

УДК 621. 921. 34 – 413: 662. 23. 05

**А. А. Шульженко**, член-кор. НАН Украины; **Р. К. Богданов**, **В. Г. Гаргин**, кандидаты техн. наук; **Н. А. Русинова**, инж.; **В. Н. Ткач**, канд. физ.-мат. наук; **А. П. Загора**, **Л. И. Александрова**, **А. М. Исонкин**, кандидаты техн. наук

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

## АЛМАЗНЫЙ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИЙ КОМПОЗИЦИОННЫЙ МАТЕРИАЛ ДЛЯ ОСНАЩЕНИЯ БУРОВОГО ИНСТРУМЕНТА

*The structure, strength, hardness and wear resistance of composite materials received under high pressure and high temperature in  $C_{diam}+Co+WC$  and  $C_{diam}+Co+Ni+WC$  in Nb-screen were considered. The most highest mechanical characteristics were obtained under sintering of the composite additionally containing Ni.*

### 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].

АКТМ широко используется при оснащении буровых долот [2], коронок [3, 4]. Испытания буровых долот в промышленных условиях, рабочая поверхность которых оснащена комбинированными вставками [2], показали, что по механической скорости данные превосходили долота, оснащенные материалом славутич приблизительно на 20 %.

Коронки, оснащенные АКТМ и синтетическими алмазами, позволили повысить скорость бурения в 1,9 раза и снизить стоимость 1 м бурения скважин в породах средней твердости до 35 % [5].

Основным достоинством материала АКТМ является его высокая термостабильность (1500 К). Это позволяет использовать для изготовления бурового инструмента связи с высокой температурой спекания, что обеспечивает значительную прочность удержания сверхтвердых режущих вставок.

В настоящее время вставки, оснащенные АКТМ и синтетическими алмазами, используются для оснащения коронок при бурении пород твердостью X–XI категории буримости [6].

Для бурения пород осадочного комплекса используют породоразрушающий инструмент, оснащенный твердым сплавом. Использование твердосплавных вставок объясняется тем, что для разрушения этих пород нужны вставки высокой прочности.

Ранее нами было показано [7], что при спекании порошков алмаза пользуются следующими средствами управления структурой и свойствами поликристаллов:

- управление параметрами процесса спекания (давление, температура, продолжительность процесса спекания);
- выбор размера частиц;
- состояние поверхности зерен (включая их термохимическую очистку);
- введение добавок, активирующих процесс спекания;
- выбор схем снаряжения реакционного объема;
- проведение спекания порошков на твердосплавной подложке или в обойме;
- введение мелкодисперсных примесей (дисперсное упрочнение), затормаживающих движение дислокаций (трещин).

Структура, обеспечивающая высокую твердость, прочность и трещиностойкость алмазного слоя, представлена на рис. 1. Видно, что структура слоя состоит из трех сортов зерен: ~ 60 мкм (крупные), ~ 20 мкм (средние), ~ 1 мкм (мелкие). В качестве активирующей добавки используется металлический кобальт. Введение мелкодисперсных порошков (более мягкая фаза фазы) алмаза затормаживает движение развития трещин (дисперсное упрочнение). При этом крупные зерна обеспечивают высокую твердость алмазного слоя.

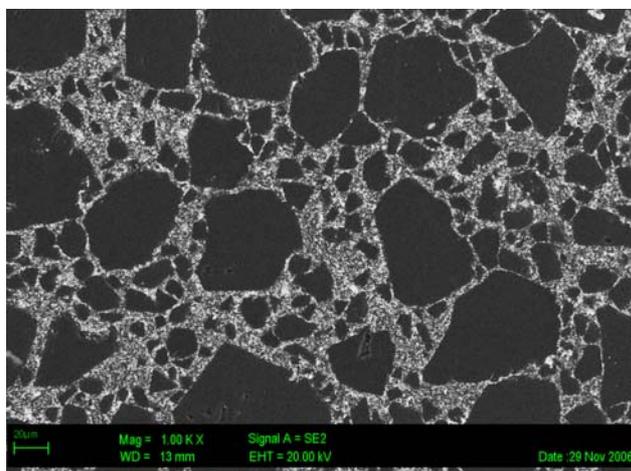


Рис. 1. Микроструктура поликристаллического композиционного алмазного материала, обеспечивающая высокую износостойкость композита.

