

Залежність статичної міцності крупних монокристалів синтетичного алмазу типу Ib октаедричного габітусу, після температурної обробки, від їх розміру

С.О. Івахненко¹ • А.П. Загора¹ • М.О. Цисар¹ • Г.Д. Ільницька¹ • О.О. Заневский¹ • Е.О. Загора¹

Received: 01 June 2021 / Accepted: 25 October 2021

Анотація. У даній статті приділено увагу проблемі використання крупних монокристалів синтетичного алмазу типу Ib в монокристалічному та буровому інструменті. Проведено літературний огляд відповідні умови використання крупних алмазів в буровому обладнанні. Показано можливі негативні наслідки впливу температурного навантаження на монокристали алмазу. Представлено розроблену методику для оцінки статичної міцності крупних монокристалів алмазу. Продемонстровано, що в результаті температурної обробки на поверхні штучних монокристалів формуються мікро-кристали в формі октаєдрів та кубів. Показано результати досліджень міцності великих монокристалів синтетичних алмазу міліметрових розмірів. На відміну від класичного підходу коли для виробництва бурового обладнання використовуються кристали Ib, нами представлені кристали Ib оскільки вони найближче до природного алмазу за фізико-механічними властивостями. Для оцінки міцності використовувався критерій статичної міцності. Було показано, що кристали розміром 1000...1100 мкм мають більш високе значення статичної міцності, ніж кристали розміром 1200 мкм і більше.

Ключові слова: монокристал, синтетичний алмаз типу Ib, октаедричний габітус, статична міцність, алмазний інструмент.

Вступ

Частиною виробничого процесу з виготовлення інструменту на основі полі- чи монокристалічних алмазів є термообробка та спікання. Таким чином алмаз піддається температурному навантаженню ще на етапі виробництва. Вплив цього фактору на експлуатаційні характеристики серед яких міцність посідає найважливіше місце є суттєвим для подальшого використання того чи іншого типу кристалів в алмазному інструменті. Температура спікання сягає 1100°C і вище [1].

Науковою школою академіка Новікова М.В. [2] для алмазів типу Ib було визначено, що в умовах високих силових та температурних навантажень в зоні спікання кристали алмазу можуть частково руйнуватись зменшуючи первинні розміри, що в свою чергу

впливатиме на ефективність роботи алмазного інструменту. Основною причиною такого є наявність металевих включень в алмазі, які в свою чергу призводять до зменшення міцності та термічної міцності вже при температурі 850°C. Суттєва різниця в коефіцієнтах лінійного температурного розширення металевої та алмазної фаз навіть може призвести до розламу зерна при нагріві. Кристали алмазів в заданого розміру в певній кількості, зв'язка конкретного складу в комплексі забезпечують відповідну ефективність інструменту в роботі. При використанні крупних кристалів у виготовленні бурових коронок важливо орієнтувати кристали так, щоб різання породи відбувалось по осі з найбільшої міцності кристалу. Саме тому так важливий для бурового інструменту приділяти увагу вибору алмазів відповідної якості.

Проте використання крупних алмазів в буровому обладнанні має відповідні складнощі. По-перше використання крупних алмазів природного походження є досить витратним. По-друге алмазів відповідного розміру і якості в природі досить мало. Ці обставини призвели до виникнення потреби в альтернативних матеріалах. Останнім часом оберти набирає використання

✉ С.О. Івахненко
sioz@ismv13.kiev.ua

¹ Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, Київ, Україна

штучних алмазів. Їх перевагу над природними алмазами важко переоцінити. Алмази вирощені штучно в умовах НРНТ мають нижчу вартість. Їх якості на пряму залежать від режимів синтезу, що на даному етапі розвитку технології, вже достатньо дослідженні та можуть бути підібрані за не дуже тривалий період. В порівнянні із природними монокристалом кристали синтетичного походження мають аналогічні фізико-механічними показниками. Перевагою синтетичних алмазів можна також вважати наявність чітких граней росту октаедра, або ромбододекаедра, що спрощує виставлення алмазів правильною ріжучою поверхню і, відповідно, підвищує ефективність бурового обладнання.

