

М.О. Цисар, А.П. Загора, кандидати технічних наук;
С.А. Івахненко, член-кор. НАН України; **Г.Д. Ільницька**, канд. техн. наук,
О.О. Заневський, канд. хім. наук, **С.О. Гордєєв**, м.н.с.

*Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, вул. Автозаводська 2,
04047, м. Київ, e-mail: ts_maxim@ukr.net*

ЗАЛЕЖНІСТЬ СТАТИЧНОЇ МІЦНОСТІ КРУПНИХ МОНОКРИСТАЛІВ СИНТЕТИЧНОГО АЛМАЗУ ТИПУ ІІА ОКТАЕДРИЧНОГО ГАБІТУСУ ВІД ЇХ РОЗМІРУ

Методом співвісного стискання визначено статичну міцність синтетичних монокристалів алмазу типу ІІа розміром 2-2,5 мм, вирощених шляхом спонтанної кристалізації при високому тиску і температурах. Вихідні монокристали для проведення випробувань на міцність були попередньо відсортовані і класифіковані за розміром і формою, а також піддані магнітній сепарації для відбору зразків з мінімальною кількістю включень металу-розчинника з метою забезпечення однакових структурних характеристик. Для визначення величини статичної міцності розроблений спеціальний маніпулятор, що дозволив випробовувати зразки монокристалів синтетичного алмазу при одноосьовому стисканні з зусиллями до 50 кН. Отримано залежність статичної міцності від розмірів кристалів. Ці дані дозволили прийти до висновку про перспективність використання структурно досконалих монокристалів типу ІІа для застосування в якості ріжучих елементів в різних видах бурового і однокристалного інструменту.

Ключові слова: монокристал, НТНР-алмази типу ІІа, октаедричний габітус, статична міцність, алмазний інструмент.

Вступ

При виготовленні інструменту з використанням монокристалічних алмазів важливо знати, в якій мірі вихідні властивості кристалів будуть забезпечувати його експлуатаційні характеристики. Слід зазначити, що в процесі експлуатації бурових коронок та доліт, через неоднорідність гірських порід, відбувається перепад навантажень в процесі експлуатації; також, відсутня можливість операційного контролю стану ріжучої частини. Як наслідок, що використання неякісної алмазної сировини призводить до швидкого їх зносу і дає зменшення ефективності використання. Перспектива можливого керування властивостями кристалів, що вирощуються, особливо міцністю та мікротвердістю, дозволяють обґрунтовано використовувати їх при виробництві ріжучого, правлячого та породоруйнівного інструменту згідно вимог технологічних процесів із забезпеченням стабільності роботи та високої економічної ефективності. Можливість контролю швидкості вирощування кристалів при виробництві обумовлює отримання гранних форм, необхідний ступінь розвитку тих чи інших граней та формування потрібного габітусного типу. Прогрес у виробництві високоякісних структурно досконалих синтетичних алмазів дозволяє ефективно використовувати їх замість природної сировини з досягненням ефективності при використанні в операціях геологічної розвідки та проходки.

В даній роботі представлено результати дослідження статичної міцності монокристалів синтетичного алмаза типу ІІа октаедричного габітусу розміром до 2–3 мм, отриманих шляхом спонтанної кристалізації при тисках 6–6,5 ГПа і температурах 1300–1700 °С. Як показано нами раніше, такі кристали мають найбільшу мікротвердість у порівнянні зі зразками типів Іb та Іb – в 1,2–1,5 разів вищу при температурі 900–950 °С [1]. Отримання даних при нормальних

лабораторних умовах, а також визначення термостійкості кристалів після термічної обробки дозволить обґрунтувати можливість використання даних монокристалів в алмазному правлячому та породоруйнівному інструменті.

