеріалів ім. Бакуля, НАН України. – Київ, 2014. – С.45–50; С. 147–148.
3. Патент № 80513 Україна. МПК B22F 9/14, B22F 9/02, A61K 33/38. Одностадійний спосіб приготування висококонцентрованих суспензій нанорозмірних часток електропровідних матеріалів на основі водорозчинних і водонерозчинних рідин та пристрій для його здійснення / Д. А. Дудко, Л. Д. Кістерська, В. П. Садохін. – Опубл. 25.09.07; Бюл. № 15.
4. Введение в нанотехнологию. Межмолекулярные взаимодействия и особые свойства поверхностей раздела фаз [Электронный ресурс]. – Режим доступа: http://edudop.ru/mod/page/view.php?id=26402.
5. Юров В. М., Лауринас В. Ч., Гученко С. А. Некоторые вопросы физики прочности металлических наноструктур // Межвуз. сб. науч. трудов «Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов». – Тверь: Твер. гос. ун-т, 2013. – Вып. 5. – С. 408–412.
6. Богданов К. Ю. Почему наночастицы плавятся при низкой температуре? [Электронный ресурс] // Сайт нанотехнологического сообщества «Нанометр». – 2008. Режим доступа: http://www.nanometer.ru/2008/02/19/nanochastici_ temperatura_plavlenia_6057.html.
7. Wagener M., Gunther B. // Progress in Colloid and Polymer Science. – 1998. – 111. – P. 78–81.
8. Екологічно чиста технологія плазмового диспергування електропровідних матеріалів з одностадійним циклом виготовлення суспензій наночасток у широкому спектрі рідких основ / М. В Новіков., В. В. Садохін, В. М. Перевертайло та ін. // Порошковая металлургия. – 2012. – № 1/2. – С. 34–45.
9. Промохов А. А. Компьютерное моделирование распыления твёрдых тел ионным пучком. – М.: МГУ, Физический факультет, кафедра физической электроники, 2012. – 37 с.

Надійшла 21.06.18

References

1. Trineeva, V. V. (2015). Tekhnolohiia polucheniia metal/uhlerodnykh nanokompozitov i primenenie ikh dlia modifikazii polimernykh materialov [The technology of obtaining metal/carbon nanocomposites and their application for the modification of polymeric materials]. *Extended abstract of Doctor's thesis*. Izhevsk [in Russian].
2. Sadokhin, V. V. (2014). Otrymannia suspenzii nanochstynok metaliv z kerovanym rozpodilom rozmiriv ta konzentraziiamy kombinovanym metodom ionno-plazmovoho disperhuvannia [Receiving suspension of nanoparticles of metals in peeling size distribution that concentrates combinings by the method of ion-plasma dispersing]. NAN Ukrainy; In-t sverkhtverdykh materialov. (pp. 45–50; 147–148). Kyiv [in Ukrainian].
3. Dudko, D. A., Kisterska, L. D., & Sadokhin, V. P. (2007). Patent of Ukraine 80513 [in Ukrainian].
4. Vvedenie v nanotekhnolohiiu. Molekuliarnye vzaimodeistviia i osobye svoistva poverkhnostei razdela faz [Introduction to nanotechnology. Intermolecular interactions and special properties of the interfaces of phases]. *edudop.ru*. Retrieved from http://edudop.ru/mod/page/view.php?id=26402 [in Russian].

5. Yurov, V. M., Laurinas, V. Ch., & Huchenko, S. A. (2013). Nekotorye voprosy fiziki prochnosti metallicheskikh nanostruktur [Some questions of the physics of strength of metallic nanostructures]. – *Fiziko-khimicheskie aspekty izucheniia klasterov, nanostruktur I nanomaterialov – Physicochemical aspects of studying clusters, nanostructures and nanomaterials, Vol. 5,* 408–412 [in Russian].
6. Bohdanov, K. Yu. (2008). Pochemu nanochastizy plaviatia pri nizkoi temperature? [Why do nanoparticles melt at low temperature?]. Nanometr. *nanometer.ru*. Retrieved from http://www.nanometer.ru/2008/02/19/nanochastici_temperatura_plavlenia_6057.html [in Russian].
7. Wagener, M., & Gunther, B. (1998). *Progress in Colloid and Polymer Science, Vol. 111,* 78-81.
8. Novikov, M. V., Sadokhin, V. V., Perevertailo, V. M. et al. (2012). Ekolohichno chysta tekhnolohiia plazmovoho dyspehuvannia elektroprovadnykh materialiv z odnostadiinym ziklom vyhotovlennia suspenzii nanochastinok u shirokomu spektri ridkykh osnov [Eco-clean technology of plasma dispersion of electrical materials with a single-cycle of the preparation of the suspension nanoparticles at a wide range spectrum of liquid bases]. Poroshkova metallurhiia – Powder metallurgy, 1-2, 34–45.
9. Promokhov, A. A. (2012). Kompiuternoe modelirovanie raspyleniia tverdykh tel ionnym puchkom [Computer simulation of solid-state sputtering with an ion beam]. Moscow: MSU, Physical faculty of the Moscow State University

УДК 666.11.01:621.921-419

С. А. Кухаренко, канд. техн. наук

Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, ул. Автозаводская, 2, 04074 г. Киев, e-mail: svetlana0401@ukr.net

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ СИЛЫ ПОЛЯ РАЗЛИЧНЫХ КАТИОНОВ НА ИОННУЮ ДИФФУЗИЮ В МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ СИЛИКАТНЫХ СИСТЕМАХ

Изложены основные результаты исследования влияния силы поля различных катионов на ионную диффузию в силикатных многокомпонентных системах, которые широко используются в качестве связующих инструментальных абразивсодержащих композиционных материалов различного функционального назначения. Показано, что, эффективные коэффициенты диффузии щелочного и щелочноземельного катионов в диффузионной паре не являются однозначной функцией ионного радиуса катиона, а зависят от структурных факторов и энергии связи с другими ионами расплава.

Ключевые слова: *стекло, щелочные и щелочноземельные катионы, диффузия, энергия активации диффузии, эффективный коэффициент диффузии, абразивсодержащие композиты.*

Введение

При изготовлении абразивного инструмента из сверхтвердых материалов (СТМ) на керамических связках в качестве связующего нашли применение стеклообразные материалы, обладающие достаточной твердостью, прочностью и адгезией к порошкам СТМ. Стеклообразные связующие отличаются невысокой адгезией к обрабатываемым материалам.

Это позволяет создать в зоне обработки условия, обеспечивающие высокие производительность обработки и качество обработанной поверхности.

Основным требованием, предъявляемым к стеклообразным связующим для изготовления композиционных материалов на основе порошков алмаза и кубического нитрида бора (cBN), является низкая температура размягчения, которая должна быть ниже пороговой температуры начала окисления порошков сверхтвердых материалов. Так как температура окисления порошков СТМ в зависимости от зернистости составляет 500–800 ºС, в качестве стеклообразных связующих целесообразно использовать легкоплавкие стекла с температурой трансформации ниже 600 ºС.

Среди многообразия легкоплавких стекол наиболее перспективными с точки зрения их использования в качестве основы стеклокомпозиционных материалов инструментального назначения могут быть стекла свинецсодержащих систем в смеси со стеклами различных силикатных систем с добавкой оксидов щелочных и щелочноземельных металлов. Свинецсодержащие стекла имеют, как правило, низкую температуру размягчения и в зависимости от состава отличаются высокой кристаллизационной способностью. Стекла в силикатных системах на основе оксидов щелочных и щелочноземельных металлов отличаются высокой смачивающей способностью к алмазу и cBN и химически не взаимодействуют с ними в интервале температур 500–1000 °С с выделением газообразных веществ на границе раздела фаз.

С целью получения стекломатериалов со специальными свойствами используют способ соединения при термообработке стекол различного химического состава, в том числе и свинецсодержащих со стеклами в силикатных системах на основе оксидов щелочных и щелочноземельных металлов. В процессе термообработки более легкоплавкое стекло растворяет тугоплавкое. Использование смеси двух и более стекол в различных многокомпонентных оксидных системах с разными температурами трансформации позволяет получать композиционные материалы с высокими эксплуатационными характеристиками. При этом температуры изготовления композитов намного ниже, чем температуры для таковых на основе чистых стекол, что существенно повышает энергосбережение и в тоже время позволяет повысить физико-механические свойства композитов за счет использования стеклоосновы различного химического состава [1].

К малоизученным относятся вопросы исследования миграционных процессов в многокомпонентных силикатных системах и влияние составов стекол на эти процессы. Исследованию влияния размера и заряда щелочных и щелочноземельных катионов в силикатных стеклах на их миграционные свойства посвящено сравнительно небольшое количество работ [2–4], да и в тех интерпретация результатов дана без детального анализа влияния природы катиона на диффузионные процессы.

Задача настоящего исследования состояла в изучении диффузии щелочных и щелочноземельных ионов Li^+, Na^+, K^+, Cs^+, Ca^{2+}, Ba^{2+}, Mg^{2+} в свинцовоборосиликатное стекло. Составы стекол приведены в табл. 1.

Таблица 1. **Составы исследуемых стекол**

Номер стекла	Состав стекла, % (мол.)											
	Na_2O	Li_2O	K_2O	Cs_2O	CaO	B_2O_3	SiO_2	PbO	ZnO	MgO	BaO	TiO_2
1	20	–	–	–	5	10	65	–	–	–	–	–
2	–	20	–	–	5	10	65	–	–	–	–	–
3	–	–	20	–	5	10	65	–	–	–	–	–
4	–	–	–	20	5	10	65	–	–	–	–	–

5	20	–	–	–	–	10	65	–	–	5	–	–
6	20	–	–	–	–	10	65	–	–	–	5	–
9	–	–	–	–	–	15	5	55	25	–	–	–

Изучение закономерностей диффузии ионов помогут при решении многих практических задач, связанных с созданием новых материалов с заданными свойствами, так как многие физико-химические процессы, а также свойства оксидных стекол и расплавов определяются диффузионной подвижностью катионов либо анионных групп.

Результаты исследования и их обсуждение

Большинство стекол, которые находят практическое использование, являются многокомпонентными. Однако до настоящего времени методы экспериментального исследования диффузионных (миграционных) процессов, а также конкретные математические расчетные методы для них остаются не разработанными.

Для исследованных стекол коэффициенты диффузии определяли из решения начально-краевой задачи для второго закона Фика, выражающего изменение концентрации диффундирующего вещества во времени с ее изменением в пространстве. Для определения коэффициентов в выражении потока массы (концентрации) использовали метод сопряженных градиентов с конечно разностной аппроксимацией градиента. Эффективные коэффициенты диффузии приведены в табл. 2 с доверительной вероятностью 95 %, относительная ошибка не превышала 25 %.

Таблица 2. **Эффективные коэффициенты диффузии ($D_{эф}$, см^2/с) в диффузионной паре щелочноборосиликатное–свинцовоборосиликатное стекло при различных температурах диффузионного отжига**

T, °C	Na^+	K^+	Cs^+	Mg^{2+}	Ca^{2+}	Ba^{2+}
440	$3{,}98\cdot10^{-11}$	$1{,}12\cdot10^{-12}$	–	–	$5{,}01\cdot10^{-17}$	$1{,}00\cdot10^{-16}$
510	$1{,}26\cdot10^{-9}$	$1{,}12\cdot10^{-10}$	$8{,}91\cdot10^{-16}$	–	$3{,}16\cdot10^{-14}$	$1{,}26\cdot10^{-13}$
550	$3{,}16\cdot10^{-9}$	$3{,}55\cdot10^{-10}$	$1{,}58\cdot10^{-14}$	–	$1{,}99\cdot10^{-13}$	$1{,}00\cdot10^{-12}$
580	$2{,}24\cdot10^{-8}$	$3{,}98\cdot10^{-9}$	$1{,}78\cdot10^{-12}$	$6{,}31\cdot10^{-17}$	$5{,}62\cdot10^{-12}$	$3{,}98\cdot10^{-11}$
600	$3{,}98\cdot10^{-8}$	$1{,}00\cdot10^{-8}$	$1{,}00\cdot10^{-11}$	$1{,}99\cdot10^{-15}$	$1{,}99\cdot10^{-11}$	$1{,}78\cdot10^{-10}$
620	$7{,}08\cdot10^{-8}$	$1{,}99\cdot10^{-8}$	$7{,}94\cdot10^{-11}$	$3{,}16\cdot10^{-13}$	$1{,}25\cdot10^{-10}$	$5{,}37\cdot10^{-10}$
650	$1{,}78\cdot10^{-7}$	$5{,}62\cdot10^{-8}$	$6{,}31\cdot10^{-10}$	$1{,}99\cdot10^{-12}$	$3{,}16\cdot10^{-10}$	$3{,}16\cdot10^{-9}$

Для описания температурной зависимости кинетических процессов – самодиффузии, электропроводности, внутреннего трения, вязкого течения, скорости химических реакций и других – обычно используют уравнение Аррениуса $D = D_0 \exp(-\frac{\Delta E}{RT})$, описывающее экспериментально наблюдаемую линейную зависимость между логарифмом исследуемого свойства и обратной температурой. Параметры температурной зависимости (предэкспоненциальный множитель D_o и энергия активации ΔE) определяются природой мигрирующих катионов и физико-химическими свойствами вещества [2–7]. Для процессов многокомпонентной диффузии величины ΔE и D_o физического смысла не имеют и могут рассматриваться только как формальные параметры температурной зависимости.

Коэффициенты взаимодиффузии являются сложными функциями кинетических и термодинамических характеристик многокомпонентной системы и зависят от состава силикатного расплава. Изменение температуры неодинаково влияет на величину этих характеристик и аррениусовская зависимость для коэффициентов взаимной диффузии в общем случае выполняться не должна, а энергия активации взаимодиффузии, экспериментально определяемая как $\Delta E = -R\dfrac{d\ln D}{d(1/T)}$ может зависеть не только от концентрации, но и от температуры.

Однако в исследованном интервале температур для всех исследованных стекол при фиксированной концентрации величина ln D является линейной функцией $1/T$. Это иллюстрирует рис. 1, где приведена зависимость диффузионной подвижности (lg D) щелочных и щелочноземельных катионов от обратной температуры для щелочносиликатных стекол в интервале температур 440–650 °С.

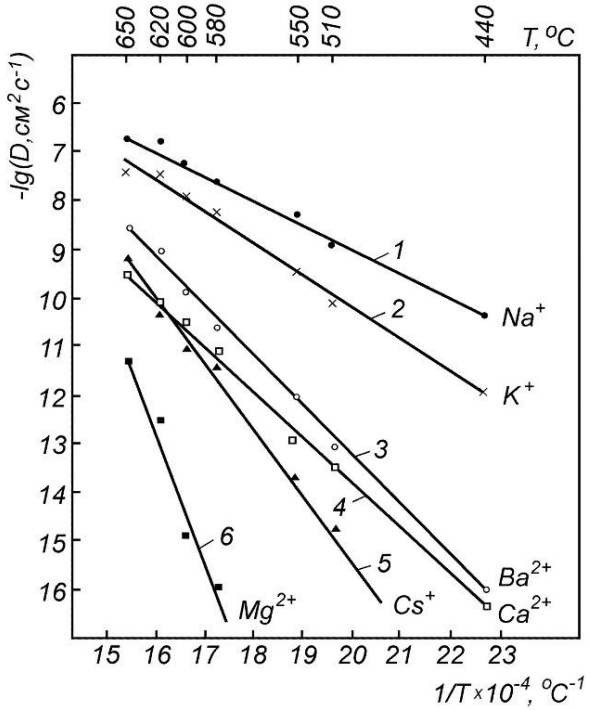


Рис. 1. Температурная зависимость эффективных коэффициентов диффузии различных катионов в расплаве стекла системы $PbO–ZnO–B_2O_3–SiO_2$

В интервале температур 440–650 °С зависимость lg D щелочных и щелочноземельных катионов от обратной температуры удовлетворительно описывается уравнением $\lg D = \lg D_0 - \dfrac{E_{\text{дифф}}}{2.3RT}$, где D – коэффициент диффузии при температуре T, K, Do – предэкспоненциальный множитель, Едифф. – энергия активации диффузии, R – газовая постоянная.

Так как опытным путем определены значения эффективных коэффициентов диффузии при семи различных температурах, можно составить семь условных уравнений. Эта система уравнений приводится к двум нормальным уравнениям относительно

неизвестных lg Do и Едифф. Решая эти уравнения, получили параметры температурной зависимости коэффициентов диффузии, которые приведены в табл. 3.