Как показали наши исследования [8], износостойкость поликристаллических материалов на основе алмазов на примере АТП зависит и от типа активирующей добавки. Так, по результатам испытаний пластин [9], полученных методом встречной двусторонней пропитки кремнием и кобальтом, установлено, что площадка износа пластин (при обработке песчанника) составляет ~0,3 мм, а площадка износа АТП, полученных методом пропитки алмазных зерен, – кобальтом ~0,2 мм.

Рабочий алмазосодержащий слой на твердосплавной подложке имеет высоту ~0,5–1,2 мм. Для оснащения буровых коронок нужны алмазные поликристаллические вставки высотой 5–6 мм.

В настоящей работе приведены результаты исследований по созданию алмазного поликристаллического композиционного материала (АПКМ) повышенной прочности с использованием в качестве активирующей добавки кобальта и смеси кобальта с никелем, диаметром 4,5 мм и высотой 5 мм без твердосплавной подложки, для оснащения ими коронок, предназначенных для бурения пород осадочного типа.

### Методика эксперимента

При проведении эксперимента использовались: техника высоких давлений, методы определения твердости, прочности и износостойкости алмазных материалов. Структура алмазного поликристаллического материала испытывалась на растровом электронном микроскопе (ZEISS EVO 50 XVP), укомплектованном анализатором рентгеновских спектров (INCA Pentu FET X 3).

Образцы спекали в аппарате высокого давления типа тороид с диаметром центрального углубления 30 мм. Для изготовления образцов АПКМ были спрессованы нагреватели из графита 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. 2), которые заполняли шихтой, содержащей алмазный порошок зернистостью АСМ 40/28, порошок кобальта и карбида вольфрама или порошки Co, Ni и WC.

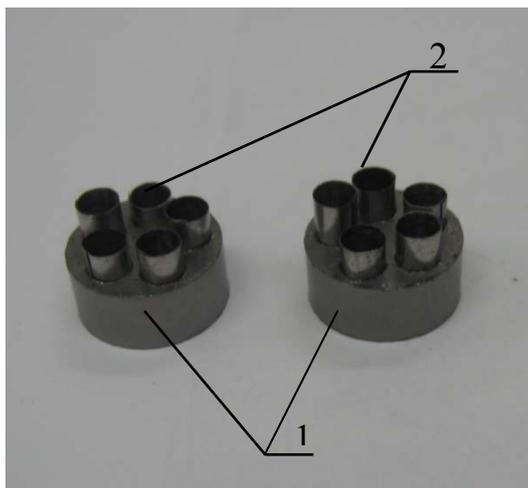


Рис. 2. Ячейка высокого давления:  
1 – графитовая матрица; 2 – экран из ниобия.

Экспериментальные исследования износостойкости вставок проводились по торезскому песчанику VIII–IX категории по буримости на токарно-винторезном станке модели 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 резце держателе патрона.

Исследуемый образец подводился к поверхности керна горной породы, где и осуществлялся процесс врезания.

Интенсивность изнашивания  $I$  определяется как отношение износа вставки  $\Delta m$  к величине проходки на вставку  $L$

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

Величина проходки на вставку  $L$  в м определяется по формуле

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

где  $D$  – диаметр керна, м;

$n$  – частота вращения шпинделя станка, мин<sup>-1</sup>;

$t$  – время точения, мин.

### Экспериментальная часть

Для формирования поликристаллической структуры на основе алмаза, для которой характерен сплошной каркас из алмазных частиц, первоочередным является формирование связи алмаз–алмаз. Основная роль в этом процессе принадлежит пластической деформации частиц под воздействием высоких давления и температуры.

Температура начала пластической деформации микропорошков алмаза при  $p=7$  ГПа составляет 1230 К. Показано, что при спекании давление в точках контакта алмазных зерен может составлять 130 ГПа [10]. В порах между частицами алмаза, где давление при спекании значительно ниже, образуется графит. При использовании активирующих процесс спекания добавок, например, кобальта, графит, образовавшийся в поре, превращается в алмаз.

С помощью растрового электронного микроскопа (ZEISS EVO 50 XVP) исследованы структура и состав АПКМ, полученного в системе  $C_{алм}+Co+WC$ .

В структуре поликристаллического слоя АПКМ (рис. 3) преобладают крупные зерна размером 20 – 40 мкм, между которыми расположены мелкие зерна и кобальт с растворенным в нем карбидом вольфрама. Содержание кобальта в алмазоносном слое составляет около 4 % (по массе). Кроме того, помимо непосредственного контакта крупных зерен алмаза,

связь между ними осуществляется также за счет мелкозернистого алмазного каркаса. Это обстоятельство в значительной мере определяет физико-механические свойства вставок.

