

**Максим Цисар¹, Анатолій Загора², Антон Бабак³, Сергій Івахненко⁴,
Олег Заневський⁵, Галина Ільницька⁶, Євгенія Загора⁷**

¹кандидат технічних наук, старший науковий співробітник
Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля (Київ, Україна)
E-mail: ts_maxim@ukr.net. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4494-9109>
SCOPUS Author ID: 54406108100

²кандидат технічних наук, старший науковий співробітник
Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля (Київ, Україна)
E-mail: apz146@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9380-3042>

³кандидат технічних наук, старший науковий співробітник
Національний технічний університет України
«Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського» (Київ, Україна)
E-mail: sopromat_dpm@ukr.net. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5088-5578>

⁴доктор технічних наук, провідний науковий співробітник
Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля (Київ, Україна)
E-mail: sioz@ismv13.kiev.ua. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4796-3416>

⁵кандидат хімічних наук, старший науковий співробітник
Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля (Київ, Україна)
E-mail: sioz@ismv13.kiev.ua. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6751-866X>

⁶кандидат технічних наук старший науковий співробітник
Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля (Київ, Україна)
E-mail: gil-ism@ukr.net. ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5124-1646>

⁷провідний інженер
Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля (Київ, Україна)
E-mail: jaz6591@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-0724-8941>

ЗАЛЕЖНІСТЬ СТАТИЧНОЇ МІЦНОСТІ КРУПНИХ КРИСТАЛІВ СИНТЕТИЧНОГО АЛМАЗУ ТИПУ Ib ОКТАЕДРИЧНОГО ГАБІТУСУ, ПІСЛЯ ХІМІКО-ТЕРМІЧНОЇ ОБРОБКИ, ВІД ЇХНЬОГО РОЗМІРУ

У статті приділено увагу проблемі використання крупних монокристалів синтетичного алмазу типу Ib в буровому інструменті. Продемонстровано, що в результаті хіміко-термічної обробки на поверхні штучних монокристалів формуються мікрочастинки у формі октаєдрів та кубів. На відміну від класичного підходу, коли для виробництва бурового обладнання використовуються кристали Ib, нами представлені кристали Ib оскільки вони найближче до природного алмазу за фізико-механічними властивостями. Було показано, що кристали розміром 2000...2100 мкм мають більш високе значення статичної міцності, ніж кристали розміром 2200 мкм і більше.

Ключові слова: монокристал; синтетичний алмаз типу Ib; октаєдричний габітус; статична міцність; алмазний інструмент.

Рис.: 4. Табл.: 1. Бібл.: 10.

Актуальність теми дослідження. Перспективним напрямом підвищення експлуатаційних характеристик бурових коронок є використання крупних монокристалів синтетичних алмазів підвищеної міцності. Одним із методів вирощування таких кристалів є НР-НТ технологія, що за останні декілька десятиріч в ІНМ ім. В. М. Бакуля сягнула значного прогресу [1]. Розміром зерна, поряд з їхньою міцністю, визначається величина виступу алмазу з матриці. Це забезпечує такі характеристики робочого інструменту (коронки), як кількість робочих різців, рівень заглиблення та зазор між матрицею та породою. Збільшення розміру кристалів при однаковому рівні насичення дозволяє: оптимізувати конструкцію бурової коронки, знизити енергоємність буріння [2]. Така оптимізація запобігає повному руйнуванню окремих кристалів за рахунок збільшення площі контакту і відповідного зменшення зусилля взаємодії з оброблюваною породою [2]. Проте більш крупні алмази можуть мати більшу кількість дефектів, що відповідно зменшує їхню міцність, тому підбір відповідних монокристалів є чи не основною перешкодою при їх використанні [3; 4]. Однак використання будь-яких монокристалів

алмазу в буровому інструменті пов'язана з певними необхідними умовами. У промислових умовах методом спонтанного синтезу вдалось виростити крупні монокристали октедричного габітусу типу Ib з мінімальною кількістю включень металу-розчиннику та ростових дефектів. Проте такі кристали повинні бути не лише візуально досконалі, вони повинні витримувати експлуатаційне навантаження та технологічні режими виготовлення коронок. Дослідженню впливу одного з таких технологічних етапів, а саме хіміко-термічній обробці і присвячена наукова робота.

