



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 101722

(13) C2

(51) МПК

B22F 3/14 (2006.01)

C22C 1/04 (2006.01)

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

(21)	Номер заявки:	а 2011 09746	(74)	Представник:	Туркевич Володимир Зіновійович
(22)	Дата подання заявки:	05.08.2011	(56)	Перелік документів, взятих до уваги експертизою:	Kolaska H., Dreyer K., Schaaf G. Use of the combined sintering HIP process in the production of hard metals and ceramic // Powder metallurgy international. - 1989. - V.21. - №1. - P. 22-28
(24)	Дата, з якої є чинними права на винахід:	25.04.2013			UA 90830 C2, 25.05.2010
(41)	Публікація відомостей про заявку:	10.05.2012, Бюл.№ 9			UA 85351 C2, 12.01.2009
(46)	Публікація відомостей про видачу патенту:	25.04.2013, Бюл.№ 8			UA 90612 C2, 10.05.2010
(72)	Винахідник(и):	Прокопів Микола Михайлович (UA), Харченко Олег Валентинович (UA), Прокопів Назар Миколайович (UA), Сердюк Юрій Дмитрович (UA)			JP 55041949 A, 25.03.1980
(73)	Власник(и):	ІНСТИТУТ НАДТВЕРДИХ МАТЕРІАЛІВ ІМ. В.М. БАКУЛЯ НАЦІОНАЛЬНОЇ АКАДЕМІЇ НАУК УКРАЇНИ, вул. Автозаводська, буд. 2, м. Київ, 04074, Україна (UA), Прокопів Микола Михайлович, вул. Шамрила, 8, кв. 13/3, м. Київ, 04112, Україна (UA), Харченко Олег Валентинович, вул. Лисківська, 30, кв. 164, м. Київ, 02097, Україна (UA), Прокопів Назар Миколайович, вул. Шамрила, 8, кв. 13/3, м. Київ, 04112, Україна (UA), Сердюк Юрій Дмитрович, вул. Азовстальська, 97, кв. 23, м. Маріуполь, 87529, Україна (UA)			JP 63083236 A, 13.04.1988
					DD 300000 A7, 21.05.1992
					Бондаренко В. П., Прокопів Н. М., Павлоцька Е. Г. Компрессионное спекание твердых сплавов при давлении азота до 1,2 МПа // Инструмент. світ. - 2000. - № 8. - С. 15-16
					Бондаренко В. П., Прокопів Н. М., Харченко О. В. Термокомпрессионная обработка твердых сплавов // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент - техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. - К.: Изд-во ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины. - 2004. - Вып. 7. - С. 252-256

(54) СПОСІБ ВИГОТОВЛЕННЯ ВИСОКОЩІЛЬНИХ ДРІБНОЗЕРНИСТИХ ТВЕРДИХ СПЛАВІВ

(57) Реферат:

Винахід належить до галузі порошкової металургії. Спосіб виготовлення високощільних дрібнозернистих твердих сплавів включає формування заготовки з твердосплавного порошку, спікання у вакуумі, компресійне спікання під тиском газу, що не перевершує 10 МПа, при температурі рідкофазового спікання, при якому тиск газу піднімають зі швидкістю 1-1,5 МПа/хв, наступне охолодження у вакуумі. Винахід забезпечує отримання високощільних дрібнозернистих твердих сплавів з підвищеними характеристиками тріщиностійкості, меншими в порівнянні з найближчим аналогом значеннями залишкової мікропористості та зернистості.

UA 101722 C2

Винахід належить до галузі порошкової металургії, а саме до виготовлення дрібнозернистих твердих сплавів інструментального призначення.

Відомий спосіб отримання твердих сплавів (див. Ахметсагіров С.М. и др. Влияние химической неоднородности и химического состава на циклическую ударную прочность твердосплавных зубков буровых долот на основе карбида вольфрама / Ахметсагіров С.М. та інші // Вестник Самарского государственного технического университета.-2008 - № 2), згідно з яким спікання спресованої заготовки у вакуумно-компресійній камерній печі здійснюють в чотири етапи: перший - видалення пластифікатора із твердосплавних виробів, другий - вакуумне спікання при зниженому тиску газу аргону при температурі спікання, третій - подають газ (аргон) до тиску 5 МПа, що приводить до максимального ущільнення твердого сплаву і відповідно зменшення його залишкової пористості, четвертий етап - здійснюють охолодження до кімнатної температури під робочим тиском газу.

