

**Zhiming Wang¹, Xiecai Yan¹, Yakun Tao¹, Wucheng Sun¹,
Xiaohong Fang^{1,2}, Longchen Duan^{1,2}, Songcheng Tan^{1,2,*}**

¹Faculty of Engineering, China University of Geosciences,
Wuhan, P.R. China

²National Center for International Research on Deep Earth Drilling
and Resource Development, Wuhan, P.R. China

*wstansongcheng@cug.edu.cn

Вплив параметрів спікання та вмісту рідкої фази на властивості матриці на основі заліза імпрегнованого алмазного долота

Вплив параметрів спікання та вмісту рідкої фази на властивості матриці попередньо легovanого імпрегнованого алмазного долота (ІАД) на основі заліза досліджували за допомогою ортогонального експериментального дизайну. На основі аналізу результатів встановлено, що температура спікання та вміст рідкої фази мають значний вплив на міцність на вигин, твердість, відносну густину та швидкість зношування матриці. Для металоматричного композита (ММК) зі збільшенням температури спікання з 900 до 1050 °С міцність на вигин, твердість (HRB) і відносна густина ММК спочатку зменшувалися, потім збільшувалися і, нарешті, знову зменшувалися, в той час як швидкість зносу збільшувалася з температурою. Зі збільшенням вмісту рідкої фази чотири властивості ММК демонстрували подібну тенденцію спочатку до збільшення, а потім до зменшення. Порівняно, вплив часу витримки і тиску спікання на властивості матриць був меншим, ніж вплив температури спікання і вмісту рідкої фази, але вони також мали значний вплив на деякі властивості матриць. Час витримки мав більш значний вплив на твердість і зносостійкість, тоді як тиск спікання мав значний вплив лише на твердість. Після додавання алмазів міцність на вигин композита з алмазною матрицею спочатку зростала, а потім зменшувалася з підвищенням температури, тоді як міцність на вигин продовжувала зменшуватися зі збільшенням вмісту рідкої фази.

Ключові слова: метод ортогональних випробувань, попередньо легований порошок з високим вмістом заліза, спікання гарячим пресуванням, імпрегноване алмазне долото.

ВСТУП

З розвитком економіки попит на різні викопні мінеральні ресурси на ринку зростає, що призвело до пошуку твердих корисних копалин більш глибокого залягання [1, 2]. Породами, з якими стикаються під час розвідки та буріння корисних копалин, є переважно метаморфічні та магматичні породи, які характеризуються високою буримістю та сильною абразивністю, що ускладнює буріння зі збільшенням глибини розвідки [3–5]. Імпрегновані алмазні долота (ІАД) є одними з найкращих породоруйнівних інструментів для досягнення великої швидкості буріння в таких породах. Каркасні матеріали, що використовують в ІАД, в основному складаються з WC і Co. З моменту розробки алмазних інструментів на металевій зв'язці, матриці на основі

Со визнані такими, що мають відмінні експлуатаційні характеристики. Однак Со є дефіцитним ресурсом і відносно дорогим. Тому багато вчених прийшли до ідеї використання заліза, яке також знаходиться у восьмій групі періодичної таблиці елементів, для заміни Со. В результаті на ринку з'явилися ІАД на основі заліза.

Традиційні бурові коронки на основі карбіду кремнію мають високу температуру спікання, як правило, вище 950 °С [6–9]. У процесі вивчення можливості використання матриць на основі заліза, дослідники спробували додати залізний порошок до традиційного складу [10]. Варто зазначити, що залізо сильно роз'їдає поверхню алмазу за високих температур, значно знижуючи продуктивність алмазних композитів [11–14]. Дослідники виявили, що в порівнянні з матрицями на основі заліза, попередньо леговані порошки на основі заліза можуть досягти кращих фізико-механічних властивостей за більш низької температури спікання, з меншим термічним пошкодженням алмазу [15–17]. Ваї та ін. [18] використовували попередньо леговані порошки CL192 (Fe, Ni, Cu, Sn, P) для спікання алмазних композитів і вивчали механічні властивості матриці за температур спікання 800–950 °С. Спостереженням за допомогою скануючої електронної мікроскопії (SEM) було виявлено, що графітізація алмазу була сильною, коли температура перевищувала 900 °С, але збільшення вмісту попередньо легованого порошку CL192 могло зменшити ступінь графітізації алмазу. Zhao та ін. [19] вивчали вплив попередньо легованого порошку на основі заліза на механічні властивості матриць бурових коронок і виявили, що зі збільшенням температури спікання з 900 до 1020 °С швидкість графітізації алмазів значно зростала, а ступінь пошкодження збільшувався.

Матриці ІАД, як правило, складаються з основного та зв'язуючого матеріалів. WC і Fe є матеріалами каркасу матриці, які залишаються в твердому стані під час процесу спікання алмазних бурових коронок гарячим пресуванням і складають від 20 до 60 %¹ від загальної ваги матриці. Низькотемпературні мідні сплави використовують як зв'язуючий матеріал і вони зазвичай складають від 15 до 35 % від маси матриці, перебуваючи в рідкому або розплавленому стані під час процесу спікання [20]. У процесі спікання гарячим пресуванням дефекти між каркасними матеріалами заповнюються розплавленим зв'язуючим матеріалом, досягаючи ущільнення матеріалу матриці [21]. Kang [22] дослідив вплив параметрів спікання на механічні властивості композитів з частинок карбіду кремнію (SiCp)/2024Al методом плазмового спікання і виявив, що тиск спікання має найбільший вплив на густину і міцність на вигин матеріалу, за яким слідує температура спікання і час витримки. Hu [23] використовував методи розрахунку екстремальних вершин для вивчення впливу додавання 660-Cu, Ni і Со до бурових коронок на основі заліза і виявив, що додавання відповідної кількості 660-Cu покращує продуктивність бурових коронок на основі заліза. Зносостійкість та механічні (міцність на розрив під час згинання та стиску, твердість, модуль пружності) властивості композиційних алмазних матеріалів (КАМ) на основі металевих матриць без урахування впливу рідкої фази та технологічних умов спікання (температури та часу витримки) досліджували в [24, 25], а здатність металеві матриці утримувати алмазні зерна від випадіння в процесі експлуатації композита – в [26, 27], тому параметри процесу спікання та зв'язувальний матеріал мають значний вплив на експлуатаційні характеристики матеріалу матриці [28–31].

¹ Тут і далі вміст матеріалів наведено в % (за масою).

У попередній роботі авторів [32] було проведено дослідження матриці на основі заліза попередньо легованого алмазного бурового долота, яке визначило відповідне співвідношення компонентів матриці. Однак ця методика не включала додавання матеріалів з низькою температурою плавлення, таких як мідні сплави, а також не враховувала вплив параметрів спікання. Тому для дослідження впливу параметрів спікання та вмісту рідкої фази на характеристики матриці попередньо легованого ІАД на основі заліза було використано ортогональний експериментальний метод.

МАТЕРІАЛИ ТА МЕТОДИ

Матеріали

Матриця з низьким рівнем вмісту рідкої фази на основі насиченого залізом попередньо легованого сплаву в основному складалася з порошків попередньо легованих сплавів FAM1020 і FAM2120, з невеликою кількістю CuSn10 як компонента рідкої фази. Порошкові матеріали були надані компанією Forlong Advanced Materials Company в провінції Хунань, Китай. На основі попередньої роботи масове співвідношення FAM1020 до FAM2120 підтримували на рівні 5:3, і цей змішаний порошок комбінували з різним вмістом CuSn10 для формування складу матриці, що випробовували. Параметри складу трьох обраних порошків для попереднього легування наведено в табл. 1. Весь процес випробування можна побачити на рис. 1.

