

УДК 621.762.4.0454; 621.921.34

DOI: 10.20535/2409-7160.2023.XXIII.242759

## Порівняльний аналіз статичної міцності крупних кристалів синтетичного алмазу типу Ib октаедричного габітусу в залежності від типів обробки, як частин технологічного процесу виробництва бурового та монокристалального інструменту

М.О. Цисар<sup>1</sup>, А.П. Загора<sup>1</sup>, А.М. Бабак<sup>2</sup>, С.О. Івахненко<sup>1</sup>, О.О. Заневський<sup>1</sup>,  
Г.Д. Ільницька<sup>1</sup>, Є.О. Загора<sup>1</sup>

1 – Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАНУ, Київ, Україна

2 – КПІ ім. Ігоря Сікорського, Київ, Україна

**Анотація.** *Проблематика.* Виробництво бурового та монокристалального інструменту на основі крупних кристалів типу Ib октаедричного габітусу як альтернатива алмазним порошкам та композитам на їх основі. *Мета дослідження.* Визначення впливу окремих етапів технологічного процесу на значення статичної міцності як основного оціночного критерію. *Методика реалізації.* Для реалізації та імітації етапів технологічного процесу використовувались печі горизонтального завантаження типу СНОЛ та СУОЛ. Для визначення величини статичної міцності було використано установку FP-10 з відповідним маніпулятором за для забезпечення відповідності проведення експериментів державному стандарту. *Результати дослідження.* Для серії експериментів за середнім значенням з вибірки отримано залежність величини статичної міцності від типу обробки згідно технологічного процесу. *Висновки.* Отримані дані показують придатність використання такого типу кристалів для виробництва монокристалального та бурового інструментів без змін технології їх виробництва. **Ключові слова:** фізико-механічні властивості, HP-HT метод температурного градієнту, синтетичний алмаз типу Ib, алмазний буровий інструмент, алмазний монокристалальний інструмент.

Розвиток напрямку виробництва бурового та монокристалального інструменту як і будь-яке інше виробництво пов'язано із використанням нових конструкційних матеріалів. При зміні матеріалів, що вже стали класичними, альтернативними, потрібно впевнитись, що ця заміна при відповідній комбінації технологічних процесів призводить підвищення експлуатаційних властивостей готової продукції поза умови зменшення виробничих витрат.

Так, наприклад, буровий інструмент з використанням алмазів притерпів масу змін за останні 160 років. Було пройдено шлях від коронок з крупними кристалами природнього алмазу запропоновану Георгом Лео в 1862 та реалізовану його сином Рудольфом Лешо і механіком Піге [1]. Цей крок став геніальним технологічним рішенням при прокладці тунелів в твердих гірських породах. Наступний крок був пов'язаний із зменшенням вартості алмазного буріння і полягав в використанні алмазного порошку (відходів ювелірного виробництва). При цьому оцінкою якості монокристалів і тим більше порошоків які використовувались для виробництва коронок ні хто не займався.

Все змінилось з появою штучних алмазів. В 1961 році в Інституті надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля було розпочато розробку ефективної промислової технології виробництва штучних алмазів. Вже в 1963 році було синтезовано перші 2000 карат [2]. В подальшому саме в цьому інституті за період 1963–1970 буде вирощено 18,9 т. порошоків синтетичних алмазів [1]. Розвиток виробництва був тісно пов'язаний з розвитком наукового підґрунтя, що підтверджено великою кількістю публікацій та захистом дисертаційних робіт [2].

Наявність власного виробництва і тісна співпраця спеціалістів експериментального заводу та науково дослідного інституту дало потужний поштовх розвитку як наукових засад так і виробничо нормативних документів таких як СТП та методики для оцінки оцінки вихідної сировини – алмазних порошоків. В наступні роки на основі розроблених нормативних документів ІНМ білостворено ГОСТ 9206-80 і вже в незалежній Україні на основі цього ГОСТу після доповнення та розширення було створено ДСТУ 3292-95 [3]. Хоча деякі проміжні

характеристики, наприклад: корозійна стійкість, термоміцність та ін. не ввійшли в державний стандарт.

