УДК 622.23.05 **DOI** dx.doi.org/10.17073/1997-308X-2017-2-31-38

Снижение содержания металлов в алмазном слое поликристаллов PCD методами химического и электрохимического травления

© 2017 г. Н.И. Полушин, М.С. Овчинникова, М.Н. Сорокин

Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», г. Москва

Статья поступила в редакцию 21.04.16 г., доработана 20.06.16 г., подписана в печать 11.09.16 г.

Работа посвящена исследованию алмазных композиционных материалов PDC (polycrystalline diamond compact), которые находят широкое применение в буровой, инструментальной и строительной отраслях промышленности. Они являются сложной композицией из алмазной и металлокерамической фаз. Алмазная фаза состоит из алмазных зерен различного гранулометрического состава и разнообразной формы и образует прочный, твердый каркас. Металлокерамическая фаза играет роль связки. Наличие металлов-катализаторов в алмазном слое двухслойных композиционных материалов PDC снижает их эксплуатационные свойства, поскольку разница в коэффициенте теплового расширения между алмазными зернами и катализатором может приводить к растрескиванию материала в процессе резки, а высокая температура при изготовлении алмазного инструмента и его эксплуатации в зоне резки - к обратному фазовому переходу алмаз-графит. С целью повышения характеристик износостойкости алмазных композитов РСD, полученных с использованием металлов-катализаторов (кобальт и вольфрам), проведен процесс вытравливания металлов с поверхности рабочей зоны инструмента двумя методами травления: электрохимическим и химическим. Электрохимическое травление осуществляли в серной кислоте с различными токовыми режимами и концентрацией, химическое - в смеси соляной и азотной кислот и смеси плавиковой и азотной кислот. С помощью сканирующей электронной микроскопии изучено распределение химического состава по глубине образцов РСD после травления. Установлено, что кинетически более активным является электрохимическое травление, а перспективным для промышленного применения – химическое. Проведенные абразивные испытания образцов РСD до и после травления показали отсутствие заметного влияния как электрохимического, так и химического вариантов травления на их абразивную способность.

Ключевые слова: алмазный композит, алмазно-твердосплавная пластина, АТП, РСD, химическое травление, электрохимическое травление, буровой инструмент, алмазные резцы, алмазные долота PDC.

Полушин Н.И. – канд. техн. наук., зав. науч.-иссл. лабораторией сверхтвердых материалов НИТУ «МИСиС» (119049, г. Москва, Ленинский пр-т, 4). E-mail: polushin@misis.ru.

Овчинникова М.С. – инженер той же лаборатории. E-mail: ovchmaria@mail.ru.

Сорокин М.Н. – ст. науч. сотрудник той же лаборатории. E-mail: sorokin@misis.ru.

Для цитирования: *Полушин Н.И., Овчинникова М.С., Сорокин М.Н.* Снижение содержания металлов в алмазном слое поликристаллов PCD методами химического и электрохимического травления // Изв. вузов. Порошк. металлургия и функц. покрытия. 2017. No. 2. C. 31–38. DOI: dx.doi.org/10.17073/1997-308X-2017-2-31-38.

Polushin N.I., Ovchinnikova M.S., Sorokin M.N.

Reducing metal content in PCD polycrystalline diamond layer by chemical and electrochemical etching

The paper is dedicated to the study of PDC (polycrystalline diamond compact) diamond composites, which are widely used in drilling, tool and construction industries. They constitute a complex composition of diamond and cermet phases. The diamond phase consists of diamond grains of various grain-size compositions and shapes, and forms a strong, solid scaffold. The cermet phase acts as a binder. The presence of catalyst metals in the diamond layer of PDC two-layer composites deteriorates their performance properties, since the difference in the coefficient of thermal expansion between diamond grains and the catalyst can lead to material cracking during cutting, and the high temperature during the manufacture of the diamond tool and its utilization in the cutting area can lead to the reverse diamond-graphite phase transition. The paper describes the process of metal etching from the surface of the tool working area by two etching methods: electrochemical and chemical, for the purpose of improving wear characteristics of PCD diamond composites obtained using catalytic metals (cobalt and tungsten). The electrochemical etching was carried out in sulfuric acid under various current regimes and concentration; chemical etching was carried out in a mixture of hydrochloric and nitric acids and in a mixture of hydrofluoric and nitric acids. Post-etching in depth distribution of chemical composition in PCD samples was studied using the scanning electron microscopy. It was established that electrochemical etching was kinetically more active, and chemical etching was promising for industrial applications. The abrasive tests of PCD samples carried out before and after the etching showed no significant effect of both electrochemical and chemical etchings on their abrasive property.