Таблиця 1. Параметри попередньо легованого порошку

Порошок	Компонент	Теоретична густина, г/см ³	D50, мкм
FAM1020	FeNi18Co2	8,048	37–39
FAM2120	FeNi6Cu6Sn3	7,956	35–37
CuSn10	CuSn10	8,758	36–39

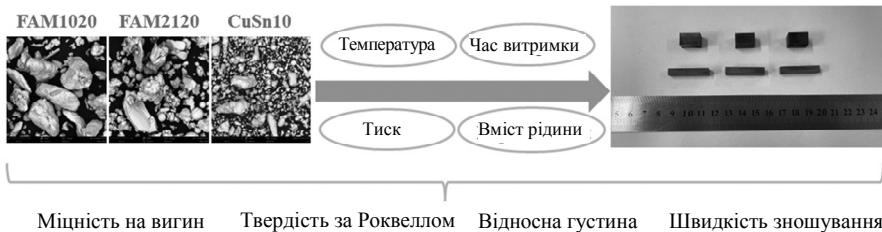


Рис. 1. Схематична діаграма процесу випробування матриці.

План експерименту

Для дослідження впливу параметрів спікання та вмісту рідини на властивості матриці було застосовано ортогональний експериментальний метод. Температура спікання, тиск спікання, час витримки та вміст рідкої фази були використані як чотири фактори відповідно, кожен з яких мав чотири рівні експерименту. Рівні факторів показано в табл. 2, а конкретні комбінації параметрів на рівнях факторів – в табл. 3.

Підготовка та випробування зразків

Відповідно до масового співвідношення 5:3, FAM1020 і FAM2120 спочатку зважували і змішували. Потім CuSn10 зважували відповідно до різних

рівнів вмісту рідкої фази, представленого в табл. 2, і поміщали в чотири чисті банки з порошком, які було пронумеровано. Сталеві кульки поміщали в банки з порошком у співвідношенні маси кульки до порошку 2:1. Потім вміст банок рівномірно перемішували в тривимірному кульовому млині протягом 8 год для отримання чотирьох різних складів з різним вмістом рідкої фази. Гаряче спікання проводили відповідно до заданих параметрів, після чого готували два типи зразків: один для випробування на міцність у разі триточкового вигину, а інший – для випробування на зносостійкість. Зразки для випробування на міцність під час згинання включали два типи: металево-матричний композит (ММК) і алмазно-матричний композит (АМК) з об'ємною часткою алмазів (40/45 меш) 25 %. Розміри зразків для випробувань на міцність під час згинання становили 5×5×30 мм, а зразків для випробування на зносостійкість – 8,5×8,5×15 мм. Для кожної з умов випробування було підготовлено по три зразки.

Таблиця 2. Рівні факторів для ортогонального плану дослідження

Рівень	Фактор			
	Температура спікання, °С	Тиск спікання, МПа	Час витримки, хв	Вміст рідини, %
1	900	17,5	3	0
2	950	20	4	10
3	1000	22,5	5	20
4	1050	25	6	30

Таблиця 3. Схема ортогональних досліджень

Номер	Температура спікання, °С	Тиск спікання, МПа	Час витримки, хв	Вміст рідини, %
L1	900	17,5	3	0
L2	900	22,5	5	10
L3	900	25	6	20
L4	900	20	4	30
L5	950	25	5	0
L6	950	20	3	10
L7	950	17,5	4	20
L8	950	22,5	6	30
L9	1000	20	6	0
L10	1000	25	4	10
L11	1000	22,5	3	20
L12	1000	17,5	5	30
L13	1050	22,5	4	0
L14	1050	17,5	6	10
L15	1050	20	5	20
L16	1050	25	3	30

Для оцінки характеристик матриці використовували показники твердості, міцності на вигин, відносної густини та зносостійкості. Твердомір HR-150A (Shandong Yexian Testing Machine Factory, Цзінань, Шаньдун, Китай) використовували для випробування зразків на твердість за Роквеллом. Міцність

зразків на триточковий вигин випробовували на універсальній машині для випробування матеріалів (СТМ2500, Shanghai Xieqiang Instrument Technology Co., Ltd., Шанхай, Китай), з напрямком навантаження, перпендикулярним до напрямку пресування зразків. Швидкість навантаження становила 10 Н/с, а відстань між двома опорами – 24,5 мм. Зносостійкість зразків оцінювали за втратою маси за одиницю часу, а випробування на зносостійкість проводили за допомогою алмазного тестера коефіцієнта зносу з корундовим шліфувальним кругом (НМН-25). Кожне випробування проводили за навантаження 5 кг, швидкості шліфувального круга 600 об/хв і тривалості зношування 2 хв. Крім того, зразки після випробування на міцність на вигин і зносостійкість досліджували за допомогою СЕМ (феном G2).

РЕЗУЛЬТАТИ ТА ОБГОВОРЕННЯ

Результати 16-групового ортогонального експерименту наведено в табл. 4. Щоб уникнути відхилень, дані, отримані в експерименті, були використані як середнє значення.

Таблиця 4. Результати експериментів

Номер	Міцність на вигин, МПа		Твердість, HRB	Відносна густина, %	Швидкість зношування, г/хв
	ММК	АМК			
L1	1095	522,5	93,23	92,8	1,4600
L2	1360	385	109,12	96,4	1,2600
L3	1470	300	108,54	86,6	1,5480
L4	700	260	90,54	82,2	1,5915
L5	897,5	532,5	89,76	94,7	1,7890
L6	1290	392,5	112,13	95,1	1,7650
L7	790	312,5	102,21	87,1	1,9055
L8	647,5	277,5	87,13	82,9	2,0045
L9	1190	495	101,21	94,7	2,1160
L10	1285	410	109,66	95,4	1,5955
L11	897,5	312,5	104,41	89,1	2,4415
L12	1160	367,5	97,19	84,7	2,0900
L13	1075	520	107,53	95,2	2,4005
L14	735	290	89,15	90,2	2,4350
L15	655	270	103,59	86,5	2,5310
L16	745	295	94,39	82,6	2,6440

Аналіз значущості

Діапазонний аналіз. Результати, отримані на основі ортогонального експерименту, досліджували за допомогою методу діапазонного аналізу. Діапазонний аналіз – це простий і зручний метод аналізу, який дозволяє швидко визначити фактори, що мають найбільший вплив на експеримент. Розраховували середні значення для рівнів (4 рівні) факторів (температури спікання, тиску спікання, часу витримки, вмісту рідини). Наприклад, розрахунок середньої міцності на вигин для чотирьох рівнів фактора температури спікання зроблено за рівняннями

$$K_{900\text{ }^{\circ}\text{C}} = \frac{1095 + 1360 + 1470 + 700}{4} = 1156,25 ; \quad (1)$$

$$K_{950\text{ }^{\circ}\text{C}} = \frac{897,5 + 1290 + 790 + 647,5}{4} = 906,25; \quad (2)$$

$$K_{1000\text{ }^{\circ}\text{C}} = \frac{1190 + 1285 + 897,5 + 1160}{4} = 1133,13; \quad (3)$$

$$K_{1050\text{ }^{\circ}\text{C}} = \frac{1075 + 735 + 655 + 745}{4} = 802,50. \quad (4)$$

Середні значення інших факторів, таких як тиск спікання, час витримки та вміст рідини, також було розраховано відповідно до вищезазначених процедур. Оптимальний рівень фактора може бути отриманий за допомогою порівняння значень K , і результати всіх значень K будуть представлені в подальшому аналізі. Крім того, відповідно до рівняння

$$R = K_{\max} - K_{\min} \quad (5)$$

розраховують діапазон R кожного фактора. Якщо значення R більше, то зміна рівня фактора має більший вплив на результативність. Отримані результати наведено в табл. 5.

