

А. А. Шульженко (г. Киев),
А. В. Ножкина (г. Москва, Россия),
В. Г. Гаргин, Р. К. Богданов, А. П. Загора,
Г. П. Богатырева, Г. А. Петасюк, М. Г. Лошак,
Л. И. Александрова, Н. А. Русинова, В. Л. Гвяздовская,
В. С. Шамраева (г. Киев)

**Сравнительные физико-механические
характеристики микропорошков
синтетического и природного алмаза
и поликристаллических композиционных
материалов на их основе**

Представлены результаты исследования физико-механических характеристик микропорошков синтетического (SD 40/28) и природного (ND 40/28) алмазов и поликристаллических композиционных материалов на их основе. Показано, что оба порошка удовлетворяют требованиям стандарта ДСТУ 3292—95. В то же время абразивная способность природного алмаза несколько выше абразивной способности микропорошка синтетического алмаза, а плотность и удельная поверхность зерен ниже, чем у синтетического. Упругие характеристики спеченных поликристаллических композиционных материалов — модуль Юнга, модуль сдвига, модуль всестороннего сжатия, коэффициент Пуассона и износостойкость при механической обработке камня трением выше, а долговечность при циклических испытаниях сжатием несколько ниже у композита, спеченного на основе микропорошка природного алмаза, чем у композита на основе синтетического алмаза.

Ключевые слова: алмаз, микропорошки, композит, свойства, давление, температура.

Введение. Породоразрушающий буровой инструмент обычно оснащают твердосплавными вставками, крупными зернами природных алмазов, поликристаллическими алмазами, например, типа карбонадо, алмазно-твердосплавными пластинами (АТП), композиционным материалом славутич, мелкими зернами природных и синтетических алмазов, импрегнированными в металлические матрицы, а также в последнее время — алмазным композиционным термостойким материалом (АКТМ) [1—3].

При спекании поликристаллических материалов типа алмазно-твердосплавных пластин и АКТМ для оснащения бурового инструмента используют синтетические и природные микропорошки алмаза. Применение для получения поликристаллических композиционных материалов природного алмаза обычно способствует повышению термостабильности материала, так как природные алмазы, в отличие от синтетических, не содержат металлических включений, которые при высоких температурах взаимодействуют с алмазом и снижают эксплуатационные свойства материалов.

В настоящей работе приведены результаты сравнительных исследований физико-механических характеристик микропорошков синтетического и природного алмазов зернистостью 40/28 и поликристаллических композиционных материалов на их основе.

Методика исследований. Сравнительный анализ микропорошков SD 40/28 и ND 40/28 проводили на основании результатов диагностики их размерных и морфологических (совокупно — морфометрических) характеристик, внешней и общей удельной поверхности и абразивной способности.

Диагностику морфометрических характеристик осуществляли на приборе “DiaInspect. OSM” [4]. Из числа диагностируемых этим прибором характеристик в базовую для сравнительного анализа совокупность были включены следующие характеристики зерен: максимальный (F_{\max}) и минимальный (F_{\min}) диаметры Ферет, Ферет-удлинение (F_{el}), средний (d_c) и эквивалентный ($d_{\text{экв}}$) диаметры, периметр (P) и площадь проекции (A), шероховатость (R) и симметрия (E_s). Периметр и площадь проекции зерен не нуждаются в разъяснениях. Что касается остальных характеристик, то описание их геометрического смысла и методики определения показателей являются общепринятыми в цифровой обработке изображений и применительно к прибору “DiaInspect. OSM” имеется, например, в [4, 5]. Программа исследований предусматривала также количественную оценку адекватности значений диагностируемых характеристик по разработанным в Институте сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины компьютерно-аналитическим методикам [5—7]. Количество испытанных зерен составляло 1980 шт. для микропорошка SD и 1999 шт. для микропорошка ND.

Внешнюю удельную поверхность определяли экстраполяционно-аналитическим методом [8, 9], который относится к группе методов, основанных на геометрических измерениях. В его основе лежит 3D моделирование площади поверхности зерен порошка и их объема. Исходными данными для такого способа измерения внешней удельной поверхности служили упоминавшиеся выше диаметры Ферет, периметр и площадь проекции зерен, а также их высота. Высоту зерен определяли по методике, описанной в [8].

