

НАЦІОНАЛЬНА АКАДЕМІЯ НАУК УКРАЇНИ
ІНСТИТУТ НАДТВЕРДИХ МАТЕРІАЛІВ ім. В.М.БАКУЛЯ

На правах рукопису

УДК 630.22:669.046.558.28

ОСІПОВ Олександр Сергійович

ФОРМУВАННЯ СТРУКТУРИ ТЕРМОСТІЙКОГО ПОЛІКРИСТАЛІЧНОГО МАТЕРІАЛУ
НА ОСНОВІ АЛМАЗУ ТА КАРБІДУ-КРЕМНІЮ В УМОВАХ ВИСОКИХ ТИСКІВ

Спеціальність 05.02.01 - "Матеріалознавство в машинобудуванні"

АВТОРЕФЕРАТ ДИСЕРТАЦІЇ
на здобуття наукового ступеня
кандидата технічних наук

КИЇВ-1996р.

Роботу виконано в Інституті надтвердих матеріалів
ім. В. М. Бакуля НАН України (м. Київ).

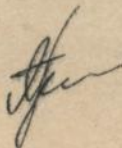
Наукові керівники - доктор технічних наук
Шульженко Олександр Олександрович
- кандидат технічних наук
Воронін Георгій Олексійович
Офіційні опоненти - член-кореспондент НАН України
Бондаренко Володимир Петрович
- кандидат технічних наук
Шевченко Анатолій Дмитрович
Провідня установа - Виробниче об'єднання
"Алмазінструмент" (м. Львів).

Захист відбудеться "18" січня 1996 р. о 13³⁰ годині
на засіданні спеціалізованої вченої ради Д 50.01.01 в Інституті
надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля за адресою: 254074, м. Київ,
вул. Автозаводська, 2.

З дисертацією можна ознайомитись в науково-технічній бібліо-
теці Інституту. Відгуки, засвідчені печаткою, просимо надсилати
за адресою Спеціалізованої Вченої Ради.

Автореферат розісланий "14" грудня 1996 р.

Вчений секретар
спеціалізованої вченої ради
доктор технічних наук



А. Л. Майстренко

ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА РОБОТИ

Актуальність роботи. Сучасний розвиток виробництва бурового та ріжучого інструментів невід'ємно зв'язаний з використанням полікристалічних матеріалів на основі алмазу. Оснащення інструменту надтвердими ріжучими вставками дозволяє значно підвищити його ефективність. Широке розповсюдження одержали алмазно-твердосплавні пластини, що спікаються в умовах високих тисків і температур. Головним недоліком даних матеріалів являється їх низька термостійкість, так як при нагріванні до температур вище 973-1073 К спостерігається значне зниження основних фізико-механічних характеристик внаслідок наявності в структурі алмазного шару металів-розчинників вуглецю. Тому такі алмазні полікристалічні матеріали не використовують для оснащення бурового інструменту, в технології виготовлення якого передбачаються температури вище 1373 К. Для отримання композиційного матеріалу, маючого поєднання властивостей високої твердості та термостійкості перспективний метод спікання алмазних мікропорошків в присутності карбідотворюючих добавок. Найбільш близьким до алмазу по термомеханічним і кристаллографічним характеристикам являється карбід кремнію кубічної модифікації. До того ж він має високу стійкість до окислення. Тому доцільно дослідити закономірності спікання системи алмаз-кремній, в процесі якого формується структура алмаз-карбід кремнію. Одержання такого матеріалу дозволить значно розширити асортимент і якість бурового та ріжучого інструменту.

Мета роботи і задачі досліджень. Розробка і обґрунтування способу формування структури надтвердого матеріалу на основі алмазу та карбиду кремнію, не змінюючого своїх фізико-механічних та експлуатаційних властивостей до температури 1473 К. В відповідності з поставленою метою проведені наукові дослідження по розв'язанню наступних задач:

- вивчення закономірностей спікання алмазних мікропорошків в присутності кремнію в умовах високих тисків і температур;
- дослідження закономірностей просочування алмазних мікропорошків кремнієм в умовах нестационарного нагріву і високих тисків;
- вивчення закономірностей карбідотворення при формуванні композиту на основі алмазу при спіканні методом просочування алмазних мікропорошків кремнієм в умовах високих тисків;
- дослідження структури і властивостей композиту алмаз-карбід кремнію, одержаного при різноманітних технологічних параметрах спікання.

ЛНЗ ім. В. Стефаника
АН України

ня. Визначення оптимальних режимів спікання;

- вивчення закономірностей впливу термічної обробки в інертному середовищі на основні фізико-механічні характеристики композиту алмаз-карбід кремнію;

- вивчення закономірностей впливу характеристик вихідних алмазних мікропорошків на величину термостійкості композиту алмаз-карбід кремнію;

- обґрунтування рекомендацій по розробці технології одержання термостійкого полікристалічного матеріалу на основі алмазу. Дослідження працездатності бурового інструменту, спорядженого пластинами композиту.