Таблица 3. **Диффузия щелочных и щелочноземельных катионов в диффузионной паре щелочноборосиликатное–свинцовоборосиликатное стекло в интервале температур 440–650 °С**

Катион	$-\lg D_o$, см^2/с	$E_{дифф}$, кДж/моль
Na^+	5,7	234,4
K^+	7,5	284,3
Cs^+	26,9	668,8
Mg^{2+}	39,3	945,4
Ca^{2+}	13,85	452,7
Ba^{2+}	16,93	539,5

На рис. 2 приведены зависимости диффузионной подвижности щелочных и щелочноземельных катионов щелочносиликатных стекол в расплаве стекла системы $PbO–ZnO–B_2O_3–SiO_2$ от величины ионного радиуса катионов при 620 °С.

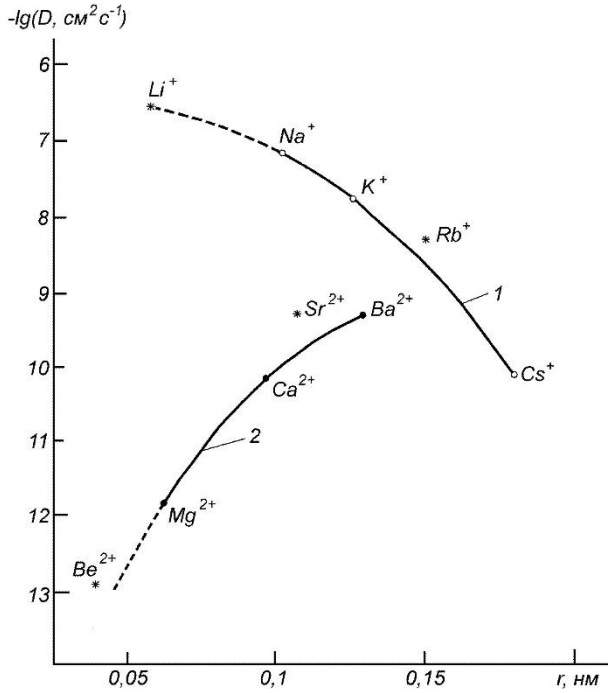


Рис. 2. Зависимость диффузионной подвижности щелочных (1) и щелочноземельных (2) катионов в расплаве стекла системы $PbO–ZnO–B_2O_3–SiO_2$ от величины их ионного радиуса при 620 °С (и штриховые линии – данные литературных источников)*

Наибольшей диффузионной подвижностью обладают ионы натрия, входящие в состав щелочносиликатного стекла. Подвижность щелочных катионов с большим радиусом (калия и цезия) резко уменьшается при увеличении их ионного радиуса, а коэффициенты диффузии цезия в интервале температур 580–650 °С на три-четыре порядка меньше, чем D_{Na} (см. табл. 2). Диффузия ионов Li^+ и Rb^+ нами не исследовалась, но данные литературных источников [8], где приведены коэффициенты диффузии катионов Li^+ при различных температурах в

литиевосиликатном стекле и [9], где определены коэффициенты диффузии Na^+ и Rb^+ в стеклах системы $(I–X)Na_2O–XRb_2O–3SiO_2$ удовлетворительно вписываются в зависимость диффузионной подвижности, приведенную на рис. 2 и имеют ту же тенденцию, что и исследованные нами щелочные катионы, т. е. при увеличении ионного радиуса диффузионная подвижность катиона уменьшается.

С повышением температуры до 650 °С различие в диффузионной подвижности несколько уменьшается, однако во всем исследованном интервале температур (440–650 °С) $D_{Li} > D_{Na} > D_K > D_{Rb} > D_{Cs}$. Характер зависимости для всех исследованных стекол имеет одинаковые закономерности, что свидетельствует о том, что механизм диффузии одинаковый во всех вышеприведенных случаях и связан с особенностями строения поверхностных слоев стекла.

Зависимость диффузионной подвижности щелочноземельных катионов от размера катиона имеет другой характер. Диффузионная подвижность Ca^{2+} и Ba^{2+} меняется незначительно и близка к подвижности цезия. В этой же области находится и стронций [10]. Из исследованных стекол минимальная скорость диффузии отмечена у катионов Mg^{2+}, который имеет меньший ионный радиус (ионный радиус уменьшается в ряду $Ba^{2+}\rightarrow Sr^{2+}\rightarrow Ca^{2+}\rightarrow Mg^{2+}\rightarrow Be^{2+}$). Катион бериллия имеет наименьший размер и его диффузионная подвижность, судя по [5, 11] меньше, чем у магния.

Из вышеизложенного следует, что коэффициент диффузии щелочных и щелочноземельных катионов в паре щелочносиликатное– свинцовоборосиликатное стекло не является однозначной функцией ионного радиуса щелочных и щелочноземельных катионов, а зависит от множества факторов, в т. ч. структурных, химических, энергетических.

Отмеченные закономерности по влиянию величины ионного радиуса катиона на его диффузионную подвижность схожи еще с одним свойством стекла, зависящим от структуры – смачиванием различных поверхностей расплавами стекол. Для щелочных катионов с увеличением их радиуса уменьшается подвижность и значительно ухудшается смачивающая способность, т. е. чем больше радиус вводимого иона, тем смачивание хуже. Исключение составляют только литиевые расплавы. Следовало ожидать, что литиевые расплавы должны лучше смачивать поверхности, чем натриевые, так как радиус иона лития меньше, чем иона натрия. Однако при смачивании литиевым стеклом наблюдается кристаллизация расплава, и смачивание ухудшается [12].

Смачивание различных поверхностей при последовательном использовании в стеклах оксидов щелочноземельных металлов в эквимолярных количествах также зависит от величины ионного радиуса катиона, т. е. с возрастанием ионного радиуса смачивание улучшается в ряду $Mg^{2+} \rightarrow Ca^{2+} \rightarrow Ba^{2+}$ и $Zn^{2+} \rightarrow Cd^{2+}$. В таком же порядке увеличивается и подвижность катионов.

Сопоставление диффузионных характеристик щелочных и щелочноземельных катионов в диффузионной паре щелочноборосиликатное– свинцовоборосиликатное стекло с ионным потенциалом катиона Z/R, где Z – заряд иона, R – его радиус, приведено в табл. 4.

С повышением температуры термообработки до 650 °С энергия активации диффузии уменьшается за счет повышения разницы мольных объемов замещающихся компонентов стекол, причем энергия активации диффузии в пределах 440–550 °С в ~1,2–1,4 раза выше соответственной энергии активации на участке 550–650 °С (см. табл. 3 и 4).

Как видно из табл. 4 для однозарядных щелочных ионов с уменьшением ионного потенциала катиона происходит монотонное уменьшение коэффициента диффузии и увеличение энергии активации диффузии. Двухзарядные щелочноземельные катионы можно

разделить на две группы, в которых коэффициент диффузии практически постоянный: первая группа – Ba^{2+}, Sr^{2+}, Ca^{2+} и вторая – Mg^{2+}, Be^{2+}.

Таблица 4. **Параметры диффузии щелочных и щелочноземельных катионов в диффузионной паре щелочноборосиликатное–свинцовоборосиликатное стекло в интервале температур 550–650 °С**

Катион	Ионный потенциал катиона, *Z*/*R*	$D_{620\,°C}$, см^2/с	Энергия активации, $E_{дифф}$, кДж/моль
Li^+	1,67	$3{,}02\cdot10^{-7}$ [8]	–
Na^+	1,05	$7{,}08\cdot10^{-8}$	219,9
K^+	0,75	$1{,}99\cdot10^{-8}$	260,5
Rb^+	0,68	$6{,}45\cdot10^{-9}$ [9]	–
Cs^+	0,59	$7{,}94\cdot10^{-11}$	637,6
Ba^{2+}	1,48	$5{,}37\cdot10^{-10}$	349,16
Sr^{2+}	1,79	$6{,}30\cdot10^{-10}$ [10]	–
Ca^{2+}	2,02	$1{,}25\cdot10^{-10}$	412,42
Mg^{2+}	3,08	$3{,}16\cdot10^{-13}$	900,8
Be^{2+}	5,71	$1{,}26\cdot10^{-13}$ [11]	–

Зависимость энергии активации диффузии щелочных и щелочноземельных катионов от величины ионного радиуса приведена на рис. 3.

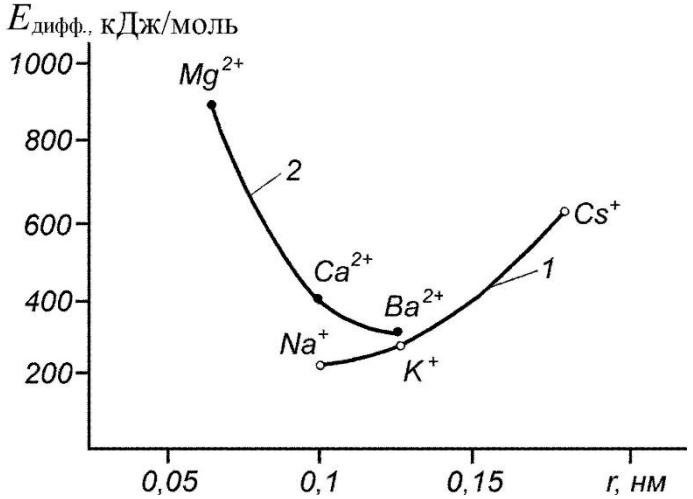


Рис. 3. Зависимость энергии активации диффузии щелочных (1) и щелочноземельных (2) катионов в расплаве стекла системы $PbO–ZnO–B_2O_3–SiO_2$ от величины ионного радиуса катионов в интервале температур 550–650 °С

К сожалению, в литературе полностью отсутствуют данные об исследовании диффузионной подвижности щелочных и щелочноземельных катионов при взаимодействии расплавленных многокомпонентных стекол и их сравнительные характеристики от величины ионного радиуса, в основном все исследования посвящены изучению взаимодействия расплавов стекол с расплавами солей. Поэтому зависимость энергии активации диффузии щелочных и щелочноземельных катионов в расплаве стекла системы $PbO–ZnO–B_2O_3–SiO_2$ от

величины ионного радиуса катионов не может быть сравнена с какими-либо другими результатами**.** Однако, известно [13], что вследствие различия подвижностей ионов на границе расплавов возникает диффузионная разность потенциалов, которая тормозит движение более быстрого иона и ускоряет движение более медленного. Естественно, что указанный эффект возникновения диффузионной разности потенциалов проявляется тем в более сильной степени, чем больше различие подвижностей обменивающихся катионов. Поэтому в случае взаимной диффузии Ba^{2+} и K^{+}, а также Na^{+}, при увеличении температуры термообработки расплавов стекол следует ожидать сближения подвижностей этих ионов и снижения влияния диффузионного потенциала из-за нивелирования различия в размерах ионов и прочности их закрепления в каркасе стекла (см. рис. 2), а в случае взаимной диффузии $Ba^{2+}\leftrightarrow 2Li^{+}$ наоборот. С повышением температуры различия подвижностей диффундирующих ионов нивелируются.

По-видимому, на миграционные процессы в расплавах многокомпонентных стекол влияет не только величина ионного радиуса и прочность закрепления катиона в окружающем его кислородном тетраэдре, но и возможные локальные изменения в анионной матрице стекла при диффузии в нее катиона.

В отличие от кристаллов, стекло не имеет дефектов типа вакансий, обеспечивающих диффузионное движение частиц. Диффузия в стеклах обусловлена в основном флуктуационными микропустотами, которые образуются при тепловых колебаниях атомов решетки. Только частицы, в окрестности которых возникают микропустоты, имеют возможность совершать перескоки из одного равновесного положения в другое.

Выводы

В [5] встречаются зависимости энергии активации электропроводности твердых стекол от величины заряда катионов. Характер зависимости практически такой же, как в настоящем исследовании, но величины энергии активации гораздо меньше, причем для щелочноземельных катионов различие гораздо больше, чем для однозарядных щелочных. По-видимому, при самодиффузии катион, преодолевший потенциальный барьер и совершивший диффузионный скачок, переходит в вакантный узел или междоузлие и попадает в позицию, эквивалентную той, где он находился. В нашем случае, совершив диффузионный скачок, катион оказывается в узле или междоузлии в кислородном полиэдре, не отвечающем его координации. Вероятно, различие в величинах энергии активации и заключается во вкладе в энергию активации величины, необходимой для перестройки кремнекислородной матрицы стекла в соответствии с координационными требованиями диффундирующего катиона.

Таким образом, при переходе от стекол с щелочными катионами (Na^{+}, K^{+}, Cs^{+}) к стеклам с щелочноземельными катионами (Mg^{2+}, Ca^{2+}, Ba^{2+}) в интервале температур 440–650 °С скорость диффузии уменьшается, а энергия активации увеличивается двукратно за счет увеличения энергии переноса двухзарядных ионов.

Регулируя процессы взаимопроникновения ионов, которые развиваются в стеклообразующих системах, путем варьирования составов и режимов термообработки многокомпонентных стекол можно получать стеклокомпозиты инструментального назначения с необходимыми физико-механическими свойствами.

Викладено основні результати дослідження впливу сили поля різних катіонів на іонну дифузію в силікатних багатокомпонентних системах, які широко використовуються в якості зв'язуючих

інструментальних абразивовмісних композиційних матеріалів різного функціонального призначення. Показано, що, ефективні коефіцієнти дифузії лужного та лужноземельного катіонів в дифузійної парі не є однозначною функцією іонного радіуса катіона, а залежать від структурних факторів і енергії зв'язку з іншими іонами розплаву.

Ключові слова: *скло, лужні та лужноземельні катіони, дифузія, енергія активації дифузії, ефективний коефіцієнт дифузії, абразивовмісні композити.*

S. A. Kukharenko

INVESTIGATION OF THE INFLUENCE OF THE POWER OF THE FIELD OF VARIOUS CATIONS ON ION DIFFUSION IN MULTICOMPONENT SILICATE SYSTEMS

The main results of the investigation of the effect of the field strength of various cations on ion diffusion in silicate multicomponent systems are widely used as bonding tool abrasive composite materials of various functional purposes. It is shown that the effective diffusion coefficients of alkali and alkaline-earth cations in the diffusion vapor are not a single-valued function of the ionic radius of the cation, but depend on structural factors and binding energy with other ions of the melt.

Key words*: glass, alkaline and alkaline-earth cations, diffusion, diffusion activation energy, effective diffusion coefficient, abrasive-containing composites*

Литература

1. Кухаренко С. А., Шило А. Е., Бондарев Е. К. Структурные превращения в смеси стекол натрийборосиликатной и свинцовоцинкборосиликатной систем при нагреве // Сверхтв. материалы. – 2005. – № 4. – С. 47–55.
2. Sen S., Stebbins J. F. Na-ion transport in borate and germanate glasses and liquids: a Na^{23} and B^{11} NMR spin-lattice-relaxation study // Physical Review B. – 1997. – 55. – N 6. – P. 3512–3519.
3. Ahmed A. A., Abdallah E. W. Effect of ion exchange and heat treatment conditions on the diffusion of silver into a soda-lime-silica glass // Physics and Chemistry of Glasses. – 1997. – 38. – N 1. – P. 42–50.
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. Anderson O. L., Stuart D. A. Calculation of activation energy of ionic conductivity in silica glasses by classical methods // J. Amer. Ceram. Soc. – 1954. – 37. – N 12. – P. 573–580.
6. Филипович В. Н. Теория электропроводности двущелочных силикатных стекол и полищелочной эффект // Физика и химия стекла. – 1980. – 6. – № 4. – С. 369–382.
7. Kirchheim R. Influence of disorder on the diffusion of alkali ions in SiO_2 and GeO_2 glasses // J. Non-Crystalline Solids. – 1983. – 55. – N 2. – P. 243–255.
8. Li W., Garofalini S. H. Molecular dynamics simulation of lithium diffusion in Li_2O–Al_2O_3–SiO_2 glasses // Solid State Ionics. – 2004. – 166. – P. 365–373.
9. McVay G. L., Day D. E. Diffusion and internal friction in Na–Rb silicate glasses // J. Amer. Ceram. Soc. – 1970. – 53. – N 9. – P. 508–513.
10. Varshneya A. K., Cooper A. R. Diffusion in the system K_2O–SrO–SiO_2: II, cation self-diffusion coefficients // J. Amer. Ceram. Soc. – 1972. – 55. – N 4. – P. 220–223.
11. Моисеев В. В., Пермякова Т. В., Соболев Е. В., Соколова Э. А. Изучение взаимодействия щелочносиликатных стекол с расплавами солей, содержащими добавки двухвалентных катионов стекол // Физика и химия стекла. – 1982. – 8. – № 1. – С. 59–66.
12. Шило А. Е. Стеклопокрытия для порошков сверхтвердых материалов. – Киев: Наук. думка, 1988. – 208 с.

