

УДК 622.24.057

Н. Т. Лоладзе, канд.тех.наук; **М. П. Церодзе**, канд.хим.наук;
Ю. Г. Дзидзишвили, **С. И. Заславский**

Грузинский Технический Университет, Тбилиси

О ВОЗМОЖНОСТЯХ ПОВЫШЕНИЯ ТЕХНОЛОГИЧНОСТИ ПРОЦЕССА ГОРЯЧЕГО ПРЕССОВАНИЯ ПРИ СПЕКАНИИ СВЕРХТВЕРДЫХ МАТЕРИАЛОВ

Освещены технологические аспекты получения алмазкомпозиционных материалов на базе металлических и твердосплавных связей методом горячего прессования. Рассмотрены технические решения, позволяющие повысить технологичность спекания АКМ с заданными геометрическими размерами.

Ключевые слова: *сверхтвердые материалы, горячее прессование.*

Создание и внедрение новых материалов и композиций предусматривает необходимость разработки новых эффективных технологий их получения.

Одним из наиболее используемых классов композитов являются металлокерамические и алмазкомпозиционные материалы (АКМ). Качество и эксплуатационные свойства АКМ зависят как от состава композиции алмаз + металл, так и технологии его получения. К связкам предъявляются определенные технические и эксплуатационные требования. Один из важнейших критериев при подборе состава связки состоит в том, что температура его спекания или горячего прессования с учетом термостойкости алмазов должна быть не более 850–900 °С. Физико-механические свойства связки, как и алмазов, определяют работоспособность АКМ и алмазного инструмента в целом. Получить АКМ желательного состава с заданными физико-механическими и физико-химическими свойствами в условиях ограничения по температуре спекания можно лишь после определенных новаций в технологии их создания.

Технологии получения композиционных алмазосодержащих материалов различаются прежде всего продолжительностью и температурой процесса спекания, а также прилагаемым при этом давлением. В целях снижения негативного влияния термического фактора на прочность алмазов прилагают усилия в таких направлениях, как снижение температуры спекания, сокращение продолжительности процесса спекания, обеспечение условий максимальной гидростатичности в рабочем объеме пресс-формы при повышенном давлении спекания.

Выбор технологии получения АКМ, предназначенных для работы в особо тяжелых условиях эксплуатации, определяется возможностями существующих технологий сохранять исходные прочностные свойства алмазов и обеспечивать надежное закрепление алмаза в связке. При обеспечении необходимых для этого условий спекания возможно создание композиционного материала со значительно более высокими теплопроводностью, прочностью, износостойкостью и другими эксплуатационными характеристиками.

Среди многообразия технологических способов спекания АКМ рассматриваемого класса наиболее популярны способы спекания в вакууме, инертной или восстановительной атмосфере электроразрядного спекания и горячего прессования. Однако ни один из способов не обеспечивает как полной сохранности прочностных свойств алмазов, так и формирования металлической матрицы с заданными предельными свойствами.

Результаты анализа условий спекания АКМ показывают, что со снижением температуры и сокращением продолжительности спекания уменьшается степень повреждения алмазов, а с повышением давления интенсифицируется процесс спекания, сокращая его продолжительность. Существенно сократить продолжительность спекания можно методом электро- и импульсного спекания [1, 2], при котором спекание производится