Постановка проблеми. Використання в технологічному процесі виготовлення бурових коронок є хіміко-термічна обробка кристалів, що дозволяє очистити їхні поверхні від залишків металу-розчинника, отримати більш розвинену поверхню, що покращує взаємодію зі зв'язкою, частково стравити дефектний поверховий шар, що сприяє зміцненню кристалу. Проте вплив цієї технологічної операції на фізико-механічні властивості монокристалів алмазу фактично є малодослідженим, особливо для кристалів нового покоління.

Аналіз останніх досліджень і публікацій. При виборі інструменту для буріння різноманітних гірських порід із різним значенням характеристик тріщиностійкості слід зауважити, що чим більш крихкою та твердою є порода, тим вищої якості повинні бути алмази, що використовуються. Питанню вибору конструктивних характеристик залежно від властивостей гірських порід присвячено велику кількість наукових праць [1-6].

Забезпечення високого рівня ефективності алмазного буріння може дати лише впровадження новітніх алмазозберігаючих технологій. Однак такі технології можуть бути реалізовані лише за рахунок використання відповідного типу та розміру монокристалів алмазів, що мають достатній рівень фізико-механічних властивостей, а саме міцності та твердості.

Багаторазове збільшення працездатності коронок при використанні алмазів підвищеної міцності відмічалось не лише при бурінні твердих порід XI...XII категорії, але й більш м'яких порід X категорії, це дозволяє збільшити глибину одного проходу і досягти швидкості виробітки до 100 мкм/об [2].

Виділення недосліджених частин загальної проблеми. Таким чином, є необхідність дослідити вплив хіміко-термічної обробки на міцність, як основний показник працездатності таких кристалів у буровому інструменті.

Метою статті є дослідження статичної міцності та отримання залежності цього показника від розмірів кристалу після хіміко-термічної обробки.

Виклад основного матеріалу. Монокристали синтетичного алмазу типу Ib були отримані в апараті високого тиску типу «тороїд» шляхом спонтанної розчин-розплавної кристалізації. Дослідну партію монокристалів було отримано в декілька завантажень. Після витравлення з матриці (рис. 1) їх було поділено на групи відповідно до розмірів, форми та наявності металевих включень. Первинний візуальний огляд [7; 8] монокристалів алмазу типу Ib, що мають малі розміри, був зроблений із використанням біологічного мікроскопу фірми Skydust модель XSP-1406 із максимальним збільшенням 1200 оснащений цифровою приставкою 5МП.

Виготовлена партія кристалів становила 166 штук. Візуальний огляд показав, що кристали мають форму дуже близьку до октаедра. На поверхні було виявлено наступні дефекти: притуплення вершин гранями куба, притупленні або здвоєні граней, сходинки росту та нерівності поверхні, що мають хвилястий характер (рис. 1). Якщо перша група дефектів пов'язана з режимами синтезу, то останній ймовірно пов'язаний із процесом відокремлення кристалу від матриці розплавом.

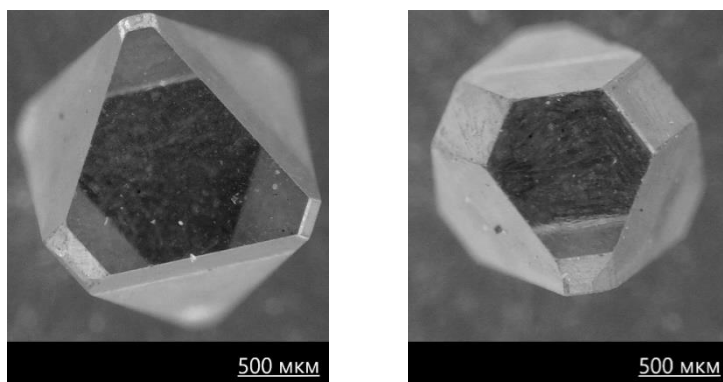


Рис. 1. Зображення кристалів типу Ib октаедричного габітусу з дослідної партії
Джерло: розроблено авторами.

