



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 107728

(13) C2

(51) МПК

B24D 3/02 (2006.01)

B22F 3/14 (2006.01)

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

- (21) Номер заявки: **а 2013 05258**
(22) Дата подання заявки: **24.04.2013**
(24) Дата, з якої є чинними права на винахід: **10.02.2015**
(41) Публікація відомостей про заявку: **25.10.2013, Бюл.№ 20**
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: **10.02.2015, Бюл.№ 3**

- (72) Винахідник(и):
Луцак Едуард Миколайович (UA),
Бочечка Олександр Олександрович (UA),
Назарчук Сергій Миколайович (UA),
Гаврилова Валентина Степанівна (UA),
Романко Людмила Олексіївна (UA),
Заболотний Сергій Дмитрович (UA)

- (73) Власник(и):
ІНСТИТУТ НАДТВЕРДИХ МАТЕРІАЛІВ ІМ.
В.М. БАКУЛЯ НАН УКРАЇНИ,
вул. Автозаводська, 2, м. Київ, 04074 (UA),
Луцак Едуард Миколайович,
вул. Сонячна, 1, кв. 1, с. Дружба,
Мурованокуриловецький р-н, Вінницька
обл., 23406 (UA),
Бочечка Олександр Олександрович,
вул. Шамрила, 6, кв. 39/3, м. Київ, 04112
(UA),
Назарчук Сергій Миколайович,
вул. Леніна, 38, кв. 35, м. Жмеринка,
Вінницька обл., 23100 (UA),
Гаврилова Валентина Степанівна,
вул. Шамрила, 6, кв. 39/3, м. Київ, 04112
(UA),
Романко Людмила Олексіївна,
пр. Оболонський, 36, кв. 216, м. Київ, 04214
(UA),
Заболотний Сергій Дмитрович,
вул. Закревського, 87-а, кв. 103, м. Київ,
02232 (UA)

- (74) Представник:
Туркевич Володимир Зіновійович

- (56) Перелік документів, взятих до уваги експертизою:
UA 50931 U, 25.06.2010
US 6358624 B1, 19.03.2002
UA 1997 C1, 20.12.1994
UA 86321 C2, 10.04.2009
SU 1729086 A1, 27.11.1995
SU 1142979 A1, 30.10.1994
RU 2073590 C1, 20.02.1997
US 4370149 A, 25.01.1983
US 4931363 A, 05.06.1990
GB 1496106 A, 30.12.1977
FR 2043350 A1, 01.02.1971

UA 107728 C2

(56) . Луцак Э.Н., Романко Л.А., Бочечка А.А.,
Взаимодействие расплава кобальт-
вольфрам со сформированной из
алмазного порошка средой при высоком
давлении и температуре. –Вып. 13.
Породоразрушающий и
металлообрабатывающий инструмент –
техника и технология его изготовления и
применения. 29.06.2010г

(54) СПОСІБ ОТРИМАННЯ ДВОШАРОВОГО АЛМАЗНОГО КОМПОЗИЦІЙНОГО МАТЕРІАЛУ

(57) Реферат:

Винахід стосується області одержання композиційних матеріалів, а саме способів одержання двошарових алмазних полікристалічних композиційних матеріалів в умовах високих тиску й температури і може бути використаний для нероз'ємних з'єднань металеве підкладка-алмазний полікристалічний композит, при яких, завдяки вибору пропонованих компонентів та параметрів їх спікання, забезпечується нероз'ємне з'єднання шарів металу і алмазного полікристалічного композита (АПКМ) безпосередньо під час спікання алмазного полікристалічного композита. Це досягається тим, що в способі отримання алмазного композиційного матеріалу, який передбачає змішування алмазного порошку та порошку вольфрамовмісної зв'язувальної речовини, спікання одержаної суміші в області термодинамічної стабільності алмазу, шар металу формують з порошоків міді та гідриду титану, взятого в кількості 8-32 % від загальної маси, проводять змішування порошоків та компактування, спікання металеве і алмазовмісного компактів проводять одночасно з спіканням алмазного композита, при цьому відношення висоти металеве шару h_m до висоти алмазовмісного шару становить $0,06 \leq h_m/h_a \leq 0,2$ після спікання при загальній товщині спеченого композита 4-6 мм., при найкращих варіантах реалізації способу перед спіканням суміші компакт металеве шару піддаються термічній обробці в атмосфері водню при температурі 400 °С.

