



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **115838** (13) **C2**
(51) МПК (2017.01)
B01J 3/06 (2006.01)
B01J 3/04 (2006.01)
C04B 35/00

МІНІСТЕРСТВО
ЕКОНОМІЧНОГО
РОЗВИТКУ І ТОРГІВЛІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(21) Номер заявки: а 2016 07777	(72) Винахідник(и): Боримський Олександр Іванович (UA), Сороченко Тетяна Антонівна (UA)
(22) Дата подання заявки: 14.07.2016	
(24) Дата, з якої є чинними права на винахід: 26.12.2017	(73) Власник(и): ІНСТИТУТ НАДТВЕРДИХ МАТЕРІАЛІВ ІМ. В.М. БАКУЛЯ НАН УКРАЇНИ, вул. Автозаводська, 2, м. Київ, 04074 (UA), Боримський Олександр Іванович, вул. Вишгородська, 38/2, кв. 55, м. Київ, 04074 (UA), Сороченко Тетяна Антонівна, вул. Йорданська, 9-Д, кв. 98, м. Київ, 04211 (UA)
(41) Публікація відомостей про заявку: 25.01.2017, Бюл.№ 2	
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 26.12.2017, Бюл.№ 24	(56) Перелік документів, взятих до уваги експертизою: SU 312 463 A, 30.01.1979 SU 1 762 457 A1, 10.11.1995 UA 33 650 C2, 15.02.2001 UA 15 216 U, 15.06.2006 UA 48 991 U, 12.04.2010 UA 67 304 U, 10.02.2012 RU 2 077 376 C1, 20.04.1997 RU 2 343 969 C2, 20.01.2009 JP 10-005572 A, 27.06.1996 US 6 942 729 B2, 13.09.2005 Синтез алмаза и подобных материалов. Под ред. ч.-кор. А.А. Шульженко.- К.: 2003? т. 1. - С. 33, 52

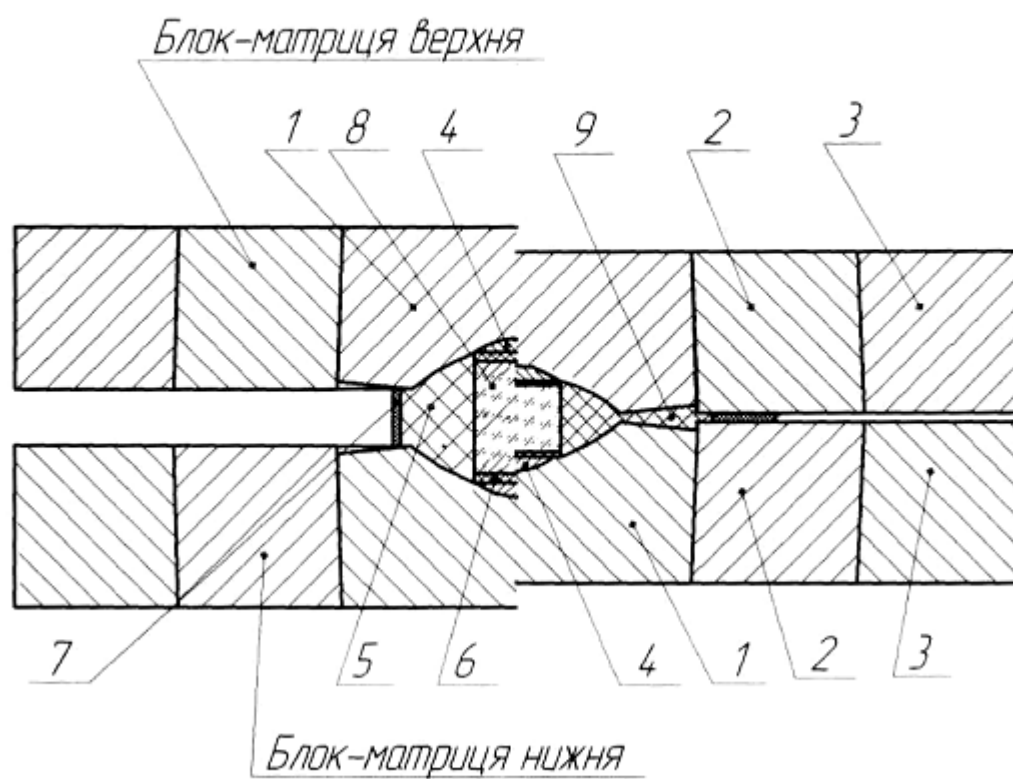
(54) БЛОК-МАТРИЦЯ АПАРАТА ВИСОКОГО ТИСКУ І ТЕМПЕРАТУРИ**(57) Реферат:**