Таблиця 5. Значення R діапазонного аналізу

Властивості	Рівень	Температура спікання	Тиск спікання	Час витримки	Вміст рідини
Міцність на вигин ММК	Найвищий	1	4	3	2
	R	353,75	154,38	55,63	354,38
Міцність на вигин АМК	Найвищий	3	4	3	1
	R	52,50	30	48,13	218,75
Твердість за Роквеллом	Найвищий	3	3	2	2
	R	5,31	6,6	5,98	12,70
Відносна густина	Найвищий	3	4	2	2
	R	0,02	0,02	0,01	0,08
Швидкість зношування	Найвищий	1	4	2	2
	R	1,04	0,13	0,20	0,34

Оцінка якості бурового долота – це складний процес, який часто вимагає оцінки міцності на вигин, твердості та зносостійкості матриці. Однак, в залежності від об'єкта буріння, необхідні властивості матриці також можуть відрізнятися. Тому вивчення впливу параметрів спікання на властивості матриці ІАД має велике значення для виробництва доліт. Згідно з табл. 5, важливий порядок впливу чотирьох факторів на міцність на вигин ММК наступний: вміст рідкої фази, температура спікання, тиск спікання та час витримки. Варто зазначити, що важливі порядки впливу чотирьох факторів на відносну густину та міцність на вигин ММК узгоджуються. Для зразків КАМ першим і другим факторами, що впливають на його міцність під час згинання, є також вміст рідкої фази і температура спікання, тоді як третій і четвертий важливі фактори змінюються на протилежні. Вміст рідкої фази має найбільший вплив на твердість, за ним слідує тиск спікання, час витримки і температура спікання. Зносостійкість є однією з найважливіших властивостей матриці ІАД, і важливим порядком чотирьох факторів для неї є температура спікання, вміст рідкої фази, час витримки і тиск спікання. Загалом, вплив температури спікання та вмісту рідкої фази на властивості матриці є порівняно більш значущим.

Дисперсійний аналіз (ANOVA). У реальних експериментах дані також піддаються флуктуаціям, спричиненим змінами умов експерименту. Діапазонний аналіз не може відрізнити ці флуктуації від експериментальних помилок, тому слід одночасно використовувати як діапазонний аналіз, так і дисперсійний аналіз [33–35].

Метою дисперсійного аналізу є вивчення того, які параметри процесу мають значний вплив на властивості матриці. Тест значущості ANOVA використовує значення P для визначення значущості між вибірками з дотриманням наступних правил:

якщо $P > 0,05$, вплив є малим або відсутній;

якщо $P < 0,05$, вплив значущий;

якщо $P < 0,001$, вплив є надзвичайно значущим.

З табл. 6 видно, що як вміст рідкої фази, так і температура спікання мають значний вплив, і навіть надзвичайно значний, на п'ять цільових властивостей. Цей результат узгоджується з аналізом діапазону. Варто зазначити, що вплив чотирьох факторів на твердість є надзвичайно значним, тоді як для відносної густини важливу роль відіграє вміст рідкої фази.

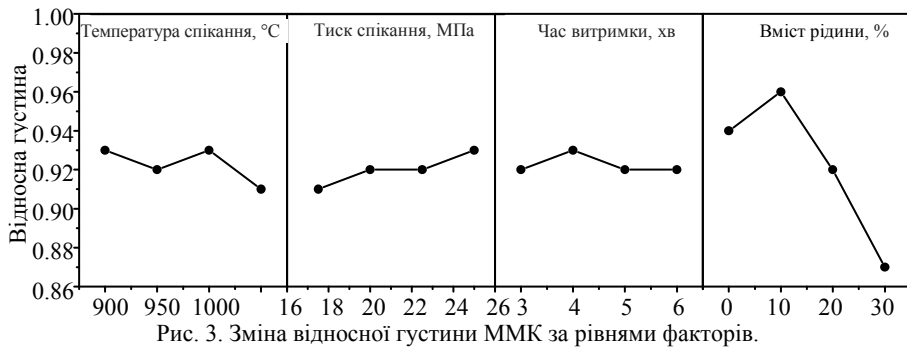
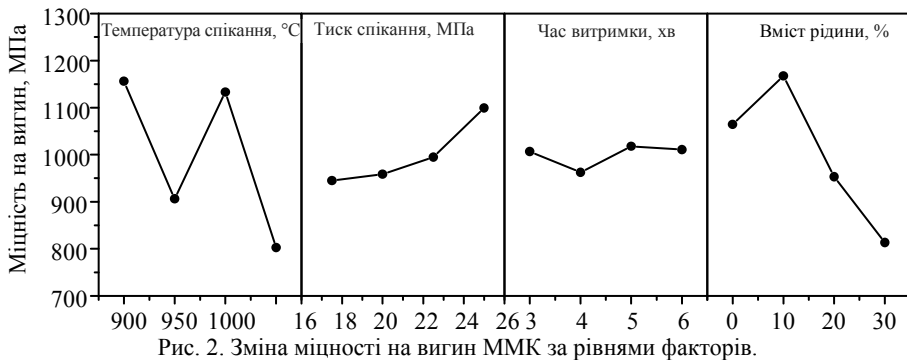
Таблиця 6. Дисперсійний аналіз

Фактори		Сума квадратів	Ступінь свободи	Середнє квадратичне	F-значення	P-значення
Міцність на вигин ММК	Температура спікання	719446,094	3	239815,365	5,210	0,009
	Тиск спікання	117008,594	3	39002,865	0,847	0,485
	Час витримки	15152,344	3	5050,781	0,110	0,953
	Вміст рідини	554552,344	3	184850,781	4,016	0,023
	Похибка	874558,594	19	46029,400		
Міцність на вигин АМК	Температура спікання	11652,344	3	3884,115	6,409	0,003
	Тиск спікання	3733,594	3	1244,531	2,054	0,140
	Час витримки	10808,594	3	3602,865	5,945	0,005
	Вміст рідини	253802,344	3	84600,781	139,595	0
	Похибка	11514,844	19	606,044		
Твердість за Роквеллом	Температура спікання	1052,325	3	350,775	9,590	0
	Тиск спікання	1839,978	3	613,326	16,768	0
	Час витримки	1246,448	3	415,483	11,359	0
	Вміст рідини	7072,308	3	2357,436	64,450	0
	Похибка	8888,337	243	36,578		
Відносна густина	Температура спікання	0,003	3	0,001	1,412	0,256
	Тиск спікання	0,002	3	0,001	0,791	0,507
	Час витримки	0,001	3	0,000	0,461	0,711
	Вміст рідини	0,046	3	0,015	21,223	0
	Похибка	0,025	35	0,001		
Швидкість зношування	Температура спікання	4,463	3	1,488	68,269	0
	Тиск спікання	0,079	3	0,026	1,208	0,334
	Час витримки	0,214	3	0,071	3,276	0,044
	Вміст рідини	0,596	3	0,199	9,123	0,001
	Похибка	0,414	19	0,022		

Вплив різних факторів на експлуатаційні характеристики матриці

Вплив параметрів спікання та $CuSn10$ на міцність на вигин та відносну густину ММК. Діапазонний аналіз припускає, що під час розгляду фактора A вплив інших факторів на результати є збалансованим, у такий спосіб припускають, що відмінності в різних рівнях фактора A спричинені самим фактором A . Дані діапазонного аналізу використовують для аналізу впливу різних факторів на показники матриці.