Для аналізу геометричних розмірів монокристалів в ІНМ ім. В. М. Бакуля розроблено відповідне СТП, згідно з яким лінійні розміри кристалів, плоско паралельність граней, вимірюються за допомогою цифрових мікрометрів або цифрових штангенциркулів із ціною поділки не менше 0,01 мм. У цій роботі вимірювання проводились за допомогою цифрового штангенциркуля фірми UKS моделі DCzag81520773 з точністю вимірювання, що відповідає вимогам стандарту та похибкою $\pm 0,01$ мм [7].

Для уникнення впливу фактору тремору рук було прийнято рішення використовувати додаткову апаратуру для фіксації алмазу в процесі вимірювання. Якщо для вимірювання за допомогою мікрометра використовується спеціальний столик або скоба, то в нашому випадку використовувався затискач із плоскими губками власного виробництва. Вимірювання проводились безпосередньо на тих гранях, що виступали над губками затискача, тому не було необхідності у високій точності виготовлення його частин. Як прошарок між металевими губками та кристалом розташовувався технічний бархат [9], вирізаний відповідної прямокутної форми.

На жаль, нині стандартної методики визначення границі міцності при стиску для алмазів не існує. Проте є ДСТУ 3292-95 [10] для визначення показника статичної міцності для алмазних порошків. Статична міцність визначається як максимальне навантаження, при якому відбувається руйнування алмазного зерна, що розташовано між двома паралельними пластинами з твердого сплаву ВК6.

Згідно з ДСТУ 3292-95 [10] з виготовленої партії в 166 штук монокристалів довільним шляхом було відібрано 10 штук, що є в межах 5...10 % від партії. Як уже зазначалось раніше, довжина ребра для кристалу є величиною не сталою. У того самого кристалу ця величина може змінюватись в межах 0,91...1,29 мм, тому було прийнято рішення за базову величину довжини ребра брати середнє значення за восьма вимірами. Значення розміру ребра октаедра розраховувалось за формулою:

$$a = \frac{a_1 + a_2 + a_3 + a_4 + a_5 + a_6 + a_7 + a_8}{8},$$

де $a_1, a_2, a_3, a_4, a_5, a_6, a_7, a_8$ – значення вимірів ребра октаедра. Дані за вимірами занесені до таблиці.

Хіміко-термічна обробка здійснювалась у муфельній печі в лужному середовищі при температурі 600 °С. У результаті обробки на поверхні кристалів почали формуватися нерівності у формі виступаючих граней октаедра та куба (рис. 2). Візуальний аналіз зміни стану поверхні здійснювався за допомогою біологічного мікроскопа, оснащеного цифровою камерою.

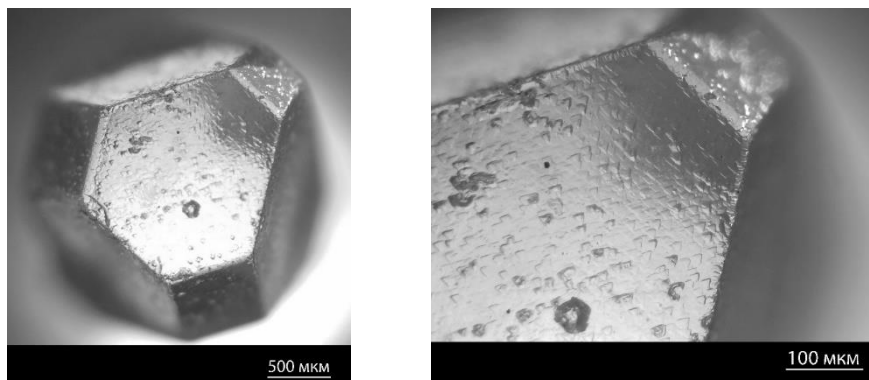


Рис. 2. Штучні алмази після хіміко-термічної обробки

Джерло: розроблено авторами.

Характер руйнування зразків крихкий. Повне руйнування монокристалу на дрібні уламки відбувається майже миттєво. Слід зазначити, що для кристалів, які витримують навантаження 4000...10000 Н, зменшується розмір уламків (рис. 3).