В цій роботі представлено дослідження міцності крупних монокристалів синтетичного алмазу типу Ib октаедричного габітусу розміром 1,5...2 мм, що отримані шляхом температурного градієнту НРНТ і були піддані температурній обробці при температурі 1152 °С.

Методика експерименту

Монокристали синтетичного алмазу типу Ib були отримані в апараті високого тиску типу “тороїд” шляхом спонтанної розчин-розплавної кристалізації. Після відокремлення монокристалів від сплаву-розчинника кристали були поділені на групи згідно розмірів, форми та наявності металевих включень. Первинним для любого виробу є візуальний огляд оскільки монокристали алмазу типу Ib мають малі розміри то для цього нам потрібне додаткове обладнання. Для візуального аналізу стану поверхні кристалів нами було використано біологічний мікроскоп фірми Skydust модель XSP-1406 із максимальним збільшенням 1200 оснащений цифровою приставкою 5 МП.

Виготовлена партія кристалів складала 166 штук. Візуальний огляд показав, що кристали мають форму дуже близьку до октаедра. На поверхні було виявлено наступні дефекти: притуплення вершин, притупленні або здвоєні грані, сходинок росту та нерівності поверхні, а також тріщини, що мають кільцевий характер (див. рис. 1). Якщо перша група дефектів пов'язана із режимами синтезу то останній скоріш за все пов'язаний із процесом відокремлення кристалу від матриці розплаву механічним шляхом.

Згідно вимог до вимірювальної апаратури лінійні розміри кристалів [3], плоско паралельність граней, вимірюються за допомогою цифрових мікрометрів або цифрових штангенциркулів із цінної поділки не менше 0,01 мм. В даній роботі вимірювання проводились за допомогою цифрового штангенциркуля фірми UKS моделі DCzag81520773 з точністю вимірювання, що відповідає вимогам стандарту та похибкою $\pm 0,01$ мм [3].

Для уникнення впливу фактору експериментатора було прийнято рішення використовувати додаткову апаратуру для фіксації алмазу в процесі вимірювання. Якщо для вимірювання за допомогою мікрометра

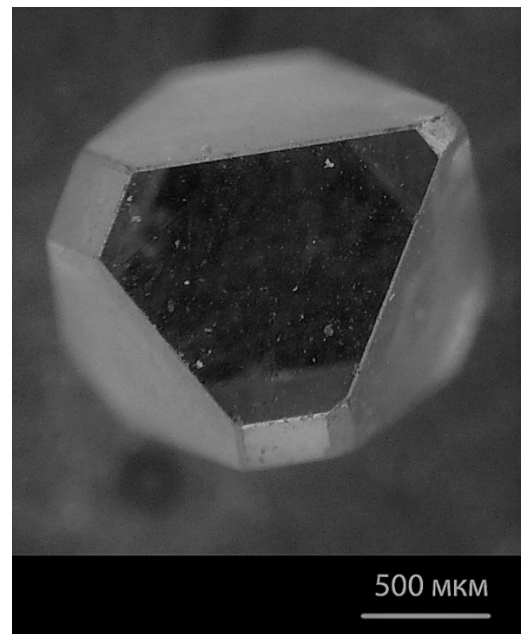
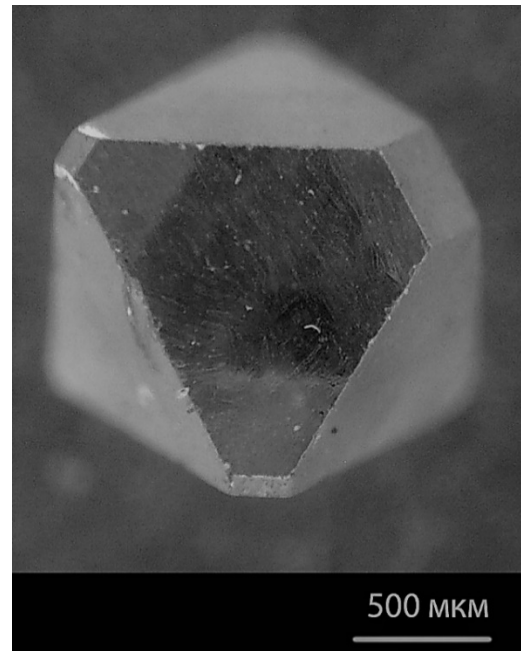