Keywords: diamond composite, diamond carbide insert, ATP, PCD, chemical etching, electrochemical etching, drilling tools, diamond tools, PDC bits.

Polushin N.I. – Cand. Sci. (Eng.), Head of Scientific-research Laboratory of superhard materials (SRL SHM), NUST «MISIS» (119991, Russia, Moscow, Leninsky pr., 4). E-mail address: polushin@misis.ru.

Ovchinnikova M.S. - Engineer, SRL SHM, NUST «MISIS». E-mail address: ovchmaria@mail.ru.

Sorokin M.N. - Senior researcher, SRL SHM, NUST «MISIS». E-mail: sorokin@misis.ru.

Citation: *Polushin N.I., Ovchinnikova M.S., Sorokin M.N.* Snizhenie soderzhaniya metallov v almaznom sloe polikristallov PCD metodami khimicheskogo i elektrokhimicheskogo travleniya. *Izv. vuzov. Poroshk. metallurgiya i funkts. pokrytiya.* 2017. No. 2. C. 31–38. DOI: dx.doi.org/10.17073/1997-308X-2017-2-31-38.

Введение

Алмазные композиционные материалы (polycrystalline diamond compact — PCD) находят широкое применение в инструментальной, буровой и строительной отраслях промышленности [1, 2]. Как правило, они представляют собой сложную композицию из алмазной и металлокерамической фаз: первая состоит из алмазных зерен различных гранулометрического состава и формы и образует прочный, твердый каркас, вторая — играет роль связки.

Алмазные композиты получают методом синтеза при высоких давлениях и температурах из графита [3, 4], спеканием алмазных порошков с одновременной инфильтрацией металлокерамическими расплавами [5]. В работе [6] установлено, что время выдержки влияет на свойства материала. Различие в коэффициентах термического расширения алмазной и металлокерамической фаз приводит к появлению трещин в РСО при работе инструмента в режиме знакопеременных нагрузок, особенно при условиях эксплуатации, приводящих к значительному нагреву режущей зоны РСО до 500 °C и более [7]. Кроме того, часто при получении PCD используются металлы, являющиеся катализаторами превращения алмаза в графит, например никель, кобальт и железо, присутствие которых в режущих зонах PCD может приводить к разрушению алмазной фазы [8, 9].

Ранее были предприняты попытки по удалению металлокерамической связки из PCD типа алмазных спеченных поликристаллов, но это приводило к значительному снижению их механических свойств [10]. Появление нового поколения PCD, а именно алмазно-твердосплавных пластин (АТП) [11], спекаемых при повышенных давлениях (до 8 ГПа) в течение длительного времени (десятки минут), привело к появлению двухслойных композиционных материалов, состоящих из алмазного слоя и твердосплавной подложки. Этот тип материалов сочетает высокую прочность твердого сплава с высокими твердостью и модулем упругости алмазного слоя.

Алмазный слой также является двухфазным. Он состоит из спеченых алмазных порошков микрометрового размера и сплава сложного состава из кобальта, никеля, вольфрама и углерода. Причем режимы изготовления данных PCD подобраны таким образом, чтобы в процессе спекания алмазного слоя происходили срастание алмазных зерен между собой и образование прочного алмазного каркаса. В таких PCD типа АТП прочность не снижается при удалении межкристаллитной металлокерамической связки.

В ряде публикаций приведены данные, свидетельствующие о существенном повышении эксплуатационных характеристик инструментов, имеющих PCD с вытравленной связкой из режущего слоя, особенно при их применении в долотах, используемых при бурении на нефть и газ в тяжелых условиях или при повышенных скоростях [12—15]. В работах [16, 17] говорится о влиянии микроструктуры на ударную вязкость. Авторы [18] исследовали подавление роста зерен в мелкозернистых поликристаллах PCD. Известна работа [19], в которой связку алмазного слоя удаляли для последующего заполнения образовавшейся пористой системы медными и серебряными сплавами для повышения теплопроводности режущего слоя.