Наукова новизна. В відповідності з задачами досліджень при виконанні роботи одержані наступні наукові результати:

- вперше встановлені та науково обґрунтовані термосваричні умови спікання термостійкого полікристалічного матеріалу на основі алмазу та карбиду кремнію з підвищеною зносостійкістю, що досягається при просочуванні алмазних мікропорошків кремнієм та реакції карбидоутворення.

- вперше виявлено, що при формуванні структури композиту алмаз-карбід кремнію в умовах високого тиску 8,5 ГПа пластична деформація алмазних зерел після просочування алмазних мікропорошків кремнієм припиняється.

- встановлено, що характерною властивістю формування композиту зі структурованих взаємопроникаючих каркасів алмазу і карбиду кремнію при тиску 8,5 ГПа, відрізняючогося високим показником зносостійкості, являється рівномірний розподіл фази β -SiC в кількості 16-17 мас.% в міжзеренному просторі алмазу, котре досягається при спіканні мікропорошків зернистості 40/28, 60/40.

- встановлено, що після завершення етапу карбидоутворення термосваричний вплив на двофазний композит не призводить до зміни його фізико-механічних властивостей, котрі в значній мірі визначаються міцністю міжзеренного зв'язку алмаз- (β -SiC).

- виявлено, що для підвищення показника термостійкості композиту вище 1473 К необхідні алмазні мікропорошки, що не містять включень металів-розчинників вуглецю.

Практична цінність. На основі проведених досліджень розроблений спосіб отримання термостійкого полікристалічного матеріалу алмаз-карбід кремнію з підвищеною зносостійкістю. Вивчено основні фізико-технічні характеристики композиту і обґрунтована перспектив-

ність його застосування в буровому і ріжучому інструменті. Бурові долота в конструкції котрих застосовувались пластини композиту алмаз-карбід кременію, пройшли випробовування в різних розроблених нафтових родовищах і прийняті в виробництво на експериментальному заводі НДІ Бурової техніки (Росія, м.Москва), що підтверджується відповідними документами.

Наукові результати, розроблені особисто автором. Сукупність експериментальних даних по визначенню величини високого тиску і температури спікання композиту алмаз-карбід кременію. Встановлення діаграми зміни струму нагріву при спіканні композиту. Визначення залежності значення густини і показника зносостійкості композиту від параметрів спікання.

Апробація роботи. Матеріали дисертаційної роботи доповідались і обговорювались на XII, XIII і XIV Республіканських семінарах "Вплив високих тисків на речовину" (м. Одеса, 1987 р.; м. Бердянськ, 1989 р.; м. Бердянськ, 1991 р.); на конференціях учених і спеціалістів ІНМ АН УРСР (м. Київ, 1986, 1987, 1988); на Міжнародному семінарі Європейського Економічного Конгресу ООН "Нові матеріали і їх застосування в машинобудуванні" (м. Київ, 1992 р.).

Публікації. Основний зміст роботи викладено в 10 друкованих роботах, в тому числі одержано 2 авторських свідоцтва.

Структура та обсяг роботи. Дисертація складається із вступу, п'яти розділів, висновків, списку використаної літератури із 80 найменувань і додатку. Робота викладена на 136 сторінках машинописного тексту і включає 42 малюнки і 8 таблиць. В кінці роботи приведено 4 додатки на 10 сторінках тексту.

ЗМІСТ РОБОТИ.

У ВСТУПІ обґрунтовано актуальність досліджень по спіканню термостійкого полікристалічного матеріалу на основі алмазу, що відзначається підвищеною зносостійкістю. Для розв'язання цієї задачі необхідно дослідити закономірності процесів, що проходять при спіканні алмазних мікропорошків в присутності кременію методом просочування в умовах високих тисків і температур.

В ПЕРШОМУ РОЗДІЛІ подано огляд науково-технічної інформації про закономірності спікання алмазних мікропорошків, про взаємодію алмазних мікропорошків з металами-розчинниками вуглецю і карбідотворючими елементами при високих тисках і температурах. Проведена

класифікація полікристалічних матеріалів на основі алмазу по структурним особливостям, властивостям і застосуванню. Показано, що для отримання композиту на основі алмазу, м'якшого поєднання властивостей високої твердості (більш 50 ГПа) та термостійкості (більше 1473 К), перспективний метод спікання алмазних мікропорошків в присутності кремнію. Обґрунтовано вибір способу спікання методом просочування алмазних мікропорошків кремнієм, в результаті якого можливе формування композиту із структурою взаємопроникаючих каркасів алмазу і карбиду кремнію. На підставі аналізу особливостей спікання системи алмаз-карбід кремнію в умовах високих тисків сформульовані задачі досліджень.