13. Свиридов С. И., Лопатина Н. П., Макеева Н. М., Жабрев В. А. Изучение диффузионных процессов при контакте щелочных и щелочноземельных силикатных расплавов // Физика и химия стекла. – 1982. – 8. – № 3. – С. 291–296.

Поступила 16.04.18

References

1. Kukharenko, S.A., Shilo, A. E., & Bondarev, E. K. (2005). Strukturnye prevrashcheniia v smesi stekol natriiborosilikatnoi i svintsovotsinkborosilikatnoi sistem pri nagreve [Structural transformations in a mixture of glasses of sodium borosilicate and lead-zinc borosilicate systems under heating]. *Sverkhtverdye Materialy. – Journal of Superhard Materials, 4,* 47–55 [in Russian].
2. Sen S., & Stebbins J. F. (1997). Na-ion transport in borate and germanate glasses and liquids: a Na^{23} and B^{11} NMR spin-lattice-relaxation study. *Physical Review B, Vol. 55, 6,* 3512–3519.
3. Ahmed A. A., Abdallah E. W. (1997). Effect of ion exchange and heat treatment conditions on the diffusion of silver into a soda-lime-silica glass. *Physics and Chemistry of Glasses, Vol. 38, 1,* 42–50.
4. Kirchheim R. (2003). On the mobility of alkaline earth ions in mixed alkali alkaline earth silicate glasses. *J. Non-Crystalline Solids, Vol. 328, 1-3,* 157–163.
5. Anderson O. L., & Stuart D. A. (1954). Calculation of activation energy of ionic conductivity in silica glasses by classical methods. *J. Amer. Ceram. Soc, Vol. 37, 12*, 573–580.
6. Filipovich, V. N. (1980). Teoriia elektroprovodnosti dvushchelochnykh silikatnykh stekol i polishchelochnoi effekt [The theory of the electrical conductivity of two-alkali silicate glasses and the polyalkaline effect]. *Fizika i khimiya stekla. – Physics and Chemistry of Glass, 6, 4,* 369–382 [in Russian].
7. Kirchheim, R. (1983). Influence of disorder on the diffusion of alkali ions in SiO_2 and GeO_2 glasses. *J. Non-Crystalline Solids, Vol. 55, 2,* 243–255.
8. Li, W., & Garofalini, S. H. (2004). Molecular dynamics simulation of lithium diffusion in $Li_2O–Al_2O_3–SiO_2$ glasses. *Solid State Ionics, Vol. 166,* 365–373.
9. McVay, G. L., & Day, D. E. (1970). Diffusion and internal friction in Na–Rb silicate glasses. *J. Amer. Ceram. Soc., Vol. 53, 9,* 508–513.
10. Varshneya, A. K., & Cooper, A. R. (1972). Diffusion in the system $K_2O–SrO–SiO_2$: II, cation self-diffusion coefficients. *J. Amer. Ceram. Soc., Vol. 55, 4*, 220–223.
11. Moiseev, V. V., Permiakova, T. V., Sobolev, E. V., & Sokolova, E. A. (1982). Izuchenie vzaimodeistviia shchelochnosilikatnykh stekol s rasplavami solei, soderzhashchimi dobavki dvukhvalentnykh kationov stekol [Study of the interaction of alkali silicate glasses with salt melts containing additions of bivalent cations of glasses]. *Fizika i khimiya stekla – Physics and Chemistry of Glass, 8, 1,* 59–66 [in Russian].
12. Shilo, A. E. (1988). *Steklopokrytiia dlia poroshkov sverkhtverdykh materialov [Glass coverings for powders of superhard materials]*. Kiev: Nauk. dumka [in Russian].
13. Sviridov, S. I., Lopatina, N. P., Makeeva, N. M., & Zhabrev, V. A. (1982). Izucheniye diffuzionnykh protsessov pri kontakte shchelochnykh i shchelochnozemel'nykh silikatnykh rasplavov [Study of diffusion processes upon contact of alkaline and alkaline-earth silicate melts]. *Fizika i khimiya stekla – Physics and Chemistry of Glass, 8, 3,* 291–296 [in Russian].

УДК 678.5.066:543.422

В. С. Гаврилова, інж. [1]; **Є. О. Пащенко,** д-р техн. наук[1]; **С. В. Жильцова**, канд. хім. наук[2]; **С. М. Остапюк,** інж.[3]

[1]Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська, 2, 04074 м. Київ, Україна, e-mail: vsgavrilova@gmail.com
[2]Донецький національний університет імені Василя Стуса, вул. 600-річчя, 21, 21021 м. Вінниця, Україна
[3]Інститут хімії високомолекулярних сполук НАН України, вул. Харківське шосе, 48, 02000 м. Київ, Україна

ДОСЛІДЖЕННЯ МЕТОДОМ ІНФРАЧЕРВОНОЇ СПЕКТРОСКОПІЇ ФОРМУВАННЯ СТРУКТУРИ ЕПОКСИДНО-ПОЛІСИЛОКСАНОВОГО НАНОКОМПОЗИТУ

Наведено результати досліджень методом ІЧ-спектроскопії зміни хімічної будови і природи хімічних зв'язків епоксидно-полісилоксанового нанокомпозиту з підвищеною адгезією до титанових сплавів при введенні частинок модифікуючої добавки і високодисперсного антифрикційного наповнювача, а також під дією великих зсувних напружень у процесі холодного пластичного деформування. Показано, що внаслідок пластичної деформації не відбувається хімічної чи фізичної деструкції полімерних ланцюгів композиту, проте спостерігається перерозподіл водневих зв'язків у його структурі і фізичних зв'язків з наповнювачем, а також збільшується кількість зв'язків, які відповідають за адгезію до поверхні титану.

***Ключові слова**: епоксидно-полісилоксановий нанокомпозит, ІЧ-спектроскопія, структура, тверде мастило для холодного пластичного деформування, адгезія.*

Вступ

Поліпшення експлуатаційних і фізико-механічних властивостей антифрикційних композиційних матеріалів, що застосовуються для запобігання схоплювання при обробці циліндричних отворів у деталях методом холодного пластичного деформування [1], є актуальним завданням.

У даній роботі наведено результати досліджень методом інфрачервоної (ІЧ) спектроскопії хімічної будови і природи хімічних зв'язків епоксидно-полісилоксанового нанокомпозиту з підвищеною адгезією до титанових сплавів при введенні частинок модифікуючої добавки і високодисперсного антифрикційного наповнювача, а також під дією великих зсувних напружень у процесі холодного пластичного деформування.

Методика експерименту

Для дослідження виготовили зразки епоксидного полімеру сітчастої будови без добавок (вихідного), а також з додаванням високодисперсних наповнювачів (полісилоксанових частинок (ПСЧ), отриманих золь-гель методом) без вмісту або з вмістом антифрикційного наповнювача (графіт) [2].

Хімічну будову полімерних композитів та природу хімічних зв'язків, які виникають при їх структуроутворенні, встановлено на основі спектрів, виміряних в ІЧ області [3]. Поглинання синтезованих композитів в ІЧ області вивчили методом Фур'є трансформаційної інфрачервоної (ФТІЧ) мікроспектроскопії [4] у відбитому світлі на приладі Tensor 37 фірми Bruker в області 400–4000 $см^{-1}$.

Результати дослідження та їх обговорення

З метою дослідження особливостей формування органо-неорганічних епоксидно-силоксанових нанокомпозитів ангідридного тверднення попередньо було вивчено структуру вихідного полімеру (органічної матриці) на основі діепоксидного олігомеру дігліцидилового етеру дициклогексилолпропану, твердника ізо-метилтетрагідрофталевого ангідриду та прискорювача тверднення третинного аміну. Для цього було проаналізовано ІЧ-спектри вихідних компонентів (рис. 1) та визначено їх взаємовплив.

Як видно з рис. 1 (*1*), у високочастотному діапазоні спектра широка смуга поглинання (хвильове число ν = 3600–3300 см$^{-1}$) з максимумом поглинання 3491 см$^{-1}$ свідчить про валентні коливання ОН-груп – вільних і зв'язаних водневим зв'язком. Смуга поглинання в області ν = 1098 см$^{-1}$ свідчить про валентні коливання С–О зв'язків С–О–Н-груп. Характеристичними дублетними смугами цієї смоли (ν = 910 і 848 см$^{-1}$) є валентні коливання епоксидних груп  (ССО) [4].

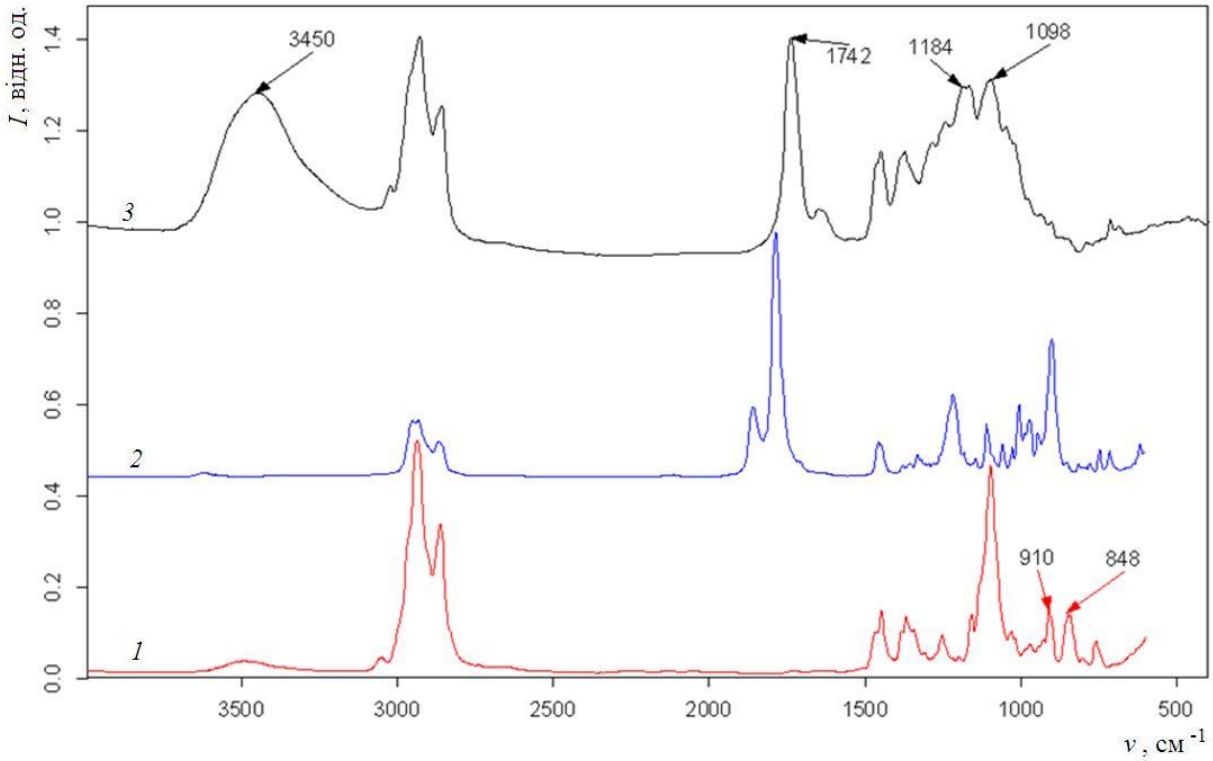


Рис. 1. ІЧ-спектри вихідних компонентів: 1 – епоксидна смола (дігліцидиловий етер дициклогексилолпропану), 2 – твердник (ізо-метилтетрагідрофталевий ангідрид), 3 – продукт реакції – епоксидний полімер

ІЧ-спектр ангідридного твердника (рис. 1 (2)) описується двома смугами поглинання карбонільної групи С=О з положенням максимумів 1860 і 1790 см$^{-1}$, а також характерною смугою 1216 см$^{-1}$, яка властива валентним коливанням С–О одинарного зв'язку.

В процесі тверднення утворюється епоксидний полімер, в ІЧ-спектрі якого відсутні характерні смуги груп С–О–Н (3491 см$^{-1}$), епоксидної групи (910 і 848 см$^{-1}$) смоли й

ангідриду (1860 і 1790 $см^{-1}$) (рис. 1 (*3*)). Це є доказом розкриття епоксидного й ангідридного циклів і подальшої їх взаємодії.

В ІЧ-спектрі з'являються нові смуги, що відповідають за валентні коливання вторинних ОН-груп – симетрична крива з максимумом 3450 $см^{-1}$, з'явився пік 3023 $см^{-1}$, що відповідає валентним коливанням СН-груп при подвійному зв'язку =С–Н, а також естерна група R–(C=O)–O, яка описується трьома зв'язками: С=О (характерний пік 1742 $см^{-1}$ з трьома додатковими смугами у вигляді «плечей»: 1653, 1640, 1630 $см^{-1}$), С–О (1184 і 1167 $см^{-1}$), С–OR_1 (1022, 1049, 1098 $см^{-1}$). Естерна група є характерною для даного полімеру.

При додаванні полісилоксанових частинок до вихідної суміші (рис. 2 (*2*)) смуга поглинання ОН-груп (хвильове число ν = 3600–3300 $см^{-1}$) стає більш симетричною зі зсувом максимуму поглинання до 3423 $см^{-1}$, що свідчить про те, що композит добре структурований – полісилоксанові частинки рівномірно розподілені в структурі композиту, водневі зв'язки групи R–O–H стали міцнішими.

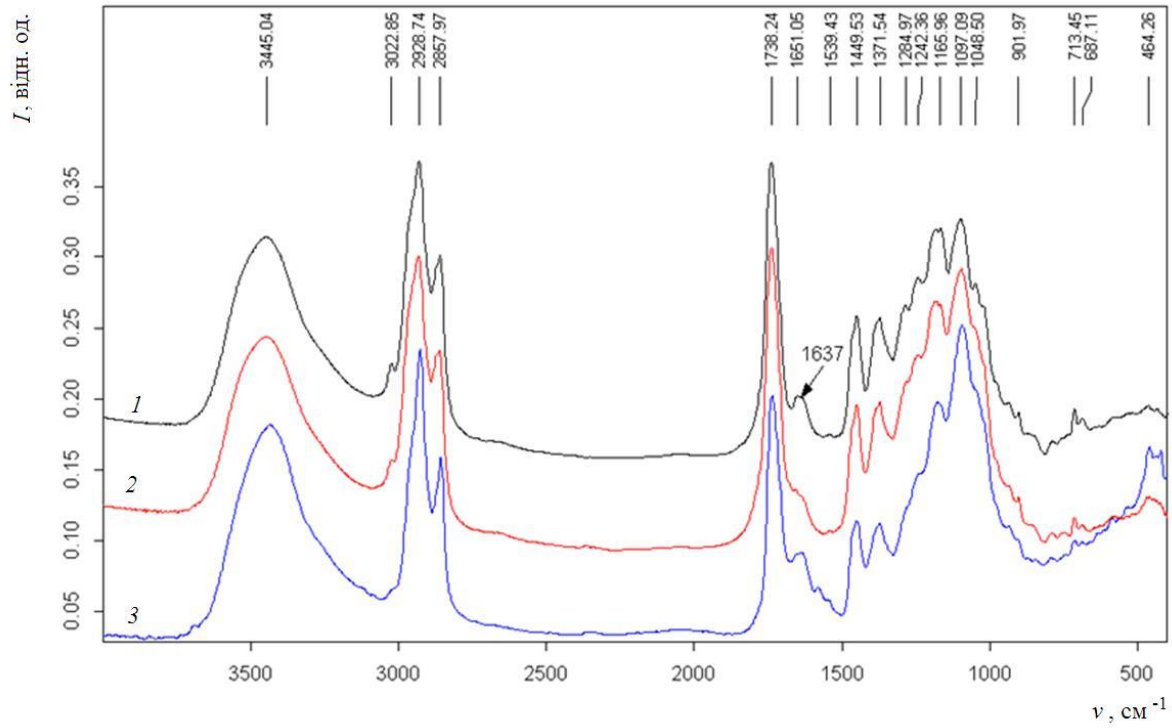


Рис. 2. ІЧ-спектри епоксидних композитів: 1 – вихідного епоксидного полімеру, 2 – з додаванням полісилоксанових частинок, 3 – з додаванням полісилоксанових частинок і графіту

В області 1800–1600 $см^{-1}$ профіль смуги зазнав змін: інтенсивність піків 1742 та 1653 $см^{-1}$ практично не змінилась, проте зменшилась інтенсивність піку 1640 $см^{-1}$ і значно зменшилась інтенсивність піку 1630 $см^{-1}$. Смуга 1184 $см^{-1}$ не змінилася, а інтенсивність смуги 1167 $см^{-1}$ дещо зросла. Смуги 1049 і 1098 $см^{-1}$ не змістились, але їхня інтенсивність зменшилась. Можливо, це вказує на наявність у композиті додаткових взаємодій між компонентами полімерної матриці та функціональними групами полісилоксанових частинок, що підтверджується зникненням смуги 1022 $см^{-1}$, яка пов'язана з коливанням спиртової групи R–O(H).