Второй причиной снижения содержания связки в режущей поверхности алмазных композитов является требование достижения высокого качества ее обработки методами шлифования и полирования. Обычно окончательная операция доводки рабочей поверхности РСD проводится на чугунных дисках, шаржированных алмазным микропорошком. Наличие большого количества металлических примесей в РСD приводит к засаливанию режущих частиц и ухудшению процесса полировки алмазной поверхности. Несмотря на кажущуюся простоту процесса химического вытравливания металлокерамической связки с поверхности алмазного слоя на глубину не менее

100 мкм, это задача технологически трудоемка и ее осуществление достаточно сложно из-за трудноудаляемого химическим растворением карбида вольфрама, присутствующего в значительном количестве в металлокерамической связке.

Процесс химического растворения металлов происходит в межкристаллитной зоне алмазного слоя, имеющего микрометровые сечения каналов. Основным требованием при удалении межкристаллитной связки в алмазном слое является защита от проникновения химического реактива по границе между алмазным и твердосплавным слоями, так как это снижает прочность сцепления между ними и ухудшает товарный вид резцов РСD из-за растравливания цилиндрической поверхности твердосплавной подложки. В работах [20, 21], посвященных этому вопросу, не удалось обеспечить наиболее оптимальное сочетание протравленной зоны и качества поверхности.

Целью данной работы являлась разработка технологии снижения содержания металлокерамической связки в алмазном слое PCD с целью повышения характеристик его износостойкости без снижения прочности сцепления алмазного и твердосплавного слоев, полученных с использованием металлов-катализаторов (кобальта и вольфрама).

Методика проведения экспериментов

В ходе исследования применяли два метода удаления связки: электрохимическое и химическое травление. Электрохимическое травление осуществляли в серной кислоте (H₂SO₄) с различными токовыми режимами и концентрацией, химическое — в смеси соляной (HCl) и азотной кислот (HNO₃) (в соотношении 3:1) и смеси плавиковой (HF) и азотной кислот (2:1). Для оценки глубины травления проводили качественный и количественный анализ распределения элементов с помощью сканирующего электронного ми-

кроскопа (СЭМ) S-3400N («Hitachi», Япония). Для этого изготавливали шлифы перпендикулярно алмазному слою исходных образцов PCD до и после их травления. На основании анализа распределения металлов по шлифам делали вывод о глубине травления и определяли оптимальные параметры ведения процесса.

В экспериментах использовали алмазные композиты (PCD) в виде цилиндров диаметром 13,44 мм, высотой 13 мм с алмазным слоем толщиной 1,5 мм марки GES 1313 фирмы «Element Six» (США). Режимы и глубина (h) электрохимического и химического травления образцов PCD представлены в табл. 1.

Результаты и их обсуждение

На рис. 1 представлена фотография металлографического поперечного шлифа PCD контактной области алмазного и твердосплавных слоев исходного образца, на которой видны участки темных и светлых включений. Результаты определения их химического состава приведены в табл. 2. Из этих данных следует, что включения темного

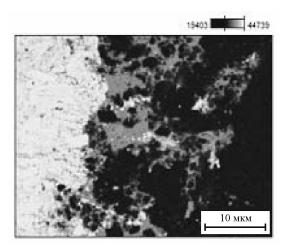


Рис. 1. Фотография металлографического шлифа исходного образца PCD

Таблица 1. Режимы и глубина травления алмазных композитов (РСD)

| Тип травления | № режима | Режим травления | τ, ч | <i>h</i> , мкм |
|-------------------|----------|---|------|----------------|
| | 1 | $ m H_2SO_4$ (25 об.%), ток 0,01 A | 24 | 25 |
| Электрохимическое | 2 | ${ m H}_2{ m SO}_4$ (25 об.%), ток 0,03 A | 24 | 25 |
| | 3 | $ m H_2SO_4$ (50 об.%), ток 0,03 $ m A$ | 24 | 300 |
| Химическое | 4 | HCl: HNO ₃ (3:1) | 24 | 30 |
| | 5 | HF: HNO ₃ (2:1) | 48 | 100 |

