Б.Т. Ратов, Б.В. Федоров, Н.А. Бондаренко,
В.А. Мечник, А.М. Исонкин, А.Е. Куттыбаев

СОЗДАНИЕ ЭФФЕКТИВНЫХ АЛМАЗНЫХ БУРОВЫХ КОРОНОК ДЛЯ ПРОХОДКИ СКВАЖИН В ТВЕРДЫХ ГОРНЫХ ПОРОДАХ

Рекомендована Ученым советом университета
в качестве монографии

Алматы 2022

УДК 622.24
ББК 33.131
С58

Рецензенты:

Е.А. Пащенко, доктор техн. наук, профессор, ИСМ им. В.Н.Бакул НАН Украины;

Т.К. Исабек, доктор техн. наук, профессор кафедры «Разработка месторождения полезных ископаемых», НАО «Карагандинский технический университет имени Абылкаса Сагинова» ;

Ж. Байгурин, доктор техн. наук, профессор кафедры «Маркшейдерское дело и геодезии», Satbayev University.

Ратов Б.Т.

Создание эффективных алмазных буровых коронок для проходки скважин в твердых горных породах: монография. / *Б.Т. Ратов, Б.В. Федоров, Н.А. Бондаренко, В.А. Мечник, А.М. Исонкин, А.Е. Куттыбаев;* Министерство науки и высшего образования Республики Казахстан, Satbayev University. - Алматы: 2022. - 215 с.

ISBN 978-601-323-321-5

В монографии сформулированы основные требования к конструктивным параметрам алмазных буровых коронок для проходки скважин в твердых абразивных породах. Установлено, что матрица буровых коронок должна быть многослойной, содержать по высоте несколько импрегнированных слоев гребешикового профиля, разделенного безалмазными слоями меньшей твердости и абразивности. Обосновано, что наиболее эффективен равнонагруженный по радиусу профиль матрицы, а алмазосодержащие слои матрицы должны быть расположены равномерно на трезаходной винтовой поверхности с малым шагом (порядка 1мм), что дает возможность вовлекать в процессе углубления забоя скважины частично ослабленную трещинами породу, залегающую под зоной внедрения алмазных зерен.

С целью повышения эксплуатационных характеристик матрицы экспериментально установлено, что добавление CrB2 в ее состав 51Fe -32Cu -9Ni – 8Si сформированной методом холодного прессования с последующим спеканием и допрессовкой, значительно уменьшает коэффициент трения о породу и скорость износа инструмента. К таким же результатам приводит измельчение алмазных зерен с 5-50 мкм до 20-400 Нм.

Установлено, что при проведении лабораторных испытаний при оснащении опытных коронок синтетическими алмазами марок АСТ 200- АСТ 250 с высокой однородностью по прочностным свойствам позволяет увеличить изностойкость инструментов 1,5-2,5 раза и повысить эффективность разрушения ими горной породы.

Проведены результаты предварительных производственных испытаний, показавших эффективность созданных буровых коронок для бурения твердых пород.

Предназначена для специалистов, которые занимаются буровыми работами, а также будет полезна студентам технических вузов, в частности нефтегазового и геологоразведочного профилей.

Данная монография финансируется Комитетом науки Министерства образования и науки Республики Казахстан (грант № AP08857201).

ISBN 978-601-323-321-5

© Б.Т. Ратов, Б.В. Федоров и др., 2022
© Satbayev University, 2022

Перечень условных сокращений и обозначений

ПРИ – породоразрушающий инструмент;
СПО – спускоподъемная операция;
ССК – снаряд со съемным керноприемникам;
n, обмин – частота вращения ПРИ;
Р, кН – осевая нагрузка на ПРИ;
$\sigma_{сж}$ – предел прочности горной породы при сжатии;
α – угол приострения алмазасодержащих слоев гребенчатой формы;
Гребенчатая (гребешковая) форма - чередующееся кольцевые клинообразные выступы и впадины алмазо-содержащего слоя матрицы;
VC – кабрид ванадия
C_{VN} [% по массе] – концентрация нитрида ванадия;
C_{CrB2} [% по массе] – концентрация диборида хрома;
H_V [ГПа] – твердость по Виккерсу (микротвердость);
H [ГПа] – нанотвердость;
E [ГПа] – модуль упругости;
G [ГПа] – модуль сдвига;
H/E – сопротивление материала упругой деформации;
H^3/E^3 [МПа] – сопротивление материала пластической деформации;
K_{IC} [МПа·м$^{(1/2)}$] – вязкость разрушения;
I [мм^3·Н$^{-1}$·м$^{-1}$] – скорость износа;
V [мм^3] – объем дорожки трения, потеря объема образца;
d [нм] – размер зерна;
p [МПа] – давление прессование;
$F_{тр}$ [мН]– сила трения алмазного индентора по образцу;
P_N [Н] – нагрузка на алмазный индентор;
L [мкм] – длина дорожки трения;
D [мкм] – диаметр шарика;
wt.% - проценты по массе;
t [мин] – продолжительность спекания;
ρ [кг/м^3] – плотность;
a,b,c [нм] – параметры кристаллической решетки;
КАМ – композиционный алмазосодержащий материал;

HP – горячее прессование;
HIP – горячее изостатическое прессование;
MHPS – микроволновое горячее прессование;
SPS – плазменно-искровое спекание;
СЭМ – сканирующая электронная микроскопия;
ПЭМ – просвечивающая электронная микроскопия;
ГЦК – гранецентрированная кубическая решетка;
ОЦК – обьемноцентрическая решетка;
ИК – инфракрасный спектр;
УФ – ультрафиолетовый спектр.

ВВЕДЕНИЕ

В основных концепциях развития геологической отрасли Республики Казахстан на 2021-2025 годы отмечается, что за период 2017-2019 впервые поставлены на Государственный баланс 88 месторождений, в том числе ТПИ 34 (10-золота, 1- меди, 3- железных руд, 1-вольфрамовые руды, 1-марганцевые руды, 1-хромовые руды, 1-метан угольных пластов, 2- угля, 13-ТМС), УВС-16.

Вместе с тем, отмечается, что одно из основных проблем является исчерпание значительной части поискового задела, созданного на протяжении 70-80-ых годов XX века. Проблемы обеспеченности запасами градообразующих предприятий, низкая восполняемость запасов полезных ископаемых, интенсивная добыча так называемых «зрелых» месторождений обусловлены недостаточной геологических исследований на ранних стадиях, нерентабельностью отработки глубоких горизонтов месторождений. Например, многие крупные месторождения полиметаллических руд, расположенные вблизи моногородов – Шеманайханская, Юбилейно-Снегиринская, Зыряновское – полностью отработаны, а к 2025-2040 годам ожидается истощение запасов таких крупных месторождений, как Орловское, Малеевское, Тишинское, Риддер-Сокольное.

Вместе с тем, геологическая территория Казахстана остается весьма перспективной для выявления новых месторождений в связи неопоискованностью значительной части территории, покрытой рыхлыми отложениями, слабой изученностью в геологическом отношений коры выветривания на редкоземельные элементы и благородные металлы. Поэтому прогнозные запасы полезных ископаемых в 6-7 раз превышают запасы, числящиеся на Государственном балансе.

Для развития геологической отрасли Республики предлагаются основные принципы и подходы развития на 2021-2025 годы. Приведем некоторые из них:

- становление конкурентоспособной Национальной Геологической службы путем выделения бюджетных средств для формирования уставного капитала на приобретение современного оборудования и технологий, соответствующих специализации компаний;

- проведение научно-прикладных исследований и научных разработок в сфере геологического изучения недр.

Поэтому большое внимание будет уделено технике и технологии поисково-разведочного бурения с отбором керна. Такой вид бурения является основным техническим средством геологоразведочных работ и занимает ведущее место по качеству получаемой геологической информации. Геофизические исследования в скважинах, являясь косвенными методами, не могут заменить получаемый при колонковом бурении керн – наглядный геологический образец. Основным требованиям геологической службы является отбор представительного кондиционного керна, который в идеале должен составлять 100%.

Кроме того, применяемые технические средства разведочного колонкового бурения должны обеспечить высокую производительность проходки скважин при минимизации стоимости буровых работ.

В настоящее время упомянутые требования наиболее успешно решаются путем применения при колонковом бурении снарядов с съемными керноприемниками (ССК), оснащенными алмазными буровыми инструментами. Последние применяются при бурении пород средней и большой твердости (от 5 до 12 категории буримости). Основное преимущество ССК – резкое снижение времени на проведение спуско-подъемных операций (СПО) перед традиционным колонковым бурением. Кроме того, ССК по сути представляет двойной колонковый снаряд, предотвращающий размыв промывочной жидкостью керна, что значительно повышает выход последнего.

Эффективность ССК возрастает при увеличении стойкости буровых коронок и повышения глубины буримых скважин. Основной метраж поисково-разведочных скважин в Казахстане бурится с применением ССК.

Вместе с тем, имеются факторы, снижающие эффективность использования ССК. К ним относятся:

- значительное снижение стойкости (ресурса) алмазных породоразрушающих инструментов при бурении абразивных твердых пород, что приводит к увеличению времени на СПО, снижению рейсовой скорости и повышению времени на проходку скважины;

- сильная трещиноватость и перемежаемость буримых пород по твердости, в результате периодически происходит явление самозаклинивания керна, ведущее к необходимости подъема керноприемника на поверхность и освобождение его от заключенно в нем керна. В этих условиях снижается чистое время бурения к общая производительность буровых работ.

Авторами работы на разных этапах ее выполнения являлись сотрудник фирмы «Бурмаш» (Алматы, Казахстан), Казахского национального технического университета (КазНИТУ) (Алматы, Казахстан) и института сверхтвердых материалов (Киев, Украина), причем авторы первых двух организаций занимались преимущественно совершенствованием конструкций алмазонесущий матрицы, а третья организация – улучшением ее состава путем введения при выполнении матрицы веществ, повышающих ее прочностные и трибологические характеристики.

Монография посвящена исследованиям, разработке и внедрению в практику буровых работ новых алмазных инструментов кольцевого типа – буровых коронок – при сооружении скважин в твердых абразивных породах.

Содержание монографии включает три раздела: в первом приводятся данные о перспективных конструктивных параметрах алмазных буровых коронок для бурения твердых пород, второй раздел посвящен поиску оптимального состава алмазосодержащих матриц, увеличивающих ее прочность и износостойкость, третий раздел посвящен технологии изготовления экспериментальных коронок, их производственным испытаниях и анализу результатов.

1 КОНСТРУКТИВНЫЕ ПАРАМЕТРЫ АЛМАЗНЫХ КОРОНОК ДЛЯ БУРЕНИЯ ТВЕРДЫХ ГОРНЫХ ПОРОД

1.1 Типы алмазных буровых коронок, их область применения

В передовых зарубежных странах около 80% от общего метража поисково-разведочного бурения на твердые полезные ископаемые осуществлялось с применением алмазных коронок, что объясняется их высокой стойкостью.

В современных условиях характерен широкий разброс геологический условий, где успешно применяются алмазные коронки: это может быть разрез твердых абразивных пород, перемежающихся с породами невысокий твердости; в разрезе могут присутствовать интервалы осложнений, связанных с поглощением бурового раствора и нарушением остойчивости ствола скважины и т.д.

Были разработаны три основных типа алмазных коронок: однослойные, многослойные, импрегнированные с множеством различных конструктивных изменений. Из множества конструкций необходимо выбрать наиболее эффективную коронку для рассматриваемых геологических условий [1].

На основе многолетней практики были сформулированы общие правила такого выбора. Анализ набора конструктивных элементов коронки – сорт и размер алмазов, насыщенность ими матрицы, величина выпуска алмазов из-под торца последней, форма торца – позволяет при известных физико-механических свойствах пород добываться высокой производительности и минимальной стоимости буровых работ.

В целом, по характеру разрушения забоя скважины при алмазном бурении все горные породы можно разделить на три группы по следующему комплексу признаков [2]:

- особенности механизма разрушения представителей данной группы пород;
- зависимость буримости от физико-механических свойств пород;
- зависимость механической скорости от параметров режима бурения.

К породам 1-ой группы относятся глинистые и карбонатные неокварцованные породы: глинистые сланцы, аргиллиты, песчано-глинистые сланцы, мергели, известняки, мрамор, доломиты, гипсы, ангидриты.

Отличительные свойства пород 1-ой группы следующие:

- пластичный и хрупкопластичный характер разрушения (последний относится к твердым разновидностям);
- прорезание породы алмазными зернами без растрескивания на глубину и откалывания ее в стороны от резца;
- способность выбуренных частиц слипаться (спрессовываться) в плотную массу, препятствующую бурению;
- невысокая твердость буримых пород;
- малая абразивность и значительная вязкость пород.

Породы 1-ой группы разрушаются при небольших значениях осевой нагрузки и частоты вращения, но с интенсивной промывкой забоя, коронками с большим выпуском алмазов из-под торца матрицы, причем зернистость алмазов составляет 2….10 шт/карат, а коронка имеет развитую систему промывочных каналов.

К породам 2-ой группы относятся однородные, монолитные или слаботрещиноватые интрузивные и метаморфические породы: сиениты, габбро, базальты, диориты, зеленокаменные породы, граниты, кристаллические сланцы, гнейсы, пегматиты и другие, без затруднений разбуриваемые породы. К этой же группе относятся окварцованные и окременелые разновидности карбонатынх пород, сильно метаморфизованные кварцсодержащие неожелезненные породы (кварциты, кремни, роговики и др). Сюда же можно отнести все разновидности песчаников, бурение которых сводится к разрушению цемента, скрепляющего зерна твердых породообразующих минералов. Шлам из пород этой группы получается различной крупности и абразивности.

Характер разрушения пород этой группы однослойными коронками в основном хрупкий. Под действием алмазных зерен в хрупких минералах, входящих в состав породы, образуются трещины, распространяющиеся в глубь и в стороны от пути прохода алмазов. Вязкие минералы прорезаются подобно породам 1-ой группы, породы типа кремней и кварцитов разрушаются путем

откола частиц с характерной раковистой поверхностью излома. Абразивность шлама монолитных пород обычно малая, трещиноватых и выветрелых пород – средняя и высокая.

В 3-ю группу выделены труднобуримые породы, которые разбуриваются алмазными коронками при низкой скорости и большом расходе алмазов. Сюда входят: конгломераты крепких изверженных и метаморфических пород, валунно-галечные отложения, твердые дробленные породы зон смятия, сильнотрещиноватые породы 2-ой группы, монолитные железистые кварциты, яшмы, джеспилиты и другие твердые ожелезненные породы, а также трещиноватые разновидности указанных пород.

Характер разрушения пород 3-ей группы, которые бурятся, как правило, только импрегнированными коронками, поверхностный – истирание и царапание породы большим количеством мелких алмазов.

Выбор коронки производится опытным путем по правилу: чем тверже порода, тем меньше размер алмазов и тем тверже матрица. Для бурения крупнозернистых и трещиноватых пород следует применять коронки с более твердыми матрицами. При разрушении неоднородных пород твердость матрицы подбирается применительно к мягким прослоям, а для бурения твердых прослоев матрицу коронок тем или иным способом затачивают (например, пескоструйным аппаратом) для обнажения алмазных зерен. Алмазы для разбуривания крупнозернистых пород следует выбирать более крупные, для разнозернистых – смесь зерен разной величины.

На основе обобщения зарубежного опыта составлена таблица, приведенная в работе [3], в которой представлен нормальный ряд коронок для бурения пород 1-3 групп.

Из анализа содержания таблицы следует, что при построении такого ряда основная роль отводится однослойным коронкам, причем последние должны быть армированы алмазами первого и высшего сортов.

В последнее время многие известные зарубежные фирмы предпочитают использовать импрегнированные коронки для бурения любых пород, абразивные свойства шлама которых достаточны для истирания матрицы. Таким образом, область

применения импрегнированных коронок значительно расширилась, так как ранее этот вид коронок применялся лишь для бурения сильнотрещиноватых и очень твердых монолитных пород или в сложных условиях бурения.

Специалисты зарубежной фирмы «Атлас Копко» (Швеция) отмечают, что проходка на импрегнированную коронку составляет 45….180 м (данные 80-ых годов 20 века) против 9-30 м проходки на однослойную коронку [2]. В Европе при бурении твердых пород соотношение использования импрегнированных и однослойных коронок составило в конце 20-го века 3:2 и имела тенденцию к увеличению. Преимущества импрегнированных коронок заключаются в следующем:

- меньшее повреждение при бурении трещиноватых пород;
- меньшая чувствительность к нарушению режима бурения;
- обеспечение большей прямолинейности скважины в сравнении с однослойными коронками, у которых наблюдается частая зарезка в стенки скважины крупными алмазами, что способствует искривлению скважины;
- большая (в 3-5 раз) стойкость импрегнированных коронок по сравнению с однослойными;
- отпадает необходимость возврата импрегнированных коронок для рекуперации;
- стоимость изготовления импрегнированных коронок ниже, а скорость бурения во многих случаях выше, чем при использовании однослойных коронок.

По мнению зарубежных специалистов, использование импрегнированных коронок открывает широкие перспективы в области алмазного колонкового бурения при условии высоких частот вращения бурового снаряда.

Основной фактор, определяющий производительность импрегнированной коронки, - подбор матрицы такой износостойкости в сочетании с сортом алмаза, чтобы коронка в данной породе самозатачивалась в процессе бурения.

1.2 Алмазные импрегнированные буровые коронки для оснащения снарядов со съемными керноприемниками (ССК)

С появлением комплексов ССК удалось радикально увеличить рейсовую скорость бурения и сократить общее время проходки скважины за счет сокращения времени на СПО, т.е. подъем всего бурового снаряда из скважины осуществляется лишь при износе породоразрущающего инструмента для замены его на новой.

Первый ССК был разработан фирмой «Longyer» в 1950-1952 г.г. В настоящее время такие снаряды, широко применяются, кроме упомянутый фирмы «JKS Boles» (Канада), «Djoy» (США), «Atlas Copco» (Швеция), «Smith» (Англия), «Diamond Boart» (Бельгия) и др.

В благоприятных условиях (слаботрещиноватые породы VI-IX категорий, значительная глубина скважины более 400-500 м, частота вращения ССК – 700-800 об/мин) производительность бурения возросла более чем в 2 раза, выход керна увеличился до 90-95%, резко снизился расход алмазов на 1 м бурения.

Вместе с тем, имеются геологические факторы, значительно (в 1,5 раза) снижающие производительность бурения с ССК. В первую очередь, это касается геологических объектов, представленных сильнотрещиноватыми, переслаивающимися по твердости, раздробленными породами. В таких условиях при бурении часто возникает самозаклинивание в керноприемнике, приводящее к невозможности углубления скважины. Дополнительное время на СПО для ликвидации самозаклинивания керна на поверхности является причиной снижения технико-экономических показателей бурения с ССК.

Второй причиной снижения эффективности упомянутым способом является весьма низкая скорость бурения в твердых абразивных породах, и соответственно, малая стойкость алмазных коронок, что такие приводит к росту времени на СПО.

Например, [2], при бурении кварцитов XI категории на золоторудном месторождении Мизек (Казахстан) механическая скорость бурения составляла 0,45-0,5 м/ч, а стойкость коронки – 3-4 м.

Первую проблему можно в значительной степени решить, улучшая конструкцию керноприемной части ССК путем возбуждения обратного (по отношению к забою скважины) потока бурового раствора. Такое направление потока резко снизит самозаклинивание керна и положительно скажется на технико-экономических показателях бурения.

1.3 Основные направления совершенствования конструктивных параметров алмазных импрегнированных коронок для бурения твердых абразивных пород.

1.3.1 Совершенствование формы профиля алмазосодержащей матрицы

Важнейшим конструктивным геометрическим параметром является профиль торца матрицы алмазной коронки, который оказывает влияние на распределение нагрузок под торцом коронки, эффективность удаления бурового шлама, размещение алмазов и технологичность изготовления инструмента.

До недавнего прошлого при изготовлении матриц применялись следующие формы их профиля (рис. 1.1) круглый, полузакругленный, плоский, полукупольный, ступенчатый. Однако при изготовлении металлических матриц, содержащих железо, никель, олово и другие элементы с мелкими алмазными зернами большой зернистости наиболее целесообразна «гребешковая» форма профиля, представляющая кольцевые клинообразные выступы и впадины (рис. 1.2). Коронки с подобной формы профиля выпускают фирмы «Boart Longyear», «Атлас Копко» (Швеция), «Терекалмаз» (Россия) и т.д.

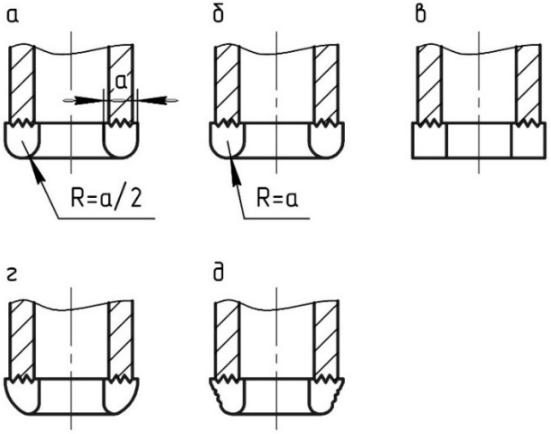


Рисунок 1.1 - Профили торца алмазных коронок:
а – круглый, б – полузакругленный, в – плоский, г – полукупол, д – ступенчатый

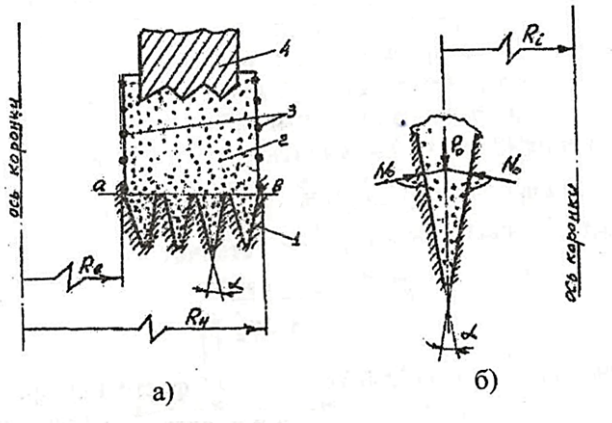


Рисунок 1.2 - Продольное сечение матрицы коронки с гребешковым профилем торца
а – гребешковая форма торца матрицы,
б – силы действующие на і-ый клинообразный выступ торца матрицы,
1 – корпус коронки, 2 – алмазосодержащая кольцевая матрица,
3 – подрезные алмазы, 4 – алмазосодержащие кольцевые конические выступы

Такая клинообразная форма профиля, как известно, обеспечивает большие удельные нагрузки своими конусными выступами на горную породу. Для обоснования этого положения первоначально запишем формулу механической скорости V_m для алмазного бурения [4, 14, 16]:

$$V_m = \frac{0{,}4nPf_0}{d_c\sigma_p(1-\beta)}, \quad (1.1)$$

где n – частота вращения коронки, об/мин; P – осевая нагрузка на корону, даН; d_c – диаметр скважины, см; σ_p – предел прочности горной породы при сжатии, даН/см^2; f_0 – коэффициент трения; $\beta=\frac{d_k}{d_c}$ – отношение диаметра керна к диаметру скважины.

Рассмотрим действие силы P_0, приходящейся на единицу длины клинообразного алмазонесущего выступа матрицы радиусом R_i, на породу забоя (рис.2б) указанная единичная сила равна:

$$P_0=\frac{P}{m2\pi R_i}\text{Н/м}, \quad (1.2)$$

где m – количество кольцевых клинообразных выступов матрицы.

Так как величина R_i изменяется линейно от $R_в$ до $R_н$, то без большой погрешности можно полагать, что величина единичной силы P_0 запишется через средней радиус $R_{ср}$ матрицы следующим образом:

$$P_0=\frac{P}{m2\pi R_{ср}}=\frac{P}{m\pi(R_h+R_в)}, \text{ Н/м} \quad (1.3)$$

Из рисунка 1.2б следует, что сила P_0 уравновешивает силы N_0 нормального давления, действующие по боковым поверхностям конического выступа:

$$P_0=2N_0\text{Sin}\frac{\alpha}{2}, \quad (1.4)$$

где α – угол приострения кольцевого выступа.

Сила трения $F_{mp.0}$, приходящаяся на единицу средней длины кольцевых выступов, с учетом (1.3) и (1.4) равна:

$$F_{mp0}=2N_0f_0=\frac{P_0f_0}{Sin_2^{\alpha}}=\frac{Pf_0}{m\pi(R_H)+R_в Sin_2^{\alpha}}=BPf_0, \text{ Н.} \quad (1.5)$$

Для получения общей силы трения $F_{тр.сум}$, возникающей на контакте гребенчатого торца и забоя, нужно умножить правую часть уравнения (1.5) на суммарную линию контакта всех клинообразных выступов с забоем скважины, т.е. на $B= m\pi(R_H + R_в)$.

Тогда (1.4) примет вид:

$$F_{тр.сум}=\frac{Pf_0}{Sin_2^{\alpha}}. \quad (1.6)$$

Из сравнения формул (1.1) и (1.6) следует, что скорость бурения пропорциональна силе трения. Это положение объясняется тем, что при использовании алмазных импрегнированных коронок порода разрушается микрорезанием и, в большей степени истиранием, а эти процессы, как известно, зависят от величины силы трения между трущимися поверхностями.

Если в формуле (1.6) положить $\alpha=180^0$, что означает, что коронка имеет прямоугольный профиль торца, то $F_{тр.сум}= Pf_0$. Если $\alpha=40^0$, то $F_{тр.сум}= 2{,}9Pf_0$, если $\alpha=20^0$, то $F_{тр.сум}= 5{,}7Pf_0$.

Таким образом, с уменьшением угла приострения α значительно возрастает сила трения $F_{тр.сум}$, что приводит к интенсификации разрушения забоя скважины по сравнению с другими профилями торца матрицы. Этот вывод подтвержден экспериментально [2]. Об эффекте возрастания механической скорости бурения с уменьшением угла наклона алмазосодержащей поверхности относительно оси коронки указывают также Н.В. Соловьев, В.Ф. Чихоткин и др. в работе [5]. Ими в частности, экспериментально доказано, что при бурении гранита (X категории) с уменьшением угла α с 90^0 до 30^0 механическая скорость бурения возросла примерно 2 раза. Конечно, при изменении угла приострения α нужно учитывать

необходимую прочность закрепления алмазных зерен в клинообразных выступах торца матрицы. Типичным представителем коронок этого типа является алмазная импрегнированная коронка ИСМ НАН (Украина) (рис.1.3).

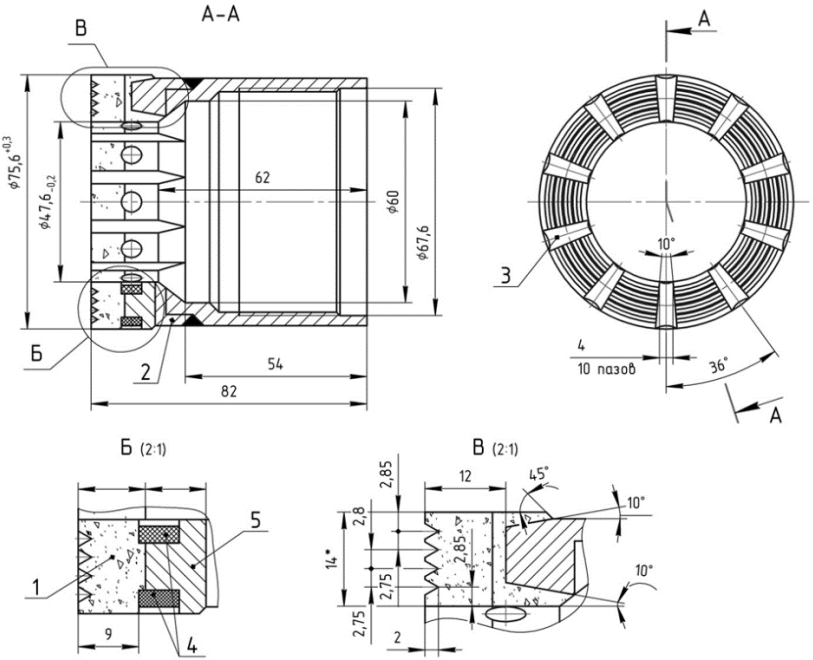


Рисунок 1.3 - Алмазная буровая коронка БС конструкции ИСМ НАН (Украина)

1 – алмазонесущая матрица; 2 – корпус; 3 – промывочные каналы; 4 – вставки твесала; 5 – кольцо

Коронка выпускается диаметрами NQ и HQ (75,6 и 95,3 мм). Торец матрицы коронки имеет «гребешковую» форму, угол приострения выступов матрицы составляет 60^0. Матрица 1 припаяна к сварному корпусу 2 и имеет 10 промывочных каналов 3 для прохода бурового раствора. Объемный слой матрицы оснащался монокристаллическими алмазами марки АСТ200 зернистостью 500/400 мкм. Импрегнированный слой содержит в виде связки алмазных зерен состав вида 99WC+Co+Cu.

В подрезном слое коронка оснащается цилиндрическими вставками 4 твесала диаметром 5 мм с алмазами АСТ125 зернистостью 315/250. Вставки 4 размещены снаружи и внутри кольца 5 для калибрования стенок скважины и керна.

1.3.2 Совершенствование конструкции алмазосодержащий матрицы для повышения ресурса (стойкости) инструмента

Коронка с «гребешковым» профилем торца матрицы (рис. 1.2) по мере ее работы на забое скважины теряет упомянутую форму торца в результате абразивного износа и в конце концов превращается в инструмент с неэффективным плоским прямоугольным торцом (плоскость а-а на рис. 1.2а). В результате производительность бурения снижается, что неоднократно наблюдалась в производственных условиях.

Для устранения этого недостатка сотрудники буровой компании «Бурмаш» (Алматы, Казахстан) совместно с КазНИТУ (Алматы) разработали алмазную многослойную импрегнированную воронку КСБ-1 [6] (рис. 1.4). Ее отличительной особенностью является конструкция матрицы, содержащей по высоте несколько алмазосодержащих импрегнированных слоёв с объёмными алмазами, причём все они имеют «гребешковую» форму торца инструмента.

Пространство между коническими кольцевыми выступами импрегнированных слоёв заполнено связующих материалом меньшей твёрдости и износостойкости, чем связующий материал алмазосодержащих слоёв (например, ВК-20). (Рис. 1.4, в, г). При разрушении забоя по мере износа алмазосодержащихся породой выступает (рис. 1.4 в). Пои этом связующий материал 9 вследствие более низкой абразивности и твёрдости изнашивается быстрее, обнажая выступы алмасодержащего слоя, которые производят дальнейшее разрушение забоя.

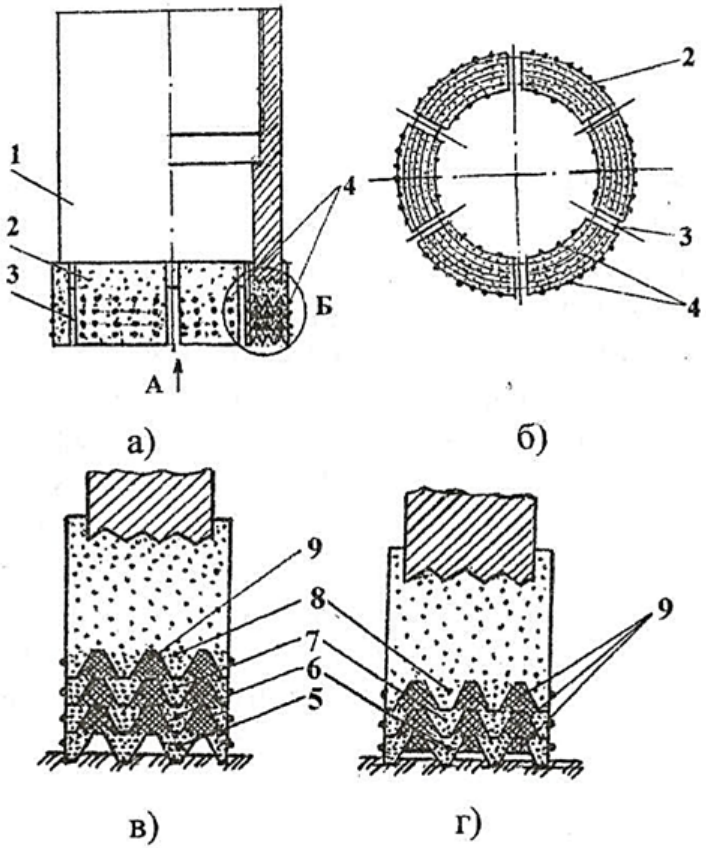


Рисунок 1.4 - Схемы многослойной алмазной коронки КСБ-1 с гребенчатым профилем алмазосодержащих слоев:
а – вид со стороны корпуса; б – вид по А; в – продольный разрез алмазонесущей матрицы в увеличенном масштабе (узел Б на рис. а); г – продольный разрез матрицы после износа первого алмазного слоя; 1 – корпус; 2 – матрица; 3 – промывочные каналы; 4 – подрезные алмазы; 5-8 – алмазосодержащие слои; 9 – безалмазные слои

Таким образом, использование указанной коронки КСБ-1 позволяет реализовать преимущества «гребенчатого» профиля торца до полного износа алмазонесущей матрицы, что повышает стойкость инструмента и рейсовую скорость бурения.

1.3.3 Разработка многослойной импрегнированной коронки с «гребешковым» и равнонагруженным профилем торца

Результатом дальнейшего развития работ в этом направлении явилось создание многослойной коронки, при использовании которой обеспечивалось бы равномерное нормальное давление со стороны поверхностей всех кольцевых клинообразных выступов на забой скважины [1, 2].

Попытки создать оптимальный (равнопрочный) профиль торца алмазной коронки неоднократно предпринимались ранее. При одинаковых размерах и форме выступов и впадин применяемого в настоящее время гребешкового профиля (показано пунктирными линиями на рис.1.5) внешняя нагрузка, действующая на коронку при бурении, распределяется равномерно на все клинообразные выступы алмазосодержащего слоя. Однако нормальное удельное давление на боковые поверхности выступов зависит от их радиального расположения. Это связано с тем, что площади боковых поверхностей выступов различаются: минимальная площадь будет у кольцевого выступа, примыкающего к внутреннему радиусу коронки максимальная – у периферийного кольцевого выступа, формирующего диаметр скважины. Упомянутая площадь S_m в направлении от внутреннего радиуса коронки $R_{вн}$ к наружному $R_н$ определяется по общей формуле.

$$S_m = \pi h\left(2R_{\text{ВН}} + \frac{2m-1}{2}\right)/COS\frac{\gamma}{2} \qquad (1.7)$$

где h – высота клинообразных выступов (рис. 1.5); m – количество боковых поверхностей клинообразных кольцевых выступов, начиная с поверхности, примыкающей внутреннему радиусу; R – основание клинообразных выступов.

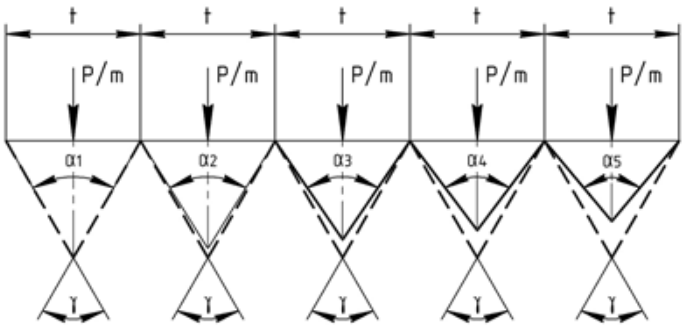


Рис. 1.5 Схема гребешкового и равнонагруженного профиля торца коронки: R_{BH} – внутренний радиус матрицы;
R_H – наружный радиус матрицы; γ – угол простирания клинообразных выступов

Нормальное давление q_{mn} со стороны любого клинообразного выступа на горную породу будет различным:

$$q_{mn}=Q/2n_0 Sin_2^{\gamma} S_m \qquad (1.8)$$

где Q – действующая на коронку осевая нагрузка; n_0 – количество клинообразных выступов.

Из формулы (1.8) следует, что максимальное нормальное давление порода будет испытывать со стороны внутреннего кольцевого выступа, минимальное - со стороны периферийного. Неравномерность распределения давления приводит к чрезмерности давления со стороны примыкающих к внутреннему диаметру коронки кольцевых выступов и недостаточности для разрушения породы выступом, сопрягающимся на коронку с наружным диаметром инструмента и чрезмерному расходу алмазного сырья для ее изготовления.

В целях равномерного распределения нормального давления на все кольцевые выступы разработана и запатентована коронка с равнонагруженным в процесс бурения

гребешковым профилем матрицы (рис.1.6) [7].

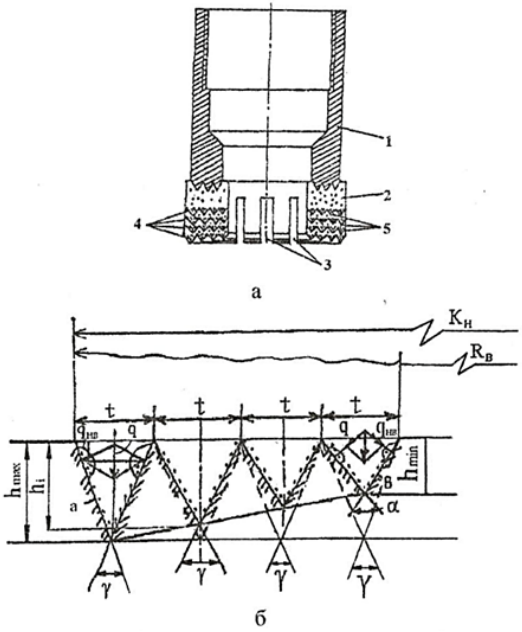


Рисунок 1.6 - Схема многослойной буровой коронки с равнонагруженными алмазосодержащими слоями:
а – общий вид; б – профиль алмазосодержащего слоя в продольном сечении; 1 – корпус; 2 – матрица; 3 – промывочные окна; 4 – алмазосодержащие слои; 5 – безалмазные слои

В продольном сечении последней примыкающие друг к другу треугольника равными основаниями t, но с различной высотой h_i (показаны на рис. 1.5 и рис. 1.6,б сплошные линиями) [7]. Можно показать, что высота h_i уменьшается в направлении от периферийного выступа алмазосодержащего слоя к оси коронки в соответствии с зависимостью

$$h_i=(2R_{BH}+0{,}5t)h_{max}/[2R_{BH}+(2_m+1)*0{,}5t] \qquad (1.9)$$

Угол простирания выступов α_i, напротив, увеличивается в этом направлении.

Изготовленная опытная партия многослойных алмазных коронок с равнонагруженным профилем каждого алмазонесущего слоя (всего пять слоев по высоте матрицы) под маркой КСБ-2 прошла опытно-промышленные испытания на золоторудном месторождений «Мизек». Результаты сравнительных испытаний с коронкой NQ «Boart Longyear» приведены в таблице 1.1 [2].

Таблица 1.1 - Результаты сравнительных испытаний алмазных буровых коронок NQ «Boart Longyear» и КСБ-2 (диаметр бурения – 76 мм)

Тип коронки	Буримая порода	Пробурено метров погонной длины	Средняя механическая скорость бурения V м/ч	Среднеквадратичное отклонение скорости σ, м/ч	Коэффициент вариации V_0=δ/V	Проходка на коронку,м	
						м	%
NQ «Boart Longyear»	Андезитовый порфирит (X категория)	520	2,7	0,25	0,09	148	100
	Туф андезитовый сильно окварцованный (XI категория)	540	1,31	0,14	0,107	39	100
КСБ-2	Андезитовый порфирит (X категория)	620	2,72	0,27	0,103	186	126
	Туф андезитовый сильно окварцованный (XI категория)	615	1,36	0,15	0,12	52	103

Из приведенных в таблице данных следует, что при примерно равной механической скорости бурения испытуемых коронок проходка на инструмент КСБ-2 возросла на 26-33%, что значительно повысило рейсовую скорость и производительность бурения за смену.

Созданная многослойная коронка (рис 1.6) под маркой КСБ-2 использована, наряду с другими алмазными коронками, для бурения колонковых скважин комплексами ССК нижней части геологического разреза Чиганак-Улькенсайского рудного поля [3]. В упомянутом разрезе залегают твердые абразивные породы X-XII категорий по буримости: кремнисто-баритовая брекчия, кремнистые породы, яшмоиды с баритом, массивные кремни. Бурение осуществляли коронками типа NQ следующие производителей: Damatec (США), ALFA-08 (Канада), Ultra Terra (Канада), Boart Longyear (Канада), Терек Алмаз (Россия), Bolwa (Китай). Все перечисленные коронки были импрегнированными.

Параметры технологического режима бурения следующие: осевая нагрузка на коронку – (2-2,2) кН; частота вращения коронки – (640÷700) мин$^{-1}$; расход промывочного бурового раствора – (25÷40) дм^3/мин.

Результаты сравнительных испытаний и их статистической обработки приведены в таблице 1.2. Величина полученных значений среднеквадратических отклонений δ и коэффициентов вариации V свидетельствует о достоверности полученных результатов [8]. Соотношение (1.10) связывает стоимость коронки с ее стойкостью S (средней проходки). Отсюда следует, что чем меньше F, тем большую эффективность показывает буровая коронка. В столбце 7 приведены расчетные значения критерия F для испытываемых коронок. Из приведенных данных видно, что небольшую эффективность показала коронка КСБ, у которой величина F минимальна (F=6,87), затем следует коронка фирмы Терек-Алмаз, у которой F=9,62, коронки у других производителей показали величину F более 10. За критерий эффективности F принят стоимость C буровых коронок, отнесенная к 1 м проходки скважины упомянутыми коронками:

$$F=C/S \qquad (1.10)$$

Таблица 1.2 – Результаты сравнительных испытаний импрегнированных алмазных коронок NQ (76 мм)

Производитель коронок	Проходка общая коронкой м	Средняя проходка на коронку (стойкость) S, м	Среднеквадратическое отклонение δ, м	Коэффициент вариации V=S/S	Стоимость коронки С, доллар	Критерий эффективности F=C/S
Damatec (США)	560	40	1,3	0,032	467	11,675
ALFA-08 (Канада)	170	30	1,35	0,045	533	17,77
Ultra Terra (Канада)	175	35	1,38	0,039	567	16,2
Boart Longyear (Канада)	355	50	1,42	0,028	600	12
Терек Алмаз (Россия)	315	45	1,45	0,032	433	9,62
Bolwa (Китай)	150	30	1,33	0,044	333	11,1
КСБ-2	630	63	1,45	0,023	433	6,87

1.3.4 Разработка многослойной алмазной коронки, в матрице которой размещены импрегнированные слои с «гребешковым» профилем на трехзаходной винтовой поверхности

Исследования по второму направлению опираются на результаты работ бывшего ВИТРа (Санкт-Петербург, Россия), посвященные изучению физических эффектов, возникающих при внедрении алмаза в твердые породы [9]. Установлено, что при внедрении алмазного зерна (или клинообразного импрегнированного слоя) в породе формируется зона внедрения $h_в$ и зона разрушения породы $h_р$, причем последняя превышает $h_в$ в 5-10раз, т.е. $h_р = (5/10)\ h_в$. Поэтому родилась идея – использовать эффект образования разрушенной разбитой трещинами породы, размещенной ниже зоны внедрения, для интенсификации процесса углубления забоя скважины.

С этой целью разработана многослойная импрегнированная коронка (рис. 1.7), матрица которой содержит по высоте несколько алмазосодержащих слоев 5 «гребешкового» профиля, размещенных равномерно на трехзаходной винтовой поверхности. Импрегнированные алмазные слои 5 разделяются

безалмазными слоями 6 меньшей твердости, а шаг трехзаходной винтовой поверхности определяется глубиной разрушения породы h_p.

Работа коронки осуществляется следующим образом. В начальный момент процесса бурения после подачи промывочной жидкости, приложения осевой нагрузки и крутящего момента коронка внедряется в породу концами граней секторов, наибольших по высоте. При этом образующаяся конусная кольцевая форма профиля алмазосодержащего слоя облегчает разрушение забоя скважины, так как обеспечивает большую площадь контакта алмазных зерен с горной породой и высокие удельные нагрузки на последнюю.

Каждый из указанных секторов коронки, воздействуя на породу наибольшими по высоте конусными кольцевыми выступами алмазосодержащего слоя, пройдя 1/3 окружности забоя, формирует аналогичные по форме конусные кольцевые впадины, а под ними – зону разрушения, т.е. зону раздробленной трещинами, но не удаленной породы (рисунок 3 в, г).

При дальнейшем вращении коронки каждая группа секторов, расположенная на одном заходе винтовой поверхности, перемещается в часть забоя, подготовленного к углублению впереди работающей группой секторов, расположенных на соседнем заходе. Таким образом, через 1/3 оборота вследствие сформированной на забое кольцевой зоны разрушения и действия постоянной осевой нагрузки секторы матрицы, вытесняя раздробленную породу, перемещаются вниз на величину, близкую к толщине разрушенного слоя, и осуществляют послойное удаление последнего. Формирующиеся на забое кольцевые выступы разрушаются под действием всегда имеющихся вибраций буровой коронки. После обработки первого, начиная от забоя алмазосодержащего слоя, вследствие опережающего износа безалмазного слоя происходит обнажение второго алмазосодержащего слоя секторов, который осуществляет дальнейшее углубление забоя.

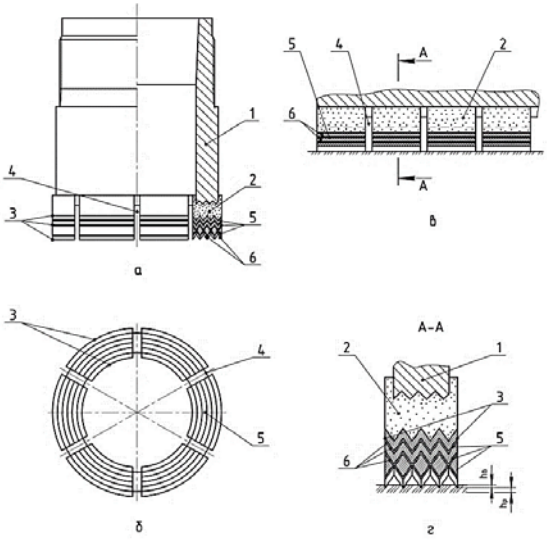


Рисунок 1.7 - Многослойная алмазная коронка, алмазосодержащие импрегнированные слои которой имеют «гребешковый» профиль и размещены равномерно на трехзаходной винтовой поверхности (патент РК №25764)

а – вид со стороны корпуса; б – вид с торца; в – развертка матрицы коронки по среднему диаметру; г – разрез матрицы по А-А; 1 – корпус; 2 – матрица; 3 – подрезные алмазы; 4 – промывочные каналы; 5 – алмазосодержащие импрегнированные слои; 6 – безалмазные слои

Опережающий износ безалмазного слоя меньшей твердости позволяет, постепенно обнажая алмазосодержащий слой, полностью отработать его при разрушении породы. Далее процесс углубления забоя повторяется до полной отработки всех алмазосодержащих слоев матрицы.

Наклонное (по отношению к забою) положение алмазосодержащих слоев, расположенных на винтовой поверхности и разделяющие их безалмазные слои, а также их конусная кольцевая форма позволяет создавать большие удельные нагрузки на забой, реализовать эффект самозатачивания и особенности механизма разрушения твердых пород при воздействии алмазных зерен. Таким

образом, использование предлагаемой алмазной коронки позволяет увеличить ее удельное контактное давление на породу, скорость разрушения забоя, стойкость инструмента, что повышает в целом эффективность проходки скважины.

1.3.5 Разработка многослойной алмазной коронки с размещением импрегнированных слоев на трехзаходной винтовой поверхности и равным нагружением их по радиусу инструмента

Дальнейшее совершенствование многослойной алмазной коронки с размещением импрегнированных слоев на трехзаходной винтовой поверхности привело к разработке упомянутой коронки, отличительный особенностью которой было равно нагруженных всех алмазосодержащих выступов по радиусу инструмента [10,11,12].

На рис.9 в увеличенном масштабе «гребешковый» профиль алмазосодержащего слоя, который применяется в настоящее время (профиль показан пунктиром) и предлагаемого (профиль показан сплошными линиями).

При бурении на единицу длины «гребешкового» профиля действует часть нагрузки, которую обозначим через P. Тогда на каждый конусный выступ будет действовать сила $Q=\frac{P}{m}$ (m – количество выступов в поперечном направлении).

Ниже приводится математические обоснование равно нагруженного профиля.

При рассмотрении применяется известный профиль с одинаковыми конусными выступами и равными углами приострения γ, нормальные силы, возникающие при внедрении выступов в породу, будут равны:

$$N_0=\frac{Q}{2SIN_2^{\gamma}} \qquad (1.11)$$

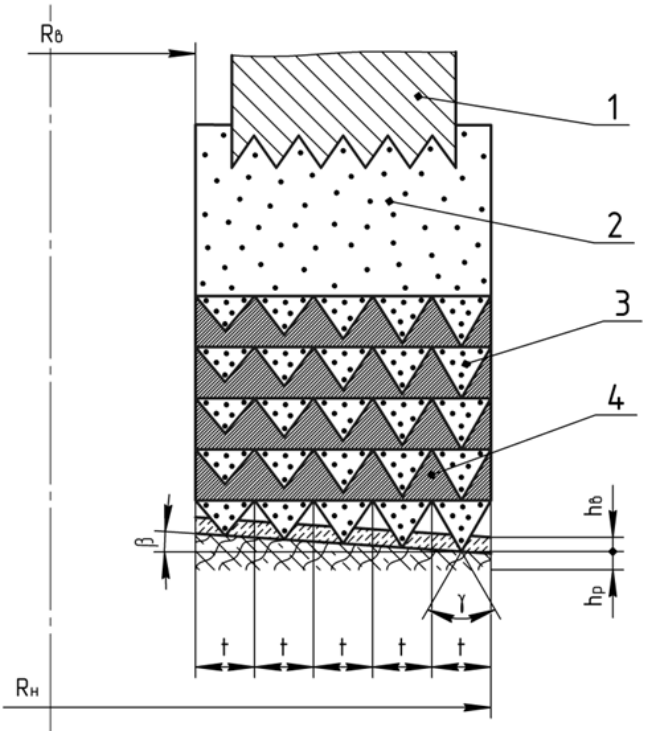


Рисунок 1.8 - Равнонагруженный гребенчатый профиль импрегнированных слоев, размещенных на трехзаходной винтовой поверхности (патент РК №35548)
1 – корпус коронки, 2 – матрица, 3 – алмазный импрегнированный слой, 4 – безалмазный слой. $h_в$ – глубина внедрения алмазных выступов, $h_р$ – глубина зоны предразрушения под зоной внедрения

Контактное давление q на породу, возникающее от действия сил N_0, будет равно:

$$q=\frac{N_0}{S} \qquad (1.12)$$

где S – площадь боковых поверхностей конусных кольцевых выступов, испытывающих контактное давление.

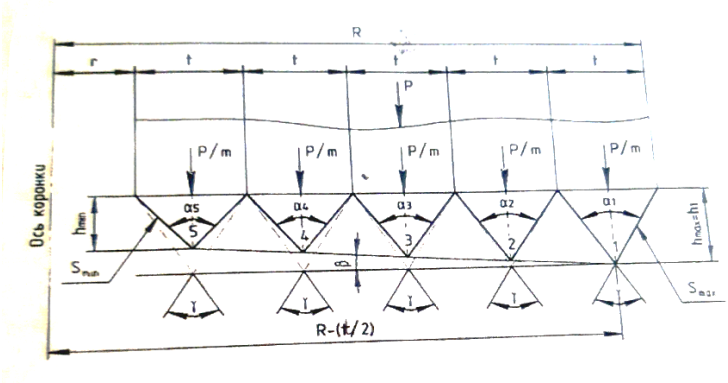


Рисунок 1.9 - Применяемый (пуктирные линии) и предлагаемый профили (сплошные линии) торца алмазной коронки

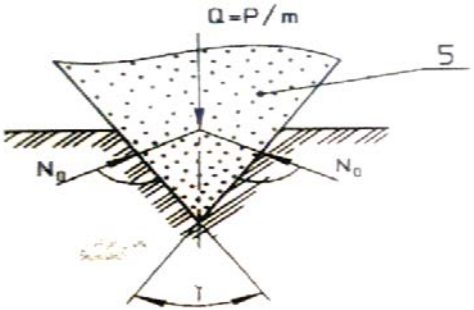


Рисунок 1.10 - Нагрузка, действующей алмазосодержащий выступ матрицы

Из выражения (1.12) следует, что при использовании традиционного профиля (пунктирные линии на фигуре) величина S_{min} будет минимальна вблизи выступа, примыкающего к внутреннему радиусу r коронки, а максимальна S_{max} – на выступе вблизи наружного радиуса R. Если площадь S_{max} будет достаточна для обеспечения необходимого контактного давления q в формуле (1.12), то при движении к внутреннему радиусу r вследствие

уменьшения площади S она будет избыточна, что вызовет повышенный износ матрицы.

Теперь рассмотрим предлагаемый профиль. Исходные данные: r – внутренний радиус матрицы коронки; R – наружный радиус матрицы коронки; C_1, C_2…C_5 – длина образующих поверхностей конусных выступов; h_1, h_2…h_{min} – высота конусных выступов; t – ширина основания конусных выступов.

Вычисляем площади боковых поверхностей S_1, S_2, S_3…S_m конусных кольцевых выступов со стороной 1,2,3…m (смотри фигуру).

