



УКРАЇНА

(19) UA (11) 85319 (13) C2  
(51) МПК (2006)  
C01B 31/06 (2006.01)  
C04B 35/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ

## ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

(54) АЛМАЗНИЙ ПОЛІКРИСТАЛІЧНИЙ КОМПОЗИЦІЙНИЙ МАТЕРІАЛ

1

(21) а200708462

(22) 23.07.2007

(24) 12.01.2009

(46) 12.01.2009, Бюл.№ 1, 2009 р.

(72) ШУЛЬЖЕНКО ОЛЕКСАНДР ОЛЕКСАНДРОВИЧ, UA, БОГДАНОВ РОБЕРТ КОСТЯНТИНОВИЧ, UA, ГАРГІН ВЛАДИСЛАВ ГЕРАСИМОВИЧ, UA, РУСІНОВА НАТАЛІЯ ОЛЕКСАНДРІВНА, UA, ЗАКОРА АНАТОЛІЙ ПЕТРОВИЧ, UA, ІСОНКІН ОЛЕКСАНДР МИХАЙЛОВИЧ, UA

(73) ІНСТИТУТ НАДТВЕРДИХ МАТЕРІАЛІВ ІМ. В.М. БАКУЛЯ НАН УКРАЇНИ, UA, ШУЛЬЖЕНКО ОЛЕКСАНДР ОЛЕКСАНДРОВИЧ, UA, БОГДАНОВ РОБЕРТ КОСТЯНТИНОВИЧ, UA, ГАРГІН ВЛАДИСЛАВ ГЕРАСИМОВИЧ, UA, РУСІНОВА НАТАЛІЯ ОЛЕКСАНДРІВНА, UA, ЗАКОРА АНАТОЛІЙ ПЕТРОВИЧ, UA, ІСОНКІН ОЛЕКСАНДР МИХАЙЛОВИЧ, UA

(56) UA 10503, A, 25.12.1996

UA 34174, C2, 15.02.2001

UA 57472, C2, 16.06.2003

SU 1053447, A1, 30.06.1993

SU 961281, A1, 30.06.1993

2

SU 1729086, A1, 27.11.1995

RU 93053306, A, 30.04.1995

(57) 1. Алмазний полікристалічний композиційний матеріал, що містить оболонку, в якій розміщено як вуглецевий матеріал алмаз і метали, який **відрізняється** тим, що оболонка виконана з тугоплавкого металу, як метали містить кобальт та нікель і додатково - карбіди тугоплавких металів, при наступному співвідношенні компонентів, мас. % :

алмаз	83-91
кобальт	4-7
нікель	1-5
карбіди тугоплавких металів	2-4.

2. Алмазний полікристалічний композиційний матеріал за п. 1, який **відрізняється** тим, що товщина оболонки складає 0,02-0,15 мм.

3. Алмазний полікристалічний композиційний матеріал за п. 1, який **відрізняється** тим, що алмаз має розміри частинок 20-100 мкм.

4. Алмазний полікристалічний композиційний матеріал за п. 1, який **відрізняється** тим, що вуглецевий матеріал додатково містить стучений графіт в кількості 1-2 мас. %.

Винахід стосується області одержання полікристалічних матеріалів, а саме композиційних матеріалів на основі алмазу, отриманих шляхом спікання вуглецевого матеріалу і металів в умовах високих тиску й температури і може бути використаний переважно для виготовлення бурового інструменту.

Є дані по отриманню надтвердого композиційного матеріалу з підвищеною зносостійкістю [див. заявка РФ №92007535/33, МПК C04B35/58, опубл.10.02.1995] з мікропорошків кубічного нітриду бора і тугоплавкого металу, шляхом їхньої сумісної обробки у випаровуваннях галогену при 950-1150°C з наступним холодним пресуванням суміші та розміщенням в оболонці з алюмінію або сплавів алюмінію з додаванням лужних, лужно-земельних та/або перехідних металів.

Використання оболонки з низькою температурою плавлення згідно вищезазначених даних не-

можливе, оскільки отримання матеріалу, що заявляється, здійснюється в умовах високих тисків при температурах 1700-2000K.

Найбільш близьким за технічною суттю до пропонуваного матеріалу є алмазний полікристалічний композиційний матеріал [див. патент РФ №1413874, МПК 6 C01B31/06, H01L39/12, опубл.27.09.1999р.] отриманий шляхом дії тиском та температурою на шихту, що містить вуглецевий матеріал та метали-каталізатори (алюміній та ніобій), яку розміщено в оболонку з графіту. В даному випадку з метою забезпечення надпровідних властивостей вуглецевий матеріал беруть у стехіометричному співвідношенні атомів вуглецю до атомів алюмінію, а ніобію - у кількості 4 атомів на 1 моль з'єднання  $Al_4C_3$ , що утворюється.