Тенденції зміни міцності на вигин ММК та відносної густини за різних рівнів впливу факторів показано на рис. 2 та 3 відповідно. Межа міцності на вигин спочатку зменшується, а потім збільшується з підвищенням температури спікання, досягаючи максимального значення 1156,25 МПа за температури 900 °С і зменшуючись до мінімального значення 802,50 МПа за 1050 °С. За тиску спікання 17,5 МПа межа міцності на вигин мінімальна – 945,00 МПа, а у разі підвищення тиску спікання до 25 МПа вона зростає до 1099,38 МПа. За вмісту рідкої фази 10 % межа міцності на вигин досягає максимуму при 1167,50 МПа, а за вмісту рідкої фази понад 10 % вона різко знижується. Відповідно до оптимальних умов кожної групи, A1B4C3D2 є теоретично оптимальною комбінацією для міцності на вигин, а A3B4C2D2 є оптимальною комбінацією для густини.



За винятком часу витримки, вплив інших трьох факторів на відносну густину і міцність на вигин однаковий. Теоретично, коли температура нижче 1000 °С, енергія, отримана частинками порошку, відносно невелика, а також невелика рушійна сила. Тому зерна та межі зерен зазнають значного впливу, що призводить до повільного та неповного їхнього росту та розвитку. Тріщини, що утворюються у разі руйнування, легко розширюються і подовжуються на межах зерен, що призводить до зниження міцності на вигин. За занадто

високої температури, тобто коли температура досягає 1050 °С, межа зерна рухається занадто швидко і зерна також ростуть занадто швидко, що приводить до ущільнення пор і зниження компактності матриці та міцності на вигин. На рис. 4 видно, що розмір зерна в матриці за температури 1050 °С значно більший, ніж за низької температури спікання. Зі збільшенням тиску спікання міцність на вигин ММК безперервно зростає.

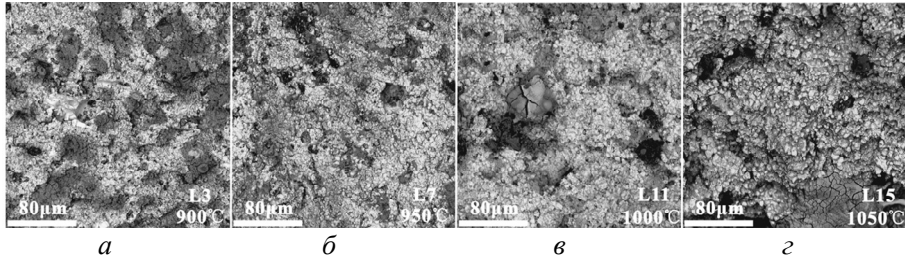


Рис. 4. Морфологія зламу зразків після випробування на міцність під час згинання: L3 – 950 °С, 20 % CuSn10 (а); L7 – 950 °С, 20 % CuSn10 (б); L11 – 1000 °С, 20 % CuSn10 (в); L15 – 1050 °С, 20 % CuSn10 (г).

З одного боку, зі збільшенням тиску газ у матриці переливається через край, що робить матрицю більш компактною; з іншого боку, зі збільшенням тиску спікання рідка фаза і тверда фаза достатньо поєднуються, і це робить її міцнішою. Додавання невеликої кількості компонента рідкої фази в матрицю може поліпшити характеристики матриці в порівнянні з експериментом без рідкої фази. На початку спікання між частинками твердої фази є більше пор. Після нагрівання протягом деякого часу порошок CuSn10 плавиться в рідкій фазі і заповнює пори порошку. Крім того, деякі частинки порошку можуть розчинитися і перегрупуватися в процесі спікання, що зменшує об'єм пор і збільшує твердість матриці [36]. Однак, якщо вміст CuSn10 занадто високий, рідкої фази, що утворюється в процесі спікання, буде занадто багато, що призведе до великих втрат рідкої фази і знизить продуктивність матриці.

Час витримки не має очевидного впливу на міцність на вигин ММК, можливо тому, що зміна часу витримки занадто мала, щоб ефективно показати різницю в рості кристалів. Крім того, через проведення ортогонального експерименту може мати місце вплив інших більш значущих факторів.

Вплив параметрів спікання та CuSn10 на міцність на вигин АМК. Згідно з рис. 5, комбінація АЗВ4С3Д1 з температурою спікання 1000 °С, тиском спікання 25 МПа, часом витримки 5 хв і відсутністю рідкої фази є теоретично оптимальною комбінацією. За цієї умови міцність на вигин АМК досягає свого найвищого значення. Це відповідає експерименту L5 в табл. 4, який має середню міцність на вигин 532,5 МПа і також є найкращим показником міцності на вигин в реальних експериментах.

Зі збільшенням вмісту рідкої фази міцність на вигин зразків АМК безперервно зменшується. Основною причиною цього є те, що CuSn10 має хорошу змочуваність алмазами, і зі збільшенням вмісту CuSn10 зменшується ерозія заліза на алмазі, що знижує міцність утримання матриці на алмазі. По-друге, в процесі спікання відбувається витікання, що призводить до втрати якості матриці і зниження міцності на вигин. У порівнянні з ММК, додавання алмазу не сприяє заповненню компонента рідкої фази між твердими частинками в процесі спікання, що перешкоджає перегрупованню твердих частинок і викликає зниження густини і міцності матриці.

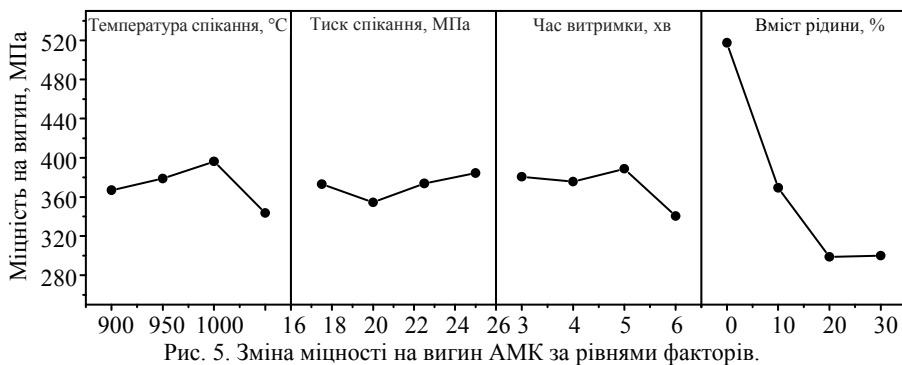


Рис. 5. Зміна міцності на вигин АМК за рівнями факторів.