Плотность порошков измеряли на “Автопикнометре 1320” (“Micromeritics”), работающем по принципу повторного измерения абсолютного объема гелия, вытесненного образцом (порошок или фрагменты). Результат считывали с электронного табло в конце измерения, пикнометр управляли микропроцессором, точную массу образца вводили в прибор до начала анализа. Точность — $\pm 0,02 \text{ см}^3$.

Определение общей удельной поверхности порошков осуществляли методом низкотемпературной адсорбции азота на приборе “Акусорб 2100” (фирма “Культроникс”). Манометрическим методом определяли изотермы адсорбции и десорбции азота на поверхности порошков или фрагментов твердых тел. Измерение удельной поверхности производили по методу БЭТ. В качестве адсорбата был выбран азот.

Для анализа поверхности на приборе “Акусорб 2100” подготавливали и дегазировали при температуре 200 °С четыре образца в специальных стеклянных колбах. Вакуумирование проводили при давлении $1 \cdot 10^{-4}$ мм рт. ст. с помощью форвакуумного насоса.

Синтетические и природные алмазы зернистостью 40/28 спекали в аппарате высокого давления типа “тороид” с диаметром центрального углубления 30 мм. Для изготовления образцов алмазного поликристаллического композиционного материала (АПКМ) [10] были спрессованы нагреватели из графита

та диаметром 18 мм, высотой 6 мм с цилиндрическим гнездом диаметром 5,2 мм. В цилиндрические гнезда помещали экраны из ниобия толщиной 0,1 мм (рис. 1), а затем заполняли шихтой, содержащей алмазный порошок зернистостью 40/28 и порошки Co, Ni и WC [11].

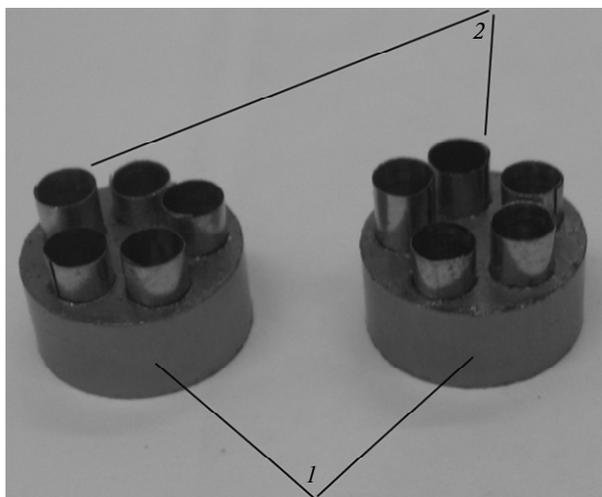


Рис. 1. Ячейка высокого давления: 1 — графитовая матрица, 2 — экран из ниобия.

Упругие характеристики спеченных композиционных поликристаллических образцов из алмазов SD и ND — модуль Юнга E , модуль сдвига G , модуль всестороннего сжатия B и коэффициент Пуассона η , определяли динамическим методом.

Экспериментальные исследования по определению износостойкости образцов, спеченных на основе алмазов SD 40/28 и ND 40/28, проводили по торезскому песчанику VIII—IX категории по буримости на токарно-винторезном станке мод. ДИП 200 с использованием специальной оснастки для закрепления керна горной породы в виде разрезного цилиндра и стакана, а также специального приспособления для закрепления исследуемого образца АПКМ в резцедержателе патрона.

Исследуемый образец ($\varnothing = 3$ мм, $h = 5$ мм) закрепляли в патроне специального приспособления и при заранее выставленных значениях скорости вращения станка подвели к поверхности керна горной породы, где и осуществляли процесс врезания.

Параметры режима точения:

- частота вращения — 355 мин^{-1} ;
- глубина внедрения — 1,0 мм.

Фиксируемые параметры:

- углубление при врезании с точностью до 0,05 мм;
- время точения с точностью до 1 с.

В качестве горной породы для испытаний износостойкости вставок АКМ был выбран также торезский песчаник VIII—IX категории по буримости, характеризующийся стабильными свойствами, высокой твердостью и относительно высокой абразивностью.