1. Вычисляем площадь S_1 боковой поверхности выступа (1):

$$S_1=\pi C_1[R+(R-\frac{t}{2})]=\frac{\pi h_{max}}{COS_2^{\gamma}}(2R-\frac{t}{2});\quad h_1=COS_2^{\gamma};\quad C_1=\frac{h_{max}}{COS_2^{\gamma}}$$

Приближенно считаем, что площадь боковой поверхности $(1')$ равна площади (1), т.е.

$$S_1=S_1'=\frac{\pi h_{max}}{COS_2^{\gamma}}(2R-\frac{t}{2}).$$

2. Вычисляем площадь S_2 боковой поверхности выступа (2):

$$S_2=\pi C_2[R-t+(R-t-\frac{t}{2})]=\frac{\pi h_2}{COS_2^{\alpha_2}}(2R-\frac{5t}{2});\quad C_2=\frac{h_2}{COS_2^{\alpha_2}}$$

Принимаем как в первом случае $S_2=S_2'$

3. Вычисляем площадь S_3 боковой поверхности выступа (3):

$$S_3=\pi C_3[R-2t+(R-2t-\frac{t}{2})]=\frac{\pi h_3}{COS_2^{\alpha_3}}(2R-\frac{9t}{2});$$

Принимаем как и ранее $S_3=S_3'$.

Вычисляем площадь боковой поверхности S_m конечного выступа (m)

$$S_m=\pi C_m[R-mt+(R-mt-\frac{t}{2})]=\frac{\pi h_{min}}{COS_2^{\alpha}}(2R-2mt-\frac{t}{2});$$

Для обеспечения равенства контактных давлений q на разрушающую породу со стороны внутреннего и внешнего выступов (смотри фигуру) приравниваем их величины в соответствии с формулами (1.11) и (1.12):

$$q_1=q_m;\ q_1=\frac{Q}{2SIN\frac{\gamma}{2}S_1};\ q_m=\frac{Q}{2SIN\frac{\alpha}{2}S_m} \qquad (1.13)$$

Из формулы (1.13) следует, что уменьшение чрезмерного контактного давления до величины $q_m=q_n$ достигается увеличением угла простирания выступа, примыкающего к внутреннему радиусу матрицы, до величины α. Для определения величины последнего запишем формулу (1.13) в развернутом виде:

$$q_1=\frac{Q}{2SIN_2^{\gamma}\frac{\pi h_{max}(2R-\frac{t}{2})}{cos_2^{\gamma}}}=\frac{Q}{2tg_2^{\gamma}\pi h_{max}(2R-\frac{t}{2})}$$

$$q_m=\frac{Q}{2SIN_2^{\alpha}\frac{\pi h_{min}(2R-\frac{t}{2})}{cos_2^{\alpha}}}=\frac{Q}{2tg_2^{\alpha}\pi h_{min}(2R-2mt\frac{t}{2})} \qquad (1.14)$$

Приравняв $q_1=q_m$ в формуле (4) получим:

$$\frac{Q}{2tg_2^{\alpha}\pi h_{min}(2R-2mt\frac{t}{2})}=\frac{Q}{2tg_2^{\gamma}\pi h_{max}(2R-\frac{t}{2})};\ \text{откуда}$$

$$tg_2^{\alpha}=\frac{h_{max}(2R-\frac{t}{2})tg_2^{\gamma}}{h_{min}(2R-2mt-\frac{t}{2})}; \qquad (1.15)$$

Из формулы (1.15) величина α равна:

$$\alpha=2\text{arctg}[\frac{h_{max}(2R-\frac{t}{2})tg_2^{\gamma}}{h_{min}(2R-2mt-\frac{t}{2})}]; \qquad (1.16)$$

Как следует из опыта конструирования в формуле (1.16), можно без большой погрешности заменить отношение $\frac{h_{max}}{h_{min}}$ на отношение радиусов $\frac{R}{r}$.

Тогда окончательно формулу (1.16) можно выразить:

$$\alpha=2\text{arctg}[\frac{R(2R-\frac{t}{2})tg\frac{\gamma}{2}}{r(2R-2mt-\frac{t}{2})}]; \quad (1.17)$$

Можно показать, что увеличение α при движении от наружного радиусу R к внутреннему r происходит по линейной зависимости. Пример расчета. Исходные: наружный диаметр коронки 2R=95,6 (HQ). R=47,8 мм; $\gamma=60^0$. Определить величину угла α простирания алмазного износа, примыкающего к внутреннему радиусу r матрицы коронки. Подставив соответствующие данные в формулу (1.17), получаем

$$\alpha=2\text{arctg}[1{,}5-\frac{1{,}5\left(2*47{,}8-\frac{3{,}26}{2}\right)tg30^0}{31{,}5(2*47{,}8-2*5*3{,}26-\frac{3{,}26}{2})}]=175;$$

т.е. в этом случае угол приострения α выступа, примыкающего внутреннему радиусу коронки, будет тупым. Это означает не только равнонагруженность матрицы коронки по радиальным направлении, по и значительную экономию алмазного сырья при изготовлении инструмента.

1.4 Выбор алмазной буровой коронки для лабораторных использований и производственных испытаний. Разработка технологии для изготовления инструментов

Анализируя конструкции рассмотренных буровых коронок, можно сделать следующие общие рекомендации по конструктивным параметрам алмазных инструментов для бурения твердых пород.

Коронка должна быть многослойной, состоящей из нескольких алмазных импрегнированных слоев, разделенных безалмазными слоями значительно меньшей твердости (например, ВК-20). Каждый импрегнированный слой имеет гребешковую форму, представляющую конусные кольцевые выступы и впадины. Профиль матрицы коронки должен быть

равнонагруженным при бурении следует проверить экспериментально эффект вовлечения в процесс разрушения зону трещиноватой породы, залезающей ниже зоны внедрения алмазных зерен.

Отдельно нужно рассмотреть очень важную проблему о создании алмазонесущий матрицы коронки, которая должна быть износостойкой, обладать хорошей разрушаемостью забоя скважины. Исследования по решению этой проблемы будут рассмотрены во втором разделе монографии.

Алмазные многослойные коронки КСБ-2, разработанные с участием сотрудников КазНИТУ, внедрены ранее в производство с большим экономическим эффектом. Для дальнейших исследований использованы запатентованные КазНИТУ алмазные многослойные коронки КСБ-3М, (патенты РК №25764, №35548) отличительной особенностью которых является расположение алмазосодержащих слоев матрицы на трехзаходной винтовой поверхности с малым шагом и равнонагруженность профиля по радиусу матрицы, а также коронка конструкции ИСМ НАН (Киев, Украина) (рис 1.3) для лабораторных исследований с целью разработки наиболее эффективного состава матрицы инструмента.

По всем упомянутым алмазным инструментом разработаны рабочие чертежи и соответствующая технологическая оснастка для изготовления.

ВЫВОДЫ ПО РАЗДЕЛУ 1.

1. Обоснованы теоретически и подтверждены на практике основные конструктивные алмазных буровых коронок для разрушения твердых горных пород. Ряд конструктивных решений («гребешковая» форма профиля, чередование по толщине матрицы импрегнированных и безалмазных слоев, равнонагруженность алмазных слоев по радиусу матрицы коронки) защищены патентами Республики Казахстан.

2. Следует проверить на практике эффективность матрицы алмазной коронки, у которой алмазосодержащие слои размещены на трехзаходной винтовой поверхности очень с малым шагом (порядка 1 мм). Ожидается, что такая коронка будет способствовать интенсификации процесса разрушения забоя скважины за счет частичного вовлечения в процесс зоны ослабленной трещинами породы, залегающей под зоной внедрения алмазных зерен. Для использования влияния различных компонентов, добавляемых в состав матрицы, будет использована коронка БС с «гребешковой» формой профиля конструкции ИСМ (Украина).

2 ИССЛЕДОВАНИЯ КОМПОЗИЦИОННЫХ АЛМАЗОСОДЕРЖАЩИХ МАТЕРИАЛОВ В МАТРИЦЕ БУРОВЫХ КОРОНОК И СОЗДАНИЕ ОПТИМАЛЬНЫХ ИХ СОСТАВОВ

2.1 Современное состояние изучения композиционных алмазосодержащих материалов

Проблема повышения эффективности комплекса физико-механических свойств композиционных алмазосодержащих материалов (КАМ) на основе металлических матриц Fe–Cu–Ni–Sn не теряет своей актуальности, поскольку от ее решения зависят рост конкурентоспособности алмазных буровых инструментов, а также расширение температурного диапазона их применения. Несмотря на повышенный спрос на такие КАМ, многие вопросы, связанные с изучением корреляционных зависимостей между структурно фазовым состоянием металлической матрицы и их физико-механическими свойствами остаются нерешенными. Например, при бурении прочных и абразивных горных пород из-за влияния значительных динамических нагрузок и контактных температур на рабочей поверхности КАМ протекают физико-химические процессы. Эти процессы могут привести к необратимым изменениям в микроструктуре матрицы, резкому уменьшению ее твердости и модуля упругости и, как следствие, к интенсивному износу КАМ. При спекании КАМ под давлением в них происходит ряд сложных процессов: уплотнение компонентов, пластическое или вязкое течение, пассивное перемещение алмазных зерен и их взаимодействие с элементами, изменение механизмов массопереноса, химические реакции, образование новых фаз. При некоторых условиях эти процессы могут сформировать КАМ с улучшенными свойствами, а также могут привести к их ухудшению и даже к полной деградации. Поэтому такие КАМ должны обладать высокими значениями твердости, прочности и износостойкости, а также противостоять высоким контактным нагрузкам и температурам, пластическим и упругим деформациям при бурении прочных и абразивных горных пород. В связи с этим разработка новых КАМ с необходимым комплексом физико-

механических свойств, а также долговременной стабильностью, является одной из актуальных задач современного материаловедения.

Современное состояние теоретических и экспериментальных исследований можно охарактеризовать как этап интенсивного анализа различных факторов, способствующих улучшению структуры и свойств КАМ, изучение их износостойкости и взаимосвязи между структурой и свойствами [16, 17]. Исследование этих КАМ осложняется взаимовлиянием элементов и продуктов их взаимодействия, отсутствием фазовых диаграмм для составляющих металлической связки, неизотермическими условиями спекания и очень маленькой концентрацией углерода, образованного в результате графитизации поверхности алмазных частиц на этапе спекания композиции. Закономерности структурообразования в исследуемой системе $C_{алмаз}$–Fe–Cu–Ni–Sn при наличии твердых добавок остаются в настоящее время не изученными. Это обусловлено отсутствием фазовых диаграмм и сложным характером взаимодействия элементов. Для выявления механизмов, способствующих улучшению структуры и свойств порошковых материалов разработаны новые положения и теории на их основе [18–19]. Особенностью этих теорий является сочетание методов кинетического анализа и физического материаловедения. Благодаря чему было доказано, что рассчитанные кинетические константы, удовлетворяющие экспериментальным данным скорости усадки, несут в себе информацию о физическом состоянии исследуемых систем и физико-механических свойствах композитов. Физическая сущность такого подхода состоит в том, что в процессе формирования композиции взаимодействие между элементами можно изменять в нужном направлении и влиять на свойства композиционных материалов. Однако использование алмазов в составе композитов, существенные отличия их свойств от свойств металлов и неметаллов, вносит некоторую специфику в теорию и технологию получения КАМ.

Целью научных исследований является создание новых КАМ на основе матриц Fe–Cu–Ni–Sn с высокими механическими и эксплуатационными свойствами,

сформированных методом плазменно-искрового спекания. Исследования также будут направлены на изучение отдельного влияния добавок нано-VN и микропорошка CrB_2 (в интервале от 0 до 10 % (по массе)) на морфологию, структуру, механические (нанотвердость, модуль упругости, сопротивления упругой и пластической деформациям, вязкость разрушения, границы прочности при изгибе и сжатии, износостойкость) свойства и удержание алмазных зерен металлической матрицей образцов КАМ системы $C_{алмаз}$-(Fe–Cu–Ni–Sn), спеченных в интервале температуры 20-1000 ^{0}C при давлении 30 МПа в течении 5 мин.

Актуальность выполнения данной НИР связана с необходимостью высокоэффективного породоразрушающего инструмента режущего типа для бурения в условиях высоких скоростей и нагрузок. Современные методы изготовления породоразрушающего инструмента и высокие скорости бурения ставят научно-технологическую задачу создания новых композиционных алмазосодержащих материалов повышенной износостойкости. Для определения эффективности применения бурового инструмента, оснащенного износостойкими композиционными алмазосодержащими материалами, необходимо проведение научно-исследовательских работ по определению оптимальных составов и технологических режимов спекания, а также режимов бурения различных горных пород. Наряду с ожиданием значимых теоретических и практических результатов работа будет способствовать развитию материаловедения композиционных алмазосодержащих материалов и особенно при изучении процессов, возникающих при спекании композитов системы $C_{алмаз}$–(Fe–Cu–Ni–Sn), спеченных в интервале температуры 20-1000 ^{0}C при давлении 30 МПа в течении 5 мин.

Технологические и трибологические проблемы КАМ и инструментов на их основе находятся на стыке фундаментальных наук и содержат много нерешенных задач. Углубленный анализ этих процессов позволит увидеть множество закономерностей и выявить доминирующие факторы, способствующие улучшить структуру и свойства КАМ. Такой подход должен не только четко выявить процессы, происходящие между исходными веществами при спекании, но

и изменять их в нужном направлении, что чрезвычайно важно для теории и технологии получения КАМ с высокими технологическими характеристиками.

Полученные научные результаты дополняют знания в таких областях науки, как физическое материаловедение, физика твердого тела, а также прикладные исследования, посвященные проблемам создания эффективного бурового и режущего инструмента на основе композиционных алмазосодержащих материалов. Результаты проделанной работы являются неотъемлемой составляющей исследований в области физико-технических основ спекания композиционных алмазосодержащих материалов методами порошковой металлургии, а также в области бурения скважин в условиях поисков твердых полезных ископаемых, нефти и природного газа.

Выполненные исследования проведены сотрудниками Института сверхтвердых материалов имени В.Н.Баукля НАН Украины. В выполнении части исследований участвовали сотрудники КазНИТУ.

2.1.1 Исследования направленные на создание композиционных алмазосодержащих материалов на основе металлических матриц для оснащения породоразрушающего инструмента

Инструменты для геологоразведки, горнодобывающей и камнеобрабатывающей промышленности (кольцевые сверла, сверла-коронки, канатные пилы, отрезные круги, шлифовальные круги и другие инструменты) часто изготавливают из композиционных алмазосодержащих материалов (КАМ) на основе металлических матриц, содержащих железо, медь, никель, олово и другие элементы [20-24]. Это связано с тем, что такие КАМ обладают высокими режущими и соответствующими трибологическими свойствами при бурении как мягких, так и твердых горных пород [25-28]. Кроме того по сравнению с известными аналогами эти материалы имеют определенные преимущества, в частности:

- присутствие жидкой фазы в системе Cu-Sn-Ni при

относительно низкой температуре спекания, что способствует сохранению прочности алмазов;

- способность составляющих металлической матрицы к холодному прессованию, что позволяет получение КАМ различных форм и влияние на их физико-механические свойства в результате технологических процессов;

- доступность и низкая стоимость компонентов металлической матрицы.

В связи с этим рассматриваемые КАМ изготавливают практически во всех странах. Износостойкость таких КАМ существенно зависит от состава исходных веществ, способа и режимов их получения. В процессе бурения алмазные зерна композита подвергаются сильной динамической нагрузке и действию активных реагентов из окружающей среды. Как правило, при практическом применении этих композитов необходимо высокое структурное совершенство матрицы. Поэтому при разработке технологии получения таких КАМ с повышенной износостойкостью необходимо учитывать все вышеперечисленные факторы.

В результате действия относительно высоких температур при спекании таких КАМ происходит спонтанный процесс уплотнения, вследствие чего уменьшается площадь свободной поверхности и общий объем. Этот процесс называют спеканием. Он может происходить при температуре прмерно 0,8-0,9 температуры плавления. При спекании таких гетерофазных систем происходит ряд сложных процессов: пластическое и вязкое течение, диффузия и взаимодиффузия элементов, химические реакции, зародышеобразование новых фаз, изменение механизмов массопереноса, пассивное перемещение алмазов и их взаимодействие с компонентами матрицы, которые по-разному влияют на структуру и свойства КАМ. Эти процессы определяют физическое состояние материала на разных стадиях спекания. На начальной стадии спекания происходит рост перешейков между исходными частицами, которые имели общие точки соприкосновения. Дальше уменьшается объем пор вплоть до полного их исчезновения. Конечные стадии спекания сопровождаются соответствующими преобразованиями и структурными изменениями. Для исследования влияния этих

процессов на структуру и свойства КАМ специалисты используют современные методы физического материаловедения при варьировании состава шихты и технологических режимов их получения. Большинство известных научных работ в этой предметной области посвящены отдельным аспектам структурообразования и определению факторов повышения износостойкости КАМ. Однако из-за увеличения эксплуатационных нагрузок и гарантийных сроков использования указанных КАМ необходимо не только разрабатывать новые, но и постоянно искать пути усовершенствования существующих.

В связи с тем, что фазовая диаграмма для металлической матрицы системы Fe–Cu–Ni–Sn не построена, оптимизация состава композиционных алмазосодержащих материалов (КАМ) на ее основе является очень сложной задачей. Для того, чтобы облегчить определение оптимального состава таких КАМ, ниже используя известные фазовые диаграммы для составляющих металлической матрицы, проанализировали возможное физическое поведение композиции алмаз Fe–Cu–Ni–Sn в условиях ее формирования.

На основе литературных данных [26, 18, 19, 21, 22, 23, 24] проанализированы следующие системы Cu–Sn–Ni; Cr–Cu–Sn; Cu–NвN; Cu–Ni–Sn–Cr; Fe–C; C– Cr; C–Nв– Ni.

Проведенный анализ позволяет сделать вывод, что в металлоалмазных композитах системы $C_{алмаз}$ - Fe–Cu–Ni–Sn в процессе их формирования следует ожидать образования твердых растворов на основе меди, твердых растворов на основе железа, твердых растворов на основе никеля, а также карбидных и других фаз. Однако, чтобы в рассматриваемых КАМ воспроизводились уникальные свойства алмаза, такие как теплопроводность, твердость, прочность, износостойкость, в матрице композита должно быть равномерное распределение компонентов и продуктов их взаимодействия, однородное напряженное состояние и особое состояние переходной зоны на границе раздела алмаз – матрица и химических связей. Графитизация алмазов при формировании металлоалмазных композитов и отсутствие адгезии алмаз-матрица-общая проблема этих КАМ. В свою очередь, это влечет за собой

выделение в переходной зоне углерода в виде графитовых включений, а возможности препятствовать этому процессу довольно ограниченные. В результате этого происходит ухудшение физико-механических свойств КАМ. Вместе с тем, графитизацию алмазов можно использовать как для улучшения структуры переходной зоны, так и для получения КАМ с новыми полезными свойствами. Указанную проблему можно решить путем взаимодействия углерода, образованного при графитизации алмазов, с α-Fe (ей препятствует появление на грани разделения алмаз – матрица жидкой фазы (Cu-Sn-Ni)). Это взаимодействие сопровождается образованием слоев из Fe_3C наноразмерной толщины и улучшением свойств КАМ [34].

Исследованию структурообразования в системе $C_{алмаз}$–Fe–Cu–Ni–Sn посвящены работы [35-36]. Эвтектический состав авторы этих исследований рассчитывали по параметрам зоны контактного плавления без учета взаимодействия элементов. Путем применения магнитотермического анализа были выявлены следующие эффекты:

Первый термический эффект на кривых нагрева в зависимости от количества компонентов сплава происходит при температуре 810 - 850 ^{0}C, 790 - 850 ^{0}C и 780 - 805 ^{0}C. На кривых охлаждениях были установлены термические эффекты кристаллизации первичных кристаллов при 935, 860 и 850 ^{0}C и эвтектики при температуре 800 ^{0}C. Авторами этих работ также было обнаружено, что структура таких КАМ гетерофазна и состоит из следующих фаз: α-Fe, Ni_3Sn, γ-Cu, γ - Fe, Ni_3Sn. В микроструктуре сплава, содержащего в составе исходных веществ добавки хрома было обнаружено также включение этого элемента. По результатам микрорентгено-спектрального анализа определен химический состав структурных составляющих металлической матрицы. Обнаружено, также что хром не образует собственных интерметаллидов, а лишь незначительно растворяется в фазах эвтектики: α(Cu, Ni) и $(Cu, Ni)_3Sn$.

О влиянии состава исходной шихты и технологических режимов спекания на структуру и свойства таких КАМ свидетельствуют исследования [37, 38]. Их анализ показывает, что у поверхности контакта алмаз – металлическая матрица образцов КАМ, полученных горячим прессованием из шихты $C_{алмаз}$–51% Fe-32% Cu-9% Ni-8% Sn (% по массе) печи при

температуре 800 ^{0}C, наблюдаются зазоры, поры и несплошности, а также разрушенные участки матрицы около алмазных зерен. Это может быть результатом слабого уплотнения твердых компонентов из-за недостаточного давления. Кроме этого структура данных образцов отличается еще и неравномерным распределением фаз, что и является причиной низкой прочности контакта алмаз - матрица. Однако закономерности формирования структуры переходной зоны при получении этих КАМ до сих пор не установлены. В подавляющем большинстве случаев положительный результат получения КАМ с необходимыми механическими характеристиками достигается эмпирическим выбором состава шихты, способов и технологических режимов спекания. При этом не учитывается влияние диффузионных и химических процессов, происходящих в композиции при ее формировании. Подробное изучение этих процессов на атомно-молекулярном уровне требует разработки специальных физических, химических и математических методов. Здесь также необходимо учитывать изменение механизмов массопереноса, перенапряжение и природу взаимодействия элементов. Поэтому установленные закономерности мы не можем использовать для описания явлений, происходящих в гетерофазных системах $C_{алмаз}$–Fe–Cu–Ni–Sn, а также в соответствующих системах с добавками тех или иных тугоплавких соединений и применить их для технологии получения данных КАМ с необходимым комплексом свойств.

2.1.2 Характеристика композиционных алмазосодержащих материалов с крупнозернистой матрицей

Свойства КАМ в значительной степени определяются фазовым составом, микроструктурой и морфологией, которые так же зависят от свойств их составляющих, способов и технологических режимов спекания [39-43]. Металлическая матрица КАМ является одним из ключевых факторов обеспечения их надежности и износостойкости при работе того или иного инструмента. При этом, очень важно, чтобы матрица не только всесторонне окружала алмазные зерна, но и надежно удерживавала

их от преждевременного выпадения и обеспечивала самозатачивание инструмента в процессе его работы [44, 45]. Механизм сцепления алмазных зерен с твердосплавной матрицей в КАМ еще недостаточно изучен. Адгезия между алмазными зернами и матрицей КАМ объясняется молекулярным, электростатическим, химическим взаимодействиями, изменением энергетического и структурного состояний, а также металлическим защемлением. Чаще прочность сцепления обусловлена одновременным действием нескольких указанных факторов. При этом влияние каждого из них изменяется в зависимости от природы материалов, их свойств и условий получения. Поэтому создание КАМ с сильной адгезией между алмазными зернами и металлической матрицей представляет исключительный интерес для буровых инструментов нового поколения.

В процессе бурения прочных горных пород на рабочей поверхности матрицы КАМ вследствие действия великих контактных нагрузок [46] и температур [47, 48] происходят сложные физико-химические процессы. Эти процессы могут привести к необратимым изменениям в микроструктуре металлической матрицы [49, 50], резкому уменьшению ее твердости и модуля упругости [51] и, как следствие, интенсивному изнашиванию КАМ [52]. В связи с этим необходимо применение дисперсноупрочняющих добавок, которые позволяют с одной стороны повысить механические свойства металлической матрицы, а с другой обеспечить прочное сцепление алмазных зерен с матрицей (адгезию между алмазными зернами и матрицей композита).

С помощью современных физических методов анализа были исследованы элементный и фазовый состав, структура и прочностные свойства таких композитов в зависимости от технологических параметров их спекания [53, 54]. В этих работах было отмечено, что в результате целенаправленного изменения структуры и фазового состава удается влиять на физико-механические свойства таких КАМ. В [54] отмечено, что оптимизация параметров горячей допрессовки предварительно спеченного КАМ на основе матрицы Fe–Cu–Ni–Sn позволяет в переходной зоне на границе раздела алмаз-матрица взамен частиц графитового углерода сформировать наночастицы Fe3C.

В результате этого предел прочности при сжатии повышается с 730 до 846 МПа, а предел прочности при изгибе - с 640 до 680 МПа. Для улучшения свойств КАМ в их состав вводят различные соединения переходных металлов. Известно положительное влияние диборида хрома (CrB_2) [55], карбида вольфрама (WC) [40] и некоторых нанодисперсных добавок [56] на структуру и свойства КАМ. Поэтому особенно актуальными являются исследования повышения износостойкости существующих и создание новых КАМ с необходимым комплексом физико-механических свойств.

2.1.3 Физико-механические свойства наноструктурных композитов

Исследование физико-механических свойств наноструктурных материалов интенсивно проводятся в последние десятилетия [57-60]. Это связано с тем, что физико-механические свойства нанокомпозитных материалов значительно отличаются от свойств аналогичных материалов с крупнозернистой структурой [61, 62]. В основе этих исследований лежит изучение состава и структурных особенностей материалов, что связано с существованием для наноматериалов зависимости «состав-структура-дисперсность-свойство» [63, 64].

Среди необычных свойств нанокристаллических материалов в первую очередь нужно отметить высокие твердость и износостойкость. Известно, что твердость материалов Cu-Fe с нанокристаллической структурой в 2-7 раз выше, чем твердость грубозернистых аналогов [65]. Согласно [66] рост микротвердости в нанокомпозите Cu-Fe обусловлен формированием границ раздела с повышенной плотностью дислокаций, так как Cu и Fe имеют разные (ГЦК и ОЦК) структуры. Вопреки традиционному для крупнозернистых материалов представлению о прямой связи прочности и модулей упругости, приближение к наноразмерной области зерен вызывает в наноструктурных материалах скачкообразное уменьшение модулей упругости (E) и сдвига (G) при одновременном увеличении прочности [67]. Такие эффекты появляются, когда средний размер зерен не превышает 100 нм, и наиболее отчетливо наблюдаются, когда размер зерен менее 10 нм

[68]. Износостойкость наноструктурных материалов значительно выше износостойкости крупнозернистых аналогов [69]. Поэтому для существенного повышения износостойкости композита важно добиться максимально возможного уменьшения размера зерен в процессе его изготовления.

Влияние нанокристаллического состояния на физико-механические свойства матрицы Fe–Cu–Ni–Sn изучено очень мало и в литературе почти не обсуждается. В [69] было показано, что использование нанодисперсного порошка VN в количестве 3% (мас.) в композите 51Fe–32Cu–9Ni–8Sn с размером зерен 2000-50000 нм позволяет методом холодного прессования при давлении 500 МПа и последующего горячего прессования в вакууме при температуре 1000 ^{0}C сформировать нанокристаллическую структуру с размером зерна 20-400 нм. Это позволяет повысить нанотвердость от 4,56 до 5,37 ГПа, снизить модуль упругости с 191 до 125 ГПа и силу трения от 76 до 50 мН и существенно уменьшить износ композита [70]. Практическое использование КАМ с нанокристаллическими матрицами ставит задачу исследования влияния расширения температуры горячего прессования на их физико-механические свойства.

2.1.4 Специфические особенности металлических матриц композиционных алмазосодержащих материалов

Металлические матрицы КАМ с трибологическим назначением должны обладать малым абразивным износом, высокой усталостной прочностью, а также высокими упругими и пластическими свойствами. Согласно [71], низкий абразивный износ обычно связан с высокой твердостью, что также неоднократно наблюдалось для КАМ [54, 72, 73]. Поэтому при определении трибологических характеристик КАМ следует учитывать, что твердость матрицы связана с упругими и пластическими свойствами. Для большинства объемных материалов высокой твердости характерно большое значение модуля упругости E, поэтому такие материалы являются хрупкими. Для оценки стойкости материала упругой деформации разрушения используют величину отношения твердости и модуля упругости H/E [73]. В [74] отмечено, что для нанокомпозитных материалов износостойкость как и стойкость материала упругой

деформации разрушения пропорциональна H/E.

Для оценки сопротивления материала пластической деформации по данным наноиндентирования применяется параметр H^3/E^2 [75]. В [59] было отмечено, что параметр H^3/E^2 также определяет коэффициент трения и износостойкость. Отсюда следует, что для повышения стойкости материала упругой деформации разрушения и уменьшения пластической деформации материал должен обладать высокой твердостью при низком модуле упругости. Для оптимизации и прогнозирования трибологических характеристик КАМ необходимо учитывать, что в процессе работы на их износостойкость оказывают влияние развиваемые контактные нагрузки [46] и температуры [47, 48, 75], напряженно-деформированное состояние матрицы [51], а также «степень» оснащенности рабочей поверхности инструмента КАМ [76].

Наноматериалы конструкционного назначения получают в основном методами порошковой металлургии [77-79], кристаллизацией из аморфного состояния [80, 81] и интенсивной пластической деформацией [82-84]. Особенности структуры таких материалов (размер зерен, пористость и другие дефекты структуры) определяются методами их получения и оказывают влияние на их свойства [77]. Высокая стоимость получения нанопорошков, а следовательно, и материалов на их основе является основным сдерживающим фактором широкого их применения в промышленности. Поэтому формирование наноструктурной матрицы Fe–Cu–Ni–Sn–VN в процессе спекания КАМ является весьма актуальной научной и технической задачей. Поскольку для повышения износостойкости КАМ и снижения их стоимости не требует использования дорогостоящих нанопорошков железа, меди, никеля и олова. Экспериментальные определения нанотвердости H, модуля упругости E, параметров H/E, H^3/E^2, а также исследование связи этих параметров со структурой и трибологическими характеристиками рассматриваемых композитов не проводили. В литературе большинство указанных свойств исследуются раздельно друг от друга и соответствуют разным по природе материалам и структурным состояниям. Это в свою очередь затрудняет выполнить анализ общих или отличительных закономерностей рассматриваемых материалов.

2.1.5 Методы спекания композиционных алмазосодержащих материалов

На сегоднешний день существует ряд технологий спекания КАМ на основе металлических матриц [85]. При выборе технологии и технологических режимов спекания необходимо учитывать специфические свойства алмаза, в частности, его ограниченную термостойкость. Существенное значение имеет давление, которое должно быть достаточным, чтобы интенсифицировать процесс усадки и в то же время не вызывать разрушение алмазных зерен и не создавать избыточные остаточные напряжения. Рассматриваемые КАМ в промышленных условиях изготавливают методами порошковой металлургии, в частности горячим прессованием (HP) [86], горячим изостатическим прессованием (HIP) [87], спеканием высокочастотным индукционным нагревом (high frequency induction heated sintering (HFJHS)) [88] и др.

При горячем прессовании КАМ на основе металлических, а также твердосплавных матриц давление составляет примерно 5-40 МПа. При изотермическом спекании таких КАМ с горячей допрессовкой давление допрессовки достигает 200 МПа. При этом длительность спекания варьируется в интервале 20-60 мин. Однако такой процесс спекания требует больших энергозатрат, применения сложного и дорогостоящего оборудования (пресс-форм). При этом в объеме материала не обеспечивается равномерность распределения давления, особенно при спекании крупногабаритных изделий. Кроме того, при таком спекании происходит, как правило, рост зерен (рекристаллизация), что снижает механические и эксплуатационные свойства.

Для спекания рассматриваемых КАМ часто используют реакционное спекание. Суть процесса заключается в заполнении капиллярных пор, образованных при формировании заготовок изделий из смеси порошков различного гранулометрического состава и дисперсности, термореактивной смесью. В результате этого происходит уплотнение и упрочнение материала. Реакция происходит по поверхности зерен твердых компонентов смеси, площадь границ раздела твердое тело-газ уменьшается, что снижает пористость. Вместе с тем, спекание таких КАМ обычно сопровождается интенсивным ростом зерен в силу

рекристаллизации, которая происходит при высоких температурах, что ухудшает их свойства. Кроме того, графитизация поверхности алмазных зерен в процессе спекания способствует выделению в переходной зоне углерода в виде графитовых включений, что приводит к преждевременному выпадению из матрицы алмазов и, как следствие, износу КАМ [38, 39, 42, 53-56].

К настоящему времени показано [89], что плазменно-искровое спекание (spark plasma sintering (SPS)) является одним из наиболее простых и эффективных методом формирования КАМ, характеризующихся улучшенным комплексом механических свойств. Эффективность такого воздействия связана со снижением продолжительности спекания вследствие высокой скорости нагревания, что позволяет избежать графитизацию алмазных зерен и уменьшить размер зерен. Эти особенности позволяют получать материалы с высокими механическими и эксплуатационными свойствами.

2.1.6 Износостойкость алмазосодержащих материалов

Обосновать методологию продления ресурса эксплуатации дорогостоящих алмазных инструментов для нужд горнодобывающей промышленности - это актуальная комплексная проблема. Здесь важно учесть температурную и эксплуатационную деградацию физико-механических свойств металлических матриц КАМ в процессе работы инструментов. Это связано с тем, что алмазные инструменты работают в очень жестких (высокие динамические нагрузки и контактные температуры) условиях. В этом случае вследствие абразивного износа на поверхности КАМ происходит разрушение разной степени: хрупкое, квазихроупкое и вязкое. Поверхностное разрушение может происходить в результате пластического деформирования. Характерными чертами абразивного износа являются высокая жесткость материала, шероховатость более твердой поверхности материала, наклепанные частицы продуктов износа, составляющие материала, оксидные пленки и т.п.

На износ КАМ влияет природа абразива и материала, адгезионное взаимодействие, форма и размеры частиц.

В результате интенсивного трения на контакте «рабочая поверхность КАМ - горная порода» инструмент подлежит ударно-абразивному, ударно-гидроабразивному, ударно-усталостному и ударно-тепловому разрушению. Механизм износа КАМ отличается и зависит от таких факторов как форма частиц, условий их закрепления, механических свойств составляющих КАМ и абразива, нагрузки, температуры, теплофизических и химических свойств пара трения. На сегодняшний день износостойкость таких инструментов, как правило, рассчитывают по результатам их отработки и дефектоскопического контроля и исходным (как на стадии проектирования) механическим характеристикам материалов. Однако в зависимости от технологии их производства и условий эксплуатации (механические нагрузки, присутствие или отсутствие охлаждаемой жидкости, ее агрессивность) эти характеристики существенно изменяются [20]. При этом структурно-фазовый состав КАМ при жестких условиях эксплуатации тоже меняется, что отрицательно сказывается на износостойкости инструментов. Методики для комплексного исследования влияния свойств КАМ и их составляющих, контактной температуры, среды и межфазного взаимодействия на износостойкость алмазных буровых инструментов практически отсутствуют.

На современном этапе разработки алмазных инструментов не существует решения задачи износа с полным отображением специфических особенностей КАМ и условий работы инструмента. Реальная проблема, стоящая за всеми этими феноменальными явлениями, настолько сложна, что на первый взгляд кажется недоступной для теоретического решения. Оптимальный выбор свойств матрицы и алмазов, концентрации и зернистости последних, изучение их прочности, износостойкости и долговечности, являются важнейшими проблемами, от решения которых зависят создание и эффективное использование буровых инструментов. Износостойкость инструментов на основе КАМ зависит от концентрации и зернистости алмазов, физико-механических свойств металлической матрицы, способа и технологических условий спекания, конструктивных особенностей инструмента,

условий эксплуатации [20, 38, 42, 45, 52, 56]. Указанная проблема может быть решена методами структурной модификации металлической матрицы КАМ.

2.1.7 Пути улучшения физико-механических и эксплуатационных свойств композиционных материалов

Одним из перспективных методов структурной модификации является введение в матрицу в малом количестве по сравнению с основными компонентами определенных соединений переходных металлов (оксидов, боридов, карбидов и нитридов), которые являются ингибиторами роста зерна основной фазы WC при спекании [90]. В [91] обнаружено, что добавление нанооксида алюминия (Al2O3) в количестве 0,5 wt.% в состав композита WC–8Co, спеченного методом порошковой металлургии, привело к уменьшению зерна WC с одновременным увеличением его твердости и вязкости разрушения. Установлено, что добавление ультрамелкого порошка WC к композиту WC-10Co оказывает положительное влияние на его твердость, вязкость разрушения и износостойкость [52]. Показано, что увеличение содержания Cr3C2 и VC в составе композита WC-6Co привело к уменьшению зерна с одновременным повышением его твердости и уменьшения вязкости разрушения [93].

Одним из материалов, широко применяющимся в качестве модифицирующей добавки, является диборид хрома (CrB_2). В [55, 94] показано, что добавление микропорошка CrB_2 в количестве 2 wt.% в состав матрицы 51 wt.% Fe–32 wt. % Cu-9 wt.% Ni-8 wt.% Sn и оптимизация технологических режимов горячего прессования способствует улучшению удержанию алмазных зерен и повышению износостойкости КАМ путем связывания неалмазного углерода (графита) в соединения из Cr_3C_2, Cr_7C_3, $Cr_{1.65}Fe_{0.35}B_{0.96}$. В [95, 96] было показано, что увеличение концентрации CrB2 от 0 до 8 wt.% в составе матрицы 51 wt.% Fe-32 wt.% Cu-9 wt.% Ni-8 wt.% Sn КАМ сопровождается ростом твердости и модуля упругости. При этом коэффициент трения и скорость износа уменьшаются при

увеличении содержания CrB_2 до 2 wt.%, а при дальнейшем увеличении концентрации добавки - на оборот увеличиваются. В [97] обнаружено, что добавление CeO_2, LaO_3, Y_2O_3 и V_2O_5 в состав КАМ на основе Fe-матрицы, спеченного горячим прессованием при температуре 700 ^{0}C, способствует улучшению удерживающей способности алмазов и повышению износостойкости. Показаны перспективы использования V_2O5 и CeO_2 для создания КАМ на основе металлических матриц с улучшенными эксплуатационными характеристиками.

В [99] показано, что проблему укрепления и улучшения механических свойств спеченных горячим прессованием КАМ на основе Fe–Cu–Ni–Sn-матрицы при температуре 900 ^{0}C при давлении 25 МПа можно решить путем введения в их состав добавок микропорошков Al_2O_3 и $Al_{14}4C_3$. В [94] исследовано влияние добавок микропорошков SiC, Al_2O_3 и ZnO_2 на твердость и износостойкость КАМ на основе матриц Fe–Mn–Cu–Sn, полученных искровым плазменным спеканием (SPS). Представлены перспективы использования этих КАМ для разработки алмазных инструментов с высокими эксплуатационными свойствами. Применение технологии микроволнового горячего прессования (MHPS) для КАМ на основе Fe–Cu-матриц по сравнению с технологией спекания горячим прессованием (CHPS) таких же КАМ позволило улучшить удерживающую способность алмазов и их механические свойства [94]. Наилучшие показатели механических свойств были достигнуты при температуре 840 ^{0}C и давлении 25 МПа.

В качестве упрочняющей фазы КАМ на основе Fe–Cu–Ni–Sn-матрицы перспективным является нитрид ванадия (VN). Нитрид ванадия по сравнению с карбидами, боридами, силицидами и другими соединениями переходных металлов имеет более низкую температуру растворения в γ-Fe. Кроме того, нитрид ванадия по сравнению с другими соединениями переходных металлов имеет более низкий параметр кристаллической решетки, что обеспечивает минимальную дилатацию на межфазной границе нитрид-матрица. Эти два фактора способствуют реализации большего эффекта упрочнения [69, 100]. В [101] показано, что добавление нанопорошка VN в количестве 3% в состав композита 51Fe–

32Cu–9Ni–8Sn при вакуумном горячем прессовании при температуре 1000 °С и давлении 30 МПа привело к измельчению структуры (уменьшение размера зерна), повышению твердости и уменьшению коэффициента трения и скорости износа. Механизм улучшения свойств этих композитов состоит в том, что VN растворяется в γ-Fe в процессе спекания, а при охлаждении выделяется в виде мелкозернистой фазы. В [102–104] также отмечено, что уменьшение размера зерна в процессе спекания композитов других систем способствует повышению их механических и эксплуатационных свойств.

В то же время, в литературе практически отсутствуют данные о физико-механических свойствах рассматриваемых композитов с другим содержанием добавок VN и CrB_2. При изменении концентрации добавки часто изменяются такие важные свойства композиционных материалов, как твердость, модуль упругости, вязкость разрушения, пластичность, коэффициент трения, износостойкость и т.д. Целенаправленное управление свойствами (соотношением характеристик) композита $C_{алмаз}$–(Fe–Ni–Cu–Sn–VN) и $C_{алмаз}$–(Fe–Ni–Cu–Sn–CrB_2) возможно благодаря вариативности его состава и структуры. Целью этой работы является исследование отдельного влияния добавок нано-VN и микропорошка CrB_2 (в интервале от 0 до 10 % (по массе)) на морфологию, структуру, механические (нанотвердость, модуль упругости, сопротивления упругой и пластической деформациям, вязкость разрушения, границы прочности при изгибе и сжатии, износостойкость) свойства и удержание алмазных зерен металлической матрицей образцов КАМ системы $C_{алмаз}$–(Fe–Cu–Ni–Sn), спеченных в интервале температуры 20-1000 ^{0}C при давлении 30 МПа в течении 3 мин.

ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 2.1.

При выполнении НИР по разработке высокоэффективного породоразрушающего инструмента для бурения скважин, оснащенного синтетическими алмазами и композиционными алмазосодержащими резцами с высокой прочностью и

термостойкостью необходимо решить следующие задачи:

1. Разработать методики приготовления смесей, содержащих порошки железа Fe, меди Cu, никеля Ni, олова Sn и добавок по отдельности нано-VN и микропорошка CrB_2 (в интервале от 0 до 10 % (по массе)) и аналогичных смесей, содержащих алмазы с концентрацией 25 % (по массе) для формования методом электрического плазмо-искрового спекания образцов металлических матриц и КАМ диаметром 10 и высотой 10 мм;

2. Исследовать морфологии исходных веществ и элементного состава спеченных образцов металлических матриц и КАМ в зависимости от их состава;

3. Провести исследования отдельного влияния добавок нано-VN и микропорошка CrB_2 (в интервале от 0 до 10 % (по массе)) на структуру образцов 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn, сформированных методом плазменно-искрового спекания в интервале температуры 20–1000 ^{0}C при давлении 30 МПа в течении 5 мин;

4. Изучить особенности фазообразования в системах $C_{алмаз}$–(Fe–Cu–Ni–Sn) с содержанием добавки нано-VN (в интервале от 0 до 10 % (по массе)) и $C_{алмаз}$–(Fe–Cu–Ni–Sn) с содержанием добавки микропорошка CrB_2 с применением метода рентгеновской дифрактометрии (XRD);

5. Исследовать особенности микроструктуры на границе алмаз-матрица в образцах композитов 8,75%$C_{алмаз}$–46,5375%Fe–429,2%Cu–8,2125%Ni–7,3%Sn, содержащих по отдельности добавки нано-VN и микропорошка CrB_2 (в интервале от 0 до 10 % (по массе)), сформированных плазменно-искровым спеканием;

6. Исследовать зависимости твердости H и модуля упругости E (измеренных при наноиндентировании трехгранным индентором Берковича) от концентрации добавок VN и CrB_2 (в интервале от 0 до 10 % (по массе)) по отдельности в спеченных образцах 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn;

7. Выполнить исследования отдельного влияния добавок VN и CrB_2 (в интервале от 0 до 10 % (по массе)) на формирование механических (сопротивления упругой деформации H/E, сопротивления пластической деформации H^3/E^2 и свойств композитов 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn, сформированных методом плазменно-искровым спеканием;

8. Провести исследования по определению пределов прочности при изгибе Rbm (по методу три точечного испытания и сжатия R_{cm} для спеченных образцов металлических матриц при различной концентрации добавок VN и CrB_2;

9. Провести исследования (фактографическим методом) микроструктуры излома образцов 8,75% $C_{алмаз}$–(46,5375%Fe–429,2%Cu–8,2125%Ni–7,3%Sn), содержащих по отдельности добавки нано-VN и микропорошка CrB_2 (в интервале от 0 до 10 % (по массе)) сформированных плазменно-искровым спеканием;

10. Провести испытания породоразрушающего инструмента на основе разработанных износостойких композиционных алмазосодержащих материалов и разработка технических рекомендаций по его применению.

2.2 Исходные материалы и методы исследований

2.2.1 Методика приготовления однородных смесей на основе порошков алмаза, меди, никеля и олова с добавками нитрида ванадия и диборида хрома для спекания образцов металлических матриц и КАМ

2.2.1.1 Исходные материалы и способ спекания образцов Fe–Cu–Ni–Sn–VN И $C_{алмаз}$–(Fe–Cu–Ni–Sn–VN)

Образцы металлических матриц изготавливали из смесей, содержащих порошки железа (Fe), меди (Cu), никеля (Ni), олова (Sn) и нано-VN, а образцы композиционных алмазосодержащих материалов (КАМ) – из смесей порошков для образцов металлических матриц с добавлением алмазного порошка. Исходные порошки Fe (Украина) имеют средний размер частиц $d \approx$ 25 мкм ± 10 мкм, меди (Украина), Cu - 20 мкм ± 9 мкм, Ni (Украина) - 15 мкм ± 8 мкм, Sn (Украина) - 15 мкм ± 8 мкм, CrB_2 (Украина, нанопорошки VN (CASRN 24646-85-3, ONYXMET, Poland) - 0, 5 мкм ± 0,1 мкм и порошки алмаза (South Africa) - 0,360 мкм ± 0,5 мкм. Составы исходных смесей для спекания образцов металлических матриц (образцы 1–9) и КАМ (образцы 10, 11) приведены в табл. 2.1

Таблица 2.1 – Состав исходных смесей для спекания образцов, % (по массе)

Образец	**$C_{алмаз}$**	**Fe**	**Cu**	**Ni**	**Sn**	**VN**
1	–	51	32	9	8	–
2	–	50,745	31.84	8,955	7,96	0,5
3	–	50,49	31,68	8,91	7,92	1
4	–	50,235	31,52	8,865	7,88	1,5
5	–	49,98	31,36	8,82	7,84	2
6	–	48,96	30,72	8,64	7,68	4
7	–	47,94	30,08	8,46	7,52	6
8	–	46,92	29,44	8,28	7,36	8
9	–	45,9	28,8	8,1	7,2	10
10	8,75	46,5375	29,2	8,2125	7,3	–
11	8,75	45,5175	28,56	8,0325	7,14	2

Однородные порошковые смеси для спекания образцов 1–9 приготовили следующим образом. Для образца 1 без добавки VN сначала порошки Sn и Ni в требуемом количестве смешивали в спиртовой среде. После сушки этой смеси в нее домешивали в требуемом количестве порошок меди и снова перемешивали в спиртовой среде до равномерного смешивания. К высушенной смеси добавляли в требуемом количестве порошок железа и снова перемешивали в спиртовой среде до равномерного смешивания. Порошковые смеси для образцов 2–9 с добавками нано-VN приготовили другим способом. Сначала порошки VN и Sn в требуемом количестве (см. табл. 2.1) смешивали в спиртовой среде до равномерного распределения компонентов. К полученной смеси добавляли в требуемом количестве порошок Ni и перемешивали в спиртовой среде до равномерного распределения компонентов. Затем к полученной смеси порошков нитрида ванадия, олова и никеля добавляли в требуемом количестве порошок меди (см. табл. 2.1) и снова перемешивали в спиртовой среде до равномерного смешивания. К полученной смеси порошков нитрида ванадия, олова, никеля и меди добавляли в требуемом количестве порошок железа и снова перемешивали в спиртовой среде до равномерного смешивания. Спекание образцов металлических матриц 1–9 осуществляли в графитовых формах методом плазменно-искрового спекания (SPS) в интервале температуры 20–1000 °С при давлении

30 МПа в течение 3 мин [85]. Электрический ток составлял 5000 А, напряжение – 5 В, скорость нагрева – 300 град/мин. Спекание осуществляли в вакууме 10^{-2} мм рт. ст.

Алмазосодержащая смесь для образца КАМ 10 без добавки VN была приготовлена добавлением к порошковой смеси для образца твердосплавной матрицы 1 (см. табл. 2.1) предварительно смоченного алмазного порошка (CVD-алмазы, De Beers) в количестве 1,54 карат/см^3 шихты (что соответствует относительной концентрации К=35 %) с последующим перемешиванием в спиртовой среде до равномерного распределения компонентов. Алмазосодержащую смесь для образца КАМ 11, содержащего 2 % VN, приготовили на основе смеси для образца твердосплавной матрицы 5 (см. табл. 2.1) аналогично смеси для образца КАМ 10. Спекание образцов КАМ осуществляли в графитовых формах методом электрического плазменно-искрового спекания в интервале температуры 20–1000 °С при давлении 30 МПа в течение 3 мин.

После спекания заготовки образцов 1–9 шлифовали для получения цилиндров диаметром 9,62 мм и толщиной 4,84 мм. Перед проведением микроструктурных и механических исследований поверхность спеченных образцов отполировали алмазной пастой с частицами размером 1 мкм и коллоидным раствором с частицами оксида кремния размером 0,04 мкм до получения зеркальной поверхности. Для диагностики прочности на сжатие R_{cm} со скоростью смещения 1 мкм/с образцы вырезали в виде плоскопараллельных брусков с поперечным сечением 2×2 мм. со скоростью смещения 1 мкм/с.

2.2.1.2 Исходные материалы и способ спекания образцов Fe–Cu–Ni–Sn–CrB_2 И $C_{алмаз}$–(Fe–Cu–Ni–Sn–CrB_2)

Образцы металлических матриц изготавливали из смесей, содержащих порошки железа (Fe), меди (Cu), никеля (Ni), олова (Sn) и диборид хрома (CrB_2), а образцы композиционных алмазосодержащих материалов (КАМ) – из смесей порошков для образцов металлических матриц с добавлением алмазного порошка. Исходные порошки Fe (Украина) имеют средний размер частиц $d \approx$

25 мкм ± 10 мкм, меди (Украина), Cu - 20 мкм ± 9 мкм, Ni (Украина) - 15 мкм ± 8 мкм, Sn (Украина) - 15 мкм ± 8 мкм, CrB_2 - 9 мкм ± 6 мкм (70,62 % Cr и 29,30 % B, Украина) и порошки алмаза (South Africa) - 0,360 мкм ± 0,5 мкм. Составы исходных смесей для спекания образцов металлических матриц (образцы 1–9) и - КАМ (образцы 10, 11) приведены в табл. 2.1

Однородные порошковые смеси для спекания образцов 1–9 приготовили следующим образом. Для образца 1 без добавки CrB сначала порошки Sn и Ni в требуемом количестве смешивали в спиртовой среде. После сушки этой смеси в нее домешивали в требуемом количестве порошок меди и снова перемешивали в спиртовой среде до равномерного смешивания. К высушенной смеси добавляли в требуемом количестве порошок железа и снова перемешивали в спиртовой среде до равномерного смешивания.

Таблица 2.2 – Состав исходных смесей для спекания образцов, % (по массе)

Образец	**$C_{алмаз}$**	**Fe**	**Cu**	**Ni**	**Sn**	**CrB_2**
1	–	51	32	9	8	–
2	–	50,745	31.84	8,955	7,96	0,5
3	–	50,49	31,68	8,91	7,92	1
4	–	50,235	31,52	8,865	7,88	1,5
5	–	49,98	31,36	8,82	7,84	2
6	–	48,96	30,72	8,64	7,68	4
7	–	47,94	30,08	8,46	7,52	6
8	–	46,92	29,44	8,28	7,36	8
9	–	45,9	28,8	8,1	7,2	10
10	8,75	46,5375	29,2	8,2125	7,3	–
11	8,75	45,5175	28,56	8,0325	7,14	2

Порошковые смеси для образцов 2–9 с добавками микропорошка CrB_2 приготовили другим способом. Сначала порошки CrB_2 и Sn в требуемом количестве (см. табл. 2.2) смешивали в спиртовой среде до равномерного распределения компонентов. К полученной смеси добавляли в требуемом количестве порошок Ni и перемешивали в спиртовой среде до

равномерного распределения компонентов. Затем к полученной смеси порошков нитрида диборид хрома, олова и никеля добавляли в требуемом количестве порошок меди (см. табл. 2.2) и снова перемешивали в спиртовой среде до равномерного смешивания. К полученной смеси порошков диборид хрома, олова, никеля и меди добавляли в требуемом количестве порошок железа и снова перемешивали в спиртовой среде до равномерного смешивания. Спекание образцов металлических матриц 1–9 осуществляли в графитовых формах методом плазменно-искрового спекания (SPS) в интервале температуры 20–1000 °С при давлении 30 МПа в течение 3 мин [85]. Электрический ток составлял 5000 А, напряжение – 5 В, скорость нагрева – 300 град/мин. Спекание осуществляли в вакууме 10^{-2} мм рт. ст.

Алмазосодержащая смесь для образца КАМ 10 без добавки CrB_2 была приготовлена добавлением к порошковой смеси для образца твердосплавной матрицы 1 (см. табл. 2.2) предварительно смоченного алмазного порошка (CVD-алмазы, De Beers) в количестве 1,54 карат/см^3 шихты (что соответствует относительной концентрации К=35 %) с последующим перемешиванием в спиртовой среде до равномерного распределения компонентов. Алмазосодержащую смесь для образца КАМ 11, содержащего 2 % CrB_2, приготовили на основе смеси для образца твердосплавной матрицы 5 (см. табл. 2.2) аналогично смеси для образца КАМ 10. Спекание образцов КАМ осуществляли в графитовых формах методом электрического плазменно-искрового спекания в интервале температуры 20–1000 °С при давлении 30 МПа в течение 3 мин.

После спекания заготовки образцов 1–9 шлифовали для получения цилиндров диаметром 9,62 мм и толщиной 4,84 мм. Перед проведением микроструктурных и механических исследований поверхность спеченных образцов отполировали алмазной пастой с частицами размером 1 мкм и коллоидным раствором с частицами оксида кремния размером 0,04 мкм до получения зеркальной поверхности. Для диагностики прочности на сжатие R_{cm} со скоростью смещения 1 мкм/с образцы вырезали в виде плоскопараллельных брусков с поперечным сечением 2 × 2 мм. со скоростью смещения 1 мкм/с.