При додаванні до вихідної суміші колоїдного графіту (рис. 3 (*2*)) в області 3600–3300 см$^{-1}$ відбувається зсув смуги поглинання в область менших частот з 3450 до 3423 см$^{-1}$, вона стає більш асиметричною. Це викликано посиленням водневих зв'язків та збільшенням їхньої неоднорідності.

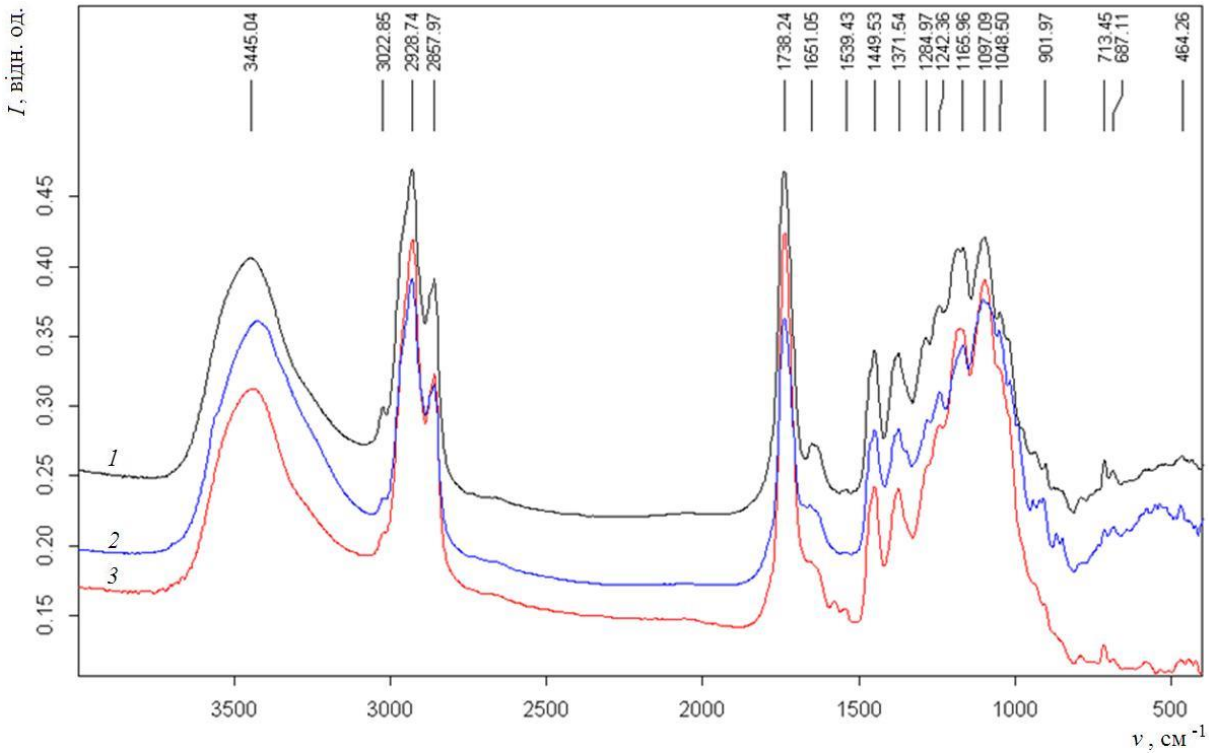


Рис. 3. ІЧ-спектри епоксидних композитів: 1 – вихідного епоксидного полімеру, 2 – з додаванням графіту, 3 – з додаванням полісилоксанових частинок і графіту

З'являються також додаткові піки 3392 і 3560 см$^{-1}$, що свідчить про формування нових водневих зв'язків. В області 1800–1600 см$^{-1}$ фіксуються смуги, пов'язані з коливанням зв'язків функціональних груп RCOR, змінюється профіль смуги та з'являється новий пік 1678 см$^{-1}$, який пов'язаний з валентними коливаннями C=O-зв'язків. Пік 1653 см$^{-1}$ зміщується до 1656 см$^{-1}$, що імовірно пов'язано з утворенням нових π-зв'язків з частинками графіту. В області 1300–1000 см$^{-1}$ смуга 1167 см$^{-1}$ не змінюється, а смуга 1184 см$^{-1}$ зникає. Це пов'язано із взаємодією з графітом естерних груп. Пік 1098 см$^{-1}$ зсувається до 1103 см$^{-1}$, що пов'язано зі зміною сили зв'язку груп C–O–C і C–O–H під впливом наповнювача, імовірно, за рахунок адсорбційної взаємодії.

При одночасному введенні полісилоксанових частинок і колоїдного графіту (рис. 3 (*3*)) до вихідної суміші в області 3600–3300 см$^{-1}$ відбувається зсув смуги поглинання в область менших частот з 3450 до 3434 см$^{-1}$, при цьому вона залишається симетричною. Це свідчить про однорідність зв'язків O–H при певному їхньому посиленні. Інтенсивність піку 3023 см$^{-1}$ значно зменшується. Це викликано тим, що зв'язки =C–H розкрились (внаслідок взаємодії компонентів системи в процесі твердіння), що підтверджується зменшенням інтенсивності смуги 1640 см$^{-1}$.

Змінюється профіль смуги 1750–1600 $см^{-1}$, яка характеризує естерну групу R–(C=O)–O: суттєво зменшились інтенсивності піків 1653 та 1640 $см^{-1}$ (зв'язок C=C), водночас з'явився новий пік 1670 $см^{-1}$. В основному, це викликано взаємодією графіту з групою C=O за рахунок виникнення фізичних зв'язків. В області 1200–1100 $см^{-1}$ відбуваються зміни в дублетній смузі (1184 і 1167 $см^{-1}$): пік 1167 $см^{-1}$ не змінюється, інтенсивність піку 1184 $см^{-1}$ зростає та з'являється плече з максимумом 1193 $см^{-1}$. Інтенсивність смуги 1100–900 $см^{-1}$ (піки 1098, 1049, 1022 $см^{-1}$), яка відповідає валентним коливанням C–OR, зменшується за рахунок утворення зв'язків з полісилоксановими частинками.

Спектральні дані є потужним джерелом інформації про зміни, які відбуваються з композиційним матеріалом не тільки в процесі одержання, а й під час його експлуатації, коли ті чи інші функціональні групи зазнають перетворень, зникають, чи можна спостерігати появу нових типів зв'язків. Зокрема, під дією великих зсувних напружень у процесі холодного пластичного деформування, при якому контактний тиск досягає 3,2 ГПа, в області 3600–3300 $см^{-1}$ відбувається зсув смуги поглинання в область менших частот з 3450 до 3387 $см^{-1}$, вона стає більш симетричною (рис. 4 (*2*)). Це пояснюється збільшенням сили водневого зв'язку C–OH-груп, їхньої однорідності та кількості. Інтенсивність піку 3023 $см^{-1}$ зазнає подальшого зменшення, тобто відбувається розкриття =C–H-зв'язків.

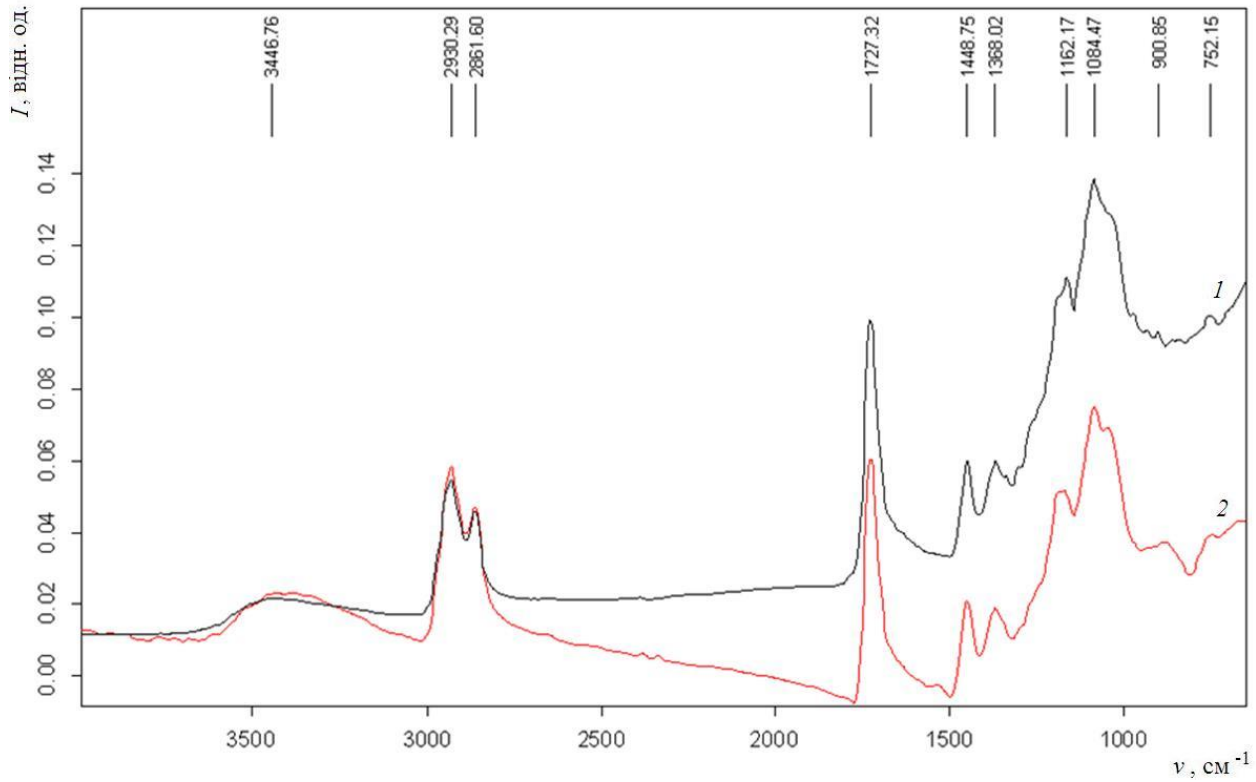


Рис. 4. ІЧ-спектр епоксидно-полісилоксанового нанокомпозиту до (1) і після (2) пластичної деформації

В області 3000–2750 $см^{-1}$ (валентні коливання –C–H-зв'язку, пов'язані з розтягуванням та стисненням полімерного ланцюга) змін не зафіксовано. В області 1490–1300 $см^{-1}$, яка відповідає деформаційним коливанням C–H, змін також не зафіксовано. Це свідчить про те, що після пластичної деформації не відбувається деструкції по цих групах

полімерного ланцюга. Практично не спостерігаються і зміни в інтенсивності та положенні смуги з піком 1742 $см^{-1}$, яка характеризує естерну групу R–(C=O)–O. Все це вказує на відсутність хімічної та фізичної деструкції функціональних груп, що є основою полімерних ланцюгів матриці композиту.

В першому дублеті (1184, 1167 $см^{-1}$) профіль смуг змінюється, імовірно, за рахунок утворення додаткових поверхневих зв'язків з титаном. Відбувається зростання інтенсивності смуги 1049 $см^{-1}$. Можливо, це пов'язано зі збільшенням кількості груп C–O, Si–O в зоні взаємодії з металом, тобто утворенням додаткових зв'язків C–O···Ti, Si–O···Ti. Крім того, з'являється слабка смуга з піком 880 $см^{-1}$, яка може бути пов'язана зі зв'язком Si–O···Ti.

Висновки

1. В процесі тверднення утворюється епоксидний полімер, в ІЧ-спектрі якого з'являються нові смуги, що відповідають за валентні коливання вторинних ОН-груп, валентні коливання СН-груп при подвійному зв'язку =C–H, а також з'являється естерна група R–(C=O)–O, яка описується трьома зв'язками: C=O, C–O, C–OR_1. Естерна група є характерною для даного полімеру.
2. При додаванні полісилоксанових частинок, які рівномірно розподіляються в структурі композиту, водневі зв'язки групи R–O–H стають міцнішими. Це вказує на наявність у композиті додаткових взаємодій між компонентами полімерної матриці та функціональними групами полісилоксанових частинок.
3. При додаванні колоїдного графіту формуються нові водневі зв'язки, неоднорідні за своєю силою, що призводить до послаблення однорідності упаковки ланцюгів матриці. Взаємодія з графітом естерних груп змінює сили зв'язку груп C–O–C і C–O–H.
4. При одночасному введенні полісилоксанових частинок і колоїдного графіту відбувається посилення зв'язків O–H і покращення їхньої однорідності. Зв'язки =C–H розкриваються внаслідок взаємодії компонентів системи в процесі тверднення. Відбувається взаємодія графіту з групою C=O за рахунок виникнення фізичних зв'язків. Кількість груп C–OR зменшується за рахунок утворення зв'язків з полісилоксановими частинками.
5. Внаслідок пластичної деформації не відбувається хімічної чи фізичної деструкції полімерних ланцюгів композиту, проте спостерігається перерозподіл водневих зв'язків в його структурі і фізичних зв'язків з наповнювачем, а також збільшується кількість зв'язків, які відповідають за адгезію до поверхні титану.

Приведены результаты исследований методом ИК-спектроскопии изменения химического строения и природы химических связей эпоксидно-полисилоксанового нанокомпозита с повышенной адгезией к титановым сплавам. Показано, что в результате пластической деформации не происходит химической или физической деструкции полимерных цепей композита, однако наблюдается перераспределение водородных связей в его структуре и физических связей с наполнителем, а также увеличивается количество связей, которые отвечают за адгезию к поверхности титана.

Ключевые слова: *эпоксидно-полисилоксановый нанокомпозит, ИК-спектроскопия, структура, твердая смазка для холодного пластического деформирования, адгезия.*

V. S. Havrylova, E. O. Pashchenko, S. V. Zhyltsova, S. M. Ostapiuk

INVESTIGATION OF THE FORMATION OF THE EPOXY-POLYSIYLOXANE NANOCOMPOSIT STRUCTURE BY THE INFRARED SPECTROSCOPY METHOD

The results of a study of the chemical structure changes and the nature of the chemical bonds of the epoxy-polysiloxane nanocomposite with enhanced adhesion to titanium alloys with the introduction of particles of a modifying additive and highly disperse antifriction filler, and also under the action of large shear stresses during the cold plastic deformation are presented. These studies were carried out by IR spectroscopy. It is shown that the chemical or physical destruction of polymer chains of the composite does not occur due to the action of plastic deformation. However, redistribution of hydrogen bonds in its structure and physical bonds with the filler is observed. The number of bonds that are responsible for adhesion to the titanium surface is increasing.

***Key words**: epoxy-polysiloxane nanocomposite, IR spectroscopy, structure, solid lubricant for cold plastic deformation, adhesion.*

Література

1. Розенберг О. А. Механика взаимодействия инструмента с изделием при деформирующем протягивании. – К.: Наук. думка, 1981. – 288 с.
2. Вязкоупругие свойства антифрикционной твердой смазки для холодного пластического деформирования титановых сплавов / В. С. Гаврилова, С. В. Жильцова, Н. В. Бабкина и др. // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля, 2017. – Вып. 20. – С. 543–550.
3. Наканаси К. Инфракрасные спектры и строение органических соединений. – М.: Мир, 1965. – 216 с.
4. Купцов А. Х., Жижин Г. Н. Фурье-спектры комбинационного рассеяния и инфракрасного поглощения полимеров. Справочник. – М.: Физматлит, 2001. – 566 с.

Надійшла 04.07.18

References

1. Rozenberg, O. A. (1981). *Mekhanika vzaimodeistviia instrumenta s izdeliem pri deformiruiushchem protiagivanii [Mechanics of tool-product interaction with deforming broaching]*. Kyiv: Naukova dumka [in Russian].
2. Havrylova, V. S., Zhyltsova, S.V., Babkina N. V., at al. (2017). Viazkouprugie svoistva antifriktsionnoi tverdoi smazki dlia kholodnogo plasticheskogo deformirovaniia titanovykh splavov [Viscoelastic properties of antifriction solid lubricant for cold plastic deformation of titanium alloys]. *Porodorazrushaiushchii i metalloobrabatyvaiushchii instrument – tekhnika i tekhnologiia ego izgotovleniia i primeneniia. – Rock cutting and metalworking tools - machinery and technology of its production and application, Vol. 20,* 543–550 [in Russian].
3. Nakanasi, K. (1965). *Infrakrasnye spektry i stroenie organicheskirh soedinenii [Infrared spectra and structure of organic compounds]*. Moscow: Mir [in Russian].
4. Kuptsov, A. Kh., Zhizhin, G. N. (2001). *Fur'e-spektry kombinatsionnogo rasseianiia i infrakrasnogo pogloshcheniia polimerov. Spravochnik [Fourier spectra of Raman scattering and infrared absorption of polymers. Directory]*. Moscow: Fizmatlit [in Russian].