Интенсивность изнашивания I определяли как отношение износа вставки Δm к величине проходки на вставку L :

$$I = \frac{\Delta m}{L}, \text{ г/м.}$$

Величину проходки на вставку L определяли по формуле

$$L = \frac{\pi D n}{60} t, \text{ м,}$$

где D — диаметр керн, м; n — частота вращения шпинделя станка, мин⁻¹; t — время точения, мин.

Испытания на абразивную способность проводили по методике ДСТУ 3292—95 (приложение И). Сущность определения абразивной способности микропорошков синтетического алмаза по этой методике заключается в определении массы сошлифованного с образца материала m_1 и массы израсходованного для этого микропорошка m_2 при стандартном (установленном) режиме испытания. За показатель абразивной способности принимается отношение m_1/m_2 . В качестве шлифуемого материала использовали образцы синтетического корунда по ГОСТ 22029—76. Время шлифования — 60 мин, масса алмазного микропорошка — 0,01 г.

Изготовленные из композитов на основе синтетического, а также природного алмаза цилиндрические образцы, предназначенные для испытаний циклическим сжатием, для придания им правильной геометрической формы были подвергнуты алмазному шлифованию как по образующей, так и по торцевым поверхностям таким образом, чтобы непараллельность последних и их неперпендикулярность к оси образца не превышали 0,01 мм. После окончательной обработки размеры образцов составляли $\varnothing 3,8 \times 4,9$ мм.

Циклическое нагружение выполняли на универсальной испытательной машине УТС 100 (Германия) в автоматическом режиме. Максимальное напряжение цикла нагружения составляло 1400 МПа, что соответствовало $\sim 0,5R_{ст}$ ($R_{ст}$ — предел прочности при сжатии) данных композитов. При этом суммарная погрешность по напряжению от цикла к циклу не превышала 2 %. Для того, чтобы обеспечить передачу нагрузки на образец без деформации передающих опор, последние были изготовлены из мелкозернистого твердого сплава марки ВКЗМ. Для уменьшения действия контактных сил трения на опорных поверхностях образца испытания проводили с использованием прокладок из алюминиевой фольги толщиной 0,03 мм.

Результаты исследований. Фотографии природных и синтетических алмазов зернистостью 40/28 представлены на рис. 2.

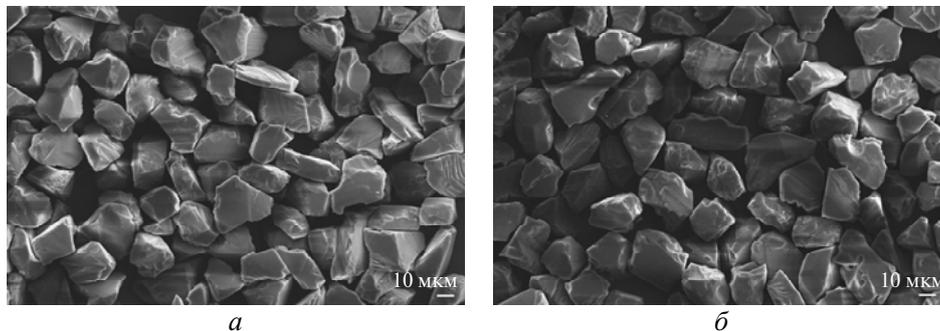


Рис. 2. Внешний вид зерен микропорошка природного (а) и синтетического (б) алмазов.

Как видно, микропорошки природных алмазов представляют собой более уплотненные зерна (см. рис. 2, а), чем зерна синтетического алмаза (см. рис. 2, б). Результаты сравнительного исследования микропорошков SD 40/28 и ND 40/28 по базовой совокупности принятых морфометрических и физико-механических характеристик приведены в табл. 1.