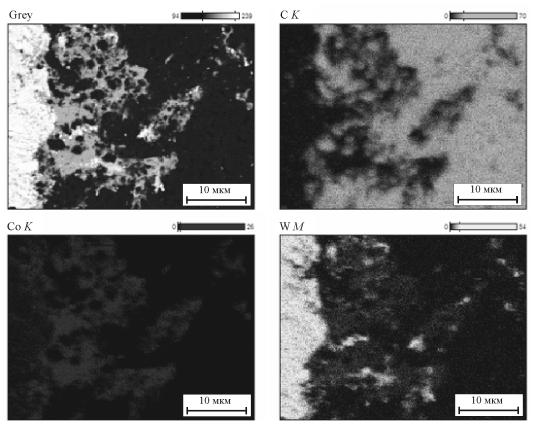


Рис. 2. Карты распределения элементов по шлифу исходного образца РСD

цвета состоят в основном из кобальта, а светлые — из вольфрама с небольшим содержанием кобальта (10%), что соответствует марке твердого сплава ВК10. Область черного цвета соответствует алмазной фазе (см. рис. 1).

На рис. 2 представлены карты распределения элементов (C, Co и W) по шлифу образца PCD до травления. Видно, что наибольшая доля в составе принадлежит углероду, затем следуют кобальт и вольфрам.

Полученные результаты количественного элементного анализа исследуемого алмазного поликристалла по глубине зоны вытравливания кобальта показывают, что приемлемое снижение его содержания в алмазном слое композита после электрохимического вытравливания в серной кислоте по режиму I (см. табл. 1) произошло до глубины 25 мкм.

Таблица 2. Результаты химического анализа включений

| Dyggagagaga | Химический состав, мас.% | | | |
|-------------|--------------------------|------|------|--|
| Включения | С | Со | W | |
| Темные | 12,8 | 79,2 | 7,7 | |
| Светлые | 13,3 | 10,4 | 76,0 | |

Далее были проведены исследования по подбору наиболее оптимальных условий вытравливания. На рис. 4 представлены области алмазного поликристалла PCD с количественным содержанием элементов после травления по режимам 2-4.

В ходе экспериментов установлено следующее. Увеличение тока в режиме 2 при электрохимическом травлении не повлияло на улучшение результатов химической обработки. Ширина протравленной зоны в образце PCD значительно

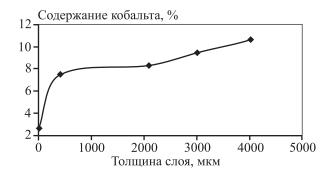


Рис. 3. График распределения кобальта по толщине образца алмазного поликристалла после травления по режиму 1 (см. табл. 1)

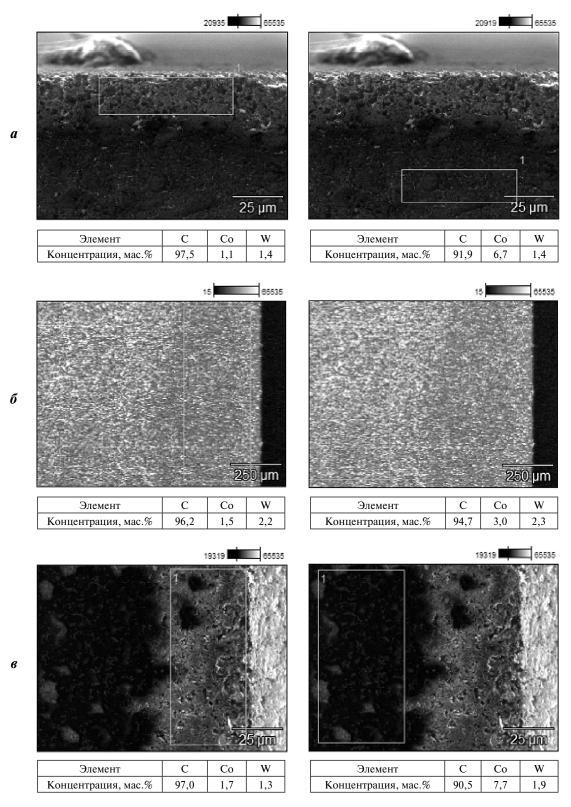


Рис. 4. Области вытравливания кобальта с поверхности образца РСD, обработанного по режимам обработки 2 (a), 3 (δ) и 4 (s)