Методика експерименту

Монокристали типу Па були отримані шляхом спонтанної розчин-розплавної кристалізації з графіту з використанням апаратури високого тиску типу «тороїд». Після проведення процесу кристалізації та вилучення кристалів зі сплаву-розчинника вони були відсортовані по розміру, формі, якості поверхні та рівню металевих включень розчинника стандартними способами. Використання магнітної сепарації кристалів, які вміщували феромагнітні частинки розчинника, на останній стадії сортування дозволили досягти практично нульового вмісту металевих включень в монокристалах, після чого з них були виділені зразки розмірами 2,0–3,0 мм для подальших випробувань по визначенню статичної міцності. Візуальний аналіз поверхні кристалів здійснювався з використанням оптичного мікроскопу моделі Skydust XSP-1406, оснащеного цифровою камерою роздільної здатності 5 мегапікселів. Він показав, що кристали мають мінімальну кількість дефектів граней у вигляді нерівностей, обумовлених ростовими особливостями вирощування. Кристали мають октаедричний габітус

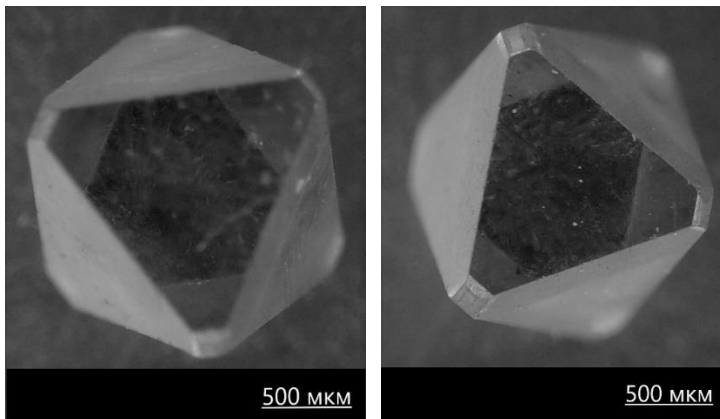


Рис. 1. Загальний вигляд відсортованих монокристалів алмазу типу Па октаедричного габітусу, які були одержані для дослідної партії

з розвитком форми $\{111\}$ на рівні не менш 75 % поверхневої площі, притуплення вершин гранню куба та притуплення ребер між гранями октаедр-октаедр та октаедр-куб формами ромбододекаедра $\{110\}$ та тетрагонтриоктаедра $\{311\}$, відповідно.

Загальний вигляд зразків типових форм відсортованих кристалів приведено на рис. 1.

Для кожного кристалу з партії в 146 зразків проводились вимірювання довжин ребер за допомогою цифрового штангенциркуля фірми UKS моделі DCzag81520773 з точністю

вимірювання до другого знаку після зап'ятої та похибкою $\pm 0,01$ мм [2].

Згідно ДСТУ 3292-95, характеристикою міцності кристалу є статична міцність, яка відповідає максимальному навантаженню, при якому відбувається руйнування кристала, розташованого між двома паралельними пластинами з твердого сплаву ВК6. Для навантаження зразків неможливо було використати регламентовану в методиках апаратуру типу РМУ-05-1, а також рекомендовану для використання автоматизовану установку ДДА-33МП [3] по причині недостатньої спроможності, яка обмежена зусиллями до 275 Н.

При збільшенні розмірів кристалів очікувана міцність руйнування алмазів може зменшуватись [4, 5], за рахунок ефекту накопичування пошкоджень. Наші попередні дослідження показали, що кристали визначених розмірів можуть руйнуватися при зусиллях, що перевищують максимальну межу зусиль випробувальної установки ДДА-33МП 180 Н [6, 7]. Тому для проведення досліджень використовувались експериментальні установки FP-10 та P-5 [8], з максимальним зусиллям випробувань 10 та 50 кН відповідно та похибкою вимірювання зусилля $\pm 1 \cdot 10^{-2}$ кН.

Установки FP-10 та P-5 розраховані на макрозразки; в свою чергу, розміри зразків монокристалів синтетичного алмазу типу Па є малими (не перевищують 3 мм) в порівнянні із стандартними зразками для цього устаткування. В зв'язку з цим для роботи було сконструйовано та виготовлено спеціальний маніпулятор з твердосплавними опорами.



Рис. 2. Вигляд маніпулятора, розробленого для експериментів з визначення статичної міцності зразків монокристалів синтетичного алмазу

Спеціальна конструкція маніпулятора, зображена на рис. 2, дозволяє створювати максимальне співвісне стискання зразків з плоскопаралельними базовими поверхнями за рахунок наявності кульового з'єднання в верхній частині.

