

8. Шульженко А.А., Соколов А.Н., Невструев Г.Ф., Ильницкая Г.Д. Термостабильные шлифпорошки кубического нитрида бора // Инструментальный світ.-2005. - № 3 – С. 11–13.
9. Новіков М.В., Богатирьова Г.П., Ильницька Г.Д., Невструєв Г.Ф. Спосіб розподілу зернистого матеріалу за дефектністю поверхні зерен. Патент України № UA65128, МПК В03С 7/00, В03С 1/00 № 2003065195; Заявлено 05.06.2003; Опубл. 15.03.2004. Бюл. № 3.
10. ТУ У 88.090.018-98 Порошки кубического нитрида бора. – Киев: ГОССТАНДАРТ Украины, 1998. – 62 с.
11. Пат. 65129 А України, МКИ G01N27/12. Спосіб оцінки дефектності зерен порошкового матеріалу / Г.Ф. Невструєв, Г.Д. Ильницька. – № 2003065196; Заявл. 05.06.2003, Опубл. 15.03.2004, Бюл. № 3.
12. Оценка качества порошков сверхтвердых материалов. Ч. 1. Теоретические основы метода оценки характеристик качества. Н.В. Новиков, Г.Ф. Невструев, Г.Д. Ильницкая и др. // Сверхтвердые материалы. - 2006. - № 5. - С. 74–83; Ч. 2. Практическое применение нового метода оценки характеристик качества. – С. 58-67.
13. М 28.5-272:2008. Методика аналитической оценки прочностных характеристик шлифпорошков сверхтвердых материалов (СТМ). Введ. 01.01.2008. – К.: ИСМ НАН Украины, 2008. – 14 с.

Представлена 14.07.11

УДК 622.23.051.7

Н. В. Новиков, акад. НАН Украины; **А. П. Загора**, **Г. Д. Ильницкая**, **Л. И. Александра**,
Р. К. Богданов, кандидаты технических наук, **С. А. Ивахненко**, **М. Г. Лошак**, доктора технических наук, **О. А. Заневский**, канд. хим. наук

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

ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК КРУПНЫХ СИНТЕТИЧЕСКИХ МОНОКРИСТАЛЛОВ ДЛЯ БУРОВОГО ИНСТРУМЕНТА

Представлены результаты исследования магнитной восприимчивости и предела прочности на сжатие монокристаллов алмаза, выращенных с использованием растворителей на основе железо – никель. Показана корреляционная зависимость между магнитными и механическими характеристиками кристаллов размером 1600/1250 мкм после ситового отсева.

Ключевые слова: алмаз, прочность, термостабильность, магнитная восприимчивость, разрушающий контроль, буровой инструмент.

Как известно, характер разрушения горных твердых и очень твердых пород VIII-X категории буримости определяется соотношением, с одной стороны, их физико-механических, структурных, текстурных, минералогических и петрографических свойств, с другой - технологических параметров режима бурения и связанных с ними характеристик бурового инструмента. Это справедливо для всех видов бурения, но при использовании алмазного инструмента приобретает особое значение из-за подверженности алмазов действию высокого контактного напряжения и высокой температуры [1].

Основным видом износа алмазов в процессе работы алмазного бурового породоразрушающего инструмента является хрупкое разрушение путем скалывания отдельных выступающих частей вследствие развития микротрещин в алмазном зерне при контакте с горной породой [2].

В процессе бурения алмазной коронкой осевая нагрузка распределяется не по всей площади поверхности алмазсодержащей матрицы, а перераспределяется между алмазами, выступающими из поверхности матрицы на одинаковую высоту, поэтому основной причиной износа алмазных зерен является их неоднородность по размеру и прочности.

Исходя из требований, предъявляемых к алмазному буровому инструменту, основными характеристиками синтетических алмазов (СА) должны являться зернистость и зерновой состав, прочность, однородность по прочности и термостойкости.

Результаты исследования кристаллов алмаза показали, что дефекты поверхности отражают условия их выращивания и характеристики после извлечения из продукта синтеза, прежде всего кристаллическое совершенство и морфологию. Включения растворителя и дефекты поверхности влияют на прочностные характеристики кристаллов алмаза, особенно при высокой температуре.