2.3 Методика изготовления шлифов

Для анализа микроструктуры спеченных образцов металлических матриц и КАМ методами сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) изготавливали шлифы образцов. Исследовательские образцы распределяли в заливочных формах и засыпали фенольной смолой с графитовым наполнителем. Пробы порошковых полуфабрикатов для изучения морфологии, формы частиц, состояния поверхности и среднего размера частиц насыпали тонким слоем на столик пресса и равномерно перемешивали с эпоксидной смолой в соотношении 1:3 – 1:5 по объему и далее запрессовывали по схожей схеме, формируя отдельный компактный шлиф. Шлифы образцов подготавливались на установке Rotopol 21 (Дания). Заливка пробы порошка производилась в фенольную смолу PolyFast для горячей запрессовки с помощью установки CitoPress-1 (Struers, Дания). Шлифование и полировка образцов производилось с помощью абразивных кругов зернистостью 600, 800 и 1200 меш и алмазными монокристаллическими суспензиями с размером частиц 9, 3, 1 мкм. Предварительную аттестацию качества полученных шлифов проводили на оптическом микроскопе Axio Vert.A1 фирмы Carl Zeiss (Германия) при увеличениях 100–1000 с целью выявления различного рода поверхностных дефектов: царапин, выкрашиваний, неровностей, трещин и потертостей.

2.4 Методы исследования спеченных образцов

2.4.1 Методика сканирующей электронной микроскопии и локального микрорентгеноспектрального анализа

Суть метода заключается во взаимодействии электронного пучка с исследуемым объектом. Пучок электронов взаимодействуют с материалом образца и генерируют различные типы сигналов: вторичные электроны, обратно отраженные электроны. Электроны первичного пучка

взаимодействуя с атомами образца могут передать часть своей энергии электронам образца. В результате этого может произойти отрыв электронов и такие электроны называются вторичными. Эти электроны обычно обладают небольшой энергией около 50 эВ. Электроны первичного пучка обладают энергией, достаточной для появления вторичных электронов. Главные элементы сканирующего электронного микроскопа – электронная пушка и электронная колонна, функция которой состоит в формировании сфокусированного электронного зонда средних энергий (200 эВ – 50 кэВ) на поверхности образца. Прибор обязательно должен иметь вакуумную систему. Также в каждом РЭМ есть предметный столик, который позволяет перемещать образец в трех направлениях. Электроны, взаимодействуя с объектом, выдают несколько видов сигналов, каждый из которых улавливается специальным детектором. Соответственно, изображения с микроскопа могут быть построены с использованием различных типов сигналов, часто нескольких сигналов одновременно. При изучении микроструктуры использовались увеличения от 250–10000 раз. Изображения были получены во вторичных и обратно отраженных электронах.

Морфологию, микроструктуру и элементный состав образцов исследовали методами сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) с помощью электронного микроскопа TESCAN Mira 3 LMU с пространственным разрешением 1 нм, оборудованным энергодисперсионным микроанализатором OXFORD X-MAX 80 мм^2. В режиме анализа поверхности образцов ускорительное напряжение составляло 30 кВ (λ_{Cu} = 0.1542 нм).

2.4.2 Рентгеноструктурный фазовый анализ

Рентгенограммы от образцов получали с помощью дифрактометра ДРОН 4.13С в излучении медного анода в геометрии Брэгга–Бретано в диапазоне углов $20° \leq 2\theta \leq 80°$. Рентгенофазный анализ осуществляли по стандартной методике с использованием программного пакета X-powder. Дифракционный спектр образцов в виде набора уточненных

значений межплоскостного расстояния d_i кристаллической решетки фазы и относительной интенсивности рефлексов этой фазы I_i идентифицировали, сравнивая с эталонным с помощью картотеки ASTM–ICPDS.

2.4.3 Просвечивающая электронная микроскопия

Электронно-микроскопические исследования тонких фольг от спеченных образцов и соответствующие дифракционные картины проводили трансмиссионным электронным микроскопом ТЭМ-125 (Сумы, Украина) с потенциалом ускорения 125 кВ при разрешении 0,18 нм.

Оценку межплоскостных расстояний по микроэлектронограммам (МЭГ) проводили с использованием внутреннего эталона MgO. Количественный фазовый состав композита рассчитывали методом плотнопрофильного анализа с использованием пакета MAUD. Тонкие фольги от спеченных образцов для исследования микроструктуры получили методом электрополировки в растворе $HClO_4$ + 30%HNO_3 + H_2O.

2.4.4 Методика определения микротвердости и вязкости разрушения

Величину микротвердости определяли по формуле:

$$H_V = 463{,}6F/d_{\text{ср}}, \qquad (2.1)$$

где F – нагрузка на индентор, Н; $d_{\text{ср}} = (d_1 + d_2)/4$ – половина средней длины диагонали оттиска, мкм.

Величину вязкости разрушения K_{1C} определяли согласно [100] по выражению:

$$K_{1c}\Phi/Hd^{0,5} = 0{,}15k\,(C/d)^{-1,5}, \qquad (2.2)$$

где Ф – постоянная Марша (~ 3), H_V – твердость по Виккерсу, $C = (C_1 + C_2)/2$ – средняя длина радиальных трещин,

измеренная из центра отпечатка, k = 3,2. Значения k были определены эмпирически, используя значения K_{Ic}, измеряемые стандартными методами на макроскопических образцах.

Используя соотношение для определения твердости по Виккерсу и формулу Эванса и Чарльза, конечная формула для определения трещиностойкости приобретает вид:

$$K_{Ic} = 7{,}42 \cdot 10^{-2} F/C^{1,5}. \qquad (2.3)$$

2.4.5 Методика определения нанотвердости и модуля упругости

Микромеханические (измерение твердости H и модуля упругости E) испытания проводили на нанотвердомере Nano Indenter G200 (Agilent Technologies, USA) трехгранным индентором Берковича при глубине наноиндентирования 200 нм. Нанотвердость H и модуль упругости E находили из анализа кривой разгрузки индентора по методу Оливера и Фара [106]. На каждом образце наносили не менее 10 отпечатков на расстоянии 10–15 мкм друг от друга, затем полученные данные усредняли. Точность измерения глубины отпечатка ±0,04 нм, нагрузки на индентор – ±20–24 мН. Перед началом испытаний образцов был испытан плавленый кварц, являющийся эталоном твердости при наноиндентировании, так как для него отсутствуют масштабный эффект и деформационное упрочнение поверхности при ее механической обработке. Полученные данные для плавленого кварца (E =73 ГПа и H = 9.2 ГПа) подтвердили надежную калибровку прибора.

Оценку стойкости материала упругой деформации проводили путем отношения твердости к модулю упругости – H/E (индекс пластичности) [74], а для оценки сопротивления материала пластической деформации использовали параметр H^3/E^2 [59, 75].

2.4.6 Методика определения пределов прочности при изгибе и сжатии спеченных образцов

Определение предела прочности на изгиб R_{bm} (методом трехточечного изгиба) проводили с использованием универсальной испытательной машины Instron 3344 (INSTRON Limited) в режиме жесткой машины со скоростью смещения 1 мкм/с. Видеофиксацию образцов в процессе изгиба (со скоростью 10000 кадров в секунду) проводили с использованием скоростной видеокамеры Photron FASTRKAM Mini UX100 M1. Определение предела прочности на сжатие R_{cm} проводили с использованием напольной двухколонной сервогидравлической испытательной машины MTS 870 Landmark (MTS) в режиме жесткой машины со скоростью смещения 1 мкм/с.

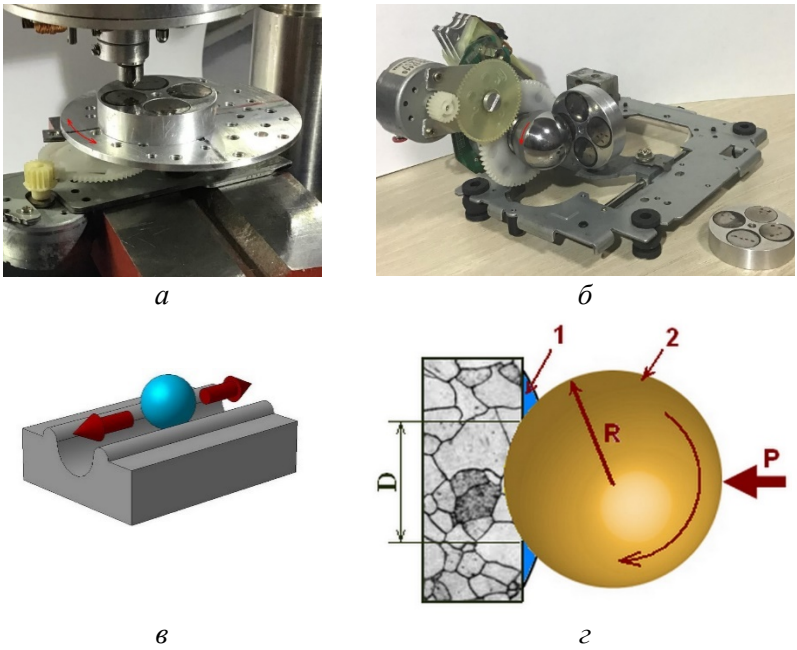
2.4.7 Трибологические исследования спеченных образцов

Трибологические испытания спеченных образцов проводили при температуре окружающего воздуха 25 °C и относительной влажности ≈ 50 % на скречт-тесторе Micron-gamma (рис. 2.1, *а*) [70] в режиме тестирования «палец (индентор)–диск (образец)» при возвратно-поступательном трении (рис. 2.1, *б*). Поверхности образцов предварительно полировались с использованием материалов SiC до 5 мкм и оксидной суспензией на основе коллоидных частиц диоксида кремния размером 100 нм. Испытания проводили алмазным коническим индентором с радиусом при вершине 50 мкм, вращающегося (115 оборотов) по поверхности образцов при нагрузке 4,91 Н и скорости скольжения 20 мкм/с. Количественно потерю объема V при изнашивании (объем дорожек трения) измеряли на бесконтактном интерференционном 3D профилометре “Micron-alpha” [107], который регистрирует неровности поверхности с нанометрической точностью. Данные затем были преобразованы в скорость износа.

Скорость износа образцов определяли по формуле [108]:

$$I = V/(P_N L \cdot n), \quad (2.4)$$

где V – потеря объема образца, мкм^3; P_N – нормальная нагрузка, H; $L = \pi D$ – длина дорожки, мкм, n – число оборотов, D – диаметр дорожки трения. Испытания соответствуют международным стандартам ASTM G99-959, DIN50324 и ISO 20808 [109, 110].



а *б* *в* *г*

Рисунок 2.1 – Тестер «Micron-gamma» (*а*) и машина трения (*б*) для исследования трибологических характеристик спеченных образцов и схемы их нагружения (*в*) и (*г*) соответственно

Испытания спеченных образцов в режиме тестирования «шар-шлиф» при абразивном изнашивании образцов шариком 2 из стали 100Cr6 радиусом 10 мм (рис. 2.1, *б*, *г*) проводили при

нагрузке 1 Н с добавлением суспензии 1 содержащей 20 % алмазного порошка дисперсностью 0,5–1 мкм. Скорость вращения шарика и продолжительность процесса составляли 72 об/мин. и 120 с соответственно.

Абразивную износостойкость и величину объема изношенной лунки *V* определяли по диаметру отпечатка *D* шарика при его трении по поверхности образца. Объем лунки износа *V* рассчитывали из условия равенства радиуса кривизны лунки радиусу шара *R* по формуле:

$$V = \pi D^4/(64R). \qquad (2.5)$$

Износ дорожек трения измеряли на бесконтактном интерференционном 3D профилометре «Micron-alpha» [107].

2.5 Разработка композиционных алмазосодержащих материалов системы $C_{алмаз}$–(Fe–Cu–Ni–Sn)–VN с повышенными механическими и эксплуатационными свойствами

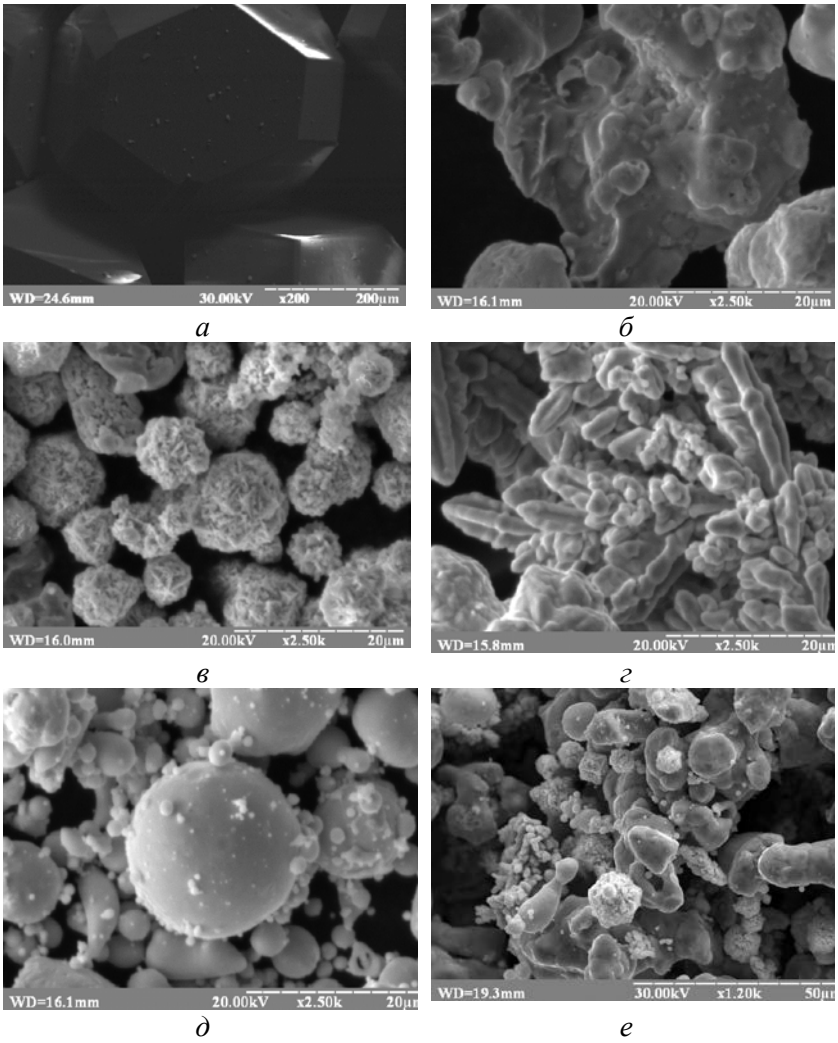
2.5.1 Морфология исходных материалов

На рис. 2.2 приведены СЭМ-изображения отдельных частиц алмаза, железа, никеля, меди, олова и смеси 51% Fe–32% Cu–9 % Ni–8 %Sn в исходном (насыпном) состоянии для спекания исследуемых образцов. На частицах алмаза (размером ~ 0,360±0,5 μm) хорошо развитые грани разных простых форм, на их поверхности (см. рис. 2.2, *а*) отсутствуют какие-либо дефекты (трещины, сколы, полости), что свидетельствует об их высоком качестве.

Частицы порошка железа (рис. 2.2, *б*) с размерами 5–10 мкм имеют неправильную форму и плотную структуру. Они образовали крупные агломераты за счет слипания более мелких частиц. Частицы порошка никеля (рис. 2.2, в) со средним размером 6–8 мкм имеют округлую форму с очень плотной структурой, что обуславливает, как и в порошке железа,

высокую плотность укладки в насыпном состоянии. Частицы порошка меди (рис. 2.2, *г*) со средним размером 4–6 мкм имеют менее плотную и более тонкую пространственную дендридную структуру с ярко выраженными ветвями, что обуславливает уменьшение насыпной плотности и препятствует их плотной укладке в свободно насыпном состоянии. Частицы порошка олова (рис. 2.2, *д*) имеют преимущественно круглую форму, хотя встречаются частицы удлиненной и неправильной форм. На их поверхности наблюдаются наплывы металла, а также частицы меньшего размера (сателлиты). Округлая форма частиц хорошо способствует их плотной укладке в насыпном состоянии. Форма и размеры порошков железа, меди, меди и олова в исходной смеси 51% Fe–32% Cu–9 % Ni–8 %Sn не изменяются.

На рис. 2.3 приведены СЭМ-изображения прессовок из порошков железа (*а*), никеля (*б*), меди (*в*), олова (*г*), а также прессовки от смеси 51% Fe–32% Cu–9 % Ni–8 %Sn (*д*). Под влиянием нагрузки в процессе брикетирования частицы железа (см. рис.2.3, *а*) не изменяют форму, между ними наблюдаются щели и пустоты, которые обусловлены недостаточным давлением прессования (100 МПа). В процессе брикетирования частицы никеля (см. рис. 2.3, *б*) и меди (см. рис. 2.3, *в*) форму и размеры практически не изменяют. Установлено, что на фрактограммах прессовок от порошков железа, никеля и олова отсутствуют признаки сварки и прочность их обуславливается только зажатием частиц. При уплотнении сферическая форма частиц олова превращается в полиэндрическую, а на фрактограмме образца отчетливо наблюдаются отрывы по телу частиц, которые произошли в местах сварка частиц.



а *б* *в* *г* *д* *е*

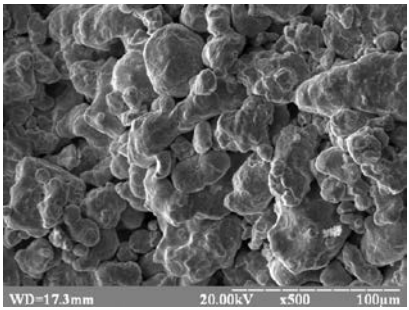
Рисунок 2.2 – СЭМ-изображения порошков алмаза (*а*), железа (*б*), никеля (*в*), олова (*д*) и исходной смеси 51% Fe–32% Cu–9 % Ni–8 %Sn в исходном состоянии (*е*)

В случае прессования составляющих матрицы, кроме порошков олова, при обычных условиях прессования, межатомное взаимодействие не реализуется, что обусловлено прочностью неспеченной прессовки. Установлено, что в процессе прессования смеси 51% Fe–32% Cu–9 % Ni–8 %Sn все частицы деформируются вследствие контактирования между собой. В этом случае уплотнение составляющих связи происходит путем подстройки поверхностей смежных частиц друг к другу. Такой механизм прессования порошков способствует существенному увеличению площади контакта, что важно для спекания подобных систем.

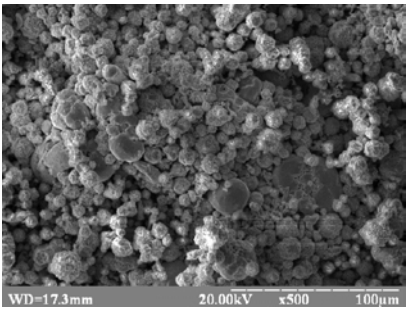
Результаты исследования морфологии нанокристаллического порошка нитрида ванадия методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) и гистограмма распределения зерен по размерам представлены на рис. 2.4. Видно (рис. 2.4, *а*), что сформировались агломераты первичных частиц двух порядков. Агломераты первого порядка – сферической формы, размером менее 0,1 мкм. Они формируют агломераты второго порядка неправильной многоугольной, со скошенными углами, и округлой форм. Основной размер агломератов второго порядка – 0,3 мкм, а еденичные достигают 1 мкм.

Скорее всего, агломераты образуются за счет сил межмолекулярного взаимодействия. Размер кристаллитов в порошке нитрида ванадия колеблется в широком интервале от 0,1 до 0,7 мкм (рис. 2.4, *б*). Размер наиболее крупных (больше 0,3 мкм) достигает 0,7 мкм, хотя вклад их относительно невелик и не превышает 5 %. Таким образом, по данным электронной микроскопии частицы в исследуемом порошке характеризуются наноразмерами и межчастичной адгезией нанокристаллитов. В препарате еще содержаться более мелкие частицы (менее разрешающей способности прибора), о их наличие можно судить по наличии гало на рентгенограмме.

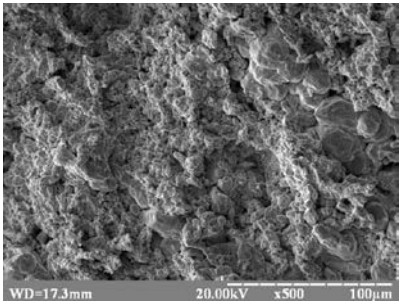
Компоненты в исходной смеси 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn для спекания образца характеризуются относительно равномерным распределением, их размер колеблется в интервале 5–50 мкм (рис. 2.5, *а*). Частицы порошка железа, которые виды как более крупные темно-серые фазы на фоне более светлых мелких фаз, со средним размером 10–15 мкм имеют преимущественно округлую форму.



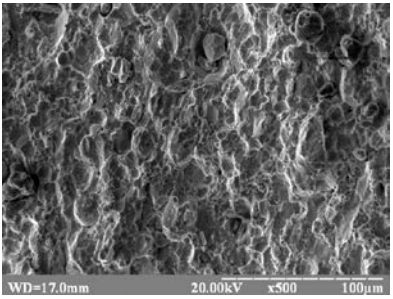
а



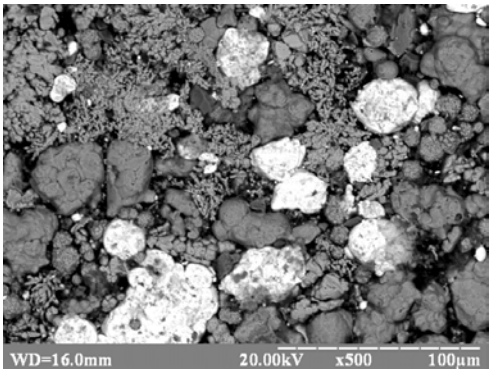
б



в

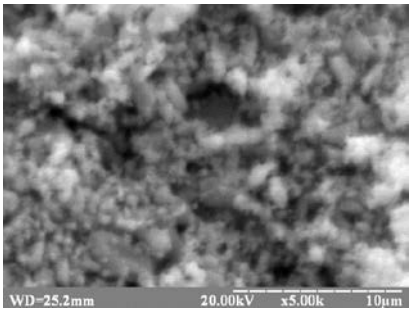


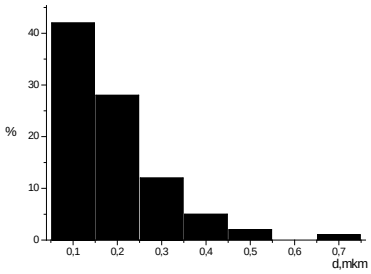
г



д

Рисунок 2.3 – СЭМ-изображения прессовок из порошков железа (*а*), никеля (*б*), меди (*в*), олова (*г*), а также прессовки от смеси 51% Fe–32% Cu–9 % Ni–8 %Sn (*д*).

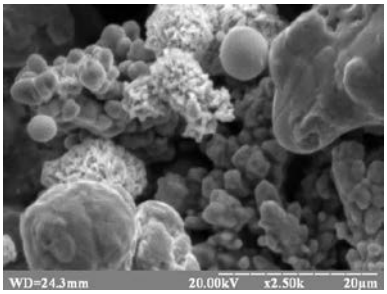


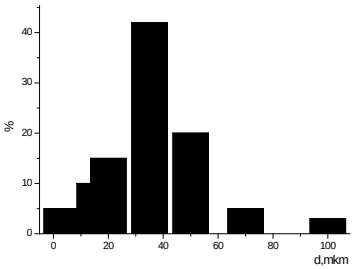


а *б*

Рисунок 2.4 – Морфология исходного нанокристаллического порошка VN (*а*) и гистограмма (*б*) распределения зерен по размерам

Наблюдаются также частицы железа более крупных размеров, которые образуются вследствие слипания более мелких частиц под влиянием сил сцепления.





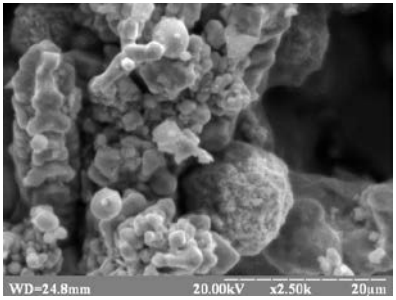
а *б*

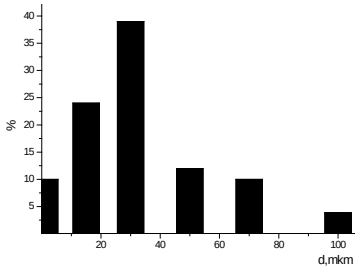
Рисунок 2.5 – Морфология частиц железа, меди, никеля и олова в смеси 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn в исходном состоянии (*а*) и гистограмма (*б*) распределение зерен по размерам

Частицы порошка меди с размерами 6–10 мкм имеют менее плотную и более тонкую пространственную дендроидную структуру, что обусловливает уменьшение относительной насыпной плотности и препятствует их плотной упаковке в насыпном состоянии. Частицы порошка никеля (светлые частицы с развитым рельефом поверхности) с размером 8–12 мкм имеют не сглаженые ребра с плотной структурой, обусловливает, как и в порошках железа, высокую плотность

укладки в насыпном состоянии. Частицы порошка олова имеют шарообразную форму, что способствует их плотной упаковке в насыпном состоянии. Наиболее вероятным размером зерен в рассматриваемой смеси является 10–50 мкм (рис. 2.5, *б*).

Форма и размеры порошков железа, меди, никеля и олова в смеси 49,47%Fe–31,04%Cu–8,73%Ni–7,76%Sn–3%VN по сравнению с частицами смеси 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn практически не изменились (рис. 2.6, *а*).



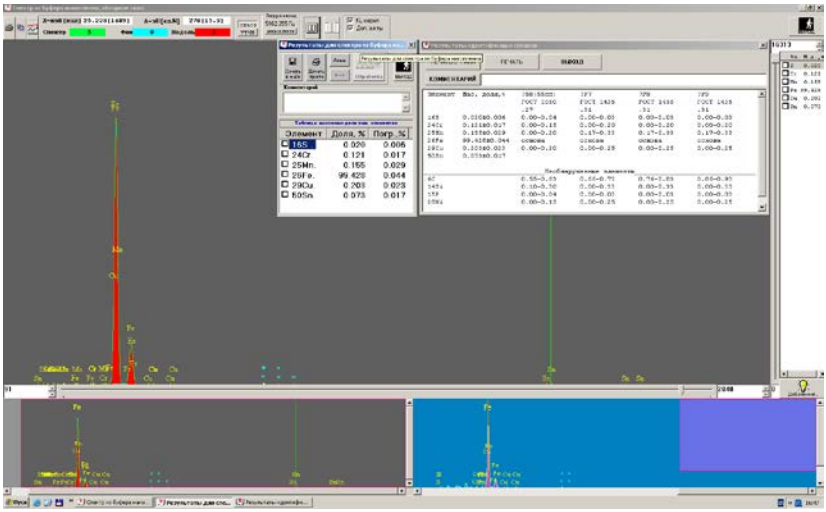


а *б*

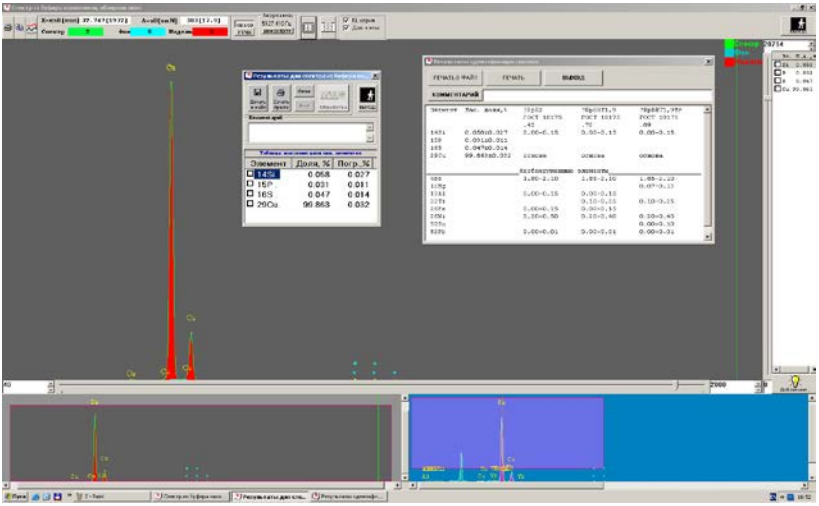
Рисунок 2.6 – Морфология частиц железа, меди, никеля, олова и нитрида ванадия в смеси 49,47%Fe–31,04%Cu–8,73%Ni–7,76%Sn–3%VN в исходном состоянии (*а*) и гистограмма (*б*) распределение зерен по размерам

На фоне крупных частиц железа, меди, никеля и олова видны частицы нитрида ванадия (светлые очень мелкие фазы) в виде хлопьевидных агрегатов, размер которых не превышает 0,5 мкм. Наиболее вероятным размером зерен в смеси с добавкой нитрида ванадия является 10–35 мкм (рис. 2.6, *б*). Сравнение рис. 2.5 и 2.6 показывает, что средний размер частиц железа, меди, никеля и олова в смесях (51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn и 49,47%Fe–31,04%Cu–8,73%Ni–7,76%Sn–3%VN) примерно одинаковый, но при этом характер распределения частиц по размерам несколько меняется.

Методом рентгеновской флюрометрии установлено, что доля примесей в исходных порошках железа, никеля, меди и олова не превышает 0,2 %, что свидетельствует о высоком качестве изготовленных порошков (рис. 2.7 и 2.8).

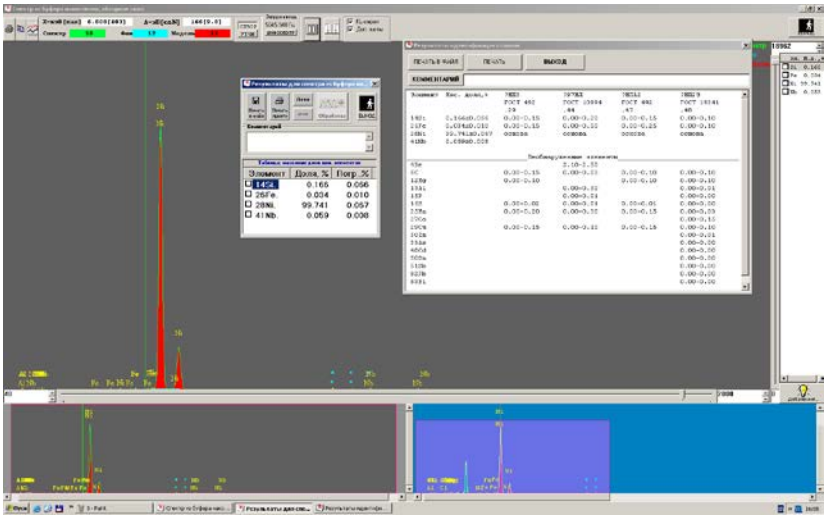


а

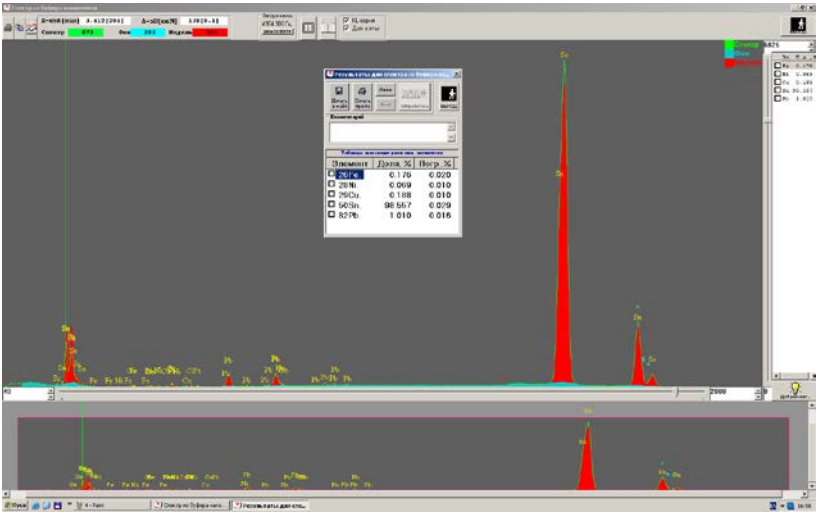


б

Рисунок 2.7 – Химический анализ исходных порошков железа (а) и меди (б)



а



б

Рисунок 2.8 – Химический анализ исходных порошков никеля (а) и олова (б).

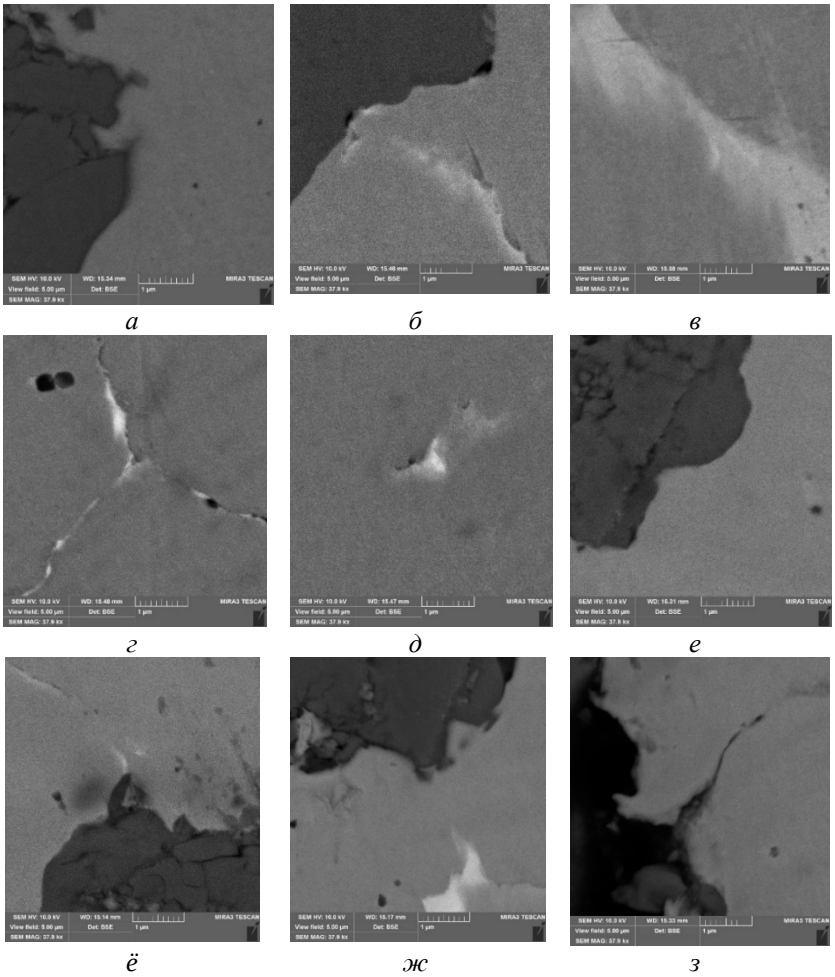
2.5.2 Результаты исследований структуры образцов методом сканирующей электронной микроскопии

Электронно-микроскопические изображения типичной микроструктуры спеченных образцов, полученные с применением метода композиционного контраста, представлены на рис. 2.9. Анализ микроструктуры показал, в образце 1 состава 51Fe–32Cu–9Ni–8Sn фазового контраста зерен не видно и основную площадь его поверхности занимают светло-серые фазы (см. рис. 2.9, *а*).

Кроме этого, на поверхности образца иногда присутствуют поры размером ~ 0,1 мкм, их объемная доля сравнительно мала. Добавление небольшого количества (0,5 %) добавки нитрида ванадия в состав образца не приводит к изменению его структуры (см. рис. 2.9, *б*). Микроструктура образца 3, содержащего в составе исходной шихты 1 % добавки VN, отличается однородностью и бездефектностью, границы между зернами становятся заметными (см. рис. 2.9, *в*), а поры на его поверхности практически исчезают. Дальнейшее увеличение содержания VN в составе исходной смеси (образцы 4–9) приводит к формированию более мелкозернистой однородной структуры (см. рис. 2.9, *ё–з*). Из рис. 2.9 также видно, что количество и средний размер образованных фаз изменяется в зависимости от процентного содержания VN в их составе.

Для определения состава фаз, сформировавшихся в процессе спекания, выполнен энергодисперсионный микроанализ (EDS). На рис. 2.10 представлены электронно-микроскопические изображения образцов 1–9, полученные в композиционном контрасте, с зонами микроанализа.

Результаты определения элементного состава в весовом соотношении приведены в табл. 2.3. В образце 1 обнаружены Fe, Cu, Ni и Sn (рис. 2.10, *а*; табл. 2.3, спектры 1–5). Анализ соотношения химических элементов позволяет предположить в структуре образца 1 наличие ГЦК твердых растворов, содержащих железо, медь, никель и олово в различных соотношениях (табл. 2.3, спектры 1–5).



а *б* *в*

г *д* *е*

ё *ж* *з*

Рисунок 2.9 – СЭМ-изображение микроструктуры спеченных образцов: *а* – образец 1; *б* – образец 2; *в* – образец 3; *г* – образец 4; *д* – образец 5; *е* – образец 6; *ё* – образец 7; *ж* – образец 8; *з* – образец 9

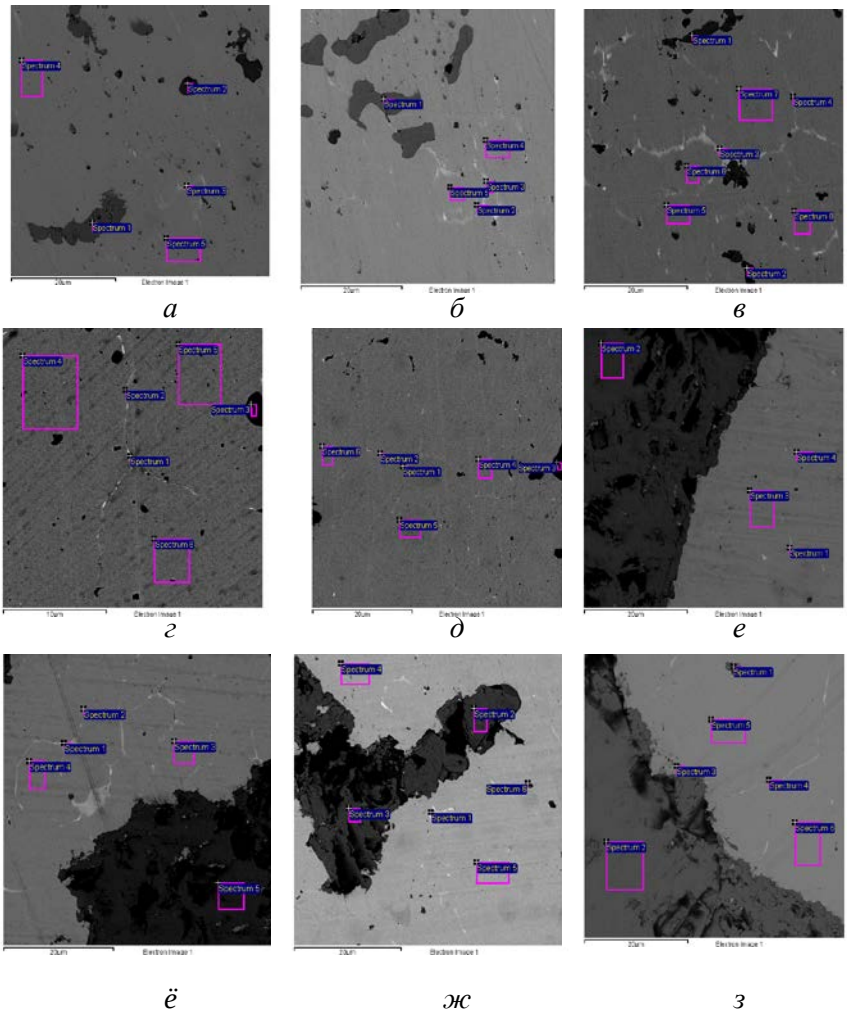


Рисунок 2.10 – СЭМ-изображения микроструктуры спеченных образцов, полученные в композиционном контрасте, с зонами проведения микроанализа: *а* – образец 1; *б* – образец 2; *в* – образец 3; *г* – образец 4; *д* – образец 5; *е* – образец 6; *ё* – образец 7; *ж* – образец 8; *з* – образец 9

Таблица 2.3. Элементный состав разных участков образцов № 1–9, оцененный по анализу их спектров характеристического рентгеновского излучения

Образец	**Спектр**	**Содержание химических элементов, % (по массе)**					
		N	**V**	**Fe**	**Ni**	**Cu**	**Sn**
1	2	3	4	5	6	7	8
1	1	–	–	81,56	5,18	8,82	4,44
	2	–	–	76,05	5,63	11,43	6,89
	3	–	–	36,26	6,49	52,94	4,31
	4	–	–	68,34	13,88	17,02	0,76
	5	–	–	78,46	14,09	6,98	0,47
2	1	–	–	85,20	5,24	6,32	3,24
	2	–	–	35,05	6,34	51,34	7,27
	3	–	–	43,90	10,61	37,73	7,64
	4	–	–	80,38	10,75	8,25	0,62
	5	–	–	75,60	13,05	11,35	0,00
3	1	–	–	85,13	6,35	5,02	3,50
	2	–	–	86,29	4,36	5,84	4,48
	3	–	–	18,90	3,83	68,33	8,94
	4	–	–	36,17	13,26	30,16	20,41
	5	–	–	68,64	13,75	13,53	0,33
	6	–	–	72,39	12,65	12,05	0,25
	7	–	–	77,37	12,33	10,31	0,00
	8	–	–	77,04	14,04	8,55	0,37
4	1	–	–	34,59	12,80	34,35	18,26
	2	–	–	59,28	11,82	24,81	4,08
	3	–	–	85,40	6,61	3,38	4,61
	4	–	–	70,82	11,63	14,82	2,72
	5	–	–	77,07	13,32	8,93	0,68
	6	–	–	79,82	12,38	7,66	0,14
5	1	–	–	51,30	13,81	21,42	13,47
	2	–	–	61,05	13,28	19,47	6,21
	3	–	–	79,37	7,88	8,21	4,54
	4	–	–	75,23	13,53	10,25	1,00
	5	–	–	85,04	6,67	8,07	0,23
	6	–	–	50,77	13,08	31,17	3,98

Продолжение таблицы – 2.3

1	2	3	4	5	6	7	8
6	1	–	–	46,71	13,08	31,17	3,98
	2	22,37	77,63	–	–	–	–
	3	–	–	74,11	14,17	11,72	–
	4	–	–	67,27	12,45	17,61	2,68
7	1	–	–	20,53	4,23	65,29	9,95
	2	–	–	30,32	13,03	36,10	20,54
	3	–	–	71,15	14,67	14,18	–
	4	–	–	75,56	12,97	11,17	–
	5	22,18	74,77	–	–	–	3,06
8	1	–	–	14,53	17,39	38,39	29,69
	2	22,51	74,33	3,16	–	–	–
	3	25,64	74,36	–	–	–	–
	4	–	–	74,27	14,97	8,96	1,80
	5	–	–	76,58	13,11	9,43	0,87
	6	–	7,06	91,35	–	–	1,59

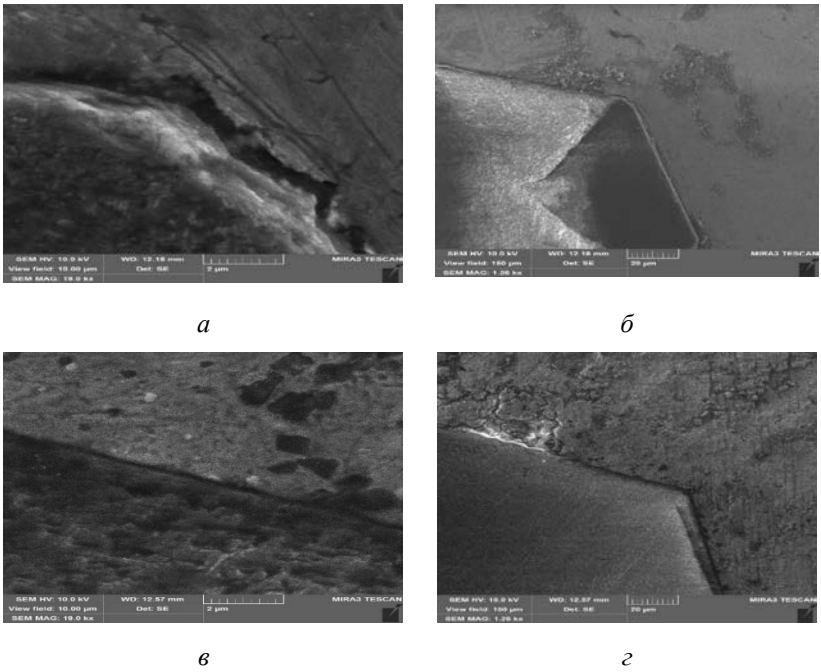
При незначительном содержании (от 0,5 до 2%) нанопорошка VN в образцах 2–5 новых элементов не обнаружено. Фазовый состав в этих образцах аналогичен составу образца 1 и отличается только содержанием компонентов в твердых растворах. Анализ соотношения химических элементов (Fe, Cu, Ni, Sn, V, N) фаз в структуре образца 6 показал наличие дисперсноупрочняющей фазы VN (см. рис. 3.9, е, табл. 3.1, спектр 2) и матричных элементов Fe (46, 71–67,27 %), Ni (13,08–12,45 %), Cu (31,13–17,61 %) и Sn (3,98–2,68 %)) (см. табл. 2.3). Анализ соотношения химических элементов (Fe, Cu, Ni, Sn, V, N) фаз в структуре образцов 7 и 8 также показал наличие дисперсноупрочняющей фазы VN (см. рис. 2.10, *ё*, табл. 2.3, спектр 5 и рис. 2.10, *ж*, табл. 3.1, спектры 2, 3 соответственно). Микроструктура этих образцов состоит из матричного материала – Fe, Cu, Ni, Sn и включений дисперсноупрочняющей добавки VN. Мелкозернистая фаза VN представлена в образцах 6 (см. рис. 3.9, *ё*, табл.2.3, спектр 2), 7 (см. рис. 2.10, *ё*, табл.2.3, спектр 5) и 8 (см. рис. 2.3, *ж,* табл.2.3, спектры 2 и 3) в виде нановключений светлого цвета. Следует отметить, что распределение частиц нитрида ванадия в этих образцах является равномерным. Частицы VN сконцентрированы

вокруг более крупных зерен Fe, Cu, Ni, Sn, а также и в их объеме, преимущественно на дислокациях. Такую закономерность наблюдали и для алмазосодержащих композитов [69], спеченных вакуумным горячим прессованием. Согласно [49], структура композита 49,47Fe–31,04Cu–8,73Ni–7,76Sn–3VN состоит из равномерно распределенных зерен ОЦК-фазы α-Fe, ГЦК-фазы γ-Fe, Cu и Sn. В [69] также было отмечено, что структура композита 49,47%Fe–31,04%Cu–8,73%Ni–7,76%Sn–3%VN по сравнению с композитом 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn была более мелкозернистая.

2.5.3 Результаты исследования микроструктуры образцов композиционных алмазосодержащих материалов

На рис. 2.10 представлены СЭМ-изображения типичных участков спеченных образцов КАМ составов 8,75%$C_{алмаз}$–46,5375%Fe–429,2%Cu–8,2125%Ni–7,3%Sn и 8,75%$C_{алмаз}$–45,5175%Fe–28,56%Cu–8,0325%Ni–7,14%Sn–2%VN, полученные с применением метода композиционного контраста, иллюстрирующие особенности контакта алмаз–матрица.

В образце 10, не содержащий в составе добавки нано-VN, на границе разделения алмаз–матрица имеются зазоры толщиной до 0,2 мкм и несплошности, а в матрице вдали от границы разделения алмаз–матрица наблюдаются поры (см. рис. 2.11, *а, б*). В то же время в образце 11, содержащий добавку нано-VN, контакт алмаз–матрица был плотным без видимых зазоров и несплошностей (см. рис. 2.11, *в, г*). Это свидетельствует о том, что алмазные зерна в образцах, содержащих добавки нано-VN, сцепленные с металлической матрицей, прочнее, чем в образцах, не содержащих добавки нано-VN. Механизм сцепления алмазных зерен с металлической матрицей таких КАМ еще недостаточно изучен. Адгезия контакта алмаз–матрица объясняется молекулярным, электростатическим и химическим взаимодействием, изменением энергетического и структурного состояний, а также металлическим зажатием.



а *б*

в *г*

Рисунок 2.11 – СЭМ-изображение шлифованной поверхности алмазосодержащих материалов 8,75%$C_{алмаз}$–46,5375%Fe–429,2%Cu–8,2125%Ni–7,3%Sn и 8,75%$C_{алмаз}$–45,5175%Fe–28,56%Cu–8,0325%Ni–7,14%Sn–2%VN, иллюстрирующие особенности контакта алмаз–матрица: (*а*) (*б*) 0 % (образец 10), (*в*) (*г*) 2% (образец 11)

Чаще всего прочность сцепления обусловлена одновременным действием нескольких указанных факторов. При этом влияние каждого из них меняется в зависимости от природы материалов, их физико-механических и химических свойств и условий получения. Следует отметить, что структура металлической матрицы этих КАМ отличается. О измельчении структуры свидетельствуют изображение (Obr-изображение) поверхности образцов в характерном рентгеновском излучении элементов (рис. 2.12–2.13). Так, структура матрицы образца 11 (см. рис. 2.12) по сравнению с образцом 10 (см. рис. 2.12) более мелкозернистая.

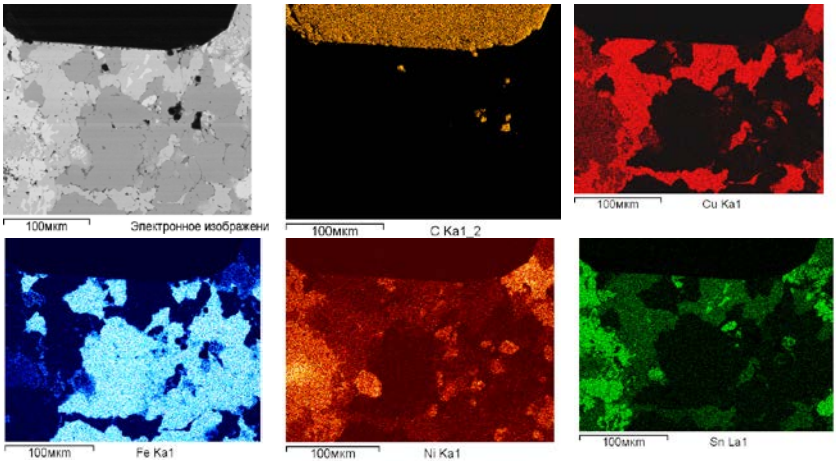


Рисунок 2.12 – Изображение микроструктуры поверхности образца без добавки VN в характеристическом рентгеновском излучении элементов

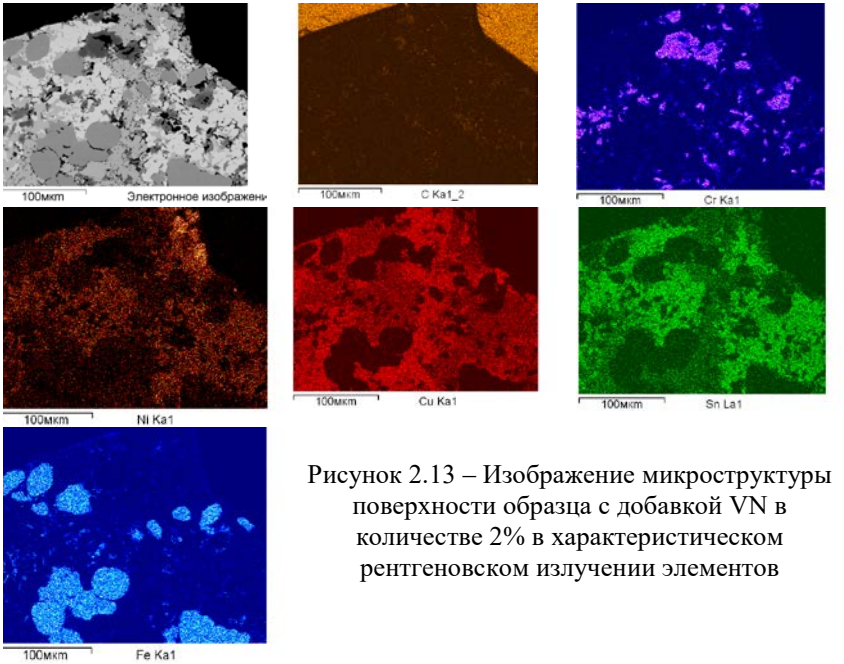


Рисунок 2.13 – Изображение микроструктуры поверхности образца с добавкой VN в количестве 2% в характеристическом рентгеновском излучении элементов

При этом наблюдается более равномерное распределение элементов как на границе алмаз–матрица, так и в матрице. Приведенные данные (см. рис. 3.10–3.12) наглядно показывают, что структура спеченных КАМ существенно зависит от концентрации VN в их составе.

2.5.4 Рентгеноструктурный анализ фазового состава спеченных образцов

На рис. 2.14 представлены рентгенограммы сформированных методом плазменно-искрового спекания образцов металлических матриц КАМ с разным содержанием ингибитора VN. Как видно из рис. 2.14, на рентгенограммах исследуемых образцов 1–3 (см. табл. 1.1) регистрируются одинаковый набор (110), (200) и (211) рефлексов кубической фазы, параметр кристаллической решетки которой составляет a=0.28741 нм. Интенсивность пиков (110), (200) и (211) направлений в кристаллической решетке в образцах 1 и 2 уменьшаются. Это указывает на меньший коэффициент кристалличности в этих образцах по сравнению с образцом 3.