Рис. 1. Зображення кристалів синтетичних алмазів типу Ib октаедричного габітусу з дослідної партії

використовується відповідна станина то в нашому використувався затискач з плоскими губками власного виробництва. Вимірювання проводились безпосередньо на тих гранях що виступали над губками затискача, тому не було необхідності в високій точності виготовлення його частин. Оскільки деякі грані кристалів вже мали механічні ушкодження було прийняте рішення в якості прошарку між металевими губками, та кристалом розташовувався технічний бархат [4] вирізаний відповідної прямокутної форми.

На жаль на даний момент стандартної методики визначення границі міцності при стиску для алмазів не

існує. Проте є стандарт ДСТУ 3292-95 [5] для визначення показника статичної міцності для алмазних порошоків. Статична міцність визначається як максимальне навантаження при якому відбувається руйнування алмазного зерна, що розташовано між двома паралельними пластинами з твердого сплаву ВК6. Згідно наведеного стандарту силовою установкою для дослідження статичної міцності порошоків є розривна машина РМУ-05-1, оснащена реверсом для отримання зусиль на стиск та бінокулярним мікроскопом. Більш сучасною є установка ДДА-33МП [6], що є повністю автоматизованою і дозволяє швидко проводити серії досліджень для 50 зерен з партії одночасно. Однак ці прилади призначені для дослідження статичної міцності порошоків 100/80 в межах 245 Н та менше.

Розміри наших кристалів на багато перевищують 100 мкм. Таким чином очевидно, що вище зазначене обладнання нам не підходить. Треба було зрозуміти рівень навантажень та відповідно до цього підібрати обладнання. Теоретична міцність кристалів алмазу складає 114 ГПа [7]. Для дослідних порошоків 100/80 вона складає 110 Н [1, 5, 8]. Таким чином силова установка повинна давати зусилля не менше 100 кН, або 10 т. с. Провівши теоретичні дослідження цього питання було з'ясовано, що міцність алмазу із ростом розміру зменшується [9, 10], відповідно зусилля не буде перевищувати ті самі 245 Н. З іншого боку в ряді експериментальних робіт з визначення міцності монокристалів та крупних уламків природніх алмазах [11] було показано, що збільшення розміру суттєво впливає на показник статичної міцності. Для кристалів які відповідають нашим розмірам, а саме 1,2...1,5 мм критичне зусилля стиску складало 4500Н. Було прийняте рішення проводити дослідження на установці FP-10 [4], з максимальним зусиллям випробувань 10000 Н, похибка 10 Н.

Ця установка не призначена для роботи з мікрооб'єктами і не має відповідної плоско-паралельності опор, тому для досліджень було розроблено та виготовлено спеціальний маніпулятор з твердосплавними опорами (рис. 2). Кульове з'єднання в верхній частині дозволяє створювати співвісне стискання, навіть при відсутності паралельності між опорами, воно 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 [4] 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 x4. 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 вікно.