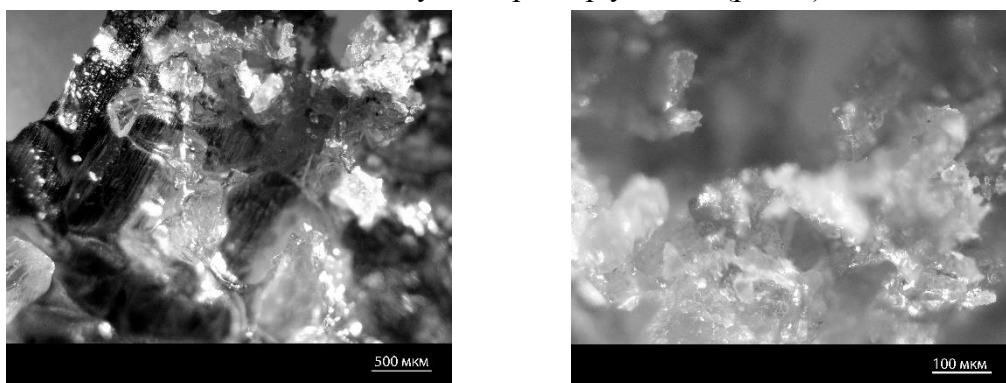


Рис. 3. Штучні алмази зруйновані в результаті експерименту з визначення статичної міцності 5800 Н

Джерло: розроблено авторами.

Згідно з ДСТУ [10] статична міцність – це зусилля, при якому відбувається руйнування кристала. Значення вимірювання навантаження руйнування для дослідних монокристалів типу Ib октаедричного габітусу, підданих термічній обробці, наведені в таблиці.

Таблиця

Результати випробувань із визначення статичної міцності монокристали типу Ib

№	Бічна грань а, мм	Зусилля, Н	Характер руйнування
1	0,86	4850	Крихкий, повністю зруйновано
2	0,94	3000	Крихкий, повністю зруйновано
3	1,177	4850	Крихкий, повністю зруйновано
4	1,192	4350	Крихкий, повністю зруйновано
5	1,202	3700	Крихкий, повністю зруйновано
6	1,23	6500	Крихкий, повністю зруйновано
7	1,25	5800	Крихкий, повністю зруйновано
8	1,33	5650	Крихкий, повністю зруйновано
9	1,502	3000	Крихкий, повністю зруйновано
10	1,553	3250	Крихкий, повністю зруйновано

На основі даних таблиці ми побудували графік розподілення величини критичного навантаження стискання або статичної міцності від розміру монокристала (рис. 4).