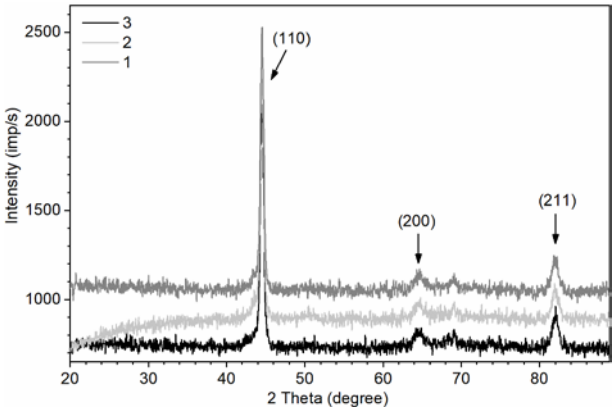


Рисунок 2.14 – Рентгеновские дифрактограммы образцов металлических матриц 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn с разным содержанием VN (образцы 1–3). Для лучшего восприятия на этом рисунке и дальше рентгеновские дифрактограммы смещены по вертикали

Следует отметить, что близкие параметры кристаллической решетки имеют фазы Fe, $(Fe_3Ni)_{0,5}$, Cu_3Fe_{17} и другие. По данным рентгеноструктурного анализа невозможно точно определить какая конкретно фаза или их суперпозиция присутствуют в этих образцах. Но учитывая химический состав образцов 1–3, то фазы Fe, $(Fe_3Ni)_{0,5}$, Cu_3Fe_{17} в их составе вполне могут быть.

В образце 4 (рис. 2.15) появляется мощный пик на 53.40 градусов и другие пики кубической фазы Cu с параметром $a = 0{,}36078$ нм (75 %) и фаза $FeNi_3$ с параметром a = 0,35523 нм (25 %).

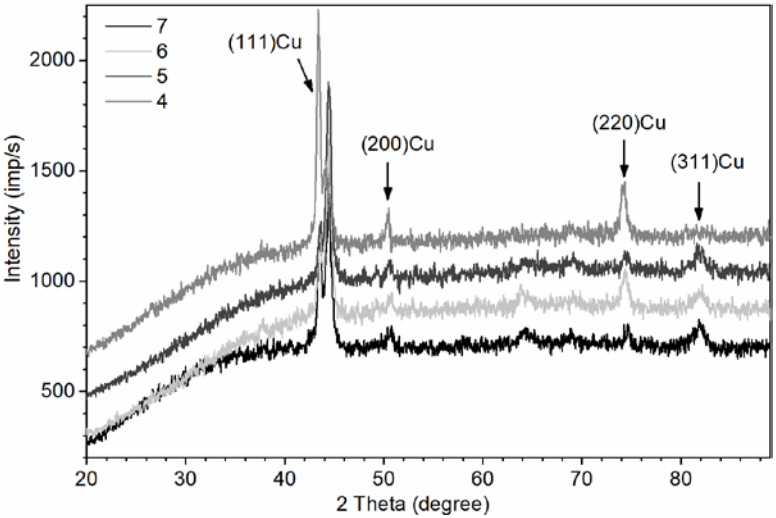


Рисунок 2.15 – Рентгеновские дифрактограммы материала матрицы 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn с различным содержанием VN (образцы 4–7)

Положения пиков в образцах 5–7 (рис. 2.16) смещаются, что может быть обусловлено деформациями фаз, которые присутствуют в образцах 1–3 и фазы Cu, или возникновением новых фаз с другой стехиометрией и новыми параметрами решетки.

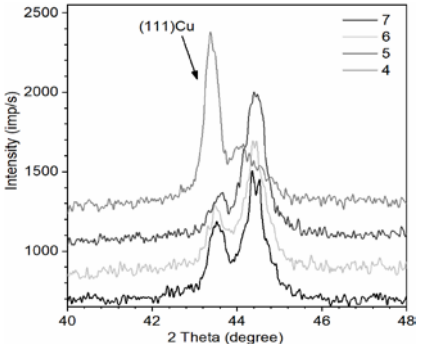


Рисунок 2.16 – Рентгеновские дифрактограммы материала матрицы 51Fe–32Cu–9Ni–8Sn с различным содержанием VN в области рефлекса Cu (111), образцы 4–7

В образцах 8 и 9 (рис. 2.17) аналогично образцам 1–3 присутствует одна из фаз или суперпозиция фаз: Fe, $(Fe_3Ni)_{0,5}$, Cu_3Fe_{17}, но параметр кристаллической решетки несколько больше (a = 0,28794 нм). Дополнительно присутствует фаза VN с параметром решетки a = 0,4124 нм.

Таким образом, расширение дифракционных пиков на рентгеновской дифрактограмме для образцов 8 и 9 указывает уменьшение размера зерен по сравнению с образцами 1–7.

Итак, в образцах 4–9, содержащих в составе добавки нитрида ванадия от 1,5 до 10 %, по сравнению с образцами 1–3, содержащие добавки нитрида ванадия в малом количестве (от 0 до 1 %), выявлено увеличение параметра кристаллической решетки с a=0.28741 нм до a=0.4124 нм, что может быть обусловлено деформациями фаз, присутствующих в образцах 1–3 и фазы Cu, или возникновением новых фаз с другой стехиометрией и новыми параметрами решетки. В то же время нитрид ванадия при спекании металлической матрицы образцов 4–9 частично растворяется в γ-Fe при температуре 980 °C и при охлаждении выделяется в виде самостоятельной дисперсной фазы с одновременным измельчением зерна [69].

Все это может оказывать влияние на формирование физико-механических и эксплуатационных свойств спеченных композиционных алмазосодержащих материалов.

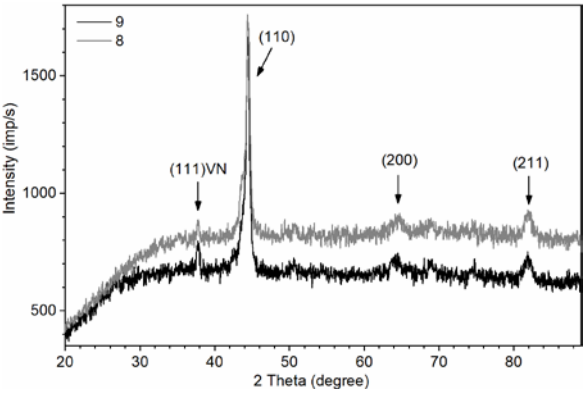
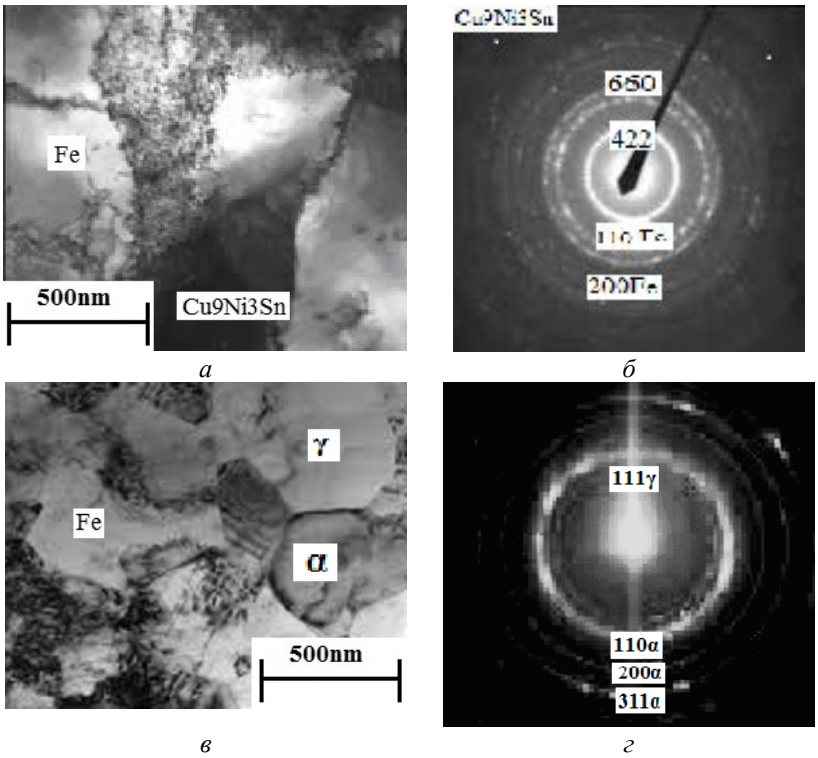


Рисунок 2.17 – Рентгеновские дифрактограммы материала матрицы 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn с различным содержанием VN (образцы 8 и 9)

2.5.5 Результаты исследовании спеченных образцов методом просвечивающей электронной микроскопии

Рентгеноструктурный анализ фазового состава подтверждается данными просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ). Спеканием смеси состава 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn, в котором размер частиц составлял 5–50 мкм (см. рис. 2.5), получен образец с размером зерен 400–800 нм (рис. 2.18). В металлической матрице этого образца равномерно распределены зерна ОЦК-фазы α-Fe, ГЦК-фазы γ-Fe и фазы Cu_9NiSn_3 (рис. 2.18, *а*, *в*). В матрице этого образца наблюдаются также участки перлита (рис. 2.18, *в*) (темные фазы), которые образуются при медленном охлаждении. На кольцевых отпечатках микроэлектронограмм этого образца присутствуют рефлексы фаз α-Fe нескольких ориентировок (110), (200), (311), γ-Fe (111) и Cu_9NiSn_3 (422), (650) (рис. 2.18, *б, г*). Для полученных результатов характерно, что в процессе горячего прессования и последующего медленного охлаждения произошло частичное $\alpha \rightarrow \gamma \rightarrow \alpha$ превращение.

Таким образом, структура спеченного образца состоит из феррита (α-Fe), аустенита (γ-Fe), перлита и интерметаллида Cu_9NiSn_3. Следует отметить, что ферритные поля свободны от дислокаций, еденичные дислокации наблюдаются вблизи границ. Наряду с ферритными полями в матрице образца обнаруживаются участки феррита с повышенной плотностью дислокаций. К особенностям полученных результатов следует отнести и то, что четко видны межзеренные границы, на которых более или менее отчетливо заметны поры, ширина большеугловых границ составляет ~ 1 нм, а иногда и менее (рис. 2.18, *а, в*). В некоторых случаях наблюдаются внутризеренные поры.



а *б*

в *г*

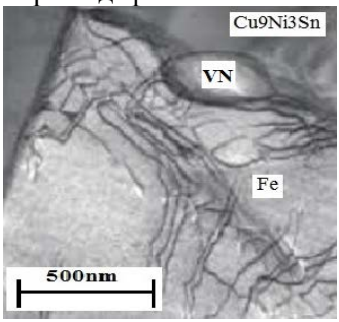
Рисунок 2.18 – ПЭМ-изображения структуры (*а*, *в*) и соответствующие им электронограммы (*б*, *г*) образца 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn

Структура образца 49,47%Fe–31,04%Cu–8,73%Ni–7,76%Sn–3%VN, спеченного при температуре 1000 °С и давлении 30 МПа в течение 3 мин, представлена на рис. 2.19. Можно видеть, что имеются существенные отличия от структуры образца 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn, спеченного по аналогичному режиму, что обусловлено влиянием нитрида ванадия. В металлической матрице формируется мелкое зерно феррита (α-Fe) со значительным разбросом по размерам (от 20 до 400 нм) и интерметаллидные фазы Cu_9NiSn_3 (≤400 нм) (рис. 2.19, *а*). Форма ферритных зерен в основном сохраняется, однако происходит полигонизация и разбиение ферритных зерен на отдельные фрагменты за счет перемещения границ (рис. 2.19, *а, в*). Резкое уменьшение, по сравнению со сплавом без нитрида ванадия, размера зерен сплава с нитридом ванадия может улучшить физико-механические свойства, что очень важно для разработки КАМ нового поколения. Размер частиц нитрида ванадия (VN) и оксида ванадия (VO_2) колеблется в интервале от 5 до 100 нм (рис. 2.19, *а, в, д*). Частицы VN размером 50 нм и более – это по-видимому, первичные частицы порошка.

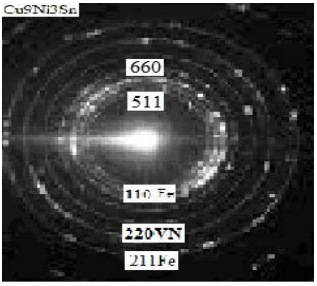
Частицы размером до 10 нм – это вторичные частицы VN, выделившиеся при распаде пересыщенного твердого раствора азота и ванадия в α-Fe. Нитриды располагаются как по границам зерен, так и в объеме, преимущественно на дислокациях. Внутри наиболее крупных фрагментов можно заметить остатки не растворившихся нитридных частиц (рис. 2.19, *в, д*). На электронограммах образца наблюдаются кольцевые отражения от ОЦК решетки α-Fe (110), (211), (200), (310), фаз Cu_9NiSn_3 (511), (660), VN (220), (200) и VO_2 (120), (101), (110) (рис. 2.19, *б–е*).

Анализ полученных данных показывает, что в образце с нитридом ванадия размер α-кристаллитов в 5–20 раз меньше, чем в образце без нитрида ванадия (см. соответственно рис. 2.19 и 2.18). Данный факт указывает на то, что при формировании структуры образца без нитрида ванадия реализуется меньшее измельчение зерна, по сравнению с образцом с нитридом ванадия. Присутствие нитрида ванадия в образце 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn обеспечивает минимальную дилатацию на

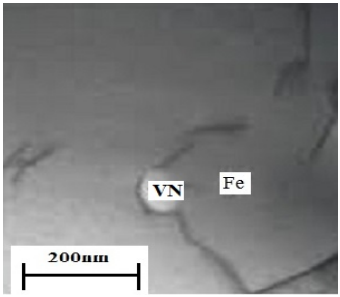
межфазных границах нитрид–матрица и в большей степени диспергирует зеренную структуру. Следует также отметить, что сплав с нитридом ванадия отличается более плотными межзеренными границами, на которых практически отсутствуют поры и дефекты.



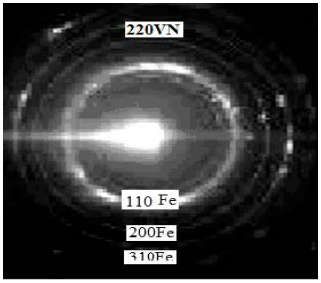
а



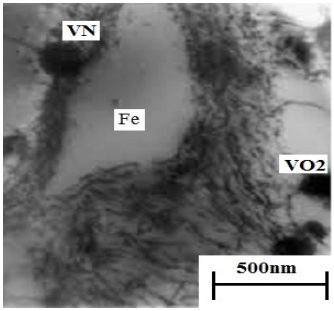
б



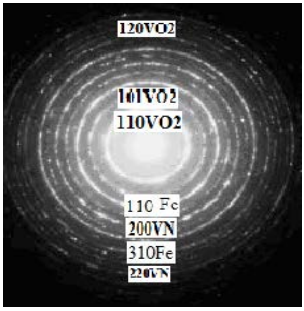
в



г



д



е

Рисунок 2.19 – ПЭМ-изображения структуры (*а, в*) и соответствующие им электронограммы (*б, г*) образца 49,47%Fe–31,04%Cu–8,73%Ni–7,76%Sn–3%VN

Расчет периодов кристаллической решетки по электронограммам для фазы (α-Fe) без добавки нитрида ванадия составляет 0,286 нм и 0,289 нм для образцов с добавкой нитрида ванадия, что соответствует данным рентгенофазового анализа и свидетельствует о растворении ванадия и азота в матрице железа.

Таким образом процесс наноструктурирования в образце с нитридом ванадия является следствием превращений – «растворение–выделение» нитридов в металлической матрице и может быть представлено схемой: «исходная смесь порошков с нитридом ванадия в матрице сплава» → «пересыщенный азотом твердый раствор» → «наноструктура с первичными и вторичными нитридами и твердым раствором азота и ванадия в железе». Все это оказывает влияние на физико-механические свойства образцов металлической матрицы и, как следствие композиционных алмазосодержащих материалов на их основе.

2.5.6 Механические свойства спеченных образцов

На рис. 2.20 представлены зависимости силы F, приложенной к индентору, от глубины *h* внедрения индентора в цикле «нагрузка-разгрузка» для включений нано-VN в спеченных образцах 5, 6, 8 и 9, а также для образца 1, не содержащего в составе включений нано-VN при наноиндентировании. Из анализа этого рисунка следует существенное отличие механических свойств этих образцов. При одинаковой глубине внедрения индентора в поверхность образца 5 (см. рис. 2.20, кривая 5), содержащей в составе добавку нано-VN в количестве 2 %, значение силы приложенной к индентору в 2 раза выше, чем для образца 1 (см. рис.2.20, кривая 1). Большее значение силы, приложенной к индентору для образца 2 по сравнению с образцом 1 свидетельствует о его более высокой твердости, что обусловлено присутствием нано-VN.

При дальнейшем увеличении содержания нано-VN в составе исходных веществ значение силы приложенной к индентору для образцов 6, 8 и 9 продолжает расти (см. рис. 2.20,

кривые 6, 8 и 9 соответственно). Это увеличение может быть связано по следующим причинам. С одной стороны, добавление в состав шихты 51Fe–32Cu–9Ni–8Sn (образец 1) более твердых частиц нано-VN по сравнению с частицами матрицы изменяет твердость *H* и модуль упругости *E* образцов 5, 6, 8 и 9. С другой стороны, включение тугоплавких частиц нано-VN в составе образцов 5, 6, 8 и 9 влечет за собой повышение их твердости по сравнению с образцом 1, и, кроме того, являются барьерами на пути распространения дислокаций, что повышает прочность.

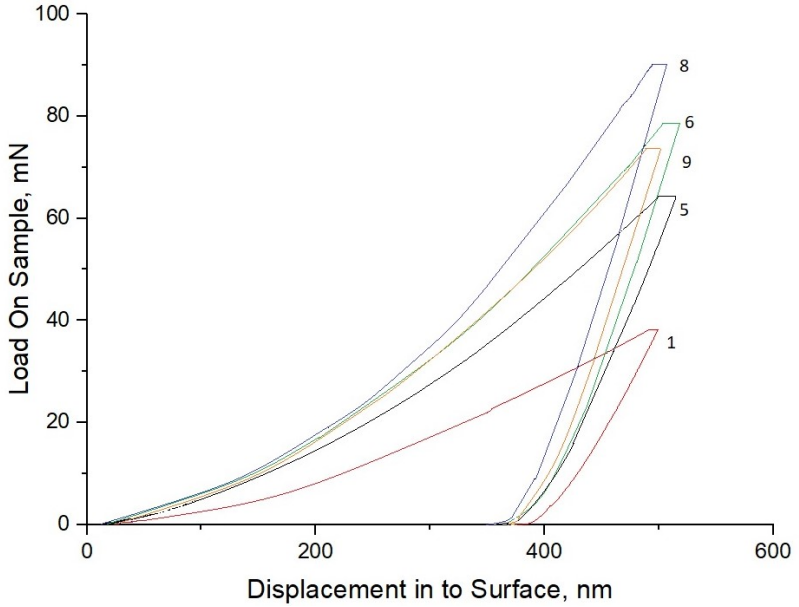


Рисунок 2.20 – Зависимости силы *F*, приложенной к индентору, от глубины *h* внедрения индентора (кривые «нагрузки-разгрузки») для включений в спеченных образцах 5, 6, 8 и 9, а также для образца 1, не содержащего в составе включений

В табл. 2.4 приведены значения нанотвердости *H*, модуля упругости *E*, параметров H/E и H^3/E^2 как для материала матрицы 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn, так и для включений нано-VN в спеченных образцах КАМ, определенных из полученных

зависимостей *P–h*. Эксперименты показали, что для изготовленного образца 1 (C_{VN} = 0 %) в описанных выше технологических режимах их значение составили H = 5,2 ± 1,3 ГПа, E=197 ± 11 ГПа, H/E = 0,0264 и H^3/E^2 = 3,62 МПа для материала матрицы 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn. При введении добавки нанопорошка нитрида ванадия в состав композитов происходит значительное повышение их механических свойств.

Так, для образца 5 (C_{VN} = 2 %) значение H=5,6 ± 0,4 ГПа, E=202 ± 8 ГПа, H/E=0,0277 и H^3/E^2=4,30 МПа для материала матрицы и H=1 2,7 ± 0,3 ГПа, E=345 ± 12 ГПа, H/E=0,0368 и H^3/E^2 =17,21 МПа для включений. Следует отметить, что значения H и E для материала матрицы спеченных образцов КАМ значительно превышают значение H и E образца материала матрицы 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn с добавкой нано-VN в количестве 3 % [64, 106]. При дальнейшем увеличении концентрации нитрида ванадия в составе композита (образцы 6 и 8) значения H, E, H/E и H^3/E^2 как в матрице, так и включении продолжают расти. Наибольшее улучшение механических характеристик наблюдалось для образца 8 (C_{VN} = 8 %). Если твердость металлической матрицы и включения этого образца увеличивается всего до 7,8 ГПа и 16,7 ГПа, то параметры H/E и H^3/E^2 увеличиваются более заметно (до 10,46 и 25,42 МПа).

Однако в образце 9 (C_{VN}=10 %) значения H, E, H/E и H^3/E^2 как в матрице, так и в включении начинают постепенно уменьшаться. Это связано с агломерацией нано-VN и возникновением около них пор [69]. Наблюдательная зависимость прочности исследуемых композитов от содержания нано- VN является результатом сложной комбинации дисперсионного механизма упрочнения и модификации структуры и фазового состава композитов. Отметим, что эффективность дисперсионного механизма упрочнения нарастает с увеличением C_{VN}, но максимальные значения параметров H, E, H/E и H^3/E^2 достигаются при 8 % (по массе). Такому увеличению уровня свойств этого композита может соответствовать изменение фазового состава после спекания и образования конечной структуры.

Таблиця 2.4 - Механические характеристики спеченных образцов

Образец	***H*, ГПа**		***E*, ГПа**		***H*/*E***		***H*³/*E*², МПа**	
	Матрица	**Включення**	**Матрица**	**Включення**	**Матрица**	**Включення**	**Матрица**	**Включення**
1	5,2 ± 1,3	–	197 ± 11	–	0,0264	–	3,62	–
5	5,6 ± 0,4	12,7 ± 03	202 ± 8	345 ± 12	0,0277	0,0368	4,30	17,21
6	6,5 ± 0,6	14,8 ± 0,4	200 ± 8	390 ± 15	0,0325	0,0379	6,87	21,31
8	7,8 ± 0,3	16,7 ± 1,7	213 ± 6	428 ± 31	0,0366	0,0390	10,46	25,42
9	7,5 ± 0,6	14,8 ± 0,7	206 ± 16	388 ± 21	0,0364	0,0381	9,30	21,54

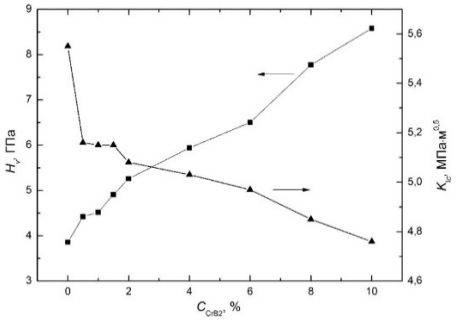
Выявлено существенное увеличение твердости, определенной при индентировании пирамидой Виккерса, спеченных композитов 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn по мере повышения концентрации VN. Влияние содержания VN на средние значения измеренной твердости (H_v) для спеченных образцов металлической матрицы 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn и рассчитанный критический коэффициент трещиностойкости (вязкость разрушения) показаны на рис. 2.21. Видно (рис. 2.21, *а*, кривая 1), что зависимость H(C_{VN}) имеет две характерные области, отличающиеся углом наклона. В интервале 0%<C_{VN}<4% твердость увеличивается незначительно (от 3,86 ГПа до 5,26 ГПа). Вторая область (C_{VN}>4 %) характеризуется более значительным увеличением твердости.

Так, при C_{VN} = 10 % твердость увеличивается до значений 8,58 ГПа. Таким образом, показано, что зависимость $H(C_{VN})$ имеет максимум при C_{VN}=10 %. Важно отметить, что VN действует в композите 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn как упрочняющая добавка и оказывает положительное влияние на его структуру (оказывает измельчение структуры) [69] и механические свойства (повышает твердость и износостойкость) [111]. Следует отметить, что влияние добавки CrB_2 в количестве 2% и технологических режимов горячего прессования на прочностные характеристики материала матрицы 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn КАМ исследовали в [55]. Выявлено, что добавление 2% CrB_2 в состав композита 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn повышает его микротвердость с 2,93 до 4,12 ГПа. Сравнение полученных результатов с данными [55] свидетельствует о перспективе использования разработанных

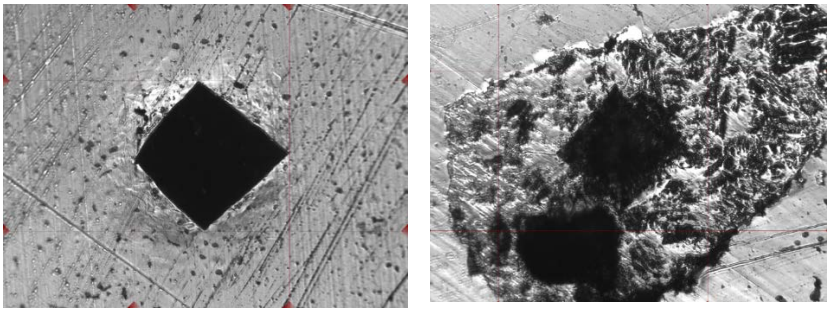
композитов для буровых коронок разного технологического назначения.

При исследовании содержания нитрида ванадия в составе композита 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn, напротив, выявлено незначительное уменьшение вязкости разрушения K_{Ic}. Максимальное значение K_{IC} = 5,35 МПа · м$^{1/2}$ наблюдали для образца 1 при нулевой концентрации нитрида ванадия. При этом материал матрицы в окрестностях отпечатка почти не разрушается, поскольку трещины едва заметны. При микроиндентировании образца 2 (C_{VN} = 0,5%) вязкость разрушения уменьшилась до значений K_{IC} = 5,16 МПа·м$^{1/2}$. В этом случае в матрице в окрестности отпечатка индентора появляются трещины, немного больше, чем в образце 1. Дальнейшее увеличение содержания VN в составе композита 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn приводит к дальнейшему незначительному уменьшению вязкости разрушения. Этот факт нетривиален и заслуживает внимания, поскольку обычно твердость и вязкость разрушения демонстрируют противоположные отклики на структурные изменения материала. В качестве примера на рис. 2.21, *б, в, г* представлены микрофотографии отпечатков пирамиды Виккерса, которые сформированы в образцах 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn с нулевым, четырех и десятипроцентным содержанием нитрида ванадия (образцы 1, 6 и 9). Появление четко выраженных радиальных трещин в окрестностях отпечатков пирамиды Виккерса в образцах 6 и 9 (см. рис. 3.20, *в* и *г*) по сравнению с образцом 1 (см. рис. 2.21, *б*) свидетельствует о некотором охрупчивание материала при содержании в нем добавки VN в количестве 4 и 6%.

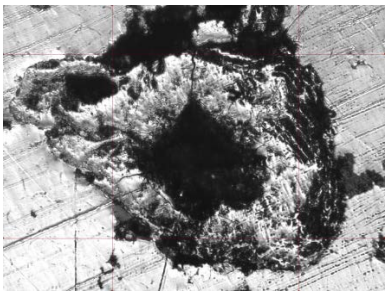
Наблюдаемые немонотонные прочностные зависимости исследуемых композитов от содержания VN являются результатом сложной комбинации дисперсионного механизма упрочнения и модификации структуры и фазового состава композитов. Отметим, что эффективность дисперсионного механизма упрочнения увеличивается с увеличением C_{VN}, но максимальные значения вязкости разрушения достигаются при C_{VN} = 0 % (по массе). Такому изменению свойств спеченных композитов может соответствовать изменение фазового состава после спекания и образования конечной структуры.



а



б *в*



г

Рисунок 2.21 – Зависимости твердости и вязкости разрушения образцов 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn от концентрации VN (*а*) и микрофотографии отпечатков индентора, сформированных в образцах 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn с содержанием нитрида ванадия C_{VN} = 0 (*б*), 4 (*в*) и 10 (*г*) % (по массе)

Следовательно, отсутствие прямой пропорциональности изменения структуры и фазового состава композита 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn, а также вклада дисперсионного механизма упрочнения от концентрации VN обусловливает нелинейную зависимость изменения H (C_{VN}) и K_{IC} (C_{VN}) соответственно.

Таким образом, экспериментально подтверждено, что использование нанопорошка нитрида ванадия для производства КАМ на основе металлических матриц с повышенными механическими характеристиками методом плазменно-искрового спекания перспективно для производства высокоэффективных инструментов для геологоразведочной промышленности. В то же время нужно соблюдать строгое соотношение компонентов, так как превышение порогового значения концентрации VN вызывает некоторое уменьшение вязкости разрушения и может понизить износостойкость композита.

В табл. 2.5 приведены результаты определения предела прочности при изгибе R_{bm} и предела прочности при сжатии R_{cm} для спеченных образцов при разной концентрации VN. Ее анализ наглядно показывает, что добавление VN в состав композитов способствует улучшению R_{bm} и R_{cm}. Установлено, что спеченный образец 1 (C_{VN} = 0) в описанных выше технологических режимах характеризуется значениями предела прочности при изгибе R_{bm} = 740 МПа. При увеличении концентрации нитрида ванадия от 0,5 до 2% в составе исходной шихты (образцы 2–5) значения R_{bm} возрастают от 785 до 1064 МПа (см. табл. 2.5). При C_{VN}=4 % (по массе) (образец 6) предел прочности при изгибе достигает максимальных значений R_{bm} = 1110 МПа. Это обусловлено измельчением зеренной структуры и более равномерным распределением наночастиц VN. Последующее увеличение концентрации VN в составе исходной шихты (образцы 7–9) приводит к постепенному уменьшению значений R_{bm}, что обусловлено возникновением чрезмерной хрупкости в металлической матрице композита. Таким образом, показано, что зависимость R_{bm} (C_{VN}) имеет максимум при 4 %.

Таблица 2.5. Механические характеристики спеченных образцов

Образец	**Концентрация VN, % (по массе)**	**Предел прочности при изгибе R_{bm}, МПа**	**Предел прочности при сжатии R_{cm}, МПа**
1	0	740	950
2	0,5	785	985
3	1	860	1098
4	1,5	992	1180
5	2	1064	1294
6	4	1110	1410
7	6	1078	1390
8	8	1012	1342
9	10	976	1313

При исследовании предела прочности при сжатии R_{cm} также выявлено положительное влияние добавки нитрида ванадия в составе композита. Так, предел прочности при сжатии для образца 1 составляет R_{cm}=950 МПа (см. табл. 2.5). При увеличении концентрации нитрида ванадия в составе исходной шихты (образцы 2–5) значения R_{cm} равно как и значения R_{bm} постепенно возрастают. При C_{VN}=4 % (по массе) (образец 6) предел прочности при сжатии достигает максимальных значений R_{cm}=1410 МПа. Дальнейшее увеличение концентрации VN в составе композитов приводит к их охрупчиванию и, как следствие, уменьшению предела прочности при сжатии.

2.5.7 Трибологические свойства спеченных образцов

Изменение силы трения $F_{тр}$ от длины пути, пройденного алмазным коническим индентором с радиусом при вершине 50 мкм по поверхности спеченных образцов при нагрузке 9,82 Н и скорости 20 мкм/с иллюстрирует рис. 2.22. Из анализа представленных зависимостей следует, что сила трения $F_{тр}$ зависит от температуры, состава и способа спекания композита. Так, среднее значение $F_{тр}$ для образца 1, полученного при 800 °С составляет ≈ 250 мН (рис. 2.22, *а*), что несколько меньше $F_{тр}$ (≈ 225 мН) для образца 2 (рис. 2.22, *б*), полученного при 900 °С.

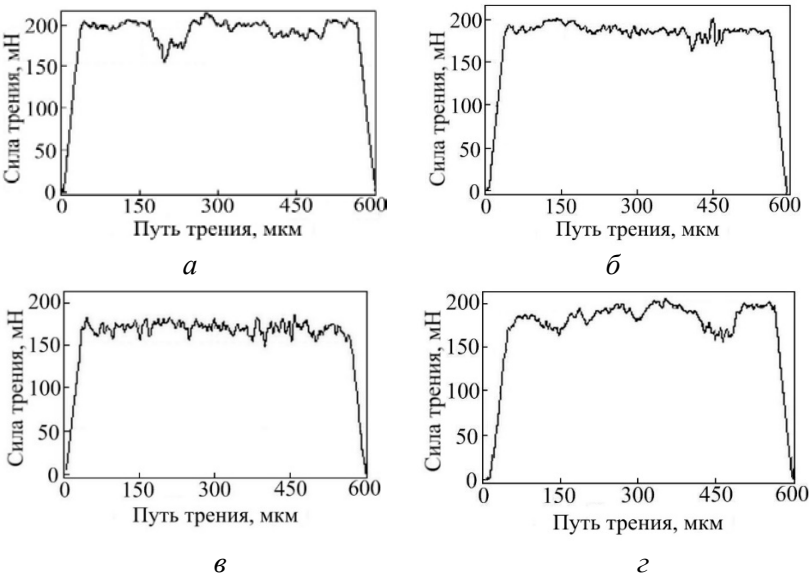
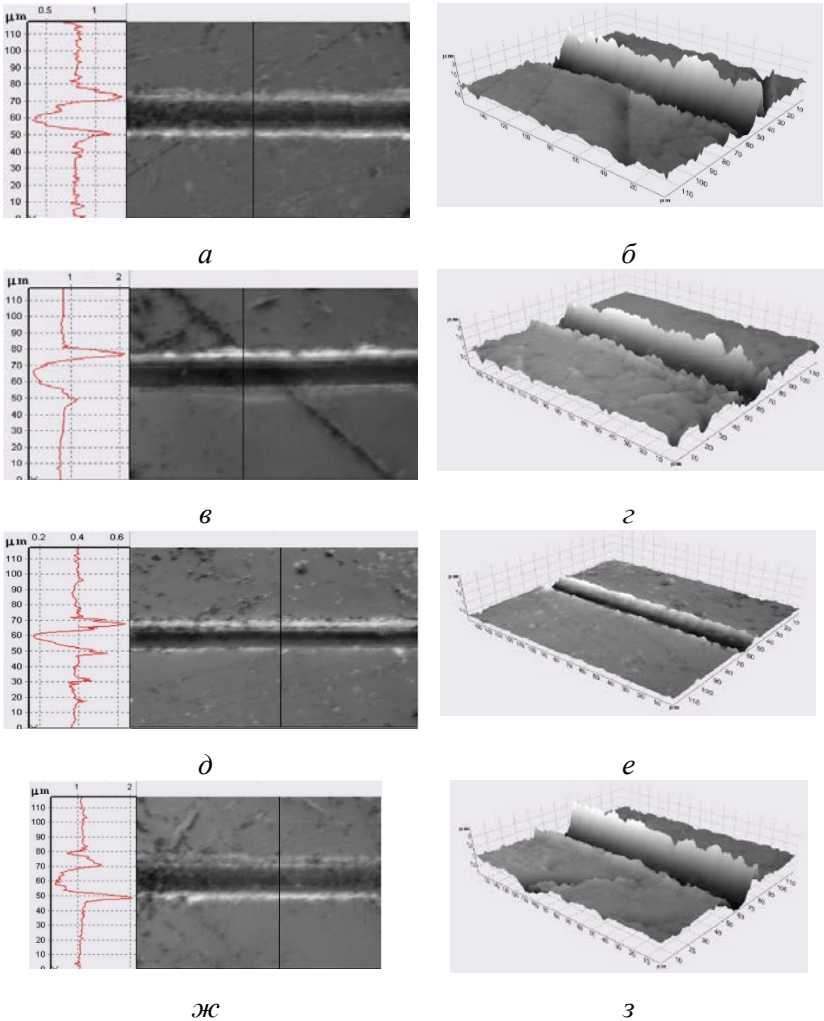


Рисунок 2.22 – Зависимости силы трения $F_{тр}$ от длины пути индентора для образцов 1 (*а*), 2 (*б*), 3 (*в*) и 4 (*г*)

Большой разброс значений силы трения $F_{тр}$ для этих образцов обусловлен крупнозернистой структурой ($d \approx 5000–25000$ нм). Некоторое снижение силы трения $F_{тр}$ для образца 2 по сравнению с образцом 1 обусловлено наличием нанодисперсных фаз VN и VO_2, способствующих формированию более плотной структуры. Для образца 3, спеченного при 1000 °С, в отличие от образцов 1 и 2, спеченных при более низкой температуре (800 и 900 °С), наблюдается существенное уменьшение силы трения $F_{тр}$ (≈ 180 мН) (рис. 2.23, *в*). Уменьшение силы трения $F_{тр}$ и ее стабильный характер обусловлены измельчением зерна от 5000–20000 нм до 20–400 нм (см. рис. 2.12 и 2.13, а также 2.18 и 2.19) и улучшением механических свойств (см. табл. 2.6). Самые высокие значения $F_{тр}$ (≈ 280 мН) были зафиксированы для образца 4 (рис. 2.22, *г*), спеченного при 800 °С с последующей горячей допрессовкой. Физической причиной, повышающий силу трения $F_{тр}$, и как следствие, коэффициент трения, является крупнозернистая структура, сформированная в условиях спекания этого образца. По

оценочным данным [69] размеры зерен в этом случае составляют примерно 2000–50000 нм. Характерной особенностью полученных результатов является то, что уменьшение силы трения для образца 3 сопровождается увеличением H, H/E, H^3/E^2 (см. табл. 2.6).



а *б*

в *г*

д *е*

ж *з*

Рисунок 2.23 – 2D топографии с профилограммами (*а*–*ж*) и 3D (*б*–*з*) изображения участков дорожек трения образцов 1 (*а*, *б*), (*в*, *г*), (*д*, *е*) и (*ж*, *з*)

Изменение топографии участков дорожек трения (ширины и глубины канавки износа) иллюстрирует рис. 2.23.

Из этого рисунка видно, что ширина (рис. 2.23, *а–ж*) и глубина (рис. 2.23, *б–з*) канавки износа для образцов в зависимости от температуры их спекания существенно отличается. Причем с ростом температуры спекания ширина и глубина канавки износа уменьшается.

После теста на износ образец 2, спеченный при 900 °С, показывает меньшую скорость износа по сравнению с образцом 1, спеченному при более низкой температуре (800 °С) (табл. 2.6). При дальнейшем повышении температуры горячего прессования от 900 до 1000 °С скорость износа в образце 3 по сравнению с образцом 2 уменьшилась от 5,17 10^{-4} до $1{,}79 \cdot 10^{-4}$ мм^3·Н$^{-1}$·м$^{-1}$. Повышение износостойкости образца 3 по сравнению с образцами 1 и 2 обусловлено измельчением ферритного зерна (от 5000–25000 нм до 20–400 нм) и наличием нанодисперсных фаз VN, VO_2. Характерной особенностью полученных результатов является то, что минимальная скорость износа 1,79 10^{-4} мм^3·Н$^{-1}$·м$^{-1}$ была достигнута для образца 3 с наибольшими значениями параметров H, H/E, H^3/E^2 равными 5,37 ГПа, 0,043, 9,91 МПа соответственно и наименьшим значении модуля упругости равным 125 ГПа. В [112, 113] также наблюдали улучшение трибологических свойств материалов за счет повышения твердости и уменьшение модуля упругости.

Таблица 2.6. Трибологические характеристики спеченных образцов

Образец	**Состав**	**Температура, °С**	**Размер зерен *d*, нм**	**Объем дорожки трения *V*, 10^{-6} мм^3**	**Скорость износа *I*, 10^{-4} мм^3·Н$^{-1}$·м$^{-1}$**
1	Fe–Cu–Ni–Sn–VN	800	5000–20000	4,00	8,15
2	Fe–Cu–Ni–Sn–VN	900	5000–25000	2,54	5,17
3	Fe–Cu–Ni–Sn–VN	1000	20–400	0,88	1,79
4	Fe–Cu–Ni–Sn	800	2000–50000	5,56	11,31

Максимальная скорость износа $11{,}31 \cdot 10^{-4}$ мм$^3 \cdot$Н$^{-1} \cdot$м$^{-1}$ была зафиксирована для образца 4 с наименьшими значениями параметров H, H/E, H^3/E^2 равными 2,68 ГПа, 0,013, 0,49 МПа соответственно и наибольшим значением модуля упругости равным. Наблюдаемое ухудшение трибологических характеристик этого образца обусловлено крупнозернистой структурой. В этом случае размеры зерен составляют примерно 2000–50000 нм .

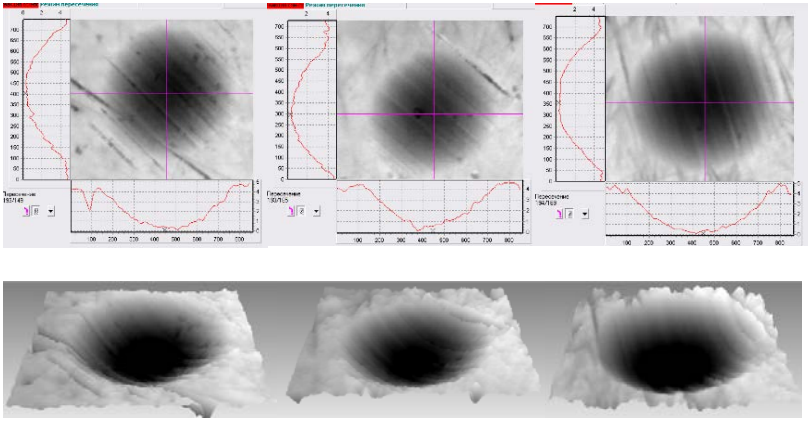
Из полученных данных следует, что износостойкость исследуемых композитов повышается с уменьшением размера зерна и с увеличением параметров H, H/E и H^3/E^2 (см. табл. 2.6).

Таким образом установлено, что методом плазменно-искровым спеканием 49,47%Fe–31,04%Cu–8,73%Ni–7,76%Sn–3%VN, у которой размер зерен составлял 5000–25000 нм, получен нанокомпозит с повышенными механическими и трибологическими характеристиками. Высокие значения параметров H, H/E, H^3/E^2 при относительно низком значении модуля упругости являются показателем высокой износостойкости спеченного композита. Эти параметры в свою очередь существенно зависят от размера зерен.

Для прогнозирования износостойкости таких композитов можно использовать параметры H/E и H^3/E^2, характеризующие стойкость материала упругой деформации разрушения и сопротивление материала пластической деформации, соответственно. Полученные результаты могут быть использованы для разработки композиционных алмазосодержащих материалов для кольцевых сверл и буровых коронок.

Исследование методом «calo-test» трибологических характеристик спеченных образцов также показало существенное изменение свойств, обусловленное физической природой и структурой. Характерные микроснимки, полученные методом «calo-test», областей износа спеченных образцов после трения стальным шариком диаметром 10 мм при нагрузке P=1N и скорости вращения 72 об/мин в течение 120 с представлены на рис. 2.24. В этом эксперименте износ происходит за счет вращения стального шарика по поверхности

образцов в суспензии, содержащей 20 % алмазного порошка размерами 0,5–1 μm (2.24. 1, *б*). Из представленных профилограмм видно, что для наноструктурного образца 2 глубина лунки износа (2.24, *б*) имеет меньшее значение, чем для крупнозернистых образцов 1 (рис. 2.24, *а*) и 3 (рис. 2.24, *в*). Изменение глубины лунки износа и, как следствие, трибологических свойств спеченных образцов обусловлено физической природой и структурой.



а *б* *в*

Рис. 2.24. 2D (сверху) и 3D топографии лунок износа, полученные методом «calo-test», после трения стальным шариком поверхности образцов №1 (*a*), №2 (*b*) и №3 (*c*)

Действительно, минимальный объем изношенного материала 86315504 мкм^3 (табл. 2.7) и, как следствие, минимальный износ, был достигнут для наноструктурного образца 2 с наибольшей твердостью и наименьшим модулем упругости, равными 5,37 и 125 ГПа соответственно. Пониженная износостойкость образцов 1 и 3 по сравнению с образцом 2 обусловлена более крупным размером зерен и более низкими уровнями твердости H и параметров H/E, H^3/E^2.

Результаты трибологических испытаний, полученных методами «pin-on-disc» и «calo-test», хорошо коррелируют с результатами физико-механических свойств спеченных композитов.

Из полученных данных следует, что износостойкость исследуемых композитов повышается с уменьшением размера зерна и с увеличением параметров H, H/E и H^3/E^2.

Таблица 2.7. Трибологические характеристики образцов, полученные методом «calo-test»

Образец	**Состав**	**Диаметр лунки износа *D*, мкм**	**Объем изношенного материала *V*, мкм^3**
1	Fe–Cu–Ni–Sn	2424	169406326
2	Fe–Cu–Ni–Sn–VN	2048	86315504
3	Fe–Cu–Ni–Sn	2919	356406336

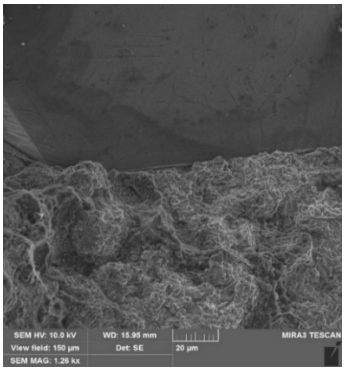
Таким образом, установлено, что методом плазменно-искровым спеканием 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn и 49,47%Fe–31,04%Cu–8,73%Ni–7,76%Sn–3%VN с размером зерен 2000–5000 нм с повышенными механическими и трибологическими характеристиками. Высокие значения параметров H, H/E, H^3/E^2 при относительно низком значении модуля упругости являются показателем высокой износостойкости спеченных композитов. Эти параметры в свою очередь существенно зависят от размерного эффекта. Для прогнозирования износостойкости таких композитов можно использовать параметры H/E и H^3/E^2, характеризующие стойкость материала упругой деформации разрушения и сопротивление материала пластической деформации соответственно. Оптимальным с точки зрения механических и трибологических характеристик является композит состава 49,47%Fe–31,04%Cu–8,73%Ni–7,76%Sn–3%VN, у которого размер зерен после спекания составляет 20–400 нм. Этот композит обладал наибольшими H, H/E, H^3/E^2 и наименьшими значениями модуля упругости и объемного износа. Полученные результаты могут быть использованы для разработки композиционных алмазосодержащих материалов в качестве рабочих элементов в кольцевых сверлах и буровых коронках для геологоразведочной промышленности.

2.5.8 Фрактографический анализ спеченных образцов КАМ

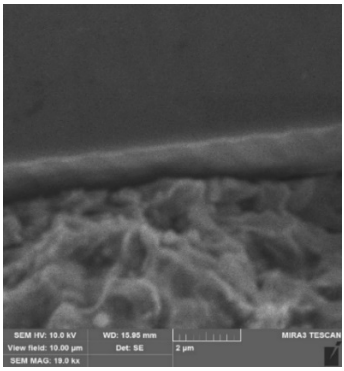
На рис. 2.25 представлены картины изломов в образцах КАМ 1 (C_{VN} = 0 %) и 5 (C_{VN} = 2 %) (см. табл. 1.1) в разных точках и при разных увеличениях.

При испытании ударом при 20 °С на изломах матрицы образцов КАМ 1 (см. рис. 2.25, *а, б*) и 2 (см. рис. 2.25, *б, г*) на микро- и макроуровнях преобладает вязкий ямочный рельеф вследствие зарождения полостей, их роста и разрушения перепонок между ними. Однако в матрице образца КАМ 10 преобладают равноосные ямки отрыва, а в матрице образца КАМ 11 – ямки сдвига. При этом структура матрицы образца КАМ 11 (см. рис. 2.25, *г*) по сравнению с образцом КАМ 10 (см. рис. 2.25, *б*) становится более мелкозернистой, рельефной и дефектной. Кроме этого, в матрице образца КАМ 10 (см. рис. 2.25, *а, б*) наблюдается меньшее количество ямок, а в матрице образца 11 (см. рис. 2.25, *б, г*) – большее количество ямок. Все это свидетельствует о положительном влиянии добавки нитрида ванадия на механические свойства КАМ.

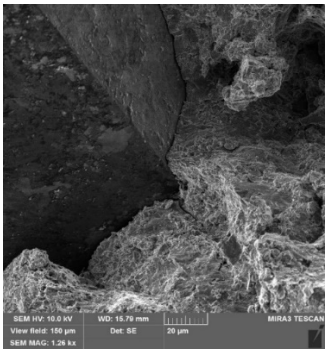
При увеличении концентрации нитрида ванадия в составе образцов КАМ качественных изменений рельефа изломов матрицы не наблюдается, однако уменьшилась площадь вязкой подстройки и быстрее реализовалось хрупкое межзеренное разрушение. Характерной особенностью полученных результатов является то, что на поверхности алмазных зерен в образцах КАМ, содержащих добавку нано-VN (см. рис. 2.25, *в, г*), по сравнению с образцами КАМ без добавки нано-VN (см. рис. 2.25, *а, б*), выявлены многочисленные включения (агрегаты) неправильной формы или остатки металла. Эти включения достаточно равномерно распределены на поверхности алмазного зерна образце КАМ 11, в то время как на поверхности алмазного зерна образца КАМ 10 включения отсутствуют.



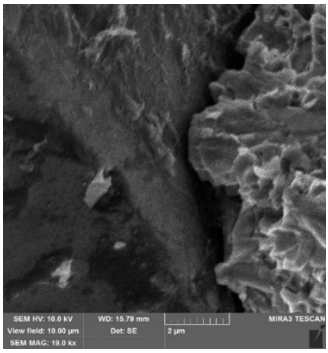
а



б



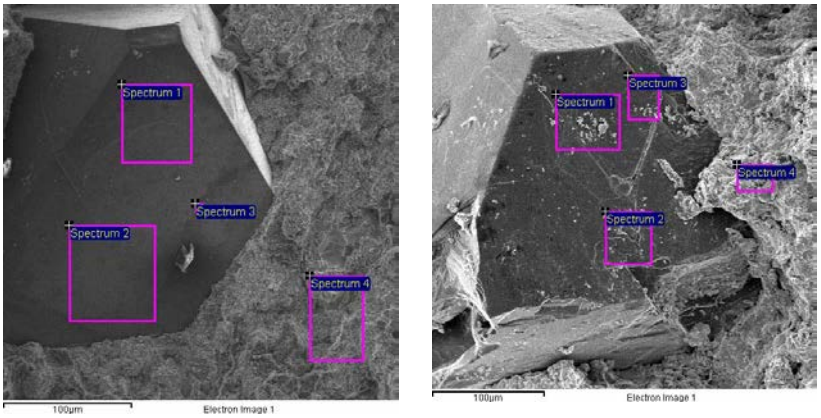
в



г

Рис. 2.25 – Фрактографические особенности излома образцов КАМ 1 (*а*, *б*) и 5 (*в*, *г*) при температуре +20 °С вблизи границы деления алмаз–матрица при увеличении

Для определения состава фаз, сформировавшихся в процессе спекания, выполнен энергодисперсионный микроанализ (EDS). На рис. 2.26 для примера представлены типичные электронно-микроскопические изображения образцов КАМ 10 и 11, полученные в композиционном контрасте с зонами проведения микроанализа. Результаты определения элементного состава в весовом соотношении приведены в табл. 2.8.



а *б*

Рис. 2.26 – СЭМ-изображения микроструктуры спеченных образцов, полученные в композиционном контрасте, с зонами проведения микроанализа: *а* – образец 10; *б* – образец 11

Таблица 2.8 - Элементный состав разных участков образцов КАМ № 10 и 11, полученных из анализа их спектров характеристического рентгеновского излучения

Образец	**Спектр**	**Содержание химических элементов, % (по массе)**						
		C	**N**	**V**	**Fe**	**Ni**	**Cu**	**Sn**
10	1	100,00	–	–	–	–	–	–
	2	100,00	–	–	–	–	–	–
	3	97,48	–	–	–	–	2,52	–
	4	12,72	–	–	68,62	9,00	8,73	0,92
11	1	89,99	–	2,39	4,71	1,52	1,39	–
	2	94,54	–	1,19	4,22	–	–	–
	3	90,16	–	2,50	6,51	–	0,83	–
	4	19,23	–	11,92	21,79	19,87	21,74	5,45

На основе данных микрорентгеноспектрального анализа обнаружено, что образец 10 состоит из фаз $C_{алмаз}$ (спектры 1, 2, табл. 2.8, рис. 2.26, *а*), $C_{алмаз}$ и Cu в незначительном количестве (спектр 3, табл. 2.8, рис. 2.26, *а*) и ОЦК твердого раствора на основе α-Fe с разным содержанием элементов (с преобладанием углерода, никеля и меди) (спектр 4, табл. 2.8, рис.2.15, *б*).

Введение нано-VN в количестве 2 % в состав композита 11 приводит к измельчению структуры (размеры основных составляющих, в частности железа и меди уменьшились см. рис. 2.26, *б* и *а* соответственно). В этом случае контакт алмаз–матрица становится плотным и не содержит видимых зазоров и пор. Структура образца КАМ 11 сформирована из зерен алмаза ($C_{алмаз}$), на поверхности которого находятся в небольшом количестве элементы V, Fe, Ni и Cu (спектры 1–3, рис. 2.26, *б*, табл. 2.8) и ГЦК твердых растворов, содержащих железо, никель, медь, ванадий и олово в разных сочетаниях (спектр 4, рис. 2.26, *б*, табл. 2.8). Это свидетельствует о том, что добавление 2 % нано-VN в состав образца КАМ 11 способствует улучшению содержания алмазных зерен металлической матрицей и, как следствие, повышает его износостойкость.