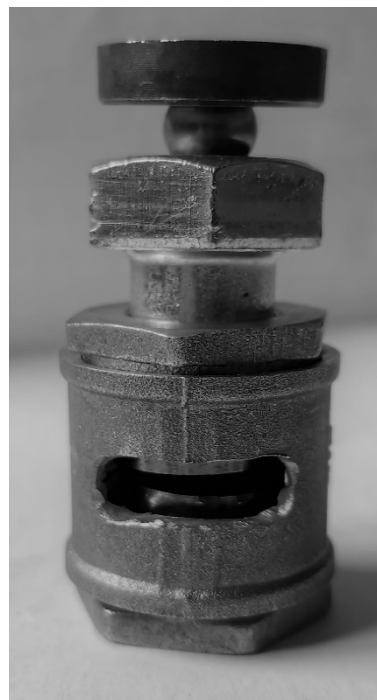


Рис. 2. Маніпулятор оснащений твердосплавними опорами

Результати досліджень

Згідно ДСТУ 3292-95 [5] з виготовленої партії в 166 штук монокристалів довільним шляхом було відібрано 10 штук, що є в межах 5...10% від партії. Як вже зазначалось раніше довжина ребра для кристалу є величиною не сталою. У одного і того самого кристалу ця величина може змінюватись в межах 0,91...1,29 мм, тому було прийняте рішення за базову величину довжини ребра брати середнє значення за восьми вимірами. Значення розміру ребра октаедру розраховувалось за формулою:

$$a = \frac{a_1 + a_2 + a_3 + a_4 + a_5 + a_6 + a_7 + a_8}{8},$$

де $a_1, a_2, a_3, a_4, a_5, a_6, a_7, a_8$ – значення вимірів ребра октаедра. Дані за вимірами занесені до табл. 1.

Температурна обробка здійснювалась на муфельній печі в інертному аргонному середовищі при температурі 1152 °С. В результаті температурної обробки на поверхні декотрих з кристалів почали формуватися нерівності в формі виступаючих граней октаедра та кубу (див. рис. 3). Візуальний аналіз зміни стану поверхні здійснювався за допомогою біологічний мікроскоп фірми Skydust модель XSP-1406 оснащеного цифровою приставкою 5МП.

Характер руйнування зразків крихкий. Повне руйнування монокристалу на дрібні уламки відбувається майже миттєво. Слід зазначити, що для кристалів які витримують навантаження 2000...10000 Н зменшується розмір уламків (рис. 4).

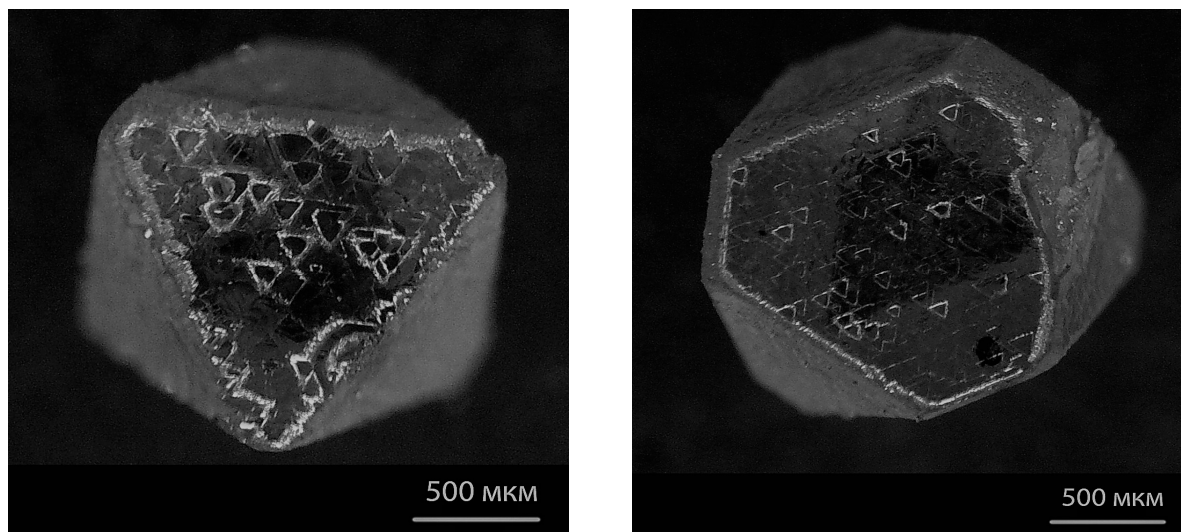


Рис. 3. Монокристали синтетичних алмазів типу Ib октаедричного габітусу після температурної обробки