Винахід належить до техніки високих тисків і температур та може бути використаний в технологічних процесах, призначених для виготовлення моно- та полікристалічних надтвердих матеріалів різного призначення. Вставка заглиблення центральної частини матриці виконана з жароміцного та більш пластичного, ніж тіло матриці, матеріалу, має твердість, меншу, ніж твердість тіла матриці, і являє собою одне ціле з тілом матриці, при цьому об'єм вставки центральної частини заглиблення матриці становить (0,003-0,009) від об'єму тіла матриці, границя текучості матеріалу вставки центральної частини заглиблення матриці в 1,6-4,1 разу менша, ніж границя текучості матеріалу тіла матриці, твердість матеріалу вставки центральної частини заглиблення матриці в 1,1-2,1 разу менша, ніж твердість матеріалу тіла матриці. Винахід забезпечує підвищення ефективності створення тиску в АВТ (апарата високого тиску), розширення діапазону створюваних тисків, збільшення довговічності дії АВТ, зменшення кількості розгерметизацій АВТ як при створенні, так і при підтриманні тиску і температури під час синтезу, здешевлення вартості надтвердих матеріалів, які використовуються для виготовлення різних видів інструмента та розширення обсягу їх виробництва.

UA 115838 C2

АВТ під пресом до
навантаження

АВТ під пресом після
навантаження



Фиг. 1

Винахід належить до техніки високих тисків і температур, зокрема до конструкції матриць апарата високого тиску та температури (ABT) і може бути використаний в технологічних процесах, призначених для виготовлення моно- та полікристалічних композиційних надтвердих матеріалів різного призначення, а також при лабораторних фізико-механічних дослідженнях речовин при високих термодинамічних параметрах.

В процесі отримання моно- та полікристалічних надтвердих матеріалів кількість і вартість отриманого матеріалу значною мірою залежить від терміну довговічності (кількості робочих циклів) ABT, вихід зі строю якого обумовлений, в основному, виникненням пошкоджень у вигляді тріщин, прогорання та розтріскування центральної частини поверхні лунки матриці внаслідок циклічного термосилового навантаження. При постійній експлуатації ABT ці пошкодження збільшуються, що призводить до значного збільшення об'єму камери ABT, внаслідок чого при постійних розмірах контейнера, (що містить реакційну суміш), і величини зусилля преса тиск в камері ABT знижується і процес синтезу порушується або зовсім припиняється. Тому такі пошкодження центральної поверхні матриці не тільки призводять до виходу зі строю ABT, але й перешкоджають досягненню оптимального тиску при синтезі надтвердих матеріалів. Це призводить до значно більших витрат при отриманні надтвердого матеріалу.

Відома близька за технічною суттю до винаходу блок-матриця ABT (див. Авторское свидетельство СССР, № 312463, Бюл. № 25, опубл. 05.08.1971 г.), що містить верхню та нижню блок-матриці, скріплені кільцями. При цьому три співвісно розташовані та запресовані одне в одне кільця (блок кілець) охоплюють матрицю.

Характерною особливістю такої блок-матриці є високий пік механічної напруги, який виникає на боковій поверхні матриці і спричиняє розтріскування робочої поверхні матриці, руйнування кілець, отже призводить до погіршення техніко-економічних показників синтезу надтвердих матеріалів.