УДК 621.921:547.639

В. М. Бичихін, Є. О. Пащенко, д-р. техн. наук; **А. М. Черненко**;
О. В. Лажевська, Д. О. Савченко, кандидати технічних наук;
А. Г. Довгань, Н. А. Щур

Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська, 2, 04074 м. Київ, Україна, e-mail: lab6_1@ism.kiev.ua

РОЗРОБКА КОНСТРУКЦІЇ АЛМАЗНИХ ШЛІФУВАЛЬНИХ СТРІЧОК НА КАУЧУКОВИХ ЗВ'ЯЗКАХ

Розглянуто деякі особливості конструкції неперервних алмазовмісних шліфувальних стрічок на каучукових зв'язках, призначених для виготовлення алмазних кругів великих діаметрів. Проаналізовано послідовність абразивовмісних та безабразивних шарів у багатошаровій конструкції стрічок, що забезпечує високу адгезію алмазного шару до гнучкої основи та еластичність виробу.

***Ключові слова**: еластичний алмазний інструмент, каучукова зв'язка.*

Дотепер алмазний інструмент на каучукових зв'язках застосовувався на фінішних операціях (полірування, остаточне хонінгування та ін.), де відсутні великі подачі і швидкості різання, тому температура в зоні різання була невеликою і під час застосування мастильно-охолоджувальних технологічних середовищ (МОТС).

У зв'язку з необхідністю якісного шліфування нових зносостійких покриттів і високов'язких матеріалів було поставлено питання про використання інструменту на каучукових зв'язках не тільки для полірування, але і для шліфування, оскільки цей інструмент не втрачає різальної здатності, забезпечує необхідну продуктивність та інтенсивне зниження шорсткості обробленої поверхні матеріалу, може бути різного ступеня еластичності.

Однак, попри усі переваги інструменту на каучукових зв'язках, його недоліком є термопластичність алмазовмісного шару, зумовлена наявністю у зв'язці полівінілхлориду. Тому за різкого підвищення температури в зоні різання, що відбувається в процесі шліфування, незважаючи на застосування МОТС, зв'язки розм'якшуються й інструмент втрачає свої різальні властивості. Проте виключити полівінілхлорид зі складу каучукових зв'язок неможливо, тому що він істотно підвищує їхню зносостійкість. Тому для використання інструменту на каучукових зв'язках в режимі шліфування необхідно розв'язати проблему підвищення ефективності охолодження інструменту із застосуванням МОТС.

Висока температура під час шліфування негативно впливає не тільки на інструмент на каучукових зв'язках, а й на стан поверхневого шару оброблюваних деталей. Це особливо відчутно під час шліфування матеріалів, що важко піддаються обробці і характеризуються низькою теплопровідністю, наприклад, оксидів металів, що застосовуються у плазмових покриттях, кераміці, сплавах титану, спечених твердих сплавах, а також матеріалах, чутливих до перегріву (інструментальні, цементовані і поліпшені сталі). У поверхневому шарі деталей з цих матеріалів можуть виникати різні дефекти – припали, мікротріщини, структурні зміни, а також високі внутрішні напруги. За цих обставин для підвищення якості шліфованих деталей велике значення має зведення до мінімуму впливу теплових навантажень.

Тому для кращого підведення МОР з метою більш інтенсивного охолодження алмазовмісного шару інструменту та оброблюваних деталей було запропоновано

виготовляти алмазовмісний шар переривчастим з окремих алмазовмісних елементів у вигляді усічених конусів або усічених призм (рис.1–3).

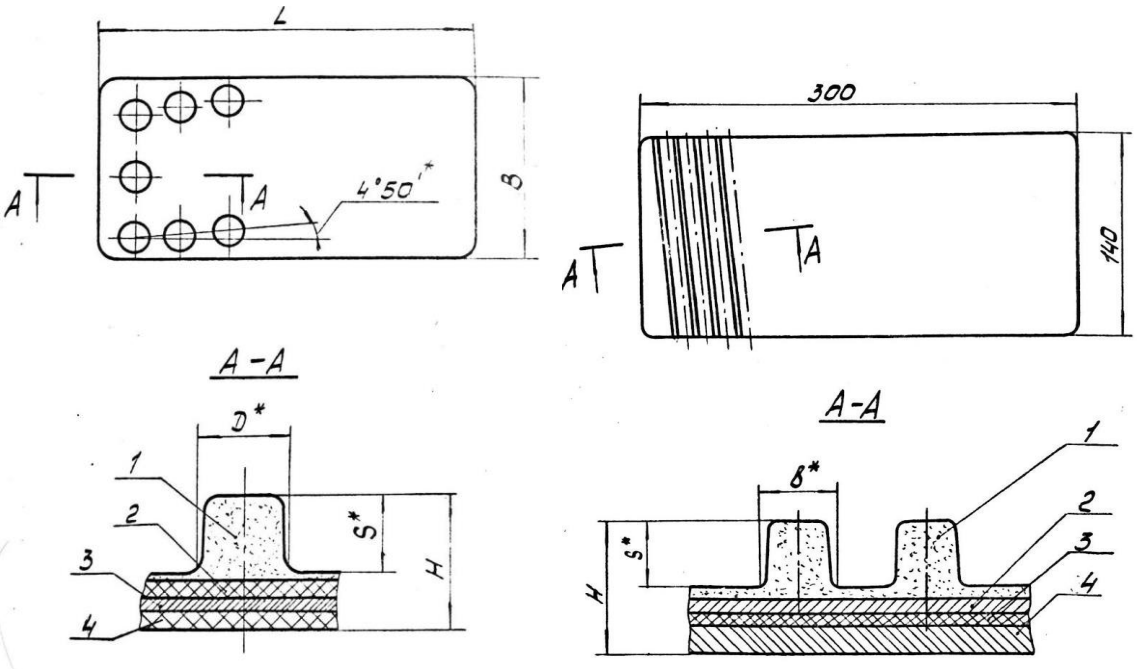


Рис. 1. Різновид конструкцій стрічок типу АСШЛ



Рис. 2. Зовнішній вигляд переривчастої стрічки типу АСШЛ

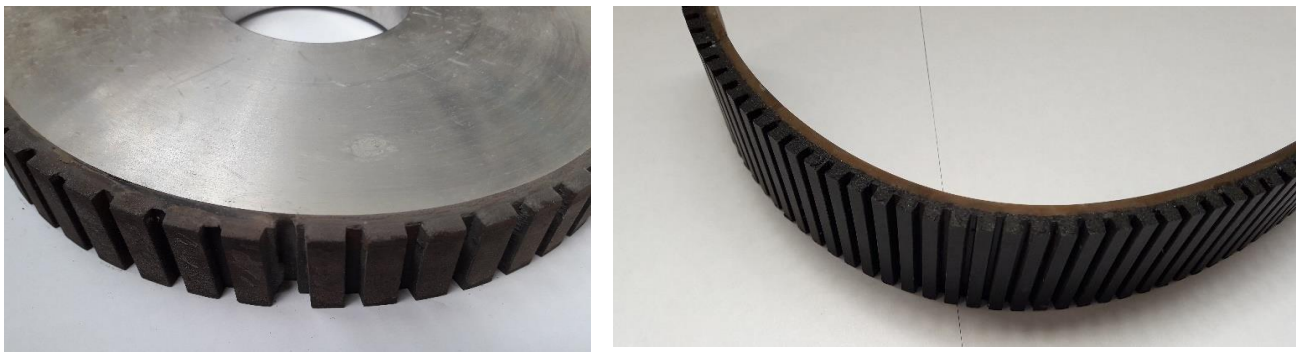


Рис. 3. Стрічка типу АСШЛ на різних етапах виготовлення шліфувального круга діаметром 300 мм

Випробування зазначених переривчастих стрічок показали, що всі запропоновані конструкції алмазовмісного шару забезпечують ефективне підведення охолоджувальної рідини, причому розм'якшення каучукової зв'язки не відбувалося. Алмазовмісний шар переривчастих стрічок (1) зазвичай виготовляється на напівтвердих і твердих каучукових зв'язках (Р23, Р29), що мають низьку текучість, яка після наповнення зв'язки алмазами ще більше зменшується.

Для того, щоб шліфувальні переривчасті стрічки забезпечували не тільки необхідну продуктивність у видаленні припуску оброблюваного матеріалу, а й низьку шорсткість обробленої поверхні, а також мали необхідну гнучкість під час наклеювання на корпус круга, нижній шар стрічок (4) виготовляється високоеластичним з вмістом сірки 1,5 мас. ч. на 100 мас. ч. каучуку.

Як показали проведені авторами дослідження, для міцного з'єднання напівтвердих і твердих каучукових зв'язок з еластичними необхідно помістити між ними проміжний еластичний прошарок (3), що містить 3 мас. ч. сірки на 100 мас. ч. каучуку (зв'язка Р22). В такому разі сірка, що мігрує з жорстких шарів інструменту, створює градієнтний розподіл густини вулканізаційної сітки в шарі (3) вміст сірки в зв'язці, при якому адгезія шарів один до одного мінімальна.

Оскільки текучість жорсткого і напівтвердого алмазовмісного шару стрічок низька, у процесі формування і вулканізації, коли алмазовмісна суміш заповнювала порожнини матриці прес-форми для формування алмазовмісних елементів, спостерігалося витіснення алмазовмісного шару високотекучими безалмазними шарами. Тому під алмазовмісним шаром стрічок розміщують безалмазний шар, виготовлений на зв'язці алмазовмісного шару, який є бар'єром, що запобігає витісненню алмазовмісного шару з порожнин прес-форми. Крім того, він створює передумови для міцного адгезійного з'єднання з окремими алмазовмісними елементами, оскільки вони виготовлені на цій же зв'язці.

Отже, алмазні переривчасті стрічки складаються з 4-х шарів різного ступеня еластичності, кожен з яких має своє функціональне призначення. Разом вони забезпечують високі технологічні та експлуатаційні властивості стрічок.

Тривалі лабораторні та промислові випробування алмазних шліфувальних переривчастих стрічок показали, що з усіх розроблених конструкцій стрічок найбільш прийнятними виявилися стрічки типу АСШЛ. Вони дають змогу виготовляти алмазні шліфувальні круги будь-якого діаметру. Розроблені каучукові зв'язки довели високу ефективність в обробці твердих сплавів, загартованих сталей та скла.

Рассмотрены некоторые особенности конструкции непрерывных алмазосодержащих шлифовальных лент на каучуковых связях, предназначенных для изготовления алмазных кругов больших диаметров. Проанализирована последовательность абразивсодержащих и безабразивных слоев в многослойной конструкции лент, которая обеспечивает высокую адгезию алмазного слоя к гибкой основе и эластичность изделия.

***Ключевые слова**: эластичный алмазный инструмент, каучуковая связка.*

V. Bichinin, Ye. Pashchenko, A. Chernenko, O. Lazhevskaya, D. Savchenko, A. Dovgan, N. Schur

DEVELOPMENT OF DIAMOND GRINDING RIBBONS ON RUBBER BOND

Some features of continuous diamond-containing grinding belts on rubber bonds intended for large diameter diamond wheels are considered. The sequence of abrasive and nonabrasive layers in a multi-layered belt structure is analyzed. This ensures high adhesion of the diamond layer to a flexible base and elasticity of the product.

***Key words**: elastic diamond tool, rubber binder.*

Надійшла 26.06.18

УДК 621.921

В. М. Бичихін; **Є. О. Пащенко**, д-р. техн. наук; **Д. О. Савченко**, **О. В. Лажевська**, кандидати технічних наук[1]; **А. М. Черненко**, **А. Г. Довгань**[1]; **М. С. Шидловський**, канд. техн. наук[2], **Н. А. Щур**[1], **С. В. Скороход**[2], **О. С. Мусієнко**[2]

[1]Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська, 2, 04074, Київ, e-mail: lab6_1@ism.kiev.ua
[2]Національний технічний університет України «КПІ ім. Ігоря Сікорського», просп. Перемоги, 37, 03056, Київ

ПІДВИЩЕННЯ ЕКСПЛУАТАЦІЙНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ АЛМАЗНО-КАУЧУКОВИХ КОМПОЗИТІВ ВВЕДЕННЯМ МЕТАЛОКОМПЛЕКСНИХ СПОЛУК – ДЖЕРЕЛ УЛЬТРАДИСПЕРСНИХ ОКСИДІВ

Обґрунтовано актуальність розробки нових алмазовмісних композитів та інструментів на каучукових зв'язках для обробки зносостійких наплавлень та твердих сплавів. Досліджено вплив металокомплексних добавок – оксихінолінових комплексів нікелю – на низку експлуатаційних показників алмазо-каучукових композицій.

***Ключові слова:** алмазовмісні композити, оксихінолінові комплекси, нікель, каучукові зв'язки, обробка.*

Необхідність підвищення довговічності машин і механізмів (для економного витрачання матеріалів завдяки нанесенню на нові і відновлювані деталі зносостійких покриттів (плазмових, детонаційних)) зумовлює необхідність створення спеціального алмазного шліфувального інструменту для обробки зазначених покриттів і деталей.

Відомо, що 80% випадків виходу з ладу машин і механізмів під час експлуатації пов'язано з їх зношенням у вузлах тертя. Підвищити зносостійкість і продуктивність цих вузлів можна шляхом нанесення зносостійких покриттів: окису алюмінію, твердого сплаву, карбідів вольфраму, хрому, титану та ін., а також покриттів, в яких легуючими елементами є кобальт, нікель, хром, молібден. Високі експлуатаційні властивості цих покриттів дають змогу радикально, у 3–5 разів, а подекуди і в 20–30 разів підвищити ресурс, зносостійкість і корозійну стійкість вузлів і деталей машин. Ці покриття можна застосовувати передусім у

гідророзподільних пристроях, вузлах тертя, запірній арматурі, вимірювальному інструменті, деталях верстатів, механізмів.

Зносостійкі покриття мають високу твердість і тому можуть оброблятися тільки алмазним інструментом.

Однак відсутність до сьогодні алмазного шліфувального інструменту, характеристики якого повністю відповідали умовам якісної обробки таких покриттів, стримувала їхнє впровадження в промисловість. Стандартний інструмент швидко втрачає різальну спроможність, вимагає частого лагодження, утворює припали.

Тому метою досліджень було створення спеціального алмазного інструменту, що має високу стабільну різальну спроможність, не робить припалів під час шліфування зносостійких покриттів, забезпечує низьку шорсткість обробленої поверхні, а також є придатним для високопродуктивного шліфування.

Передбачалося, що паралельно з розробкою нового алмазного інструменту і технології його виготовлення має розроблятися і високоефективний технологічний процес обробки зазначених матеріалів цим інструментом.

Крім придатності якісної обробки зносостійких покриттів і твердих сплавів для нового шліфувального інструменту, існує ще ціла низка істотних вимог: швидке виготовлення за нескладною технологією шліфувальних кругів прямого профілю будь-яких діаметрів, зокрема 1-м і більше, за мінімальних витрат металу на виготовлення корпусів; висота алмазного шару, розробка конструкції алмазовмісного шару інструменту, що забезпечує зниження теплової напруженості процесу обробки, що позитивно позначається на якості оброблюваного матеріалу та інструменту; поєднання в інструменті досить великої жорсткості і високих різальних властивостей із загальною гнучкістю й еластичністю.

Така різноманітність властивостей притаманна алмазному інструменту на каучукових зв’язках.

Наш досвід в галузі розробки алмазовмісних композиційних матеріалів на каучукових зв’язках свідчить про те, що найбільш високі фізико-механічні та триботехнічні властивості мають матеріали, отримані на основі бутадієн-нітрильного каучуку СКН–40. Для таких композитів існує широкий спектр вулканізаційних систем. Більшість з них докладно досліджено в контексті розробки традиційних гумо-технічних виробів. Однак результати досліджень будови та властивостей алмазовмісних композитів на зв’язках з СКН–44 показали, що, враховуючи умови експлуатації таких матеріалів, найбільш доцільним є використання вулканізаційної системи на основі сірки.

Важливою проблемою під час виготовлення та зберігання абразивних композиційних матеріалів на гумових зв’язках на основі каучуку СКН-40 є поступова деградація їхніх властивостей під впливом кисню, який дифундує в матеріал, що містить велику кількість таких каналів міграцій, як міжфазні границі «гумова зв’язка – абразив». Одним з виявів окислювального старіння абразивовмісних композитів на гумових зв’язках є зменшення адгезії між зв’язкою та абразивними зернами.