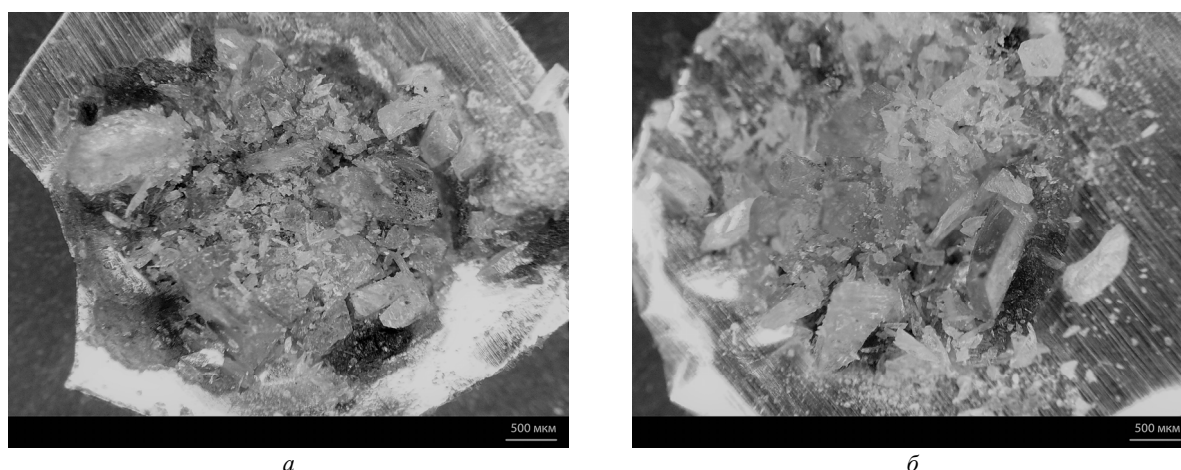


Рис. 4. Монокристали синтетичного алмазу типу Ib октаедричного габітусу зруйновані в результаті експерименту з визначення статичної міцності а) 3700Н, б) 3500Н

Згідно ГОСТ 9206-80 статична міцність – це зусилля при якому відбувається руйнування кристалу. Значення вимірювання навантаження руйнування для

дослідні монокристали типу Ib октаедричного габітусу підданих термічній обробці наведені в табл. 1.

Таблиця 1. Результати випробувань з визначення статичної міцності монокристали типу Ib

№	Бічна грань а, мм	Зусилля, Н	Характер руйнування
1	1,10	5100	Крихкий, повністю зруйновано
2	1,28	1850	Крихкий, повністю зруйновано
3	1,26	3500	Крихкий, повністю зруйновано
4	1,22	1850	Крихкий, повністю зруйновано
5	1,06	2150	Крихкий, повністю зруйновано
6	0,91	3100	Крихкий, повністю зруйновано
7	1,29	2800	Крихкий, повністю зруйновано
8	1,04	3700	Крихкий, повністю зруйновано
9	1,24	3250	Крихкий, повністю зруйновано
10	1,29	4450	Крихкий, повністю зруйновано

На основі даних табл. 1 ми побудували графік розподілення величини критичного навантаження стискання або статичної міцності від розміру монокристалу (рис. 5).