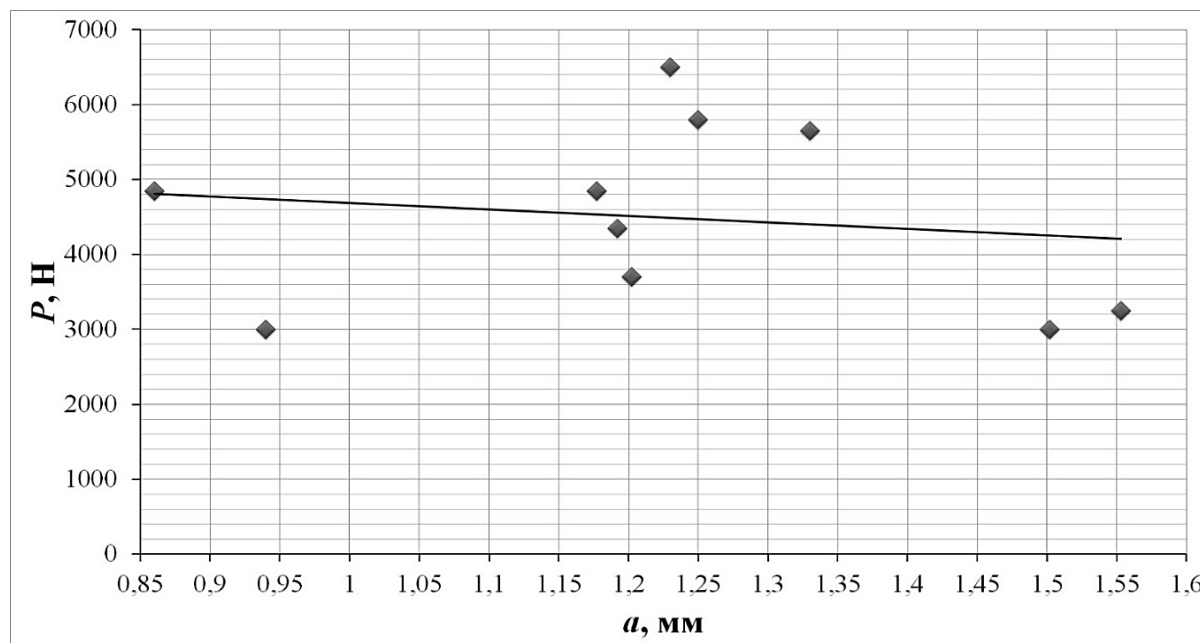


Рис. 4. Залежність статичної міцності від довжини бічної грані монокристалів алмазу типу Ib

Джерло: розроблено авторами.

Згідно з рис. 4 статична міцність має зворотну лінійну залежність від довжини бічної грані. Найбільшу статичну міцність мають кристали, довжина бічної грані для яких не перевищує 1,25 мм. Значення статичної міцності для відібраних кристалів суттєво змінюється від кристалу до кристалу, однак того слід зазначити, що і для кристалів, довжина бічної грані яких менша за 1,25 мм є кристали з нижчим значенням статичної міцності. Метод оптичного спостереження та аналізу стану поверхні не дає відповідь на питання, з чим пов'язано такі зміни. Таким чином, для кристалів типу Ib того самого габітусу потрібен додатковий спосіб контролю якості, що дасть змогу оцінити міцність кристалів неруйнівним методом і розподілити такі кристали по групах.

Висновки. Висока статична міцність синтетичних алмазів типу Ib октаедричного габітусу розміром 1100/1600 після хіміко-термічної обробки робить ці кристали придатними для виготовлення бурового та правлячого інструменту. Як і для вихідних кристалів, так і для кристалів після хіміко-термічної обробки статична міцність починає зменшуватись зі збільшенням розміру кристала. Експериментально підтверджено, що кристали 1000...1200 мкм мають більше значення критичного навантаження, ніж кристали, лінійний розмір яких 1300 мкм і більше. Серед недоліків таких кристалів, отриманих методом НР-НТ спонтанного синтезу, можна назвати суттєвий розкид значень статичної міцності навіть для кристалів, які мають однакові розміри. Для кристалів типу Ib відсутність неруйнівних методів контролю якості. Якщо характеристики міцності кристалу типу Ib, алмазні порошки, що набули широкого застосування у виробництві бурового та правлячого інструменту, гарно корелюються з результатами вимірювання магнітного сприйняття, то для кристалів Ib таку залежність отримати не можна, оскільки вони є немагнітними. Питання неруйнівного контролю для таких алмазів є і досі актуальним.

Список використаних джерел

1. Change of dislocations density in single crystals of various types diamonds depending on the growth temperature and rate / O. M. Suprun, G. D. Pnitskaya, V. A. Kalenchuk, O. A. Zanevskii, S. N. Shevchuk, V. V. Lysakovskii // Functional materials. – 2016. – V. 23, № 4. – Pp. 552-556.

