

7. Соппротивление материалов / Под общ. ред. Г. С. Писаренко. – К.: Выща шк. – 1979. – 696 с.
8. Новиков Н. В., Богатырева Г. П., Петасюк Г. А. К вопросу повышения информативности морфологических характеристик порошков из сверхтвердых материалов, определяемых на видеокомпьютерных диагностических комплексах // Сверхтвердые матер. – 2005. – № 3. – С. 73–85.
9. Методика определения показателей однородности порошков синтетического алмаза на основе системно-критериального подхода / Н. В. Новиков., Г. П. Богатырева, Ю. И. Никитин, Г. А. Петасюк // Инструмент. світ. – 2006. – № 3(31). – С. 4–6.
10. Петасюк Г. А. Обобщенная математическая модель процедуры ситовой классификации порошков сверхтвердых материалов // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. К., 2007. – Вып. 10. – С. 212–216.
11. Петасюк Г. А., Богатырева Г. П. Экстраполяционно-аналитический метод определения удельной поверхности порошков сверхтвердых материалов // Сверхтвердые матер. – 2007. – № 6. – С. 65–76.
12. К вопросу однородности алмазных микропорошков по морфометрическим характеристикам / Г. П. Богатырева, Г. А. Петасюк, Г. А. Базалий, В. С. Шамраева // Сверхтвердые матер. – 2009. – № 2. – С. 71–81.
13. М88 УССР 90.224-91 Методика оценки степени раскрытия продукта синтеза алмаза по критерию Фоменко. / Г.П. Богатырева, Н.А. Олейник. – К, 1991. – 16 с.
14. О связи между содержанием включений в синтетических алмазах и их магнитными свойствами / Г. П. Богатырева, В. Б. Крук, Г. Ф. Невструев и др // Синтетические алмазы. – 1977. – Вып. 6. – С. 14–19.
15. М88 Украины 90.256-2004. Методика определения удельной магнитной восприимчивости порошков сверхтвердых материалов. – К., 2004. – 9 с.
16. ДСТУ 3292-95. Порошки алмазные синтетические. Общие технические условия. Введ. 01.01.96. – К.: Госстандарт Украины, 1995. – 72 с.

Поступила 27.05.09

УДК 621.926.538.1

Г. П. Богатырева, д-р техн. наук, **Н. А. Олейник**, **Г. Д. Ильницкая**,
Г. А. Петасюк, **Р. К. Богданов**, **А. М. Исонкин**, **А. П. Загора**, кандидаты технических наук

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

СВОЙСТВА ВЫСОКОПРОЧНЫХ ПОРОШКОВ СИНТЕТИЧЕСКОГО АЛМАЗА, ИЗВЛЕЧЕННЫХ ИЗ ОТРАБОТАННОГО БУРОВОГО ИНСТРУМЕНТА

The results of the research of physical and mechanical properties of ultra strong diamonds, obtained in Fe–Ni–C system, after their recuperation from worked drilling instrument are presented.

Введение

Одним из путей повышения эффективности разведки новых месторождений твердых полезных ископаемых является совершенствование конструкций бурового инструмента, а также применение в них порошков более высокопрочных термостойких синтетических алмазов.

В ИСМ НАН Украины разработан способ сортировки высокопрочных алмазных шлифпорошков, синтезированных в присутствии ферросплавов, по степени дефектности поверхности зерен порошка в электрическом поле. С помощью этого способа можно получать высокопрочные алмазные порошки марок АС100–АС400, отличающиеся от исходных порошков повышенным (в 2,2–5,4 раза) коэффициентом однородности по прочности и степени дефектности поверхности.

Полученные порошки марки АС200 зернистостью 400/315 использовали в буровых коронках новой конструкции БС-06 диаметром 76 мм. Испытания этих коронок в геолого-разведочных экспедициях «Кривбасгеология» и Приазовской выявили, что с повышением однородности порошков по прочности с 40 до 80 % проходка на коронку увеличивается с 16 до 38 м.

Как известно доля алмазов, остающихся в матрицах отработанного импрегнированного инструмента, составляет 8–15 % их исходного содержания [1; 2].

Цель настоящей работы состоит в исследовании и сравнительной оценке статической прочности, содержания внутрикристаллических включений, термостойкости, морфометрических характеристик высокопрочных порошков алмаза, полученных в системе Fe–Ni–C исходных и извлеченных из отработанного бурового инструмента, технологический процесс изготовления которого предусматривает грануляцию алмазов шихтой ВК6 с последующей пропиткой медью при температуре 1150 °С.

Методика исследования

Схема эксперимента показана на рис. 1.