Відома також найбільш близька за технічною суттю до винаходу блок-матриця апарата високого тиску і температури, що має матрицю із сталі Р6М5, твердість якої становить 55-65 HRC_з, а границя текучості - 1900-2100 МПа, яка в високотемпературній центральній частині заглибини матриці має вставку із теплостійкої сталі (див. "Сверхтвердые материалы. Получение и применение. Монография в 6 томах /Под общей ред. П.В. Новикова. - Киев: ИСМ им. В.Н. Бакуля, ИПЦ "АЛКОН" НАНУ, 2003. Том 1. Синтез алмаза и подобных материалов". /Отв. редактор А.А. Шульженко. С. 33, 52).

Використання такої вставки із теплостійкої сталі деякою мірою і на досить короткий час (на 50-70 прес-спікань) може зменшити вірогідність швидкого прогорання та розтріскування центральної частини заглиблення матриці, що виконана із сталі Р6М5, внаслідок циклічного термосилового навантаження.

Суттєвим недоліком є те, що вставка виготовлена з того ж самого матеріалу, що і тіло матриці, отже центральна частина заглиблення матриці не має необхідної пластичності та достатньої при екстремальних термічних та силових навантаженнях твердості матеріалу. Тому вставка з теплостійкої сталі, яка вкладається в заглиблення матриці, під час синтезу надтвердих матеріалів, та піддається дії високого тиску і температури, руйнується, частина її витискується з заглиблення і цим самим перешкоджає веденню процесу синтезу, створенню оптимального тиску в ABT та отриманню більш надійної роботи ABT і довговічності його дії, збільшує кількість розгерметизацій ABT як при створенні, так і при підтриманні тиску і температури.

В основу винаходу поставлена задача такого вдосконалення конструкції матриці ABT, при якому за рахунок вибору матеріалу вставки центральної частини заглиблення матриці з пропонуваним складом і властивостями матеріалу та створення єдиного цілого цієї вставки з тілом матриці, вибору відповідного співвідношення об'єму вставки центральної частини заглиблення матриці до об'єму тіла матриці, вибору відповідних механічних і технологічних властивостей цього матеріалу, забезпечуються умови для надійної роботи ABT, при яких підвищується ефективність створення тиску в ABT, розширюється діапазон створюваних тисків, збільшується строк дії ABT, зменшується кількість розгерметизацій ABT як при створенні, так і при підтриманні тиску та температури під час синтезу.

Для вирішення цієї задачі і в блок-матриці ABT вставка центральної частини заглиблення матриці виконана із жароміцного і більш пластичного, ніж тіло матриці, матеріалу та має твердість, меншу, ніж твердість тіла матриці, і являє собою одне ціле з тілом матриці, при цьому:

- об'єм вставки становить (0,003-0,009) від об'єму тіла матриці;

- границя текучості матеріалу вставки матриці в 1,7-3,6 разу менша, ніж границя текучості матеріалу тіла матриці;

- твердість матеріалу вставки в 1,1-2,1 разу менша, ніж твердість матеріалу тіла матриці.

Причинно-наслідковий зв'язок між пропонованою сукупністю ознак і технічними результатами, які досягаються при її реалізації, полягає у наступному: підбір матеріалу для вставки центральної частини заглиблення матриці та поєднання цієї частини з тілом матриці виконують до проведення процесу синтезу надтвердих матеріалів з наступною дією на АВТ високим тиском і температурою, аналогічним умовам синтезу.

Науковою основою запропонованого винаходу є моделювання конструкцій матриць АВТ та експериментальні дослідження цих АВТ при синтезі надтвердих матеріалів. Відомо, що і сталі, і твердосплавні матриці при створенні високих тисків деформуються. Подальше високотемпературне нагрівання зони центральної частини заглиблення матриці при синтезі надтвердих матеріалів служить причиною виникнення в них в результаті циклічної повзучості значних пластичних деформацій, які впливають на експлуатаційні характеристики АВТ. Дослідження показали, що вставка центральної частини заглиблення матриці піддається найбільш значним пластичним деформаціям, в результаті чого структура в цій зоні набуває характеру, подібного до структури, що виникає при куванні. В цій же зоні характерно виникнення тріщин, які розповсюджуються вповздовж межі зон, що мають різну структуру, які в окремих випадках спричиняють руйнування матриці в процесі експлуатації. Пластичні деформації, а в подальшому і тріщини в матриці, що збільшують об'єм заглиблення матриці або виводять із ладу всю матрицю (а значить і блок-матрицю), протягом кожного робочого циклу призводять до зниження тиску в реакційному осередку за умови, що зусилля навантаження АВТ в процесі синтезу підтримується постійним. Відомо, що є обернена залежність між збільшенням об'єму заглиблення матриці і ступенем перетворення графіту в алмаз. Дослідження показали, що пластичні деформації, а в подальшому і тріщини, частіше всього виникають в зоні центральної частини заглиблення матриці, особливо, якщо заглиблення матриці виконано суцільним із сталі чи твердого сплаву, оскільки ці матеріали мають високу границю текучості (відповідно 2000 і 4350 МПа) та велику твердість (відповідно 65 HRC і 90 HRA), і тому є малопластичними.