Слева – протравленные зоны, справа – непротравленные



Рис. 5. Площадка износа образца PCD после абразивных испытаний

увеличилась после применения режима 3: за счет повышения концентрации серной кислоты в 2 раза удалось вытравить кобальт на глубину 300 мкм. При использовании смеси соляной и азотной кислот в химическом травлении по режиму 4 получена глубина вытравливания не более 30 мкм. Режим 5 за счет замены соляной кислоты на более сильную по реакционной способности плавиковую кислоту позволил вытравить кобальт на 100 мкм от поверхности образца PCD.

Таким образом, наилучший эффект вытравливания металла с поверхности алмазного поликристалла резцов достигнут при электрохимическом травлении в серной кислоте с концентрацией 50 об.% при токе 0,03 A, а также при химическом травлении в смеси плавиковой кислоты с азотной (в соотношении 2:1). С технологической точки зрения последний вариант (режим 5) является более перспективным для промышленного применения, поскольку обеспечить равномерное распределение тока травления в электрохимическом процессе с одновременной защитой от травления цилиндрической поверхности РСD является довольно сложной задачей.

Для определения влияния режимов травления и содержания кобальта в алмазном слое на эксплуатационные характеристики PCD были выполнены испытания на абразивную стойкость образцов до и после обработки по наиболее оптимальным режимам 3 и 5. Испытания проводились по методике, описанной в работе [14], и заключались в точении образцом PCD блока абразивных кругов из карбида кремния на токарно-винторезном станке. Об абразивной стойкости судили по отношению потери массы образца PCD во время испытания к объему снятого круга. Было установлено, что зна-

чения этого показателя у всех испытанных композитов отличались не более чем на 10 %, что свидетельствует о незначительном влиянии химической обработки PCD на их абразивную способность. Образец PCD с зоной износа после испытаний представлен на рис. 5.

Заключение

В результате проведенных экспериментов по вытравливанию металлов с поверхности алмазного композита (PCD) выявлено два наиболее эффективных режима обработки:

- электрохимическое травление в серной кислоте (50 об.%) в течение 24 ч позволяет достичь глубины травления 300 мкм;
- химическое травление в смеси плавиковой и азотной кислот (в соотношении 2:1) в течение 48 ч обеспечивает h=100 мкм.

Наиболее интенсивно процесс вытравливания металлов из глубины алмазного слоя протекает по технологии электрохимического травления, но с технической и экономической точек зрения для промышленного применения наиболее перспективен вариант химического травления.

Абразивные испытания образцов PCD до и после обработки показали отсутствие заметного влияния как электрохимического, так и химического способов травления на их абразивную способность.

Работа выполнена в рамках федерального целевого проекта программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014—2020 годы» по теме «Разработка технологии изготовления высокоэффективных долот горизонтального и наклонного бурения для нефтегазовой отрасли» соглашения № 14.581.21.0012 (уникальный идентификатор соглашения RFMEFI58115X0012) при финансовой поддержке прикладных научных исследований Министерством образования и науки Российской Федерации.

Литература

- 1. *Новиков Н.В.* Инструменты из сверхтвердых материалов. М.: Машиностроение, 2005.
- 2. *Tetsuo Nakai, Shuji Yazu*. Diamond sintered body for tools and method of manufacturing same: Pat. 4636253 (USA). 1987.
- 3. *Елютин А.В., Лаптев А.И., Манухин А.В., Санников Д.С., Крюкова Л.М.* Синтез поликристаллических алмазов «карбонадо» из пирографита // Доклады РАН. 2001. Т. 378. No. 6. C. 1—6.