Следовательно, добавляя необходимое количество нано-VN в состав КАМ на основе Fe–Cu–Ni–Sn-матриц можно реализовать двойной эффект улучшения механических и эксплуатационных свойств КАМ, а именно: обеспечить химическую связь алмазных зерен с металлической матрицей с одной стороны и обеспечить надежное металлическое зажатие алмазных зерен матрицей композита. А это в свою очередь позволит эффективно использовать потенциальные возможности алмазов в матрице (противодействовать преждевременному выпадению алмазных зерен из металлической матрицы) и тем самым повысить износостойкость и производительность инструментов. В образцах 6, 8 и 9, содержащих 4, 8 и 10 % нано-VN соответственно, фазовый состав аналогичен фазовому составу образца КАМ 11 и отличается лишь содержанием компонентов в твердых растворах.

Полученные результаты согласовываются с данными [101], в которых добавление наноразмерного порошка нитрида ванадия в состав изучаемых образцов КАМ привело к повышению твердости, прочности на изгиб и износостойкости вследствие измельчения структуры и уменьшения ширины зазора между алмазным зерном и матрицей от 3,99 до 2,06 мкм. В [101] также отмечено, что превышение содержания нано-VN в составе КАМ приводит к ухудшению его механических свойств.

В [65] также отмечено, что механические свойства в мелкозернистых композиционных материалах на основе матрицы Fe–Cu имеют более высокие значения, чем у крупнозернистых аналогов. Необходимо отметить, что значения *H* и *E* для материала матрицы спеченных образцов КАМ значительно превышают значение *H* (5,37 ГПа) и *E* (125 ГПа) образца материала матрицы 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn, содержащего 3 % нано-VN, сформированного в аналогичных условиях [114]. Более того, твердость *H* (5,2 ГПа) и модуль упругости *E* (197 ГПа), а также параметры *H/E* (0,0264) и H^3/E^2 (3,62 МПа) материала матрицы базового образца состава 51%Fe–32%Cu– 9%Ni–8%Sn (образец 1, см. табл. 2.4) значительно превышает твердость *H* (2,68 ГПа), модуль упругости *E* (125 ГПа), параметры *H/E* (0,013) и H^3/E^2 (0,49 МПа) аналогичного образца, сформированного спеканием при температуре 800 °С с последующим горячим допрессованием при давлении 160 МПа [114].

Таким образом, экспериментально подтверждено, что использование нано-VN при концентрации (2, 4, 6 и 8%) в составе композита 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn и применение плазменно-искрового спекания в интервале температур 20–1000 °С при давлении 30 МПа в течение 5 мин перспективно для производства КАМ с повышенными механическими характеристиками и высокоэффективными камнеобрабатывающими инструментами на их основе.

2.6. Улучшенине механических и эксплуатационных свойств композиционных алмазосодержащих материалов системы $C_{алмаз}$–(Fe–Cu–Ni–Sn) с добавкой микропорошка CrB_2

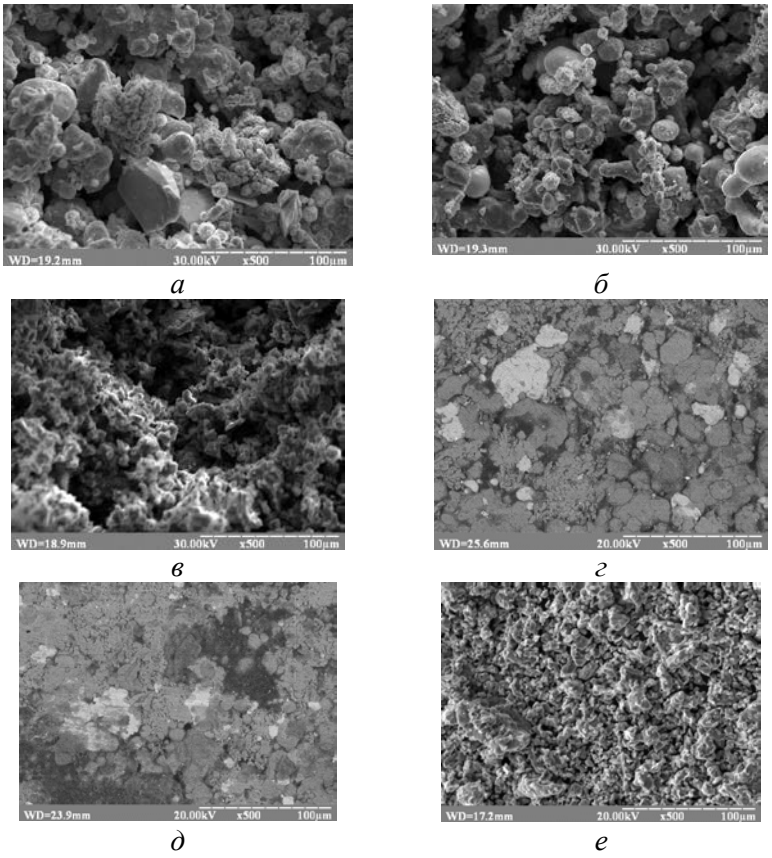
2.6.1 Морфология исходных материалов

На рис. 2.27, *а* представлено СЭМ-изображение исходной смеси порошков железа, меди, никеля, олова и диборида хрома для спекания образцов системы $C_{алмаз}$–(Fe–Cu–Ni–Sn)–CrB_2. Компоненты смеси характеризуются относительно равномерным распределением, их размер изменяется в интервале 5–25 мкм.

Частицы порошка железа – более крупные темно-серые частицы на фоне более светлых мелких частиц со средним размером 10–25 мкм, имеют неправильную (камнеподобную) форму. Наблюдаются также частицы железа более крупных размеров, которые образовались вследствие слипания более мелких частиц агломерата. Частицы порошка меди размером 5–15 мкм имеют менее плотную и более тонкую пространственную дендритную структуру с ярко выраженными ветвями, что обуславливает уменьшение относительной насыпной плотности и препятствует их плотной укладке в насыпном состоянии.

Частицы порошка никеля со средним размером 5–10 мкм имеют округлую форму с очень плотной структурой, что обуславливает, как и в порошках железа, высокую плотность упаковки в насыпном состоянии. Частицы порошка олова имеют шаровидную форму, хотя встречаются частицы удлиненной формы. На их поверхности наблюдаются наплывы металла, а также частицы малого размера (сателлиты). Округлая форма частиц хорошо способствует плотной упаковке в насыпном состоянии.

Частицы порошка CrB_2 в исходной смеси 49,98%Fe–31,36%Cu–8,82%Ni–7,84%Sn–2%CrB_2 достаточно равномерно распределены по поверхности частиц железа, меди, никеля и олова и не образуют сплошного каркаса или значительных по объему агломератов (см. рис. 2.27, *б*). Морфология исходного порошка CrB_2, внесенного в смесь порошков железа, меди, никеля и олова, показана на рис. 2.27, *в*. Размер зерен порошка CrB_2 находится в интервале от 0,5 до 7 мкм. Наблюдали частицы порошка CrB_2 больших размеров, которые образовались, скорее всего, в результате слипания более мелких частиц. Согласно [55], частицы CrB_2 имеют однофазную структуру с параметрами решетки a = 0,2972 нм, c = 0,3069 нм.



а *б* *в* *г* *д* *е*

Рисунок 2.27 – СЭМ-изображение смесей 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn (*а*), 49,98%Fe–31,36%Cu–8,82%Ni–7,84%Sn–2%CrB_2 (*б*) и порошка CrB_2 (*в*) в исходном состоянии, а также холодных брикетов (*г*), (*д*) и (*е*), полученных из них соответственно при давлении 500 Мпа

В процессе прессования смеси 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn все ее составляющие деформируются в результате контактирования между собой (см. рис. 2.27, *г*). При этом форма и размеры частиц железа (крупные зерна светлого и серого цвета) и никеля (более мелкие частицы серого цвета) не изменяются. В то время как частицы меди и олова изменили как форму, так и размеры. В этом случае уплотнение составляющих смеси происходит путём

подстройки поверхностей смежных частиц одна к другой. Такой механизм прессования порошков способствует увеличению площади контакта, что важно для спекания этих систем. Структура брикета, полученного на основе смеси 49,98%Fe–31,36%Cu–8,82%Ni–7,84%Sn–2%CrB_2, характеризуется равномерным распределением зерен CrB_2 (мелкие зерна светлого цвета) по всему объему материала (см. рис. 2.27, *д*).

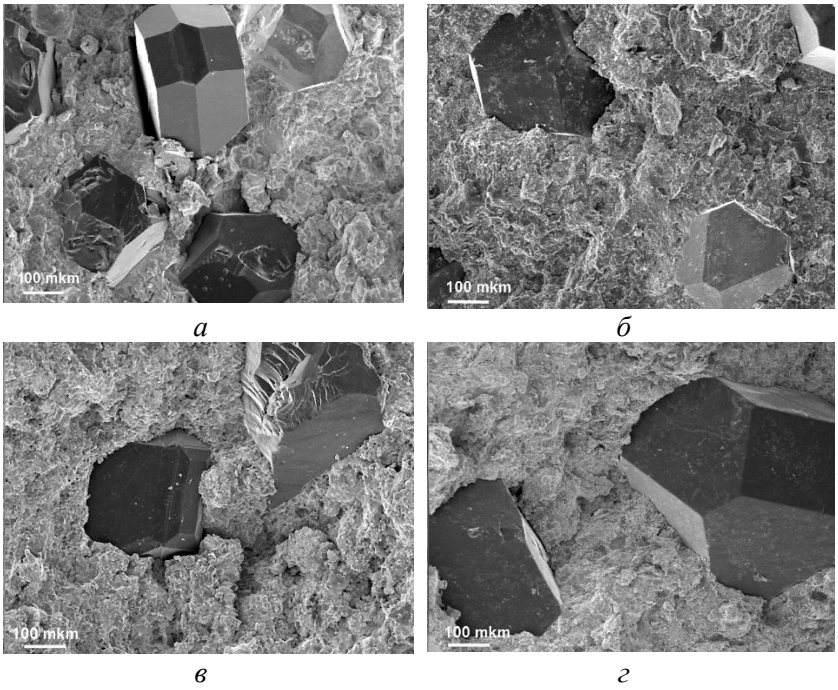
В этом случае частицы CrB_2 плотно контактируют с компонентами шихты, что может улучшить взаимную растворимость и повлиять на образование новых фаз и, следовательно, физико-механические свойства материала. На фрактограмме прессовки порошка CrB_2 отсутствуют признаки сваривания (см. рис. 2.27, *е*). Форма частиц порошка CrB_2 практически не изменилась.

2.6.2 Результаты исследований структуры образцов КАМ методом сканирующей электронной микроскопии

На рис. 2.28 представлены СЭМ-изображения участков спеченных образцов КАМ, иллюстрирующие особенности контакта алмаз–матрица.

В образцах КАМ алмазные зерна расположены неоднородно, их размеры находятся в диапазоне 300-450 мкм. В образце 1 на границе деления алмаз–матрица имеются зазоры и несплошности, а также наблюдаются ямки, образовавшиеся вследствие выпадения алмазных зерен из матрицы КАМ (см. рис. 2.28, *а*). В то же время в образцах 2–4, содержащих в составе добавки CrB_2 контакт алмаз–матрица плотный без видимых зазоров и несплошностей (см. рис. 2.28, *б–г*). На поверхности излома этих образцов также не обнаружены ямки от выпавших алмазных зерен.

Структуры изучаемых образцов различаются. Размеры зерен матрицы 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn КАМ (образец 1) составляют 5–40 мкм, между зернами имеются тонкие, хорошо сформированные границы, на которых присутствуют поры, а на границе раздела алмаз–матрица наблюдаются полости, несплошности и зазоры (см. рис. 2.29, *а*).



а *б*

в *г*

Рисунок 2.28 – Микроструктурные изображения поверхности излома спеченных образцов КАМ без добавки (*а)* и с добавлением CrB_2 в количестве 2 % (*б*), 4% (*в*), 6% (*г*)

На основе данных микрорентгеноспектрального анализа можно считать, что структура этого образца состоит из ОЦК твердого раствора на основе α-Fe, содержащего небольшое количество никеля, меди и олова (An1, табл. 2.9), ГЦК твердого раствора на основе Cu (An 2, табл. 2.9) и твердого раствора никеля и железа в двойном соединении системы Cu–Sn (γ- фаза, An3, табл. 2.9).

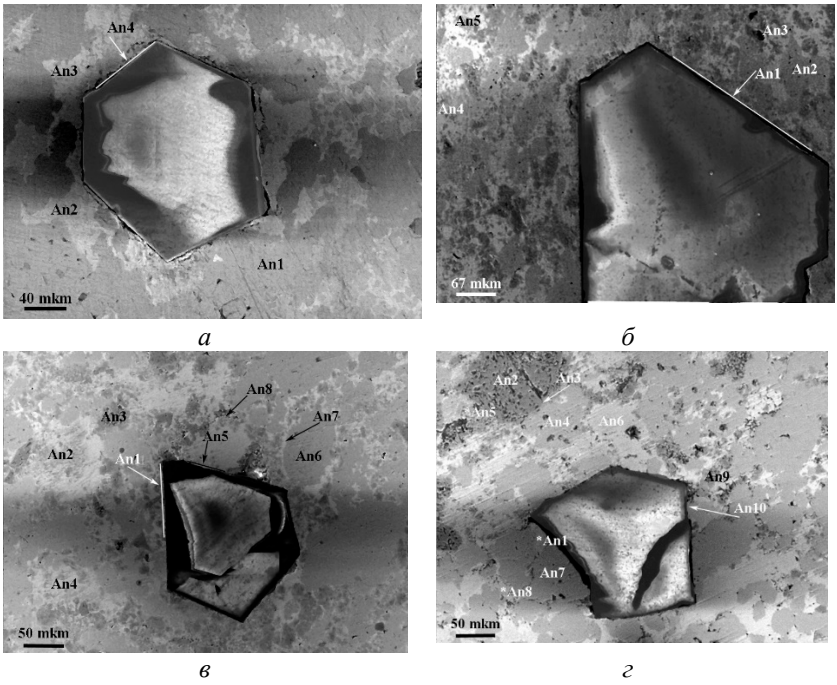


Рисунок 2.29 – СЭМ-изображение поверхности спеченных образцов КАМ с разным содержанием CrB_2: (*а*) 0%; 2% (*б*); 4% (*в*); 6% (*г*) 6%

Таблица 2.9 - Рентгеноспектральный анализ спеченных образцов КАМ с разным содержанием CrB_2

Образец	Обозначение замера	Содержание элементов, % (по массе)					Фазы
		Fe	Ni	Cu	Sn	Cr	
1	An1	99,3	0,3	0,4	–	–	α_{Fe}
	An2	3,3	1,0	85,4	12,3	–	γ_{Cu}
	An3	1,2	9,2	54,1	35,5	–	$\gamma_{Cu–Sn}$
	An4*	40,4	9,3	30,0	20,3	–	
2	An1	16,4	5,7	74,0	1,8	2,1	γ_{Cu}
	An2	3,9	0,8	2,7	0.8	91,8	CrB_2
	An3*	5,2	19,0	44,2	8,1	23,5	
	An4	98,0	1,0	1,0	–	–	α_{Fe}
	An5	45,8	4,6	39,2	6,2	4,2	α_{Fe}
	An6	–	1,5	96,3	2,2	–	γ_{Cu}
	An7	95,3	1,5	2,6	–	0,6	α_{Fe}
	An8	10,4	8,5	71,4	7,9	1,8	γ_{Cu}
	An9	18,8	8,5	37,5	15,0	20,2	γ_{Cu}
	An10	6,9	4,2	69,2	12,8	7,1	γ_{Cu}
3	An1	2,4	10,6	69,3	11,0	6,7	γ_{Cu}
	An2	96,8	1,7	0,9	–	0,6	α_{Fe}
	An3*	1,3	16,5	34,7	5,8	41,7	
	An4*	12,3	12,7	39,6	13,3	22,1	
	An5*	21,5	10,7	30,0	21,8	16,0	
	An6	1,9	–	1,3	–	96,8	CrB_2
	An7	0,7	14,7	45,6	37,9	1,1	$\gamma_{Cu–Sn}$
	An8	0,6	58,6	17,1	13,8	9,9	γ_{Ni}
4	An1*	2,2	24,9	24,0	6,9	42,0	
	An2	–	4,2	85,4	6,4	4,0	γ_{Cu}
	An3	2,7	5,6	5,5	1,0	85,2	CrB_2
	An4	4,1	5,4	73,2	11,8	5,5	γ_{Cu}
	An5*	39,8	7,1	41,2	8,9	3,0	
	An6	99.3	0,7	–	–	–	α_{Fe}
	An7	5,6	16,5	39,7	38,2	–	$\gamma_{Cu–Sn}$
	An8*	1,2	15,2	39,4	7,7	36,5	
	An9	–	3,1	82,0	12,8	2,1	γ_{Cu}
	An10	1,5	–	2.6	–	95,9	CrB_2

*Результаты анализа в табл. 2.9, помеченные звездочками, допускают неоднозначную трактовку. Возможно сканирование производилось в области, включающей смесь фаз.

Введение порошка CrB_2 в количестве 2 % в состав композита 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn (образец 2) приводит к измельчению структуры (размеры основных составляющих, в частности железа и меди уменьшились с 5–40 мкм до 2–10 мкм). (см. рис. 2.29, *б*). В этом случае контакт алмаз–матрица становится плотным и не содержит видимых зазоров и пор [115].

Структура этого КАМ сформирована из ОЦК твердого раствора на основе α-Fe (An4, An7, табл. 2.9), ГЦК твердого раствора с разным содержанием элементов (с преобладанием меди) (An1, An6, An8, An10) или железа (An5) и твердого раствора на основе CrB_2 (An2). В образцах 3 и 4, содержащих CrB_2 4 и 6 % соответственно наблюдаются β- и γ- фазы в двойном соединении системы Cu–Sn–An5 и An7 соответственно (см. табл. 2.9), но размеры основных фаз у них крупнее, чем в образце 2 и достигают 15 мкм (см. рис. 2.29, *в, г*). Фазовый состав образце 5, содержащий 8 % CrB_2, аналогичен составу образца 4 и отличается только содержанием компонентов в твердых растворах.

Эти результаты хорошо согласуются с результатами исследования [55]. Так, согласно [55] структура образца 1 состоит из фаз α-Fe (параметр кристаллической решетки (a = 0,28680 нм), Cu ((a = 0,36087 нм), Cu_9NiSn_3 (a = 1,8020 нм), $NiSn_3$ (a = 0,5296 нм, c = 0,4283 нм) с размером зерен 5–20 мкм. Определены кристаллическая структура компонентов и фазовый состав композита (Cu~47,2 ± 4,6 %, Fe ~ 30,6 ± 3,8, Cu_9NiSn_3 ~ 15,1 ± 2,1 %, Ni_3Sn ~ 7,1 ± 2,5 %). Введение порошка 2 % CrB_2 в состав композита 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn приводит к измельчению структуры (размеры основных составляющих, в частности железа и меди уменьшились с 5–50 мкм до 2–4 мкм). Структура этого композита состоит из фаз α-Fe (a = 0,2877 нм), Cu (a = 0,3689 нм), Cu_9NiSn_3 (a = 1,801 нм), $NiSn_3$ (a = 0,52958 нм, c = 0,4281 нм) и CrB_2 (a = 0,2972 нм, c = 0,3069 нм). Изолированные включения CrB_2 располагаются как по границам зерен, так и в объеме, а поры на межфазных границах практически исчезают.

Таким образом, из анализа полученных данных следует, что добавление порошка CrB_2 от 2 до 6 % в состав композита 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn (образцы 2–4) приводит к измельчению структуры и образованию плотного контакта на границе раздела алмаз–матрица, на котором отсутствуют поры и зазоры (см. рис. 4.3, *б–г*). Подобные закономерности изучались и для КАМ на основе матрицы Fe–Cu [101]. Согласно [98], добавление 2% VN в состав КАМ на основе Fe–Cu привело к повышению прочности на изгиб на 25 % и твердости на 20 % и износостойкости вследствие измельчения структуры и уменьшения ширины зазора между алмазным зерном и матрицей от 3,99 до 2,06 мкм. В [101] также отмечено, что превышение содержания VN в составе КАМ приводит к ухудшению его механических свойств. Однако природа сцепления алмазных зерен с металлической матрицей КАМ не установлена. Неисследованными остаются процессы формирования нанонеоднородностей в переходной зоне алмаз-матрица и их влияние на закрепленность алмазных зерен в матрице, механические и трибологические свойства КАМ.

2.6.3 Рентгеноструктурный анализ спеченных образцов

На рентгенограмме спеченного образца 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn (рис. 2.30) (образец 1) зарегистрированы интерференционные рефлексы от плоскостей 111, 200, 311 меди (параметр решетки a = 3,6087 Å), 111, 200 железа (a = 2,868 Å), 101, 200, 201 фаз $NiSn_3$ (a = 5,2958 Å, c = 4,283 Å) и 511, 600, 551, 642 Cu_9NiSn_3 (a = 18, 02 Å).

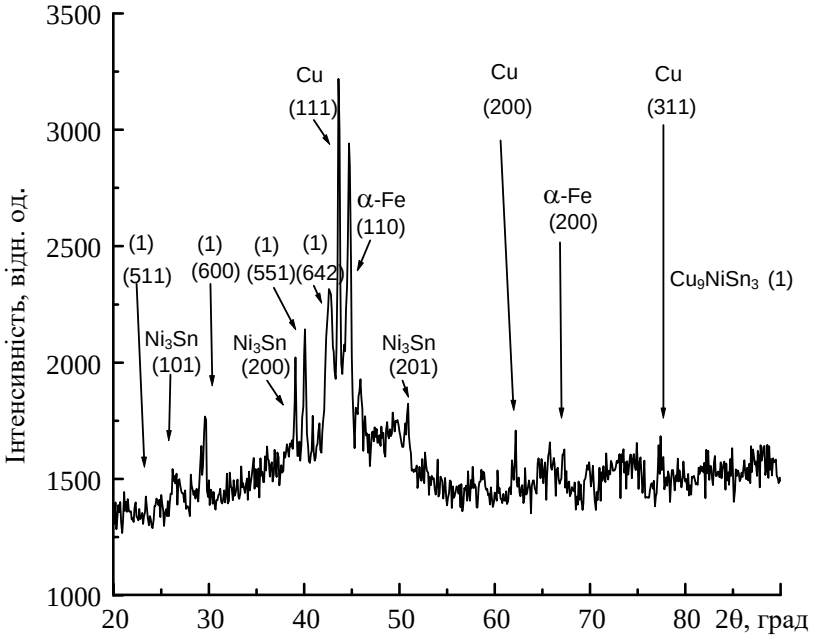


Рисунок 2.30 – Фрагмент рентгеновского спектра спеченного образца 1

Характеристики кристаллической структуры и фазового состава этого образца приведены в табл. 2.10. Анализ полученных результатов показал, что в процессе формирования образца 1 происходит взаимодействие элементов, что приводит к образованию новых фаз Cu_9NiSn_3 і $NiSn_3$ и твердых растворов на основе меди и железа, что подтверждается изменением параметров кристаллической решетки, по сравнению с чистыми элементами для меди (a = 3,615 Å) и железа (a = 2,864 Å). Образовавшиеся фазы упрочняют структуру композита.

На основе полученных результатов можно заключить, что структура спеченного образца 1 состоит из фаз α-Fe, Cu, Cu_9NiSn_3 і $NiSn_3$

Таблица 2.10. Кристаллическая структура и фазовый состав образца 1.

Фаза	**Пространственная группа**	**Параметры решетки, Å**			**Фазы, % (по массе) по методу**	
		a	***b***	***c***	**СЭМ**	**рентгеновской дифракции**
Cu	*Fm*3*m*	3,6087	–	–	42,2	47,2±4,6
Fe	I*m*3*m*	2,868	–	–	36,4	30,6±3,8
Cu_9NiSn_3	*F*-43*m*	18,02	–	–	21,4	15,1±2,1
$NiSn_3$	*P*6/*mmc*	5,2958	–	4,283		7,1±2,5

На рентгенограмме спеченного образца 2 (рис. 2.31, содержащих в своем составе добавку CrB_2 в количестве 2 % (по массе), зарегистрированы отпечатки от плоскостей (110), (200), (311) для меди; (110), (200) – железа; (200), (201) – $NiSn_3$; (511), (600), (551), (642) – Cu_9NiSn_3; (001), (100), (110) – CrB_2. Эти данные согласуются с литературными значениями картотеки ICPDS-ASTM [115]. Характеристика кристаллической структуры и фазового состава этого образца приведены в табл. 2.10, 2.11.

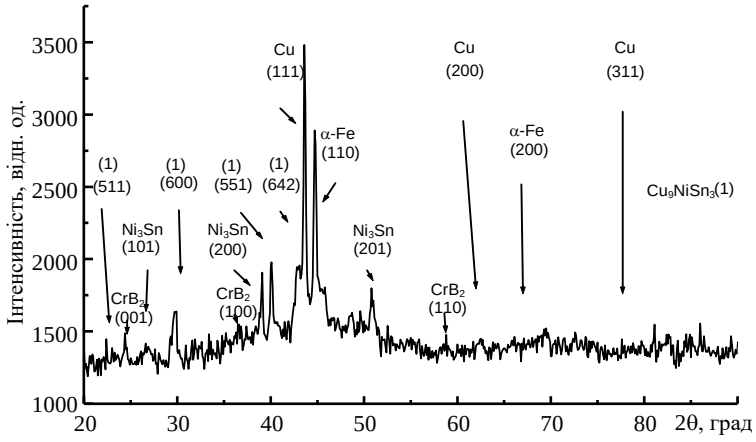


Рисунок 2.31 – Фрагмент рентгеновского спектра спеченного образца 2

Таблица 2.11. Кристаллическая структура и фазовый состав образца 2.

Фаза	**Пространственная группа**	**Параметры решетки, Å**			**Фазы, % (по массе) по методу**	
		a	***b***	***c***	**СЭМ**	**рентгеновской дифракции**
Cu	Fm3m	3,6089	–	–	73,3	75,2±5,9
Fe	Im3m	2,877	–	–	16,4	12,6±4,9
Cu_9NiSn_3	F-43m	18,01	–	–	11,3	4,1±1,9
$NiSn_3$	P6/mmc	5,2949	–	4,281		5,5±2,9
CrB_2	P6/mmm	2,972	–	3,0708		2,8±1,7

Анализ этих результатов показал, что в процессе формирования образца 2 образуются соединения Cu_9NiSn_3 и $NiSn_3$ и твердые растворы на основе меди (параметр кристаллической решетки a = 3,6089 Å), железа (a = 2,877 Å) и диборида хрома (a = 2,972 Å, c = 3,0708 Å). Это подтверждается изменением параметров кристаллической решетки по сравнению с чистыми элементами – медью (a = 0,3615 нм) и железом (a = 0,2864 нм). Уменьшение размера зерна в образце 2 по сравнению с образцом 1 может улучшить его физико-механические свойства. Следует отметить, что при дальнейшем увеличении содержания CrB_2 в составе шихты 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn в структуре образцов 3–5 изменяется фазовый состав, что может дополнительно влиять на их физико-механические свойства.

2.6.4 Результаты исследовании спеченных образцов методом просвечивающей электронной микроскопии

На рис. 2.32 показаны изображения участков микроструктуры на границе раздела алмаз–матрица, полученных методом просвечиваемой электронной микроскопии (ПЭМ), для спеченных образцов КАМ 1 и 2. Структура переходной зоны образцов КАМ 1 (см. рис. 2.32, *а*, *б*) и 2 (см. рис. 2.32, *в*, *г*) существенно отличается от структуры

материала матрицы (см. рис. 2.29). Так, структура переходной зоны образца КАМ 1 состоит из фаз Cu, Ni_3Sn с графитовыми включениями (см. рис. 2.32, *а, б*), что является причиной преждевременного ее разрушения и выпадения алмазных зерен из материала матрицы (см. рис. 2.32, *а*; 2.29, *а*; 5, *а, б*).

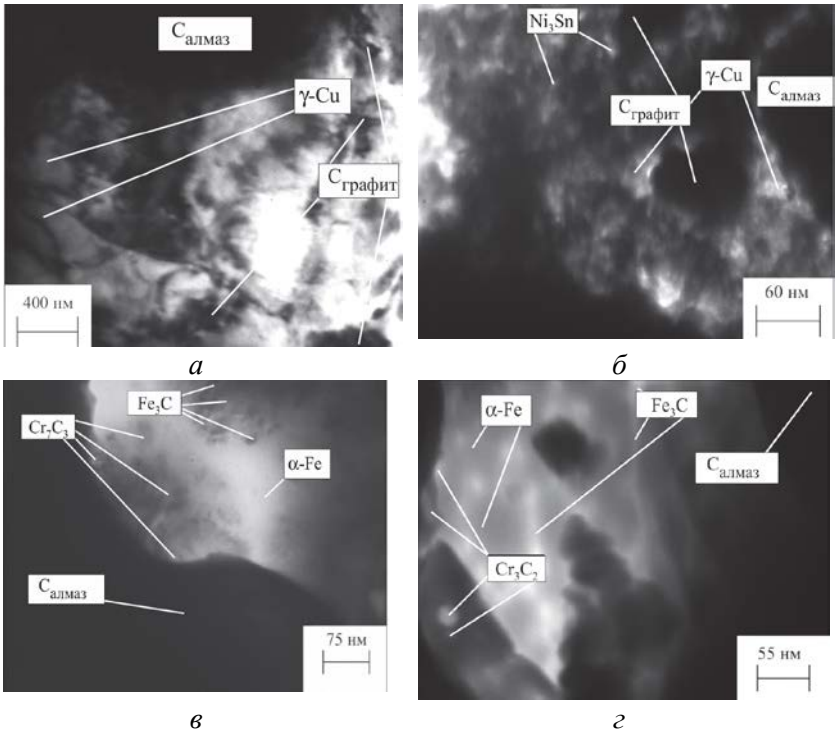
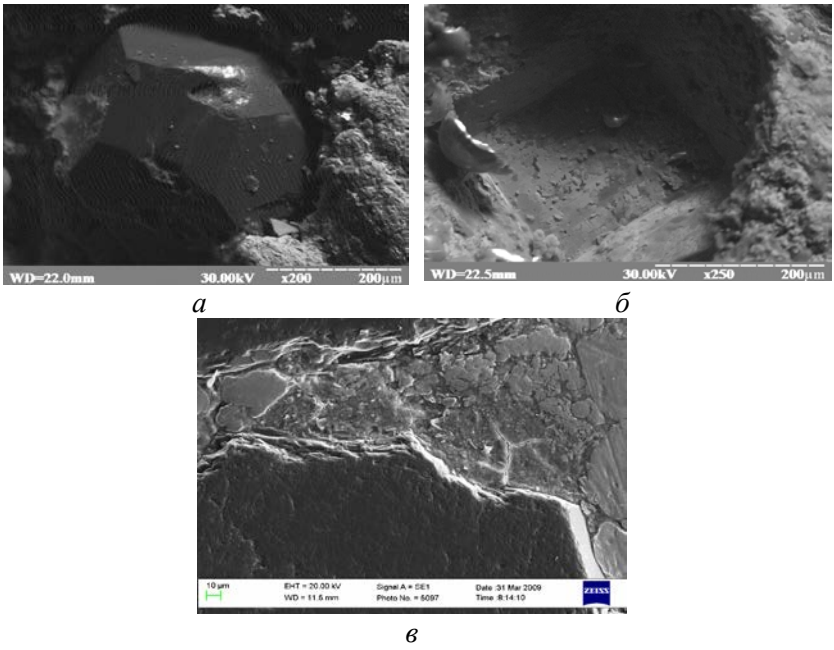


Рисунок 2.32 – ПЭМ-изображения участков микроструктуры переходной зоны алмаз–матрица образцов КАМ 1 (*а, б*) и 2 *(в, г*)

В то же время структура переходной зоны образца 2, содержащая 2% CrB_2, состоит из фаз α-Fe и наноразмерных слоев с Fe_3C, Cr_7C_3, Cr_3C_2 без графитовых включений (см. рис. 2.32, *в, г*), что повышает способность матрицы удерживать алмазные зерна против выпадения в процессе работы. Это обусловлено тем, что выделенный углерод в результате

графитизации поверхностных слоев алмазов связался в карбиды, что улучшает способность матрицы КАМ 2–4 удерживать алмазы против выпадения (см. рис. 2.33*, б–г* и рис. 2.28, *б–г*).



а *б*

в

Рисунок 2.33 – СЭМ-изображение рабочей поверхности образца КАМ 1 (*а*, *б*) после его работы и образца КАМ 5 (*в*)

Указанные эффекты максимально выражены при оптимальном содержании CrB_2 в составе композита. При неправильном или неудачном определении содержимого CrB_2 в составе исходной шихты служебные свойства КАМ ухудшаются. Так, в частности, в матрице образца КАМ 5, содержащей 8% CrB_2, вблизи алмазного зерна наблюдаются трещины по всей высоте алмазосодержащего слоя (рис. 2.33, *в*). Полученные данные позволяют предположить, что для образца КАМ 2, в отличие от образцов КАМ 1, 5, следует ожидать повышенной износостойкости.

2.6.5 Механические свойства спеченных образцов

Типичные кривые зависимости глубины внедрения индентора в поверхность спеченных образцов от нагрузки при микроиндентировании приведены на рис. 2.34. На этих кривых наблюдаются ступеньки, указывающие на нестабильность пластической деформации [116, 117]. При максимальной нагрузке глубина внедрения индентора в поверхность образца 2 меньше глубины внедрения индентора в поверхность образца 1. Большая глубина внедрения индентора в поверхность образца 1 свидетельствует о его недостаточной твердости, а меньшая глубина внедрения индентора в поверхность образца 2 по сравнению с образцом 1 свидетельствует о его более высокой твердости, что обусловлено присутствием CrB_2.

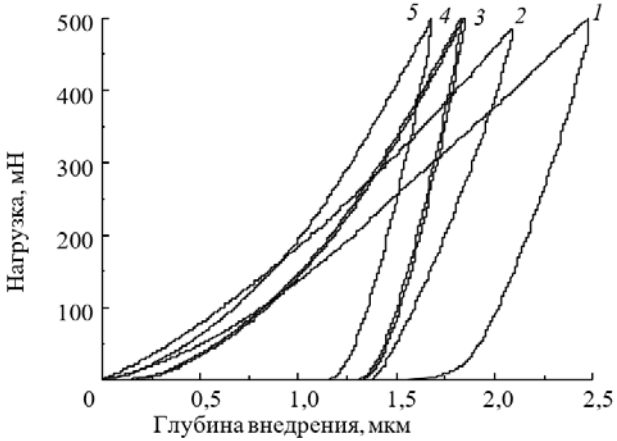


Рисунок 2.34 – Зависимость глубины внедрения индентора в поверхность спеченных образцов от нагрузки

При дальнейшем увеличении содержания CrB_2 в составе исходных веществ глубина внедрения индентора в поверхность образцов продолжает уменьшаться. Среди спеченных образцов минимальная глубина внедрения индентора в поверхность обнаружена для образца 5, содержащего 8 % CrB_2. Следует отметить, что включение тугоплавких и твердых частиц CrB_2 в

составе образцов 2–5 приводят к повышению их твердости по сравнению с образцом 1, и, кроме того, являются барьерами для распространения дислокаций, что повышает прочность.

Результаты исследования физико-механических свойств (твердости и модуля упругости) материала матрицы 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn КАМ с разным содержанием CrB_2 приведены на рис. 2.35. Анализ этих зависимостей показал, что для композита 1 (CrB_2 = 0 %) (рис. 2.35, *а*) значения твердости и модуля упругости составляют 4,475 и 86,6 ГПа соответственно.

В образце 2 при увеличении содержания CrB_2 от 0 до 2 % твердость и модуль упругости возрастают до значений 7,896 и 107,5 ГПа соответственно. При увеличении содержания CrB_2 от 2 до 4% (образец 3) и от 4 до 6 % (образец 4) значения твердости возрастают менее интенсивно, чем в образце 2, содержащем 2 % CrB_2. При дальнейшем увеличении содержания CrB_2 от 6 до 8 % (образец 5) твердость возрастает от 8,586 до 10,201 ГПа, а модуль упругости – от 115,6 до 168,6 ГПа. Выявленный рост механических свойств с увеличением содержания CrB_2 может быть вызван двумя причинами, каждая из которых могла привести к такому результату в отдельности, или это результат их совместного воздействия. Первая причина – прямое влияние добавки CrB_2 на свойства композита. Механические (микротвердость, модуль упругости, предел прочности при сжатии) свойства CrB_2 существенно выше аналогичных свойств основных составляющих композита (железа, меди, никеля и олова). Вторая причина – отличие структуры композитов, содержащих добавку CrB_2 [55]. Результаты определения твердости спеченных образцов согласуются с данными твердости для образцов КАМ, полученных на основе матрицы Fe–Cu–Ni–Sn с добавками CrB_2 горячим прессованием [39].

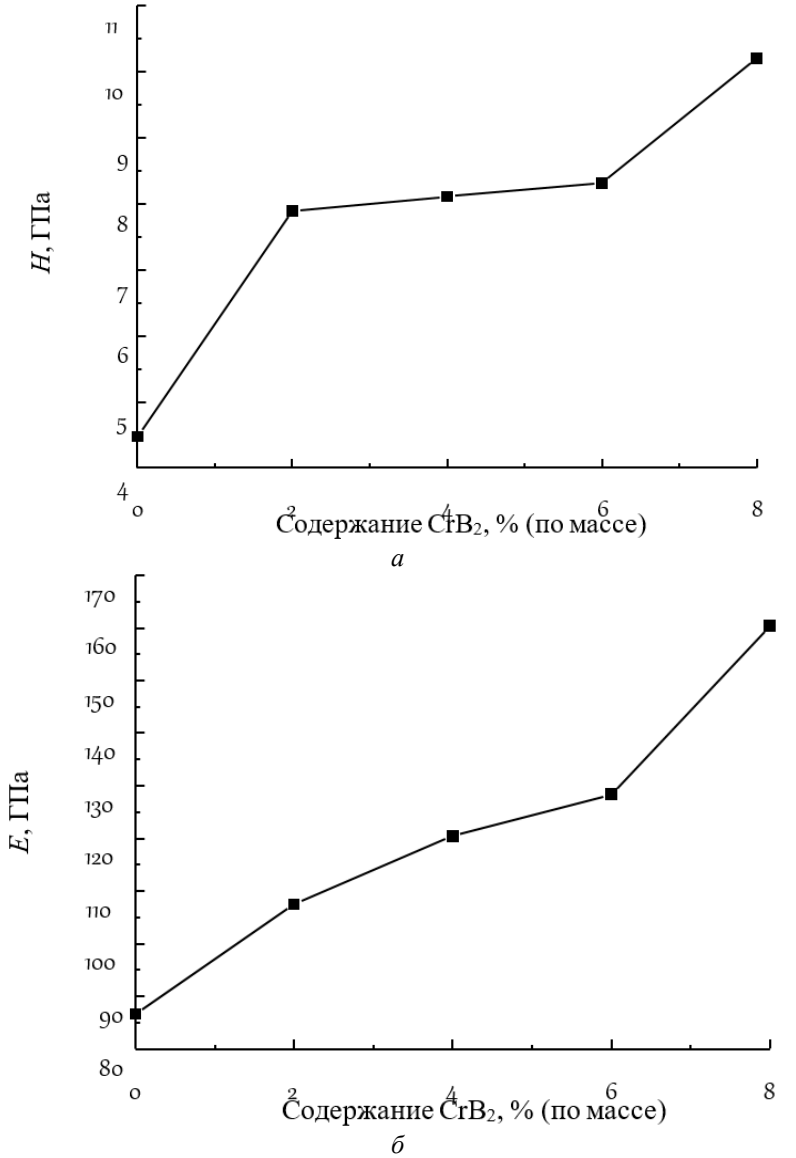


Рисунок 2.35 – Зависимости: а- твердости Н; б- модуль упругости *E* (*б*) от содержания CrB_2 в композите 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn

Результаты исследования стойкости материала упругой деформации разрушения H/E и сопротивления материалу пластической деформации H^3/E^2 для спеченных образцов, имеющих в своем составе добавку CrB_2 разной концентрации, приведены в табл. 2.12. Видно, что значения параметров H/E и H^3/E^2 для рассматриваемых образцов существенно различаются. Так, в образце 1 (без добавки CrB_2) значения H/E и H^3/E^2 составляют 0,0517 и 0,0119 МПа соответственно. В образце 2, имеющей в своем составе добавку CrB_2 в количестве 2 %, значения параметров H/E и H^3/E^2 увеличились от 0,0517 до 0,0735 и от 0,0119 до 0,0427 МПа соответственно. При увеличении концентрации CrB_2 от 2 до 4 % (образец 3) и от 4 до 6 % (образец 4) значения H/E и H^3/E^2 растут менее интенсивно, чем в образце 2, содержащем добавку CrB_2 в количестве 2%. Характерной особенностью полученных результатов является то, что наибольшие значения параметров H/E и H^3/E^2 наблюдается для образца 2, содержащего в своем составе добавку CrB_2 в количестве 2 %.

Таблица 2.12. Механические характеристики спеченных образцов

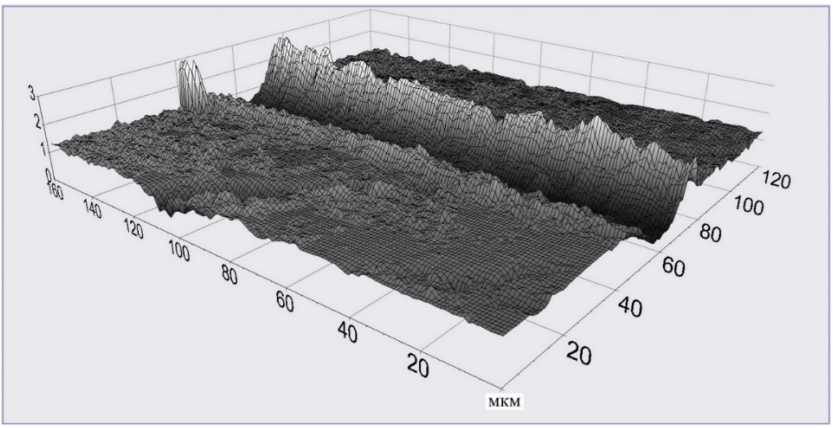
Образец	**Концентрация CrB_2, %**	H/E	H^3/E^2, МПа
1	0	0,0517	0,0119
2	2	0,0735	0,0427
3	4	0,0673	0,0366
4	6	0,0647	0,0348
5	8	0,0636	0.0412

На повышение значений H/E и H^3/E^2 и, как следствие, износостойкости образца 2 по сравнению с образцом 1 еще влияет уменьшение размера зерна.

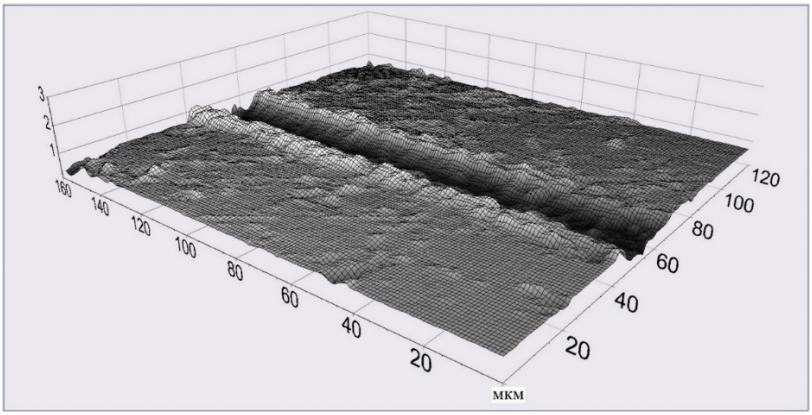
2.6.6 Трибологические свойства спеченных образцов

Изменение топографии дорожек трения (ширины и глубины канавки износа) при возвратно-поступательном трении материала матрицы спеченных образцов 1 и 2 в зависимости от содержания CrB_2 иллюстрирует рис. 2.36. Видно, что ширина и

глубина канавки износа для образца КАМ 1 (см. рис. 2.36, *а*) значительно больше образца КАМ 2 (см. рис. 2.36, *б*). При дальнейшем увеличении концентрации CrB_2 (C^{CrB_2}) глубина и ширина канавки износа изменяется по другому.



а



б

Рисунок 2.36 – 3D-изображение участков дорожек трения материала матрицы спеченных образцов 1(*а*) и 2(*б*)

Результаты исследования скорости износа I материала матрицы спеченных образцов в зависимости от концентрации CrB_2 (C_{CrB_2}) представлены в табл. 2.13. Значения этих параметров в зависимости от концентрации CrB_2 в исходной смеси разнятся. Так, в образце 1 (C_{CrB_2} = 0 %) (см. табл. 2.13) значение скорости износа составляет $21{,}61 \cdot 10^{-6}$ мм^3·Н$^{-1}$·м$^{-1}$. В образце 2 при увеличении C_{CrB_2} от о до 2 % скорость износа уменьшается от $21{,}61 \cdot 10^{-6}$ до $10{,}04 \cdot 10^{-6}$ мм^3·Н$^{-1}$·м$^{-1}$.

Повышенная износостойкость образца 2 по сравнению с образцом 1 обусловлена более мелким зерном (см. рис. 2.29, *б* и *а*) и более высокими значениями твердости и модуля упругости. При увеличении C_{CrB_2} от 2 до 4 % (образец 3) значения скорости износа *I* начинает постепенно увеличиваться. При дальнейшем увеличении C_{CrB_2} в составе исходной шихты (образцы 4 и 5) скорость износа продолжает постепенно увеличиваться.

Таблица 2.13 - Трибологические характеристики материала матрицы спеченных образцов

Образец	**Концентрация CrB_2, %**	***V*, 10^{-6} мм^3**	***I*, 10^{-6} мм^3·Н$^{-1}$·м$^{-1}$**
1	0	5,84	21,61
2	2	2,08	10,04
3	4	3,22	12,10
4	6	3,54	13,26
5	8	4,20	15,66

Максимальная скорость износа $21{,}61 \cdot 10^{-6}$ мм^3·Н$^{-1}$·м$^{-1}$ была зафиксирована для образца 1, который не содержит в составе добавки CrB_2, что коррелирует с твердостью и модулем упругости.

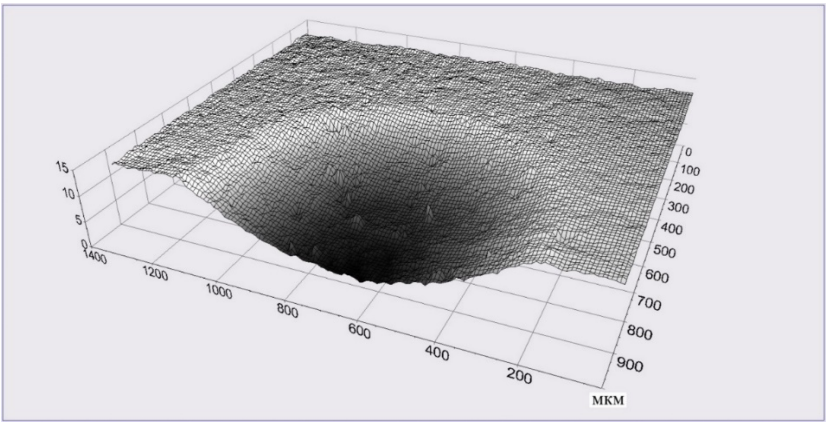
Трибологические испытания спеченных образцов в режиме тестирования «шар-шлиф» при абразивном износе также показали существенное изменение свойств, обусловленное физической природой и структурой. Характерные фотоснимки

областей износа спеченных образцов 1 и 2 после трения стальным шариком диаметром 10 мм при нагрузке 1 Н и скоростью вращения 72 об/мин. в течение 1500 с представлены на рис. 2.37. Из рис. 2.37 следует, что размеры лунки износа этих образцов также отличаются. Наибольший диаметр лунки износа наблюдается для образца 1 (см. рис. 2.37, *а*), а наименьший – для образца 2 (см. рис. 2.37, *б*). При дальнейшем увеличении концентрации CrB_2 диаметр лунки износа для образцов 3–5 несколько возрастает по сравнению с образцом 2. Результаты исследования скорости износа материала *I* матрицы спеченных образцов в зависимости от концентрации CrB_2 (C_{CrB_2}) приведены в табл. 2.14. Из табл. 2.14 видно, что увеличение концентрации C_{CrB_2} также уменьшает скорость износа *I*. Введение C_{CrB_2} в количестве 2 % в состав исходной шихты 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn уменьшает скорость износа от $3{,}38\cdot10^{-3}$ до $1{,}59\cdot10^{-3}$ мм^3·Н$^{-1}$·м$^{-1}$. Повышенная износостойкость образца 2 по сравнению с образцом 1 обусловлена как было уже отмечено выше более мелким зерном (см. рис. 2.29, *б* и *а*) и более высокими значениями твердости и модуля упругости. При увеличении C_{CrB_2} в составе исходной шихты 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn (образец 3) скорость износа постепенно увеличивается до $1{,}59\cdot10^{-3}$ мм^3·Н$^{-1}$·м$^{-1}$. Дальнейшее увеличение C_{CrB_2} в составе исходной шихты (образцы 4 и 5) влияет на скорость износа, которая до $2{,}12\cdot10^{-3}$ до $2{,}65\cdot10^{-3}$ мм^3·Н$^{-1}$·м$^{-1}$ соответственно.

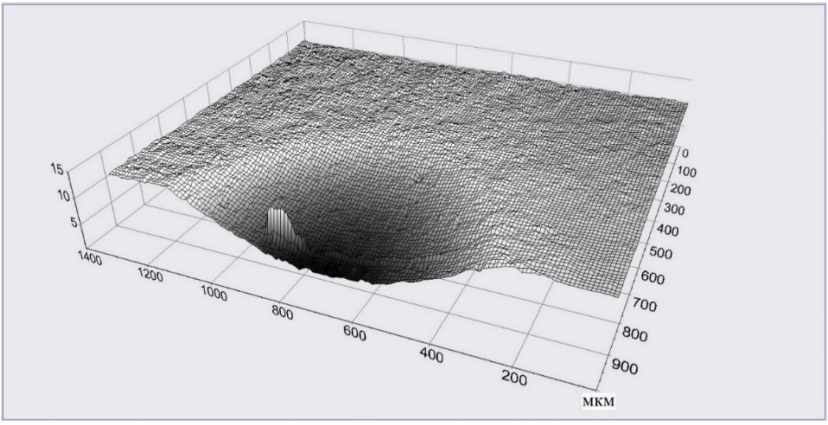
Повышение износостойкости с учетом добавления CrB_2 в состав композита обусловлено теми же причинами, что и при возвратно-поступательном трении, рассмотренном выше.

Таким образом, проведенные исследования показали, что использование добавки CrB_2 в зависимости от ее концентрации в составе композита 51%Fe–32%Cu–9%Ni–8%Sn обеспечивает уменьшение в 2 раза скорости износа. Механизм повышения механических (твердости и модуля упругости) свойств и износостойкости образцов КАМ, содержащих в составе добавки CrB_2, заключается в том, что углерод, выделяющийся при

графитизации поверхностных слоев алмазных зерен связывается в карбиде Fe_3C, Cr_7C_3, Cr_3C_2 (см. рис. 2.32, *в*, *г*).



а



б

Рисунок 2.37 – 3D топографии лунок износа, полученные методом «шар–шлиф», после трения стальной пулькой по поверхности образцов 1(а) и 2(б)

Таблица 2.14. Трибологические характеристики материала матрицы спеченных образцов, определенные в режиме тестирования шар-шлиф

Образец	**Концентрация C_{CrB_2}, %**	**Объем лунки износа *V*, мм^3**	**Скорость износа *I*, 10^{-3} мм^3·Н$^{-1}$·м^1**
1	0	0,38	3,38
2	2	0,18	1,59
3	4	0,20	1,77
4	6	0,24	2,12
5	8	0,30	2,65

Именно это повышает способность материала матрицы удерживать алмазные зерна против их выпадения в процессе работы КАМ (см. рис. 2.28, *б–г* и 4.3, *б–г*). Так, структура переходной зоны образца КАМ 1 состоит из фаз Cu, Ni_3Sn с графитовыми включениями (см. рис. 2.32, *а*, *б*), что является причиной преждевременного ее разрушения и выпадения алмазных зерен из материала матрицы (см. рис. 2.28, *а*; 2.29, *а*; 2.33, *а*, *б*). В то же время структура переходной зоны образца КАМ, не содержащая в составе добавки CrB_2 (образец 1), состоит из фаз Cu, Ni_3Sn с графитовыми включениями (см. рис. 2.32, *а*, *б*), что является причиной преждевременного ее разрушения и выпадения алмазных зерен из материала матрицы (см. рис. 2.29, *а*; 2.30, *а*; 2.33, *а*, *б*).

2.7 Основные направления по повышению работоспособности алмазного породоразрушающего инструмента

2.7.1 Факторы, наиболее влияющие на механизм изнашивания импрегнированных буровых коронок.

Дальнейший технический прогресс в бурении будет зависеть от создания новых, более эффективных сверхтвердых материалов (СТМ), создания и совершенствования на их основе породоразрушающих инструментов с учетом современных

тенденций развития в этой области.

Анализ механизма изнашивания, выполненный с учетом современных представлений о характере контака буровых коронок с горной породой, показал, что на износ матрицы влияет ряд факторов, основными из которых являются конструктивные особенности и ее прочностные характеристики, параметры режима бурения, а также абразивность, гранулометрический состав и концентрация шлама горной породы в призабойной зоне, зависящая от интенсивности разрушения инструментом горной породы [118].