Таблица 1. Результаты диагностики морфометрических характеристик исследуемых микропорошков на приборе “DialInspect. OSM”

Характеристика	SD 40/28			ND 40/28		
	Значение	Показатели адекватности		Значение	Показатели адекватности	
		u	$i_{стб}$		u	$i_{стб}$
F_{\min} , мкм	26,04	0,661	0,324	26,06	0,653	0,303
F_{\max} , мкм	37,55	0,652	0,295	37,99	0,651	0,287
F_{el}	1,4610	0,332	0,381	1,4788	0,338	0,362
d_c , мкм	31,8	0,700	0,333	32,02	0,695	0,318
$d_{эв}$, мкм	29,41	0,674	0,343	29,73	0,662	0,316
P , мкм	107,7	0,656	0,311	108,3	0,663	0,311
A , мкм ²	698,2	0,550	0,166	709,9	0,534	0,154
R	1,0569	0,759	0,912	1,0539	0,781	0,916
E_s	1,4483	0,285	0,305	1,4645	0,284	0,282
Обобщенный показатель однородности		$U = 0,538$			$U = 0,527$	
Внешняя удельная поверхность, м ² /кг	179,15			176,30		
Абразивная способность	5,16			5,30		

Примечание. u — показатель однородности по системно-критериальному методу; $i_{стб}$ — индекс стабильности среднего значения характеристики.

Анализ представленных в табл. 1 данных показывает, что исследуемые порошки очень близки по значениям диагностировавшихся морфометрических характеристик. Однако наличие одной лишь этой информации является необходимым, но недостаточным условием для достоверных выводов по сравнительному анализу исследуемых порошков. Необходимо провести еще и анализ адекватности значений сравниваемых характеристик, в частности, морфометрических. Это вызвано тем, что значения характеристик дисперсных материалов, включая и порошки сверхтвердых материалов, отождествляются со средним арифметическим результатов испытания единичных зерен пробы порошка. Такой метод обобщения имеет ряд недостатков, на которые указано в [5]. Там же для повышения информативности основного значения характеристик было предложено использовать дополнительные уточняющие показатели, в частности, показатели однородности и стабильности. Эффективность такой методологии сравнительного анализа порошков подтверждается и на примере приводимого здесь сравнительного анализа. При практической неразличимости порошков SD 40/28 и ND 40/28 по основному значению

морфологических характеристик они все же различимы по критерию однородности и стабильности. Отметим, что как показатель однородности, так и показатель стабильности значений характеристики являются нормированными величинами, принимающими значения с интервалом 0,1. Почти во всех случаях более качественным является порошок SD. Его зерна более однородны по всем морфометрическим характеристикам, за исключением шероховатости *R*. Значение шероховатости порошка SD выше, чем порошка ND.

Что касается показателей зернового состава (табл. 2), то оба порошка удовлетворяют требованиям стандарта ДСТУ 3292—95. Однако по этому атрибуту качества преобладает микропорошок ND. Показатель основной фракции этого микропорошка на 5 % больше, чем у микропорошка SD. Более выгодно отличаются соответственно и показатели крупной и мелкой фракций — на 1,42 и 0,91 % меньше в пользу микропорошка ND.

Таблица 2. Показатели распределения зерен микропорошков SD 40/28 и ND 40/28 по стандартным размерным интервалам в соответствии с ДСТУ 3292—95

№ зерна	Границы размерных интервалов среднего диаметра, мкм		Содержание зерен в размерных интервалах, %	
			SD 40/28	ND 40/28
4	3,00	5,00	0,00	0,00
5	5,00	7,00	0,00	0,15
6	7,00	10,00	0,00	0,10
7	10,00	14,00	0,45	0,10
8	14,00	20,00	0,91	0,10
9	20,00	28,00	21,62	18,51
10	28,00	40,00	69,80	75,24
11	40,00	60,00	7,22	5,80
12	60,00	80,00	0,00	0,00
Показатели зернового состава по ДСТУ 3293—95				
Фракция	Основная		69,80	75,24
	Крупная		7,22	5,80
	Мелкая		1,36	0,45
	Предельная		0,00	0,00

Результаты испытания исследуемых порошков на абразивную способность показали, что оба порошка обладают повышенной абразивной способностью в сравнении с нормами, предусмотренными стандартом ДСТУ 3292—95 для порошков синтетического алмаза ACM 40/28. В то же время абразивная способность микропорошка ND 40/28 несколько выше абразивной способности микропорошка SD 40/28 (см. табл. 1).