- 4. Yihui Zhao, Wen Yue, Fang Lin, Chengbiao Wang, Zongyi Wu. Friction and wear behaviors of polycrystalline diamond under vacuum conditions // Int. J. Refract. Met. Hard Mater. 2015. Vol. 50. P. 43—52.
- 5. *Horton D.M., Peterson G.R.* Infiltrated thermally stable polycrystalline diamond: Pat. 4664705 (USA). 1987.
- Chun Liu, Fubao Zhou. Effect of soaking time on the friction properties of polycrystalline diamonds // Int. J. Refract. Met. Hard Mater. 2015. Vol. 48. P. 82—88.
- Westraadt J.E., Sigalas I., Neethling J.H. Characterisation of thermally degraded polycrystalline diamond // Int. J. Refract. Met. Hard Mater. 2015. Vol. 48. P. 286—292.
- 8. Sithebe H.S., Ndlovu A. Method of processing polycrystalline diamond material: Pat. 20140352228 (USA). 2014
- Ladi R.L, Wells C.E., Kataria B.K., Almond S.W. Protective system and chemical agents for leaching polycrystalline diamond elements: Pat. 20120152064 (USA). 2012.
- Nojkina A.V., Laptev A.I., Ermolaev A.A. Influence of synthesis and composition conditions on strength characteristics of synthetic carbonado-type diamonds // High Pressure Res. 2002. Vol.22. P. 545—549.
- 11. Muchnikov A.B., Vikharev A.L., Radishev D.B., Isaev V.A., Ivanov O.A., Gorbachev A.M. A wafer of combined single-crystalline and polycrystalline CVD diamond // Mater. Lett. 2015. Vol. 139. P. 1—3.
- 12. Yahiaoui M., Gerbaud L., Paris Y., Denape J., Dourfaye A. A study on PDC drill bits quality // Wear. 2013. Vol. 298—299. P. 32—41.
- Qian J., McMurray C.E., Mukhopadhyay D.K., Wiggins J.K., Vail M.A., Bertagnolli K.E. Polycrystalline diamond cutters sintered with magnesium carbonate in cubic anvil press // Int. J. Refract. Met. Hard Mater. 2012. Vol. 31. P. 71—75.
- 14. Алмазные резцы для нефтяной и газовой промышленности компании Element Six. URL: http://www.intech-diamond.com/almaznye-reztsy-dlya-neftyanoj-i-gazovoj-promyshlennosti-kompanii-element-six.html (дата обращения 15.04.2016).
- 15. Резцы и заготовки из поликристаллических алмазов (PDC, PCD, TSP) LANDS Superabrasives. URL: http://nbt08.ru/common/upload/%D0%9D%D0%91%D0%A2%20%D1%80%D0%B5%D0%B7%D1%86%D1%88.pdf (дата обращения: 15.04.2016).
- Namaraa D., Alveena P., Carolana D., Murphya N., Ivankovića A. Fracture toughness evaluation of polycrystalline diamond as a function of microstructure // Eng. Fract. Mech. 2015.Vol. 143. P. 1—16.
- 17. Kanyantaa V., Dormerb A., Murphyb N., Invankovića A. Impact fatigue fracture of polycrystalline diamond

- compact (PDC) cutters and the effect of microstructure // Int. J. Refract. Met. Hard Mater. 2014. Vol. 46. P. 145—151.
- 18. *Kie A., Herrmann M., Sigalas I., Sempf K., Nilen R.* Suppression of abnormal grain growth in fine grained polycrystalline diamond materials (PCD) // Int. J. Refract. Met. Hard Mater. 2013. Vol. 41. P. 66-72.
- Durfae A., King Viliam V., Ris Maikl P. Filled polycrystalline diamond tool with high thermal conductivity: Pat. 2011118924/03 (USA). 2010.
- 20. *Belnap J.D., Middlemiss S.N.* Cutting elements formed from ultra hard materials having an enhanced construction: Pat. 7757791 (USA). 2010.
- 21. Лаптев А.И. Методы испытаний и механические свойства синтетических поликристаллических алмазов «карбонадо» // Материаловедение. 2001. No. 8. C. 18—21.