Посредством постепенного обнажения равномерно распределенных в объеме матрицы алмазных зерен обеспечивается наиболее эффективное использование их в качестве единичных породоразрушающих элементов [118].

Износ алмазов при этом носит преимущественно характер хрупкого разрушения, которое происходит путем скалывания их выступающих частей [119].

Механизм изнашивания связующего материала матрицы при постоянном наличии шлама под рабочим торцом коронки зависит от количества и размера твердых абразивных частиц и физико-механических свойств металлической связки [120].

Определяющую роль в снижении абразивного воздействия частиц шлама играют прочностные параметры материала матрицы буровой коронки, высота выступания алмазов на её рабочей поверхности, а также степень защиты рабочей поверхности алмазами износостойким наполнителем [121].

Для контакта породоразрушающего инструмента с горной породой характерным является его динамичность: изменение параметров какого-либо одного физического процесса приводит к изменению других. Например, на изменение усилия на контакте «породоразрушающий инструмент – горная порода» реагирует изменением температуры и, следовательно, структурным и напряженным состоянием пограничного слоя контактирующих поверхностей.

Математическое выражение, характеризующее зависимость интенсивности изнашивания от вышеуказанных параметров, приведено в [121]:

$$I = \frac{0,2\ h_д S_м \delta\ nT}{N_ц D_ш^2 \pi \left(D_н + D_{вн}\right)} \left(\frac{\lambda\ P_{ос}\ S_з\ K_р}{m\ \left(H_{ам} - R_z/2 - n_s V_{аз}\right)\ S_к b_к P_ш} \right)^{\frac{2}{3}} \quad (2.6)$$

где: $h_д$ - глубина деформирования материала матрицы частицей шламма; $S_м$ - площадь рабочего торца матрицы коронки; n - частота вращения инструмента; T - время бурения; $N_ц$ - количество циклов воздействия частиц шлама на материал матрицы, необходимое для его деформирования; $D_ш$ - средневзвешеный диаметр частиц шлама; $D_н$ и $D_{вн}$ - соответственно наружный и внутренний диаметр коронки; $P_{ос}$ - осевая нагрузка; $K_р$ - коэффициент разрыхления горной породы; n_s – количество алмазов на единице рабочей площади буровой коронки; m - количество секторов коронки; $H_{ам}$ - максимальная высота выступания алмазов из матрицы; R_z - параметр шероховатости горной породы на забое скважины; $S_з$- площадь забоя скважины; $K_р$ - коэффициент разрыхления горной породы; $V_{аз}$ - объем части алмазного зерна, выступающего из матрицы; $b_к$ и $S_к$ - соответсвенно ширина матрицы и площадь рабочего торца коронки; $P_ш$ - твердость породы по штампу.

Анализ выражения (2.6) свидетельствует о том, что рост интенсивности изнашивания обусловлен:

– увеличением объема разрушаемой горной породы вследствие повышения механической скорости бурения (углубки коронки за оборот) за счет изменения параметров режима бурения, что однозначно влечет за собой рост концентрации шлама в призабойной зоне, а следовательно, количества контактирующих и активно деформирующих матрицу абразивных частиц;

– увеличением глубины деформирования материала матрицы при бурении в высокоабразивных породах, образующих шлам с высоким содержанием твердых частиц, обладающих большой прочностью, а также при бурении с высокими осевыми нагрузками, приводящими к термическому разупрочнению поверхности рабочего торца коронки и расположенных на нем алмазов;

– слабой защищенностью матрицы алмазными зернами при их недостаточной относительной концентрации в коронке.

Можно полагать, что увеличение высоты выступания алмазов посредством использования более прочных марок синтетических алмазов позволяет уменьшить вероятность расклинивания и степень повторного дробления частиц шлама под рабочим торцом коронки, что снизит затраты энергии на разрушение породы и интенсивность изнашивания матрицы, т.е. повысит износостойкость инструмента.

2.7.2 Методы повышения качества алмазного сырья

По мере повышения требований к износостойкости породоразрушающего инструмента возрастают требования к качеству используемых для его оснащения синтетических алмазных шлифпорошков. Основными характеристиками качества алмазного шлифпорошка являются крупность в виде зернистости и зернового состава, прочность, термостабильность и однородность шлифпорошка по прочностным и геометрическим характеристикам в виде линейных размеров зерен алмаза.

Ранее проведенные исследования подтверждают, что одним из наиболее целесообразных путей достижения увеличения износостойкости алмазного инструмента является повышение однородности алмазных порошков по зерновому составу, прочности и термопрочности [122].

Для получения высокопрочных алмазных шлифпорошков с высокой однородностью по прочностным характеристикам и линейным размерам, в настоящее время используются различные методы изучения их свойств и сортировки на их основе [123], включающие:

– метод адгезионно-магнитной сортировки, позволяющий шлифпорошки алмазов разделить по дефектности поверхности;

– метод определения термостойкости шлифпорошков алмазов, направленный на определение прочности их зерен после термической обработки в воздушной и инертной средах при различных температурах;

– метод определения удельной магнитной восприимчивости;

– метод рентгенофлуоресцентного интегрального анализа,

позволяющий определить общее содержание примесей и включений в порошках алмаза;

– дополнительная классификация на ситах с целью выделения узкой фракции по зернистости.

2.7.2.1 Исследования однородности по прочности шлифпорошков синтетических алмазов с различными физико-механическими и физико-химическими свойствами

Основными характеристиками качества алмазного порошка являются крупность в виде зернистости и зернового состава, прочностные характеристики: прочность, термостабильность и однородность порошка по прочностным и геометрическим характеристикам в виде линейных размеров зерен алмаза [124].

Особенности синтетических алмазов определяются главным образом скоростью роста кристаллов алмаза во время их синтеза, что влияет на внешнюю и внутреннюю морфологию кристаллов в виде объемных дефектов (рис. 2.38; 2.39) [125, 126].

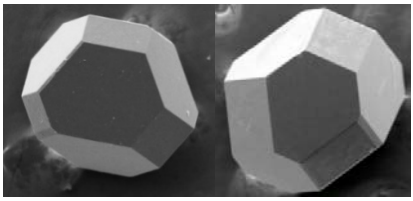


Рисунок 2.38 – Общий вид синтетических алмазов без поверхностных дефектов

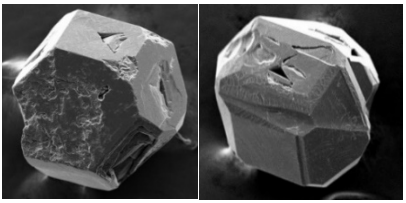


Рисунок 2.39 – Общий вид синтетических алмазов с различной степенью дефектности поверхности

Дефекты связаны в основном с присутствием в кристалле алмаза включений сплава–растворителя и поэтому количественно тесно связаны с удельной магнитной восприимчивостью [127]. Реальным способом получения шлифпорошков алмаза, отличающихся по прочности, является сортировка зерен алмазного порошка по различным видам дефектов и их уровню [128].

Изменения характеристик полученных после сортировки шлифпорошков в зависимости от степени дефектности их поверхности представлены на рис. 2.40. Анализ данных, приведенных на рис. 2.40, свидетельствует о том, что для шлифпорошков алмаза АСТ200 зернистостью 400/315 характерно устойчивое повышение дефектности поверхности с ростом удельной магнитной восприимчивости. Изменение прочности синтетических алмазов АСТ200 зернистостью 400/315 и их однородности по прочности в зависимости от дефектности поверхности показано на рис. 2.41.

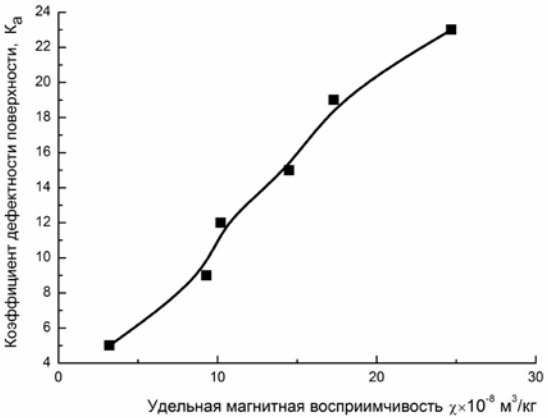


Рисунок 2.40 – Зависимость дефектности поверхности алмазов АСТ200 зернистостью 400/315 от удельной магнитной восприимчивости

Результаты исследований износостойкости вставок из КАМ, оснащенных алмазами из фракций с различной степенью дефектности и однородности по прочности, представлены на рис. 2.42, 2.43, 2.44.

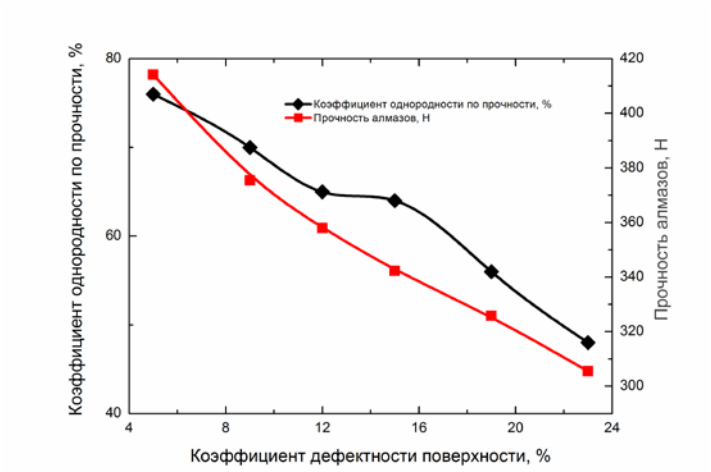


Рисунок 2.41 – Зависимость однородности по прочности алмазов АСТ200 зернистостью 400/315 от дефектности поверхности

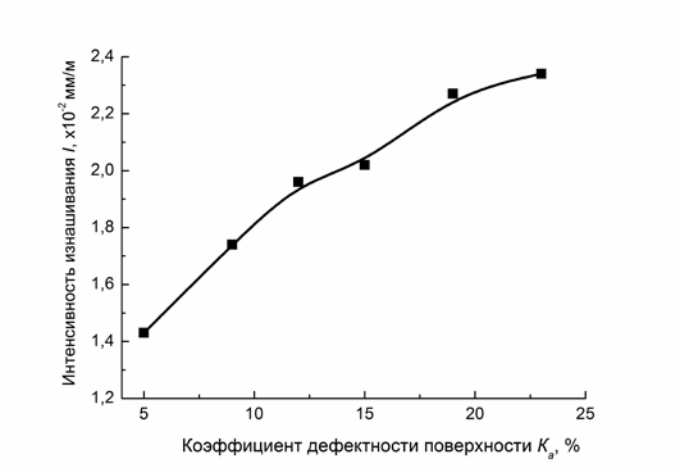


Рисунок 2.42 – Зависимость интенсивности изнашивания вставок КАМ, оснащенных алмазами зернистостью 400/315 от разной степени дефектности

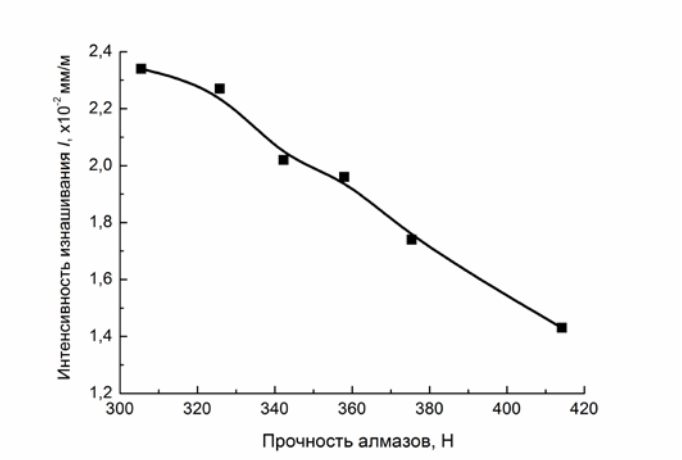


Рисунок 5.43 – Зависимость интенсивности изнашивания вставок КАМ, оснащенных алмазами зернистостью 400/315 разной степени однородности по прочности



Рисунок 2.44 – Зависимость интенсивности изнашивания вставок КАМ, оснащенных алмазами зернистостбю 400/315 разной степени однородности по прочности

Как видно из рис. 2.42-2.44, со снижением степени дефектности поверхности алмазов и связанным с этим ростом их прочности и однородности по прочности, интенсивность изнашивания КАМ снижается. Таким образом, получение высокопрочных термостойких порошков алмаза, однородных по прочностным характеристикам, позволяет повысить работоспособность породоразрушающего бурового инструмента.

2.7.2.2 Исследование влияния внутрикристаллических примесей на физико-механические свойства шлифпорошков алмаза

Термическая прочность зерен алмазов тесно связана с их термостабильностью и содержанием внутрикристаллических включений и примесей в кристаллах алмаза [129].

Кристаллы синтетических алмазов образуются при высоком давлении и температуре в присутствии сплавов переходных металлов. При этом включения и примеси становятся объемными дефектами, непосредственно влияющими на прочностные характеристики порошков [128]. Содержание металлических включений в виде объемных дефектов может достигать несколько весовых процентов [126]. Объемные дефекты в основном связаны с содержанием в кристалле алмаза включений сплава-растворителя и поэтому количественно тесно связаны с физико-механическими характеристиками [130].

Целью исследований на данном этапе являлась оценка влияния внутрикристаллических примесей и включений синтетических алмазов на их прочностные характеристики.

Использование прибора "DiaInspect OSM" с просвечивающей оптической микроскопией позволило визуально проанализировать включения. Фотографии зерен алмазов партий 1 и 3 показаны на рис. 2.45 и 2.46.

У кристаллов алмаза партии 1 (рис. 2.45) гладкая поверхность граней, не наблюдается видимых дефектов и примесей и они прозрачнее кристаллов из партии 3 с распределенными по объему примесями. У изготовленных для исследования образцов алмазов

(1, 2 и 3), синтезированных в системах Fe–Co–C и Fe–Ni–C, определяли удельную магнитную восприимчивость χ, прочность *P*, (Н). Результаты измерений представлены в табл. 2.15.

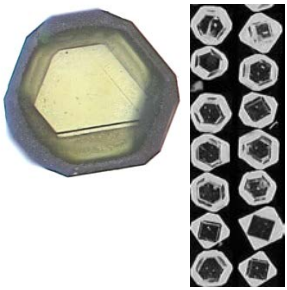
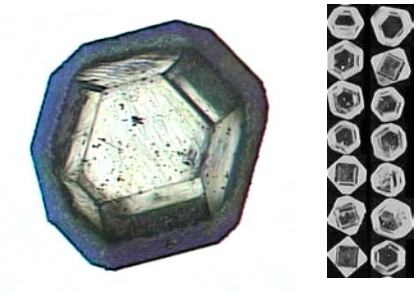


Рисунок 2.45 – Вид алмазных зерен с минимальным количеством примесей



Рисуно 2.46 – Вид алмазных зерен с примесями внутри кристалла

Изменение прочности алмазов, синтезированных в системах Fe–Co–C (а) и Fe–Ni–C (б) от содержания в них внутрикристаллических включений и примесей представлена на рис. 2.47 и 2.48.

Таблица 2.15 – Физико-механические характеристики алмазов, синтезированных в различных ростовых системах

Номер образца	**Удельная магнитная восприимчивость $\chi \cdot 10^{-8}$, м^3/кг**	**Статическая прочность *P*, Н**	**Содержание примесей и включений**		
			сплава-растворителя		**общее, масс. %**
			масс. %	**%**	
Fe–Co–C					
1	39,5	230,0	0,464	93,7	0,495
2	61,2	179,0	0,540	84,0	0,643
3	89,6	140,0	0,715	80,1	0,893
Fe–Ni–C					
1	3,2	414,2	0,271	84,4	0,321
2	10,2	358,0	0,339	75,5	0,449
3	24,7	305,5	0,474	66,1	0,717

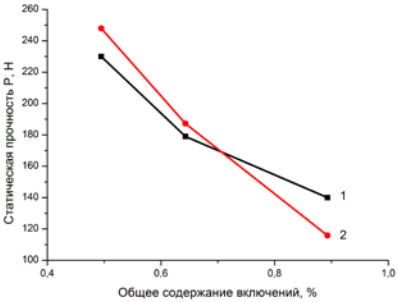


Рисунок 2.47 – Зависимость прочности алмазов, синтезированных в системе Fe–Co–C от содержания в них внутрикристаллических включений и примесей: 1 – до термообработки, 2 – после термообработки.

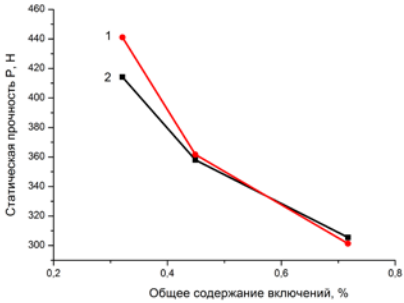


Рисунок 2.48 – Зависимость прочности алмазов, синтезированных в системе Fe–Ni–C от содержания в них внутрикристаллических включений и примесей: 1 – до термообработки, 2 – после термообработки.

После термообработки в алмазах обеих исследуемых систем с более высоким содержанием внутрикристаллических примесей и включений снижается прочность кристаллов алмазов. В алмазах образцов 1 и 2 с меньшим содержанием внутрикристаллических примесей и включений незначительно повышается прочность кристаллов алмазов (не более 7,5 %).

Коэффициент термостабильности алмазов всех исследуемых систем с увеличением содержания в их кристаллах внутрикристаллических примесей и включений снижается.

2.7.3 Повышение надежности алмазоудержания в металлической матрице буровой коронки

Алмазный породоразрушающий инструмент представляет собой макрокомпозит, в котором алмазы закреплены в металлической матрице.

Высокая работоспособность алмазных буровых коронок обеспечивается при прочном удержании алмазов на их рабочей поверхности. Отмечается прямая связь между прочностью

закрепления алмазов в матрице инструмента и его эксплуатационными показателями [131, 132].

К перспективным технологическим методам повышения высоты выступания и эффективности использования алмазов в композиционных алмазосодержащих материалах (КАМ) относится нанесение на поверхность алмазных зерен тонкого металлического покрытия, обеспечивающего повышение прочности закрепления алмазов в связке за счет образования на границе «алмаз – металлическое покрытие» химической связи в виде карбидной фазы [133].

Высокую энергию связи с алмазной поверхностью дают металлы, химически взаимодействующие с углеродом. В этом смысле предпочтительны переходные карбидообразующие элементы, создающие в результате межфазной реакции в таких системах на границе раздела карбидную прослойку, имеющую металлический характер межатомной связи и свойств.

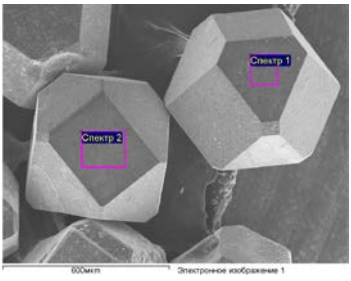
В последние годы одним из эффективных направлений повышения износостойкости алмазного породоразрушающего инструмента является применение для его оснащения высокопрочных алмазов с выполненными на них металлическими покрытиями из адгезионно-активных по отношению к ним металлов [134]. К ним относятся тугоплавкие покрытия на основе таких химических элементов как Ti, Cr, W, Ni, Mo, Fe и др.

2.7.3.1 Влияние покрытий синтетических алмазов из адгезионных тугоплавких металлаов на физико-механические свойства и износостойкость матриц породоразрушающего инструмента

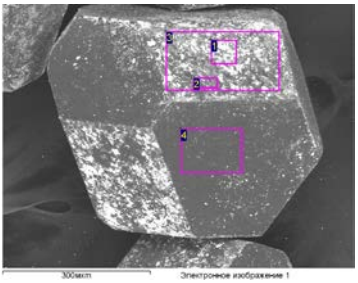
Нанесение Ti, Cr, W осуществляли диффузионным контактным методом. На рис. 2.49 показаны поверхностная структура алмазов с металлическим покрытием. Титан имеет мелкокристаллическую поверхностную структуру темно-серого цвета (рис. 2.49а). Структура поверхности вольфрамового покрытия мелкокристаллическая, плотноупакованная (рис. 2.49б). Структура хромового покрытия плотноупакованная,

светло-серого цвета. Покрытие сформировано из сросшихся нитевидных кристаллов (рис. 2.49в). Тугоплавкие диффузионные покрытия по степени своей химической активности и степени сродства к кислороду располагаются в ряду следующим образом: Титан (24,2)> Хром (15,3) > вольфрам (15,0) > титан-хром (13,2).

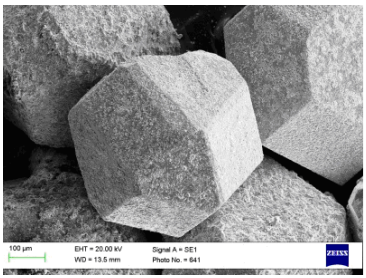
Результаты проведенного на дифрактометре ДРОН-3 рентгенофазового анализа алмазов, металлизированных тугоплавкими покрытиями приведены в табл. 2.16. Анализ представленных в табл. 2.16 результатов показывает, что на границе с алмазом образуются зоны соответственно карбида титана, хрома и вольфрама, которые плавно переходят в твердый раствор углерода в соответствующем элементе покрытия.



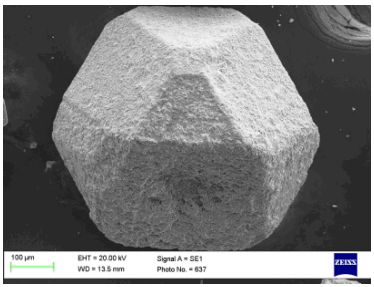
а) - титан



б) - вольфрам



в) - хром



д) - титан-хром

Рисунок 2.49 – Вид зерен алмазов с различным металлическим покрытием

Таблица 2.16 – Фазовый анализ алмазов, металлизированных тугоплавкими покрытиями

Покрытие	Степень металлизации,% (масс.)	Содержание, %		
		углерода	карбидов	окислов
Ti	2,5	99	TiC - 1	
Ti - Cr	14	95	Cr_3C_2 – 2;TiC - 1	Cr_2O_3 - 2
W	9,4	79	W – 2; WC – 14;Co_3WC - 5	--
Cr	20	99	Cr_3C_2	--

Исследования влияния состава покрытий алмазов на физико-механические свойства КАМ проводили с помощью универсальной испытательной машины с использованием шкалы с пределом измерения нагрузки 200 кН на цилиндрических образцах диаметром 10 мм и высотой 10 мм, оснащенных алмазами АСТ160 500/425. Предварительно алмазы былы металлизированы покрытиями Ti, Cr , Ni-W, Co-W, Ti + Ni-W, Ti + Co-W. Результаты исследований прочности образцов на сжатие приведены на рис. 5.13.

Данные приведенные на рис. 2.50 показали, что:

- использование однослойного покрытия алмазов из Ti (2.5 % масс.) и Cr (20 % масс.) способствует повышению предела прочности образцов на сжатие по сравнению с КАМ с алмазами без покрытия соответственно на 5 и 12% (605, 637 и 680 МПа);

- использование двухслойных покрытий алмазов из Ni + W (2.5 % масс.), Ti + Cr (14 % масс.) и Co + W (2.0 % масс.) способствует повышению предела прочности образцов на сжатие по сравнению с КАМ с алмазами без покрытия соответственно на 19, 28 и 29% (605, 723, 775 и 782 МПа).

В состав КАМ вводили алмазы АСТ160 500/425 мкм с металлическим покрытием из Ti, Cr, Ni-W, Co-W, Ti+Ni-W, Ti+Co-W.

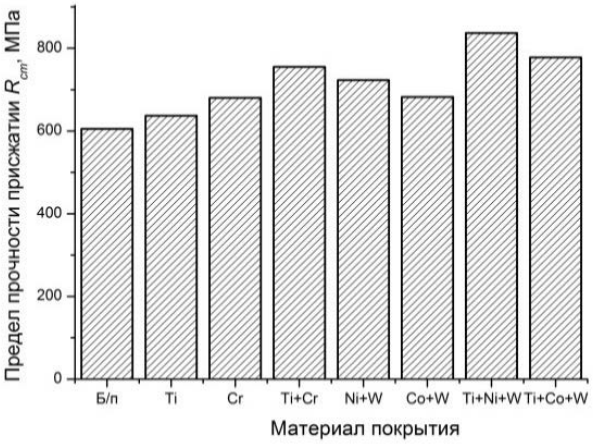


Рисунок 2.50 – Предел прочности КАМ в зависимости от химического состава металлического покрытия алмазов

Исследование переходной зоны "алмаз-покрытие-материал матрицы" на изломе образцов проводили на растровом электронном микроскопе Zeiss EVO 50. На примере покрытия алмазов вольфрамом исследован элементный состав излома спеченых образцов (рис. 2.51) и границы алмаз – покрытие – матрица (рис. 2.52).

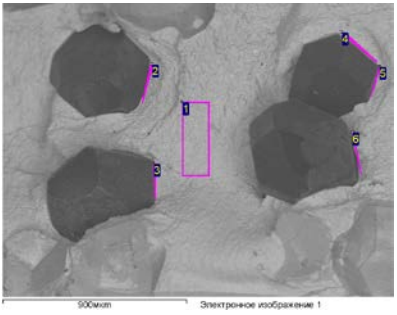


Рисунок. 2.51 - Общий вид излома КАМ с алмазами, металлизированными W

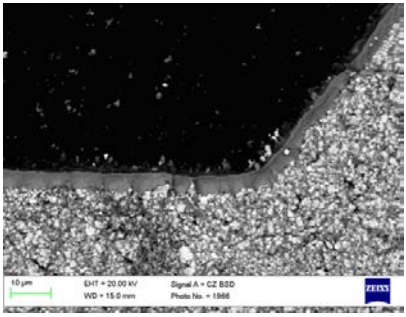


Рисунок. 2.52 - Переходные зоны излома алмаз – покрытие – связка

Общий вид излома (рис. 2.51) свидетельствует о достаточно прочном закреплении металлизированных алмазов в связке. Структура композита однородна, монолитна и связка плотно прилегает к алмазному зерну.

Лабораторные исследования износостойкости образцов КАМ с алмазами АСТ160 зернистостью 500/425 мкм, имеющих покрытие Ti, Cr, Ni–W, Co–W, Ti+Ni–W, Ti+Co–W при разрушении песчаника Торезского месторождения на установке ШПС-350 при скорости вращения 300 мин$^{-1}$ и нагрузке 200 Н. Интенсивность изнашивания определяли как отношение изношенной массы образца к объему разрушенной породы (рис. 2.53).

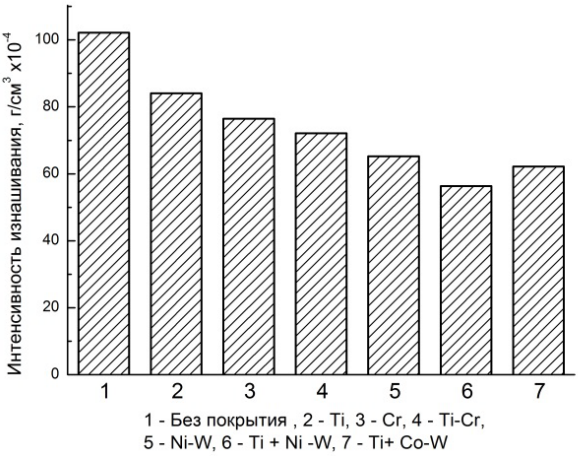


Рисунок. 2.53 - Интенсивность изнашивания образцов с алмазами с покрытием Ti, Cr, Ti+Cr, Ni-W, Ti+Ni-W и Ti+Co-W

Сопоставление полученных результатов показало, что интенсивность изнашивания образцов, оснащенных алмазами с металлическим покрытием в сранении с образцами, оснащенными алмазами без покрытия, уменьшается в соответствии с материалом покрытия, а именно: Ti на 22%; Cr–34%; Ti-Cr –42 %; Ni-W – 57 %, Ti+ Ni-W –81 %; Ti+ Co-W –64 %.

Целью исследований на данном этапе было изучение влияние прочности алмазных зерен и однородности по

прочности на энергоемкость разрушения горной породы и износостойкость буровых коронок.

Для проведения комплекса исследований по установлению влияния прочности алмазных зерен и однородности их по прочности на износ опытных импрегнированных буровых коронок и энергетические затраты при разрушении ими горной породы, была специально изготовлена для этих целей опытная партия буровых импрегнированных коронок БС диаметром 76 мм (рис. 2.54).



Рисунок 2.54 – Опытные алмазные импрегнированные буровые коронки

2.7.4 Лабороторные исследования показателей эффективности разрушения горной породы экспериментальной буровой коронкой, оснащенной алмазами с различными свойствами

Для оснащения коронок использовали высокопрочные алмазы марки АСТ125 и АСТ160 зернистостью 500/400 мкм, разделенные предварительно по прочности и однородности по прочности на 6 продуктов с разной степенью дефектности поверхности и магнитной восприимчивости.

Экспериментальные исследования износостойкости коронок и эффективности разрушения ими горной породы были проведены

при бурении гранита Коростышевского месторождения X категории буримости, в процессе проведения которых отбирались пробы образующегося при этом шлама. Измерение площади удельной поверхности шлама проводилось статистическим манометрическим методом на приборе «Акусорб-2100» фирмы «Культроникс» (Франция), в котором используется адсорбция азота при низких температурах. Износостойкость коронок оценивали по величине интенсивности изнашивания как отношению линейного износа по высоте алмазоносного слоя матрицы к величине пути трения. Эффективность разрушения горной породы оценивали по величине объемной работы разрушения (отношению общей работы разрушения к объему разрушенной породы). В качестве параметра для оценки микрогеометрии рабочей поверхности матрицы буровой коронки была принята высота выступания алмазов. Результаты экспериментальных исследований приведены в табл. 2.17.

Таблица 2.17 – Результаты лабораторных испытаний опытных коронок, оснащенных синтетическими алмазами различной прочности, при бурении гранита Коростышевского месторождения при частоте вращения 800 мин$^{-1}$ и углублении за оборот 80 мкм

Марка алмазов	**Средняя высота выступания алмазов из матрицы, мкм**	**Интенсивность изнашивания коронки, мм/м ×10^{-4}**	**Объёмная работа разрушения, кДж/см^3**	**Удельная поверхность частиц шлама, м^2/г**
АСТ125	69	0,198	2,954	7,87
АС160Т	84	0,145	2,127	6,52

Сопоставление данных, приведенных в табл. 2.17, свидетельствует о том, что повышение прочности используемых для оснащения коронок синтетических алмазов приводит к увеличению средней высоты их выступания из матрицы. Рост этого показателя позволяет уменьшить вероятность расклинивания и степень вторичного дробления частиц шлама под рабочим торцом коронки. Об увеличении эффективности разрушения горной породы свидетельствует снижение величины объемной работы разрушения

и удельной поверхности частиц шлама.

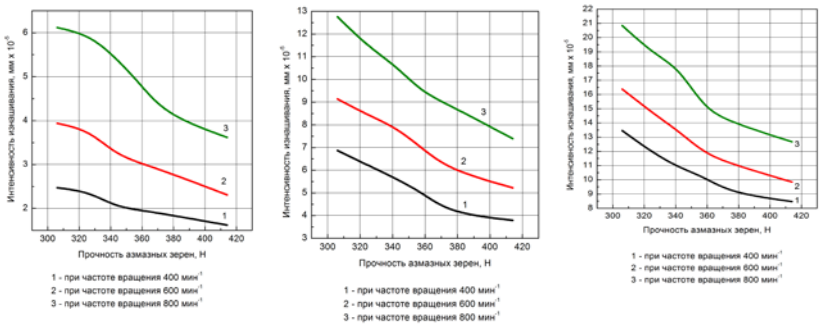
Комплекс исследований по установлению влияния прочности алмазных зерен и однородности их по прочности на износ коронок и энергетические затраты при разрушении ими горной породы был проведен после разделения и исследования свойств шлифпорошков алмаза марки АСТ160Т зернистости 500/400 мкм (табл. 2.18).

Таблица 2.18 - Результаты сортировки высокопрочных алмазов АСТ160 500/400

Продукты разделения	**Выход, %**	**Характеристики шлифпорошков алмаза**					
		χ.10^{-8}, м^3/кг	**К$_а$, %**	***P*, Н**	***P*$_{ТО}$, Н**	**К$_{Одн.пр.}$, %**	**К$_{ТС}$, у. е.**
1	8,8	3,2	0,05	427,6	403,6	76	0,95
2	16,2	9,3	0,09	396,7	364,8	70	0,94
3	23,5	10,2	0,12	378,0	314,2	64	0,85
4	29,9	14,5	0,15	351,3	286,3	56	0,81
5	17,2	17,3	0,19	327,8	264,6	65	0,80
6	4,4	24,7	0,23	308,5	224,0	48	0,72
Исходный	100,0	17,9		343,5	281,7	14	0,82

Полученные партии алмазов с разной степенью дефектности и различными физико-механическими свойствами были использованы для оснащения опытных буровых коронок типа БС диаметром 76 мм. Отработку опытных буровых коронок производили на окружных скоростях вращения в диапазоне 400–800 мин$^{-1}$. За счет поддержания постоянного углубления за оборот 60, 80 и 100 мкм механические скорости бурения были одинаковы в рамках одного цикла опытов для всех шести групп экспериментальных коронок. Результаты исследований приведены на рис. 2.55.

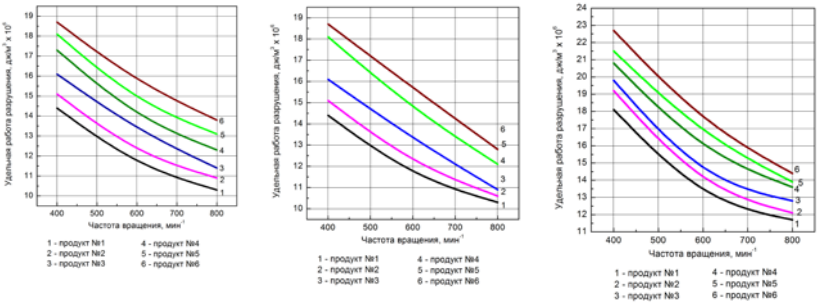
Необходимо отметить, что в сравнении с частотой вращения такой фактор, как углубление коронки за оборот, вызывает более значительное изменение интенсивности изнашивания, так как увеличение объема разрушаемой горной породы вызывает рост динамических нагрузок на рабочий торец инструмента, тем самым повышая силы трения матрицы и располагающихся на ее рабочем торце алмазов о горную породу.



а б в

Рисунок 2.55 – Зависимость интенсивности изнашивания коронок БС от прочности алмазных зерен на разных частотах вращения и при углублении за один оборот:
а)- 63 мкм; *б)* - 80 мкм; *в)* - 100 мкм

Об этом свидетельствуют данные по энергоемкости процесса разрушения горной породы, приведенные на рис. 2.56.



а) *б)* *в)*

Рисунок 2.56 – Зависимость удельной работы разрушения от частоты вращения буровой коронки БС, оснащенной алмазами с разными физико-механическими свойствами, при углубке за один оборот:
а) - 63 мкм; *б)* - 80 мкм; *в)* - 100 мкм

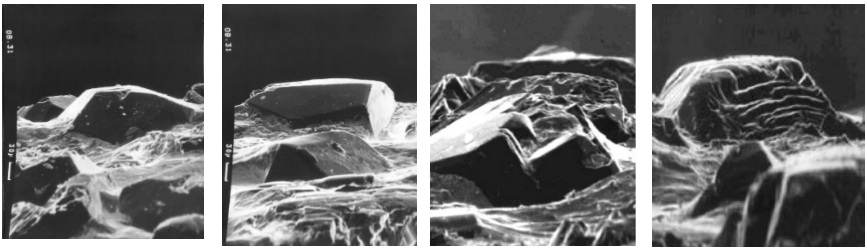
Сравнительный анализ данных по энергоемкости разрушения, приведенных на рис. 2.56, показал, что коронки БС, оснащенные наиболее прочными и однородными по прочности зерен алмазами, имеют наименьшую величину удельной объемной работы разрушения. С увеличением прочности используемых алмазов в 1,35 раза на всех исследованных режимах бурения удельная объемная работа разрушения снижается в диапазоне 1,23-1,42 раза.

С целью подтверждения закономерностей изменения интенсивности изнашивания и энергоемкости разрушения горной породы буровыми коронками БС, оснащенными алмазами с разными физико-механическими свойствами, был проведен визуальный анализ состояния поверхности их рабочего торца. В качестве параметра, оценивающего микрогеометрию рабочей поверхности матрицы буровой коронки, был принят внешний вид алмазных зерен и характер их износа.

Учитывая общую закономерность изменения интенсивности изнашивания и энергоемкости разрушения горной породы на различных сочетаниях параметров режима бурения, было решено проводить вышеупомянутый анализ рабочей поверхности коронок, отработанных на следующих режимах: частоте вращения 800 мин$^{-1}$ и углублении за оборот 80 мкм. Расход промывочной жидкости для всех коронок был одинаков – 20 дм^3/мин.

Результаты анализа состояния рабочей поверхности торца коронки представлены на рис. 2.57.

Наибольший интерес вызвал анализ характера износа зерен алмазов продукта 1, сохранивших исходную форму и целостность большого количества кристаллов без явных следов макроразрушения, имеющих высокое выступание из матрицы, а также зона матрицы, прилегающая непосредственно к алмазному зерну (рис. 2.58).



а) *б)*

Рисунок 2.57 – Виды зерен алмазов и поверхности породоразрушающих элементов, оснащенных алмазами с разным коэффициентом однородности алмазов по прочности:

а) – образце 31 с χ = 3,2 м^3/кг, $К_{Одн.пр.}$ = 76 %, β = 0,331 масс. %;

б) – образце 11 с χ = 24,7 м^3/кг, $К_{Одн.пр.}$ = 48 %, β = 0,617 масс. %

Для алмазных зерен продукта 3 характерным является развитие микротрещин по плоскостям спайности и микро- и макроскалывание только локальных участков (рис. 2.57 б)

На основании анализа изображения фрагмента рабочей поверхности коронки, приведенной на рис. 2.58, можно сделать вывод, что зерна алмаза, сохранившие целостность, обеспечивают эффективное разрушение горной породы.

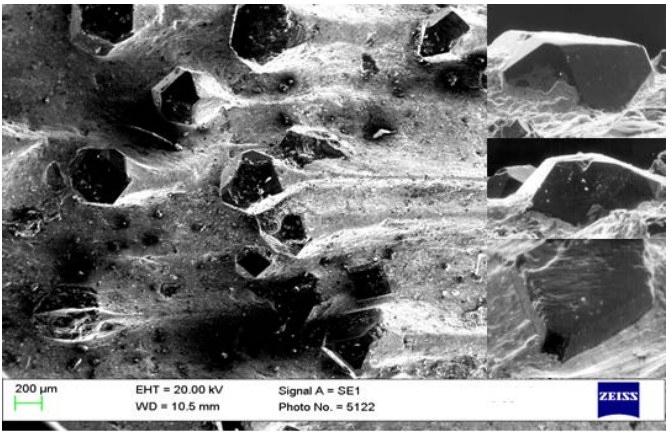


Рисунок 2.58 – Вид фрагмента рабочей поверхности буровой коронки, оснащенной алмазами продукта 1

Полученные данные являются дополнительным подтверждением более высокой износостойкости рабочей поверхности буровых коронок, оснащенных алмазами с низкой дефектностью поверхности, более высокой прочностью и однородностью.

Результаты сравнительного анализа состояния алмазных зерен на поверхности образцов 31 и 11 свидетельствуют о явной перспективности оснащения породоразрушающих элементов бурового инструмента синтетическими алмазами с низкой дефектностью поверхности, более высокой однородностью и прочностью.

2.7.5 Лабораторные исследования эксплуатационных параметров алмазной буровой коронки

Многолетний опыт алмазного бурения показывает, что эфективность применения импрегнированных коронок в значительной мере зависит от того, насколько точно износостойкость композиционного алмазосодержащего материала его рабочего слоя соответствует абразивным свойствам разбуриваемых горных пород.

Изменение твердости твердосплавной матрицы буровых коронок без существенного изменения технологического процесса их изготовления можно достигать следующими методами:

– изменением соотношения компонентов материала матрицы;

– контролируемым изменением пористости матрицы коронки при ее прессовании с различным усилием.

Кроме этого, регулирование интенсивности изнашивания алмазосодержащего слоя буровой коронки при ее использовании в конкретных геолого-технических условиях бурения горных пород с различной абразивностью можно осуществлять изменением зернистости и содержания в ней высокопрочного износостойкого наполнителя.

Для повышения степени обнажения алмазов на рабочей поверхности буровой коронки проведены иследования по

влиянию снижения твердости матрицы методом изменения соотношения компонентов ее композиционного алмазосодержащего материала (КАМ) и использования прессования компонентов матрицы с разным усилием. Наиболее технологичным и экономически целесообразным было принято использование шихты ВК15 (85WC+15Co) с более низким содержанием карбида вольфрама (WC) и более высоким содержанием кобальта (Co) вместо традиционно используемой шихты ВК6 (94WC+6Co).

На первом этапе исследований были изготовлены безалмазные образцы коронок с матрицей ВК6, с матрицей ВК15 без релита, которые изготовлялись с различным усилием прессования 400 и 250 даН/см^2 и имели пористость, соответственно, 50% и 65%.

Измерение твердости производилось на торце образцов согласно ГОСТ 8013-59 твердомером по шкале Роквелла (ГОСТ 23677-79). В табл. 2.19 приведены результаты испытаний твердости образцов матриц. Как видно из таблицы, использование матрицы ВК15 вместо ВК6 позволяет снизить твердость матрицы до 26 вместо 34 $HRC_э$. Значительное снижение твердости достигнуто за счет уменьшения усилия прессования. При величине усилия прессования 250 даН/см^2 пористость в матрице достигает 65%. Медь при пропитке заполняет поры, а наличие в матрице большего количества меди снижает твердость до 18 HRC.

Таким образом в результате лабораторных исследований установлено, что твердость матрицы целесообразно снижать за счет применения ВК15 и использования пониженного усилия прессования. Хотя твердость матрицы не всегда характеризует ее износостойкость, но при прочих равных условиях менее твердые матрицы изнашиваются быстрее. При этом алмазы лучше обнажаются и выступают на большую величину.

При бурении твердых абразивных пород это может привести к скалыванию и разрушению алмазов, но при бурении малоабразивных пород уменьшается вероятность зашлифовки торца буровой коронки и лучше сохраняется ее рабочее состояние.

Таблица 2.19 - Результаты замера на твердости матриц различного состава и усилий прессования (по шкале $HRC_э$)

Матрица	ВК6	ВКI5	
Усилие прессования, даН/см^2	400	400	250
Твердость по шкале $HRC_э$	33,0	22.0	14,0
	30,0	26.5	21,0
	39,5	24,0	21,0
	29,5	25,0	17,0
	40,0	31.5	17.0
	33,0	30.0	20,0
	33.0	26.0	17.0
	34,0	-	19,0
Средняя твердость	34,0	26.0	18,0

Разная износостойкость испытанных образцов была подтверждена испытаниями их износостойкости при трении по абразивной прослойке электрокорунда. Результаты указанных испытаний износостойкости, выраженные в километрах пути трения на 1 мм износа образцов по высоте, показали, что ВК6 с износостойкостью 1,7 км/мм превосходит аналогичный показатель образца из ВК15 с износостойкостью 0,8 км/мм в два раза. Интересно также отметить, что эти исследования, показали, что линейная скорость движения образцов в пределах от 0,5 до 2,0 м/с на интенсивность их изнашивания влияния не оказывает, а увеличение давления в пределах от 5 до 20 даН/см^2, вызывает прямо пропорциональное увеличение интенсивности изнашивания. Таким образом, изменением нагрузки можно регулировать обнажение алмазов и их величину выступания из матрицы.

Проведенные испытания образцов показали перспективность использования матриц пониженной твердости в крепких малоабразивных горных породах IX-XI категории буримости. При этом рационально использовать твердосплавную шихту ВК15 и пониженное усилие прессования при изготовлении матрицы коронки.

2.7.6 Влияние зернистости высокопрочного тугоплавкого наполнителя на работоспособность матриц алмазных буровых коронок

Современные композиционные алмазосодержащие материалы (КАМ) широко применяются в практике изготовления алмазного бурового инструмента и чаще всего отличаются специфическим фазовым составом и размерами структурных составляющих, наличием износостойких покрытий и наполнителей [137].

Как свидетельствует отечественный и зарубежный опыт, композиционные материалы с металлической матрицей, упрочнённой тугоплавкими высокомодульными высокопрочными частицами, являются весьма перспективными для применения в различных отраслях, в том числе и при бурении скважин. При соответствующем составе матричных сплавов и определённой объемной доле армирования дисперсные частицы стабилизируют структуру у композиционных материалов, тем самым косвенно обеспечивая повышеение прочности и износостойкости [138, 139].

Принимая во внимание то, что алмазосодержащая матрица буровых коронок представляет собой объёмную гетерогенную систему, состоящую из сильно различающихся по свойствам, взаимно нерастворимых компонентов (алмаз, износостойкий наполнитель, металлическая связка), весьма актуальным являются исследования, направленные на максимальное эффективное совокупное использование преимуществ каждого из них. Немаловажным фактором является то, что влияние каждого их них изменяется в зависимости от природы и условий получения, физико-механических свойств используемых материалов и технологических режимов изготовления инструмента.

Анализ процесса гидроабразивного изнашивания композиционных алмазосодержащих материалов показал, что введение в их состав зерен WC разного размера в качестве износостойкого наполнителя может способствовать снижению интенсивности изнашивания породоразрушающего инструмента и повышению его работоспособности [135].

Алмазы и высокопрочный износостойкий наполнитель в таких композициях в зависимости от их концентрации в КАМ занимают на рабочем торце инструмента определенную площадь, воспринимают на себя воздействие абразивных частиц шлама разрушенной горной породы и защищают тем самым мягкий связующий материал матрицы от абразивного изнашивания [135].

В практике изготовления алмазных композиционных материалов с целью повышения износостойкости при абразивном изнашивании в их состав вводят частицы высокотвердых наполнителей типа SiC, Al_2O_3, B_4C, TiC литого карбида вольфрама - рэлита $WC+W_2C$ и др. [140, 141].

Авторы работы [142] изучали процесс изнашивания карбидов TiC, NbC, WC в условиях внешнего трения и установили, что максимальной износостойкостью обладает карбид вольфрама, на поверхности которого обнаружены довольно обширные области сглаженного материала без следов глубинного разрушения. Последнее обусловлено способностью WC выдерживать значительные знакопеременные нагрузки без выкрашивания поверхностных слоев, т.е. в карбиде вольфрама высокая твердость сочетается с достаточной прочностью, что является определяющим при усталостном виде износа.

В настоящее время в качестве наполнителя наиболее широко используется рэлит, представляющий собой дроблёные частицы, состоящие из смеси карбидов вольфрама WC и W_2C.

Наполнитель – рэлит марки ЛКВ-«З»-3 (ТУУ 24.33876998-001-2006) с высокой твердостью и износостойкостью, который используют при производстве бурового инструмента, представляет собой сплав карбидов вольфрама $WC+W_2C$. Недостатком существующей технологии получения рэлита путем переплавки в электрических печах сопротивления или плазменно-дуговым методом является невозможность обеспечить однородность состава и структуры слитка, при размоле которого получают зерна с высокой хрупкостью, уровнем внутренних напряжений, наличием пор и микротрещин [138]. Более перспективным на наш взгляд в качестве наполнителя являются крупные однофазные частицы WC, получаемые методом карбидизации крупнозернистых порошков монокарбида вольфрама.

Монокарбид вольфрама WC, обладая высокими микротвердостью ($HV_{0,05}$=2000 МПа), модулем упругости (E=722 ГПа) и энергией активации движения дислокаций (U_o=1,5 эВ), среди тугоплавких карбидов является наиболее пластичным. Предел прочности при изгибе у него составляет R_{bm} = 550 МПа.

Изображения частиц монокарбида вольфрама WC зернистостью - 40 мкм, 125/80 мкм и 160/125 мкм представлены на рис. 2.59.

Частицы монокарбида вольфрама WC представляют собой округлые поликристаллические агломераты, с четкой границей раздела между отдельными блоками размером от 10 до 20 мкм (рис. 2.60)

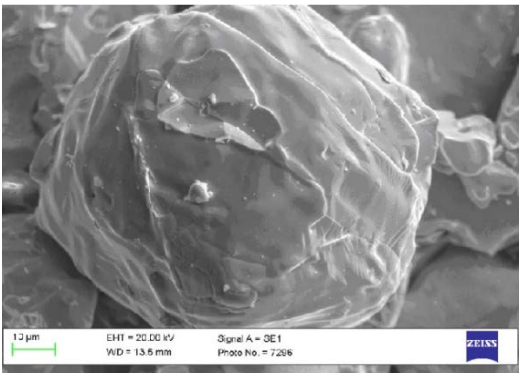
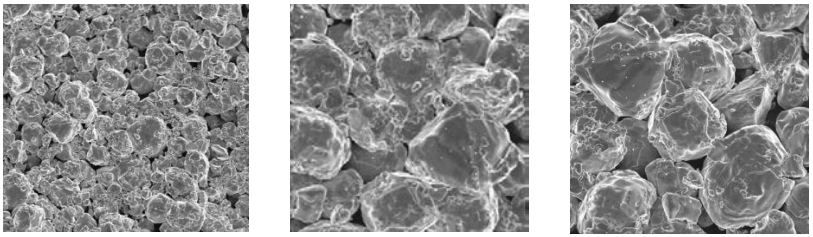


Рисунок 2.59 – Изображение отдельной частицы WC размером 125/80 мкм, x2500



а) б) в)

Рисунок 2.60 – Изображение частиц WC зернистостью: а) -40 мкм; б) 125/80 мкм; в) 160/125 мкм

Для исследований влияния размера зерен монокарбида вольфрама на износостойкость композиционного алмазосодержащего материала матрицы были изготовлены образцы диаметром 10 мм с матрицей на основе шихты ВК6, пропитанной медью методом инфильтрации (рис. 2.61). Рабочий слой образцов оснащался синтетическими монокристалическими алмазами марки АСТ160 зернистостью 500/400 мкм с относительной концентрацией 125.



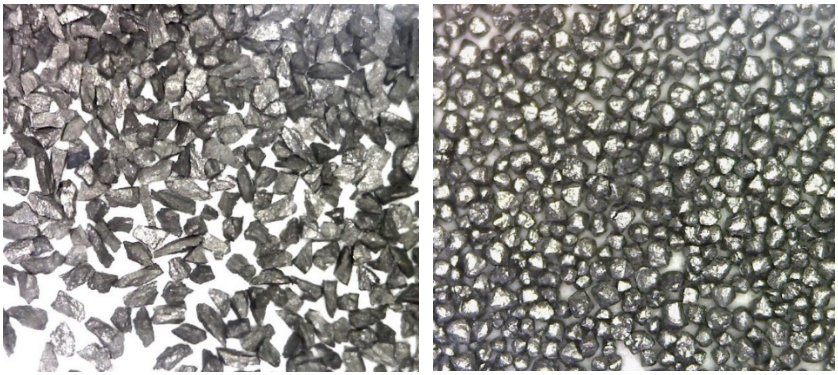
Рисунок 2.61 - Образец диаметром 10 мм с матрицей на основе шихты ВК6, пропитанной медью методом инфильтрации

Для структурирования рабочего алмазосодержащего слоя образцов использовали предварительно рассеянные фракции порошков карбида вольфрама зернистостью 80/63, 125/80, 160/125, 200/160 и 250/200 мкм. Содержимое зерен наполнителя в алмазоносном слое всех образцов составляло 6 % от его объема.

В качестве базы сравнения использовали аналогичные алмазные образцы, рабочий слой которых структурирован зернами рэлита.

Изображение зерен рэлита и карбида вольфрама WC зернистостью 200/160 мкм, использованных для структурирования алмазосодержащего рабочего слоя образцов, приведено на рис. 2.62.

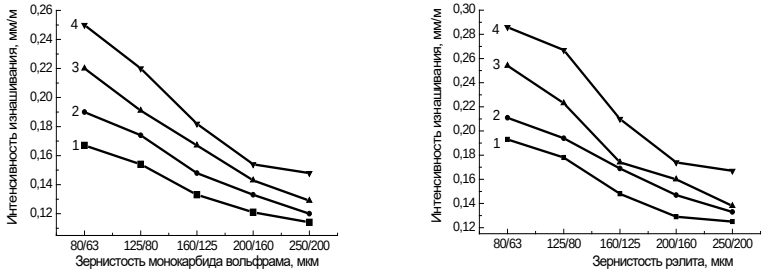
Исследования износостойкости образцов проводили с использованием стенда на базе станка модели ШПС-350 путем их торцевого трения по керну гранита Коростышевского месторождения X категории буримости при частоте вращения 600 мин$^{-1}$ и осевой нагрузке в пределах 40-70 даН/см^2 с шагом изменения 10 даН/см^2. Интенсивность изнашивания рассчитывали как отношение линейного износа по высоте алмазосодержащего слоя образца к величине линейного износа керна за единичный опыт.



а) б)

Рисунок 2.62 - Внешний вид зерен наполнителя зернистостью 200/160 мкм: а) рэлита ; б) карбида вольфрама (увеличение 200^x)

Зависимости интенсивности изнашивания образцов от осевой нагрузки приведенные на рис. 2.63.



а) б)

Рисунок 2.63 - Интенсивность изнашивания образцов матриц, структурированных карбидом вольфрама и рэлитом разной зернистости при частоте вращения 600 $мин^{-1}$ и осевой нагрузке, $даН/см^2$: 1) 40 , 2) 50, 3) 60 4) 70

Следует отметить, что для всех образцов характерна общая закономерность повышения интенсивности изнашивания при росте осевой нагрузки.