В ДРУГОМУ РОЗДІЛІ викладені методики досліджень. Для спікання композиту на основі алмазу і карбиду кремнію було вибрано апарат високого тиску (АВТ) в формі "ковадла з заглибленнями" типу тороїд з діаметром лунки 20 мм, з допомогою якого можливе створення тиску в реакційному об'ємі до 9 ГПа. Вибір схеми спорядження реакційного об'єму АВТ проводився з ціллю забезпечення мінімальних градієнтів температури в області спікання пластин композиту діаметром 6-9 мм і висотою 2-3 мм. Для цього була розроблена методика визначення градієнтів температури по геометричним характеристикам форми фронту просочування алмазного мікропорошка кремнієм. Така методика визначення температурних градієнтів при спіканні композиту в АВТ була застосована вперше.

Вимірювання тиску в реакційному об'ємі АВТ при кімнатній температурі проводили по методиці, базованій на фіксуванні поліморфних перетворень в в'єсмуті і селеніді свинцю по різким (стрибокоподібним) зміненням електричного опору при досягненні певного тиску. Тиск в реакційному об'ємі АВТ при нагріванні визначали по кінетичній кривій нагрівання, фіксуючи фазові перетворення в міді. Температуру в зоні спікання композиту вимірювали по показанням вольфрам-ренієвої термопары ВР 5/20. Будували калібровочні графіки залежності температури від потужності струму нагріву і при наступних спіканнях визначали температуру по показанням потужності струму нагріву.

Для дослідження кінетики процесів просочування і карбидоутворення в системі алмаз-кремнію в умовах високих тисків і температур була розроблена методика, дозволяюча по результатам запису зміни сили струму при різних значеннях потужності нагріву (рис.1) побудувати залежність часу нагріву до моменту плавлення кремнію ($t_{\text{плав.}}$), просочування ім алмазного мікропорошка $t_{\text{пр.}}$ і завершення в основному

процесу карбидоутворення t_3 . Дана методика дозволяла визначити тимчасовий інтервал $\Delta t = t_{пр.} - t_{пл.}$

Міграція рідкої фази в пористе середовище на глибину L за час Δt під дією градієнта тиску ΔP визначається залежністю:

$$L^2 = 2 \frac{K}{\mu} \Delta P \Delta t, \quad (1)$$

де μ - коефіцієнт динамічної в'язкості рідини, зростаючий із зростанням температури; K - коефіцієнт проникності, залежачий від пористості, питомої поверхні та звязистості пор. Швидкість просочування, як правило, характеризується коефіцієнтом просочування $\hat{\rho} = 2 \frac{K}{\mu} \Delta P$, котрий не залежить від глибини проникнення рідини L . Розроблена методика виміру величини струму нагріву ячейки високого тиску дозволяла з високою точністю $\pm 0,1$ с. фіксувати тимчасовий інтервал Δt , за котрий проходило просочування і, знаючи товщу шару алмазного мікропорошка L , вираховувати коефіцієнт просочування $\hat{\rho} = \frac{L^2}{\Delta t}$.

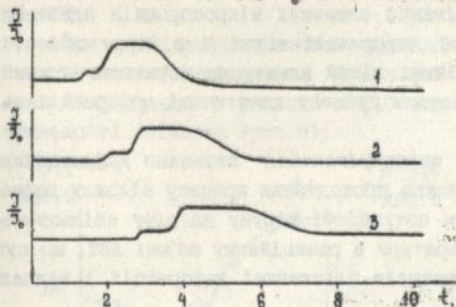


Рис.1 Діаграма зміни величини струму нагріву реакційного об'єму при просочуванні алмазного мікропорошка кремнієм в залежності від потужності нагріву.

1- $W=2,1$ кВт; 2- $W=1,9$ кВт; 3- $W=1,75$ кВт.

При вивченні структури і властивостей композиту алмаз-карбід кремнію використали наступні відомі методи: рентгеноструктурний і рентгенофазний аналіз; оптичну і електронну мікроскопію; гідростатичне зважування для визначення густини і пористості; визначення власних частот резонансних коливань для вираховування пружних модулів; нестационарного імпульсного нагріву для установаження теплопровідності; визначення твердості по Клуупу; індентування для вираховування величини тріщиностійкості; вимірювання міцності при діаметральному стиску зразків композитів в вигляді диска; визначення показника зносостійкості при струганні кварцового піщаника; визначення показника зносостійкості при правці корундового круга; встановлення показника термостійкості по значенню мінімальної температури відшалу в середовищі водню, після котрої спостерігається деградація властивостей

композиту.