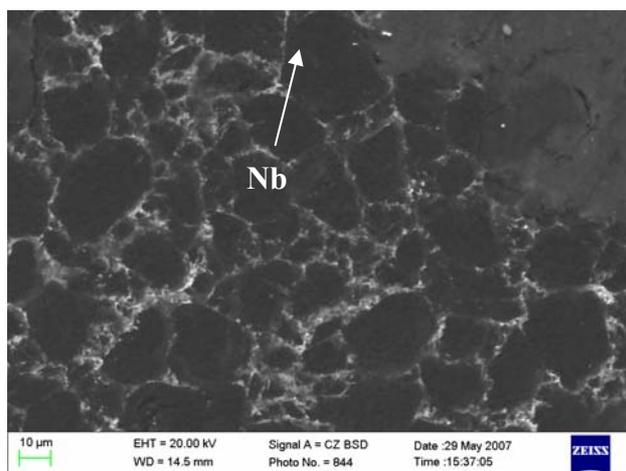


Рис. 3. Структура алмазоносного слоя АПКМ, полученного в системе  $C_{алм} + Co + WC$ .

Такая структура формируется в результате скольжения алмазных частиц относительно друг друга при создании давления и в начальный период спекания за счет дробления менее прочных частиц, скалывания выступов более прочных частиц, а также перекристаллизации в алмаз через жидкую фазу образовавшегося графита на внеконтактных поверхностях алмазных частиц. Непосредственная связь между крупными алмазными частицами осуществляется путем образования небольших перешейков за счет их пластической деформации в местах контакта.

В отличие от структуры АТП, структура АПКМ содержит в 2 раза меньше кобальта, что должно повысить его термостабильность. Распределение элементов Nb, C, Co, W в диаметральном сечении АПКМ показано на рис. 4. Видно, что концентрация кобальта резко увеличивается возле ниобиевого экрана, при отдалении от него концентрация Nb снижается приблизительно на величину одного зерна, а затем стабилизируется. Материал экрана частично проникает в алмазоносный слой на глубину ~100 мкм, а неалмазный углерод частично проникает в область А (экран из Nb).

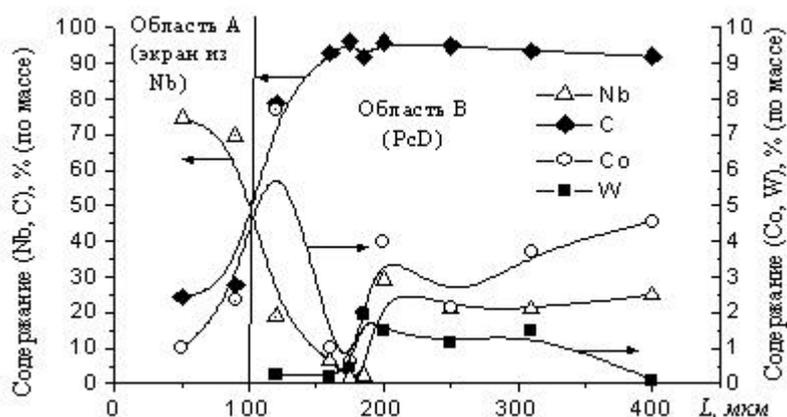


Рис. 4. Распределение элементов Nb, C, Co, W в диаметральном сечении АПКМ.

С помощью растрового электронного микроскопа исследовано структуру и состав АПКМ, содержащего в качестве активирующей добавки смесь порошков кобальта с никелем и карбида вольфрама. В структуре (рис. 5) поликристаллического материала преобладают

зерна размером 20–40 мкм, между которыми расположены мелкие зерна и кобальт с никелем, с растворенным в нем карбидом вольфрама.

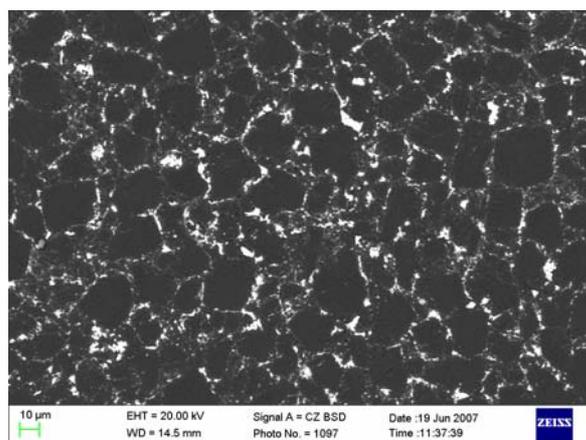


Рис. 5. Структура АПКМ, полученного в системе  $C_{алм}+Co+Ni+WC$ .