З підвищенням температури спікання міцність на вигин АМК спочатку збільшується, а потім зменшується, що подібно до ММК, але з тією лише різницею, що склад матриці містить алмаз. Підвищення температури спікання може покращити механічні властивості матриці та збільшити міцність на вигин. Однак, коли температура перевищує 1000 °C, міцність на вигин АМК зменшується. Однією з причин є те, що підвищення температури посилює втрати порошку, що призводить до зниження продуктивності. Інша причина полягає в тому, що надмірно високі температури не тільки викликають утворення графіту на поверхні алмазу, але також викликають корозію Fe на алмазі, що призводить до зниження міцності алмазу і зниження міцності на вигин. Стан поверхні алмазу показано на рис. 6.

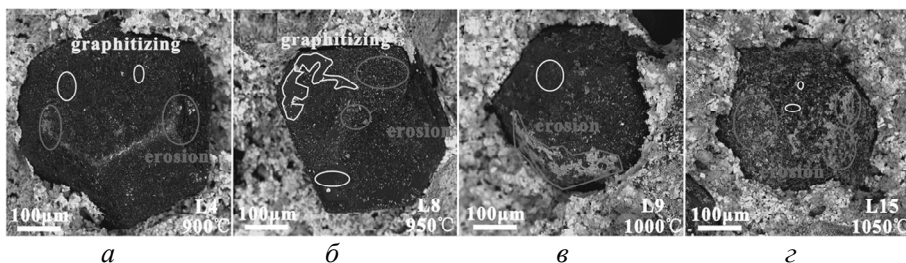


Рис. 6. Морфологія поверхні алмазу: L4 – 900 °C (а); L8 – 950 °C (б); L9 – 1000 °C (в); L15 – 1050 °C (г).

Різний тиск спікання мало впливає на міцність зразка на вигин: міцність на вигин АМК спочатку збільшується, а потім зменшується зі збільшенням часу витримки. Це пояснюється тим, що міцність зчеплення між матрицею і алмазом може впливати на міцність на вигин АМК, а механічна сила закріплення є основним фактором, що визначає їхню міцність зчеплення. Відповідний час витримки (3–5 хв) може поліпшити і збільшити механічну силу закріплення всередині зразка, і тим самим збільшити міцність зчеплення між матрицею і алмазом та покращити міцність на вигин АМК. Однак, коли час витримки занадто довгий, під час спікання може відбутися рекристалізація і аномальний ріст зерна, а тривалий час витримки також може вплинути на міцність алмазу, що призведе до зниження міцності на вигин АМК.

Вплив параметрів спікання та CuSn10 на твердість. На рис. 7 видно, що зміна рівня кожного фактора впливає на твердість матриці за Роквеллом. Порівняно з параметрами спікання, вміст рідкої фази в матриці має більш значний вплив на твердість. Зі збільшенням вмісту рідкої фази твердість мат-

риці спочатку зростає, потім зменшується і досягає максимального значення за вмісту рідкої фази 10 %. Комбінація A3B3C2D2, яка має температуру спікання – 1000 °С, тиск спікання – 22,5 МПа, час витримки – 4 хв і вміст рідкої фази – 10 %, є теоретично оптимальною комбінацією. Відповідно до табл. 4, найближчою комбінацією є L10 із середньою твердістю 109,66 HRB.

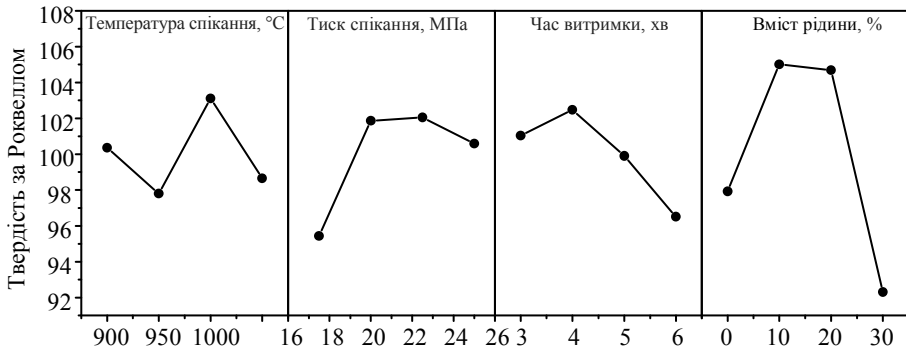


Рис. 7. Зміна твердості матриці за рівнями факторів.

Рідка фаза, яку використовували в цьому експерименті, – це порошок CuSn10. Порошок CuSn10 містить велику кількість елементів Cu і Sn, які можуть реагувати один з одним, утворюючи крихку фазу Cu₃Sn під час спікання. Коли вміст CuSn10 збільшується, твердість матриці за Роквеллом зростає. Однак, коли вміст Sn занадто високий, збільшується кількість крихкої фази в тілі зародка, яка руйнує матрицю і призводить до зниження міцності тіла зародка і зменшення твердості.

Параметри спікання мають більш значний вплив на твердість матриці. Закономірність впливу температури спікання на твердість матриці подібна до її впливу на міцність на вигин. З підвищенням температури спікання твердість матриці спочатку зменшується, потім збільшується, а потім знову зменшується. Зі збільшенням тиску спікання твердість матриці спочатку зростає, а потім дещо зменшується. За тиску спікання 17,5 МПа повітря, що міститься в частинках, не може бути ефективно видалене, що призводить до отримання менш щільного порошку. Крім того, менший тиск не може ефективно зменшити об'єм пор між твердими частинками, що ускладнює заповнення рідкої фази, а це призводить до зменшення густини і відповідного зниження твердості. Підвищення тиску спікання може ефективно зменшити об'єм пор матриці, полегшити заповнення рідкою фазою проміжків між твердими частинками, збільшити густину матриці та підвищити її твердість. Коли тиск спікання перевищує 22,5 МПа, надлишковий тиск витискає рідку фазу з форми, що зменшує густину і твердість матриці.

Твердість матриці змінюється за параболічним законом зі зміною часу витримки, спочатку збільшується, потім зменшується і досягає максимуму за 4 хв. Коли час витримки короткий, легування матриці недостатнє, і пори всередині матриці не встигають скоротитися, що призводить до високої пористості і низької міцності. Коли час витримки занадто довгий, з одного боку, частинки порошку безперервно розчиняються і випадають в осад, викликаючи аномальний ріст зерна і збільшуючи пористість матриці, що призводить до зниження твердості. З іншого боку, надмірний час витримки призводить до втрати рідкої фази, що також знижує твердість.

Вплив параметрів спікання та CuSn10 на швидкість зношування. Оцінку зносостійкості матриці здійснюють за допомогою вимірювання швидкості зношування, і чим нижча швидкість зношування, тим вища зносостійкість. Теоретично існує певна залежність між зносостійкістю матриці та її міцністю, твердістю і густиною. Можна зробити висновок (рис. 8), що комбінація A1B4C2D2 з температурою спікання 900 °С, тиском спікання 25 МПа, часом витримки 4 хв і вмістом рідкої фази 10 % є теоретично оптимальною комбінацією, яка відповідає табл. 4 і близька до тесту L2, а швидкість зношування матриці становить 1,26 г/хв.