В ТРЕТЬОМУ РОЗДІЛІ приведені результати досліджень закономірностей спікання композиту алмаз-карбід кремнію методом просочування в умовах високих тисків і температур. Термодинамічний аналіз реакції карбідотворення в системі алмаз-кремній показує, що із збільшенням тиску константа рівноваги реакції збільшується.

При дослідженні залежності пористості спечених алмазних мікропорошків від тривалості спікання встановлено, що при досягненні температури плавлення 1178 K і тиску в реакційному об'ємі АВТ $8,5\text{ ГПа}$ стиснутий алмазний мікропорошок має пористість 17% . Для вивчення пластичної деформації алмазних зерен в процесі спікання алмазних мікропорошків досліджували ступінь уширення рентгеновських дифракційних ліній алмазу β_{AlI} від тривалості нагріву зразків формулового композиту алмаз-карбід кремнію і алмазних полікристалів, що спікаються без будь яких добавок. Аналіз одержаних залежностей (рис.2) свідчить про те, що при спіканні алмазних мікропорошків одночасно проходять процеси пластичної деформації зерна і відшарування дефектів структури. Уширення дифракційних ліній алмазу на початковому етапі спікання пов'язано з переважанням процесу пластичної деформації зерен.

При тривалому спіканні спостерігається зуження дифракційних ліній, що свідчить про переважне проходження процесу відшарування дефектів структур. Із збільшенням потужності струму нагріву збільшується швидкість зростання температури в реакційному об'ємі АВТ, що супроводжується прискоренням процесів пластичної деформації і відшарування дефектів структури.

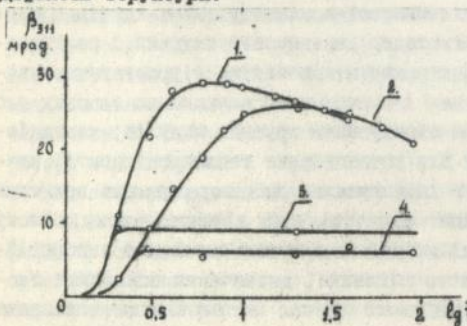


Рис.2. Залежність ширини дифракційних ліній алмазу в алмазних полікристалах (1,2) і композиті алмаз-карбід кремнію (3,4) від тривалості спікання при різних потужностях нагріву.

1,3 - $W=2,6\text{ кВт}$;

2,4 - $W=1,9\text{ кВт}$.

При спіканні зразків композиту алмаз-карбід кремнію методом просочування встановлено, що ширина дифракційних ліній алмазу β_{AlI}

зростає до моменту просочування мікропорошків кремнієм. На наступних етапах спікання системи алмаз-кремній величина $\beta_{\text{ЗІІ}}$ не змінюється. Імовірно, після заповнення порового простору рідким кремнієм алмазні зерна знаходяться в стані гідростатичного стиску і пластична деформація припиняється. Пластична деформація алмазних зерен відбувається на початковому етапі композиції до моменту просочування мікропорошків кремнієм.

При дослідженні кінетики просочування алмазного мікропорошка кремнієм визначено значення коефіцієнту просочування $\hat{\rho}=14,4 \text{ мм}^2/\text{с}$ в температурному інтервалі 1178-1393 К, котре на три порядки перевершує аналогічну величину при атмосферному тиску, що свідчить про високу швидкість проникнення рідкого кремнію в порову алмазну структуру в умовах високого тиску 8,5 ГПа. Це зумовлюється тим, що рушійною силою міграції рідкого кремнію в поровий простір мікропорошків в даному випадку являється не лапласовський капілярний тиск, а градієнт тиску ΔP , котрий фактично рівний тиску в реакційному об'ємі АВТ.

При дослідженні кінетики карбидоутворення методом рентгенофазового аналізу встановлена залежність вмісту елементарного кремнію (мас.%) і продукту реакції $\beta\text{-SiC}$ (мас.%) в зразках композиції від тривалості спікання (рис.3).

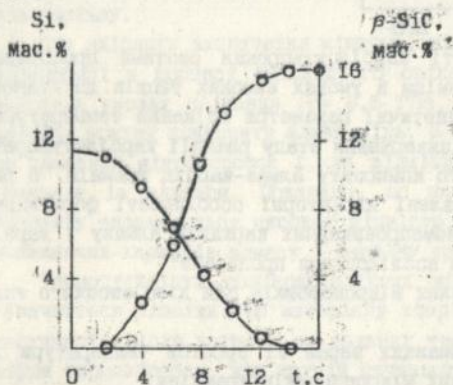


Рис.3. Залежність вмісту елементарного кремнію і продукту реакції ($\beta\text{-SiC}$) в зразках композиції від тривалості спікання ($P=8,5 \text{ ГПа}$; $W=1,9 \text{ кВт}$).