Распределение элементов Nb, C, Co, Ni, W в диаметральной сечении АПКМ показано на рис. 6. Характер распределения элементов примерно такой же, как и при спекании алмазов в системе, содержащей только кобальт и карбид вольфрама (рис. 4).

Как видно из рис. 6, суммарное содержание активирующей добавки Co+Ni несколько выше, чем при использовании только кобальта с карбидом вольфрама.

Катодолюминистентная топограмма поликристаллического материала, полученного в системе  $C_{алм}+Co+Ni+WC$ , представлена на рис. 7, а. Видно, что алмазные зерна имеют трещины или полностью разрушены. Трещины и разрушения могли произойти при создании высокого давления и в начальной стадии спекания. На некоторых зернах видны царапины, которые образовались в процессе изготовления шлифа.

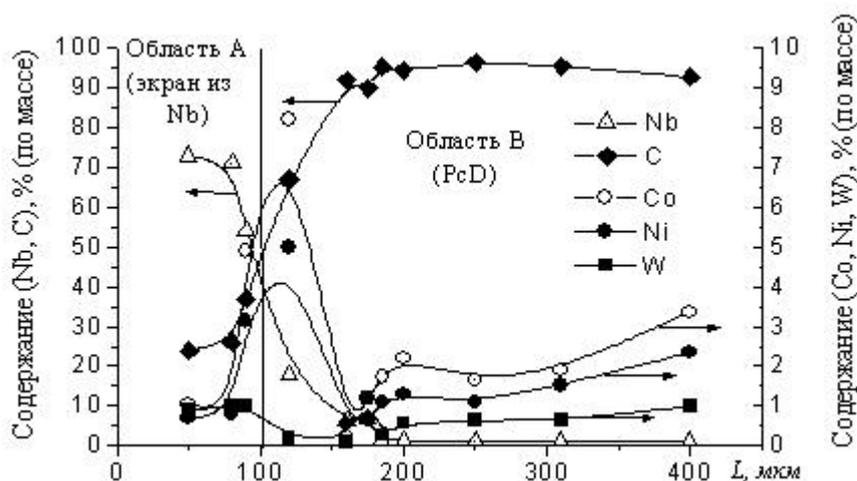


Рис. 6. Распределение элементов Nb, C, Co, Ni, W в диаметральной сечении АПКМ.

На рис. 7, б представлена топограмма АПКМ, полученного в системе  $C_{алм}+Co+WC$ . Видно, что трещины и разрушения на исследуемом материале отсутствуют.

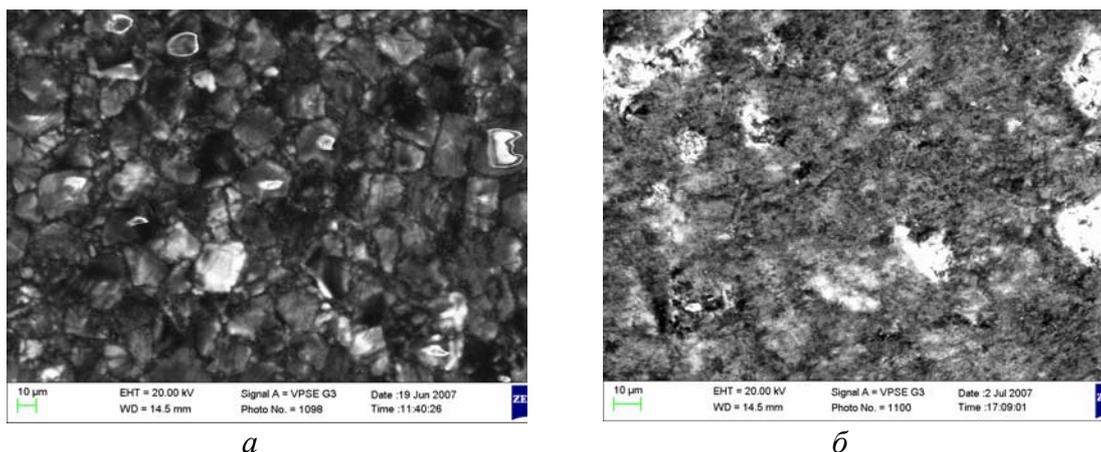


Рис. 7. Катодолюминисцентная топограмма поликристаллического материала, полученного в системе  $C_{алм}+Co+Ni+WC$  (а) и в системе  $C_{алм}+Co+WC$  (б).