Винахід стосується області одержання композиційних матеріалів, а саме способів одержання двошарових алмазних полікристалічних композиційних матеріалів в умовах високих тиску й температури і може бути використаний для нероз'ємних з'єднань металева підкладка-алмазний полікристалічний композит. Відомий спосіб одержання алмазних полікристалічних композиційних матеріалів в умовах високих тиску й температури [див. Патент України № 50931, МПК В24D 3/00, В22F 3/00 опубл. 25.06.2010]. У відповідності з вказаним способом змішування проводять у рідинному середовищі, як вольфрамівмісну зв'язувальну речовину використовують вольфрам і/або оксид вольфраму у вигляді нанодисперсного порошку, взятого в кількості 10-50 % від маси сухої суміші, після змішування проводять висушування отриманої суміші, а спікання проводять при температурі не менше 1600 °С. Недоліком цього способу є те, що для виготовлених з такого матеріалу робочих поверхонь необхідно проводити додаткові технологічні операції металізації для кріплення в інструменті.

Найбільш близьким за технічною суттю до пропонованого є спосіб отримання алмазного композиційного матеріалу [див. Патент US № 6358624 В1, опубл. 19.03.2002], який включає з'єднання алмазних компактів і твердого сплаву WC-Co, безпосередньо під час етапу спікання при високих тиску і температурі з певним співвідношенням шарів алмазу та твердого сплаву.

Недоліком отриманого за прототипом алмазного композиційного матеріалу є те, що із-за особливостей процесу одержання матеріалу, а саме уповільнення швидкості просочення кобальтом із твердосплавної підкладки алмазного порошку із збільшенням глибини просочення висота алмазовмісного шару, для спікання якого кобальт виступає активуючою добавкою, невелика в порівнянні з висотою підкладки. Це призводить до зменшення часу роботи такого композита, оскільки він лімітується висотою алмазовмісного шару.

В основу винаходу поставлено задачу такого вдосконалення способу отримання двошарового алмазного композиційного матеріалу (ДАКМ), при якому завдяки вибору пропонованих компонентів та параметрів їх спікання забезпечується нероз'ємне з'єднання шарів металу і алмазного полікристалічного композита (АПКМ) безпосередньо під час спікання алмазного полікристалічного композита, при цьому співвідношення між висотою алмазовмісного шару та висотою металевих шару збільшується в десятки разів в порівнянні з прототипом.

Означена задача вирішується тим, що в способі отримання алмазного композиційного матеріалу, який передбачає змішування алмазного порошку та порошку вольфрамівмісної зв'язувальної речовини, спікання одержаної суміші в області термодинамічної стабільності алмазу, згідно з винаходом, шар металу формують з порошоків міді та гідриду титану, взятого в кількості 8-32 % від загальної маси, проводять змішування порошоків та компактування, спікання металевих і алмазовмісних компактів проводять одночасно зі спіканням алмазного композита, при цьому відношення висоти металевих шару h_m до висоти алмазовмісного шару становить $0,06 \leq h_m/h_a \leq 0,2$ після спікання при загальній товщині спеченого композита 4-6 мм., при найкращих варіантах реалізації способу перед спіканням суміші компакти металевих шару піддаються термічній обробці в атмосфері водню при температурі 400 °С.