в аппарате высокого давления ($p=1-2$ ГПа) за время разряда батареи конденсаторов. При этом прочность алмазов не снижалась. К недостаткам метода относятся техническая сложность и дороговизна оборудования. Кроме того, вследствие непродолжительности спекания не обеспечиваются качественное спекание связки и требуемые ее физико-механические характеристики. Получение конечно структурированного изотропного во всем объеме материала, несомненно, требует при оптимальной температуре спекания определенного временного интервала. Продолжительность выдержки зависит от применяемого состава металлической или металлокерамической связки АКМ и в основном определяется $T_{\text{спек}}$, приложенным давлением и как следствие скоростью уплотнения, пластического течения и диффузионных процессов. Поскольку эти процессы при конкретных $p-T$ условиях характеризуются определенными кинетическими параметрами, то значение $\tau_{\text{онт}}$ также принимает определенное конечное значение. Экспериментальные данные и производственная практика получения АКМ на металлической и металлокерамических связках показывают, что продолжительность спекания при температуре $T_{\text{спек}}$ в условиях вакуума или защитной атмосферы составляет 5–15 мин., а с приложением давления может сократиться до 0,5–2,0 мин в зависимости от значения p , но не более. Получение АКМ [3], при высоком давлении ($p > 10$ кбар) с использованием спецоснастки высокого давления в условиях термодинамической стабильности алмаза позволяет существенно расширить температурный интервал процесса спекания и соответственно состав металлической или металлокерамической связки композита. Однако такой технологии присущи следующие существенные недостатки и ограничения:

1. Сложность и дороговизна технологического оснащения.
2. Ограничение размеров спекаемого изделия (в зависимости от $V_{\text{раб}}$ КВД) и существенные сложности в получении заготовок не цилиндрических, а другой сравнительно сложной геометрии и конфигурации.

Метод горячего прессования позволяет избежать указанных сложностей, однако вступают в силу другие технические ограничения и трудности.

Основные из них:

1. Предел достигаемого давления нагружения при высокой температуре исходя из прочностных характеристик материала оснастки не должен превышать в условиях высоких температур соответственно для графитовых пресс-форм 400 кг/см^2 , для стальных (жаропрочная сталь) – $1500-2000 \text{ кг/см}^2$. Ограничение температурного интервала $850-1100 \text{ }^\circ\text{C}$ в таком случае связано с термостойкостью алмаза, а также используемых в качестве пресс-форм жаропрочных сталей.

2. Низкая стойкость как графитовых, так и стальных пресс-форм. Интенсивный износ и выход из строя оснастки обусловлен трением высокоабразивных компонентов шихты АКМ (алмаза, карбидов, нитридов, боридов и других тугоплавких соединений) о стенки пресс-форм в процессах прессования и уплотнения. Вводить в исходную порошковую шихту АКМ пластификаторы в целях улучшения прессуемости (особенно для твердосплавных связок) и снижать коэффициент трения прессовки об стенки пресс-формы нежелательно. Причина этого состоит в том, что выход и улетучивание органического пластификатора из объема спекания при температурах $400-650 \text{ }^\circ\text{C}$ сопровождаются его деструкцией и выделением свободного углерода. Науглероживание металлической составляющей АКМ негативно влияет на алмазудерживающую способность связки. Износ оснастки пресс-форм обусловлен также процессами диффузии и адгезии между материалом пресс-формы (графитом, сталью) и компонентами – металлами и сплавами, входящими в состав АКМ. Особенно интенсивно эти процессы протекают в присутствии даже незначительного количества жидкой фазы.

3. Возникает проблема при получении изделий большой высоты. Сравнительно низкое реализуемое давление ($0,04-0,15$ ГПа), применяемые схемы сжатия и кратковременность процесса ($30-120$ с) обуславливают появление существенных градиентов

по давлению и температуре в объеме спекаемого материала и как следствие анизотропию свойств во всем объеме АКМ.

В настоящей работе приведены некоторые технические наработки по устранению изложенных сложностей и тем самым способствующие повышению технологичности процесса горячего прессования для получения АКМ на основе металлических и металлокерамических связок. Также приведены результаты по спеканию композиции TiC–Cu–Ti–Ni. Содержание TiC составляет не менее 50 % (по массе), Ti 22 % (по массе); $T_{\text{спек.}} - 890\text{ }^{\circ}\text{C}$ (жидкая фаза при $880\text{ }^{\circ}\text{C}$). Данный состав апробирован и хорошо зарекомендовал себя в качестве связки АКМ на операциях сверления и грубого шлифования гранитов.