Данные о величине предела прочности  $[\sigma_{сж}]$  при одноосном статическом сжатии для АПКМ, полученных в системе  $C_{алм}+Co+WC$  и  $C_{алм}+Co+Ni+WC$ , приведены в табл. 1.

Таблица 1. Данные о величине предела прочности ( $\sigma_{сж}$ ) при одноосном статическом сжатии

Материал	$\sigma_{сж}$ , ГПа	
	Среднее значение	Максимальное значение
Композит алмаз–SiC	2,4	2,7
алмаз–Co–WC	2,2	2,5
алмаз–Co–Ni–WC	2,8	3,5
ВК 25	3,0	–
ВК 20	3,4	–
ВК 15	3,6	–

Как видно из табл. 1, предел прочности при сжатии композита состава  $C_{алм}+Co+Ni+WC$  достигает величины 3,5 ГПа (максимальное значение) и практически соответствует прочности твердого сплава ВК 15.

В настоящей работе изучен характер разрушения композитов различных составов. Композиты из  $C_{алм}+SiC$  и  $C_{алм}+Co+WC$  при достижении критической нагрузки разрушались на мелкие фрагменты, что характерно для твердых, хрупких материалов; композит состава  $C_{алм}+Co+Ni+WC$  разрушался при достижении критических нагрузок перпендикулярно приложению нагрузки (см. рис. 8) на крупные фрагменты.

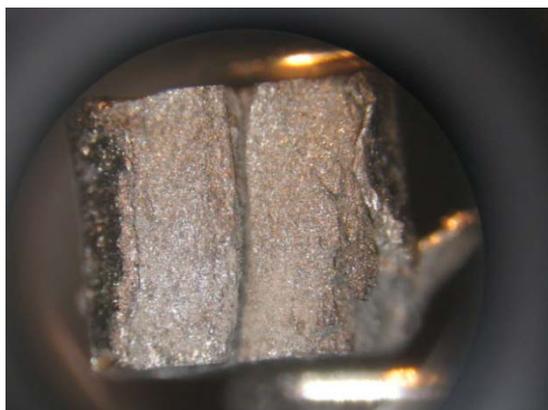


Рис. 8. Характерный вид разрушения образцов АПКМ (система  $C_{алм}+Co+Ni+WC$ ) при испытании на сжатие.

Такое разрушение композита  $C_{алм}+Co+Ni+WC$  можно объяснить высокими механическими свойствами никеля. Так, например, ударная вязкость никеля в 37 раз выше, чем кобальта, предел прочности при растяжении выше в 2,5 раза, относительное удлинение никеля в 12 раз выше, чем кобальта и т. д. Кроме того, сплав кобальта с никелем в условиях высоких давлений и температур лучше смачивает алмазные зерна, чем только кобальтом, что видно по структуре композита.

Сравнительные испытания на износостойкость вставок АПКМ состава  $C_{алм}+Co+Ni+WC$  и  $C_{алм}+Co+WC$  приведены в таблице 2. Видно, что износостойкость вставок, содержащих никель ниже, чем вставок, содержащих в качестве активирующей добавки только Co, что хорошо согласуется с результатами испытания вставок на сжатие и характером их разрушения. Следовательно, вставки композита, содержащего никель, обладают более высокой вязкостью разрушения, чем вставки, содержащие только кобальт. Меньшую износостойкость АПКМ, содержащий Ni, можно объяснить большей дробимостью алмазных зерен в процессе спекания, чем у композита, содержащего в качестве активирующей добавки только кобальт. Как ранее нами было показано [11], с уменьшением зернистости алмазных порошков, используемых для получения поликристаллических композиционных материалов, снижаются его значения износостойкости, особенно при обработке горных пород. Однако, как показали результаты определения твердости (по Виккерсу), вставки АПКМ, содержащие никель, имеют высокие значения твердости. Так при нагрузке на индентор 50 Н твердость материала составила 52,5 ГПа, а при нагрузке 100 Н – 45,6 ГПа. Такие значения соответствуют лучшим образцам, полученным в системах  $C_{алм}+Si$  и  $C_{алм}+Co$ .