Количество включений растворителя в монокристаллах определяется, прежде всего их скоростью роста, что влияет не только на внешнюю, но и на внутреннюю морфологию кристаллов, в которых содержание металлических включений в виде объемных дефектов может достигать нескольких весовых процентов [3, 4]. Такие включения являются объемными дефектами кристаллов и количественно тесно связаны с их удельной магнитной восприимчивостью χ [5] и непосредственно влияют на прочностные характеристики алмаза [6]. Включения в структуре реального кристалла алмаза, а также примеси и дислокации снижают прочностные характеристики кристаллов как при комнатной температуре, так и после высокотемпературного воздействия [7]. Сохранение в большей или меньшей степени прочностных характеристик материалов после высокотемпературного воздействия определяет их термостабильность. Термостабильность кристаллов синтетических алмазов обычно снижается при нагревании до температуры 1000 °С [8]. На практике термостабильность алмазов принято оценивать коэффициентом термостабильности $K_{ТС}$, который определяют как отношение прочности при статическом сжатии алмазных зерен после термообработки к их прочности при статическом сжатии до термообработки [9]. Для синтетических алмазных шлифпорошков с частицами размером 600–800 мкм известна корреляционная зависимость коэффициента термостабильности $K_{ТС}$ от величины магнитной восприимчивости χ [10]. Термостойкость синтетических алмазов размером более 1 мм и оптимизацию процесса их выращивания для целевого использования в буровом породоразрушающем инструменте детально не изучали.

Цель настоящей работы - изучить магнитные и механические характеристики синтетических монокристаллов алмаза размером 1000–1600 мкм при комнатной температуре и после высокотемпературного воздействия (при температуре 1150 °С).

Методика эксперимента

Исследовали монокристаллы алмаза, полученные путем спонтанной кристаллизации из графита со стимулированием зародышеобразования. Использовали растворитель углерода на основе сплава железо - никель. Аппаратура высокого давления типа «тороид» ТС40 позволяла достигать в экспериментах давления 7 ГПа и температуры до 1700 °С. Алмазные порошки получили из продукта синтеза после его химической обработки путем сортировки и классификации, в процессе которых отдельные монокристаллы разделяли по размеру на зернистости 1250/1000 и 1600/1250 мкм, а также на пять партий согласно их кристаллическому совершенству и морфологии поверхности с помощью вибростала. Для исследований использовали образцы только высшего качества с минимальным количеством включений и совершенной огранкой, обычно октаэдрического или кубооктаэдрического габитуса. Для изучения отобрали по 10 кристаллов зернистостью 1600/1250 и 1250/1000 мкм. Для каждого отдельного кристалла алмаза определяли магнитную восприимчивость и предел прочности на сжатие как при комнатной температуре (исходной магнитной восприимчивости и прочности), так и после высокотемпературного воздействия. Термическую обработку кристаллов при этом проводили в токе аргона при температуре 1150 °С в течение 15 мин. Охлаждали термообработанные кристаллы в токе аргона вместе с печью до температуры 250 °С. Удельную магнитную восприимчивость монокристаллов χ (м³/кг) определяли согласно разработанной ранее методике [11]; предел прочности на сжатие P (Н) вычисляли при статической нагрузке [12].

Результаты и их обсуждение

Исследовали монокристаллы синтетических алмазов зернистостью 1600/1250 мкм. Измеряли прочность исходных кристаллов при статическом сжатии и удельную магнитную восприимчивость; рассчитали средние значения этих показателей. Такие же измерения провели после термической обработки при температуре 1150 °С в атмосфере аргона. Рассчитали коэффициент термостабильности $K_{ТС}$ каждого отдельного кристалла и его среднее значение. Результаты измерений и расчетов физико-

механических характеристик монокристаллов зернистостью 1600/1250 мкм приведены в табл. 1. Как видим из данных табл. 1, физико-механические характеристики монокристаллов алмаза зернистостью 1600/1250 мкм в исходном состоянии при комнатной температуре и после высокотемпературной обработки значительно отличаются от их средних значений.