У образцов с наполнителем WC зернистостью 80/63 мкм была зафиксированная наибольшая величина интенсивности изнашивания матрицы. Повышение осевой нагрузки с 40 до 70 даН/см^2 вызвало ее рост при использовании монокарбида вольфрама и рэлита в 1,5 раза (с 0,167 до 0,25 мм/м) и в 1,48 раза (с 0,193 до 0,286 мм/м) соответственно. Объяснением этому может служить неспособность мелких частиц наполнителя противостоять абразивному изнашиванию мягкой металлической связки алмазосодержащего слоя матрицы большими частицами шлама, которые образуются при разрушении горной породы.

У образцов при использовании наполнителя - карбида вольфрама зернистостью 125/80, 160/125, 200/160 и 250/200 мкм повышение осевой нагрузки с 40 до 70 даН/см^2 приводило к росту интенсивности изнашивания их матрицы в 1,43 раза (с 0,154 до 0,220 мм/м), в 1,37 раза (с 0,133 до 0,182 мм/м), в 1,27 раза (с 0,121 до 0,154 мм/м) и в 1,25 раза (с 0,118 до 0,148 мм/м). У образцов при использовании наполнителя - рэлита зернистостью 125/80, 160/125, 200/160 и 250/200 мкм повышение осевой нагрузки с с 40 до 70 даН/см^2 приводило к росту интенсивности изнашивания их матрицы в 1,5 раза (с 0,178 до 0,267 мм/м), в 1,42 раза (с 0,148 до 0,210 мм/м), в 1,35 раза (с 0,129 до 0,174 мм/м) и в 1,34 раза (с 0,125 до 0,167 мм/м).

По нашему мнению наиболее эффективными являются те образцы матрицы, которые обеспечивают максимальную для заданных режимов исследований механическую скорость разрушения породы при минимальной интенсивности их изнашивания. При этом важную роль играет соотношение зернистости используемых для оснащения алмазосодержащего слоя образцов синтетических алмазов (АСТ160 500/400 мкм) и наполнителя зернистостью 200/160 и 160/125 мкм, которое находится в пределах 1,5-2,0.

В качестве примера подтверждением вышеизложенного может быть характерный вид износа рабочей поверхности образца, алмазосодержащий слой которого структурирован зернами карбида вольфрама зернистостью 200/160 мкм, приведенный на рис. 2.64.

Как видно из рис. 2.64, в случае использования как наполнителя карбида вольфрама зернистостью 200/160 мкм микрорельеф рабочей поверхности образца развит, что

свидетельствует об оптимальной степени обнажения алмазов и эффективном их использование в качестве породоразрушающих элементов. Подтверждением этого является показатель эффективности разрушения горной породы – отношение механической скорости разрушения Ф горной породы $V_{мех}$ к интенсивности изнашивания *I:*

$$\Phi = \frac{\vartheta_{max}}{J} \qquad (2.7)$$

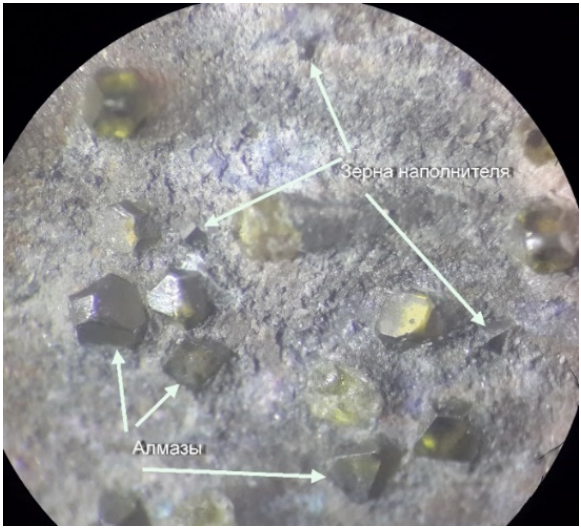


Рисунок 2.64 - Характерный вид степени обнажения алмазов на рабочей поверхности коронки, алмазосодержащий слой которой структурован зернами карбида вольфрама зернистостью 200/160 мкм

Данные, приведенные на рис. 2.65, свидетельствуют о том, что наиболее эффективными из числа испытанных при разрушении гранита Коростышевского месторождения являются образцы с износостойким наполнителем - крупнозернистым карбидом вольфрама зернистостью 160/125 и 200/160 мкм.

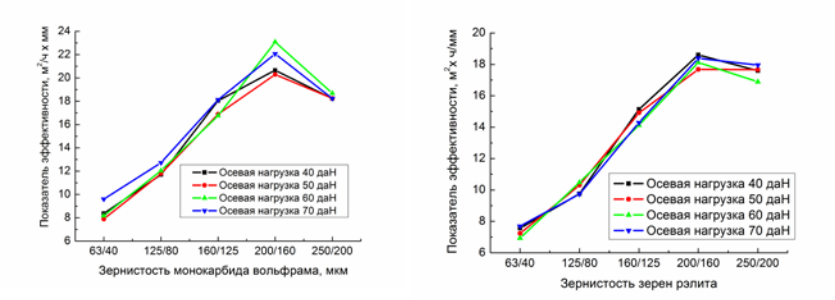


Рисунок 2.65 – Зависимость показателя эффективности алмазосодержащих образцов, структурированных карбидом вольфрама и рэлитом разной зернистости, от осевой нагрузки при частоте вращения 600 мин$^{-1}$

При равных значениях зернистости наполнителя на всех соотношениях параметров режима испытаний показатели эффективности у образцов, алмазосодержащий слой которых структурирован зернами карбида вольфрама, выше, чем у образцов, алмазосодержащий слой которых структурировано зернами рэлита.

2.7.7 Осуществление входного контроля порошковых смесей и пропитывающего материала для обеспечения качества изготавливаемых матриц коронок. особенности технологии изготовления матриц алмазной коронки

2.7.7.1 Осуществление входного контроля порошковых смесей и пропитывающего материала для обеспечения качества изготавливаемых коронок

С использованием вибростола (рис. 2.67) и набора контрольных сит с размерами ячейки 10/7, 7/5, 5/3 и 3/2 мкм осуществлено просеивание и входной контроль зернистости порошковой смеси ВК6.

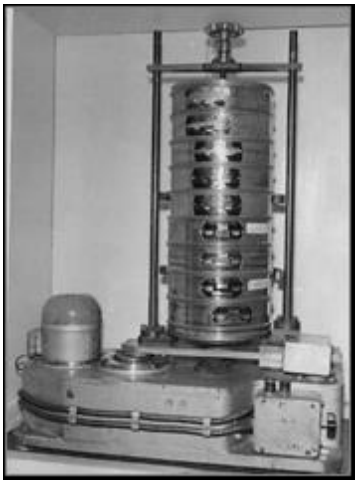


Рисунок 2.67 - Установка для вибропросеивания порошков

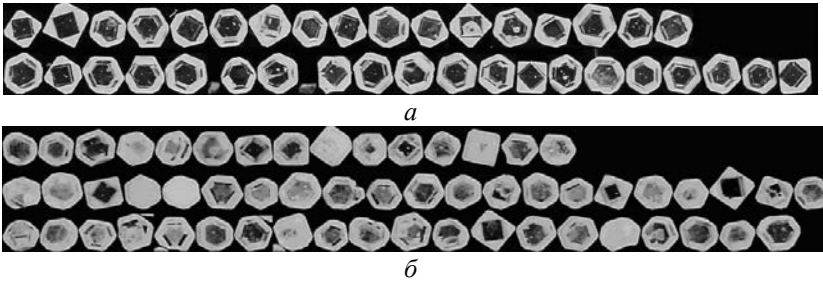
Для обеспечения качества инфильтрации изготавливаемых коронок определение химического состава пропитывающего материала - меди марки М1 выполнили с использованием портативного рентгенофлуоресцентного анализатора ElvaX ProSpektor LE.

2.7.7.2 Проведение сортировки исходного алмазного сырья для отбора шлифпорошка алмаза с высокой прочностью и минимальным количеством дефектов поверхности зерен

Для получения партии высокопрочных алмазов были выбраны алмазные шлифпорошки зернистостью 500/400 марки АС200, из которых изготовили три образца (№1, №2 и №3) различающиеся по содержанию в них внутрикристаллических включений (β). Все образцы подвергались термохимической обработке, сначала обработке при 1000 °С в инертной среде, а затем химической в минеральных кислотах. В образцах алмаза было изучено содержание внутрикристаллических включений и их элементный состав до и после термохимической обработки. Качественные

исследования включений в алмазных шлифпорошках выполняли на приборе DiaInspect.OSM. Содержание и элементный состав включений в порошках алмаза измеряли методом рентгенофлуоресцентного интегрального анализа с использованием растрового электронного микроскопа «BS-340» и энергодисперсного анализатора рентгеновских спектров «Link-860». В порошках определяли прочность до (Р, Н) и после термохимической обработки ($Р_{ТХО}$, Н) [144-148].

На приборе DiaInspect.OSM были выполнены качественные исследования внутрикристаллических включений в образцах алмаза. Функциональные возможности DiaInspect.OSM с использованием просвечивающей оптической микроскопии позволяют проводить визуальный анализ включений. На рис. 2.68–2.69 представлены фотографии образцов №1 и №3 до и после термохимической очистки. Как видно из рис. 2.68, кристаллы алмаза образца №1 имеют гладкие поверхности граней и являются более прозрачными по сравнению с кристаллами образца №3.

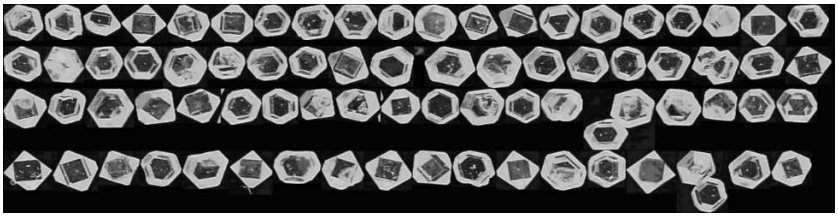


а

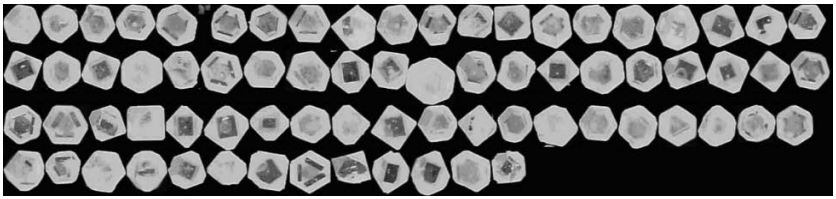
б

Рисунок 2.68 - Изображения алмазов образца №1
до (*а*) и после (*б*) термохимической очистки

Кристаллы алмаза образцов №1 и №3 до термохимической очистки более прозрачны. При этом если кристалл алмаза прозрачный, то фиксируются включения во всем его объеме (рис. 2.70 а). На менее прозрачных кристаллах алмаза, в основном после термохимической обработки, визуализируются преимущественно поверхностные включения (рис. 2.70 б).

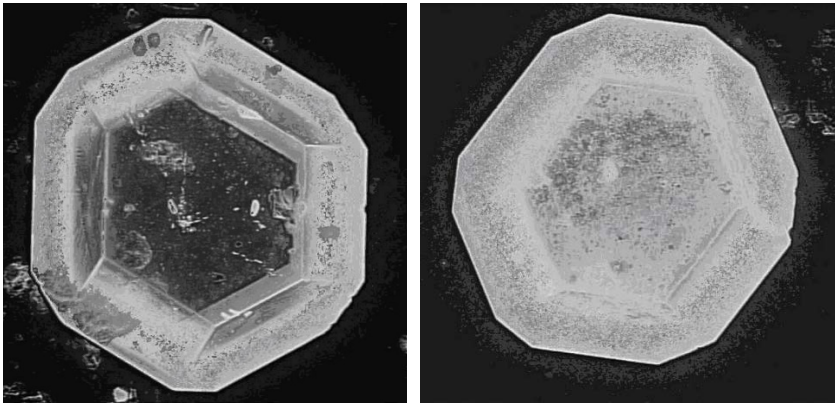


а



б

Рисунок 2.69 - Изображения алмазов образца №3
до (*а*) и после (*б*) термохимической очистки



а) *б)*

Рисунок 2.70 - Кристаллы алмаза
до (*а*) и после (*б*) термохимической очистки

После просмотра большого количества кристаллов алмаза и на основании визуального сравнения можно сделать вывод, что после термохимической обработки заметно снижается количество включений в объеме кристаллов.

В образцах было определено количественное содержание включений и их элементный состав. В табл. 2.20 представлен элементный состав включений в образцах алмазных шлифпорошков.

Таблица 2.20 - Элементный состав включений в алмазных шлифпорошках до и после термической обработки

№ обр.	Элементный состав, %								
	Mg	**Al**	**Ca**	**Ti**	**Fe**	**Co**	**Ni**	**Mn**	**Cu**
До термической обработки									
№1			0.015		0.161	0.016	0.114	0.003	0.022
№2			0.026		0.212	0.031	0.124	0.007	0.039
№3	0.014	0.060	0.040	0.016	0.222	0.058	0.139	0.010	0.058
После термической обработки									
№1					0.141		0.093	0.001	
№2			0.020		0.154		0.103	0.005	0.031
№3		0.022	0.029		0.183		0.106	0.008	0.044

Как видно из табл. 2.20, элементный состав включений в образцах в основном представлен элементами сплава-растворителя железа и никеля. Общее содержание включений, содержание элементов сплава-растворителя в кристаллах алмаза, а так же прочность порошков до и после термохимической обработки приведены в табл. 2.21.

Из табл. 2.21 следует, что общее содержание включений в кристаллах алмаза до термохимической обработки находится на уровне 0,331–0,617 масс. %, а после – 0,235–0,392 масс. %. При этом элементный состав включений состоит в основном из элементов сплава-растворителя Fe и Ni в количестве от 58,5 до 83 %. После высокотемпературной обработки в инертной среде и последующей химической очистки содержание внутрикристаллических металлических включений в кристаллах алмаза снижается примерно на 30 %.

Таблица 2.21 – Содержание примесей и включений в алмазных шлифпорошках до и после термической обработки

№ обр.	Виды обработок							
	до термообработки				после термообработки			
	P, Н	содержание примесей и включений			$P_{ТХО}$, Н	содержание примесей и включений		
		сплава-растворителя		общее, масс. %		сплава-растворителя		общее, масс %
		масс. %	%			масс. %	%	
№1	414.2	0.275	83.0	0.331	383.5	0.234	99.5	0.235
№2	358.0	0.336	76.5	0.439	289.1	0.257	82.1	0.313
№3	305.5	0.361	58.5	0.617	198.0	0.289	73.7	0.392

Проведенная специальная разработанная в ИСМ НАН Украины сортировка высокопрочных порошков марки АСТ200 в электромагнитном сепараторе типа 138 ЭМС (рис. 2.71) позволила получить порошки алмаза, различающиеся между собой по содержанию в них внутрикристаллических включений до 2 раз и по прочности в 1,7 раза (рис. 2.72). После отделения зерен алмаза с высоким содержанием включений прочность алмазных порошков после высокотемпературных воздействий первых продуктов разделения возрастает на 20 %.

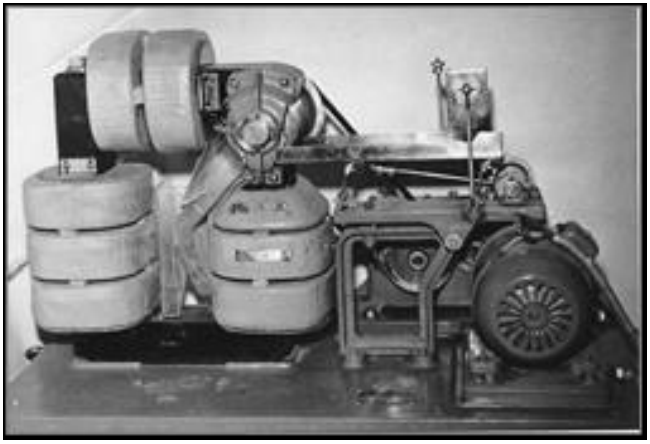


Рисунок 2.71 - Электромагнитный сепаратор

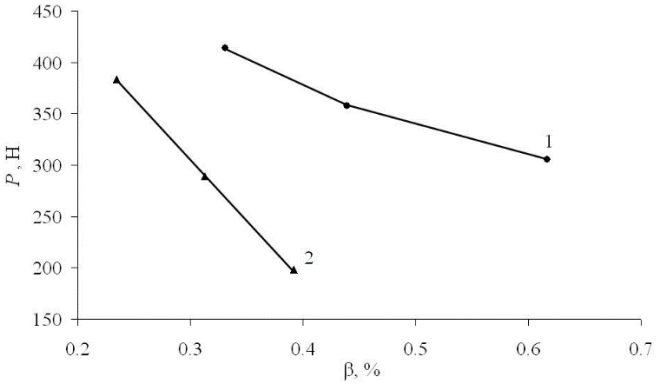


Рисунок 2.72 - Зависимость прочности алмазов (*P*, Н) от содержания включений (β, %) образцов №1, №2 и №3:
1 – до термообработки (исх.); 2 – после термообработки

В результате проведенной работы получены партии алмазов с прочностью более 300 Н с низким общим содержанием включений, которые до термохимической обработки находились на уровне 0,331–0,617 масс. %, а после обработки – 0,235–0,392 масс. %.(рис. 2.73)

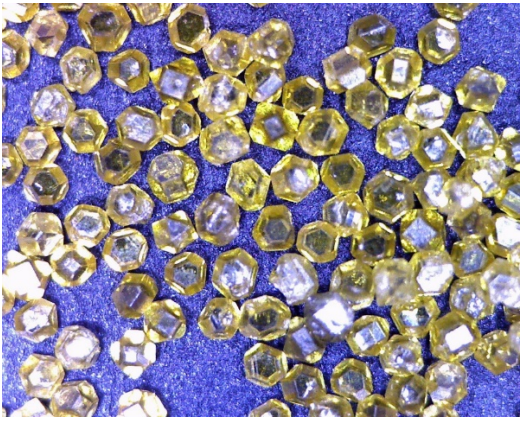


Рисунок 2.73 - Общий вид зерен высокопрочных алмазов с низким общим содержанием включений

ВЫВОДЫ К РАЗДЕЛУ 2

1. Выполненные исследования показали влияние добавок нано-VN различной концентрации на морфологию, структуру, удержание алмазных зерен металлической матрицей и механические свойства образцов КАМ на основе матрицы 51%Fe-32%Cu—9%Ni-8%Sn, сформированных методом плазменно-искрового спекания. При этом эти зависимости могут иметь противоположные тенденции. Характер и эффективность этого воздействия зависит от концентрации нано-VN;

2. Разработаны методики приготовления однородных смесей, содержащих порошки железа Fe, меди Си, никеля Ni, олова Sn и добавки по отдельности нано- VN и микропорошка CrB_2 (в интервале от 0 до 10 % (по массе)) и аналогичных смесей, содержащих алмазы с концентрацией 25 % (по массе) для формования образцов металлических матриц и КАМ диаметром 10 и высотой 10 мм;

3. Микроструктура композита 51%Fe-32%Cu-9%Ni-8%Sn состоит из ГЦК твердых растворов, содержащих железо, медь, никель и олово в различных соотношениях. При незначительном содержании (от 0,5 до 2%) нанопорошка VN в составе шихты фазовый состав образцов не изменяется и отличается только содержанием компонентов в твердых растворах. Увеличение содержания (от 2 до 4 %) VN в составе шихты приводит к формированию более мелкозернистой однородной структуры, состоящей из твердого раствора азота и ванадия в а-железе и смеси фаз Fe, Си, Ni, Sn, первичных и вторичных дисперсных фаз нитрида, ванадия.

4. Показано, что добавление 10 % нитрида ванадия в состав композита 5 l%Fe-32%Cu-9%Ni-8%Sn влечет за собой существенное повышение микротвердости (от 3,86 до 8,58 ГПа) при незначительном уменьшении вязкости разрушения (от 5,55 до 4,76 МПа•м$^{1/2}$). При этом зависимость $H(C_{VN})$ имеет две характерные области, отличающиеся углом наклона. В интервале 0 %<C_{VN}<4 % твердость увеличивается незначительно (от 3,86 до 5,26 ГПа), а вторая область (CVN > 4 %) характеризуется более значительным ростом твердости.

5. Методом ПЭМ установлено, что оосновной причиной измельчения микроструктуры в процессе формирования композита при температуре 1000 °С и последующего охлаждения является $\alpha \rightarrow \gamma \rightarrow \alpha$-превращение в условиях растворения VN в α-Fe. В результате структура композита формируется из пересыщенного α - твердого раствора (ОЦК-фаза α-Fe) с размером зерен 20-400 нм, первичных и вторичных фаз нитридов ванадия с размером зерен 5-100 нм.

Измельчение размера зерна от 5-50 мкм до 20-400 нм и рассмотренные выше структурные факторы приводят к снижению силы трения от 250 до 180 мН и - скорости износа от $8{,}15 \cdot 10^{-4}$ до $1{,}79 \cdot 10^{-4}$ мм^3·Н$^{-1}$ м$^{-1}$.

6. Методом сканирующей электронной микроскопии и энергодисперсионного анализа установлено, что микроструктура матрицы 51%Fe-32%Cu-9%Ni-8%Sn спеченного образца КАМ состоит из алмазных зерен и ГЦК твердых растворов, содержащих железо, медь, никель и олово в различных соотношениях. При этом на поверхности алмазных зерен не обнаружено элементов Fe, Си, Ni и Sn, а на границе раздела алмаз-матрица наблюдаются зазоры, несплошности, а в металлической матрице еще и поры.

7. Добавление нано-VN в количестве 2, 4, 6 и 8% в состав КАМ на основе матрицы 51%Fe-32%Cu-9%Ni-8%Sn позволяет сформировать более мелкозернистую структуру, состоящую из твердых растворов, содержащих железо, медь, никель, ванадий и олово, и алмазных зерен, на поверхности которых содержатся в небольшом количестве элементы Fe, Си, V, Ni и Sn. При этом контакт алмаз - матрица плотный без видимых зазоров, несплошностей и других дефектов.

Добавление 2 % нано-VN в состав КАМ на основе матрицы 51%Fe-32%Cu- 9%Ni-8%Sn обеспечило повышение его нанотвердости *H* с 5,2 до 5,6 ГПа, модуля упругости *E* со 197 до 202 ГПа, устойчивости материала упругой деформации *H/E* с 0,0264 до 0,0277 и сопротивление материалу пластической деформации H^3/E^2 с 3,62 до 4,30 МПа.

8. Наибольшее повышение *H* (7,8 ГПа), *E* (213 ГПа), *H/E* (0,036) и H^3/E^2 (10,46 МПа) обнаружено для образца КАМ,

содержащей добавку нано-VN в количестве 8 %.

Превышение 8-процентного содержания нано-VN в составе КАМ на основе матрицы 51%Fe-32%Cu-9%Ni-8%Sn приводит к ухудшению (уменьшению) H с 7,8 до 7,5 ГПа, модуля упругости E с 213 до 206 ГПа, H/E с 0,0366 до 0,0364 и H^3/E^2 с 10,46 до 9,30 МПа вследствие агломерации порошков нано-VN и возникновением около них пор.

9. Разработка композиционных материалов системы Fe-Ni-Cu-Sn-VN методом плазменно-искрового спекания может быть использована для улучшения комплекса механических свойств. В то же время необходимо соблюдать строгое соотношение концентраций компонентов, поскольку превышение порогового значения концентрации нано-VN вызывает ухудшение механических свойств композита. Кроме того, получение композитов рассматриваемой системы с высокими показателями рабочих характеристик обеспечивает существенную экономическую выгоду не только за счет снижения энергопотребления в процессе спекания, но и заметного снижения стоимости композитов.

10. Установлено, что структура переходной зоны алмаз-матрица существенно зависит от содержания CrB_2 в составе исходной шихты 51%Fe-32%Cu-9%Ni- 8%Sn КАМ и имеет иную природу, чем структура материала матрицы. Структура переходной зоны КАМ на основе матрицы 51%Fe-32%Cu-9%Ni-8%Sn состоит из фаз Cu, α-Fe і Ni_3Sn и графитовых включений. В то же время, структура переходной зоны КАМ на основе матрицы 51%Fe-32%Cu-9%Ni-8%Sn с добавками CrB_2 состоит из матричной фазы α-Fe и наноструктуры из з Fe_3C, Cr_7C_3, Cr_3C_2 без графитовых включений.

11. Показано, что твердость и модуль упругости материала матрицы композита линейно возрастают с увеличением концентрации CrB_2 в ее составе. При этом скорость износа уменьшается. Наименьшее значение твердости (4,475 ГПа) и модуля упругости (86,6 ГПа) и наибольшее значение скорости износа ($21{,}61\cdot10^{-6}$ мм^{3}Н$^{-1}\cdot$м$^{-1}$) имеет композит без добавки CrB_2. Недостаточные значения механических и трибологических свойств этого композита объясняются крупнозернистой структурой матрицы и формированием в переходной зоне

алмаз-матрица графитовых включений, что влечет за собой преждевременное ее разрушение и выпадение алмазных зерен из матрицы в процессе работы КАМ.

12. Добавление 2 % (по массе) CrB_2 в состав композита 51%Fe-32%Cu-9%Ni-8%Sn обеспечивает повышение твердости до 7,896 ГПа и модуля упругости до 107,5 ГПа и одновременное уменьшение скорости износа от $21{,}61 \cdot 10^{-6}$ до $10{,}04 \cdot 10^{-6}$ $мм^3 \cdot Н^{-1} \cdot м^{-1}$. Механизм повышения механических свойств и износостойкости образцов КАМ, содержащих в составе добавки CrB_2, заключается в том, что углерод, выделяющийся при графитизации алмазных зерен, связывается в карбидные прослойки Fe_3C, Cr_7C_3, Cr_7C_2, а также в уменьшении размеров зерен железа и меди с 5-40 мкм до 2-10 мкм и присутствии дискретных зон более высокой твердости с большими значениями модуля упругости.

Это, в свою очередь, увеличивает способность материала матрицы удерживать алмазные зерна от их выпадения в процессе работы КАМ. Трибологические испытания спеченных композитов в режимах тестирования палец-диск при возвратно-поступательном трении и шар-шлиф при абразивном трении в дополнение к измерению микротвердости и модуля упругости свидетельствуют о расширении функциональных возможностей разработанного композита, содержащего 2 % CrB_2.

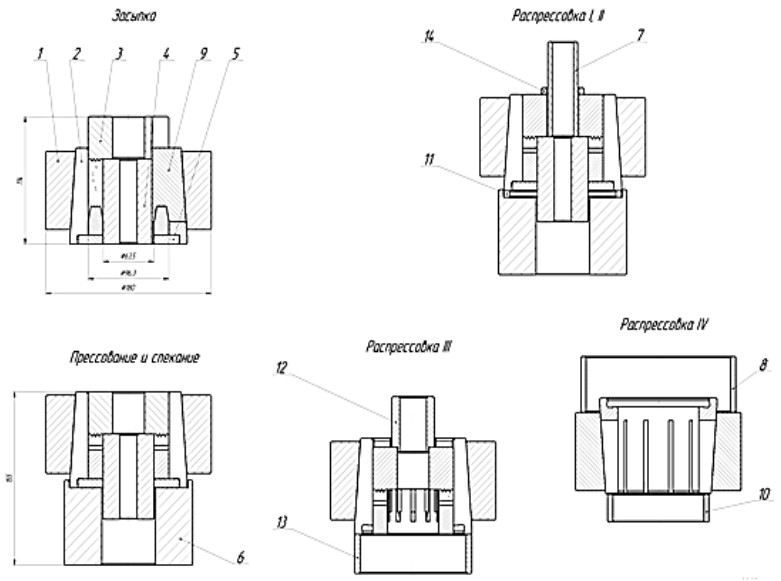
13. Для прогнозирования износостойкости матрицы КАМ можно использовать параметры H/E и H^3/E^2, характеризующие соответственно стойкость материала упругой деформации и сопротивление материала пластической деформации.

3 ТЕХНОЛОГИЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ КОРОНОК И ИХ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1 Технология изготовления экспериментальных коронок с повышенными эксплуатационными характеристиками для проведения производственных испытаний

Изготовление экспериментальной партии коронок осуществляется в соответствии с рекомендациями, полученными в ходе лабораторных исследований. Это в первую очередь, касается дозирования алмазов, их качества, связующих материалов и рекомендуемых добавок компонентов для приготовления матрицы. На рисунке 3.1 показана технологическая оснастка и последовательность операций при изготовлении коронки БС конструкция ИСМ (Украина).

В соответствии с технологической инструкцией с использованием аналитических весов модели АД 200 выполняется взвешивания всех компонентов для каждого сектора матрицы коронки и необходимое их количество для формования матрицы в целом [149-158].



1 – обойма предназначенная для обжатия матрицы; 2 и 4 – цилиндрические матрица и вкладыш, предназначенные для формирования камеры засыпки шихты; 3 – цилиндрический пуансон для одновременного прессования алмазоносного и приварочного слоя коронки; 5 – вспомогательное кольцо, необходимое для формирования промывочных каналов при распрессовке коронки; 6 – подставка для распрессовки коронки; 7 – кольцо для выпрессовки вкладыша из короночного кольца после прессования матрицы; 8 – кольцо для распрессовки обоймы; 9 – вставки для формирования промывочных каналов коронки при прессовании шихты; 10 – вспомогательное кольцо, используемое при распрессовке обоймы; 11 – кольцо для центровки матрицы при распрессовке; 12 и 13 – кольца для выпрессовки коронки в спрессованном состоянии из матрицы пресс-формы; 14 – кольцо для центровки кольца 7

Рисунок 3.1 - Технологические операции при изготовлении алмазных буровых коронок БС ИСМ

После нанесения на поверхность алмазов связующего состава в виде смеси эпоксидной смолы ЭД-20 с вазелиновым маслом и олеиновой кислоты выполнено окатывание алмазов шихтой ВК6 для получения алмазных гранул (рис. 3.2).

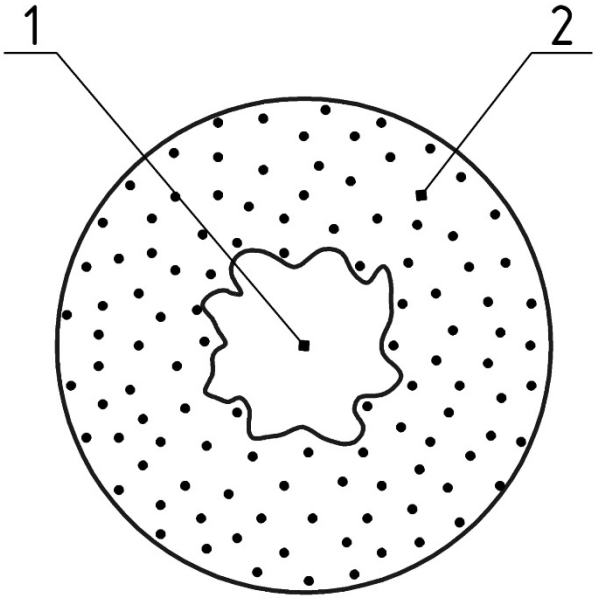


Рисунок 3.2 - Схема алмазно-твердосплавной гранулы: 1) алмаз; 2) твердосплавная оболочка

Полученные алмазоносные гранулы в виде навесок на каждый сектор были использованы для формования в графитовых формах алмазоносной матрицы буровых коронок (рис. 3.3).

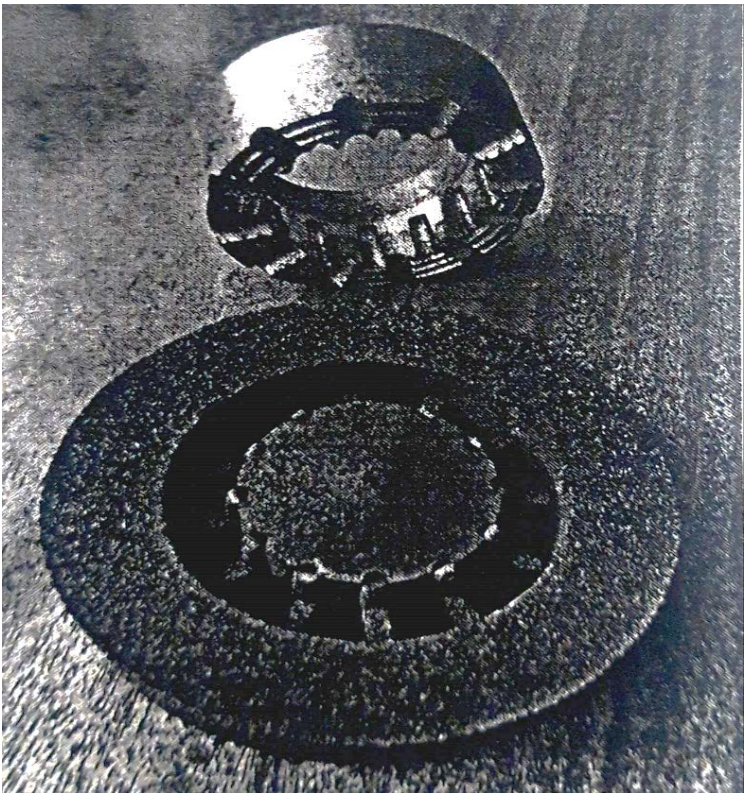
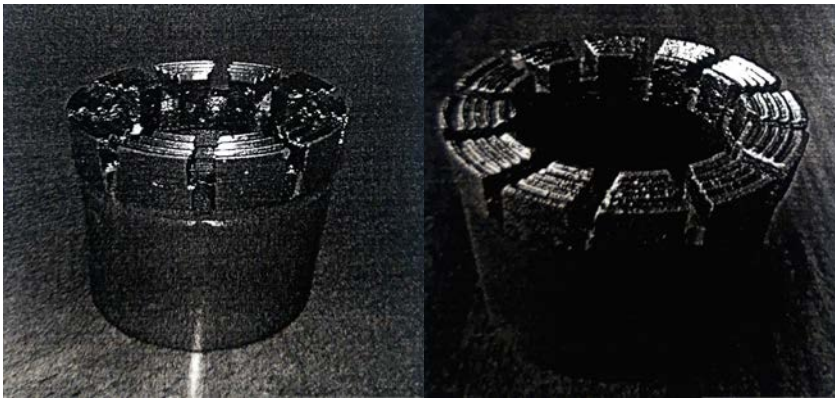


Рисунок 3.3 - Графитовая форма с корпусом коронки перед формованием матрицы

Последующее прессование алмазоносных матриц коронок, сформованных в графитовых формах, выполняли в металлической пресс-форме с усилием не менее 500 даН/см^2. Последующую инфильтрацию коронок пропитывающим материалом осуществляли при температуре 1150^{0}С в течении 15 мин. После осуществления пропитки и остывания коронок до комнатной температуры выполняли окончательную механическую обработка пропитанных коронок в соответствии с их чертежами [155, 159].

Вид коронок типа NQ и HQ представлен на рисунке 3.4.



а) б)

Рисунок 3.4 - Общий вид коронки типа NQ (а) и HQ (б).

3.1.1 Технология изготовления коронки КСБ-3М КазНИТУ

Технология изготовления имеет свои особенности в связи с криволинейной матрицы переменной глубины. На рисунке 3.5 представлена схема технологического процесса изготовления коронки [160-163].

Для проектирования и создания 3Д-моделей буровой коронки и графитовой прессформы был использован упрощенный вариант САПР Kompas 3D V14 Home. Следует отметить, что данная программа имеет ограниченные возможности и функционал по сравнению с профессиональными приложениями АСКОН и в дальнейшем предполагается приобрести более мощную версию данного производителя. Главное достоинство семейства данных программ, производимых в РФ – полная совместимость со стандартами ЕвразЭС.

1.Проектирование

Создание 3д-модели коронки

Создание 3д-модели прессформы

Создание программного кода для станка ЧПУ Remax 4030

2.Изготовление

Обработка графитовых деталей прессформы на станке ЧПУ

Изготовление стальной заготовки под коронку

Сборка коронки

Прессование

Инфильтрация в вакуумной установке

Окончательная обработка коронки

Рисунок 3.5 - Схема технологического процесса изготовления алмазной буровой коронки КСБ-3М

На первом этапе была создана 3д-модель буровой коронки (рис 3.6)

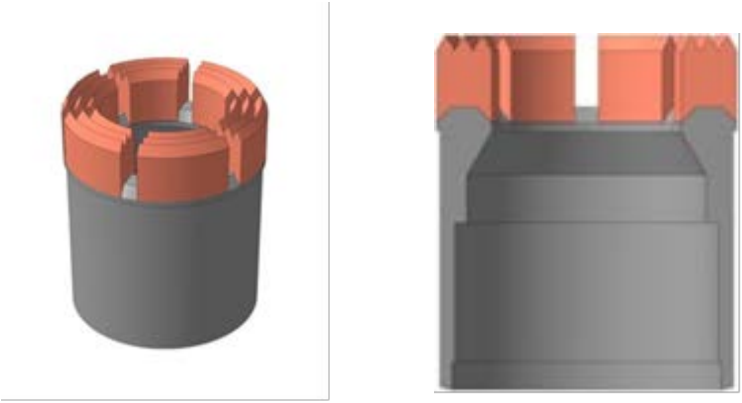


Рисунок 3.6 - Буровая коронка общий вид и в разрезе

По разработанной 3д-модели были разработаны рабочие чертежи короночной заготовки и деталей прессформы, а затем по утвержденной конструкции разработана прессформа (рис 3.7) состоящая из 7 графитовых деталей: Основания 1, обоймы 2, направляющая 3, вкладыша 4, разделителей 5, упругие вставки 6, короночная заготовка 7, центрирующие стержень 8.

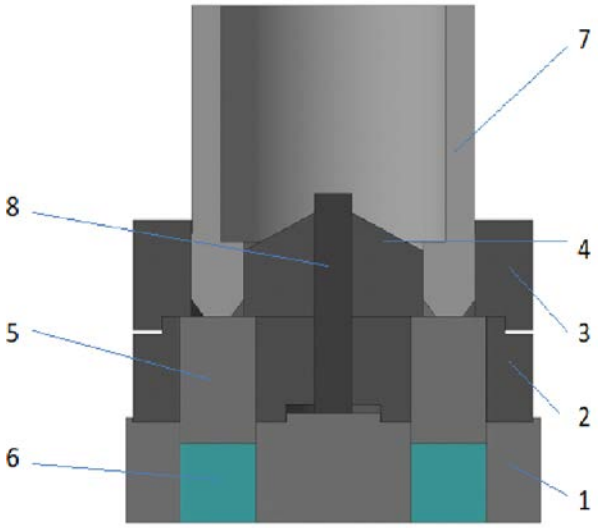


Рисунок 3.7 - Прессформа буровой коронки

Наиболее сложной по исполнению деталей прессформы является основание (рис 3.8). Проектируемая матрица буровой коронки имеет сложную криволинейную форму, а основание прессформы является той деталью, которая будет формировать профиль матрицы. При использовании стандартного токарного, фрезерного и сверлильного оборудования такую форму крайне сложно, а практически невозможно воспроизвести с требуемым качеством. Поэтому данная деталь будет изготовлена с использованием станка ЧПУ типа Remax 4030.

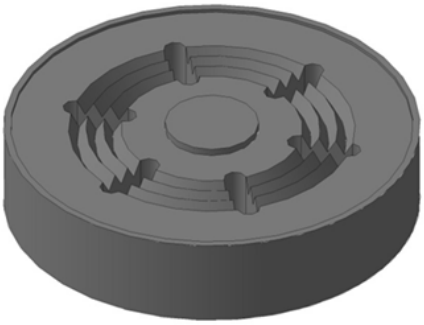


Рисунок 3.8 - Основание прессформы

После утверждения 3д-модели конструкции прессформы все ее графитовые детали были переведены в рабочие чертежи. Используя программу ARTCAM 2011, была создана рабочая программа для изготовления этих деталей на станке ЧПУ Remax 4030Z (рис 3.9).

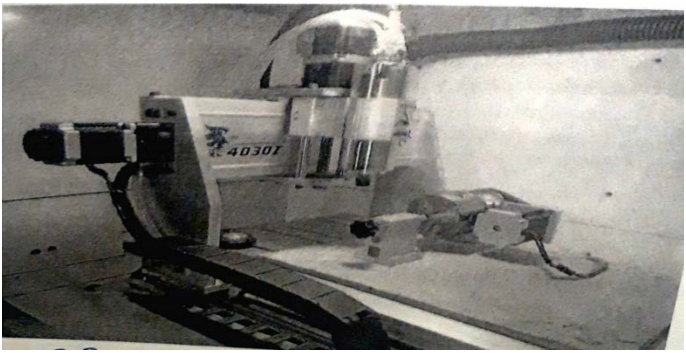


Рисунок 3.9 - Станок ЧПУ 4030

Создание образцов буровых коронок начиналось с изготовления деталей прессформ и короночных заготовок. При этом короночная заготовка вытачивалась на токарном станке 1А616. Графитовые детали обрабатывались на сверлильном станке 2М112 и станке Remax 4030. В качестве инструмента использовались алмазный кольцевые сверла и твердосплавные концевые фрезы.

Обработка графитового основания прессформы производилось в 2 стадии. Грубая обработка концевой фрезой диаметром 6 мм и чистовая обработка фрезой 3 мм (рис 3.10).

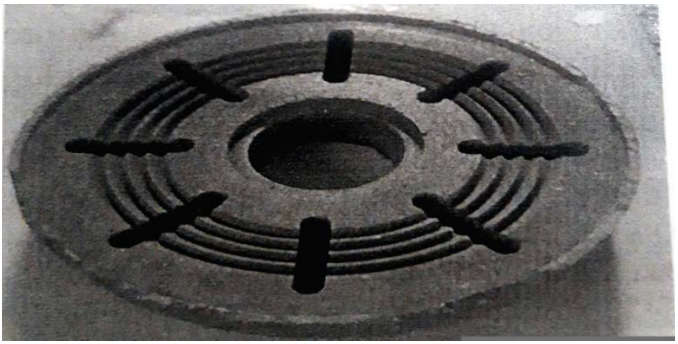


Рисунок 3.10 - Основание графитовой прессформы

Поскольку детали прессформы обойма и вкладыш имеют простую кольцевую форму (рис 3.11), их изготовление производили путем высверливания на сверлильном станке 2М112. При этом использовались кольцевые алмазные сверла соответствующих диаметров.

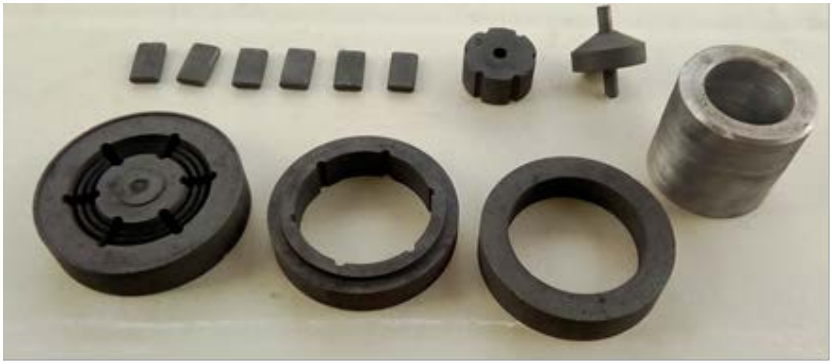


Рисунок 3.11 - Детали прессформы, изготовленные из графита марки МПГ на стенках Remax 4030, 2М112, и стальная короночная заготовка изготовленная на станке 1А616.

Особенностью конструкции опытных коронок является чередование в матрице рабочих слоев содержащих синтетический алмазный порошок SDB1125 фракции 25/35 меш, порошковую смесь ВК-8 и пропиточную медь, а также безалмазных слоев из смеси ВК-15 и меди. Слои имеют гребенчатую форму. Угол при основании равен 60 градусов. Всего 5 рабочих слоя и 4 безалмазных. Высота алмазного слоя 4 мм, безалмазного 2 мм. Общая высота матрицы 18 мм. Слои в матрице сформированы по трехзаходной винтовой поверхности (рис 3.12).

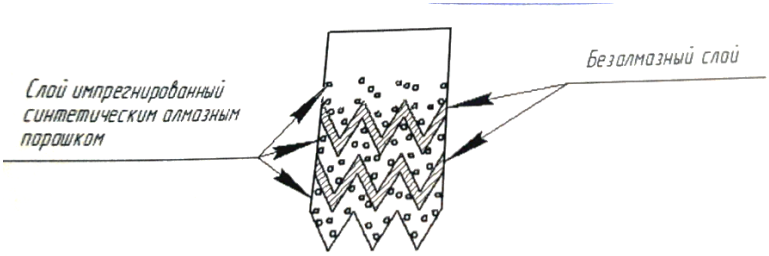


Рисунок 3.12 - Структура матрицы коронки

Работа над изготовлением коронки начинается со сборки прессформы (рис 3.13).



Рисунок 3.13 - Прессформа в собранном виде

Технология взвешивания нужных компонентов не отличается от таковой, принятой при взвешивании компонентов для коронки БС ИСМ. Остальные технологические процессы (получение алмазных гранул, укладки слоев, прессование) аналогичны процессам при изготовлении коронок БС ИСМ. После этого коронка подготовлена к процессу инфильтрации в печи с защитной средой (рис 3.14).



Рисунок 3.14 - Прессформа с короночной после прессования и перед установкой в печь

Последующую инфильтрацию коронок, пропитывающих материалам осуществлялось в течение 15-20 минут при температуре 115^0 С и охлаждение до комнатной температуры.

Буровая коронка совместно с прессформой и кусочками пропитывающего сплава устанавливалась в нагревательной муфель, который расположен внутри вакуумной камеры. Вакуумная камера герметизировалась и производилась откачка воздуха до вакуума 0,1 мм.рт.ст. Далее осуществлялся нагрев изделия до температуры 1100 гр.С, выдержка при этой температуре в течении 20 минут и охлаждение до комнатной температуры (рис 3.15).



Рисунок 3.15 - Полуфабрикат буровой коронки после высокотемпературной инфильтрации в вакуумной установке

В завершении пропитанные изделия подвергались токарной обработке на станке 1А616 до размеров, определенных стандартом ISO 10097-1 (рис 3.16).



Рисунок 3.16 - Окончательный вид буровых коронок КСБ-3М (NQ)

3.2 Производственные испытания экспериментальных алмазных буровых коронок

Первые испытания коронок КСБ-3 были проведены на геологическом объекте, на котором проводила разведочное бурение фирмы «Бурмаш» (Алматы, Казахстан). Коронка КСБ-3 выполнена в соответствии патентом РК №25764 (патентообладатели КазНИТУ имени К.И. Сатпаева). Отличительная особенность алмазной коронки КСБ-3 - выполнение алмазосодержащих многослойных секторов «гребешковой» формы на трехзаходной винтовой поверхности с малым шагом (1-1,5 мм), что давало возможность вовлечение в процесс углубления забоя частично зону ослабленной трещинами горную породу, расположенную ниже внедрения алмазных зерен.

Геологический разрез месторождения представлен липоритовыми порфирами, дацитами диабазом. Наибольшей твердостью обладают частично окварцованные дациты, относящиеся к IX категории буримости и залегающие в интервале 113,4 – 192,5 м (мощность около 80 м). Глубина проектируемых скважин составляла 305 м, а их конструкция следующая: начальный диаметр бурения – 122 мм, на глубину 4 м с последующей обсадной трубами Ø 108 мм, бурение интервала 4 м – 20 м диаметром 96 мм без обсадки, интервал 20 м – 305 м бурится без обсадки диаметром 75,7 мм.

Для проходки скважин использовалась буровая установка LF -90C, буровой насос FMC W10, буровой комплекс ССК – все элементы фирмы ‘Boart Longyear’ (США, Канада).

В упомянутом интервале залегания дацитов поддерживался следующий режим бурения: осевая нагрузка на коронку – 15,5 кН; частота вращения коронки – 916 ст/мин, расход бурового раствора – 20-25 л/мин. В качестве промывочной жидкости применялся безглинистой полимерный раствор, содержащий ПАА, РНРЛ.

В процессе испытаний средняя механическая скорость бурения коронки КСБ-3 составляла 4,5 м/час при 100% - ном выходе керна. При подъеме из скважины коронка тщательно осматривалась, особо отмечался вид и интенсивность износа

матрицы, который составлял в конце испытаний порядка 1,3 мм по высоте.

Следует отметить, что испытания были проведены в последней из запланированных к бурению скважин. Поэтому общую стойкость коронки (ее работоспособность) установить не удалось.

Второй этап производственных испытаний проводился на геологическом объекте ТОО «Казахмыс Барлау» - участие Дюсембай (близ. г. Джезказган). Геологический разрез буримых пород, конструкция скважины и рациональные параметры режима бурения указаны в геолого-техническом наряде (рис. 3.17). Скважины закладывались под углом 67^0.

Как следует из описания пород, последние имеют достаточно широкий диапазон изменения буримости: от III – IV категории до IX – ой и частично X категории.

Буримые породы представлены разновидностями кремнистых метааргиллитов с различной степенью окварцованности, которая влияет на их буримость. В испытаниях применялись три алмазные коронки КСБ-3М, диаметром HQ (96,5 мм). Конструкция коронок выполнена в соответствии с патентом РК №25764.

Основные технические данные коронок КСБ-3М:

Наружный диаметр – 95,6 мм (HQ);

Внутренний диаметр – 635 мм;

Толщина матрицы – 18 мм;

Количество импрегнированных слоев – 5;

Количество безалмазных слоев (ВК-20) – 4;

Количество заходов винтовой поверхности, на которых размещены алмазные и безалмазные слои – 3;

Шаг трехзаходной винтовой поверхности – 1 мм;

Профиль импрегнированных слоев-гребенчатый с углом приострения – 60^0С;

Группа алмазов в подрезном слое 7NDT – 1460/40;

Группа алмазов в объемном слое JDMB – 6020/40 МО;

Каратность – 68 карат.

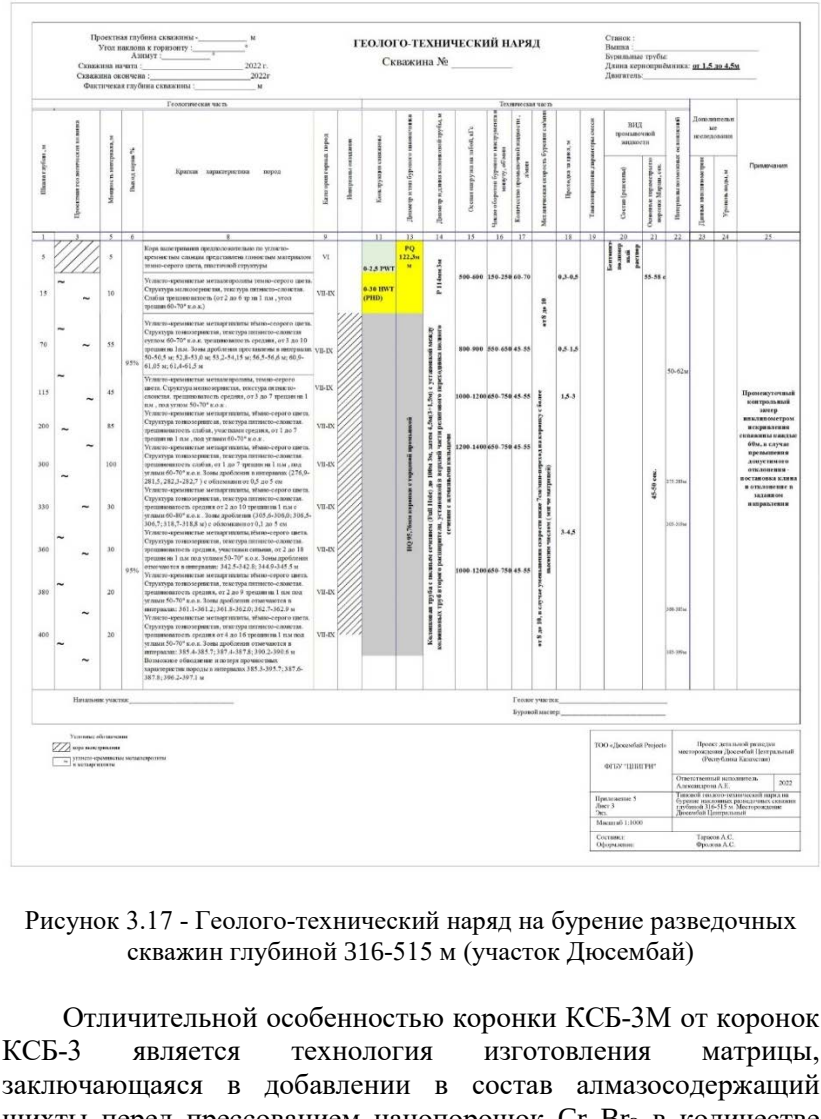


Рисунок 3.17 - Геолого-технический наряд на бурение разведочных скважин глубиной 316-515 м (участок Дюсембай)

Отличительной особенностью коронки КСБ-3М от коронок КСБ-3 является технология изготовления матрицы, заключающаяся в добавлении в состав алмазосодержащий шихты перед прессованием нанопорошок Cr Br_2 в количестве 2% от массы (рекомендация ИСМ НАН (Украина)).

Из трех испытываемых коронок одинаковой конструкции две изготовил завод 7ЗТАБ (Санкт-Петербург, Россия), а третья – в ТОО «СК Геосервис» (Алматы, Казахстан).

Первые две коронки при испытании показали при бурении по углеродистому алевролиту с прослоями плотного кварцевого песчаника проходку 47 м и 91,2 м, а затем вышли из строя по одинаковой причине: разрушение матрицы по внутреннему диаметру.