Як мідний порошок використовують порошок мідний ПМС-1 ГОСТ 4960-75. Як порошок гідриду титану використовують порошок гідриду титану ТУ У 14-10-026-98

Причинно-наслідковий зв'язок між сукупністю ознак, що заявляється, і технічними результатами, які досягаються при її реалізації, полягає у наступному.

Однією з проблем використання алмазних полікристалічних матеріалів є кріплення виготовлених з них робочих елементів в інструменті. Для того, щоб кріпити робочі елементи шляхом паяння, поверхня матеріалу має бути металізована. Одержання алмазних композиційних матеріалів з металізованою поверхнею здійснюється різними способами. Найчастіше це є нанесення металевих шарів шляхом напилення металу на готовий алмазний матеріал (що збільшує кількість технологічних операцій для готового продукту), або спікання кількешарової пластини, де зерна алмазу утримуються на металевій підкладці. Матеріал металевих шарів дає змогу кріпити робочі елементи з алмазного полікристалічного матеріалу в інструменті, забезпечує нероз'ємність з'єднання з алмазним матеріалом, не має негативного впливу на властивості АПКМ, покращує зв'язок між алмазними зернами. Співвідношення між висотою алмазовмісного і металевих шарів композиту впливає на час його експлуатації.

Межі вмісту титану в металевому шарі композиційного матеріалу визначено експериментально, виходячи з основної задачі - підвищення міцності нероз'ємного з'єднання між металевим і алмазним шарами композита.

Нижній вміст титану в металевому шарі обмежено припиненням змочуваності між металевим і алмазним шарами, що призводить до слабкої адгезії між ними.

Верхній вміст титану в металевому шарі обмежено тим, що збільшення вмісту титану призводить до підвищення крихкості металевому шару.

Співвідношення між висотою алмазовмісного і металевому шарів композита визначене експериментально і вибране так, щоб забезпечити можливість достатньо високого шару алмазного полікристалічного композитного матеріалу для збільшення часу експлуатації композита.

Нижня межа співвідношення між висотою металевому і алмазовмісного шарів обмежена тим, що зменшення висоти металевому шару призводить до його окиснення і зміни фізико-хімічних властивостей під час паяння.

Верхня межа співвідношення між висотою металевому і алмазовмісного шарів обмежена особливостями роботи комірки високого тиску апарата високого тиску, подальше збільшення висоти металевому шару викликає суттєвий перерозподіл джерел тепловиділення, підвищення температури металевому шару в порівнянні з температурою алмазовмісного шару, що призводить до міграції електропровідного розплаву мідь-титан вздовж графітового нагрівача, шунтування нагрівача і, як наслідок, до зменшення потужності нагрівання і температури спікання.

При спіканні в умовах високих тиску та температури суміші порошків міді та гідриду титану відбувається розклад гідриду титану з утворенням сплаву мідь-титан та виділенням газової фази водню, що створює протитиск при спіканні і зменшує його ефективність. Тому в найкращому варіанті винаходу одержані суміші мідного порошку та порошку гідриду титану пресували в сталевій прес-формі при кімнатній температурі до утворення компактів, після чого компакти піддавали термічній обробці в вакуумі при температурі 400 °C упродовж 30 хв. для розкладу гідриду титану, утворення внаслідок цього металевому титану та видалення водню.

Приклади конкретної реалізації винаходу наведено у таблиці (додається).

Приклад 1.

Для отримання двошарового алмазного полікристалічного матеріалу насамперед сформували компакти металевому і алмазовмісного шарів. Для шихти металевому шару використали суміш порошків міді і гідриду титану, взятого в кількості 20 % від маси суміші. Як порошок міді використовували порошок міді ПМС-1 ГОСТ 4960-75. Як порошок гідриду титану використовували порошок гідриду титану ТУ У 14-10-026-98. Суміш пресували в сталевій прес-формі діаметром 9 мм при тиску в прес-формі 0,2 ГПа при кімнатній температурі до утворення компактів висотою 1 мм. Після чого компакти піддавали термічній обробці в вакуумі в вакуумній печі СНВЛ при початковому тиску залишкових газів 10^{-2} Па та температурі 400 °C упродовж 30 хв.