В последнее время для увеличения срока эксплуатации (стойкости) алмазного инструмента наряду с применением новых эффективных составов связок создают функциональные режущие элементы с увеличенным алмазосодержащим слоем. При постоянной оптимальной концентрации алмазов увеличение алмазосодержащего слоя для некоторых видов инструмента (алмазные сегменты отрезных пил, цельноспеченные алмазные коронки трубчатых сверл) требует спекания изделий со значительно увеличенным значением высоты h . В условиях ограничения по времени ($\tau \approx 10\text{--}100\text{ с}$) при горячем прессовании, особенно в присутствии трудно прессуемого металлокерамического составляющего (без пластификатора), создать в спекаемом объеме безградиентное поле по температуре и давлению с использованием классической технологической схемы нагружения (рис. 1) практически не удается.

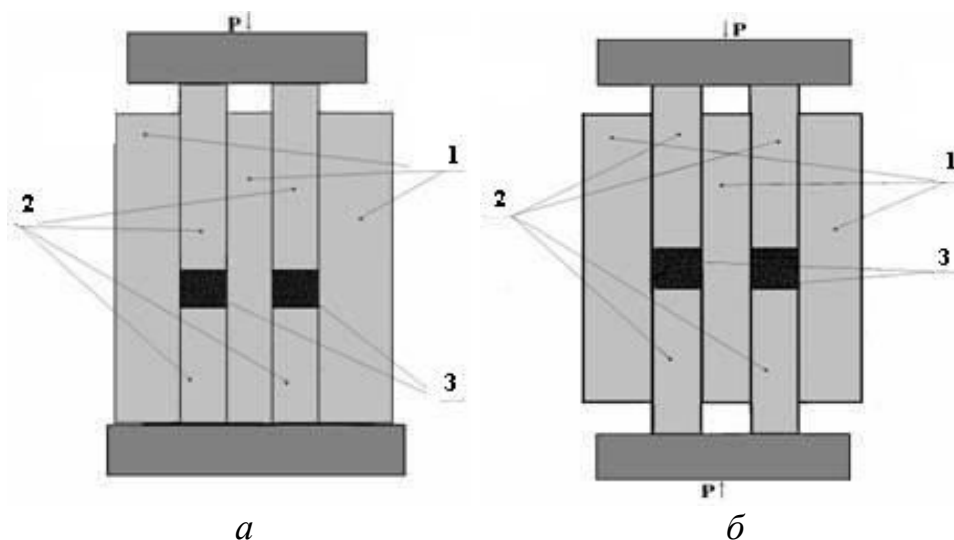


Рис.1. Принципиальная схема горячего прессования сегментов АКМ в условиях одностороннего (а) и двухстороннего (б) прессования: 1 – матрица; 2 – пуансоны; 3 – спекаемый образец

В результате спеченные изделия характеризуются неоднородностью физико-механических свойств по высоте (на рис. 2, кривая 1). Применение двухстороннего прессования (рис. 1, б) для рассматриваемой композиции способствует получению материала с однородной структурой во всем объеме и соответственно анизотропией свойств по высоте (на рис. 2, кривая 2).

Полученные данные свидетельствуют о том, что в условиях кратковременного цикла спекания (30–90 с) с применением двухсторонней схемы нагружения существенно уменьшаются градиенты по давлению и температуре и получаются качественные изделия заданной геометрии.

Как отмечалось, технологичность и себестоимость процесса горячего прессования в основном определяется стойкостью дорогостоящих оснастки (пресс-формы из специальных графитов и сталей) и энергоемкостью процесса. Увеличение срока службы пресс-форм и снижение энергозатрат на единицу изделия способствует повышению рентабельности

технологического процесса. К основным причинам выхода пресс-форм из строя относятся абразивный износ соприкасаемых поверхностей деталей пресс-форм со спекаемым АКМ, а