Спираючись на багаторічний досвід фахівців ІНМ в створенні інструменту на основі порошків синтетичних алмазів, твердого сплаву, кубічного нітриду бору та композитів на їх основі було розроблено відповідну програму по впровадженню крупних кристалів алмазу в монокристалічному та буровому інструменті. Виготовлення монокристалічного інструменту типу алмазний склоріз досить проста і не має суттєвих критичних навантажень на кристал. Напроти технологія виготовлення бурової коронки в рамках спланованих досліджень є інфільтраційна. Частиною технологічного процесу є просочування розплавленою міддю матриці з твердого сплаву. Спінання здійснюється при температурі 1150°C протягом 15 хв. Витримка при такій температурі кристалів технічного алмазного порошку призводить до зменшення міцності, оцінка такого зменшення здійснюється за величиною показника термоміцності [4]. Попередня хіміко-термічна обробка кристалів також може мати негативний вплив не лише у вигляді втрати маси готового кристалу, а і в зниженні характеристик міцності, зміна якої оцінюється характеристиками корозійної стійкості [5]. Всі ці величини визначаються у порівнянні із міцністю вихідних кристалів тому було проведено серію випробувань.

Шляхом спонтанної розплав-розчинної кристалізації в апараті високого тиску типу “тороїд” було вирощено серію синтетичних алмазів типу Ів октаедричного габітусу розміром 1600/1000 мкм. В якості розчинника використовувався сплав на основі заліза-кобальту. В якості джерела вуглецю було використано дрібнодисперсну суміш графіту та розчинника. Кристали було отримано при тиску 5,8–6,2 ГПа в діапазоні температур 1450...1480°C. Монокристали було відділено від продуктів синтезу шляхом хімічного витравлювання. Візуальний огляд показав, що кристали мають форму дуже близьку до октаедра. Вихід кристалів розміром 1000–1600 мкм становив ~70% від загальної маси алмазного продукту. Загальний вигляд вихідних кристалів отриманої партії представлено рис. 1а.

Для хіміко-термічної обробки або хімічного полірування було використано лабораторну піч горизонтального завантаження марки СНОЛ 2,5.4.1/4 з керамічним покриттям внутрішньої камери що витримує вплив агресивного середовища. Процес займав 30 хв. та здійснювався при температурі 650°C в 15% лужному розчині з додаванням бури. Зображення кристалів після хіміко-термічної обробки представлено на рис. 1б.

Для реалізації задачі на експеримент з впливу температурної обробки було використано трубчасту лабораторну піч марки СУОЛ 025 25/14. Термообробка проводилась при температурі  $T = 1150^\circ\text{C}$  протягом 15 хв. в струмі аргону. Зображення кристалів після термічної обробки наведено на рис. 1 в.

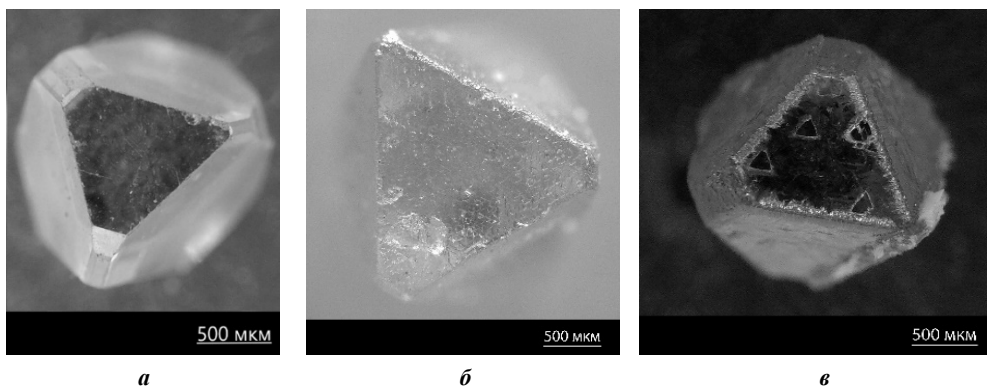


Рис. 3. Вигляд кристалу алмазу типу Ів октаедричного габітусу а) вихідного; б) після хіміко-термічної обробки в) після термічної обробки