References

- Novikov N.V. Instrumenty iz sverkhtverdykh materialov [Instruments made of superhard materials]. Moscow: Mashinostroenie, 2007.
- Tetsuo Nakai, Shuji Yazu. Diamond sintered body for tools and method of manufacturing same: Pat. 4636253 (USA). 1987
- Elutin A.V., Laptev A.I.., Manuhin A.V., Sannikov D.S., Krukova L.M. Sintez polikristallicheskikh almazov «karbonado» iz pirografita [Synthesis of polycrystalline diamond «Carbonado» from pyrographite]. Doklady RAN. 2001. Vol. 378. No. 6. P. 1—6.
- Yihui Zhao, Wen Yue, Fang Lin, Chengbiao Wang, Zongyi Wu. Friction and wear behaviors of polycrystalline diamond under vacuum conditions. Int. J. Refract. Met. Hard Mater. 2015. Vol. 50. P. 43—52.
- 5. *Horton D.M., Peterson G.R.* Infiltrated thermally stable polycrystalline diamond: Pat. 4664705 (USA). 1987.
- 6. *Chun Liu, Fubao Zhou*. Effect of soaking time on the friction properties of polycrystalline diamonds. *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 2015. Vol. 48. P. 82—88.
- 7. Westraadt J.E., Sigalas I., Neethling J.H. Characterisation of thermally degraded polycrystalline diamond. Int. J. Refract. Met. Hard Mater. 2015. Vol. 48. P. 286—292.
- Sithebe H.S., Ndlovu A. Method of processing polycrystalline diamond material: Pat. 20140352228 (USA). 2014
- 9. *Ladi R.L, Wells C.E., Kataria B.K., Almond S.W.* Protective system and chemical agents for leaching polycrystalline diamond elements: Pat. 20120152064 (USA). 2012.
- 10. Nojkina A.V., Laptev A.I., Ermolaev A.A. Influence of synthesis and composition conditions on strength

- characteristics of synthetic carbonado-type diamonds. *High Pressure Res.* 2002. Vol.22. P. 545—549.
- 11. Muchnikov A.B., Vikharev A.L., Radishev D.B., Isaev V.A., Ivanov O.A., Gorbachev A.M. A wafer of combined single-crystalline and polycrystalline CVD diamond. Mater. Lett. 2015. Vol. 139. P. 1—3.
- Yahiaoui M., Gerbaud L., Paris Y., Denape J., Dourfaye A. A study on PDC drill bits quality. Wear. 2013. Vol. 298—299. P. 32—41.
- Qian J., McMurray C.E., Mukhopadhyay D.K., Wiggins J.K., Vail M.A., Bertagnolli K.E. Polycrystalline diamond cutters sintered with magnesium carbonate in cubic anvil press. Int. J. Refract. Met. Hard Mater. 2012. Vol. 31. P. 71—75.
- 14. Diamond tools for the oil and gas industry companies Element Six. URL: http://www.intech-diamond.com/almaznye-reztsy-dlya-neftyanoj-i-gazovoj-promyshlennosti-kompanii-element-six.html (In Russ., accessed 15.04.2016).
- Cutters and performs from polycrystalline diamond (PDC, PCD, TSP) LANDS Superabrasives. URL: http://nbt08.ru/common/upload/%D0%9D%D0%91%D0%A2%20%D1%80%D0%B5%D0%B7%D1%86%D1%8B.pdf (In Russ., accessed 15.04.2016).

- Namaraa D., Alveena P., Carolana D., Murphya N., Ivankovića A. Fracture toughness evaluation of polycrystalline diamond as a function of microstructure. Eng. Fract. Mech. 2015.Vol. 143. P. 1—16.
- Kanyantaa V., Dormerb A., Murphyb N., Invankovića A.
 Impact fatigue fracture of polycrystalline diamond compact (PDC) cutters and the effect of microstructure. Int. J. Refract. Met. Hard Mater. 2014. Vol. 46. P. 145—151.
- 18. *Kie A., Herrmann M., Sigalas I., Sempf K., Nilen R.* Suppression of abnormal grain growth in fine grained polycrystalline diamond materials (PCD). *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 2013. Vol. 41. P. 66—72.
- 19. *Durfae A., King Viliam V., Ris Maikl P.* Filled polycrystalline diamond tool with high thermal conductivity: Pat. 2011118924/03 (USA). 2010.
- 20. *Belnap J.D., Middlemiss S.N.* Cutting elements formed from ultra hard materials having an enhanced construction: Pat. 7757791 (USA). 2010.
- Laptev A.I. Metody ispytanii i mekhanicheskie svoistva sinteticheskikh polikristallicheskikh almazov «Carbonado» [Test methods and mechanical properties of synthetic polycrystalline diamond «Carbonado»]. Matirialovedenie, 2001. No. 8. P. 18—21.