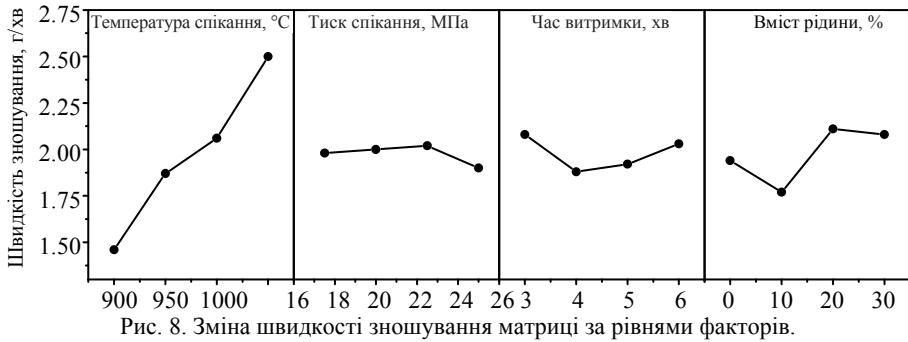


Рис. 8. Зміна швидкості зношування матриці за рівнями факторів.

Вплив вмісту рідкої фази, тиску спікання і часу витримки на швидкість зношування матриці залежить від рівня фактора, і цей вплив протилежний впливу міцності на вигин і твердості: відповідний час витримки може підвищити міцність матриці та зробити її більш зносостійкою. Однак надмірно короткий або довгий час витримки негативно впливає на експлуатаційні характеристики матриці, що призводить до більшого зносу. Невелика кількість рідкої фази може покращити експлуатаційні характеристики матриці, підвищити її міцність на вигин, а також твердість і сповільнити швидкість зношування, тоді як надмірна кількість рідкої фази призводить до погіршення експлуатаційних характеристик матриці та прискорення швидкості зношування.

Як і в інших зразках без алмазів, тиск спікання мало впливає на швидкість зношування. Вплив температури спікання на зносостійкість не схожий на інші властивості, швидкість зношування матриці різко зростає з підвищенням температури спікання. L2 за температури 900 °С і L16 за 1050 °С – це дві групи з найменшим і найбільшим зносом відповідно. Поверхні з більшою інтенсивністю зносу мають меншу шорсткість поверхні. Знос для L16 (рис. 9) є більш рівномірним з більшою кількістю борозен, що вказує на те, що він є м'якшим і менш зносостійким.

Аналіз мікрморфології зламу. Загалом, температура спікання та вміст рідкої фази мають найбільш значний вплив на властивості матриці. L2, L6, L10 і L14 з однаковим вмістом рідкої фази, але з поступово зростаючою температурою, і L5, L6, L7 і L8 з однаковою температурою, але з поступово зростаючим вмістом рідкої фази було проаналізовано на основі морфології зламу зразків після випробування на міцність на вигин. Згідно з результатами випробувань, наведеними в табл. 4, група зі зміною температури спікання мала відносну густину: L2 – 96,4 %, L6 – 95,1 %, L10 – 95,4 %, L14 – 90,2 %, що відповідає тенденції спочатку зменшення, потім збільшення, потім знову зменшення (див. рис. 3), а розподіл пор також можна побачити з морфології руйнування (рис. 10). За температури спікання 950 °С, коли вміст рідкої фази збіль-

шувався від нуля до 30 %, міцність на вигин і відносна густина спочатку зростали, потім зменшувалися і досягали максимуму за вмісту рідкої фази 10 %.

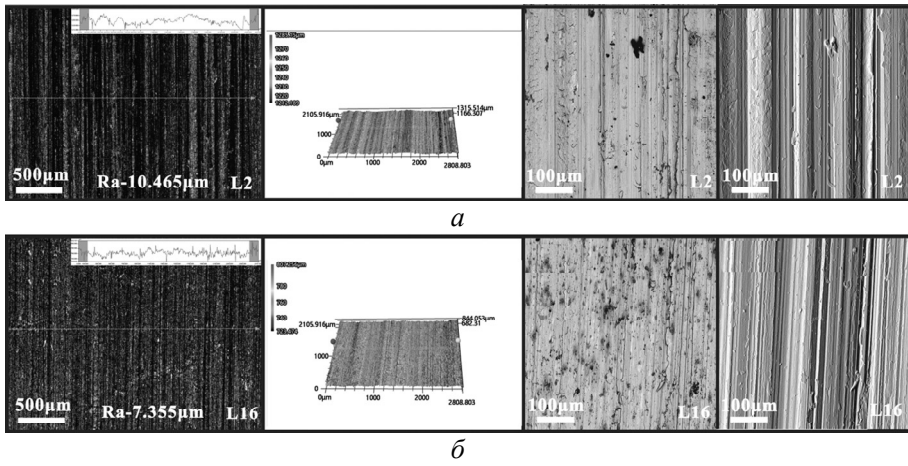


Рис. 9. Мікроскопічне зображення зразків після випробування на зношування: L2 – 900 °C (а); L16 – 1050 °C (б).

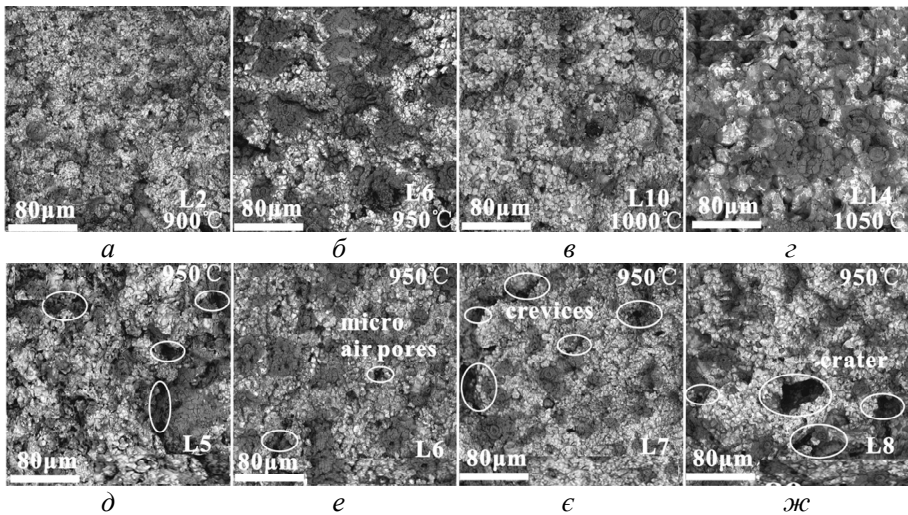


Рис. 10. Морфологія зламу зразків після випробування на міцність під час згинання: L2 – 950 °C, 10 % CuSn10 (а); L6 – 950 °C, 10 % CuSn10 (б); L10 – 1000 °C, 10 % CuSn10 (в); L14 – 1050 °C, 10 % CuSn10 (г); L5 – 950 °C, 0 % CuSn10 (д); L6 – 950 °C, 10 % CuSn10 (е); L7 – 950 °C, 20 % CuSn10 (є); L8 – 950 °C, 30 % CuSn10 (ж).

Можна побачити, що поверхня на рис. 10, е є найщільнішою порівняно з іншими поверхнями зламу. Правильне додавання рідкої фази може підвищити міцність матриці на вигин, але надлишок рідкої фази може спричинити її витікання під час спікання. Поверхня зламу L4 і L8 з вмістом рідкої фази 30 % показана на рис. 11, де всередині зразків виявлено порожнини через надмірне витікання рідкої фази під час спікання.