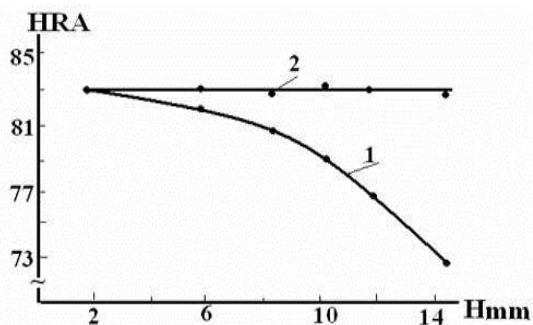


Рис. 2. Изменение твердости по высоте спеченных сегментов композиции TiC–Cu–Ti–Ni ($p = 4 \cdot 10^{-2}$ ГПа, $T = 8900$ °C, продолжительность спекания 50 с) при одностороннем (1) и двухстороннем прессовании (2)

их стойкость в условиях спекания АКМ составляет 5–6 циклов нагружения, при этом срок службы пресс-форм горячего прессования увеличивается не менее чем на 50–60%.

Известно, что КПД используемой энергии для равномерного и быстрого разогревания рабочего объема спекания зависит от ряда характеристик и величин. Если разогревают изделие прямым пропусканием электрического тока через спекаемый образец и оснастку горячего спекания, энергозатраты процесса зависят от электро- и теплофизических свойств

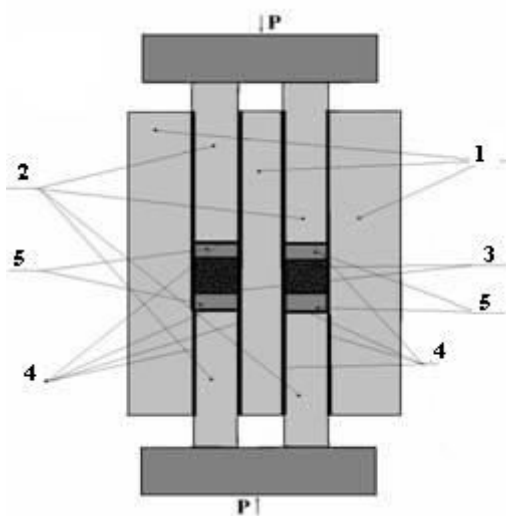


Рис. 3. Разработанная схема сборки рабочего объема пресс-форм горячего прессования для получения высокотвердых композиционных материалов: 1 – матрица; 2 – пуансоны; 3 – спекаемый образец; 4 – защитный слой покрытия из углеродного материала; 5 – элементы теплоизоляции и электросопротивления

(рис. 3). Данная методика позаимствована из области техники высоких давлений и отличается высокой эффективностью [4].

также так называемый адгезионный износ вследствие налипания адгезионно активных компонентов шихты относительно материала оснастки (графита, стали), особенно при наличии жидкой фазы, в данном случае жидкой фазы адгезионно активного сплава Cu–Ti.

Увеличить ресурс работоспособности пресс-форм удалось нанесением покрытия на рабочие поверхности пресс-форм из специального углеродного материала. Оптимальная толщина покрытия составила 0,2–0,27 мм. Метод нанесения покрытий несложный, дешевый и высокопроизводительный. Как показала статистика экспериментальных данных, нанесенные защитные покрытия не разовые и

нанесенные защитные покрытия не разовые и их стойкость в условиях спекания АКМ составляет 5–6 циклов нагружения, при этом срок службы пресс-форм горячего прессования увеличивается не менее чем на 50–60%. Известно, что КПД используемой энергии для равномерного и быстрого разогревания рабочего объема спекания зависит от ряда характеристик и величин. Если разогревают изделие прямым пропусканием электрического тока через спекаемый образец и оснастку горячего спекания, энергозатраты процесса зависят от электро- и теплофизических свойств материалов участвующих в электроцепи нагревания, применяемой электрической схемы, а также интенсивности теплоотвода от рабочей зоны нагревания. Несомненно, наиболее высокая скорость и равномерность разогревания спекаемой массы достигаются в условиях, когда тепловая энергия поступает со всех сторон с одинаковой интенсивностью, а также контролируемое количество теплоты выделяется непосредственно в образце. Этот вариант реализуется тогда, когда вследствие пропускания тока выделяется Джоулевская теплота в верхнем и нижнем пуансонах, боковых и торцевых деталях пресс-формы, а также непосредственно в образце, т. е. когда реализуется совмещенная параллельно-последовательная электрическая схема включения.