Стандартний стабілізатор діафен погіршує адгезію зв’язки до алмазу, тому з метою запобігання старіння полімеру під дією кисню використовували оксихінолінові комплекси Cu, Fe, Ni, Cr (рис. 1). Найкращі результати показав комплекс нікелю (Ni2+), отже всі

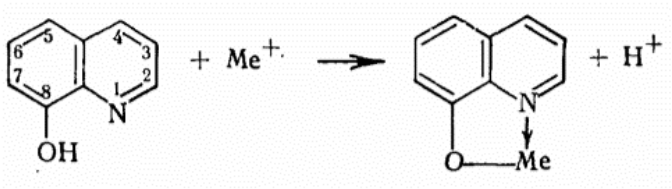


Рис. 1. Схема отримання комплексних сполук

наступні результати отримано з використанням оптимального вмісту оксихінолінового комплексу нікелю в концентрації 5% за масою. Загальна схема отримання комплексних сполук була такою:

Реакції відбувались в кислому середовищі з подальшим виділенням комплексних сполук з розчину у вигляді порошків, які надалі вводили в каучукові композиції.

Подібні комплексні сполуки, введені в каучукові композиції, що вулканізуються сіркою, здатні утворювати додаткові координаційні зв'язки (рис. 2). Останні сприяють суттєвому ущільненню полімерної сітки, збільшенню її стійкості до окислювальної деградації та надалі – підвищенню фізико-механічних показників. Під дією кисню металокомплексні фрагменти повільно розкладаються з утворенням ультрадисперсних частинок оксидів, здатних підвищувати показники міцності та зносостійкості зв'язки навколо зерен абразиву.

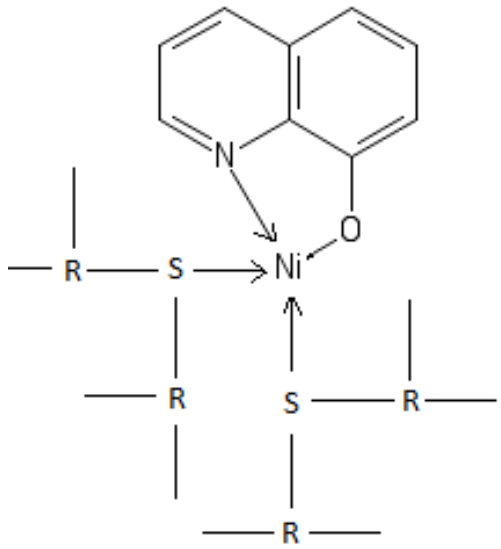


Рис. 2. Схема взаємодії оксихінолінового комплексу нікелю зі зв'язкою та утворення координаційних і ковалентних зв'язків

Згідно з експериментальними даними, введення до абразивовмісної композиції з каучуку СКН-40 5% за масою оксихінолінового комплексу нікелю значно зменшує поглинання кисню композиціями, що містять 10-25 об'ємних відсотків порошків алмазу АС4 125/100:

Суттєве зменшення поглинання кисню композиціями (рис. 3, 4), модифікованими комплексною сполукою металу, добре корелює з підвищенням стійкості композитів, зумовленим вищим рівнем адгезії зв'язки до частинок алмазу та карбіду кремнію. Зокрема, під час шліфування деталей зі зносостійкими наплавленнями та виробів з твердих сплавів стійкість інструменту, що містить металокомплексний стабілізатор, підвищується в 1,3–1,5 разу. Відповідно, механізм цього явища полягає у підвищенні надійності утримання абразивного зерна у зв'язці.

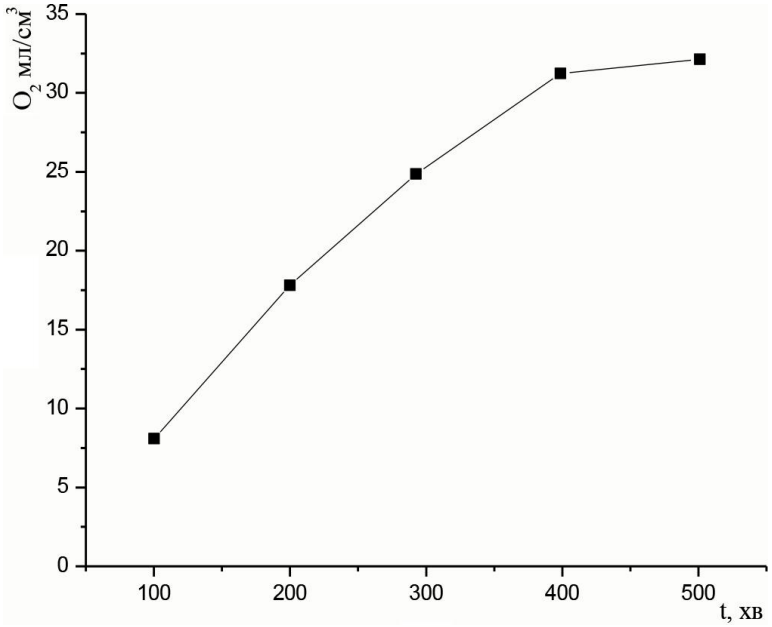


Рис. 3. Поглинання кисню за 423 К без комплексу нікелю

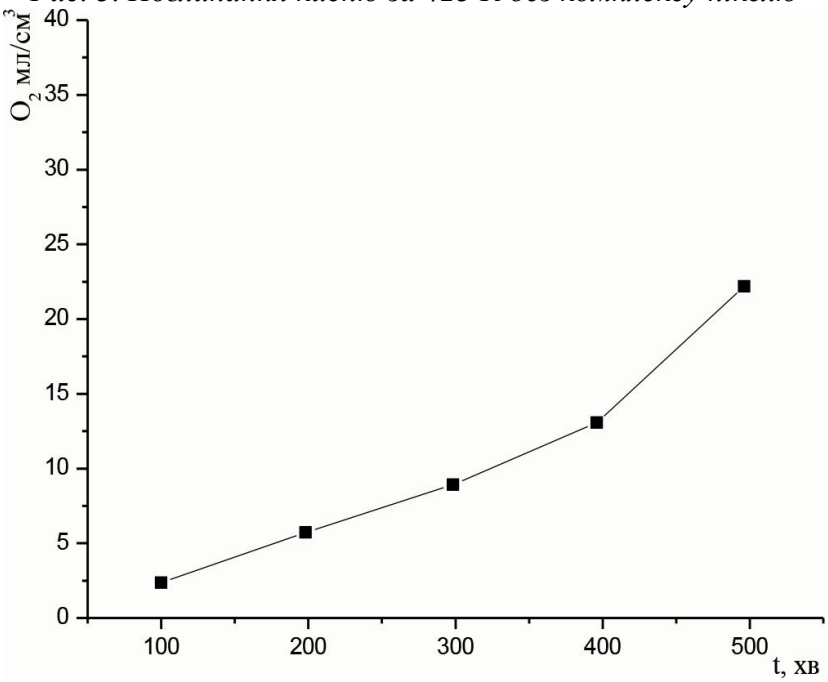


Рис. 4. Поглинання кисню за 423 К з комплексом нікелю

Висновки

Наявність в полімерній зв'язці координаційних зв'язків поряд з ковалентними зумовлює гібридний характер композитів внаслідок неадитивного поєднання властивостей відповідних фрагментів структури матеріалу. Це створює перспективу гнучкого регулювання структури та властивостей інструментального композиту з урахуванням особливостей матеріалу, що оброблюється, та режиму шліфування.

Обоснована актуальность разработки новых алмазосодержащих композитов и инструментов на каучуковых связках для обработки износостойких наплавок и твердых сплавов. Исследовано влияние металлокомплексных добавок – оксихинолиновых комплексов никеля – на ряд эксплуатационных показателей алмазокаучуковых композиций.

Ключевые слова: *алмазосодержащие композиты, оксихинолиновые комплексы, никель, каучуковые связки, обработка.*

V. N. Bichihin, E. A. Paschenko, D. A. Savchenko, O. V. Lazhevskaia, A. N. Chernenko, A. G. Dovgan, N. S. Shidlovskii, N. A. Shchur, S. V. Skorohod, O. S. Musienko

IMPROVEMENT OF THE OPERATIONAL PROPERTIES OF DIAMOND-RUBBER COMPOSITES BY THE INTRODUCTION OF METAL COMPLEX COMPOUNDS - SOURCES OF ULTRAFINE OXIDES

The urgency of the development of new diamond-containing composites and tools on rubber bands for the treatment of wear-resistant surfacings and hard alloys is substantiated. The influence of metal complex additives - oxyquinoline complexes of nickel - on a number of operational parameters of diamond-rubber compounds has been investigated.

Key words*: diamond-containing composites, oxyquinoline complexes, nickel, rubber bands, treatment.*

Надійшла 26.06.18

СОДЕРЖАНИЕ

В. М. Колодніцький, Н. І. Колодніцька
НАУКОВА ШКОЛА ІНСТИТУТУ НАДТВЕРДИХ МАТЕРІАЛІВ НАН УКРАЇНИ В БІОБЛІОГРАФІЧНИХ І НАУКОВО-ІНФОРМАЦІЙНИХ ВИДАННЯХ 11

Раздел 1

ПОРОДОРАЗРУШАЮЩИЙ ИНСТРУМЕНТ ИЗ СВЕРХТВЕРДЫХ МАТЕРИАЛОВ И ТЕХНОЛОГИЯ ЕГО ПРИМЕНЕНИЯ

Г. М. Эфендиев, Г. Г. Кулиев, И. И. Джанзаков, И. А. Пиривердиев
ПРИНЯТИЕ РЕШЕНИЙ ПРИ БУРЕНИИ СКВАЖИН В ОСЛОЖНЕННЫХ УСЛОВИЯХ С УЧЕТОМ НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ 11

А. П. Закора, Е. П. Виноградова, А. А. Шульженко, В. Г .Гаргин, А. Н. Соколов, Е. А. Закора
ОЦЕНКА ЭФФЕКТИВНОСТИ РАЗРУШЕНИЯ ТВЕРДЫХ ГОРНЫХ ПОРОД БУРОВЫМИ КОРОНКАМИ, ОСНАЩЕННЫМИ СИНТЕТИЧЕСКИМИ АЛМАЗАМИ И ВСТАВКАМИ АПКМ+ 18

В. З. Туркевич, А. П. Закора, Ю. О. Мельнийчук, М. В. Супрун, Л. П. Стасюк, Д. А. Стратійчук, Є. О. Закора
МЕТОД ОЦІНКИ ПРАЦЕЗДАТНОСТІ АТП ДЛЯ БУРОВОГО ГЕОЛОГОРОЗВІДУВАЛЬНОГО ІНСТРУМЕНТУ 26

Б. Т. Ратов, Б. В. Федоров, Д. Р. Коргасбеков, И. Тайбергенова
ПОВЫШЕНИЕ СТОЙКОСТИ БУРОВЫХ ИНСТРУМЕНТОВ КОЛЬЦЕВОГО ТИПА ПРИ ПРОХОДКЕ РАЗВЕДОЧНЫХ СКВАЖИН 33

А. А. Кожевников, Baochang Liu, А. А. Пащенко
АВТОМАТИЗИРОВАННЫЕ СИСТЕМЫ УПРАВЛЕНИЯ ПРОЦЕССОМ БУРЕНИЯ 40

А.А. Каракозов[1], М.С. Попова, А.П. Закора
К ОБОСНОВАНИЮ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ МНОГОСЕКТОРНЫХ СХЕМ ОДНОСЛОЙНЫХ АЛМАЗНЫХ КОРОНОК С УКОРОЧЕННЫМИ СЕКТОРАМИ 45

А. М. Исонкин, Г. Д. Ильницкая, И. Н. Зайцева, В.Н. Ткач
ХАРАКТЕР ИЗНОСА СИНТЕТИЧЕСКИХ АЛМАЗОВ РАЗНОЙ ПРОЧНОСТИ В ИМПРЕГНИРОВАННЫХ БУРОВЫХ КОРОНКАХ 54

А. І. Вдовиченко, І. І. Мартиненко
ПРО СТАН НАУКОВИХ ОБҐРУНТУВАНЬ ЗАКОНОТВОРЧОСТІ В УКРАЇНІ ТА ЇХНІЙ ВПЛИВ НА ЯКІСТЬ ФОРМУВАННЯ ТА РЕАЛІЗАЦІЮ ДЕРЖАВНОЇ ПОЛІТИКИ В ЕНЕРГЕТИЧНІЙ СФЕРІ 63

А. А. Кожевников, Н. А. Науменко
АНАЛИЗ ШИРИНЫ ГРАВИЙНОЙ ОБСЫПКИ ГРАВИЙНЫХ ФИЛЬТРОВ БУРОВЫХ СКВАЖИН 70

Я. С. Коцкулич, Д.Ю. Мочернюк, О. Б. Марцинків
ВПЛИВ ПОВЕРХНЕВИХ ЯВИЩ НА СТІЙКІСТЬ СТІНОК СВЕРДЛОВИНИ 75

А. І. Вдовиченко, І. І. Мартиненко, М. П. Єрмаков
СУЧАСНІ ВІТЧИЗНЯНІ ЕМУЛЬСОЛИ ДЛЯ ОБРОБКИ БУРОВИХ ПРОМИВАЛЬНИХ РІДИН 82

А. І. Вдовиченко, М. І. Мазко, Є. І. Олійник
ЗАСТОСУВАННЯ МОДЕРНІЗОВАННОГО ВІТЧИЗНЯНОГО УСТАТКУВАННЯ В БУРІННІ ГЕОТЕРМАЛЬНИХ СВЕРДЛОВИН 86

М. Є. Чернова
ЗАСТОСУВАНЯ ПОЛІМЕРНО-КОМПОЗИЦІЙНИХ МАТЕРІАЛІВ ДЛЯ ЕЛЕМЕНТІВ БУРИЛЬНОЇ КОЛОНИ 94

А. К. Судаков, Ю. Л. Кузин, Д. А. Судакова
РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ТАМПОНАЖНОГО ТЕРМОПЛАСТИЧНОГО КОМПОЗИЦИОННОГО МАТЕРИАЛА НА ОСНОВЕ ПОЛИЭТИЛЕНТЕРЕФТАЛАТА 102

О. М. Давиденко, А. О. Ігнатов, М. О. Науменко
ВИВЧЕННЯ СТАНУ ОБСАДНОЇ КОЛОНИ ПРИ ЦЕМЕНТУВАННІ СВЕРДЛОВИН 113

А. А. Кожевников, В. Л. Хоменко, Б. Т. Ратов, А. Токтасынов, Е. Мусаев,
МНОГОФАКТОРНЫЙ РЕГРЕССИОННЫЙ АНАЛИЗ СТЕНДОВЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ ПРОЦЕССА ТРАНСПОРТИРОВКИ КРИОГЕННО-ГРАВИЙНОГО ФИЛЬТРА ПО СТВОЛУ СКВАЖИНЫ 119

А.А. Кожевников, А.Ф. Камышацкий
ОЦЕНКА ЭНЕРГОЕМКОСТИ РАБОТЫ КАВИТАТОРОВ РАЗНЫХ КОНСТРУКЦИЙ 126

А. О. Ігнатов
ПЕРСПЕКТИВИ ЗАСТОСУВАННЯ ГНУЧКОЇ КОЛОНИ БУРИЛЬНИХ ТРУБ ДЛЯ БУРІННЯ СВЕРДЛОВИН 132

Р. А. Гасанов, Ф. Х. Рамазанов
РАЗРАБОТКА ТЕОРЕТИКО-РАСЧЕТНОЙ ТЕХНОЛОГИИ ДЛЯ ОЦЕНКИ УСТОЙЧИВОСТИ ПОРОД СТВОЛА ГОРИЗОНТАЛЬНОЙ СКВАЖИНЫ 139

Раздел 2

ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЕ, КОНСТРУКЦИОННЫЕ И ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ МАТЕРИАЛЫ НА ОСНОВЕ АЛМАЗА И КУБИЧЕСКОГО НИТРИДА БОРА

А. В. Ножкина, В. И. Бугаков, А. И. Лаптев
ПРОЧНОСТЬ АЛМАЗНЫХ МАТЕРИАЛОВ ПОСЛЕ НАГРЕВА ПОД ДАВЛЕНИЕМ 151