Таблица 1 Физико-механические характеристики монокристаллов алмаза в исходном состоянии (при комнатной температуре) и после термической обработки при температуре 1150 °С в токе аргона

№ кристалла	Удельная магнитная восприимчивость, χ , 10^{-8} м ³ /кг		Прочность, P , Н		K_{TC}
	исходная	после термообработки	исходная	после термообработки	
1	0	5,3	1630	1300	0,80
2	0	4,7	2160	1250	0,58
3	0	4,8	820	910	1,11
4	80,1	74,2	1800	480	0,27
5	52,9	60,9	2050	560	0,27
6	3,6	4,9	1740	740	0,43
7	32,0	46,9	1900	840	0,44
8	72,5	110,7	650	800	1,23
9	31,5	45,6	750	~0	-
10	5,0	6,9	1850	1250	0,68
Среднее значение					
	25,0	36,5	1535	863	0,56

Диаграмма изменения прочности монокристаллов алмаза зернистостью 1600/1250 мкм после термической обработки проиллюстрировано на рис. 1.

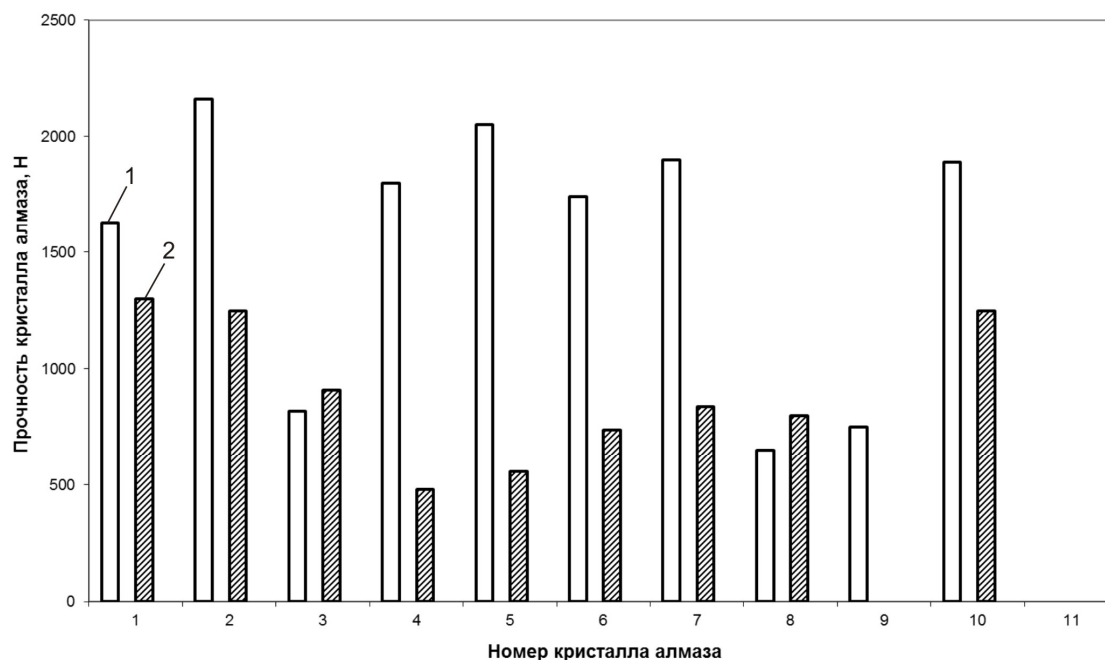


Рис. 1. Диаграмма изменения прочности кристаллов алмаза зернистостью 1600/1250 мкм в исходном состоянии при комнатной температуре (1) и после термообработки при температуре 1150 °С в токе аргона (2)

Как видно из данных рис.1 и табл. 1, после термической обработки предел прочности на сжатие монокристаллов алмаза снижается; средний коэффициент термостабильности для 10 монокристаллов составляет 0,56.