2. Влияние свойств микропорошков алмаза на прочность и долговечность изготовленных на их основе поликристаллических сверхтвердых материалов / М. Г. Лошак, А. А. Шульженко, Л. И. Александрова и др. // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления : сб. науч. трудов. – К. : Изд-во ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2008. – Вып. 11. – С. 218-221.
3. Физические свойства алмаза : справочник / Н. В. Новиков, Ю. А. Кочержинский, Л. А. Шульман и др. ; под ред. Н. В. Новикова. – К. : Наукова думка, 1987. – 189 с.
4. Механические характеристики алмазных композиционных материалов, полученные с использованием алмазов различных размеров / А. А. Шульженко, М. Г. Лошак, Л. Н. Девин и др. // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления : сб. науч. трудов. – К. : Изд-во ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2006. – Вып. 9. – С. 139-145.
5. Дронова Н. Д. Характеристика и оценка алмазного сырья / Н. Д. Дронова, И. Е. Кузьмина. – М. : МГГУ, 2004. – 400 с.
6. Епифанов В. И. Технология обработки алмазов в бриллианты : учеб. пособие / В. И. Епифанов, А. Я. Песина, Л. В. Зыков. – М. : Высшая школа, 1987. – 337 с.
7. Кадомський С. В. Взаємозамінність, стандартизація та технічні вимірювання деталей машин / С. В. Кадомський. – Київ : НУХТ, 2016. – 169 с.
8. ISO 15253:2000 Ophthalmic optics and instruments – Optical devices for enhancing low vision [Electronic resource]. – Accessed mode: <https://www.iso.org/standard/26286.html>.
9. ISO 4506:2018 Hardmetals – Compression test [Electronic resource]. – Accessed mode: <https://www.iso.org/standard/69221.html>.
10. ДСТУ 3292-95. Порошки алмазні синтетичні. Загальні технічні умови [Електронний ресурс]. – Режим доступу: http://online.budstandart.com/ua/catalog/doc-page.html?id_doc=54145.

References

1. Suprun, O.M., Ilnitskaya, G.D., Kalenchuk, V.A., Zanevskii, O.A., Shevchuk, S.N., & Lysakovskii, V.V. (2016). Change of dislocations density in single crystals of various types diamonds depending on the growth temperature and rate. *Functional materials*, 23(4), 552–556.
2. Loshak, M.G., Shulzenko, A.A., Aleksandrova, L.I., Gargin, V.G., Zaika, N.I., Lisakovskiy, V.S., & Gomelyako, V.M. (2008). Vliianie svoistv mikroporoshkov almaza na proshnost i dolgovechnost izgotovlenih na ih osnove polikristalicheskikh sverhtverdh materialov [Influence of the properties of diamond micropowders on the strength and durability of polycrystalline superhard materials made on their basis]. *Porodorazrushaushii i metalloobrabatyvaushii instrument – tekhnika i tehnologiia ego izgotovleniia – Rock destructive tool from superhard materials and technology of its application*, 11, 218–221.
3. Novikov, N.V. (Ed.), Kocherginskiy, U.A., & Shulman L.A. (1987). *Fizicheskie svoistva almaza: spravoshnik [Physical properties of diamond: a reference guide]*. Naukova dymka.
4. Shulzenko, A.A., Loshak, M.G., & Devin, L.N. (2006). Mehanicheskie harakteristiki almaznih kompozitsionnih materialov, poluchenih s ispolzovaniem almazov razlichnih razmerov [Mechanical characteristics of diamond composites obtained using diamonds of various sizes]. *Porodorazrushaushii i metalloobrabatyaushii instrument – tekhnika i tehnologiya yego izgotovleniya – Rock destructive tool from superhard materials and technology of its application*, 9, 139–145.
5. Dronova, N.D., & Kuzmina, I.E. (2004). *Harakteristika I otsenka almaznogo sirya [Characterization and evaluation of rough diamonds]*. MGGU.
6. Epifanov, V.I., Pesina, A.Ia., & Zykov, L.V. (1987). *Tehnologiya obrabotki almazov v brilianti: uhebnoe posobie [Technology of processing diamonds into polished diamonds: educational methodological guide]*. High school.
7. Kadomskiy, S.V. (2016). *Vzayemozaminnist, standartizatsiya ta tekhnichni vimiruvannya detaliy mashin [Interchangeability, standardization and technical measurements of machine parts]*. NUHT.
8. ISO 15253:2000 Ophthalmic optics and instruments – Optical devices for enhancing low vision. <https://www.iso.org/standard/26286.html>.
9. ISO 4506:2018 Hardmetals – Compression test. <https://www.iso.org/standard/69221.html>.
10. DSTU 3292-95. *Poroshky almazni syntetychni. Zagalni tekhnichni umovy [Synthetic diamond powders. General technical conditions]*. http://online.budstandart.com/ua/catalog/doc-page.html?id_doc=54145.