Для кожної властивості матриці можна отримати набір теоретичних формул екстремальних значень шляхом аналізу діапазону. Досконала формула матриці часто вимагає хорошої міцності на вигин, належної твердості, хорошого утримання алмазу та зносостійкості, яка відповідає формі. На основі

теоретичної формули екстремальних значень та ортогональної формули проектування автори виявили, що комбінація параметрів L10 є оптимальною. Міцність на вигин, відносна густина і твердість відповідають вимогам матриці ІАД і є відносно відмінними. Крім того, швидкість зносу також є задовільною для матриці з високим вмістом заліза.

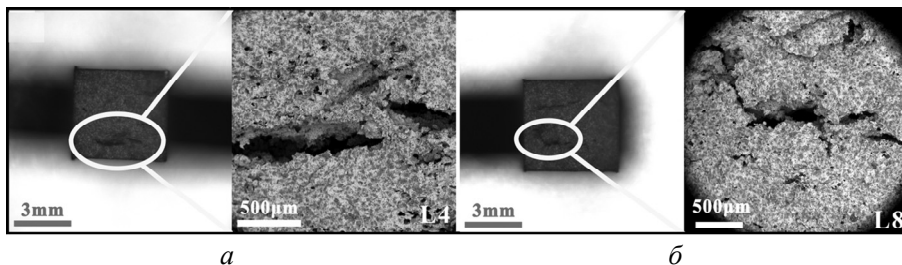


Рис. 11. Морфологія зламу зразка з 30 %-ним вмістом рідкої фази після випробування на міцність під час згинання: L4 – 30 % CuSn10 (а); L8 – 30 % CuSn10 (б).

ВИСНОВКИ

Дослідження впливу параметрів спікання та вмісту рідкої фази на властивості багатих на залізо ІАД матриць за допомогою чотирифакторного чотирівневого ортогонального експерименту та дисперсійного аналізу дозволили зробити наступні висновки.

Температура спікання має значний вплив на міцність на вигин, твердість, відносну густину та швидкість зношування зразків ГМК. Зі збільшенням температури від 900 до 1050 °С межа міцності на вигин, твердість HRB і відносна густина ММК спочатку зменшуються, потім збільшуються, а далі знову зменшуються. Що стосується зносостійкості, то чим вища температура, тим більша швидкість зношування й гірша зносостійкість.

Вміст рідкої фази також має значний вплив на чотири властивості зразків ММК, і демонструє ту саму тенденцію – спочатку збільшення, а потім зменшення зі збільшенням вмісту рідкої фази.

Вплив часу витримки на твердість і зносостійкість зразків ММК є порівняно значним, але тиск спікання мало впливає на чотири властивості зразків ММК, за винятком значного впливу на твердість HRB. Поєднання результатів діапазонного аналізу показує, що вплив часу витримки і тиску спікання на властивості матриці є меншим, ніж вплив температури спікання і вмісту рідкої фази.

Для міцності на згин зразків АМК вплив кожного фактора суттєво змінюється. З підвищенням температури міцність на вигин спочатку зростає, а потім зменшується, тоді як зі збільшенням вмісту рідкої фази міцність на вигин безперервно зменшується. Порівняно з ММК, окрім температури спікання і вмісту рідкої фази, тиск спікання також має значний вплив на міцність на вигин АМК.

ФІНАНСУВАННЯ

Ця робота підтримана Національним природничим науковим фондом Китаю (контракт № 41972327, № 42272365) та відкритим проектом Інженерно-дослідницького центру буріння та розробки гірських порід і ґрунтів та їхнього захисту, Міністерство освіти (202106).

КОНФЛІКТ ІНТЕРЕСІВ

Автори роботи заявляють про відсутність конфлікту інтересів.

Zhiming Wang¹, Xiecai Yan¹, Yakun Tao¹, Wucheng Sun¹,
Xiaohong Fang^{1,2}, Longchen Duan^{1,2}, Songcheng Tan^{1,2}

¹Faculty of Engineering, China University of Geosciences,
Wuhan, P.R. China

²National Center for International Research on Deep Earth Drilling
and Resource Development, Wuhan, P.R. China

Effect of sintering parameters and liquid phase content on the
properties of Fe-rich based impregnated diamond bit matrix

The effects of sintering parameters and liquid phase content on the properties of Fe-rich based pre-alloyed impregnated diamond bit (IDB) matrix were investigated using orthogonal experimental design. Based on the analysis of the results, it was found that sintering temperature and liquid phase content have significant effects on the bending strength, hardness, relative density, and wear rate of the matrix. For metal matrix composite (MMC), as the sintering temperature increased from 900 to 1050 °C, the bending strength, hardness (HRB), and relative density of the MMC decreased first, then increased, and finally decreased again, while the wear rate increased with temperature. With increasing liquid phase content, the four properties of the MMC showed a similar trend of increasing first and then decreasing. Comparatively, the effects of holding time and sintering pressure on the properties of the matrices were smaller than those of sintering temperature and liquid phase content, but they also had significant effects on some properties of the matrices. Holding time had a more significant effect on hardness and wear resistance, while sintering pressure only had a significant effect on hardness. After adding diamonds, the bending strength of diamond matrix composite increased first and then decreased with increasing temperature, while the bending strength continued to decrease with the increase of liquid phase content. This study provides a feasible method for studying the effects of various sintering parameters and liquid phase content on the properties of Fe-rich pre-alloyed IDB matrix, which is helpful for optimizing the preparation process of drill bits.

Keywords: orthogonal test method, Fe-rich pre-alloyed powder, hot-pressed sintering, impregnated diamond bit.

1. Wang Z., Zhang Z., Sun Y., Gao K., Liang Y., Li X. Wear behavior of bionic impregnated diamond bits. *Tribol. Int.* 2016. Vol. 94. P. 217–222.
2. Xie L., Chen L., Huang X. Effect of graphite addition on impregnated diamond bit properties. *J. Superhard Mater.* 2019. Vol. 41, no. 4. P. 237–246.
3. Mostofi M., Richard T., Franca L., Yalamanchi S. Wear response of impregnated diamond bits. *Wear.* 2018. Vol. 410–411. P. 34–42.
4. Wang J., Zhang S. A new diamond bit for extra-hard, compact and nonabrasive rock formation. *J. Cent. South Univ.* 2015. Vol. 22, no. 4. P. 1456–1462.
5. Yang Z., Tan S., Yang K. Fang X. Wear law and design of assembling diamond bit based on finite element analysis. *Coal Geol Explor.* 2023. Vol. 51. P. 164–170.
6. Piri M., Hashemolhosseini H., Mikaeil R., Ataei M., Baghbanan A. Investigation of wear resistance of drill bits with WC, Diamond-DLC, and TiAlSi coatings with respect to mechanical properties of rock. *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 2020. Vol. 87, art. 105113.
7. Zhang Z., Zhang Q., Wang W., Yu N., Ding W., Xu J. Wear evolution of microstructured diamond grains in WC/Co cemented carbide single grain scratching. *Wear.* 2022. Vol. 488–489, art. 204142.
8. Tkalich D., Kane A., Saai A., Yastrebov VA., Hokka M., Kuokkala V. Wear of cemented tungsten carbide percussive drill-bit inserts: Laboratory and field study. *Wear.* 2017. Vol. 386–387. P. 106–117.
9. Sun W., Gao H., Tan S., Wang Z., Duan L. Wear detection of WC–Cu based impregnated diamond bit matrix based on SEM image and deep learning. *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 2021. Vol. 98, art. 105530.
10. Li C., Duan L., Tan S., Zhang W., Pan B. Effect of CaF₂ and hBN on the mechanical and tribological properties of Fe-based impregnated diamond bit matrix. *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 2018 Vol. 75. P. 118–125.
11. Mechnik V.A., Bondarenko M.O., Kolodnitskyi V.M., Zakiev V.I., Zakiev I.M., Kuzin M.O. Influence of diamond–matrix transition zone structure on mechanical properties and wear of