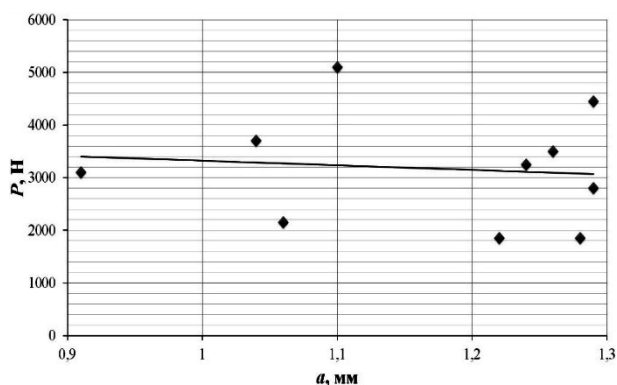


Рис. 5. Залежність статичної міцності від довжини бічної грані монокристалів синтетичного алмазу типу Ib

Згідно рис. 5. найбільшу статичну міцність мають кристали величина довжини бічної грані для котрих не перевищує 1,1 мм. Значення статичної міцності для відібраних кристалів суттєво змінюється від кристалу до кристалу. Крім того слід зазначити, що і для кристалів довжина бічної грані котрих менша за 1,1 мм є кристали з більш низьким значенням статичної міцності. Метод оптичного аналізу стану поверхні не дає відповідь на питання, з чим це пов'язано, таким чином

для кристалів типу Ib одного і того самого габітусу, потрібен додатковий спосіб контролю якості, що дасть змогу оцінити якість кристалів неруйнівним методом і розподілити такі кристали по групах.

Висновки

Висока статична міцність синтетичних алмазів типу Ib октаедричного габітусу розміром 1100/1600 після термічної обробки робить ці кристали придатними для виготовлення бурового та правлячого інструменту. Як і для вихідних кристалів так і для кристалів після термічної обробки статична міцність починає зменшуватись із збільшенням розміру кристалу. Експериментально підтверджено, що кристали 1000...1100 мкм мають більше значення критичного навантаження ніж кристали лінійний розмір котрих 1200 мкм і більше. Серед недоліків таких кристалів отриманих НРТ методом можна назвати суттєвий розкид значень статичної міцності навіть для кристалів, які мають однакові розміри. Для кристалів типу Ib відсутність неруйнівних методів контролю якості. Якщо характеристики міцності кристалу типу Ib, алмазні порошки що набули широкого застосування у виробництві бурового та правлячого інструменту, гарно корелюються із результатами вимірювання магнітного сприйняття то для кристалів Ib таку залежність отримати не можна оскільки вони є немагнітними. Питання неруйнівного контролю для таких алмазів є і досі відкритим.

References

- [1] M.V. Novikov *et al.*, “Elitni almazni shlifporoshki dlya burovogo i kamneobroblyval'nogo instrumentu”, *Instrumental'nij svit*, No. 1–2 (49–50), pp. 24–28, 2011.
- [2] M.V. Novikov, *Nadtverdi materialy. Otrumannya i vucorustannya Monografija v 6 tomah. Tom 3: Kompoziciyni instrumental'ni materialy*, Kyiv: ISM im. V. M. Bakulja, IPC “Alkon” NANU, 2005.
- [3] V.M. Klymenko, *Praktykum z materialoznavstva. Navchaljnyj posibnyk*, Vinnycja, Ukraine: VDAU, 2010.
- [4] ISO 4506:2018 Hardmetals, Compression test.
- [5] DSTU 3292-95 Poroshky almazni syntetychni. Zaghaljni tekhnichni umovy.
- [6] M.G. Loshak *et al.*, “Vpluv vlastuvostey mikroporoshkiv almaza na micnist' i dolgovichnist' vugotovlenuh na ih osnovi polikristallichnuh nadtverduh materialiv. Porodoriivnunj i metalloobrobluvanuy instrument – tehnika i tehnologija jogo vugotovlennja”, *Zb. nauk. pr. Kyiv, Ukraine: ISM im. V.M. Bakulja NAN Ukrainy*, 2008, Vol. 11, pp. 218–221.
- [7] M.V. Novikov, Ju.A. Kocherzhinskij and L.A. Shul'man, *Fizichni vlastuvosti almaza: dovidnuk*, Kyiv, Ukraine: Naukova dumka, 1987.
- [8] N.I. Malan'in and R.V. Malan'ina, “Issledovanie staticheskogo razrushenija almazov”, *N.-tehn. ref. sb. “Almazy”*, No. 5, 1969.
- [9] N.D. Dronova, I.E. Kuz'mina, *Harakteristika i ocnka almaznogo syr'ja*, Moscow, Russia: MGGU, 2004.
- [10] V.I. Epifanov, A.Ja. Pesina and L.V. Zykov, *Tehnologija obrobku almaziv v brillianty: navchaln. Posibn*, Moscow, Russia: Vysha shkola, 1987.
- [11] A.A. Shul'zhenko *et al.*, *Mehanichni harakteristiki almaznyh kompozicijnyh materialiv, otrumanuh z vuhotovlennjam almaziv riznyh rozmiriv. Porodoriivnunj i metalloobrobluvanuy instrument – tehnika i tehnologija jogo vugotovlennja*, *Zb. nauk. pr. Kyiv, Ukraine: ISM im. V.M. Bakulja NAN Ukrainy*, 2006, vup. 9, pp. 139–145.