Комбінована обробка представляє з себе послідовну хіміко-термічну та наступну термічну обробку. Для таких кристалів спостерігалась зміна топографії поверхні. Нарости у формі мікростригалів октаедричного габітусу збільшувались в розмірах.

Дослідження з визначення статичної міцності проводили на установці FP-10, з максимальним зусиллям випробувань 10 000 Н, похибка 10 Н. Ця установка призначена для дослідження міцності макрозразків і не має відповідної плоско-паралельності опор. Для досліджень кристалів міліметрових розмірів було розроблено та виготовлено спеціальний маніпулятор з твердосплавними опорами.

Роз'ємний кульовий шарнір в верхній частині призначено для створення співвісного стискання, навіть при відсутності паралельності між опорами, нівелює відхилення і суттєво зменшує похибку вимірювань. Встановлення зразка монокристалу в такий маніпулятор здійснюється аналогічно встановленню зразків твердого сплаву. В проміжок між робочою частиною твердосплавних пластин та опорними гранями кристалу встановлюється прошарок з алюмінієвої фольги круглої або квадратної форми з лінійним розміром 5 мм. Монокристал слід викладати найбільшою бічною стороною до нижньої опори з використанням допоміжного оптичного приладу, а саме окуляри MAGNIFIER 81007-B із збільшуваним склом  $\times 4$ . Після установки верхньої гайки з вмонтованою опорою слід усунути зазор між опорою і зразком для уникнення удару на початковому етапі навантаження для цього в маніпуляторі передбачено оглядове віконце.

Частково результати серій випробувань було опубліковано в ряді статей [6–8]. Більш детальні розрахунки по розширеному масиву даних в залежності від типу обробки наведено в таблиці 1.

Таблиця 1

Значення статичної міцності монокристалів типу Ib в залежності від типу обробки

Тип обробки	Середнє для серії значення довжини ребра $a$ , мм	Середнє для серії значення статичної міцності $P$ , Н
Без обробки	1,26	3705
Хіміко-термічна обробка	1,22	4495
Термічна обробка	1,23	4875
Послідовна хіміко-термічна та термічна обробка	1,04	6595

Як можна побачити за даними наведеними в таблиці 1 статична міцність після проведених технологічних операцій збільшується, що підтверджує факт придатності такого типу кристалів для виробництва бурового інструменту.

### Висновки

Проведені послідовні дослідження монокристалів алмазу як вихідної сировини, для кожного типу навантаження, згідно технологічного процесу виробництва показали придатність кристалів типу Ib октаедричного габітусу для виготовлення бурового інструменту. Проте можна зробити припущення, що збільшення величини статичної міцності для останньої групи може бути пов'язане із зменшенням середнього розміру кристалів. Після обробки великих масивів даних стає очевидним необхідність піти від класичної оцінки міцності за показником статичної міцності та розробити альтернативний критерій, що дозволив би зробити таку оцінку більш універсальною і більш незалежною. Спроби для крупних кристалів, що мають чітку геометричну форму, вже були зроблені в ІНМ ім. В. М. Бакуля НАН України: Шульженко О.О., Воронін Г.А. та ін. [1]. Ці роботи будуть покладені в основу при розробці універсального критерію, що не буде залежати від розміру кристалів його геометрії, габітусної форми тощо.