Диаграмма изменения удельной магнитной восприимчивости монокристаллов алмаза после высокотемпературного воздействия показана на рис. 2. Термическая обработка при температуре 1150 °С приводит к повышению удельной магнитной восприимчивости всех 10 монокристаллов по сравнению со средним значением после обработки см. табл. 1 и рис. 2.

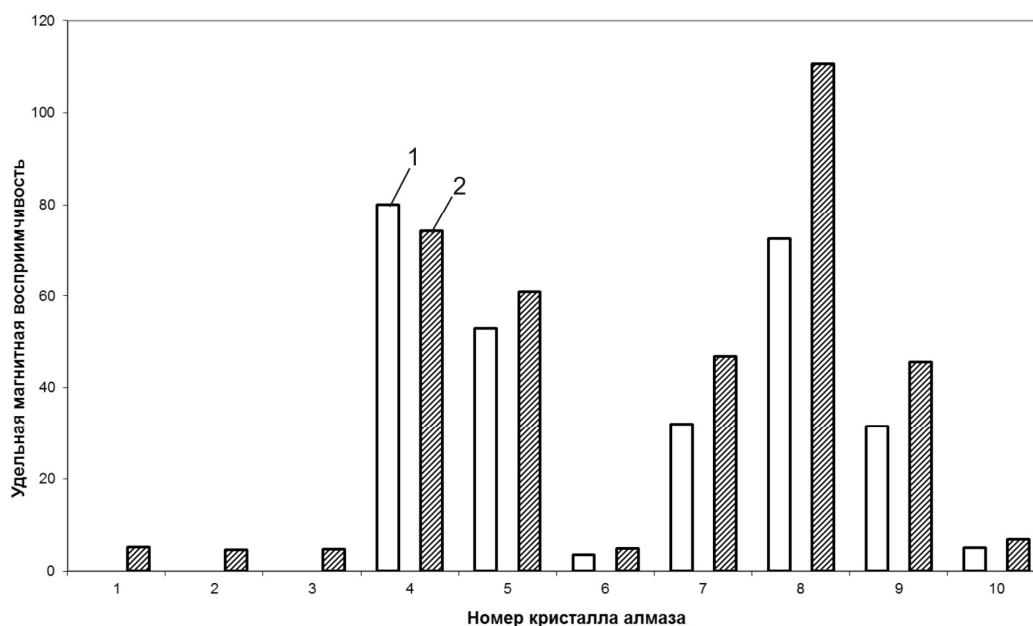


Рис. 2. Диаграмма изменения удельной магнитной восприимчивости кристаллов алмаза зернистостью 1600/1250 мкм в исходном состоянии при комнатной температуре (1) и после термообработки при температуре 1150 °С в токе аргона (2)

Результаты анализа магнитных и прочностных характеристик отдельных кристаллов (см. табл. 1) показывают, что кристаллы с высокой удельной магнитной восприимчивостью (4, 5, 8 и 9) имеют прочность и коэффициент термостабильности ниже среднего значения.

Опыт применения в ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины технологии изготовления алмазного слоя буровых коронок методом инфильтрации в газозащитной среде свидетельствует, что потеря более чем 50 % исходной прочности алмазов при спекании алмазосодержащей матрицы коронки при температуре 1150 °С обычно приводит в дальнейшем к аномальному износу коронки и потере способности бурения. Исходя из этого при оценке приведенных в табл. 1 результатов, необходимо учитывать только те, которые вписываются в диапазон значений коэффициента термостабильности $0,4 \leq K_{TC} \leq 1,1$. Согласно такому соответствию кристаллы алмаза 4, 5, 8 и 9 с высокими магнитными и низкими прочностными характеристиками следует исключить для использования и использовать для анализа набор данных табл. 2.