Розміщення зразка в маніпуляторі виконується шляхом наступних послідовних операцій. Спочатку в центрі нижньої опори, розташованої в нижній обоймі, розміщується диск з алюмінієвої фольги товщиною 0,3 мм і діаметром 5 мм [8], на нижню та верхню поверхні якого наноситься шар густої змащувальної речовини. Потім в центрі диску з фольги розміщується дослідний монокристал алмазу гранню октаедра. Розміщення кристалу необхідно виконувати точно по центру опори, бажано користуватися спеціальною збільшувальною оптикою [9]. Верхня опора монтується в верхній обоймі

таким же чином, як і нижня. На ній таким же чином розміщується ідентичний алюмінієвий диск з аналогічними операціями його розміщення на верхній опорі.

Після цього нижня та верхні обойми монтуються в корпусі із оглядовими віконцями. За допомогою рухливого поршня верхню опору притискаємо до зразку так, щоб не було видимого зазору, контролюється це за допомогою оглядових віконць. Це необхідно для уникнення динамічного навантаження при неконтрольованому проковзуванні опори в процесі експерименту. Останнім етапом є встановлення маніпулятора в дослідній установці і безпосереднє навантаження до зусилля руйнування.

Результати досліджень

Дослідження виконано на партії ідентичних по формі зразків, відібраних з відсортованих вказаним вище способом монокристалів типу Па у кількості 146 штук, з якої, згідно з розміром, було відібрано 10 штук таким чином, щоб середня довжина ребра змінювалась межах 2,0–2,3 мм. Було прийняте рішення за розрахункову величину середньої довжини ребра брати значення за восьми вимірами. Значення середнього розміру ребра октаедру, розраховувалось за формулою:

$$a = \frac{a_1 + \dots + a_8}{8},$$

де a_1, \dots, a_8 – значення вимірів ребр октаедра; дані за вимірами приведені в табл. 1, в яку також занесені критичні зусилля руйнування кристалів, які вимірювались експериментально при навантаженні зразків. Графік залежності величини статичної міцності від розміру кристала приведено на рис. 3.

Таблиця 1. Результати випробувань з визначення статичної міцності

№	Розмір бічної грані a , мм	Критичне зусилля руйнування $F_{кр}$, кН	Границя міцності, ГПа
1	2,02	5,00	4,24
2	2,03	4,15	3,49
3	2,06	25,75	21,02
4	2,10	9,10	7,15
5	2,16	3,54	2,63
6	2,19	4,18	3,02
7	2,22	3,85	2,71
8	2,27	3,95	2,66
9	2,28	3,75	2,50
10	2,29	4,12	2,72

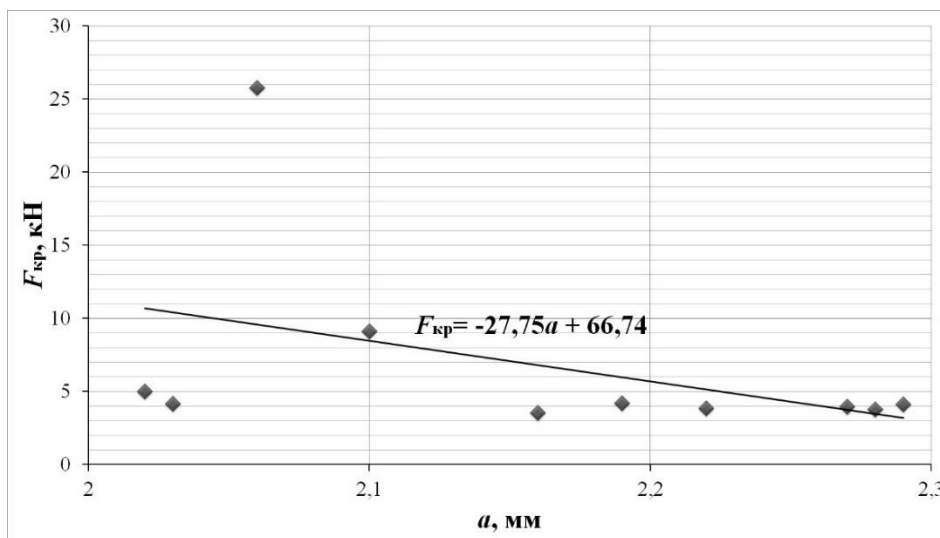


Рис. 3. Залежність статичної міцності від середнього значення довжини ребра між гранями (111) монокристалів синтетичного алмазу типу ІІа октаедричного габітусу