Такую схему реализовали с использованием так называемых тепло- и электроизоляционных заглушек, которые помещали между пуансонами и образцом

Разработанный материал для теплоизоляции представляет собой спеченную графитокерамическую композицию. Электропроводность так называемых нагревательных элементов регулируется содержанием графитной составляющей (20–30 %). Подобрав $R_{\text{опт}}$ для этих элементов, удалось реализовать заданную электрическую схему включения и добиться выделения теплоты со всех сторон и непосредственно в образце, тем самым повысив эффективность достижения заданной температуры (рис. 4).

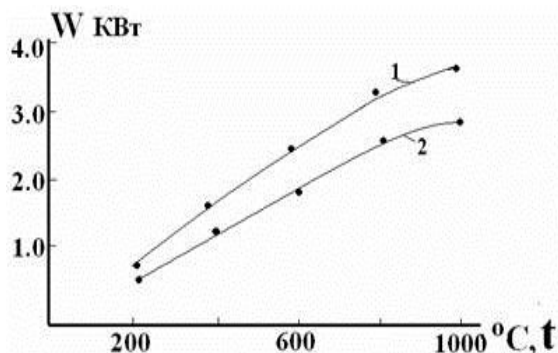


Рис. 4. Изменение потребляемой электрической мощности для разогрева рабочего объема спекания в зависимости от заданной температуры при различных схемах сборки пресс-форм горячего прессования: 1 – схема согласно рис. 1; 2 – схема согласно рис. 3

Полученные данные указывают, что с применением описанных наработок можно снизить электрозатраты горячего прессования на 20–30 %. Предложенные схемы нагружения (см. рис. 1, б) и снаряжения ячейки разогрева (см. рис. 3) применили также для спекания других высокотвердых материалов при повышенной температуре. В частности, методом горячего прессования получили твердосплавные образцы составов WC–Co и TiC–Fe–Ni–Cu при температуре соответственно 1430 и 1370 °C. Спеченные

твердосплавные образцы характеризовались анизотропией структуры по объему и повышенной твердостью на 1–2 единицы по шкале HRA по сравнению с аналогичными материалами, спеченными традиционной технологией (в условиях вакуума или среде водорода).

Полученные предварительные результаты дают повод надеяться на расширение гаммы материалов для их рентабельного получения методом горячего прессования.

Висвітлено технологічні аспекти одержання алмазкомпозиційних матеріалів на базі металевих і твердосплавних зв'язок методом гарячого пресування. Розглянуто технічні рішення, що дозволяють підвищити технологічність спікання АКМ із заданими геометричними розмірами.

Ключові слова: надтверді матеріали, гаряче пресування.

Here are presented some technological aspects of production diamond composite materials on the basis of metal and hard alloy bonds by method of hot isostatic pressing. Some technical solutions are given which enable to increase the sintering process technological effectiveness of diamond composite materials with specified geometrical dimensions.

Key words: super hard materials, hot isostatic pressing.

Литература

1. Особенности импульсного спекания алмазосодержащих композиционных материалов / В. Д. Андреев, И. В. Манжелев, В. П. Переяслов // Тр. НИИ «Горячее прессование в порошковой металлургии». – Новочеркасск, 1982. – с. 54–55.
2. Барабаш О. М., Коваль Ю. Н. Структура и свойства металлов и сплавов. – К: Наук. думка, 1986 – 598 с.
3. Бугаков В. И., Поздняков А. А. Алмазный инструмент для обработки бетона и других строительных материалов, изготовленный методом горячего прессования при давлении 1–1,5 ГПа. // Породоразрушающий металлообрабатывающий инструмент – техника, технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2011. – Вып. 14 – С. 541–546.
4. Лоладзе Н. Т., Церодзе М. П., Дзидзишвили Ю. Г. Физико-химические основы получения и применение алмазкомпозиционных материалов для обработки неметаллов. – Тбилиси: Технический Университет, 2009. – 226 с.

Поступила 06.06.12