Третья коронка КСБ-3М, изготовленная ТОО «СК Геосервис» испытывалась при бурении в двух скважинах при бурении преимущественно пород VIII – IX – ой и частично X – ой категории и показала ресурс (стойкость) равный 389,4 м при 100% - ном выхода керна.

Распределение механической скорости бурения по метражу скважин и категориям буримости показано на рисунке 1.18, из которого следует, что основной пробуренный метраж скважин (порядка 286 м) приходится на породы VIII – IX категории. Из сравнения показателей алмазных коронок фирмы «Терекалмаз» (Россия), которые применяются при бурении скважин на участке Дюсембай, и коронки КСБ-3М следует, что средняя стойкость коронки «Терекалмаз» составляет 200 – 250 м.

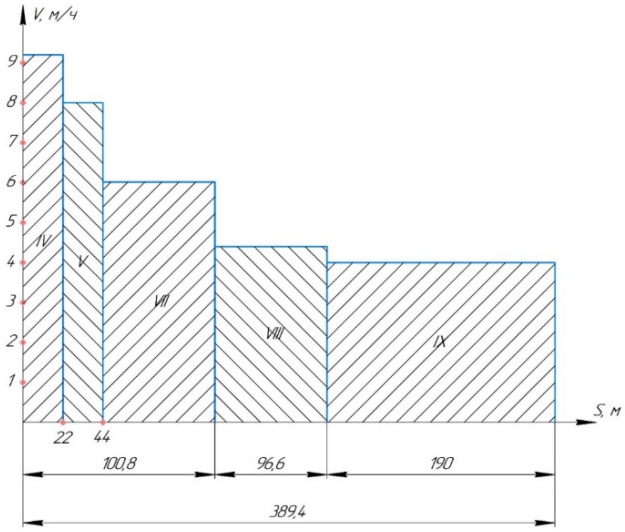


Рисунок 3.18 - Распределение механической скорости по метражу скважин и категориям буримости горных пород коронка КСБ-3М (HQ)

Анализируя результаты производственных испытаний, можно сделать следующие выводы:

- так как все три алмазные коронки были изготовлены в соответствии с чертежами, выполненными исполнителями проекта, то резкое несоответствие результатов испытаний части коронок и выхода из строя по одной же причине (разрушение матрицы по внутреннему диаметру) можно объяснить только слабой технологической подготовкой завода ЭЗТАБ (Санкт-Петербург) при изготовлении алмазных буровых коронок.

- следует отметить ответственность и хорошую технологическую подготовку отечественного ТОО «СК Геосервис» (Алматы, Казахстан) при изготовлении запатентованной алмазной буровой коронки КСБ-3М, которая при испытаниях показала результат на уровне мировых образцов в своей области. Такому результату также способствовала рекомендация ИСМ НАН (Украина) о добавлении в необходимом количестве в алмазосодержащую шихту перед прессованием матрицы нанопорошка $Cr\ Br_2$.

ВЫВОДЫ ПО РАЗДЕЛУ 3

1. Разработаны технология и соответствующая технологическая оснастка для изготовления экспериментальных коронок ИСМ НАН (Украина) и КазНИТУ (Казахстан). Особо следует отметить разработку программы и ее реализация на станках ЧПУ по созданию прессформы, имеющей кольцевые конусные канавки переменной глубины для размещения импрегнированных слоев гребешковой формы по созданию алмазной коронки по патенту РК №25764.

2. Производственные испытания коронки КСБ-3М, если выполнять технологию ее изготовления с учетом только одной из рекомендаций ИСМ НАН, показали отличный результат при бурении пород преимущественно IX – ой и частично X категории по стойкости - почти 890 м проходки на инструмент.

3. Следует изготовить экспериментальную партию алмазных многослойных коронок по патентам РК №25764 с учетом комплекса полученных ИСМ НАН (Украина) рекомендаций по созданию высокопрочной, износостойкой алмазосодержащей матрицы «гребешковой» формы, и испытать инструменты при бурении на других геологических объектах Казахстана, сложенных твердыми породами.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Обоснованы теоретически и подтверждены на практике основные конструктивные параметры алмазных буровых коронок для разрушения твердых горных пород. Ряд конструктивных решений («гребешковая» форма профиля, чередование по толщине матрицы импрегнированных и безалмазных слоев, равнонагруженность алмазных слоев по радиусу матрицы коронки) защищены патентами Республики Казахстан.

2. Доказана эффективность матрицы алмазной коронки, у которой алмазосодержащие слои размещены на трехзаходной винтовой поверхности с малым шагом (порядка 1 мм). Ожидается, что такая коронка способна при бурении вовлекать в разрушение частично зону ослабленной трещинами горную породу, залегающую под зоной внедрения алмазных зерен матрицы инструмента.

3. Добавление нанопорошка CrB_2 в состав создаваемой матрицы 51Fe–32Cu–9Ni–8Sn КАМ, сформированных методом холодного прессования с последующим спеканием с горячей депрессовкой, влияет на ее структуру, механические и эксплуатационные свойства. Наименьшее значения коэффициента трения (0,130) и скорости износа (2,1*10-2мм3*Н-1*м1) зафиксированы при концентрации 2% CrB_2.

4. Измельчение алмазных зерен от 5-50мкм до 20-400 Нм приводит к резкому снижению силы трения от 250 до 180 м/н и скорости износа; испытания на износостойкость измельченных зерен свидетельствует о значительном расширении возможностей композита с нанокристалической матрицей.

5. Применение предварительной металлизации высокопрочных синтетических алмазов с целью получения переходной зоны "алмаз–покрытие–материал матрицы" позволяет использовать технологические методы повышения износостойкости композиционных алмазосодержащих материалов алмазного породоразрушающего инструмента.

6. Установлено, что при проведении лабораторных испытаний использование для оснащения опытных коронок синтетическими алмазами марок АСТ200 – АСТ250 с высокой

однородностью по прочным характеристикам позволяет не только увеличить износостойкость буровых коронок в 1,5–2,5 раза, но и увеличить эффективность разрушения ими горной породы.

7. На основе созданного технического задания разработана технико-технологическая документация на изготовление опытной партии алмазных импрегнированных буровых коронок.

8. Разработаны технология и соответствующая технологическая оснастка для изготовления экспериментальных коронок ИСМ НАН (Украина) и КазНИТУ (Казахстан). Особо следует отметить разработку программы и ее реализация на станках ЧПУ по созданию прессформы, имеющие кольцевые конусные канавки переменной глубины для размещения импрегнированных слоев гребешковой формы при создании алмазной коронки по патенту РК №25764.

9. Производственные испытания коронки КСБ-3М, если выполнять технологию ее изготовления, с учетом строго только одной из рекомендаций ИСМ НАН показали отличный результат при бурении пород преимущественно IX – ой и частично X категории по стойкости - почти 390 м проходки на инструмент.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Федоров Б.В. Разрушение горных пород и теоретические основы бурения скважин. Алматы, КазНИТУ, 2021 г

2. Кудайкулов С.К. Бурение скважин в сложных условиях снарядами со съемными керноприемниками. Алматы, КазНТУ, 2010 г, 248 с

3. Пешалов Ю.А. Оптимизация применения технических средств и технологии бурения разведочных скважин. М. Недра, 1979 г, 325 с

4. Федоров Б.В., Кудайкулова Г.А., Ратов Б.Т. и др. Совершенствование алмазных коронок для бурения твердых абразивных пород. Сборник научных трудов «Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения». Выпуск 16, Киев 2013, 26-31 с

5. Соловьев Н.В., Чихоткин В.Ф. и др. Ресурсосберегающая технология алмазного бурения в сложных геологических условиях. М. ВНИИОЭНГ, 1997, 325 с

6. Предварительный патент РК №13169 Алмазная буровая коронка (авторы: Федоров Б.В., Кудайкулов С.К. и др.) бюл.№6, 2003

7. Предварительный патент РК №17379 Алмазная буровая коронка (авторы: Федоров Б.В., Кудайкулов С.К., и др.), бюл.№5, 2006

8. Федоров Б.В., Кудайкулова Г.А. и др. Результаты сравнительных испытаний алмазных буровых коронок ведущих фирм. Вестник КазНТУ, №2(102), 2014, 76-78

9. Инновационный патент РК №25764 Алмазная буровая коронка (авторы: Федоров Б.В., Кудайкулова Г.А. и др.), опубл 2012 г, бюллетень №5

10. Патент РК. Ратов Б.Т., Федоров Б.В., Руслякова-Куприянова И.А., Кудайкулова Г.А.и др. Алмазная буровая коронка / (11) № 35548, 2022г. аявка (21) 2020/0907.1 ((22) 31.12.2020. опуб. от 11.03.2022г. (45) 01.07.2022) бюл.№10

11. Ратов Б.Т., Федоров Б.В., Куттыбаев А.Е., Койбакова С.Е., Бораш А.Р. Научные основы создания алмазных буровых инструментов кольцевого типа / Журнал Нефть и Газ №4 (130)

2022г. С: 58-73. (ISSN 1562-2932//2708-0080). г.Алматы; https://doi.org/10.37878/2708-0080/2022-4.04

12. Ратов Б.Т., Федоров Б.В., Кудайкулова Г.А., Бондаренко В.А. и др. Создание высокопроизводительных алмазных коронок для разведочного бурения твердых горных пород. Изв. НАН КР, 2022, №2, Бишкек, 42-52 с

13. Ратов Б.Т., Федоров Б.В., Исонкин А.М., Закенов С.Т. Бораш Б.Р. Современные конструкции алмазных коронок для бурения скважин // Журнал Нефть и Газ №2 (128) 2022г. С: 92-102. (ISSN 1562-2932//2708-0080). г.Алматы DOI: 10.37878/2708-0080/2022-2.08

14. Ratov B.T., Fedorov B.V., Syzdykov A.Kh., Zakenov S.T., Sudakov A.K. The main directions of modernization of rock-destroying tools for drilling solid mineral resources / International Multidisciplinary Scientific GeoConference: SGEM; Sofia, Том 21, Изд. 1.2, (2021). Pp: 503-514, Exploration and Mining. DOI:org/10.5593/sgem2021/1.1/s03.062

15. Ratov B.T., Mechnik V.A., Kolodnitsky V.M. Kuttybayev A.E.. Muzapparova A.B. Drilling inserts of the WC–Co–CrB2 system with increased mechanical properties / International Multidisciplinary Scientific GeoConference: SGEM; Sofia, Том 21, Изд. 1.2, (2021). Pp: 917-925. DOI:org/10.5593/sgem2021/1.1/s06.111

16. Ратов Б.Т., Федоров Б.В., Исонкин А.М., Сыздыков А.Х. Ильницкая Г.Д. Основные направления совершенствования алмазных буровых коронок // Журнал Нефть и Газ №5 (125) 2021г. С: 46-59. (ISSN 1562-2932 / 2708-0080). г. Алматы. DOI: 10.37878/2708-0080/2021-5.03

17. Патент РК. Ратов Б.Т., Федоров Б. В. Руслякова-Куприянова И.А. и др. Комбинированный буровой лопастной инструмент / (11) № 35606, 2022г. Заявка (21) 2020/0906.1 ((22) 31.12.2020. опуб. от 15.04.2022, бюл. №15

18. Ratov B.T., Bondarenko N.A., Mechnik V.A., Borash B.R., Muzaparova A.B. et al. A study of the structure and strength properties of the WC–Co drill insert with different CrB2 content sintered by vacuum hot pressing / SOCAR Proceedings No. 1 (2022) 037-046. DOI: 10.5510/OGP20220100626

19. Найдич Ю.В., Уманский В.П., Лавриненко В.А. Прочность алмазометаллического контакта и пайка алмазов / Под ред. Г.Г. Гнесина. – К.: Ин-т проблем материаловедения АН УССР; К.: Наук. думка, 1984. – 136с.

20. Савицкий А.П. Жидкофазное спекание систем с взаимодействующими компонентами. – Новосибирск: Наука, 1991. – 184 с.

21. Скороход В.В., Солонин Ю.М. О соотношении интегрального и локального уплотнения при спекании пористых тел // Порошковая металлургия. – 1983. – № 12. – С. 25–30.

22. Скороход В.В., Олевский Е.А., Штерн М.Б. Континуальная теория спекания. Феноменологическая модель. Анализ влияния внешних силовых воздействий на кинетику спекания // Порошковая металлургия. – 1993. – № 1. – С. 22–23.

23. Бондаренко Н.А. Основы создания алмазосодержащих композиционных материалов для породоразрушающих инструментов / Бондаренко Н. А., Жуковский А. Н., Мечник В. А.; под ред. Н. В. Новикова. – К.: Институт сверхтвердых метериалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2008. – 456 с.

24. Скороход В.В., Олевский Е.А., Штерн М.Б. Континуальная теория спекания. П. Влияние реологических свойств твердой фазы на кинетику спекания // Порошковая металлургия. – 1993. – № 2. – С. 16–21.

25. Скороход В.В., Олевский Е.А., Штерн М.Б. Континуальная теория спекания. III. Влияние неоднородного распределения параметров формовок и условий их закрепления на кинетику спекания // Порошковая металлургия. – 1993. – № 3. – С. 23–29.

26. Ylikerala J., Gasik M. Cobalt price hikes set search for alternates in train// Metal Powder Report – 2004. – 59, N9. – P. 36–39.

27. Lison D. Human toxiciti of cobalt-containing dust and experimental studies on the mechanism of interstial lung disease (harg metal disease)//Crit. Rev. Toxicol. – 1996. – 26, N6. – P. 585–616.

28. Spirano S., Chen Q., Settineri L., Low content and free

cobalt matrixes for diamond tools// Wear. – 2005. – 259, N7–12. – P. 1190–1996.

29. Nitkiewicz Z., Swierzy M. Tin influence on diamond-metal hot pressed tools for stone cutting//J. Mater. Proc. Tech. – 2006. – 175, N1–3. P. 306–315.

30. Аносов Ю. Л., Антонова Т. Н., Бондарев Е. К. Синтетические сверхтвердые материалы/Под. ред. Н. В. Новикова. – Киев: Наук. думка, 1986. – Т. 2. – 264 с.

31. Варенков А. Н.. Костиков В. И., Ножкина А. В. Физикохимия взаимодействия алмазов с металлами, сплавами и соединениями.–М.: МИСиС, 1986.–120 с.

32. Masamichi Miki, Yoshikiyo Ogino. Precipitation in a Cu-20% Ni-8% Sn Alloy and the Phase Diagram of the Cu-Ni rich Cu-Ni-Sn system // Transact. Jap. Inst. Met. – 1984. – **25**, N9. P. 593–602.

33. Price W.B., Grant C.G., Phillips A.J. // Transact. AIME. – 1928. – N78. P. 503.

34. Veszelka J. Mitteilungen der Berg- und Forstwesen // Sopron. – 1932. – N4. – P. 164.

35. Wachtel E., Bayer E. Aufbau und magnetische Eigenschaften des Dreistoff-systems Cu-Ni-Sn // Zeitschreft fir metallkunde. – 1984.– 75, N1. P. 61–69.

36. Isothermal phase diagrams of the Cu-rich corner of the Cu-Cr-Sn system / T. Yamane, K. Wada, K. Hirao, Y. Minamino, S. Yamasaki, K. Yoshida, R. Takeda // J. Mater. Sci. Lett. – 1987. – **6**, N7. – P. 748–752.

37. Neijmeijer W.K., Kolster B.H. The ternary system Nb-Sn-Cu at 675°C // Z. Metallk. – 1987. – 78, N10. P. 730–737.

38. Фазовые превращения и структура эвтектических сплавов в системах Cu-Sn-Ni и Cu-Sn-Ni-Cr / В.П. Чепелева, Л.М. Юпко, А.Г. Мгеброва, Е.С. Черепенина // Порошковая металлургия. – 1990. – №5. – С. 24–28.

39. Лазарев В.А., Новиков Б.А., Голиков В.М. Влияние дефектов и поверхностно-активных элементов на диффузию углерода в железо // Проблемы металловедения и физики металлов. – 1976. –№3. – С. 247–251.

40. Структура двойных сплавов. М. Хансен и К. Андерко.

– Т. 1, М.:1962. – 607 с.

41. A thermodynamic study of the chromium-carbon system / R. Berkane, J.C. Gachon, J. Chatles, J. Hertz // CALPHAD. – 1987. – 11, N4. P. 375–382.

42. Гриднев В.Н., Барабаш О.М., Легкая Т.Н. Термодинамический анализ моновариантного эвтектического равновесия ж ↔ γ + NbC в тройной системе Ni-Nb-C // Металлофизика. – 1987. – **9**, №5. – С. 13–19.

43. Найдич Ю.В., Уманский В.П., Лавриненко В.А. Прочность алмазометаллического контакта и пайка алмазов / Под ред. Г.Г. Гнесина. – К.: Ин-т проблем материаловедения АН УССР; К.: Наук. думка, 1984. – 136с.

44. Кизиков Э.Д., Верник Е.Б., Кошевой Н.С. Алмазно-металлические композиции. – Киев: Техніка, 1988. – 134 с.

45. Салтыков С. А. Стереометрическая металлография. – М.: Металлургия, 1970. – 376 с.

46. Quantitative image analysis of microstructures / Ed. by H. E. Exner and H. P. Hougardy. – Germany, Stuttgart: DGM Informationsgesellschaft mbH, 1988. – 236 p.

47. Moriguchi H., Tsuzuki K., Ikegaya A. Diamond dispersed cemented carbide produced without using ultrahigh pressure equipment // Proc. 15th Int. Plansee Seminar, Wattens, Tyrol, Austria, 28 May–1 June, 2001. – Reutte: Plansee Holding AG, 2001. – Vol. 2. – P. 326

48. Феноменологическая модель спекания сверхтвердых композиционных алмазодержащих материалов. / Н.В. Новиков, В.А. Мечник, А.Н. Жуковский, Н.А. Бондаренко, В.Н. Ткач // Доп. НАН України. – 2003. – № 10. – С. 102 – 104.

49. Н.В. Новиков Н.В., В.А. Мечник В.А., Жуковский А.Н. Формирование структуры и свойств сверхтвердых композиционных алмазосодержащих материалов // Доп. НАН України. – 2003. – № 11.

50. Bondarenko M.O., Mechnik V.A., Suprun M.V. Shrinkage and shrinkage rate behavior in $C_{diamond}$–Fe–Cu–Ni–Sn–CrB_2 system during hot pressing of pressureless-sintered compacts. *J. Superhard Mater*. 2009.Vol. 31, no 4.P. 232–240.

51. Sidorenko D.A., Zaitsev A.A., Kirichenko A.N.,

Levashov E.A., Kurbatkina V.V., Loginov P.A., Rupasov S.I., Andreev V.A. Interaction of diamond grains with nanosized alloying agents in metal–matrix composites as studied by Raman spectroscopy. *Diamond Relat.Mater.* 2013.Vol. 38. P. 59–62.

52. Borowiecka-Jamrozek J. Microstructure and mechanical properties a new iron-base material used for the fabrication of sintered diamond tools. *Advanced Materials Research*. 2014. Vol 1052. P. 520–523.

53. Mechnik V.A., Bondarenko N.A., Kuzin N.O., Lyashenko B.A. The role of structure formation in forming the physicomechanical properties of composites of the diamond–(Fe–Cu–Ni–Sn) system. *J. Frict. Wear.* 2016.Vol. 37, no. 4.P. 377–384.

54. Kolodnits'kyi V. M., Bagirov O. E. On the structure formation of diamond-containing composites used in drilling and stone-working tools (A review). *J. Superhard Mater.* 2017. Vol. 39, no 1. P. 1–17.

55. Konstanty J., Romanski A., Baczek E., Tyrala D. New wear resistant iron-base matrix materials for the fabrication of sintered diamond tools. *Arch. Met. Mater*. 2015. Vol. 60. P. 633–637.

56. Novak P., Belezze T., Cabibbo M., Gamsjager E., Wiessner M., Rajnovic D., Jaworska L., Hanus P., Shishkin A., Goel G., Goel S. Solurions of critical raw materials issues regarding iron-based alloys. *Materials*. 2021. 14, 899.

57. Aleksandrov V.A., Akekseenko N.A., Mechnik V.A. Study of force and energy parameters in cutting granite with diamond disc saws. *Sov. J. Superhard Mater*. 1984. Vol. 6, no. 6. P. 46–52.

58. Aleksandrov V.A., Zhukovskij A.N., Mechnik V.A. Temperature field and wear of inhomogeneous diamond wheel at convective heat exchange. *Trenie i Iznos*, 1994. Vol. 15, no. 1. P. 27–35.

59. Dutka V.A., Kolodnitskij V.M., Zabolotnyj S.D., Sveshnikov I.A., Lukash V.A., Simulation of the temperature level in rock destruction elements of drilling bits. *Sverkhtverd. Mater.* 2004, no. 2. P. 66–73.

60. Seal M. The effect of surface orientation on the graphitization of diamond. *Phys. Stat. Sol*. 1963. Vol. 3, no. 4. P. 658–664.

61. Uemura M. An Analysis of the Catalysis of Fe, Ni, or Co on the Wear of Diamonds. Tribology Int. 2004. Vol. 37 P. 887–892.

62. Zhukovskij A.N., Majstrenko A.L., Mechnik V.A., and Bondarenko N.A. Stress-strain state of the matrix around the diamond grain exposed to the normal and tangent loading components. Part 2. Analysis. *Trenie Iznos*. 2002. Vol. 23, no. 4. P. 393–396.

63. Aleksandrov V.A., Zhukovskij A.N., and Mechnik V.A., Temperature field and wear of heterogeneous diamond wheel under conditions of convectional heat transfer. Part 2. *Trenie Iznos*. 1994. Vol. 15, no. 2. P. 196–201.

64. Мечник В.А. Закономірності структуроутворення в системі алмаз–Fe–Cu–Ni–Sn–CrB_2. *Фізико-хімічна механіка матеріалів*. 2013. № 1. С. 85–92.

65. Мечник В. А. Одержання композиційних матеріалів алмаз−(Fe−Cu−Ni−Sn) підвищеної зносостійкі. *Порошк.металлургия*. 2013. № 9/10. С. 115–127.

66. Mechnik V.A. Effect of hot recompaction parameters on the structure and properties of diamond–(Fe–Cu–Ni–Sn–CrB_2) composites, *Powder Metall. Met. Ceram.*, 2014, vol. 52, nos. 11–12, pp. 709–721.

67. Zaitsev A. A., Sidorenko D. A., Levashov E. A., Kurbatkina V. V., Andreev V. A., Rupasov S. I., Sevast'yanov P. V. Diamond tools in metal bonds dispersion-strengthened with nanosized particles for cutting highly reinforced concrete.. *J. Superhard Mater*. 2010. N 32. P. 423–431.

68. Zhang S., Bui X.L., Jiang J., Li X. Microstructure and tribological properties of magnetron sputtered nc-TiC/a-C nanocomposites. *Surf. Coat. Tech.* 2005. V. 198. P. 206-211.

69. Tay B.K., Cheng Y.H., DingX.Z., Lau S.P., Shi X., You G.F., Sheeja D. Hard carbon nanocomposite films with low stress. *Diam. Relat. Mater*. 2001. V. 10. P. 1082-1087.

70. Musil J. Tribological and mechanical properties of nanocrystalline n-TiC/a-C nanocomposite thin films. J. Vac. Sci. Technol. A. 2010. V. 28, no. 2. P. 244-249.

71. Teer D.G. New solid lubricant coatings. *Wear*. 2001. V. 251. P. 1068-1074.

72. Glester H. Nanostructured materials: basic concepts and microstructure. *Acta Mater*. 2000. N 48. P. 1–29.

73. Gleiter H. Materials with ultrafine microstructures: Retrospectives and perspectives. *Nanostructured Materials*. 1992. N 1. P. 1–19.

74. Гусев А.И. Наноматериалы, наноструктуры, нанотехнологии. –М.: Физматлит, 2009. 416 с.

75. Погребняк А.Д., Соболь О.В., Береснев В.М., Турбин П.В., Дуб С.Н., Кирик Г.В., Дмитренко А.Е. Особенности структурного состояния [-0,8 мм] и механических свойств покрытий ZRN [-0,8 мм] и ZR (II) SI-N, полученных [-0,8 мм] ионно-плазменными методами. *Письма в ЖТФ*. 2009. Т. 35, Вып. 19. С. 103–110.

76. Zhiwei W. U., Zhang J., Chen Yi. Liang M. Effect of rare earth addition on microstrucural, mechanical and electrical characteristics of Cu–6%Fe microcomposites. *J. Rare Earths*. 2009. Vol. 27, no. 1. P. 87–91.

77. He L., Ma E. Processing and microhardness of bulk Cu-Fe. *Nanostruct. Mater*. 1996. Vol. **7**, no. 3. P. 327–339.

78. Akhmadeev N.A., Kobelev N.P., Mulyukov R.R. et at. The effect of heat treatment on the elastic and dissipative properties of copper with the submicrocrystalline structure. *Acta Metall. Mater*. 1993. Vol. 41**,** no. P. 1041–1046.

79. Gusev A.I. Effects of the nanocrystalline state in solids. *Phys. Usp*. 1998. Vol. 41. P. 49–76.

80. Robertson A., Erb U., Palumbo G. Practical applications for electrodeposited nanocrystalline materialsn. *Nanostructured Materials*. 1999. Vol. 12, no. 5–8. P. 1035–1040.

81. Mechnik V.A., Bondarenko N.A., Dub S.N., Kolodnitskyi V. M., Nesterenko Yu. V., Kuzin N. O., Zakiev I. M., Gevorkyan E. S. A study of microstructure of Fe-Cu-Ni-Sn and Fe-Cu-Ni-Sn-VN metal matrix for diamond containing composites. *Materials Characterization*. 2018. N 146. P. 209–216.

82. Mechnik V.A., Bondarenko N.A., Kolodnitskyi V.M., Zakiev V.I., I. Zakiev I.M., Storchak M., Dub S.N., Kuzin N.O. Physico-mechanical and tribological properties of Fe–Cu–Ni–Sn and Fe–Cu–Ni–Sn–VN nanocomposites obtained by powder metallurgy

methods. *Tribology in Industry*. 2019. Vol. 41, no. 2. P. 188–198.

83. Rabinowicz E. Friction and Wear of Materials. New York:Wiley. 1995. 336 p.

84. Gevorkyan E., Mechnik V., Bondarenko N., Vovk R., Lytovchenko S., Chishkala V., Melnik O. Peculiarities of obtaining diamond–(Fe–Cu–Ni–Sn) hot pressing. *Functional Materials*. 2017. N 24. P. 31–45.

85. Janusz Konstanty. Powder Metallurgy Diamond Tools. Oxford:UK 2005. 152 p.

86. Leyland A., Matthews A. On the significance of the H/E ratio in wear control: a nanocomposite coating approach to optimised tribological behaviour. *Wear*. 2000. N 246. P. 1–11.

87. Novikov N. V., Voronkin M. A., Dub S. N. et al. Transition from polimer-like to diamond-like a-C:H films: Structure and mechanical properties. *Diamond and Related Materials*. 1997. N 6. P. 574–578.

88. Soldan J., Musil J. Structure and mechanical properties of DC magnetron sputtered TiC/Cu films. *Vacuum*. 2006. N 81. P. 531–538.

89. Дудка В.А., Колодніцький В.М., Заболотний С.Д., Свешніков І.А., Лукаш В.А. Моделювання рівня температури в породоруйнівних елементах бурових коронок. *Сверхтв. материалы*. 2004. № 2. С. 66–73.

90. Свешников И.А., Колодницкий В.Н. Оптимизация размещения твердосплавних резцов в корпусе бурового долота. *Сверхтв. материалы*. 2006. № 4. С. 70–75.

91. Лякишев Н. П., Алымов М. И. Наноматериалы конструкционного назначения. Российские нанотехнологии. 2006. Т. 1, № 1–2. С. 71–72.

92. Хасанов О.Л., Соколов В.М., Двилис Э.С., Похолков Ю.Л. Ультразвуковая технология изготовления конструкционной и функциональной нанокерамики. *Перспективные материалы*. 2002. № 1. С. 76–83.

93. Bykov Y., Gusev S., Eremeev A. et.al. Sintering of nanophase oxide ceramics by using millimeter-wave radiation. *Nanostrr. Mater*. 1995. Vol. 6, N 5–8. P. 855–858.

94. Ковнеристый Ю. К. Объемно-амортизирующиеся

металлические сплавы. М.: Наука, 1999. 80 с.

95. Pang S.J., Zhang T., Asami K., Inoue A. Synthesis of Fe–Cr–Mo–C–B–P bulk metallic glasses with high corrosion resistance. *Acta Mater*. 2002. Vol. 50, N 3. P. 489–497.

96. Saito Y., Utsunomiya H., Tsuji N., Sakai T. Novel ultra-high straining process for bulk materials—development of the accumulative roll-bonding (ARB) process. *Acta Mater*. 1999. Vol. 47, N 2. P. 579–583.

97. Korznikov A.V., Ivanisenko Yu.V., Laptionok D.V., Safarov I. M. Influence of severe plastic deformation on structure and phase composition of carbon steel. *Nanostrr. Mater*. 1994. Vol. 4, N 2. P. 159–167.

98. Лякишев Н.П., Алымов М.И., Добаткин С.В. Объемные наноматериалы конструкционного назначения. *Металлы*. 2003. № 3. С. 3–16.

99. Надтверді матеріали. Одержання та застосування: В 6 т. – К.:Інженерно-виробничий центр «АЛКОН» НАН Украини, 2003.

100. Lin C.G., Kny E., Yuan G.S., Djuricic B. Microstructure and properties of ultrafine WC–0.6VC–10Co hardmetals densified by pressure-assisted critical liquid phase sintering. *J. Alloys Compd*. 2004. Vol. 383, no. 1–2. P. 98–102.

101. Azcona I., Ordonez A., Sanchez J.M., Castro F. Hot isostatic pressing of ultrafine tungsten carbide–cobalt hardmetals. *J. Mater. Sci*. 2002. Vol. 37, no. 19. P. 4189–4195.

102. Kim H.C., Shon I.J., Jeong I.K., Ko I.Y., Yoon J.K., Doh J.M. Rapid sintering of ultra fine WC and WC–Co hard materials by high-frequency induction heated sintering and their mechanical properties. *Metal Mater. Int.* 2007. Vol. 13, no. 1. P. 39–45.

103. Pat. 6617271 B1 USA, IC C04B 35/56. Tungsten carbide cutting tool materials / V. Y. Kodash, E. S. Gevorkian. Publ. 09.09.2003.

104. Bondarenko N. A., Mechnik V. A. Drilling oil and gas wells by ISM diamond tools. *SOCAR Proc.* 2012, no. 3. P. 6–12.

105. Wuli Su, Jie Zou, Lan Sun. Effects of nano-alumina on mechanical properties and wear resistance of WC–8Co cemented carbide by spark plasma sintering. *Int. J. Refract. Met. Hard Mater*.

2020. Vol. 92. art. 105337.

106. Zhenyun Lu, Jin Du, Yujing Sun, Guosheng Su, Chongyan Zhang, Xiang Kong, Xiangmin Kong. Effect of ultrafine WC contents on the microstructures, mechanical properties and wear resistances of regenerated coarse grained WC–10Co cemented carbides. *Int. J. Refract. Met. Hard Mater*. 2021. Vol. 97. art. 105516.

107. Chao Yin, Yingbiao Peng, Jianming Ruan, Lin Zhao, Ren Zhang, Yong Du. Influence of Cr_3C_2 and VC content on WC grain size, WC shape and mechanical properties of WC–6.0Co wt.% Co cemenred carbides. *Materials*. 2021. Vol. 14. art. 1551.

108. Mechnyk V.A., Regularities of structure formation in diamond–Fe–Cu–Ni–Sn–CrB_2 systems, *Mater. Sci*., 2013, vol. 49, no. 1, pp. 93–101.

109. Mechnik V.A., Bondarenko N.A., Kolodnitskyi V.M., Zakiev V.I., Zakiev I.M., Ignatovich S.R., Yutskevych S.S. Mechanical and Tribological Properties of Fe−Cu−Ni−Sn Materials with Different Amounts of CrB_2 Used as Matrices for Diamond-Containing Composites. *Journal of Superhard Materials*. 2020. Vol. 42, no. 4. P. 251–263.

110. Mechnik V.A., Bondarenko N.A., Kolodnitskyi V.M., Zakiev V.I., Zakiev I.M., Gevorkyan E.S., Kuzin N.O., Yakushenko O.S., Semak I. V. Comparative study of the mechanical and tribological characteristics of Fe–Cu–Ni–Sn composites with different CrB_2 content under dry and wet friction. *Journal of Superhard Materials*. 2021.Vol. 43, no. 1. P. 52–64.

111. Han P., Xiao F.R., Zou W.J., Liao B. Effect of different oxides addition on the thermal expansion coefficients and residual stresses of Fe-based diamond composites. *Ceram. Int.* 2014. Vol. 40, no. 3. P. 5007–5013.

112. Tyrala D., Romanski A., Konstanty J. The Effects of Powder Composition on Microstructure and Properties of Hot-Pressed Matrix Materials for Sintered Diamond Tools. *J. Mater. Eng. Perform*. 2020. Vol. 29. P. 1467–1472.

113. Elzbieta Cygan-Baczek, Piotr Wyzga, Sławomir Cygan, Piotr Bałaand Andrzej Romanski. Improvement in Hardness and Wear Behaviour of Iron-Based Mn–Cu–Sn Matrix for Sintered Diamond Tools by Dispersion Strengthening. *Materials* 2021. Vol.

14. Art. 1774.

114. M. Eissa, K. El-Fawakhry, M. H. Ahmed, et. al. Development of superior high strength low impact transition temperature steels microalloyed with vanadium and nitrogen. *J. Mater. Sci. and Technol*. 1997, no. 5. P. 3–19.

115. Han Y., Zhang S., Bai R., Zhou H., Su Z., Wu J., Wang J. Effect of nano-vanadium nitride on microstructure and properties of sintered Fe–Cu-based diamond composites. *Int. J. Refract. Met. Hard Mater*. 2020. Vol. 91. art. 105256.

116. Gao J., Thompson R.G. Real time-temperature models for Monte Carlo simulations of normal grain growth. *Acta Mater*. 1996. Vol. 44, no 11. P. 4565–4570.

117. Abedinzadeh R., Safavi S.M.,Karimzadeh E.A study of pressureless microwave sintering, microwave-assisted hot press sintering and conventional hot pressing on properties of aluminium/alumina nanocomposite. *J. Mech. Sci. Technol*. 2016. Vol. 30, no. 5. P. 1967–1972.

118. He, Z., Ma J. Grain-growth law during Stage 1 sintering of materials. *J. Phys. D Appl. Phys.*2002. Vol. 35, no. 17. P. 2217–2221.

119. Evans A. G., Charles E. A. Fracture toughness determinations by indentation. *J. Amer. Ceram. Soc*.1976, Vol. 59, no. 7–8. P. 371–372.

120. W.C. Oliver, G.M. Pharr, An improved for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, J. Mater. Res. 7 (6) (1992) 1564−1583.

121. Zakiev V., Markovsky A., Aznakayev E., Zakiev I., Gursky E. Micro-mechanical properties of bio-materials, Proc. SPIE 5959, Medical Imaging, 595916 (23 September 2005), Event: Congress on Optics and Optoelectronics, 2005, Warsaw, Poland, doi:10.1117/12.628396.

122. Fuertes V., Cabrera M.J., Seores J., Muñoz D., Fernández J.F., Enríquez E. Enhanced wear resistance of engineered glass-ceramic by nanostructured self-lubrication. *Mater. Des*. 2019. Vol. 168. art. 107623.

123. ASTM G99-17, Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus. ASTM International, West Conshohocken, PA, 2017.

124. ASTM G171-03. Standard Test Method for Scratch Hardness of Materials Using a Diamond Stylus. ASTM International, West Conshohocken, PA, 2017.

125. Mechnik V. A., Bondarenko N. A., Kolodnitskyi V. M., Zakiev V. I., Zakiev I. M., Ignatovich S. R., Dub S. N., Kuzin N. O. Formation of Fe-Cu-Ni-Sn-VN nanocrystalline matrix by vacuum hot pressing for diamond-containing composite. Mechanical and Tribological Properties. *J. Superhard Mater*. 2019. Vol. 41, no 6. P. 388–401.

126. Hassani S., Bielawski M., Beres W., Martinu L., Balazinski M., Klemberg-Sapieha J. E. Predictive tools for the design of erosion resistant coatings. *Surf. Coat. Technol*. 2008. Vol. 203. P. 204-210.

127. Bousser E., Benkahoul M., Martinu L., Klemberg-Sapieha J. E. Effect of microstructure on the erosion resistance of Cr-Si-N coatings. *Surf. Coat. Technol*. 2008. Vol. 203. P. 776-778.

128. Mechnik V.A., Bondarenko N.A., Kolodnitskyi V.M., Zakiev V.I., Zakiev I.M., Ignatovich S.R., Dub S.N., and N.O. Kuzin N.O. Effect of vacuum hot pressing temperature on the mechanical and tribological properties of the Fe–Cu–Ni–Sn–VN composites. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics.* 2020. Vol. 58, nos. 11-12. P. 679–691.

129. Selected powder diffraction data for education straining (Search manual and data cards). International Centre for diffraction data. USA. 1988. 432 p.

130. Dub S.N., Milman Yu.V., Lotsko A.N., Belous A.N. The anomalous behavior of Al–Cu–Fe quasicrystal during nanoindentation. *J. Mater. Sci. Lett.* 2001. Vol. 20, no. 11. P. 1043–1045.

131. Ажажа В.М., Борисов С.С., Дуб С.Н., Малыхин С.В., Пугачев А.Т., Мерисов Б.А., Хаджай Г.Я. Механическое поведение Ti–Zn–Ni-квазикристаллов при наноиндентировании. *Физика твердого тела.* 2005. Т. 47, № 12. С. 2170–2176.

132. «Синтетические алмазы в геологоразведочном бурении» Под ред. В.Н.Бакуля.– Киев.: Наукова думка, 1978. –232 с.

133. Исонкин А.М., Ильницкая Г.Д., Зайцева И.Н. Ткач В.Н. Характер износа синтетических алмазов разной прочности

в импрегнированных буровых коронках// Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент - техника и технология его изготовления и применения: Сборник научных трудов.- Вып.21.–Киев: ИСМ им.В.Н.Бакуля, НАН Украины.–2018. –С.54–62.

134. Виноградов В.Е, Сорокин Г.М., Доценко В.А. «Абразивное изнашивание бурильного инструмента» М. «Недра» 1980г. 207с.

135. Богданов Р.К. Исонкин А.М. Закора А.П. и др. // Сверхтвердые материалы в геологоразведочном инструменте.// Екатеринбург, Изд–во УГГГА, 2003.— 138 с.

136. Влияние качественных характеристик высокопрочных алмазов на работоспособность бурового инструмента / Новиков Н.В., Богатырева Г. П., Ильницкая Г.Д., Исонкин А.М. и др.// Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. научных, тр.– Вып. 10. – Киев: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, Киев: – 2007. – С. 160–168.

137. Новиков Н.В., Богатырева Г.П., Петасюк Г.А. Методика определения показателей однородности синтетических алмазных порошков на основе системно–критериального подхода // Інструментальний світ. – К.: –2006. – № 3 (31). – с. 4–6.

138. Ильницкая Г.Д., Богатырева Г.П., Невструев Г.Ф. Получение высокачественных алмазных шлифпорошков // Синтез, спекание и свойства сверхтвердых материалов: Сб. науч. тр. – К.: ИСМ НАН Украины. –2005. – С. 63-71.

139. Аргунов К.П. Дефектные алмазы и их диагностика. Якутск: СО РАН, –2004. – 216 с.

140. Природные и синтетические алмазы / Г.Б. Бокий, Г.Н. Безруков, Ю.А. Клюев и др. М.; Наука, –1986. – 222 с.

141. 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.

142. Ильницкая Г.Д. Влияние структуры кристаллов алмаза на физико-механические свойства алмазных шлифпорошков. // Надтверді матеріали: створення та застосування (Сер.

„Матеріалознавство") Зб. наук. пр. К.: ІНМ ім. В.М. Бакуля НАН України, –2007. –234 с.

143. Новиков Н.В., Богатырева Г.П., Богданов Р.К., Ильницкая Г.Д., Невструев Г.Ф., Закора А.П., Исонкин А.М., Ткач В.Н., Зайцева И.Н. Повышение износостойкости бурового инструмента, оснащенного синтетическими алмазами // Сверхтв. материалы. – 2009. № 1. – С. 83 – 92.

144. Н.В. Новиков, Г.П. Богатырева, Г.Д. Ильницкая и др. Включения в кристаллах синтетических алмазных высокопрочных порошков // Физика и техника высоких давлений. 2009. № 2. – С. 48–53.

145. Пайка и металлизация сверхтвердых инструментальных материалов/Ю.В. Найдич, Г.А. Колесниченко, И.А. Лавриненко, Я.Ф. Моцак.— Киев : Наук, думка, 1977.– 186 с.

146. Захидов С.Х. Исследование прочности удержания зерна в связке при температурно–силовых воздействиях Автореф. дис. ... канд. техн. наук.– М., 1974.– 34 с.

147. Влияние металлизации и гранулирования высокопрочных алмазов на структурообразование композитов и прочность закрепления алмазов / Шатохин В.В., Дуда Т.М., Кухаренко С.А., Белявина Н.Н. // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения – К.: ИСМ НАН Украины, 2012. – с. 617 – 623.

148. Найдич Ю.В., Уманский В.П., Лавриненко И.А. Прочность алмазометаллического контакта и пайка алмазов – Киев: Наук. думка, 1988,– 136 с.

149. Сверхтвердые материалы в геологоразведочном бурении / Зыбинский П.В., Богданов Р.К., Исонкин А.М. –Донецк: Норд-Пресс, 2007, –244 с.

150. Коновалов В. А. Исследование влияния прочности алмазоудержания и износостойкости металлических связок на работоспособность алмазно-абразив-ного инструмента: Автореф. дис....канд. техн. наук.– Харьков, –1974.– 27 с.

151. Сверхтвердые материалы. Получение и применение. Монография в 6 томах/Т.3 Композиционные инструментальные материалы / Под общей редакцией

152. Тарнопольский Ю.М., Жигун И.Г., Поляков В.А.

Пространственно-армированные композиционные материалы. - М., Машиностроение 1987, 224 с.

153. Справочник по композиционным материалам: В 2 кн.: Пер. с англ.: / Под ред. Дж. Любина. М.: Машиностроение, 1988. Кн. 1. 448 с.; Кн. 2. 584 с.

154. Верещагин В.А., Журавлёв В.В. Композиционные алмазосодержащие материалы и покрытия –Минск, Навука и тэхніка, 1991г. -208 с.

155. В.П. Бондаренко, Исонкин А.М., В.П. Ботвинко, Н.А. Юрчук Влияние легирования композиционного наполнителя на износостойкость алмазосодержащего материала матрицы породоразрушающего инструмента// Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. трудов. — Киев: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2012. -Вып. 15.– с. 51-55

156. Алексеев В.И., Ковальченко М.С. Некоторые закономерности изнащивания металлов и металлоподобных карбидов в ваккуме при низких температурах // ФХММ. 1971. - Т.7, №3. – с. 38-42.

157. Волкогон В.М., Аврамчук С.К., Котляр Д.А., Кузьменко Н.Н., Кулак Л.Д. Получение, структура и свойства распыленных порошков сплавов карбидов вольфрама WC+W2C // Породоразрушающий и металлообрабаты-вающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. трудов. - Киев: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2010. Вып. 13.- с. 414-419

158. ТУУ 28.4-05417344-2003. Шлифпорошки синтетических алмазов марок АС200, АС250, АС300, АС350, АС400. Технические условия. Введ. 01.09.03. - К.: Госстандарт Украины (2003).

159. Давиденко А.Н., Ратов Б.Т., Игнатов А.А., Қожахмет Қ.Ә., А.Е.Куттыбаев, Кенжегалиева Ж.М. Циркуляционные процессы при бурении скважин и их физико-химические особенности. Монография, Каспийский общественный университет, 2022, - 242 стр. ISBN 978-601-08-0261-0

160. Ратов Б.Т., Федоров Б.В., Куттыбаев А.Е., Сарбопеева М.Д., Бораш Б.Р. Буровые инструменты, оснащенные

комбинированным вооружением для сооружения гидрогеологических и геотехнологических скважин. Горный информационно-аналитический бюллетень (научно-технический журнал). №9, 2022. Стр. 42-59.

161. Ратов Б.Т., Федоров Б.В., Куттыбаев А.Е., Койбакова С.Е., Бораш А.Р. Научные основы создания алмазных буровых инструментов кольцевого типа. Нефть и газ, №4, (130), 2022. С. 58-73, ISSN 1562-2932.

162. Ратов Б.Т., Омирзакова Э.Ж., Федоров Б.В., Кудайкулова Г.А., Куттыбаев А.Е., Бондаренко В.А. Создание высокопроизводительных алмазных коронок для разведочного бурения твердых горных пород. Известия Национальной Академии Наук Кыргызской Республики, №2, 2022. С. 42-52. ISSN 0002-3221.

163. ТУУ 28.4-05417344-2003. Шлифпорошки синтетических алмазов марок АС200, АС250, АС300, АС350, АС400. Технические условия. Введ. 01.09.03. - К.: Госстандарт Украины (2003).

СОДЕРЖАНИЕ

	ВВЕДЕНИЕ.....	5
1	КОНСТРУКТИВНЫЕ ПАРАМЕТРЫ АЛМАЗНЫХ КОРОНОК ДЛЯ БУРЕНИЯ ТВЕРДЫХ ГОРНЫХ ПОРОД.....	8
1.1	Типы алмазных буровых коронок, их область применения.....	8
1.2	Алмазные импрегнированные буровые коронки для оснащения снарядов со съемными керноприемниками (ССК)	12
1.3	Основные направления совершенствования конструктивных параметров алмазных импрегнированных коронок для бурения твердых абразивных пород.....	13
1.3.1	Совершенствование формы профиля алмазосодержащей матрицы.....	13
1.3.2	Совершенствование конструкции алмазосодержащий матрицы для повышения ресурса (стойкости) инструмента.....	18
1.3.3	Разработка многослойной импрегнированной коронки с «гребешковым» и равнонагруженным профилем торца..	20
1.3.4	Разработка многослойной алмазной коронки, в матрице которой размещены импрегнированные слои с «гребешковым» профилем на трехзаходной винтовой поверхности.....	25
1.3.5	Разработка многослойной алмазной коронки с размещением импрегнированных слоев на трехзаходной винтовой поверхности и равным нагружением их по радиусу инструмента.....	28
1.4	Выбор алмазной буровой коронки для лабораторных использований и производительных испытаний. Разработка технологии для изготовления инструментов.	33
	ВЫВОДЫ ПО РАЗДЕЛУ 1.....	35
2	ИССЛЕДОВАНИЯ КОМПОЗИЦИОННЫХ АЛМАЗОСОДЕРЖАЩИХ МАТЕРИАЛОВ В МАТРИЦЕ БУРОВЫХ КОРОНОК И СОЗДАНИЕ ИХ ОПТИМАЛЬНЫХ СОСТАВОВ.....	36
2.1	Современное состояние изучения композиционных алмазосодержащих материалов.....	36

2.1.1	Исследования на создания композиционных алмазосодержащих материалов на основе металлических матриц для оснащения породоразрушающего инструмента.....	39
2.1.2	Характеристика композиционных алмазосодержащих материалов с крупнозернистой матрицей	43
2.1.3	Физико-механические свойства наноструктурных композитов.....	45
2.1.4	Специфические особенности металлических матриц композиционных алмазосодержащих материалов.....	46
2.1.5	Методы спекания композиционных алмазосодержащих материалов.....	48
2.1.6	Износостойкость алмазосодержащих материалов.....	49
2.1.7	Пути улучшения физико-механических и эксплуатационных свойств композиционных материалов.....	51
	ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 2.1.....	53
2.2	Исходные материалы и методы исследований.....	55
2.2.1	Методика приготовления однородных смесей на основе порошков алмаза, меди, никеля и олова с добавками нитрида ванадия и диборида хрома для спекания образцов металлических матриц и КАМ	55
2.2.1.1	Исходные материалы и способ спекания образцов Fe–Cu–Ni–Sn–VN И $C_{алмаз}$–(Fe–Cu–Ni–Sn–VN).....	55
2.2.1.2	Исходные материалы и способ спекания образцов Fe–Cu–Ni–Sn–CrB_2 И $C_{алмаз}$–(Fe–Cu–Ni–Sn–CrB_2).....	57
2.3	Методика изготовления шлифов.....	60
2.4	Методы исследования спеченных образцов.....	60
2.4.1	Методика сканирующей электронной микроскопии и локального микрорентгеноспектрального анализа	60
2.4.2	Рентгеноструктурный фазовый анализ.....	62
2.4.3	Просвечивающая электронная микроскопия.....	62
2.4.4	Методика определения микротвердости и вязкости разрушения	62
2.4.5	Методика определения нанотвердости и модуля упругости.....	63
2.4.6	Методика определения пределов прочности при изгибе и сжатии спеченных образцов	64
2.4.7	Трибологические исследования спеченных образцов.....	64

2.5 Разработка композиционных алмазосодержащих материалов системы $C_{алмаз}$–(Fe–Cu–Ni–Sn)–VN с повышенными механическими и эксплуатационными свойствами..... 66
2.5.1 Морфология исходных материалов..... 66
2.5.2 Результаты исследований структуры образцов методом сканирующей электронной микроскопии..... 75
2.5.3 Результаты исследования микроструктуры образцов композиционных алмазосодержащих материалов..... 80
2.5.4 Рентгеноструктурный анализ фазового состава спеченных образцов..... 83
2.5.5 Результаты исследовании спеченных образцов методом просвечивающей электронной микроскопии..... 86
2.5.6 Механические свойства спеченных образцов..... 90
2.5.7 Трибологические свойства спеченных образцов..... 97
2.5.8 Фрактографический анализ спеченных образцов КАМ..... 104
2.6. Улучшенине механических и эксплуатационных свойств композиционных алмазосодержащих материалов системы $C_{алмаз}$–(Fe–Cu–Ni–Sn) с добавкой микропорошка CrB_2..... 108
2.6.1 Морфология исходных материалов..... 108
2.6.2 Результаты исследований структуры образцов КАМ методом сканирующей электронной микроскопии …..... 111
2.6.3 Рентгеноструктурный анализ спеченных образцов..... 116
2.6.4 Результаты исследовании спеченных образцов методом просвечивающей электронной микроскопии..... 119
2.6.5 Механические свойства спеченных образцов..... 122
2.6.6 Трибологические свойства спеченных образцов 125
2.7 Основные направления по повышению работоспособности алмазного породоразрушающего инструмента..... 130
2.7.1 Факторы, наиболее влияющие на механизм изнашивания импрегнированных буровых коронок..... 130
2.7.2 Методы повышения качества алмазного сырья 133
2.7.2.1 Исследования однородности по прочности шлифпорошков синтетических алмазов с различными физикомеханическими и физико-химическими свойствами..... 134
2.7.2.2 Исследование влияния внутрикристаллических примесей на физико-механические свойства шлифпорошков алмаза..... 138

2.7.3	Повышение надежности алмазоудержания в металлической матрице буровой коронки	140
2.7.3.1	Влияние покрытий синтетических алмазов из адгезионных тугоплавких металлаов на физикомеханические свойства и износостойкость матриц породоразрушающего инструмента.....	141
2.7.4	Лабороторные исследования показателей эффективности разрушения горной породы экспериментальной буровой коронкой, оснащенной алмазами с различными свойствами	146
2.7.5	Лабораторные исследования эксплуатационных параметров алмазной буровой коронки.....	152
2.7.6	Влияние зернистости высокопрочного тугоплавкого наполнителя на работоспособность матриц алмазных буровых коронок	155
2.7.7	Осуществление входного контроля порошковых смесей и пропитывающего материала для обеспечения качества изготавливаемых матриц коронок. особенности технологии изготовления матриц алмазной коронки.....	162
2.7.7.1	Осуществление входного контроля порошковых смесей и пропитывающего материала для обеспечения качества изготавливаемых коронок	162
2.7.7.2	Проведение сортировки исходного алмазного сырья для отбора шлифпорошка алмаза с высокой прочностью и минимальным количеством дефектов поверхности зерен.....	163
	ВЫВОДЫ К РАЗДЕЛУ 2.7.....	169
3	ТЕХНОЛОГИЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ КОРОНОК И ИХ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ ИСПЫТАНИЯ.....	173
3.1	Технология изготовления экспериментальных коронок с повышенными эксплуатационными характеристиками для проведения производственных испытаний.....	173
3.1.1	Технология изготовления коронки КСБ-3М КазНИТУ.....	177
3.2	Производственные испытания экспериментальных алмазных буровых коронок	185
	ВЫВОДЫ ПО РАЗДЕЛУ 3.....	190
	ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....	191
	СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	193

Научное издание

Ратов Боранбай Товбасарович
Федоров Борис Владимирович
Бондаренко Николай Александрович
Мечник Владимир Аркадьевич
Исонкин Александр Михайлович
Куттыбаев Айдар Ермеккалиевич

СОЗДАНИЕ ЭФФЕКТИВНЫХ АЛМАЗНЫХ БУРОВЫХ КОРОНОК ДЛЯ ПРОХОДКИ СКВАЖИН В ТВЕРДЫХ ГОРНЫХ ПОРОДАХ

Монография
(На русском языке)

Рекомендована к печати Ученым Советом университета
(протокол №3 от 27 октября 2022 г.) в качестве монографии

Данная монография финансируется Комитетом науки Министерства образования и науки Республики Казахстан (грант № AP08857201)

Подписано в печать 28.11. 2022 г.
Тираж 500 штук. Формат 60x84x 1/16.
№ 1 бумага офсетная.
Цена договорная.

Издание Казахского национального исследовательского технического университета им. К. И. Сатпаева
Издательство Polytech
г. Алматы, ул. Сатпаев, 22

ISBN 978-601-323-321-5