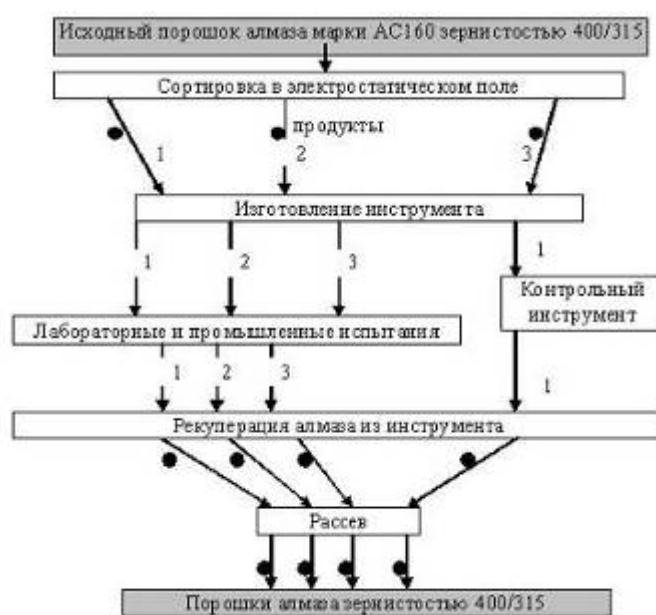


Рис. 1. Схема проведения эксперимента: ● – места отбора проб для исследования характеристик порошков

Из алмазных шлифпорошков марки АС200 зернистостью 400/315, синтезированных в системе Fe–Ni–C, специальной сортировкой в электрическом поле, были получены образцы порошков (1, 2 и 3) различной прочности P [3; 4], удельной магнитной восприимчивости χ [5], а также разными коэффициентами однородности $K_{одн.пр}$ [9], и термостабильности $K_{ТС}$.

Полученные порошки использовали для изготовления буровых импрегнированных коронок. После испытаний из изготовленных и отработанных коронок химическим методом были извлечены алмазы. Далее определяли содержание внутрикристаллических включений металла-растворителя по удельной магнитной восприимчивости χ [5], проводили диагности-

ку проб зерен (до 1999 шт.) порошка, определяя морфометрические характеристики с помощью прибора DiaInspect.OSM фирмы VOLLSTADT DIMANT GmbH [6] (табл. 1).

Таблица 1. Диагностируемые прибором DiaInspect.OSM морфометрические характеристики порошка, по которым анализировали его однородность

Морфометрическая характеристика	Обозначение или расчетная формула
Минимальный диаметр <i>Feret</i> , мкм	F_{\min}
Максимальный диаметр <i>Feret</i> , мкм	F_{\max}
Компактность (форм-фактор истинного изображения)	$C_r = \frac{p_r^2}{4\pi A_t}$
Эллиптичность	El
<i>Feret</i> -удлинение (аналог коэффициента формы по ДСТУ 3292–95)	$F_e = F_{\max} / F_{\min}$
Шероховатость (Roughness)	$Rg = \frac{p_r}{p_c}$
Общая площадь проекции частицы, мкм ²	A_t
Периметр истинного изображения, мкм	p_r
Периметр выпуклого изображения, мкм	p_c
Удельный периметр, 1/мкм	$P_{уд} = \frac{p_r}{A_t}$
Средний размер зерна, мкм	$d_c = (F_{\max} + F_{\min}) / 2$
Эквивалентный диаметр зерна, мкм	$d_э = 2\sqrt{\frac{A_t}{\pi}}$

Морфометрические характеристики описывают размеры зерен (F_{\max} , F_{\min} , d_c , $d_э$), их форму (C_r , F_e , El) и топографию поверхности ($P_{уд}$, Rg).

На основании полученных в результате диагностики данных рассчитали площадь внешней удельной поверхности [7] и однородность порошка [3; 8].

Путем отсева из извлеченных порошков выделили порошки зернистостью 400/315, определили их содержание в общей массе алмаза γ , статическую прочность P [3], удельную магнитную восприимчивость, коэффициент термостабильности $K_{ТС}$ [9], морфометрические характеристики и в соответствии с ними однородность порошка.

Результаты

Результаты исследования исходных порошков приведены в табл. 2.