Позитивне значення цього способу є відсутність крупних зерен WC та їх скупчень, зменшення залишкової мікропористості в структурі сплаву при меншій за стандартну температурі спікання. Ефективність цього способу показана на крупнозернистих висококобальтових твердих сплавах ($< 10\%$ Co), де основною метою є зменшення температури спікання для отримання високощільних твердих сплавів, при якій не відбувається загальний та особливо локальний ріст крупних зерен WC за рахунок збільшення часу спікання.

В той же час, після компресійного спікання по наведеним вище параметрам відбувається зменшення коерцитивної сили та збільшення вмісту загального вуглецю. Зменшення коерцитивної сили, як відомо, прямо залежить від збільшення середніх розмірів карбідного зерна та кобальтових прошарків, що в свою чергу залежить від часу перебування твердого сплаву в інтервалі температур рідкої фази.

Недоліком цього способу є також те, що в ньому не фіксується швидкість подачі газу в робочу зону печі та швидкість охолодження під тиском аргону. У разі малої швидкості напуску аргону до необхідної величини тиску, через велику різницю його на поверхні та в об'ємі (вакуум) заготовки відбувається проникнення його в об'єм сплаву в результаті дифузії високоактивних атомів газу (аргону) в рідкому кобальті по границях зерен та по дефектах решітки карбідних зерен. Тому при досягненні робочого тиску (5 МПа) газу (аргону) в печі, він під таким же тиском буде знаходитись і в об'ємі заготовки, який буде протидіяти зовнішньому тиску газу, що приведе до зменшення його впливу на ущільнення твердого сплаву в цілому. Крім того, при малій швидкості 0,1-0,5 МПа/хв підняття тиску до 5 МПа тривалість перебування заготовки при температурі рідкофазового спікання буде становити 10-50 хв., в залежності від температури спікання, що приведе також до збільшення розміру карбідних зерен, особливо при спіканні дрібнозернистих та ультразернистих сплавів і, як наслідок, зменшення твердості і міцності сплаву. Крім того, наявність газу в об'ємі виробу негативно впливає на його експлуатаційні властивості.

Найближчим технічним рішенням є спосіб спікання твердих сплавів (див. патент України № 90830), який включає формування заготовки, компресійне спікання під тиском газу, що не перевищує 10 МПа, при температурі рідкофазового спікання з наступним охолодженням у вакуумі $2 \cdot 10^{-5}$ - $1 \cdot 10^{-4}$ МПа, зі швидкістю 50-150 °C/хв. до кімнатної температури.

Позитивне значення цього рішення полягає в тому, що охолодження у вакуумі $2 \cdot 10^{-5}$ - $1 \cdot 10^{-4}$ МПа сплаву після спікання під тиском аргону до 10 МПа приводить до дегазації його з об'єму спеченого сплаву. Це приводить до зменшення пористості, покращення контакту на міжфазних і міжзеренних границях та підвищення фізико-механічних властивостей. Це більше впливає для сплавів з вмістом кобальту $\geq 10\%$, але для сплавів з вмістом кобальту в інтервалі 3-8 % цей вплив не суттєвий. Тому в технології виготовлення дрібнозернистих малокобальтових сплавів робочий тиск газу становить 10 МПа. Це потребує використання установок, які б відповідали спеціальним умовам експлуатації.

Недоліки описаного способу такі ж самі як і в попереднього - відсутність фіксації швидкості напуску газу. Крім того, охолодження в вакуумі приводить до збільшення адгезійної взаємодії передньої поверхні інструменту з оброблюваним матеріалом, в результаті чого знижується його стійкість.

В основу винаходу поставлена задача такого вдосконалення способу отримання твердих сплавів компресійним спіканням, під час якого максимально зменшується залишкова мікропористість в його структурі, підвищуються фізико-механічні та експлуатаційні властивості. Спосіб може бути реалізований для сплавів груп ВК, ТК і ТТК, безвольфрамових твердих сплавів, а також композиційних матеріалів, при спіканні яких присутня рідка фаза.