В процесі досліджень встановлено, що виконання вставки центральної частини заглиблення матриці із більш пластичного матеріалу, ніж тіло матриці, та з меншою твердістю, призводить до подовженого в часі збереження первісного об'єму заглиблення матриці і тиску в реакційному об'ємі, зменшення розтріскування цієї частини заглиблення матриці, збільшення довговічності дії АВТ за рахунок того, що більш пластичний матеріал вставки центральної частини заглиблення матриці, маючи твердість, меншу, ніж тіло матриці, менше піддається впливу циклічної повзучості та зазнає менших деформацій та пошкоджень. Також встановлено, що суцільне (монолітне) виконання тіла матриці (із сталі Р6М5 або твердого сплаву ВК6) зі вставкою центральної частини заглиблення матриці із більш пластичного матеріалу (відповідно сплав ХН77ТЮР або твердий сплав ВК20) зменшує деформацію центральної частини заглиблення матриці та перешкоджає витисненню матеріалу із заглиблення, тому зменшується вірогідність швидкого прогорання та розтріскування зони центральної частини заглиблення матриці, і внаслідок цього покращується ефективність створення тиску в АВТ, розширюється діапазон створюваних тисків, зменшується кількість розгерметизацій АВТ та подовжується строк дії АВТ.

Для отримання єдиної цілої частини - моноліту з тіла матриці та вставки центральної частини заглиблення матриці використовують сучасні методи наплавлення, порошкової металургії, контактного зварювання та ін.

Винахід пояснюється кресленнями, де на Фіг. зображено загальний вигляд двох блок-матриць з заглибленнями на звернутих один до одного торцях з розміщеним між ними спорядженим контейнером, які в зборі утворюють АВТ.

Кожна блок-матриця АВТ (див. Фіг.) містить матрицю 1, яка співвісно розташована та запресована в блок запресованих одне в одне кілець 2-3, що її охоплюють. В центральній частині заглиблення матриці є вставка 4, яка виконана із жароміцного та більш пластичного, ніж тіло матриці, матеріалу.

При підготовці АВТ до синтезу в заглибленні матриці 1 розташовують контейнер 5 із реакційною шихтою 8, струмовідводами 6 та муфтою 7.

Збирання АВТ:

контейнер 5 із теплоізоляційного матеріалу, споряджений брикетом реакційної шихти 8, струмовідводами 6 і муфтою 7 розміщують в заглибленні матриці нижньої блок-матриці. На споряджений контейнер 5 встановлюють верхню блок-матрицю, заглиблення матриці 1 якої спрямовано зустрічно нижній, потім розміщують АВТ в робочій зоні преса (не показаний) і навантажують осьовим зусиллям до досягнення потрібного тиску.

При навантаженні АВТ під пресом блок-матриці зближуються, матеріал контейнера 5 витікає в щілину, створену кромками заглиблення матриці, замикає центральну порожнину (тобто створюється деформоване ущільнення 9), в якій при подальшому зближенні блок-матриць тиск підвищується до величин, достатніх для синтезу надтвердих матеріалів. Потім протягом заданого часу здійснюють нагрівання реакційної шихти 8 для синтезу надтвердих матеріалів, пропускаючи через неї електричний струм великої потужності за допомогою струмовідводів 6. Після відключення нагрівання тиск в АВТ знижують, контейнер 5 дістають з робочої зони, і отримують синтезований зразок, що містить надтвердий матеріал.