В. И. Лавриненко, Г. Д. Ильницкая, Н. А. Олейник, О. О. Пасичный, В. В. Смоквина, И. Н. Зайцева, Г. А. Базалий, Т. Н. Беляева, Ю. П. Ущаповский, Е. А. Барановская
ВЛИЯНИЕ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СИНТЕТИЧЕСКИХ АЛМАЗОВ АС20 100/80 ПОСЛЕ РАЗДЕЛЕНИЯ В МАГНИТНЫХ И ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ПОЛЯХ НА ИЗНОСОСТОЙКОСТЬ ШЛИФОВАЛЬНОГО ИНСТРУМЕНТА 160

Н. А. Бондаренко, А. С. Осипов, А. М. Исонкин, Ю. А. Мельнийчук, А. И. Быков
ИЗНОСОСТОЙКОСТЬ КОМПОЗИТОВ АЛМАЗ–ДОЛОМИТ
И АЛМАЗ–КАРБОНАТ СТРОНЦИЯ, ПОЛУЧЕННЫХ
В УСЛОВИЯХ ВЫСОКИХ ДАВЛЕНИЙ И ТЕМПЕРАТУР 171

А. М. Кузей, В. Е. Бабич, В. Г. Кудрицкий
ВЛИЯНИЕ МАКРОСТРУКТУРЫ АЛМАЗОСОДЕРЖАЩИХ КОМПОЗИЦИОННЫХ
МАТЕРИАЛОВ НА РЕЖУЩУЮ СПОСОБНОСТЬ ИНСТРУМЕНТА 183

С. В. Сохань, В. В. Возный, А. А. Шульженко, А. Н. Соколов, В. Г. Гаргин
ПРИМЕНЕНИЕ АЛМАЗНОГО КОМПОЗИЦИОННОГО ТЕРМОСТОЙКОГО
МАТЕРИАЛА ПОВЫШЕННОЙ ИЗНОСОСТОЙКОСТИ
ДЛЯ АЛМАЗНОГО ВЫГЛАЖИВАНИЯ СТАЛИ 40Х 193

И. В. Шугалей, И. И. Новикова, И. В. Бойкова, А. Ю. Неверовская,
А. А. Возняковский, А. П. Возняковский
ПЕРСПЕКТИВЫ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ ГРАФЕНОПОДОБНОГО МАТЕРИАЛА,
ПОЛУЧЕННОГО КАРБОНИЗАЦИЕЙ КРАХМАЛА, ДЛЯ СОЗДАНИЯ КОМБИНИРОВАННЫХ
МИКРОБНЫХ ПРЕПАРАТОВ 200

В. Г. Полторацкий, А. А. Бочечка, О. В. Лещенко, В. И. Лавриненко, Р. Вайшнорас
СРАВНИТЕЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ
И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ СВОЙСТВ УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБОК
И УГЛЕРОДНЫХ НИТЕВИДНЫХ КРИСТАЛЛОВ 208

Н. О. Олійник, Г.А. Базалій Г. Д. Ільницька, М. А. Марініч, О. М. Сизоненко
МОДИФІКОВАНІ ПОРОШКИ ВУГЛЕЦЕВИХ НАНОТРУБОК
ДЛЯ АБРАЗИВНОГО ІНСТРУМЕНТУ 224

О. О. Бочечка, С. А. Клименко, Т. О. Куриляк, С. М. Назарчук,
Ю. О. Мельнійчук, В. М. Ткач
ВПЛИВ МОДИФІКУВАННЯ ПОВЕРХНІ АЛМАЗНИХ НАНОЧАСТИНОК
ЗВ'ЯЗКАМИ W–C НА СПІКАННЯ ТА ВЛАСТИВОСТІ НАНОКОМПОЗИТУ
АЛМАЗ–КАРБІД ВОЛЬФРАМУ 234

Н. О. Русінова
ПІДВИЩЕННЯ МІЦНОСТІ КОМПОЗИЦІЙНОГО МАТЕРІАЛУ ЗА УМОВ ДВОСТАДІЙНОГО
СПІКАННЯ В СИСТЕМІ $C_{АЛМ}$ – Si (Огляд) 244

Г. А. Петасюк, М. Н. Сафонова, Ю. В. Сирота, О. У. Петасюк
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТОЛЩИНЫ ПОКРЫТИЯ МЕТАЛЛИЗИРОВАННЫХ
ШЛИФПОРОШКОВ СИНТЕТИЧЕСКОГО АЛМАЗА НА ОСНОВЕ ЭКСТРАПОЛЯЦИОННО-
АФФИННОЙ 3D МОДЕЛИ ЗЕРНА 252

О. І. Чернієнко, О. О. Бочечка, Е. М. Луцак, А. С. Бєляєв,
Л. О. Романко, О. Ю. Клепко, С. О. Лисовенко
ТЕПЛОПРОВІДНІСТЬ І ЕЛЕКТРООПІР АЛМАЗНИХ ПОЛІКРИСТАЛІВ
ТА КОМПОЗИТІВ АЛМАЗ–МІДЬ, АЛМАЗ–МІДЬ–ТИТАН 258

Ю. Ю. Румянцева, В. Н. Бушля, А. Ю. Ошовская, В. З. Туркевич
АРМУВАННЯ МАТЕРІАЛУ НА ОСНОВІ КУБІЧНОГО НІТРИДУ БОРУ МІКРОВОЛОКНАМИ
КАРБІДУ КРЕМНІЮ 267

К. В. Сліпченко, І. А. Петруша, В. З. Туркевич, В. М. Бушля, J.-E. Ståhl
ВПЛИВ ДОБАВКИ VC-Al НА СТРУКТУРУ ТА ФАЗОВИЙ СКЛАД НАДТВЕРДИХ
МАТЕРІАЛІВ НА ОСНОВІ cBN 275

В. А. Мечник, Н. А. Бондаренко, С. Н. Дуб, В. Н. Колодницкий, Н. О. Кузин
ОСОБЕННОСТИ ВЛИЯНИЯ ДОБАВКИ VN НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА КОМПОЗИТА Fe–Cu–Ni–Sn, ПОЛУЧЕННОГО ГОРЯЧИМ ПРЕССОВАНИЕМ 284

О. В. Савицький, В. В. Лисаковський
ЕЛЕКТРОПРОВІДНІСТЬ ГРАФІТОВИХ ДЕТАЛЕЙ РЕЗИСТИВНОГО НАГРІВАННЯ, ВИГОТОВЛЕНИХ ШЛЯХОМ ПРЕСУВАННЯ 295

О. О. Лещук, О. В. Бовсунівський, С. Б. Полотняк, В. В. Лисаківський, С. А. Івахненко
МОДЕЛЮВАННЯ НАПРУЖЕНО-ДЕФОРМОВАНОГО СТАНУ КОНТЕЙНЕРА ПРИ СТИСКАННІ ПУАНСОНАМИ КУБІЧНОГО ПРЕСУ 301

А. В. Бурченя, В. В. Лисаковський, С. О. Гордєєв, В. А. Каленчук
ФОРМУВАННЯ РОСТОВИХ УМОВ ДЛЯ ОДЕРЖАННЯ СТРУКТУРНО ДОСКОНАЛИХ МОНОКРИСТАЛІВ АЛМАЗУ МЕТОДОМ ТЕМПЕРАТУРНОГО ГРАДІЄНТУ ПРИ ВИСОКИХ ТИСКАХ 309

А. В. Ножкина, В. И. Костиков, В. Г. Ральченко, Н. Н. Стопарева,
А. Ю. Разбегаев, Э. Р. Катаева, Е. А. Заведеев
МЕХАНИЧЕСКАЯ ОБРАБОТКА АЛМАЗНЫХ МОНОКРИСТАЛЛОВ АЛМАЗНЫМИ МИКРОПОРОШКАМИ С ПОКРЫТИЕМ 315

М. П. Беженар, Я. М. Романенко, Т. О. Гарбуз, С. М. Коновал
ДВОШАРОВІ КОМПОЗИТИ НА ОСНОВІ КУБІЧНОГО НІТРИДУ БОРУ ДЛЯ ВИКОРИСТАННЯ В ЛЕЗОВОМУ ІНСТРУМЕНТІ» 325

В. С. Урбанович, Н. В. Шипило, L. Jaworska, S. Cygan,
M. Rosmus, B. Matovic, В. С. Нисс, С. В. Григорьев
ВЛИЯНИЕ ДИСПЕРСНОСТИ ПОРОШКА, ДАВЛЕНИЯ И ТЕМПЕРАТУРЫ СПЕКАНИЯ НА МИКРОСТРУКТУРУ И ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КЕРАМИКИ ИЗ КАРБИДА БОРА 332

Раздел 3

РАЗРАБОТКА И ВНЕДРЕНИЕ ОБОРУДОВАНИЯ И ИНСТРУМЕНТА, ОСНАЩЕННОГО ТВЕРДЫМИ СПЛАВАМИ, В РАЗЛИЧНЫХ ОТРАСЛЯХ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

І. О. Гнатенко, В. П. Бондаренко, О. І. Боримський, І. В. Андреєв
ВПЛИВ ТЕРМОБАРИЧНОЇ ОБРОБКИ НА СТРУКТУРУ ТВЕРДОГО СПЛАВУ WC—4CO 345

В. П. Бондаренко, М. О. Юрчук
ВПЛИВ ЗОВНІШНЬОГО ОДНООСЬОВОГО СТИСКУ НА СТРУКТУРУ ТА ВЛАВСТИВОСТІ ПОПЕРЕДНЬО СПЕЧЕНОГО ТВЕРДОГО СПЛАВУ ВН20 (80% WC + 20% Ni) ПРИ КІНЦЕВОМУ СПІКАННІ У ВАКУУМІ 352

М. М. Прокопів, О. В. Харченко
ВПЛИВ ГАРТУВАННЯ НА СТРУКТУРУ, ФІЗИКО-МЕХАНІЧНІ ТА ЕКСПЛУАТАЦІЙНІ ВЛАСТИВОСТІ СПЛАВУ ВК10-ОМ 360

Н. В. Литошенко
ПОРІВНЯННЯ ДВОХ ПІДХОДІВ ДО МОДЕЛЮВАННЯ ГРАНИЦІ ПРУЖНОСТІ СПЛАВІВ WC–Co ПІД ЧАС РОЗТЯГУВАННЯ 370

В. В. Івженко, О. М. Кайдаш, В. З. Туркевич, А. Л. Майстренко,
В. Г. Кулич, П. П. Іценко, В. М. Ткач
ДОСЛІДЖЕННЯ ВПЛИВУ СИЛІЦІЮВАННЯ НА СТРУКТУРУ ТА ВЛАСТИВОСТІ ГАРЯЧЕПРЕСОВАНОГО ПОЛІКРИСТАЛІЧНОГО КАРБІДУ КРЕМНІЮ 375

А. С. Бєляєв, В. С.Чернобай, Р. С. Шмегера, О. П. Виноградова
ВПЛИВ МІЖФАЗНОЇ ГРАНИЦІ «АЛМАЗ – МЕТАЛЕВА ЗВ'ЯЗКА» НА КОЕФІЦІЄНТ ТЕРМІЧНОГО РОЗШИРЕННЯ ТА ЗНОСОСТІЙКІСТЬ ЕЛЕКТРОСПЕЧЕНИХ КАМ 384

О. Н. Кайдаш, В. З. Туркевич, В. В. Ивженко, П. П. Иценко, А. О. Криль, А. А. Лещук, С. Н. Дуб, В. Н. Ткач
ВЛИЯНИЕ БОРИДОВ TiB_2-TiB_2-(ВТОРИЧНЫЙ) НА СТУКТУРУ, СВОЙСТВА И АБРАЗИВНЫЙ ИЗНОС ГОРЯЧЕПРЕССОВАННЫХ СМС-КОМПОЗИТОВ B_4C–(TiB_2–TiH_2) 392

В. П. Ботвинко
ВПЛИВ ЛЕГУЮЧИХ МІКРОДОБАВОК VC, TaC НА СТРУКТУРУ ТА ФІЗИКО-МЕХАНІЧНІ ВЛАСТИВОСТІ ТВЕРДОГО СПЛАВУ ВК10 400

Г. М. Григоренко, М. А. Полещук, Л. И. Адеева, А. Ю. Туник, В. И. Зеленин, В. И. Лукаш, Е. В. Зеленин, С. Д. Заболотный, Ю. А. Никитюк
СТРУКТУРА И СВОЙСТВА БИМЕТАЛЛОВ, СВАРЕНЫХ ТРЕНИЕМ С ПЕРЕМЕШИВАНИЕМ 404

Ю. Д. Філатов, В. І. Сидорко, С. В. Ковальов, В. А. Ковальов, О. Я. Юрчишин, М. А. Данильченко, А. Г. Вєтров
ДОСЛІДЖЕННЯ СТАНУ РОБОЧОЇ ПОВЕРХНІ ІНСТРУМЕНТУ ПРИ ПОЛІРУВАННІ ПІДКЛАДОК З НІТРИДУ АЛЮМІНІЮ 413

Л. Н. Девин, Н. Е. Стахнив, А. С. Антонюк, С. В. Рычев
ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ РЕЗАНИЯ ПРИ ЧИСТОВОМ ТОЧЕНИИ РЕЗЦАМИ С АЛМАЗНО–ТВЕРДОСПЛАВНЫМИ ПЛАСТИНАМИ КРУГЛОЙ ФОРМЫ 420

С. В. Рябченко, В. Т. Федоренко, Я. Л. Сильченко
ПРОЦЕСС ЧИСТОВОГО ШЛИФОВАНИЯ ЦИЛИНДРИЧЕСКИХ ПОВЕРХНОСТЕЙ ЧАШЕЧНЫМИ АЛМАЗНЫМИ КРУГАМИ 427

Л. М. Девін, С. В. Ричев, С. Н. Іванов
ОСОБЛИВОСТІ КОНТАКТНОЇ ВЗАЄМОДІЇ ІНСТРУМЕНТ – ДЕТАЛЬ ДЛЯ РІЗНИХ НАДТВЕРДИХ МАТЕРІАЛІВ НА ПІДСТАВІ АНАЛІЗУ СИГНАЛІВ АКУСТИЧНОЇ ЕМІСІЇ 433

В. М. Ткач, В. В. Садохін, Д. В.Соколюк, В. П. Садохін, М. В. Фефілатьєв
НАНОТЕХНОЛОГІЯ ОДНОСТАДІЙНОГО ЛОКАЛІЗОВАНОГО ІОННО-ПЛАЗМОВОГО ДИСПЕРГУВАННЯ В ВАКУУМІ 441

С. А. Кухаренко
ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ СИЛЫ ПОЛЯ РАЗЛИЧНЫХ КАТИОНОВ НА ИОННУЮ ДИФФУЗИЮ В МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ СИЛИКАТНЫХ СИСТЕМАХ 448

В. С. Гаврилова, Є. О. Пащенко, С. В. Жильцова, С. М. Остапюк
ДОСЛІДЖЕННЯ МЕТОДОМ ІНФРАЧЕРВОНОЇ СПЕКТРОСКОПІЇ ФОРМУВАННЯ СТРУКТУРИ ЕПОКСИДНО-ПОЛІСИЛОКСАНОВОГО НАНОКОМПОЗИТУ 458

В. М. Бичихін, Є. О. Пащенко, А. М. Черненко, О. В. Лажевська, Д. О. Савченко, А. Г. Довгань, Н. А. Щур
РОЗРОБКА КОНСТРУКЦІЇ АЛМАЗНИХ ШЛІФУВАЛЬНИХ СТРІЧОК НА КАУЧУКОВИХ ЗВ'ЯЗКАХ 465

В. М. Бичихін, Є. О. Пащенко, Д. О. Савченко, О. В. Лажевська, А. М. Черненко, А. Г. Довгань, М. С. Шидловський, Н. А. Щур, С. В. Скороход, О. С. Мусієнко
ПІДВИЩЕННЯ ЕКСПЛУАТАЦІЙНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ АЛМАЗНО-КАУЧУКОВИХ КОМПОЗИТІВ ВВЕДЕННЯМ МЕТАЛОКОМПЛЕКСНИХ СПОЛУК – ДЖЕРЕЛ УЛЬТРАДИСПЕРСНИХ ОКСИДІВ 468

CONTENTS

V. M. Kolodnits'kyi, N. I. Kolodnits'ka
SCIENTIFIC SCHOOL OF THE INSTITUTE FOR SUPERHARD MATERIALS
OF THE NAS OF UKRAINE IN BIO-BIBLIOGRAPHIC AND SCIENTIFIC
INFORMATION PUBLICATIONS 3

Section 1

ROCK-DESTRUCTION TOOL MADE FROM SUPERHARD MATERIALS AND TECHNOLOGY OF ITS APPLICATION

G. M. Efendiyev, H. H. Guliyev, I. A. Piriverdiyev
DECISION-MAKING DURING DRILLING WELLS TAKING INTO ACCOUNT UNCERTAINTY 11