Dependence of static strength of large single crystals of synthetic diamond type and Ib octahedral habit after heat treatment on their size

S.O. Ivakhnenko, A.P. Zakora, M.O. Tsysar, G.D. Il'nitska, O.O. Zanevsky, E.O. Zakora

Abstract. This article focuses on the problem of using large single crystals of type Ib synthetic diamond in single crystal and drilling tools. According to the literature review for the use of large diamonds in drilling equipment relevant conditions. The is shown possible negative effects of the temperature load on the diamond single crystal. The is presented developed technique for estimating the static strength of large diamond single crystals. It has been shown that microcrystals in the form of octahedra and cubes are formed as a result of heat treatment on the surface of synthetic diamond single crystals. The results of studies of the strength of large single crystals of synthetic diamonds of millimeter size are shown. In contrast to the classical approach, when Ib crystals are used for the production of drilling equipment, we present Ib crystals because they are closer to natural diamond in terms of physical and mechanical properties. The static strength criterion was used to assess the strength. It has been shown that crystals with a size of 1000...1100 mkm have a higher value of static strength than crystals with a size of 1200 mkm and larger.

Keywords: single crystal, type Ib synthetic diamond, octahedral habit, static strength, diamond tool.

Зависимость статической прочности крупных монокристаллов синтетического алмаза типа и Ib октаэдрического габитуса после температурной обработки от их размера

С.А. Ивахненко, А.П. Загора, М.А. Цысарь, Г.Д. Ильницкая, О.А. Заневский, Е.А. Загора

Аннотация. В данной статье уделено внимание проблеме использования крупных монокристаллов синтетического алмаза типа Ib в монокристалльном и буровом инструменте. Проведен литературный обзор соответствующие условия использования крупных алмазов в буровом оборудовании. Показаны возможные негативные последствия влияния температурного нагружения на монокристалл алмаза. Представлена разработанная методика для оценки статической прочности крупных монокристаллов алмаза. Продемонстрировано, что в результате температурной обработки на поверхности искусственных монокристаллов формируются микрокристаллы в форме октаэдров и кубов. Показаны результаты исследований прочности крупных монокристаллов синтетических алмаза миллиметровых размеров. В отличие от классического подхода, когда для производства бурового оборудования используются кристаллы Ib, нами представлены кристаллы Ib поскольку они ближе к монокристаллам природного алмаза по физико-механическим свойствам. Для оценки прочности использовался критерий статической прочности. Было показано, что кристаллы размером 1000...1100 мкм имеют более высокое значение статической прочности, чем кристаллы размером 1200 мкм и более.

Ключевые слова: монокристалл, синтетический алмаз типа Ib, октаэдрический габитус, статическая прочность, алмазный инструмент.