- sintered diamond-containing composites based on Fe–Cu–Ni–Sn matrix with varying CrB₂ content. *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 2021. Vol. 100, art. 105655.
12. Hsieh Y.-Z., Lin S.-T. Diamond tool bits with iron alloys as the binding matrices. *Mater. Chem. Phys.* 2001. Vol. 72, no. 2. P. 121–125.
 13. Xie D., Qin H., Lin F., Pan X., Chen C., Xiao L. Microstructures and properties of Fe–Co–Cu pre-alloyed powder for geological diamond bits. *J. Superhard Mater.* 2019. Vol. 41, no. 5. P. 302–309.
 14. Mechnik V.A., Bondarenko N.A., Dub S.N., Kolodnitskyi V.M., Nesterenko Y.V., Kuzin N.O. A study of microstructure of Fe–Cu–Ni–Sn and Fe–Cu–Ni–Sn–VN metal matrix for diamond containing composites. *Mater. Charact.* 2018. Vol. 146, art. 209–216.
 15. Hu H., Chen W., Deng C., Yang J. Effect of Fe prealloyed powder and the sintering process on the matrix properties of impregnated diamond bits. *J. Mater. Res. Technol.* 2021. Vol. 12. P. 150–158.
 16. Mechnik V.A., Bondarenko N.A., Kolodnitskyi V.M., Zakiev V.I., Zakiev I.M., Ignatovich S.R. 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.
 17. Li M., Fang X., Duan L., Tan S. Effect of iron-base amorphous powder on diamond tool matrix. *Diam. Abras. Eng.* 2022. Vol 42. P. 180–185.
 18. Bai R., Zhang S., Han Y., Zhou H., Su Z., Wang J. Effect of CL192 pre-alloyed powder on matrix properties of impregnated diamond bit. *Diam. Relat. Mater.* 2020. Vol. 107, art. 107878.
 19. Zhao X., Li J., Duan L., Tan S., Fang X. Effect of Fe-based pre-alloyed powder on the microstructure and holding strength of impregnated diamond bit matrix. *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 2019. Vol. 79. P. 115–122.
 20. Tan S., Li C., Fang X., Shi H., Duan L., Li C. Investigation of filling phase percentages on the performance of WC–Cu based hot-pressing diamond bit matrices. *Metals.* 2019. Vol. 9, no. 12, art. 1305.
 21. Hua W., Yi D., Wang W., Lin B., Wang B. Experimental investigation of hardness and impact toughness of in suit Ag-rich binder phase formation with h-BN/CuSn10 metal matrix composite. *J. Alloys Compd.* 2021. Vol. 859, art. 157859.
 22. Kang P., Zhao Q., Guo S., Xue W., Liu H., Chao Z. Optimisation of the spark plasma sintering process for high volume fraction SiCp/Al composites by orthogonal experimental design. *Ceram. Int.* 2021. Vol. 47, no. 3. P. 3816–3825.
 23. Hu H., Chen W., Deng C., Yang J. Effect of matrix composition on the performance of Fe-based diamond bits for reinforced concrete structure drilling. *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 2021. Vol. 95, art. 105419.
 24. Mechnik V.A., Bondarenko N.A., Kuzin N.O., Gevorkian E.S. Influence of the addition of vanadium nitride on the structure and specifications of a diamond–(Fe–Cu–Ni–Sn) composite system. *J. Frict. Wear.* 2018. Vol. 39, no. 2. P. 108–113.
 25. Aleksandrov V.A., Zhukovsky A.N., and Mechnik V.A. Temperature field and wear of inhomogeneous diamond wheel at convective heat exchange. *Trenie Iznos.* 1994. Vol. 15, no. 1. P. 27–35.
 26. Gevorkyan E., Mechnik V., Bondarenko N., Vovk R., Lytovchenko S., Chishkala V., Melnik O. Peculiarities of obtaining diamond–(Fe–Cu–Ni–Sn) hot pressing. *Funct. Mater.* 2017. Vol. 24, no. 1. P. 31–45.
 27. Ratov B.T., Mechnik V.A., Gevorkyan E., Matijosius J., Kolodnitskyi V.M., Chishkala V.A., Kuzin N.O., Siemiatkowski Z., Rucki M. Influence of CrB₂ additive on the morphology, structure, microhardness and fracture resistance of diamond composites based on WC–Co matrix. *Materialia.* 2022. Vol. 25, art. 101546.
 28. Yang Z., Yin Z., Wang D., Wang H., Song H., Zhao Z. Effects of ternary sintering aids and sintering parameters on properties of alumina ceramics based on orthogonal test method. *Mater. Chem. Phys.* 2020. Vol. 241, art. 122453.
 29. Lin B., Yi D., Liu H., Xu J., Wang B. High-temperature pre-sintering: A new strategy to improve the properties of h-BN/CuSn10 matrix composites. *J. Alloys Compd.* 2020. Vol. 814, art. 152325.
 30. Sharma P., Verma A., Sidhu R.K., Pandey O.P. Effect of processing parameters on the magnetic properties of strontium ferrite sintered magnets using Taguchi orthogonal array design. *J. Magn. Magn. Mater.* 2006. Vol. 307, no. 1. P. 157–164.

31. Mazlan M.R., Jamadon N.H., Rajabi A., Sulong A.B. Necking mechanism under various sintering process parameters – A review. *J. Mater. Res. Technol.* 2023. Vol. 23. P. 2189–2201.
32. Wang Z., Fang X., Sun W., Duan L., Tan S. D-optimal mixture design of Fe-based pre-alloyed diamond bit matrix with low liquid phase content. *J. Superhard Mater.* 2021. Vol. 43, no. 4. P. 265–277.
33. Dhemia P., Somani P., Swami B.L., Gaur A. Optimizing the design of sintered fly ash light weight concrete by Taguchi and ANOVA analysis. *Mater. Today Proc.* 2022. Vol. 62. P. 495–503.
34. Balak Z., Zakeri M. Application of Taguchi L32 orthogonal design to optimize flexural strength of ZrB_2 -based composites prepared by spark plasma sintering. *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 2016. Vol. 55. P. 58–67.
35. Sharma P., Verma A., Sidhu R.K., Pandey O.P. Process parameter selection for strontium ferrite sintered magnets using Taguchi L9 orthogonal design. *J. Mater. Process. Technol.* 2005. Vol. 168, no. 1. P. 147–151.
36. Carranza L.E., Béjar L., Aguilar C., Lara G., Figueroa I.A., Carranza J.C. Phase transformations and porosity formation for Cu–Sn alloys over solution heat treated. *Mater. Lett.* 2023. Vol. 330, art. 133362.

Надійшла до редакції 13.11.23

Після доопрацювання 20.11.23

Прийнята до опублікування 24.11.23