Прочность такого порошка на 33–42 % ниже прочности исходного порошка. Коэффициент термостабильности составляет 0,94–0,97, т.е. выше, чем у исходных порошков (см. табл. 2, 3). Это связано с тем, что при изготовлении инструмента и в процессе его работы алмазные порошки претерпевают значительные термические воздействия. В исследуемых порошках присутствуют металлические включения. Содержание этих включений различное в исходных продуктах и повышается от продукта 1 до продукта 3, о чем можно судить по возрастающей величине удельной магнитной восприимчивости (табл. 1). Вследствие различия коэффициентов термического расширения алмазной матрицы и включений, в процессе высокотемпературных нагрузок включения в зерне алмаза расширяются и перераспределяются. Это приводит к напряженному состоянию зерен порошка как в процессе нагревания, так и после остывания и, следовательно, к разрушению части зерен. В результате термообработки включения располагаются в поверхностном слое зерен. При извлечении порошка под

воздействием сильных окислителей включения растворяются и окисляются [10]. Подтверждается это более низкой удельной магнитной восприимчивостью извлеченных порошков.

Таблица 2. Характеристики образцов высокопрочных порошков алмаза полученных в системе Fe–Ni–C, зернистостью 400/315

Характеристика	Значение для образцов		
	1	2	3
P , Н	414,2	358,0	305,5
$K_{\text{одн.пр}}$, %	76,0	64,0	48,0
$K_{\text{ТС}}$, у. е.	0,95	0,85	0,72
$\chi \cdot 10^{-8}$, м ³ /кг	3,2	10,2	24,7
Марка	АС250	АС200	АС160

Результаты исследования извлеченных и рассеянных порошков приведены в табл. 3, 4 и показаны на рис. 2. В частности, удельная магнитная восприимчивость, статическая прочность, коэффициент термостабильности, содержание порошков зернистостью 400/315 в общей массе извлеченных порошков приведены в табл. 3. Однородность используемых в инструменте порошков зернистостью 400/315, рассчитанная в соответствии с морфометрическими характеристикам; всего объема порошков после рекуперации, а также порошков после рекуперации и соответствующих зернистости 400/315, приведены на примере продукта 1 в табл. 4.

Результаты анализа характеристик извлеченных порошков (см. табл. 3) и сравнения их с характеристиками исходных порошков (табл. 2) показывают, что в порошке, извлеченном из контрольного инструмента, содержится 60–80 % (по массе) порошка зернистостью 400/315, тогда как в порошке, извлеченном из отработанного инструмента, содержится 52,8–70,6 % (по массе) порошков такой же зернистостью.

Таблица 3. Характеристики порошков алмаза после извлечения из отработанного и контрольного инструментов

Номер продукта	Порошки, извлеченные из инструмента					
	до отсева		зернистостью 400/315			
	Отработанный инструмент					
	$\chi \cdot 10^{-8}$, м ³ /кг	γ , %	$\chi \cdot 10^{-8}$, м ³ /кг	P , Н	$K_{\text{ТС}}$, у. е.	Марка
1	0,80	66,10	2,30	220,2	0,94	АС125
2	0,40	70,60	4,60	207,8	0,96	АС125
3	1,5	52,8	1,70	186,0	0,97	АС100
Контрольный инструмент (изготовленный, но не испытанный)						
1	0,80	81,5	3,30	276,1	0,85	АС160

Анализ результатов исследований показал, что прочность извлеченного алмазного порошка из контрольного инструмента составляет 66,6 % исходной прочности порошка зернистостью 400/315 и 53,2 % прочности порошка зернистостью 400/315 из отработанного инструмента.

Результаты анализа однородности порошка всех продуктов, рассчитанной по каждой из морфометрических характеристик, свидетельствует о том, что однородность порошков, извлеченных как из контрольного, так и из отработанного инструмента существенно ниже однородности извлеченного порошка после отсева, а также исходного порошка (см. табл. 4).

Таблица 4. Однородность полученных в системе Fe–Ni–C порошков (продукт №1), рассчитанная по диагностируемым морфометрическим характеристикам

Обозначение характеристики	Исходные порошки зернистостью 400/315	Порошки алмаза, извлеченные из инструмента			
		В объеме извлеченных алмазов		Зернистостью 400/315	
		Отработанный инструмент	Контрольный инструмент	Отработанный инструмент	Контрольный инструмент
F_{\min}	0,7088	0,5234	0,5414	0,7198	0,7923
F_{\max}	0,7858	0,5236	0,5299	0,7578	0,7872
C_r	0,8152	0,7003	0,7342	0,7982	0,7688
El	0,8252	0,6529	0,6564	0,7152	0,7599
K_{ϕ} (по [3])	0,8516	0,7471	0,7294	0,7763	0,7920
F_e	0,7289	0,5248	0,5296	0,6611	0,5975
Rg	0,8925	0,8286	0,8105	0,7906	0,7981
d_c	0,7598	0,5402	0,5667	0,6881	0,7116
d_3	0,7792	0,5415	0,5672	0,7352	0,7568
A_t	0,6562	0,1105	0,1352	0,5786	0,7134
p_r	0,4900	0,5018	0,5554	0,2777	0,3869
p_c	0,7228	0,5391	0,5723	0,7172	0,7812
$P_{уд}$	0,7327	0,2906	0,2258	0,6698	0,7082