Плотность зерен синтетических алмазов SD 40/28 составляет 3,55 г/см³, а природных — 3,47 г/см³. Разница в величинах плотности объясняется наличием металлических включений в синтетических алмазах. Полная удельная поверхность микропорошков для синтетического микропорошка составила 0,422 м²/г, а для природного — 0,172 м²/г. Более развитая поверхность синтетического порошка алмаза должна способствовать получению более прочных

связей между зернами в процессе спекания их в условиях высоких давлений и температур.

Упругие характеристики поликристаллических композитов, спеченных в условиях высоких давлений и температур из синтетического и природного алмазов представлены в табл. 3.

Таблица 3. Упругие характеристики поликристаллических композитов, спеченных из алмазов SD 40/28 и ND 40/28

Поликристаллический композит на основе алмаза	E , ГПа	G , ГПа	B , ГПа	η
Синтетического	880*	401	363	0,097
SD 40/28	653	305	253	0,075
	636	295	249	0,070
Природного	900*	399	546	0,281
ND 40/28	740	294	511	0,259
	718	250	403	0,128

* Приведены данные упругих характеристик трех образцов.

Как видно из таблицы, упругие характеристики спеченных в условиях высоких давлений и температур композиционных материалов более высокие в образцах, полученных на основе природных алмазов.

Исследования по определению износостойкости поликристаллических композиционных материалов по торезскому песчанику VIII—IX категории буримости представлены в табл. 4.

Таблица 4. Сравнительные испытания поликристаллических композиционных материалов

Поликристаллический композит на основе алмаза	Вес вставки, г		Износ, г	Путь резания, м	Время резания, с	Скорость резания, м/с	Интенсивность изнашивания, мг/м
	начальный	конечный					
Синтетического SD 40/28	0,181	0,175	0,006	312	240	1,3	0,019
Природного ND 40/28	0,220	0,219	0,001				0,003

Как видно из табл. 4, интенсивность изнашивания поликристаллического композита, спеченного из природного алмаза, меньше, чем композита, спеченного из синтетического алмаза.

Долговечность композитов на основе природного алмаза несколько ниже, чем синтетического и составляет соответственно 265 и 300 циклов нагружения. Вместе с тем, следует отметить, что образцы композитов на основе синтетического алмаза разрушились на три-четыре фрагмента при прохождении магистральных трещин параллельно образующей образца (рис. 3, а). Для композитов на основе природного алмаза характерно разрушение на значительно более мелкие фрагменты (рис. 3, б). Различие в характере разрушения композитов на основе синтетического и природного алмазов, по всей види-

мости, обусловлено более развитой удельной поверхностью синтетического алмаза по сравнению с природным, т. е. более прочной связью между зернами.

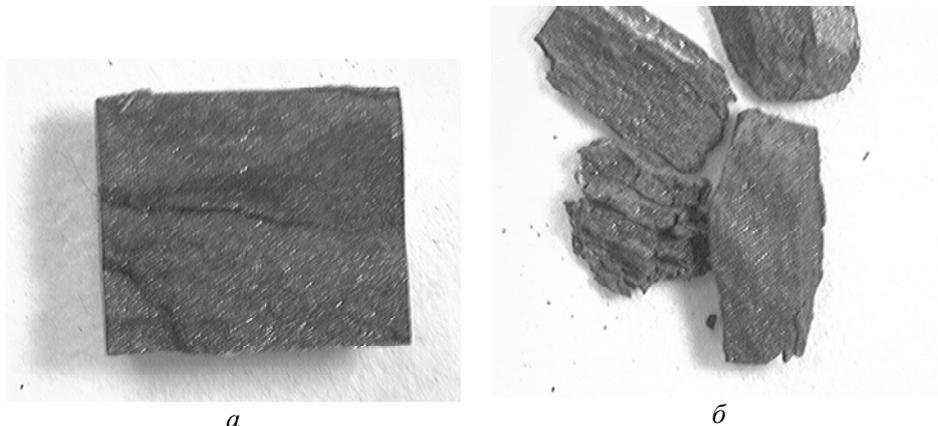


Рис. 3. Характер разрушения поликристаллических композитов, спеченных на основе синтетического (а) и природного (б) алмазов.

Выводы

Исследованы физико-механические и морфологические характеристики микропорошков синтетического и природного алмазов зернистостью 40/28, применяемых для спекания вставок поликристаллических композиционных материалов, предназначенных для оснащения породоразрушающего бурового инструмента.