При використанні як матеріалу вставки центральної частини заглиблення матриці, більш пластичного жароміцного матеріалу під час проведення процесу синтезу надтвердих матеріалів різного призначення, оцінювали ефективність створення тиску в апараті по ступеню перетворення графіту в алмаз при фіксованому зусиллі пресового устаткування, а також надійності роботи апарата по відсотку кількості розгерметизацій порожнини високого тиску АВТ при наборі тиску і в процесі нагрівання та тривалості служби АВТ до його руйнування, які надаються в таблиці (остання величина приводиться у відносних одиницях стосовно найближчого аналога, для якого вона прийнята рівною 1).

Приклад 1. Блок-матриця апарата високого тиску і температури, в якій матриця виготовлена із сталі Р6М5, твердість якої становить 63 HRC, границя текучості - 2000 МПа, а вставка заглиблення центральної частини матриці виготовлена із жароміцного сплаву ХН77ТЮР, твердість якого становить 33 HRC, а границя текучості - 555 МПа. Величина об'єму вставки заглиблення центральної частини лунки матриці становить 0,006 частини від тіла матриці (тіло матриці відповідно - 0,994 частини) і являє собою одне ціле з тілом матриці.

При цьому середній ступінь перетворення графіту в алмаз - 40,1 %, кількість розгерметизацій камери високого тиску при створенні тиску 2,6 %, при нагріванні - 3,8 %.

Тривалість служби апарата - 1,37 відносних одиниць.

Приклад 6. Блок-матриця апарата високого тиску і температури, в якій матриця виготовлена із твердого сплаву марки ВК6, твердість якої становить 90 HRa, границя текучості - 4350 МПа, а вставка центральної частини заглиблення матриці виготовлена із твердого сплаву марки ВК20, твердість якої становить 79 HRa, границя текучості 2550 МПа. Величина об'єму вставки центральної частини заглиблення матриці становить 0,006 частини від об'єму тіла матриці (тіло матриці відповідно - 0,994 частини) і являє собою одне ціле з тілом матриці.

При цьому середній ступінь перетворення графіту в алмаз - 40,1 %, кількість розгерметизацій камери високого тиску при створенні тиску - 2,6 %, при нагріванні - 3,8 %.

Тривалість служби апарата - 1,34 відносних одиниць.

Для порівняння, у тих самих умовах, було виготовлено також зразки матриці блок-матриці АВТ при граничних і при виході за граничні значення границі текучості, твердості, співвідношення об'єму вставки заглиблення центральної частини лунки до об'єму тіла матриці (прикладі 2-5 та 7-10), а також за найближчим аналогом (приклад 11).

Дані зведені в таблицю (додається).

За результатами аналізу таблиці можна зробити такі висновки: виготовлення вставки заглиблення центральної частини матриці із більш пластичного, ніж тіло матриці, матеріалу дозволяє значно підвищити ефективність створення тиску в апараті при фіксованому зусиллі преса, що забезпечує підвищення продуктивності процесу синтезу до 25 % при однакових витратах.

Крім того, дозволяє зменшити кількість розгерметизацій порожнини високого тиску АВТ не менш, ніж на 10 % при створенні тиску і не менш, ніж на 10-15 % при нагріванні, приводить до більш надійної роботи АВТ, економії дефіцитних матеріалів і, головне, забезпечує, як мінімум, до 10 % зростання довговічності дії апаратів високого тиску.

Отже, запропонована конструкція здешевлює вартість синтезу надтвердих матеріалів, які використовуються для виготовлення різних видів інструмента та розширює обсяг їх виробництва.

Ефективність запропонованої блок-матриці апарата високого тиску і температури підтверджено науково-експериментальними дослідженнями, проведеними в НТАК "АЛКОН" НАН України.