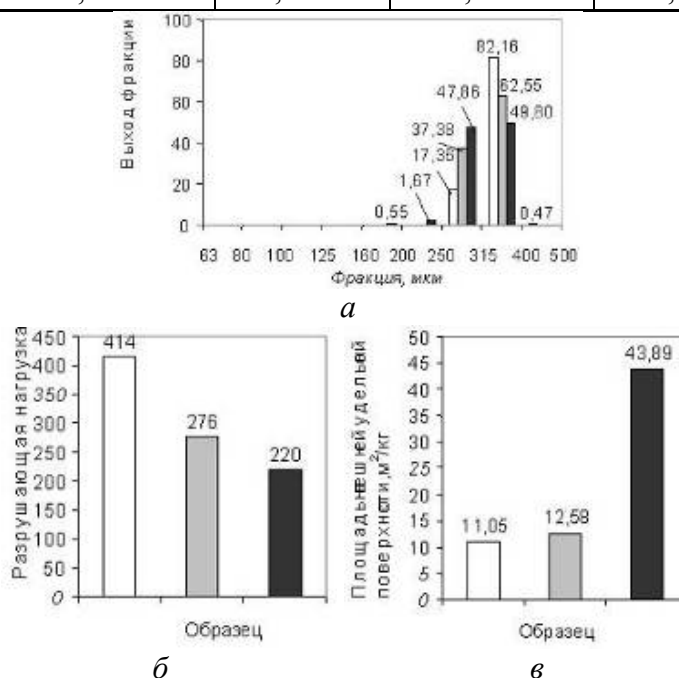


Рис. 2. Динамика изменения зернового состава (а), прочности при статическом сжатии зерен (б), площади внешней удельной поверхности (в) исходного шлифпорошка зернистостью 400/315 (□ – образец 1), а также извлеченного порошка из контрольного (■) и отработанного (■) инструментов

Данные табл. 4 получены для продукта 1 (с минимальным содержанием примесей). Аналогична закономерность и для других продуктов. При этом следует отметить, что однородность порошков зернистостью 400/315 после извлечения и отсева близка к однородности исходного порошка. Предположительно, это связано с изменениями распределения зерен исходного порошка по крупности, которые в процессе изготовления и работы инструмента. Результаты виртуального отсева показаны на рис. 2 в виде гистограмм распределения зерен порошка по крупности. Содержание основной фракции порошков зернистостью 400/315 в массе порошка после извлечения из контрольного инструмента составляет 66,1 %, из отработанного инструмента – 51,9 %. Там же показаны изменения площади удельной поверхности и прочности порошков алмаза зернистостью 400/315 (продукт 1). Из полученных данных следует, что основная потеря прочности алмазов происходит на стадии изготовления инструмента вследствие взаимодействия алмазов и связки. В процессе работы инструмента происходит механическое разрушение алмазов, о чем свидетельствуют результаты распределения по крупности и изменение площади внешней удельной поверхности ($S_{исх} = 12,58 \text{ м}^2/\text{кг}$; $S_{контр.} = 11,05 \text{ м}^2/\text{кг}$; $S_{рекуп.} = 43,89 \text{ м}^2/\text{кг}$).

Выводы

На основании сравнительной оценки физико-механических характеристик, коэффициента термостойкости, морфометрических характеристик алмазных порошков, используемых для изготовления бурового инструмента и порошков после рекуперации, исследована динамика изменения физико-механических свойств высокопрочных алмазов, полученных в системе Fe–Ni–C при изготовлении буровых коронок. Показано, что основное снижение прочности (почти в 2 раза) происходит при изготовлении инструмента в результате высокотемпературного взаимодействия в процессе грануляции алмазов с шихтой ВК6 и пропиткой Си, а механическое разрушение алмазных ослабленных зерен – при работе инструмента. Следовательно, необходимо не только усовершенствовать алмазы, но и разработать новую связку менее агрессивную относительно алмаза.

Извлечение алмаза из отработанного бурового инструмента позволяет повторно использовать высокопрочные порошки алмаза марок АС100 – АС160, полученные в системе Fe–Ni–C. Порошки характеризуются повышенным коэффициентом термостойкости (до 1,3 раза), и площадью внешней удельной поверхности (до 3,2 раза), а также пониженной в 1,4–14,5 раз удельной магнитной восприимчивостью, т. е. более низким содержанием металлических включений.