Рис. 4. Загальний вигляд уламків після руйнування в процесі визначення граничної міцності кристала №9, табл. 1, значення зусилля навантаження $F_{кр} = 3,75$ кН

Руйнування більшості зразків має крихкий характер. Повне руйнування монокристалу при досягненні граничного значення міцності відбувається майже миттєво. Для кристалу №3 (див. табл. 1), розміром 2,06 мм статична міцність склала 25,75 кН, розмір уламків був лише 40–80 мкм. У цього зразка спостерігається сильне відхилення від лінійної залежності $F_{кр} = -27,75a + 66,74$. Слід зазначити, що збільшення навантаження 2 → 10 кН приводить до зменшення розміру уламків, які мають діапазон від декількох мкм до 1,5 мм, як видно з рис. 4.

Висновки

Проведені дослідження показали, що монокристали синтетичного алмазу типу Іа октаедричного габітусу ідентичної форми з розміром ребер між гранями (111), що складають 2,1–2,3 мм, мають високу статичну міцність. Експериментально показано, що при одновісному стисканні експериментальні значення цієї величини мають суттєву розбіжність. Із збільшенням розміру кристалів відбувається зменшення зусиль, необхідних для руйнування кристалів, залежність величини статичної міцності від розміру зразка визначена як $F_{кр} = -27,75a + 66,74$. Незважаючи на розбіжність величин, що характеризують статичну міцність НТНР-монокристалів алмаза при одновісному стисканні, отримані дані вказують на можливість використання методу визначення зусиль руйнування кристалів при стисканні, як спосіб контролю їх якості. Ці дані також будуть використані для вдосконалення операцій технологічних процесів при вирощуванні монокристалів алмаза в області термодинамічної стабільності. Особливо перспективним може бути використання монокристалів типу Іа в буровому інструменті прохідного та геолого-розвідницького напрямків, а також управлячому інструменті.

Роботу виконано за підтримки Національного фонду досліджень України, проект № 2020.02/0160 «Розробка нових складів розчинників вуглецю для вирощування монокристалів алмазу в області термодинамічної стабільності з контрольованим вмістом домішок азоту і бору з метою створення концепційних конструкцій електронних приладів».

M.O. Tsysar, A.P. Zakora, S.A. Ivakhnenko, H.D. Pnytska, O.O. Zanyevsky, S.O. Gordeiv

V.Bakul Institute for Superhard materials NAS Ukraine

DEPENDENCE OF THE SYNTHETIC DIAMOND SINGLE CRISTALS OF Іа TYPE WITH OCTAHEDRAL HABIT STATIC STRENGTH ON THEIR SIZE

The method of coaxial compression was used to determine the static strength of the synthetic diamond single crystals of Іа type and the size of 2–2,5 mm, grown by spontaneous crystallization at high pressures and temperatures. The original single crystals for strength testing were pre-sorted and classified by size and shape, as well as subjected to magnetic separation to collect samples with a minimum amount of solvent metal inclusions in order to ensure uniform structural characteristics. To determine the value of static strength, a special manipulator has been developed, which made it possible to test samples of synthetic diamond single crystals under uniaxial compression with forces up to 50 kN. The dependence of the static strength on the crystal size is obtained. These data allowed us to conclude that the use of structurally perfect type Іа single crystals is promising for use as cutting elements in various types of drilling and single-chip tools.