Для цього у способі отримання, який включає формування заготовки, вакуумне спікання, компресійне спікання під тиском газу, що не перевищує 10 МПа, при температурі рідкофазового

спікання, наступне охолодження у вакуумі, згідно винаходу, збільшення тиску газу до необхідної величини після вакуумного рідкофазового спікання відбувається зі швидкістю 1,0-1,5 МПа/хв.

В результаті напуску газу в інтервалі 1-1,5 МПа/хв зменшується час перебування при температурі рідкої фази. В результаті чого на поверхні заготовки створюється градієнт тиску на поверхні (5 МПа) та в об'ємі ($2,5 \cdot 10^{-5}$ - $1 \cdot 10^{-4}$ МПа), що приводить до максимальної ліквідації залишкової мікропористості та окремих крупних пор розміром > 50 мкм, які сформувались на стадії вакуумного спікання. За таких умов зменшується час перебування сплаву в умовах інтенсивного росту його зерен. Структура сплаву однорідна з вузьким інтервалом 0,5-3 мкм зерен WC і, як наслідок, підвищується коефіцієнт тріщиностійкості, твердість, міцність при згині.

Пропонований нами спосіб здійснюється наступним чином.

Приклад

На графітову тарілку діаметром 180 мм укладаємо сформовані з твердосплавного порошку заготовки розміром $6,3 \times 6,3 \times 44$ мм. Після закриття печі створюємо в об'ємі вакуум, $p = 2 \cdot 10^{-4}$ МПа. Включаємо нагрів і піднімаємо до температури 600 °C зі швидкістю 25 °C/хв. Здійснюємо витримку впродовж 30 хв., піднімаємо зі швидкістю 20 °C/хв. до температури 1000-1050 °C. витримуємо 30 хв., після чого піднімаємо до відповідної для кожного сплаву температури рідкофазового спікання. При температурі рідкофазового спікання у вакуумі проводимо витримку протягом 10 хв. і запускаємо зі швидкістю 1,0-1,5 МПа/хв газ в робочий об'єм печі до необхідного тиску 5 МПа. Після чого здійснюємо ізотермічну витримку впродовж 5-20 хв. Після закінчення витримки відкачуємо газ протягом 5-10 хв. до створення вакууму $p = 2 \cdot 10^{-5}$ - $1 \cdot 10^{-4}$ МПа і охолоджуємо зі швидкістю 50-150 °C/хв до температури 550-600 °C. Нижче цієї температури охолодження відбувається зі швидкістю охолодження печі при відключеному електричному живленні нагрівників.

Спосіб було реалізовано в умовах винаходу та за межами запропонованих швидкостей напуску газу (див. приклади 1, 5 в таблиці), а також при однакових умовах за прототипом при спіканні сплаву ВК 60М.

Порівняльні характеристики сплаву спеченого за пропозованим способом зведені в таблицю, яка додається.

Аналізуючи таблицю, при реалізації запропонованого способу компресійного спікання, одержано дрібнозернистий твердий сплав ВК 60М, значення залишкової мікропористості якого знаходяться на рівні А1-0,01, відсутні пори більше 25 мкм, твердість сплаву знаходиться на рівні HRA 91,7, міцність при згині 2015 МПа.

Додаток

Таблиця

Об'єкт випробувань	№ п/п	Швидкість запуску газу МПа/хв	Пористість	Пори > 50 мкм	Твердість HRA	Міцність при згині МПа
Пропонований спосіб	1	0,1	B4-0,4	52	90,5	1520
	2	0,5	B2-0,2	немає	90,9	1670
	3	1	A1-0,1	-	91,4	1870
	4	1,5	A1-0,01	-	91,7	2015
	5	2	A1-0,01	-	91,9	2010
Спосіб за прототипом	6	-	B2-0,2	-	90,5	1520

Використаний робочий тиск: $p = 5$ МПа.

ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

Спосіб виготовлення високощільних дрібнозернистих твердих сплавів, який включає формування заготовки з твердосплавного порошку, вакуумне рідкофазове спікання, компресійне спікання під тиском газу, що не перевершує 10 МПа, при температурі рідкофазового спікання, наступне охолодження у вакуумі, який відрізняється тим, що збільшення тиску газу до необхідної величини після вакуумного рідкофазового спікання здійснюють зі швидкістю 1-1,5 МПа/хв.

Комп'ютерна верстка І. Мироненко

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601