Шихту алмазовмісного шару готували способом, описаним у Патенті України № 50931, МПК В24D 3/00, В22F 3/00 опубл. 25.06.2010. Висота компактів складала 6 мм. Спікання виконували в апараті високого тиску типу тороїд упродовж 20 с при тиску 8 ГПа, температурі 1800 °C. Після спікання була проведена хімічна обробка спечених зразків для очищення їхньої поверхні від залишків графіту.

Після цього проводили випробування міцності нероз'ємного з'єднання зразків отриманого двошарового алмазного композиційного матеріалу. Для цього проводили їх термообробку при температурі 850 °C в середовищі аргону. Тривалість термообробки становила 10 хв. Із-за різниці в коефіцієнтах термічного розширення металевому та алмазовмісного шарів при нагріванні в нероз'ємному з'єднанні виникають напруги, які при недостатній міцності з'єднання призводять до його руйнування. Температура термообробки на 150 °C перевищує температуру, при якій проводять операцію паяння алмазних елементів до корпусу бурових інструментів. З'єднання алмазовмісного шару з металевим з використанням як металевому шару сплаву Cu-Ti з вмістом 20 % (мас.) гідриду титану в вихідній суміші залишилося нероз'ємним. Спосіб було реалізовано також при іншому вмісті гідриду титану в вихідній шихті для формування металевому шару, без термічної обробки металевому компакт в вакуумі. Було відтворено також спосіб отримання двошарового алмазного композиційного матеріалу, описаний в Патенті США № 6358624. Результати випробувань наведені в таблиці.

Приклади 1-6 (див. таблицю, додається), наведено для тих випадків, які стосуються заявлених ознак. Приклади 7-10 - за межами заявлених ознак. Приклад 11 - відтворення двошарового алмазного композиційного матеріалу за прототипом.

Як видно з таблиці, використання пропонованого винаходу дає можливість підвищити відношення висоти алмазовмісного шару до висоти металевому шару від 16 до 50 разів в порівнянні з прототипом.

Таблиця

№ п/п	Вміст TiH_2 в суміші, мас. %	Термообробка в вакуумі при 400 °C	Збереження нероз'ємного з'єднання після відпалу в аргоні при 850 °C	h_m/h_a	Примітка
1	20	проводили	+	0,17	
2	8	проводили	+	0,17	
3	32	проводили	+	0,17	
4	20	проводили	+	0,06	
5	20	проводили	+	0,20	
6	20	-	+	0,17	
7	7	проводили	-	0,17	
8	33	проводили	-	0,17	
9	20	проводили	-	0,05	
10	20	проводили	+	0,21	Відбувається шунтування нагрівача
11	Спосіб за Патентом США № 6358624			3,30	

ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

- 5 1. Спосіб отримання двошарового алмазного композиційного матеріалу, який включає змішування алмазного порошку та порошку вольфрамівмісної речовини, компактування одержаної суміші, розміщення одержаних компактів в контакт з шаром металу, спікання в області термодинамічної стабільності алмазу, який **відрізняється** тим, що шар металу формують із порошків міді та гідриду титану, взятого в кількості 8-32 % від загальної маси,
- 10 проводять змішування порошків та компактування, спікання металевго і алмазовмісного компактів проводять одночасно, при цьому відношення висоти металевго шару h_m до висоти алмазовмісного шару становить $0,06 \leq h_m/h_a \leq 0,2$ після спікання при загальній товщині спеченого композита 4-6 мм.
- 15 2. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що компакти металевго шару перед спіканням піддають термічній обробці в вакуумі при температурі 400 °C упродовж 30 хв.

Комп'ютерна верстка Г. Паяльніков

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