



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 69082

(13) U

(51) МПК

B22F 3/14 (2006.01)

C22C 1/04 (2006.01)

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: u 2011 09745	(72) Винахідник(и): Прокопів Микола Михайлович (UA), Харченко Олег Валентинович (UA), Прокопів Назар Миколайович (UA), Сердюк Юрій Дмитрович (UA)
(22) Дата подання заявки: 05.08.2011	
(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: 25.04.2012	
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 25.04.2012, Бюл.№ 8	(73) Власник(и): ІНСТИТУТ НАДТВЕРДИХ МАТЕРІАЛІВ ІМ. В.М. БАКУЛЯ НАН УКРАЇНИ, вул. Автозаводська, 2, м. Київ-74, 04074 (UA), Прокопів Микола Михайлович, вул. Шамрила, 8, кв. 13/3, м. Київ-112, 04112 (UA), Харченко Олег Валентинович, вул. Лісківська, 30, кв. 164, м. Київ, 02097 (UA), Прокопів Назар Миколайович, вул. Шамрила, 8, кв. 13/3, м. Київ-112, 04112 (UA), Сердюк Юрій Дмитрович, вул. Азовстальська, 97, кв. 23, м. Маріуполь, 87529 (UA)

(54) СПОСІБ ВИГОТОВЛЕННЯ ВИСОКОЩІЛЬНИХ ДРІБНОЗЕРНИСТИХ ТВЕРДИХ СПЛАВІВ

(57) Реферат:

Спосіб виготовлення високощільних дрібнозернистих твердих сплавів включає формування заготовки та вакуумне рідкофазне спікання. Після збільшують тиск газу до необхідної величини. Потім здійснюють компресійне спікання з наступним охолодженням у вакуумі.

UA 69082 U

Корисна модель належить до області порошкової металургії, а саме до виготовлення дрібнозернистих твердих сплавів інструментального призначення.

Відомий спосіб отримання твердих сплавів (див. Ахметсагіров С.М. та інші. 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 температуру 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 ріст крупних зерен WC за рахунок збільшення часу спікання.

В той 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, який в свою чергу залежить від часу перебування твердого сплаву в інтервалі температур рідкої фази.

Недоліком цього способу є 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, через велику різницю його на поверхні та в об'ємі (вакуум) заготовки відбувалося проникнення його в об'єм сплаву, в результаті дифузії високоактивних атомів газу (аргону) в рідкому кобальту, 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 знаходитися в об'ємі заготовки, який буде протидіяти зовнішньому тиску газу, що приведе до зменшення його впливу на ущільнення твердого сплаву. Крім того при малій швидкості 0,1-0,5 МПа/хв. підняття тиску до 5 МПа тривалість перебування заготовки при температурі рідкофазного спікання буде становити 10-50 хв., що приведе до збільшення росту карбідних зерен, а також до втрати можливості одержання високощільної структури твердих сплавів, особливо дрібнозернистих та ультразернистих сплавах і, як наслідок, зменшення твердості та міцності сплаву. Крім того, наявність газу в об'ємі виробу негативно впливає на експлуатаційні властивості.

Найближчим технічним рішенням, прийнятий спосіб спікання твердих сплавів (див. патент України № 90830, МПК В22F3/14, С22С1/04), який включає формування заготовки, компресійне спікання під тиском газу, що не перевищує 10 МПа при температурі рідкофазного 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 міжзерених границях та підвищення фізико-механічних властивостей. Це більше впливає на сплави з вмістом кобальту > 10%, але на сплави з 3-8 % кобальту вплив не суттєвий. Тому в технології виготовлення дрібнозернистих мало кобальтових 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 у вакуумі приводить до збільшення адгезійної взаємодії передньої поверхні інструмента з оброблювальним матеріалом в результаті чого знижується його стійкість.

В основу корисної моделі поставлено задачу вдосконалити спосіб отримання дрібнозернистих 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, без вольфрамових твердих сплавів, а також композиційних матеріалів при спіканні яких присутня рідка фаза.

Для цього у способі отримання, що включає формування заготовки, вакуумне спікання, компресійне спікання під тиском газу, що не перевищує 10 МПа при температурі рідкофазного спікання з наступним охолодженням у вакуумі, згідно корисної моделі, збільшення тиску газу до необхідної величини після вакуумного рідкофазного 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 пор розміром > 50 мкм, які сформувались на стадії вакуумного спікання. За таких умов зменшується ріст карбідних зерен, покращується контакт зерен WC - WC, відсутні великі зерна WC (вузький інтервал 0,5-2 мкм), тому, 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 6,3-6,3-44 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 рідкофазного спікання. При температурі рідкофазного 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 $p = 4 \cdot 10^{-1}$ МПа і охолоджуємо зі швидкістю 80-100 °C/хв.. до температури 550-600°C. Нижче цієї температури охолодження відбувається разом з ніччю при відключеному електричному живленні нагрівників.

Спосіб було реалізовано в умовах корисної моделі 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 пропонованим 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 A1 - 0,01, відсутні нори більше 25 мкм, твердість сплаву знаходиться на рівні HRA 91,7, міцність при згині 2115 МПа.

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 найближчим аналогом	6		B2 - 0,2	-	90,5	1520

Використаний робочий тиск: $p = 5$ МПа.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

Спосіб виготовлення високощільних дрібнозернистих твердих сплавів, що включає формування заготовки, вакуумне спікання, компресійне спікання під тиском газу, що не перевершує 10 МПа при температурі рідкофазного спікання з наступним охолодженням у вакуумі, який **відрізняється** тим, що збільшення тиску газу до необхідної величини після рідкофазного спікання відбувається зі швидкістю 1,0-1,5 МПа/хв.

Комп'ютерна верстка А. Крулевський

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