Отримано 05.12.2021

**Maksym Tsysar¹, Anatolii Zakora², Anton Babak³, Serhiy Ivakhnenko⁴,
Oleg Zanevskii⁵, Halyna Ilnitska⁶, Ievgeniia Zakora⁷**

¹PhD, Senior Scientist

E-mail: ts_maxim@ukr.net. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4494-9109>

SCOPUS Author ID: 54406108100

²PhD, Senior Scientist

V. M. Bakul Institute for Superhard Materials (Kyiv, Ukraine)

E-mail: apz146@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9380-3042>

³PhD, Lecturer

National Technical University of Ukraine

“Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute” Department of Dynamics and Strength of Machines (Kyiv, Ukraine)

E-mail: sopromat_dpm@ukr.net. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5088-5578>

⁴PhD, Chief Executive Scientist

V. M. Bakul Institute for Superhard Materials (Kyiv, Ukraine)

E-mail: sioz@ismv13.kiev.ua. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4796-3416>

⁵PhD, Senior Scientist

V. M. Bakul Institute for Superhard Materials (Kyiv, Ukraine)

E-mail: sioz@ismv13.kiev.ua. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6751-866X>

⁶PhD, Senior Scientist

V. M. Bakul Institute for Superhard Materials (Kyiv, Ukraine)

E-mail: gil-ism@ukr.net. ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5124-1646>

⁷Senior Engineer

V. M. Bakul Institute for Superhard Materials (Kyiv, Ukraine)

E-mail: jaz6591@gmail.com. ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-0724-8941>

DEPENDENCE FOR SYNTHETIC DIAMOND LARGE CRYSTALS TYPE Ib OF OCTAHEDRAL HABITUS ON THEIR SIZE AFTER CHEMICAL-THERMAL PROCESSING OF STATIC STRENGTH

The use of large single crystals of diamond, grown by HP-HT with the latest technologies in drilling tools, can improve the productivity of the drilling process, increase the penetration rate, reduce wear of the main matrix, and provide a safe working environment when drilling solid rocks.

For an informed choice or design of the working part of the drilling equipment, an analysis of the functional purpose is important. The main role here is played by the factor of complexity of geodetic conditions: the angle of drilling, fracture toughness and class of rocks, their changes with the depth of drilling.

Analysis of studies and publications on functional analysis showed that diamonds should not only have high hardness and static strength, they should have a high value of thermal strength and chemical resistance, which will allow them to be used with sufficient efficiency when developing wells in difficult geological conditions. However, the main indicator of the suitability of such single crystals is still strength. It has been experimentally proven that the main type of diamond wear during drilling is partial or complete chipping of the protruding part of the crystals. Thus, the bits are equipped with harder diamonds, they will allow to process harder rocks without chips, reduce wear of the matrix itself, provide higher drilling speeds along with a decrease in energy consumption and consumption of consumables, for example, drilling mud.

The purpose of the article is to analyze the effect of chemical-thermal exposure, as an integral part of the technological process of manufacturing drill bits, on the tensile strength of synthetic diamonds of octahedral habit type Ib obtained by HP-HT technology.

Based on the data obtained experimentally, the work shows the suitability of synthetic diamonds as part of a functional cutting tool for drilling and geological exploration. The optimal size of crystals was determined, at which a sufficient level of strength is provided. The falling dependence of the strength on the edge length of the investigated diamond single crystals is graphically demonstrated.

For the first time, the paper presents a study of the effect of chemical-thermal treatment as part of the technological process of manufacturing a drilling tool on the strength of non-magnetic single crystals of synthetic diamond type Ib. The presented materials can be used for a reasonable choice or design of drill bits impregnated with large single crystals for drilling and geological exploration.

Keywords: single crystal; type Ib synthetic diamond; octahedral habitus; static strength; diamond tool.

Fig.: 4. Table: 1. References: 10.