При використанні напівемпіричної формули Дешмана визначена температурна залежність дифузії вуглецю в карбіді кремнію при формуванні композиції в умовах високого тиску 8,5 ГПа:

$$* \quad D = 1,15 \exp\left[-\frac{241400}{RT}\right] \quad (2)$$

Значення коефіцієнту дифузії атомів вуглецю алмаза крізь утво-

рваний карбідний шар при тиску 8,5 ГПа на три порядки перевершує аналогічну величину в умовах вакууму. Ймовірно, це зв'язано з впливом дефектності, структури алмазних мікропорошків, котра значно зростає після дії на них високого тиску.

На рис.4 приведені діаграми залежності вмісту фази карбїду кремнію в композиті від тиску спікання і зернистості висхідних алмазних мікропорошків.

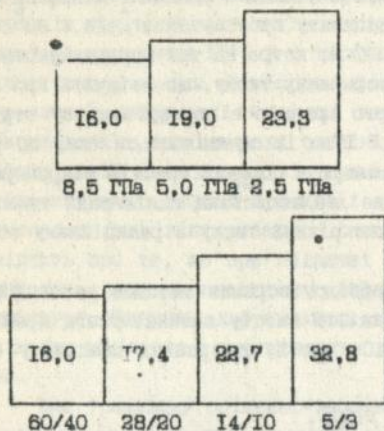


Рис.4. Залежність вмісту фази карбїду кремнію (мас.%) в зразках композиту від тиску спікання і зернистості висхідних алмазних мікропорошків.

Отримані закономірності карбїдоутворення системи просочених алмазних мікропорошків кремнієм в умовах високих тисків дозволяють встановлювати оптимальні кінетичні параметри спікання температура-час нагріву, достатніх для завершення етапу реакції карбїдоутворення при формуванні двофазного композиту алмаз-карбїд кремнію. В результаті досліджень встановлені характерні особливості формування композиту зі структурою взаємопроникаючих каркасів алмазу і карбїду кремнію, що визначаються послідовними процесами:

- холодне ущільнення алмазних мікропорошків під дією високого тиску 8,5 ГПа;
- пластична деформація алмазних зерен зі зростом температури до моменту просочування алмазних мікропорошків кремнієм;
- просочування кремнієм пресошки алмазних мікропорошків;
- взаємодія алмазу і кремнію з утворенням фази β -SiC;
- твердофазне спікання системи алмаз-карбїд кремнію.

В ЧЕТВЕРТОМУ РОЗДІЛІ подані результати досліджень впливу умов спікання на структуру і фізико-механічні властивості композиту ал-

маз-карбід кремнію. Встановлено, що після завершення реакції карбидоутворення при тривалості спікання більше 20 с. зразки композиту показують високі і стабільні фізико-механічні властивості в широкому інтервалі температури спікання 1473-2473 К. Зі збільшенням тиску спікання від 2,5 до 8,5 ГПа спостерігається значне збільшення модуля пружності і зносостійкості. Слід відзначити, що під дією високого тиску формується поровий простір пресовки алмазних мікропорошків, що характеризується певною величиною відкритої пористості (17%), високим ступенем розгалуженості і однорідності по розміру пор-капілярів, що необхідно для дальшого утворення в ньому структури карбиду кремнію.

Встановлено, що максимальне значення механічних властивостей показують зразки композиту, що одержуються при спіканні мікропорошків зернистості 40/38, 60/40 і при максимальному досліджуваному тиску 8,5 ГПа.

Для досягнення високих експлуатаційних властивостей композиту алмаз-карбід кремнію і з ціллю застосування його в якості надтвердого матеріалу в буровому інструменті визначена оптимальна P-T-t область спікання: P - не менше 7 ГПа, T= 1673-2073 К, t= 20-30 с. Температурний інтервал вибрано з ціллю збільшення часу експлуатації твєрдосплавного АВТ, що використовується при спіканні композиційного матеріалу.

Для якісного визначення міцності міжфазної межі алмаз-(β -SiC), зформованої в процесі реакційного спікання системи алмаз-Si, при однакових умовах спікання (P= 8,5 ГПа; T= 1973 К; t= 30 с.) були одержані зразки композиту алмаз-мідь. В процесі нагріву мідь просочує алмазний мікропорошок і, на відміну від кремнію, практично не взаємодіє із алмазом. Показано, що високі механічні властивості композиту визначаються високою міцністю міжзереного зв'язку взаємопроникаючих каркасів алмазу і карбиду кремнію.

Термостійкість полікристалічних матеріалів на основі алмазу визначається властивістю матеріалу зберігати свої фізико-механічні властивості після нагріву до заданих температур. Визначення температури термообробки, при котрій починаються зміни структури і властивостей зразків композиту, дає характеристику термостійкості матеріалу. Оскільки багато які види бурового і ріжучого інструменту, оснащєні полікристалічними вставками на основі алмазу, виготовляють шляхом спікання в інертному середовищі, то при дослідженні термостійкості композиту алмаз-карбід кремнію умови термообробки були

вибрані аналогічними. Зразки відшліфовали в середовищі водню на протязі 30 хв.