Показано, что оба порошка удовлетворяют требованиям стандарта ДСТУ 3292—95. В то же время, абразивная способность природного алмаза (5,30) несколько выше, чем синтетического (5,16), а плотность ($3,47 \text{ г/см}^3$) и удельная поверхность природного алмаза ($0,172 \text{ м}^2/\text{г}$) ниже, чем плотность ($3,55 \text{ г/см}^3$) и удельная поверхность ($0,422 \text{ м}^2/\text{г}$) микропорошка синтетического алмаза зернистостью 40/28.

Упругие характеристики полученных поликристаллических композиционных материалов, спеченных из исследуемых микропорошков, выше у композита, спеченного на основе микропорошка природного алмаза. Износостойкость поликристаллических композиционных материалов выше для образцов, спеченных на основе природных алмазов.

Впервые определена долговечность композитов путем их циклического нагружения при сжатии. Показано, что долговечность композита на основе природного алмаза несколько ниже, чем композита на основе синтетического алмаза.

Установлен характер разрушения композитов. Композит на основе природного алмаза при достижении критических напряжений разрушается на более мелкие фрагменты, чем композит, спеченный на основе синтетического алмаза.

1. Бочковский А. М. Алмазные комбинированные вставки для бурового инструмента // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент — техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. — Киев: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2005. — Вып. 8. — С. 75—77.
2. Богданов Р. К., Дутка В. А., Загора А. П. К вопросу оснащения сверхтвердыми материалами инструмента для бурения скважин в породах средней твердости // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент — техника и технология его изготов-

- ления и применения: Сб. науч. тр. — Киев: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2005. — Вып. 8. — С. 78—82.
3. Пат. 21897 Україна, МПК С 01 В 31/06. Спосіб одержання композиційного матеріалу на основі алмазу / О. О. Шульженко, В. Г. Гаргін, Н. О. Русінова. — Опубл. 10.04.2007, Бюл. № 4.
 4. List E., Frenzel J., Vollstaedt H. A new system for single particle strength testing of grinding powders // Ind. Diamond Rev. — 2006. — N 1. — P. 42—47.
 5. Новиков Н. В., Богатырева Г. П., Петасюк Г. А. К вопросу повышения информативности морфологических характеристик порошков из сверхтвердых материалов, определяемых на видео-компьютерных диагностических комплексах // Сверхтв. материалы. — 2005. — № 3 — С. 73—85.
 6. Новиков Н. В., Никитин Ю. И., Петасюк Г. А. Однородность шлифпорошков синтетических алмазов и критерии ее количественной оценки // Там же. — 1999. — № 5. — С. 65—74.
 7. Пат. 53964 Україна, МПК G 01 N 33/40. Спосіб оцінки однорідності абразивного порошку / М. В. Новіков, Ю. І. Нікітін, Г. П. Богатирьова, Г. А. Петасюк — Опубл. 15.02.06, “Промислова власність”, № 2, 2006.
 8. Петасюк Г. А., Богатырева Г. П. Экстраполяционно-аналитический метод определения удельной поверхности порошков сверхтвердых материалов // Сверхтв. материалы. — 2007. — № 6. — С. 65—76.
 9. Пат. 78937 Україна, МПК G 01 N 15/02, 15/08. Спосіб визначення зовнішньої питомої поверхні надтвердих дисперсних матеріалів / М. В. Новіков, Г. П. Богатирьова, Г. А. Петасюк. — Опубл. 25.04.07, “Промислова власність”, № 5, 2007.
 10. Пат. 25599. Україна, МПК С 22 С 26/00. Спосіб одержання виробів з композиційного матеріалу на основі алмазу / О. О. Шульженко, В. Г. Гаргін, Н. О. Русінова. — Опубл. 10.08.07, Бюл. № 12.
 11. Шульженко А. А., Богданов Р. К., Гаргин В. Г. и др. Алмазный поликристаллический материал для оснащения бурового инструмента // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент — техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. — Киев: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2007. — Вып. 10. — С. 189—196.

Ин-т сверхтвердых материалов
им. В. Н. Бакуля НАН Украины
ВНИИАЛМАЗ

Поступила 28.02.08