Таблица 2. Сравнительные испытания вставок АПКМ с различным составом наполнителя

Система	№образца	Вес вставки, мг		Скорость резания, м/ч	Интенсивность изнашивания, мг/м	Средняя интенсивность изнашивания, мг/м
		Начальный	Конечный			
$C_{алм}+Co+WC$	1	305	288	100,8	4,5	4,4
	2	271	262		4,1	
	3	289	278		4,6	
$C_{алм}+Co+Ni+WC$	4	315	285	102,6	4,0	7,7
	5	295	286		8,1	
	6	337	315		11,1	

Если сравнивать механические свойства материала АПКМ, содержащих Ni и Co+Ni в качестве активирующей процесс спекания добавки, то эти материалы по твердости и износостойкости при обработке горных пород значительно превышают твердосплавные вставки. Небольшие добавки в состав АПКМ карбида вольфрама повышают механические свойства материала [11]. Наличие в АПКМ металлической оболочки (экрана) имеет двойное назначение:

- предохраняет от взаимодействия металлов с графитовым нагревателем;
- исключает металлизацию вставок для изготовления бурового инструмента.

### Выводы

Спекание алмазных порошков с размером частиц 28 – 40 мкм при высоких статическом давлении ( $p = 7$  ГПа) и температуре ( $\sim 2000$  К) с использованием в качестве добавки смеси порошков кобальта с никелем позволило получить сверхтвердый алмазный поликристаллический композиционный материал в оболочке из ниобия с высоким пределом прочности при одноосном статическом сжатии (2,8 ГПа) и высокой твердостью ( $HV_{5,0} = 52,5$  ГПа).

Сравнительные испытания вставок по торезскому песчанику VIII–IX категории буримости показали, что несколько более высокой износостойкостью обладают вставки, спеченные из шихты, не содержащей никель.

Вставки с повышенной прочностью, содержащие дополнительно никель в качестве добавки, активирующей процесс спекания, могут быть рекомендованы для оснащения коронок (вместо твердосплавных вставок) для бурения пород осадочного типа.

### Литература

1. Шульженко А. А., Гаргин В. Г., Русинова Н. А. Алмазный композиционный термостойкий материал для оснащения бурового инструмента // 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.
2. Бочковский А. М. Алмазные комбинированные вставки для бурового инструмента // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2005. – С. 75–77.
3. Богданов Р. К., Загора А. П., Исонкин А. М. Буровой инструмент из алмазного композиционного термостойкого материала // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2004. – С. 18–21.
4. 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 изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2005. – С. 78–82.
5. Богданов Р. К., Шульженко А. А., Загора А. П., Исонкин А. М., Гаргин В. Г., Панов А. В. Поликристаллический материал АКТМ в виде цилиндров в буровом импрегнированном инструменте / Наукові праці Донецького національного технічного університету. Серія «Гірнично-геологічна». – Вип. 111. – Т. 2. – Донецьк, донНТУ, 2006. – С. 102–107.
6. Богданов Р. К., Шульженко А. А., Загора А. П., Исонкин А. М., Гаргин В. Г. Новый сверхтвердый материал в буровом инструменте / Сверхтв. материалы, 2007. – № 1. – С. 73 – 82.
7. Шульженко А. А. Структура и свойства поликристаллических материалов на основе алмаза. Надтверді матеріали: створення та застосування: Зб. наук. праць / НАН України ім. В. М. Бакуля. – К. 2007. – С. 117 – 123.
8. Nozhkina A. V., Shulzhenko A. A., Gargin V. G., Bochechka A. A. The formation of a diamond layer on a carbide substrate during diamond interaction with Si, WC, and Co // High Press/ Res/–2000.–18 – P. 325 – 330.
9. Патент № 34174. Україна. Алмазно-твердосплавна пластина / Новіков М. В., Шульженко О. О., Гаргин В. Г., Бочечка О. О. Опубл. 15.02.2001, Бюл. № 1.
10. Novikov N. V., Shulzhenko A. A. Promising superhard materials and efficient technologies of their production / Innovative Superhard Materials and Sustainable Coatings for Advanced Manufacturing. NATO Science Series. – Ser. II: Mathematics, Physics and Chemistry – Vol. 200. – P. 91 – 105.
11. Шульженко А. А., Гаргин В. Г., Шишкин В. А., Бочечка А. А. Поликристаллические материалы на основе алмаза.–К.: Наук. думка, 1989. – 192 с.

Поступила 03.07.07.