## Список літератури

1. Научная школа Института сверхтвердых материалов: к 100-летию НАН Украины // НАН Украины, Ин-т сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля; гл. ред. Н. В. Новиков ; сост. Надежда Ивановна Колодницкая. – Киев: Ин-т сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля, 2017. – 591 с.
2. Кожевников А.А. 150 Лет алмазной буровой коронке. Часть 1. Швейцария родиан алмазного бурения // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления: Сб. науч. тр.– К: Изд-во ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины. – 2012.–вып. 15. – С. 72-78.
3. ДСТУ 3292-95 Порошки алмазні синтетичні. Загальні технічні умови.
4. Новиков Н.В. Однородные термopочные алмазные шлифпорошки для бурового импрегнированного инструмента / Н.В. Новиков, Г.П. Богатырева, Р.К. Богданов, Г.Ф. Невструев, Г.Д. Ильницкая, А.П. Загора, А.М. Исонкин // Сверхтвердые материалы. – 2003. – № 4. – С. 73–80.
5. Ильницка Г. Дослідження корозійної тривкості високоміцних алмазних порошків / Г. Ильницка, Т. Пріхна, В. Лаврінченко, В. Смоквина, І. Зайцева, А. Загора // Проблеми корозії та протикорозійного захисту матеріалів / Спецвипуск журналу “Фізико-хімічна механіка матеріалів”.– Львів: Фізико-механічний інститут ім. Г.В. Карпенка НАН України. - 2020 – № 13. – с. 176–181.
6. Tsysar O.M. Dependence of the Static Strength of Type Ib Single Crystal Diamonds with Octahedral Habit on Their Size/ O.M. Tsysar, A.P. Zakora, A.M. Babak, S.O. Ivakhnenko, O.O. Zanevsky // Scientific Herald of Uzhhorod University Series “Physics”. – 2021. – Issue 50, – p. 25-30.
7. Цисар М. Залежність статичної міцності крупних кристалів синтетичного алмазу типу Ib октаедричного габітусу, після хіміко-термічної обробки, від їхнього розміру/ М. Цисар, А. Загора, А. Бабак, С. Івахненко, О. Заневський, Г. Ильницка, С. Загора // ТЕХНІЧНІ НАУКИ ТА ТЕХНОЛОГІЇ. – 2021. № 4(26). – С. 43-48.
8. Івахненко С.О. Залежність статичної міцності крупних монокристалів синтетичного алмазу типу Ib октаедричного габітусу, після температурної обробки, від їх розміру/ С.О. Івахненко, А.П. Загора, М.О. Цисар, Г.Д. Ильницка, О.О. Заневський, Е.О. Загора // Mechanics and Advanced Technologies. – 2021. – Том 5 № 2. – С. 177-182.

## Comparative analysis of static strength of large crystals of synthetic diamond type Ib octahedral habit depending on the types of processing, as part of the technological process of production of drilling and single-crystal tools

M. Tsysar, A. Zakora, A. Babak, S. Ivakhnenko, O. Zanevsky, H. Ilnitska , E. Zakora

**Abstract.** Background. Production of drilling and single-crystal tools based on large crystals of type Ib octahedral habit as an alternative to diamond powders and composites based on them. Objective. Determining the influence of individual stages of the technological process on the value of static strength as the main evaluation criterion. Methods. Horizontal loading furnaces such as SNOL and SUOL were used to implement and simulate the stages of the technological process. To determine the value of static strength, the FP-10 unit with the appropriate manipulator was used to ensure compliance of the experiments with the state standard. Result. For a series of experiments on the average value of the sample, the dependence of the value of static strength on the type of processing according to the technological process. Conclusions. The obtained data show the suitability of using this type of crystals for the production of single-crystal and drilling tools without changes in the technology of their production.

**Keywords:** physical and mechanical properties, HP-HT temperature gradient method, synthetic diamond type Ib, diamond drilling tool, diamond single crystal tool.