Key words: *single crystal, Іа type НТНР-diamond, octahedral habit, static strength, diamond tool.*

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

Институт сверхтвердых материалов им. В.Н. Бакуля НАН Украины

ЗАВИСИМОСТЬ СТАТИЧЕСКОЙ ПРОЧНОСТИ КРУПНЫХ МОНОКРИСТАЛЛОВ СИНТЕТИЧЕСКИХ АЛМАЗОВ ТИПА Іа ОКТАЭДРИЧЕСКОГО ГАБИТУСА ОТ ИХ РАЗМЕРА

Методом соосного сжатия определена статическая прочность синтетических монокристаллов алмаза типа Іа размером 2–2,5 мм, выращенных путем спонтанной кристаллизации при высоких давлениях и температурах. Исходные монокристаллы для проведения прочностных испытаний были предварительно отсортированы и классифицированы по размеру и форме, а также подвергнуты магнитной сепарации для отбора образцов с минимальным количеством включений металла-растворителя с целью обеспечения единообразных структурных характеристик. Для

определения величины статической прочности разработан специальный манипулятор, позволивший испытывать образцы монокристаллов синтетических алмазов при одноосном сжатии с усилиями до 50 кН. Получена зависимость статической прочности от размеров кристалла. Эти данные позволили прийти к заключению о перспективности использования структурно совершенных монокристаллов типа Па для применения в качестве режущих элементов в различных видах бурового и однокристалльного инструмента.

Ключевые слова: монокристалл, НТНР-алмазы типа Па, октаэдрический габитус, статическая прочность, алмазный инструмент.

Література

1. Suprun O. M., P'nitskaya G. D., Kalenchuk V. A., Zanevskii O. A., Shevchuk S. N., Lysakovskii V. V. Change of dislocations density in single crystals of various types diamonds depending on the growth temperature and rate // *Functional materials*. – 2016. – V. 23, №. 4. – P. 552–556.
2. Кадомський С.В. Взаємозамінність, стандартизація та технічні вимірювання деталей машин. – Київ: НУХТ, 2016. – 169с.
3. Лошак М.Г., Шульженко А.А., Александрова Л.И., Гаргин В.Г., Заика Н.И., Лысаковский В.С., Гомеляко В.М. Влияние свойств микропорошков алмаза на прочность и долговечность изготовленных на их основе поликристаллических сверхтвердых материалов // *Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления: Сб. науч. тр.– Вып. 11.* –К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2008. – С.218–221.
4. Дронова Н.Д., Кузьмина И.Е. Характеристика и оценка алмазного сырья. – М.: МГГУ, 2004. – 400 с.
5. Епифанов В.И., Песина А.Я., Зыков Л.В. Технология обработки алмазов в бриллианты: учеб. пособие. – М.: Высшая школа, 1987. – 337с.
6. Физические свойства алмаза: справочник / Н. В. Новиков, Ю. А. Кочержинский, Л. А. Шульман и др.; под ред. Н. В. Новикова. – К.: Наукова думка, 1987. – 189 с.
7. Шульженко А.А., Лошак М.Г., Девин Л.Н. и др. Механические характеристики алмазных композиционных материалов, полученные с использованием алмазов различных размеров// *Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления: Сб. науч. тр.– Вып. 9.* – К: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2006. – С. 139–145.
8. ISO 4506:2018 Hardmetals — Compression test. –
9. ISO 15253:2000 Ophthalmic optics and instruments – Optical devices for enhancing low vision.

Надійшла 25.06.21

References

1. Suprun, O. M., P'nitskaya, G. D., Kalenchuk, V. A., et al. (2016). Change of dislocations density in single crystals of various types diamonds depending on the growth temperature and rate. *Functional materials*, 23, 4, 552–556.
2. Kadomskiy, S.V. (2016). *Vzaiemozaminnist, standartyzatsiia ta tekhnichni vymiriuvannia detalei mashyn [Interchangeability, standardization and technical measurements of machine parts]*. Kyiv: NUHT [in Ukrainian].
3. Loshak, M.G., Shulzhenko, A.A., Aleksandrova, L.I., et al. (2008). Vliianie svoistv mikroporoshkov almaza na prochnost i dolgovechnost izhotovlennykh na ikh osnove polikristallicheskikh sverkhтвердыkh materialov [Influence of the properties of diamond micropowders on the strength and durability of polycrystalline superhard materials made on their basis]. *Porodorazrushaiushchii i metalloobrabatyvaiushchii instrument – tekhnika i*