A. P. Zakora, O. P. Vynohradova, A. A. Shul'zhenko, V. G. Gargin, A. N. Sokolov, I. A. Zakora
EVALUATION OF EFFICIENCY OF DESTRUCTION OF SOLID ROCKS BY DRILLING
CROWNS, EQUIPPED WITH SYNTHETIC DIAMONDS AND INSERTIONS DPCM+ 18

V. Z. Turkevich, A. P. Zakora, I. A. Melniichuk, M. V. Suprun, L. F. Stasiuk,
D. A. Stratiichuk, I. A. Zakora
METHOD FOR ASSESSING THE PERFORMANCE OF PDC FOR
A DRILLING EXPLORATION TOOLS 26

B. Ratov, B. Fedorov, D. Korgasbekov, I. Taybergenova
INCREASING THE STABILITY OF DRILLING TOOLS OF A RING TYPE AT THE PASSING OF
EXPLORATION WELLS 33

A. A. Kozhevnykov, BaochangLiu, A. A. Pashchenko
AUTOMATED CONTROL SYSTEMS OF THE DRILLING PROCESS 40

A.A. Karakozov, M.S. Popova, A.P. Zakora
TO THE JUSTIFICATION FOR USE OF MULTI-SECTOR SCHEMES OF
SINGLE- LAYERED DIAMOND CROWNS WITH SHORTED SECTORS 45

A. M. Isonkin, G. D. Il'nitskaya, I. N. Zaitseva, V. N. Tkach
CHARACTER OF WEAR OF SYNTHETIC DIAMONDS DIFFERENTSTRENGTH IN
IMPREGNATED DRILL BITS 54

A.I. Vdovychenko, I. I. Martynenko
ABOUT THE STATE OF SCIENTIFICSUBSTANTIATION CREATION OF LAWS
IN UKRAINE AND THEIR INFLUENCE ON QUALITY OF FORMING
AND REALIZATION OF PUBLIC POLICY IN POWER SPHERE 63

A. A.Kozhevnykov, N. A. Naumenko
ANALYSIS OF THE WIDTH OF THE GRAVIC BACK OF THE GRAVEL FILTERS
OF DRILLING WELLS 70

Y.S. Kotskulych, D.Y. Mocherniuk, O.B. Martsynkiv
THE INFLUENCE OF SURFACE PHENOMENA ON THE STABILITY OF WELLBORE 75

A.I. Vdovychenko, I. I. Martynenko, N. P. Yermakov
MODERN DOMESTIC EMULSOLS FOR PROCESSINGDRILLING FLUID 82

A. I.Vdovychenko, M. I. Mazko, E. I. Oliynyk
APPLICATION OF MODERNIZED NATIVE EQUIPMENT IN DRILLING
OF GEOTHERMAL WELLS 86

M. Ye. Chernova
APPLICATION OF POLYMER-COMPOSITE MATERIALS
FOR ELEMENTS OF BURILLE COLUMN 94

A. Sudakov, Yu. Kuzin, D. Sudakova
RESULTS OF INVESTIGATIONS OF PHYSICO-MECHANICAL
PROPERTIES OF TAMPONOVIC THERMOPLASTIC COMPOSITE
MATERIAL BASED ON POLYETHYLENE TEREPHTHALATE..... 102

O.M. Davydenko, A.O. Ihnatov, M.O. Naumenko
A STUDY OF THE STATE OF COLUMN IS AT CEMENTATION OF BORE HOLES 113

A. A. Kozhevnykov, V. L. Khomenko
MULTIFACTOR REGISTRATION ANALYSIS OF STANDBY
RESEARCH OF THE PROCESS OF TRANSPORTATION OF
CRYOGENIC-GRAVEL FILTER ON WELLBORE 119

A. A. Kozhevnykov, A. F. Kamyshatskyi
EVALUATION OF THE EFFICIENCY OF THE WORK OF THE
CAVITATIONAL GENERATOR 126

A. O. Ihnatov
PERSPECTIVES APPLICATION OF COILED TUBING IN BORE HOLES 132

R. A. Gasanov, F. Kh. Ramazanov
DEVELOPMENT OF THEORETICAL-CALCULATED TECHNOLOGY
FOR ESTIMATION OF SUSTAINABILITY OF BREEDS OF HORIZONTAL STEAM 139

Section 2

TOOL, STRUCTURAL AND FUNCTIONAL MATERIALS BASED ON DIAMOND AND CUBIC BORON NITRIDE

V. I. Bugakov, A. V. Nojkina, A. I. Laptev
STRENGTH OF DIAMOND MATERIALS AFTER HEATING UNDER PRESSURE 151

V. I. Lavrinenko, G. D. Ilnytska, N. A. Oliinyk, O. O. Pasichny, V. V. Smokvina,
I. N. Zaitseva, G. A. Bazaliy, T. N. Belyaeva, Yu. P. Ushchapovsky, E. A. Baranovskaya
INFLUENCE OF PHYSICOMECHANICAL AND PHYSICOCHEMICAL
CHARACTERISTICS OF SYNTHETIC DIAMONDS AC20 100/80
AFTER SEPARATION IN MAGNETIC AND ELECTRIC FIELDS
ON WEAR-RESISTANCE OF THE GRINDING TOOL..... 160

N. A. Bondarenko, A. S. Osipov, A. M. Isonkin, Iu. A. Melniichuk, A. I. Bykov
WEAR RESISTANCE OF DIAMOND-DOLOMITE AND DIAMOND-STRONTIUM CARBONATE
COMPOSITES PRODUCED UNDER HPHT-CONDITIONS..... 171

A.M. Kuzei, V.E. Babich, V.G. Kudrichkiy
INFLUENCE OF MACROSTRUCTURE OF DIAMOND-CONTAINING COMPOSITE
MATERIALS ON CUTTING CAPACITY OF THE TOOL..... 183

S. V. Sokhan, V. V. Voznyi, A. A. Shulzhenko, A. N. Sokolov, V. G. Gargin
APPLICATION OF DIAMOND COMPOSITE THERMO-RESISTANT MATERIAL OF INCREASED WEAR-RESISTANCE FOR DIAMOND SMOOTHENING OF STEEL 40X 193

I. V. Shugalei, I. I. Novikova, I. V. Boikova, A. Yu. Neverovskaya, A. A. Voznyakovskii, A. P. Voznyakovskii
PROSPECTS FOR USING GRAPHENE-LIKE MATERIAL OBTAINED BY STARCH CARBONIZATION TO CREATE COMBINED MICROBIAL PREPARATIONS 200

V. G. Poltoratskii, O. O. Bochechka, O. V. Leshchenko, V. I. Lavrinenko, R. Vaišnoras
COMPARATIVE STUDIES OF PHYSICAL-CHEMICAL AND TECHNOLOGICAL PROPERTIES OF CARBON NANOTUBES AND CARBON FILAMENTOUS CRYSTALS 208

N. Oliinyk, G. Bazalii, G. Ilnitska, M. Marinich, O. Sizonenko
MODIFIED POWDERS OF CARBON NANOTRUBS FOR ABRASIVE TOOLS 224

O. O. Bochechka, S. A. Klimenko, T. O. Kuryliak, S. M. Nazarchuk, Yu. O. Melniichuk, V. M. Tkach
INFLUENCE OF MODIFICATION OF THE DIAMOND NANOPARTICLES SURFACE BY W-C BOND ON SINTERING AND PROPERTIES OF NANOCOMPOSITE DIAMOND-TUNGSTEN CARBIDE 234

N. A. Rusinova
STRENGTH INCREASING OF COMPOSITE MATERIAL UNDER CONDITIONS OF TWOSTAGE SINTERING IN A C_{DIAM}-Si SYSTEM (Review) 244

G. A. Petasyuk, M. N. Safonova, J. V. Sirota, O. U. Petasyuk
DETERMINATION OF THICKNESS OF COATED OF METALIZED GRINDING POWDERS OF SYNTHETIC DIAMOND BASED ON EXTRAPOLATION-AFFINE 3D MODELS OF GRAIN 252

O. I. Chernienko, O.O. Bochechka, E. M. Lutsak, A. S. Beliaiev, L. O. Romanko, O. Yu. Klepko, S. O. Lysovenko
THERMAL CONDUCTIVITY AND ELECTRICAL RESISTANCE OF DIAMOND POLYCRYSTALS AND DIAMOND-COPPER, DIAMOND-COPPER-TITAN COMPOSITES 258

Yu. Y. Rumiantseva, V. N. Bushlya, A. Y. Oshovska, V. Z. Turkevich
REINFORCEMENT OF MATERIAL BASED ON THE CUBIC BORON NITRIDE BY THE HELP OF SILICON CARBIDE WHISKERS 267

K. V. Slipchenko, I. A. Petrusha, V. Z. Turkevich, V. M. Bushlya, J.-E. Ståhl
THE INFLUENCE OF VC-Al ADDITIVE CONTENT ON STRUCTURE AND PHASE COMPOSITION OF cBN BASED SUPERHARD MATERIALS 275

V. A. Mechnik, N. A. Bondarenko, S. N. Dub, V. M. Kolodnits'kyi, N. O. Kuzin
FEATURES OF INFLUENCE OF VN ADDITIVE ON THE STRUCTURE AND PROPERTIES OF Fe–Cu–Ni–Sn COMPOSITE PRODUCED BY HOT PRESSING 284

O. V. Savitskyi, V. V. Lysakovskyi
ELECTRIC CONDUCTIVITY OF RESIST HEATHING DETAILS PRODUCED BY PRESSING 295

O. O. Lyeshchuk, O. V. Bovsunivskiy, S. B. Polotnyak, V. V. Lysakovskii, S. A. Ivakhnenko
SIMULATION OF THE STRESS-STRAIN STATE OF THE CONTAINER AT COMPRESSION ON ANVILS OF A CUBIC PRESS 301

A. V. Burchenia, V. V. Lisakovskyi, S. O. Gordeev, V. A. Kalenchuk
FORMATION OF GROWTH CONDITIONS FOR THE RECEIPT OF STRUCTURALLY PERFECT DIAMONDS UNDER HIGH PRESSURE WITH TEMPERATURE GRADIENT METHOD USING309

A. V. Nozhkina, V. I. Kostikov, V. G. Ralchenko, N. N. Stopareva, A. Yu. Razbegaev, E. R. Kataeva, E. A. Zavedeev
MECHANICAL PROCESSING OF DIAMOND MONOCRYSTALS BY DIAMOND MICROPROUTS WITH COATING.....315

M. P. Bezhenar, Ya. M. Romanenko, T. O. Garbuz, S. M. Konoval
TWO-LAYER PCBN COMPOSITES FOR USE IN A TOOL.....325

V. S. Urbanovich, N. V. Shipilo, L. Jaworska, S. Cygan, M. Rosmus, B. Matovic, S. V. Grigoriev, V. S. Niss.
EFFECT OF DISPERSITY OF POWDER, PRESSURE AND SINTERING TEMPERATURES FOR MICROSTRUCTURE AND PHYSICO-MECHANICAL PROPERTIES OF BORON CARBIDE CERAMICS.....332

Section 3

DEVELOPMENT AND APPLICATION IN DIFFERENT INDUSTRIAL BRANCHES OF MACHINERY AND TOOLS EQUIPPED WITH HARD ALLOYS

I. O. Hnatenko, V. P. Bondarenko, O. I. Borymsky, I. V. Andreiev
THE INFLUENCE OF A BAROTHERMAL TREATMENT ON THE STRUCTURE OF CEMENTED CARBIDE WC–4CO 345

V. P. Bondarenko, M. O. Yurchuk
INFLUENCE OF EXTERNAL SINGLE TANNING ON STRUCTURE AND FUNCTION OF PREVIOUSLY CLEANED SOLID ALLOY VN20 (80% WC + 20% Ni) AT THE END OF VICTORY SUCCESS.....352

N. M. Prokopiv, O. V. Kharchenko
THE INFLUENCE OF MAKING ON STRUCTURE, PHYSICAL-MECHANICAL AND OPERATIONAL PROPERTIES OF ALLOY VK10 OM.....360

N.V. Lytoshenko
COMPARISON OF TWO APPROACHES TO THE MODELING OF THE TENSILE ELASTIC LIMIT OF THE WC-CO HARDMETAL.....370

V. V. Ivzhenko, O. N. Kaidash, V. Z.Turkevych, A. L. Maistrenko, V. G. Kulich, P. P. Itsenko, V. N. Tkach
RESEARCH OF THE INFLUENCE OF SILICONIZING ON THE STRUCTURE AND PROPERTIES OF HOT-PRESSED POLYCRYSTALLINE SILICON CARBIDE.....375

A. S. Belyaev, V. S. Chernobai, R. S. Shmegera, O. P.Vinogradova
EFFECT OF THE DIAMOND-METAL BINDER INTERFACE ON THE THERMAL EXPANSION COEFFICIENT AND WEAR RESISTANCE OF ELECTROSINTED DIAMOND COMPOSITES 384

O. N. Kaidash, V. Z. Turkevych, V. V. Ivzhenko, P. P. Itsenko, A. O. Kryl, A. A. Leshchuk, C. N. Dub, V. N. Tkach
INFLUENCE OF TiB_2-TiB_2–(SECONDARY) BORIDS ON STUCTURE, PROPERTIES AND ABRASIVE WEAR OF HOT-PRESSING CMC-COMPOSITES B_4C–(TiB_2–TiH_2).....392

V. P. Botvinko
THE INFLUENCE OF VC AND TAS ALLOYING MICROADDITIVES
ON THE STRUCTURE AND PHYSICO-MECHANICAL PROPERTIES
OF VK10 HARD ALLOYS 400

G. M. Grigorenko, M. A. Poleshchuk, L. I. Adeeva, A. Yu. Tunik,
V. I. Zelenin, V. A. Lukash, E. V. Zelenin, S. D. Zabolotnie, Yu. N. Nikityuk
STRUCTURE AND PROPERTIES OF BIMETALS DRIED
BY FRICTION WITH MIXING 404

Yu. D. Filatov, V. I. Sidorko, S. V. Kovalev, V. A. Kovalev, O.I. Yurchishin,
M. A. Danilchenko, A. G. Vetrov
STUDY OF THE STATE OF THE WORKING SURFACE OF THE TOOL
AT POLISHING THE SUBSTRATE FROM NITRIDE ALUMINUM 413

L. N. Devin, N. E. Stakhniv, A. S. Antoniuk, S. V. Rychev
INVESTIGATION OF CUTTING TEMPERATURE IN TURNING CUTTERS
WITH DIAMOND-CARBIDE PLATES 420

S. V. Riabchenko, V. T. Fedorenko, Ya. L. Silchenko
THE FINISH GRINDING PROCESS OF CYLINDRICAL SURFACES
BY CUP GRINDING DIAMOND WHEELS 427

L. N. Devin, S. V. Richev, S. N. Ivanov
PECULIARITIES OF CONTACT INTERACTION TOOLS – DETAIL
FOR VARIOUS SUPERHARD MATERIALS BASED ON ANALYSIS
OF ACOUSTIC EMISSION SIGNALS 433

V. M. Tkach, V. V. Sadokhin, D. V. Sokoliuk, V. P. Sadokhin, M. V. Fefilatiev
NANOTECHNOLOGY OF A SINGLE-STAGE LOCALIZED
ION-PLASMA DISPERSION IN A VACUUM 441

S. A. Kukharenko
INVESTIGATION OF THE INFLUENCE OF THE POWER OF THE FIELD
OF VARIOUS CATIONS ON ION DIFFUSION IN MULTICOMPONENT
SILICATE SYSTEMS 448

V. S. Havrylova, E. O. Pashchenko, S. V. Zhyltsova, S. M. Ostapiuk
INVESTIGATION OF THE FORMATION OF THE EPOXY-POLYSIYLOXANE
NANOCOMPOSIT STRUCTURE BY THE INFRARED SPECTROSCOPY METHOD 458

V. Bichinin, Ye. Pashchenko, A. Chernenko, O. Lazhevskaya, D. Savchenko,
A. Dovgan, N. Shchur
DEVELOPMENT OF DIAMOND GRINDING RIBBONS ON RUBBER BOND 465

V. N. Bichihin, E. A. Paschenko, D. A. Savchenko, O. V. Lazhevskaia, A. N. Chernenko,
A. G. Dovgan, N. S. Shidlovskii, N. A. Shchur, S. V. Skorohod, O. S. Musienko
IMPROVEMENT OF THE OPERATIONAL PROPERTIES
OF DIAMOND-RUBBER COMPOSITES BY THE INTRODUCTION
OF METAL COMPLEX COMPOUNDS - SOURCES OF ULTRAFINE OXIDES 468