В результаті досліджень встановлено (рис.5), що властивості композиту алмаз-карбід кремнію залишаються незмінними після нагріву до 1473 К.

Наявність металів-розчинників вуглецю в структурі достатньо широкого класу полікристалічних матеріалів на основі алмазу, представниками котрих являються Скіндріл, Стратопакс, АТП, призводить до зниження величини показника зносостійкості після нагріву вище 973 К.

Висока стійкість зразків композиту алмаз-карбід кремнію пояснюється кількома причинами. Основна причина заключається в тому, що композит має структуру взаємопроникаючих каркасів алмазу і карбіду кремнію (β -SiC) з закритою пористістю менше 1%. Термомеханічна суцільність фаз і висока стійкість до окислення карбіду кремнію призводять до зсування в область більш високих температур графітизації алмазних зерен.

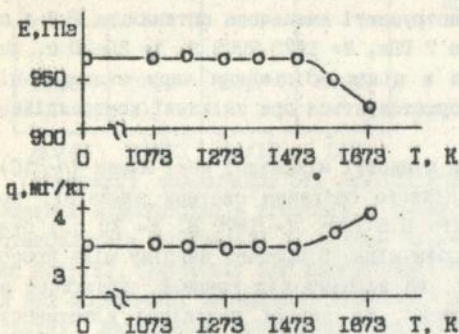


Рис.5. Залежність модуля Юнга (E) і показника зносостійкості (q) композиту алмаз-карбід кремнію від температури відпалу в середовищі водню.

З метою визначення механізму деградації матеріалу досліджували мікроструктуру зразків після термообробки і характер їх зносу з допомогою оптичного і електронного мікроскопів. Дослідження не виявили істотних змін структури і характеру зносу зразків. Проте на бічній поверхності більшості пластинок, термооброблених вище 1573 К, були виявлені краплі розплаву. Мікрорентгеноспектральний аналіз краплин показав, що вони мають склад (мас.%): 67-73% Ni, 14-20% Si, 7-13% Fe, 1-8% Mn. Відомо, що синтетичні алмазні мікропорошки мають вclusions нікель-марганцевого складу, котрі утворюються на стані їх синтезу. Вірогідно, при температурах відпалу 1473 К відбувається розтріскування алмазних зерен в композиті, утворення спля-

ву вказаного складу і міграція його на поверхню пластин. Сферична форма краплин свідчить про насичення силісаву вуглецем. Розмір краплин досягає 100 мкм. Міграція розплаву відбувається, очевидно, по міжфазним мемам, оскільки тріщин на поверхні зразків не спостерігається. Взаємодія розплаву з алмазною фазою призводить до її графітизації, ступінь котрої повинна зростати із збільшенням температури і тривалості відпалу. Виникнення фази графіту в композиті призводить до його зменшення і зниження механічних властивостей.

З ціллю підтвердження вірності запропонованого механізму зміцнення композиту при термообробці були проведені слідувчі експерименти. При аналогічних параметрах була спечена партія пластин композиту з використанням мікропорошка природного алмазу зернистістю 60/40, в якому були відсутні вклучення металів-розчинників вуглецю. Після відпалу пластин в середовищі водню були визначені значення показників зносостійкості при правці горундового круга.

В результаті випробувань встановлено (рис.6), що показник зносостійкості композиту, спеченого на основі мікропорошка природного алмазу, не змінюється при нагріванні до 1873 К.

Таким чином, навіть незначна присутність в синтетичних алмазних мікропорошках вклучень металів-розчинників вуглецю (менше 1 мас.%), що використовуються при синтезі висхідних мікропорошків, призводить в кінцевому результаті до зниження властивостей зразків композиту на їх основі після термообробки. Значення термостійкості матеріалу алмаз-карбід кремнію можна підвищити, використовуючи для його спікання мікропорошки природного алмазу або синтетичного алмазу з мінімальним вмістом металічних вклучень і домішок.

q, мг/кг

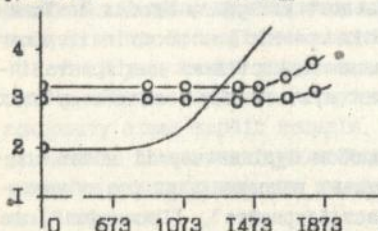


Рис.6. Залежність показника зносостійкості композиту алмаз-карбід кремнію на основі синтетичного (I) та природного алмазу (II) та зразків матеріалів Синдріл, Стратопакс, АТП (III) від температури відпалу.

На основі проведених досліджень визначено комплекс фізико-механічних властивостей композиту, одержаного при оптимальних умовах спікання (таблиця).