- tekhnologiiia ego izgotovleniia i primeneniia – Rock Destruction and Metal-Working Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications, 11, 218–221 [in Russian].*
4. Dronova, N.D., & Kuzmina I.E. (2004). *Kharakteristika i otsenka almaznoho siria [Characterization and evaluation of rough diamonds]*. Moskow: MGGU [in Russian].
 5. Epifanow, V.I., Pesina, A.Y., & Zykov, L.V. (1987). *Tehnologhiia obrabotki almazov v brilianty [Technology of processing diamonds into polished diamonds]*. Moscow: High school [in Russian].
 6. Novikov, N.V., Kocherginskii U.A., Shulman L.A. et al. (1987). *Fizicheskie svoistva almaza [Physical properties of diamond]*, N.V. Novikov (Eds). Kyiv: Naukova dymka [in Russian].
 7. Shulzenko A.A., Loshak M.G., Devin L.N. et al. (2006). *Mekhanicheskie kharakteristiki almaznikh kompozitsionnykh materialov, poluchenikh s ispolzovaniem almazov razlichnikh razmerov [Mechanical characteristics of diamond composites obtained using diamonds of various sizes]*. *Porodorazrushaiushchii i metalloobrabatyvaiushchii instrument – tekhnika i tekhnologiiia ego izgotovleniia i primeneniia – Rock Destruction and Metal-Working Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications, 9, 139–145 [in Russian].*
 8. ISO 4506:2018 Hardmetals — Compression test.
 9. ISO 15253:2000 Ophthalmic optics and instruments – Optical devices for enhancing low vision.

УДК 549.211:549.07:535.33.36

DOI: 10.33839/2708-731X-24-1-175-186

А.С. Ніколенко, канд. фіз.-мат. наук; **І.М. Даниленко**; **В.В. Стрельчук**¹, д-р фіз.-мат. наук;
О.О. Шульженко, чл.-кор. НАН України; **О.М. Соколов**, **В.Г. Гаргін**, кандидати технічних наук;
О.В. Савіцький; **В.В. Лисаковський**, д-р техн. наук²

¹Інститут фізики напівпровідників ім. В.Є. Лашкарьова НАН України,
03028, Київ-28, просп. Науки, 41, e-mail: nikolenko.andrii@gmail.com

²Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України,
04074 м. Київ-74, вул. Автозаводська, 2, Україна, e-mail: kybor@ism.kiev.ua

ФІЗИЧНІ ВЛАСТИВОСТІ МОНОКРИСТАЛІВ АЛМАЗУ ТИПУ Іа і Ів, ОДЕРЖАНИХ МЕТОДОМ Т-ГРАДІЄНТУ В НРНТ УМОВАХ

Оптичними методами вивчено структурно-домішковий стан монокристалів алмазу типу Іа і Ів, одержаних методом Т-градієнту в НРНТ умовах, визначено їх теплопровідність і електроопір.

Встановлено для зразка типу Іа значне пропускання в ультрафіолетовій (УФ) області спектру з краєм пропускання від 221 нм, що говорить про високий ступінь структурної досконалості кристала. Зразок типу Ів є непрозорим в УФ області, незначне пропускання реєструється в області від 290 нм з різким краєм пропускання поблизу 450 нм. В області довжин хвилі 800–1100 нм обидва зразки демонструють пропускання на рівні ~73%. Вимірюванням теплопровідності зразків визначено, що зразок монокристалу алмазу типу Іа має теплопровідність 1804 ± 36 Вт/(м·К), а зразок монокристалу алмазу типу Ів – відповідно 948 ± 47 Вт/(м·К). Електричний опір пластини алмазу типу Іа складає $\rho_s = 1,3 \cdot 10^{11}$ Ом·см, а для пластини типу Ів (жовтої) був за межами діапазону вимірювань ($\rho_s > 10^{12}$ Ом·см).

Ключові слова: монокристал алмазу, структурно-домішковий стан, раманівська спектроскопія, інфрачервона спектроскопія, ультрафіолетова спектроскопія, теплопровідність, електроопір