Литература

1. Курило И. И. Электрохимическое извлечение алмазных порошков и металлов из алмазно-металлических композиций: Автореф. канд. хим. наук по спец. 02.00.04. – Минск, 2008. – 24 с.
2. Рекуперация алмазов и твердого сплава из отработанного инструмента /Г. П. Богатырева, М. А. Маринич, Г. А. Базалий, Н. А. Олейник // Матер. 3-й междунар. конф. “Породоразрушающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения”. – К.: Изд-во ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины. – 2000. – С.15 – 17.
3. ДСТУ 3292–95. Порошки алмазные синтетические. Общие технические условия. Введ. 01.01.96. – К.: Госстандарт Украины, 1995. – 72 с.
4. ТУ У 28.4–05417344–075–2003. Шлифпорошки синтетических алмазов марок АС200, АС250, АС300, АС350, АС400. Технические условия. Введ. 01.09.03. – К.: Госстандарт Украины, 2003. – 10 с.
5. М88 Украины 90.256–2004. Методика определения удельной магнитной восприимчивости порошков сверхтвердых материалов. – К.: Изд-во ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2004. – 10 с.
6. List E., Frenzel J, Vollstadt H, Industrial diamond review. – 2006. – 1. – P. 42.

7. Новиков Н. В., Богатырева Г. П., Петасюк Г. А. К вопросу повышения информативности морфологических характеристик порошков из сверхтвердых материалов, определяемых на видеокомпьютерных диагностических комплексах // Сверхтвердые матер. – 2005. – № 3. – С. 73 – 85.
8. Методика определения показателей однородности порошков синтетического алмаза на основе системно-критериального подхода /Н. В. Новиков, Г. П. Богатырева, Ю. И. Никитин, Г. А. Петасюк // Инструмент. світ. – 2006. – № 3(31). – С. 4 – 6.
9. Оценка однородности высокопрочных алмазных шлифпорошков по статической прочности и термостойкости / Н. В. Новиков, Г. П. Богатырева, Р. К. Богданов, Г. Д. Ильницкая // Матер. 3-й международной конф. “Породоразрушающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения”. – К: Изд-во ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2000. – С. 17 – 18.
10. Влияние катализаторов на взаимодействие алмазов с газовыми и жидкими средами /А. П. Руденко, И. И. Кулакова, В. О. Скворцова и др. // Взаимодействие алмазов с газовыми и жидкими средами: Сб. научн. тр. / Под ред. Н.В. Новикова. – К.: Изд-во ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 1984. – С 58 – 73.

Поступила 22.05.09

УДК 541.1:621.921.34:666.233:548,5

А. Н. Катруша, канд. техн. наук, **О. А. Заневский**, канд. хим. наук, **С. Н. Шевчук**,
А. Н. Соколов, кандидаты технических наук; **С. А. Ивахненко**, д-р техн. наук

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

ВЛИЯНИЕ ДАВЛЕНИЯ НА АГРЕГАЦИОННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПРИМЕСИ АЗОТА В МОНОКРИСТАЛЛАХ АЛМАЗА

The impact of pressure value on the aggregation of nitrogen impurity was studied at the process of high pressure high temperature treatment of synthetic diamond single crystals type Ib. Different high pressure apparatus were used to achieve the pressure range 5 to 12 GPa, temperature up to 2100 C. The selected temperature itself was confirmed as a primary factor influencing the kinetic of nitrogen aggregation in synthetic diamond crystals.

Изучению влияния давления и температуры при термобарической обработке на трансформацию (агрегацию, распад или формирование) оптически активных примесных центров в алмазе уделяется много внимания [1–3]. С учетом использования таких данных для геофизических расчетов возраста природных алмазов различных месторождений (например, по степени агрегации азота в непарамагнитные комплексы) важно понять воздействие на указанные процессы различных факторов. В большинстве как теоретических, так и экспериментальных исследований приведены данные о воздействии только температуры обработки. При этом давление выбирается в основном для области термодинамической стабильности алмаза. В работе [4] сообщается о наблюдаемом экспериментально существенном повышении (в 10 раз) постоянной скорости реакции распада азотных непарамагнитных центров *A* на одиночные центры *C* в природных монокристаллах типа Ia при термобарической обработке ($T \sim 2300$ °С, $p = 5,0$ ГПа–8,5 ГПа). В то же время значительный интерес представляет изучение влияния давления на обратный процесс – агрегацию парамагнитных центров *C* в непара-