Основні характеристики композиту алмаз-карбід кремнію.

Густина, г/см ³	3,48
Твердість по Кнупу, ГПа	52
Міцність при радіальному стисненню, ГПа	0,49
Трищостійкість, МН м ^{-3/2}	8
Модуль Юнга, ГПа	989
Модуль зсуву, ГПа	448
Об'ємний модуль, ГПа	391
Коефіцієнт Пуассона	0,086
Теплопровідність, Вт/м К	280
Зносостійкість при правці корундового круга, мг/кг	3,2
Зносостійкість при струганні піщаника, мм	0,2
Термостійкість, К	1473

В П'ЯТОМУ РОЗДІЛІ приведені результати випробувань в виробничих умовах бурового та ріжучого інструменту, оснащеного пластинами композиту алмаз-карбід кремнію.

Встановлено, що пластини композиційного матеріалу алмаз-карбід кремнію мають високу зносостійкість при точінні титанового сплаву BT3-1 і можуть бути рекомендовані для оснащення ріжучого інструменту.

В НДІ Бурової Техніки (Росія, м. Москва) проведені випробування на зносостійкість зразків композиційного матеріалу алмаз-карбід кремнію, пластин композиту Geoset марки ZIO3 і пластин композиту Sundax 3 марки T43-60. Показник зносостійкості визначали по величині лінійного зносу зразків після точіння абразивного круга. В результаті випробувань встановлено, що середня інтенсивність лінійного зносу зразків одержаного композита в 1,3 раза нижча аналогічної величини для зразків карбідноалмазного матеріалу Sundax 3. Таким чином, одержаний композит алмаз-карбід кремнію має необхідні експлуатаційні властивості і входить в клас термостійких полікристалічних матеріалів, що ефективно використовуються для оснащення різних видів бурового інструменту.

При випробуваннях роторним способом буріння партії долот, оснащених пластинами композиту, в нафтових родовищах, що розробляються виробничими об'єднаннями "Прикаспійбурнафта", "Грознафта", та "Оренбургнафта" визначено, що проходження при використанні експериментальних долот в середньому в 9,5 разів перевищує проходження в порівнянні з шарошечними долотами. Розроблений буровий інструмент, оснащений композитом алмаз-карбід кремнію, прийнятий до промислово-

ЗАГАЛЬНІ ВИСНОВКИ

1. В результаті проведених досліджень розроблено термостійкий полікристалічний матеріал на основі алмазу і карбїду кремнію з підвищеною зносостійкістю, що має поєднання властивостей високої твердості (52 ГПа) та термостійкості (до 1473 К), що зумовлює перспективність його застосування для оснащення бурового та ріжучого інструменту.

2. Виявлено, що при формуванні структури композиту алмаз-карбїд кремнію в умовах високого тиску (8,5 ГПа) пластична деформація алмазних зерен після просочування алмазних мікропорошків кремнієм припиняється.

3. Встановлено, що характерною особливістю формування композиту зі структурованими взаємопроникаючими каркасами алмаза та карбїду кремнію при тиску 8,5 ГПа, що відрізняється високим показником зносостійкості, являється рівномірний розподіл фази β -SiC в кількості 16-17 мас. % в міжзеренному просторі алмазу, котре досягається при спіканні мікропорошків зернистості 40/28 та 60/40.

4. При вивченні закономірностей кінетики просочування і карбїдоутворення в системі алмаз-кремнію в умовах високих тисків встановлено, що тиск спікання 8,5 ГПа в кілька разів прискорює процеси просочування алмазних мікропорошків кремнієм та реакції карбїдоутворення в порівнянні з аналогічними процесами, що спостерігаються при атмосферному тиску.

5. Визначені основні фізико-механічні властивості композиту алмаз-карбїд кремнію. Виявлено, що після завершення етапу карбїдоутворення дальша термобарична дія на двофазний композит не призводить до зміни його фізико-механічних властивостей.

6. В результаті досліджень закономірностей впливу характеристик вихідних алмазних мікропорошків на величину термостійкості композиту алмаз-карбїд кремнію, що спікається, встановлено, що для підвищення показника термостійкості більше 1473 К необхідно використовувати мікропорошки, що не мають в собі включень металів-розчинників вуглецю.

7. В результаті випробувань дослідної партії бурових долот, оснащених ріжучими вставками композиту алмаз-карбїд кремнію, показано, що вони мають високу ефективність при бурінні свердловин і

породах VII-IX категорiї твердостi i прийнятi до промислового виробництва Державною комісією Міннафтогазпрома (Акт прийомки від 10.04.91р).

Основні положення роботи вккладено в таких публікаціях:

1. Воронин Г.А., Осипов А.С. Фізико-механичеськє свойства композиционных материалов на основе алмаза и карбида кремния // Сверхтврдые материалы в ускореннм научно-техническом прогрессе. - Киев: ИСМ АН УССР, 1987. - С. 29-33.