Таблица 2. Соответствие физико-механические характеристики монокристаллов алмаза зернистостью 1600/1250 мкм коэффициенту термостабильности $0,4 \leq K_{TC} \leq 1,1$

Удельная магнитная восприимчивость, $\chi, 10^{-8} \text{ м}^3/\text{кг}$		Прочность, $P, \text{ Н}$		K_{TC}
исходная	после термообработки	исходная	после термообработки	
0	4,7	2160	1250	0,58
0	4,8	820	910	1,11
3,6	4,9	1740	740	0,43
0	5,3	1630	1300	0,80
5,0	6,9	1850	1250	0,68
32,0	46,9	1900	840	0,44

Проанализировав данные табл. 2, приходим к следующему заключению о соответствии K_{TC} удельной магнитной восприимчивости исследованных монокристаллов алмаза зернистостью 1600/1250 мкм. Выбранному значению K_{TC} как критерию применимости кристаллов по прочности должна соответствовать магнитная восприимчивость $\chi = (0-32) \cdot 10^{-8}$ м³/кг в исходном состоянии при комнатной температуре и $\chi = (4,7-47) \cdot 10^{-8}$ м³/кг после термообработки при температуре 1150 °С в атмосфере аргона. Такое корреляционное соответствие может служить показателем применимости монокристаллов алмаза для использования их в буровых коронках. Измерение удельной магнитной восприимчивости можно использовать в качестве теста предварительного неразрушающего контроля термостабильности крупных синтетических алмазов.

Проведенные исследования и полученные данные позволяют заключить, что необходимо проводить отбор алмазов для использования, определяя магнитную восприимчивость для каждого кристалла.

Выводы

1. Синтетические алмазы размером более 1 мм, используемые для бурения, должны иметь высокие коэффициенты однородности по прочности и термостабильности.

2. Измерение удельной магнитной восприимчивости можно использовать в качестве предварительного неразрушающего контроля термостабильности для крупных синтетических алмазов. Для алмазов зернистостью 1600/1250 мкм, выращенных в конкретной ростовой системе на основе растворителя железо - никель, критерием применимости по прочности для выбранного значения $K_{TC} = 0,4-1,1$ может служить магнитная восприимчивость в пределах

$\chi = (0-32) \cdot 10^{-8}$ м³/кг в исходном состоянии при комнатной температуре, соответствующее $\chi = (4,7-47) \cdot 10^{-8}$ м³/кг после термообработки при температуре 1150 °С в атмосфере аргона.

3. Отбор алмазов необходимо производить с определением магнитной восприимчивости каждого кристалла.

Подано результати дослідження магнітної сприйнятливості та межі міцності на стискання монокристалів алмазу, вироцених із застосуванням розчинників на основі залізо - нікель. Показано кореляційну залежність між магнітними та механічними характеристиками кристалів розміром 1600/1250 мкм після ситового розсіву.

Ключові слова: алмаз, міцність, термостабільність, магнітна сприйнятливість, неруйнівний контроль, буровий інструмент.

Results of research of magnetic susceptibility and strength on compression of diamond monocrystals which has been grown up with use of solvents on a basis iron-nickel are presented. Correlation dependence between magnetic and mechanical characteristics for crystals of the size 1600/1250 micron after sieve separation is shown.

Key words: diamond, durability, thermostability, magnetic susceptibility, nondestructive control, drilling tools.

Литература

1. Повышение эффективности колонкового алмазного бурения / Б. И. Воздвиженский, Г. А. Воробьев, Л.К. Горшков и др. – М.: Недра, 1990. – 208 с.
2. Сверхтвердые материалы в геологоразведочном бурении: Монография / П. В. Зыбинский, Р. К. Богданов, А. П. Загора и др. – Донецк: Норд-Пресс, 2007. – 244 с.
3. Физические свойства алмаза: Справочник. – К.: Наук. думка, 1987. – С. 85–89.
4. Чепуров А. И., Федоров И. И., Сонин В. М. Экспериментальное моделирование процессов алмазообразования. – Новосибирск: Изд-во СО РАН, НИЦ ОИГТМ, 1997. – 196 с.
5. О связи между содержанием включений в синтетических алмазах и их магнитными свойствами / Г. П. Богатырева, В. Б. Крук, Г. Ф. Невструев и др. //Синтет. алмазы. – 1977. – Вып. 6. – С. 14–19.
6. Ильницкая Г. Д., Богатырева Г. П., Невструев Г.Ф. Получение высококачественных алмазных шлифпорошков // Синтез, спекание и свойства сверхтвердых материалов: Сб. науч. тр. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2005. – С. 63–71.
7. Природные и синтетические алмазы / Г. Б. Бокий, Г. Н. Безруков, Ю. А. Клюев и др. – М.: Наука, 1986. – 222 с.