Таблиця

Вплив конструкції матриці блок-матриці АВТ на техніко-економічні показники процесу синтезу

Об'єкт випробування	№ п/п	Конструкція матриці блок-матриці АВТ						Показники ефективності			
		Тіло матриці			Центральна частина лунки матриці			Ступінь перетворення графіту в алмаз, мас. %	Кількість раз герметизацій, %		Довговічність дії АВТ, відносні одиниці
		Границя текучості матеріалу, МПа	Твердість по Роквеллу	Величина об'єму, відносні одиниці	Границя текучості матеріалу, МПа	Твердість по Роквеллу	Величина об'єму, відносні одиниці		при створенні тиску	при включенні нагрівання	
Пропонована конструкція	1	2000	63 HRCэ	0,994	555	33 HRCэ	0,006	40,1	2,6	3,8	1,37
	2	1900	64 HRCэ	0,997	460	34 HRCэ	0,003	39,5	2,7	4,0	1,28
	3	2100	55 HRCэ	0,991	650	30 HRCэ	0,009	37,0	2,6	4,5	1,17
	4	2200	55 HRCэ	0,992	690	30 HRCэ	0,008	34,0	3,1	5,4	0,97
	5	2000	55 HRCэ	0,980	555	30 HRCэ	0,020	32,0	3,5	6,3	0,92
	6	4350	90 HRA	0,994	2550	79 HRA	0,006	40,1	2,6	3,8	1,34
	7	4300	89 HRA	0,997	2500	78 HRA	0,003	39,3	2,7	4,1	1,27
	8	4400	87 HRA	0,991	2600	75 HRA	0,009	35,0	2,6	4,7	1,15
	9	4550	87 HRA	0,992	2750	75 HRA	0,008	33,0	3,1	5,5	0,98
	10	4350	87 HRA	0,980	2550	75 HRA	0,020	31,0	3,5	6,5	0,92
Конструкція за найближчим аналогом	11	2000	63 HRCэ	0,992	2000	63 HRCэ	0,008	31,0	3,5	6,5	1,00

ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

5

1. Блок-матриця апарата високого тиску і температури, що містить співвісно розташовані та запресовані одно в одне кільця, які охоплюють матрицю, виготовлену з матеріалу, в якому границя текучості 1900-2100 МПа та твердість 55-65 HRC, що має в центральному заглибленні вставку, яка **відрізняється** тим, що вставка виконана з жароміцного і більш пластичного, ніж тіло матриці, матеріалу та має твердість, меншу, ніж твердість тіла матриці, і являє собою одне ціле з тілом матриці.

10

2. Блок-матриця апарата високого тиску і температури за п. 1, яка **відрізняється** тим, що об'єм вставки становить 0,003-0,009 від об'єму тіла матриці.

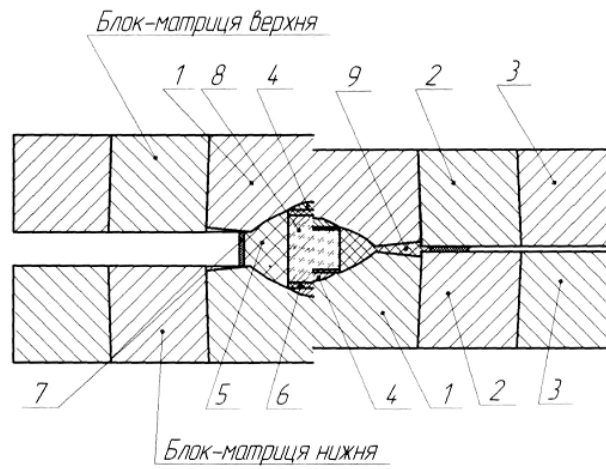
15

3. Блок-матриця апарата високого тиску і температури за п. 1, яка **відрізняється** тим, що границя текучості матеріалу вставки в 1,6-4,1 разу менша, ніж границя текучості матеріалу тіла матриці.

4. Блок-матриця апарата високого тиску і температури за п. 1, яка **відрізняється** тим, що твердість матеріалу вставки в 1,1-2,1 разу менша, ніж твердість матеріалу тіла матриці.

АВТ під пресом до
навантаження

АВТ під пресом після
навантаження



Фіг. 1

Комп'ютерна верстка Л. Бурлак

Міністерство економічного розвитку і торгівлі України, вул. М. Грушевського, 12/2, м. Київ, 01008, Україна

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