2. Влияние температуры спекания на структуру и свойства композита на основе алмаза / Г.А.Воронин, А.С.Осипов, Е.В.Отоляров, А.В.Щербаков // Высокое давление и свойства материалов. - Киев: ИИМ АН УССР, 1988. - С. 18-22.

3. Воронин Г.А., Осипов А.С., Щербаков А.В. Прочность и упругие свойства композиционных материалов на основе алмаза // Сверхтврдые материалы в народном хозяйстве. - Киев: ИСМ АН УССР, 1989. - С. 65-68.

4. Воронин Г.А., Осипов А.С., Отоляров. Исследование процесса формирования композиционных материалов на основе алмаза и карбида кремния в условиях высоких давления // Влияние высоких давлений на свойства материалов. - Киев: ИИМ АН УССР, 1990. - С. 96-99.

5. Воронин Г.А., Осипов А.С. Исследование кинетики процессов пропитки алмазного порошка и карбидообразования при высоких давлениях // Получение, свойства сверхтврдых материалов и перспективные технологии их применения. - Киев: ИСМ АН УССР, 1990. - С. 33-37.

6. Воронин Г.А., Осипов А.С. Механизм формирования структуры и физико-механичеськє свойства композита алмаз-карбид кремния. // Полукристаллические материалы на основе алмаза и кубического нитрида бора. - Киев: ИСМ АН УССР, 1990. - С. 31-34.

7. Полукристаллические сверхтврдые материалы для металлообработки / Н.П.Бенжарь, О.А.Божко, Г.А.Воронин, А.И.Игнатуша, А.С.Осипов // Аннотации стендовых докладов участников семинара Европейского Экономического Конгресса ООН "Новые материалы и их применение в машиностроении". - Киев: ИИМ НАН Украины, 1982 г. - С.41-42.

8. Воронин Г.О., Осипов О.С., Шульженко О.О. Композит на основе алмаза та карбиду кремнію, призначений для одроблення бурового інструменту. // Мінералогічний журнал. - Київ, 1995 р (в печати).

9. Патент України № 1680. Спосіб отримання композиційного ма-

териала из алмаза и карбида кремния / А.А.Шульженко, Г.А.Воронин, А.О.Осипов. - Опубл. 20.03.88.

Ю. А.с. 1738994 (СССР). Породоразрушающий элемент / И.Ф.Вовчановский, Г.А.Воронин, А.О.Осипов, А.А.Шульженко и др. - Опубл. 23.03.80.

Осипов А.С. Формирование структуры термостойкого поликристаллического материала на основе алмаза и карбида кремния в условиях высоких давлений. Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.02.01 - материаловедение в машиностроении (промышленность), в форме рукописи, Институт сверхтвёрдых материалов НАН Украины, Киев, 1995.

Защищается 10 печатных работ, которые содержат результаты экспериментальных исследований по спеканию термостойкого поликристаллического материала алмаз-карбид кремния. Установлены закономерности формирования композита со структурой взаимопроницающих каркасов алмаза и карбида кремния в условиях высоких давлений. Определён комплекс физико-механических свойств композита и их зависимость от условий спекания. Выработаны рекомендации по разработке технологии получения термостойкого поликристаллического материала на основе алмаза и карбида кремния. Осуществлено промышленное внедрение разработки, приводятся данные его эффективности.

Osipov A.S. Structure formation of the thermostable polycrystalline material on the basis of diamond and silicon carbide at high pressure. The thesis of the degree of candidate of technical science under the speciality 05.02.01 - material science in engineering, made in the form of manuscript, the Institute for Superhard Materials of the Ukrainian NAS, Kiev, 1995.

10 printed works containing the results of experimental studying of diamond-silicon carbide thermostable polycrystalline material sintering are vindicated. The regularities of diamond and silicon carbide interlocking network structure composite formation at high pressure were established. The complex of the physical and mechanical properties of the composite and their dependence of the sintering conditions were found. The recommendations for production technology of the thermostable polycrystalline material on the basis of diamond and silicon carbide were worked out. The industrial promotion of the working was carried out, the date of it's efficiency

are submitted.

Ключові слова: високі тиск, спікання, алмазні мікропорошки, тер-
мостійкість, зносостійкість.

Давид

Підп. до друку 07.12.95. Формат 60x90/16. Папір пис. № 1.
Друк офс. Ум. друк. арк. 1,0. Ум. ф.-відб. 1,0. Обл.-вид.
арк. 0,9. Тираж 100 екз. Зам. 164.

Інститут надтвердих матеріалів НАН України
254074 Київ-74, вул. Автозаводська, 2

Ротапринт ІІМ НАН України

415207

AB 33.756

AB 33.756