8. Писаренко Г. С., Лебедев А. И. Деформирование и прочность материалов при сложном напряженном состоянии. – К.: Наук. думка, 1976. – 412с.
9. М88 Украины 26.8-299:2010. Методика определения коэффициента термостабильности шлифпорошков синтетических алмазов. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2010. – 7 с.
10. Повышение износостойкости бурового инструмента, оснащенного синтетическими алмазами / Новиков Н. В., Богатырева Г. П., Ильницкая Г. Д. и др. // Сверхтвердые мат. – 2009. – № 1. – С. 83–92.
11. М88 Украины 90.256–2004. Методика определения удельной магнитной восприимчивости порошков сверхтвердых материалов (СТМ). – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2004. – 9 с.

Поступила 20.06.11

УДК 546.26-162

А. П. Чепугов; А. Н. Катруша, Л. А. Романко, кандидаты технических наук;
С. А. Ивахненко, д-р техн. наук; **О. А. Заневский**, канд. хим. наук; **А. И. Марков**

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

ОСОБЕННОСТИ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОЛУПРОВОДНИКОВЫХ АЛМАЗОВ, ВЫРАЩЕННЫХ МЕТОДОМ ТЕМПЕРАТУРНОГО ГРАДИЕНТА

Изучена структура полупроводниковых монокристаллов алмаза, выращенных методом температурного градиента. Установлено, что образцы имеют сложное секториальное строение. Изучена возможность выращивания кристаллов алмаза, в объеме которых одна из пирамид роста имеет преимущественное развитие и является доминирующей. Измерена удельная электропроводность. Показана возможность получения довольно однородных полупроводниковых образцов из частей объема, принадлежащих отдельным пирамидам роста монокристалла алмаза.

Ключевые слова: легированные монокристаллы алмаза; секториальная структура; электрофизические характеристики.

Введение

Использование алмаза, обладающего полупроводниковыми свойствами, в электронной технике позволит существенно улучшить характеристики приборов и расширить области их применения, повысить рабочую температуру, получить высокотемпературные радиационноустойчивые приборы с повышением их мощности, быстродействия и частотного диапазона [1].

Легирование алмаза в процессе роста различными примесями, в первую очередь бором, позволяет получать образцы с различными электрофизическими характеристиками и таким образом возможно получение монокристаллов алмаза *p*-типа проводимости с различным уровнем легирования [2]. Важными критериями отбора монокристаллов для полупроводниковой техники являются степень компенсации и равномерность распределения легирующей примеси по кристаллу. Однако полученные методом температурного градиента монокристаллы алмаза проявляют секториальную структуру: в одном образце кристалла алмаза присутствует несколько пирамид роста, различных по строению и

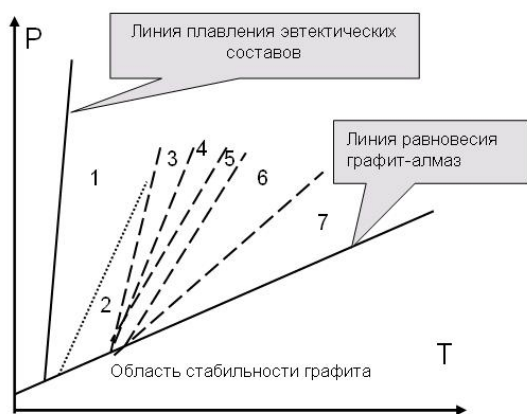


Рис. 1. Области образования разных форм кристаллов алмаза [3]: 1 – куб; 2 – куб с незначительным развитием граней октаэдра; 3 – куб со значительным развитием граней октаэдра; 4 – кубооктаэдр; 5 – октаэдр со значительным развитием граней куба; 6 – октаэдр с незначительным развитием граней куба; 7 – октаэдр