Недоліком отриманого за прототипом матеріалу є його недостатня міцність та зносостійкість,

(13) C2

(11) 85319

(19) UA

так як завданням прототипу було отримання надпровідного матеріалу.

В основу винаходу покладено завдання такого вдосконалення складу алмазного полікристалічного композиційного матеріалу, при якому, завдяки виконанню оболонки з тугоплавкого металу і вибору пропонованих металів і їхнього співвідношення забезпечується такий технічний ефект, як однорідність дрібнозеренної структури спеченого композиту, а за рахунок вибору товщини оболонки здійснюється надійне кріплення матеріалу в інструменті, наприклад буровому. Використання як матеріалу оболонки тугоплавких металів, таких як Та, Nb та ін. обумовлено тим, що після спікання оболонка та розташований у ній вуглецевий матеріал, метали та добавки, являють собою одне ціле, за рахунок чого збільшується міцність отриманої вставки та при закріпленні вставок із зазначеного матеріалу полегшується процес паяння, так як оболонка змочується припоями, що використовуються, при цьому виключається процес металізації вставок. Окрім цього при спіканні, наприклад вставок бурового інструменту із зазначеного матеріалу, в графітових багатопозиційних комірках високого тиску виключається утворювання алмазу навколо зразка з матеріалу та виникнення дефектів його форми; за рахунок того, що алмаз має розміри частинок 20-100мкм, порошки мають необхідну абразивну стійкість, згідно ДСТУ 3292-95, добре спікаються та, відповідно, матеріал буде мати високу міцність; а за рахунок того, що вуглецевий матеріал додатково містить спучений графіт в кількості 1-2мас.%, забезпечується глушення процесу формування мікротріщин і, як наслідок, підвищується міцність отриманого алмазного полікристалічного композиційного матеріалу.

Означене завдання вирішується тим, що у алмазному полікристалічному композиційному матеріалі, що містить оболонку, в якій розміщено як вуглецевий матеріал алмаз і метали, згідно винаходу оболонка виконана з тугоплавкого металу, як метали він містить кобальт та нікель і додатково - карбіди тугоплавких металів, при наступному співвідношенні компонентів, мас. %:

алмаз	83-91
кобальт	4-7
нікель	1-5
карбіди тугоплавких металів	2-4,
при цьому товщина оболонки складає	0,02-0,15мм,

алмаз має розміри частинок 20-100мкм, а вуглецевий матеріал додатково містить спучений графіт в кількості 1-2мас. %.

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

Відомо, що високий рівень фізико-механічних властивостей полікристалу визначається наявністю неперервного каркасу алмазних часток та, в першу чергу, з формуванням зв'язку алмаз - алмаз та з утворенням високостійкої зеренної структури. Основну роль у формуванні зв'язку алмаз-алмаз належить пластичній деформації алмазних частинок під дією високого тиску та температури. При цьому формування мік алмазних границь визначається, головним чином, розвитком масопе-

реносу в місцях взаємного мікроіндентування зерен. Такі добавки як кобальт та нікель, при спіканні в межзеренних проміжках виконують роль технологічного середовища, в якому відбувається взаємодія в системі алмаз-добавка і проходить процес перекристалізації через рідку фазу, джерелом якої є кобальт та нікель. Це призводить до виникнення зв'язків алмаз-алмаз і підвищення міцності матеріалу. Введення кобальту та нікелю збільшує в'язкість матеріалу (зменшує його крихкість) та, відповідно, міцність. Крім цього, сплав кобальта з нікелем, в умовах високих тиску та температур, краще змочує алмазні зерна, ніж тільки кобальтом - це чітко видно на структурі отриманого зразка з матеріалу. Введення тугоплавких карбідів, таких як WC, також сприяє збільшенню міцності, внаслідок утворення розчинів WC-Co, аналогічно процесу, що протікає у твердих сплавах типу ВК 15, ВК 20. Це сприяє заглушенню процесів формування мікротріщин в міжзеренних проміжках.

Одержання дрібнозеренної структури забезпечується за рахунок додаткового введення в вуглецевий матеріал спученого графіту. В умовах високих тисків та температур та наявності таких розчинників, як Со та Ni, спучений графіт переходить в алмаз. Його відмінною рисою є утворення більшої кількості центрів кристалізації, що приводить до отримання дрібнозеренної структури. Окрім цього спучений графіт переходить в алмаз при більш низьких тисках порівняно зі звичайним графітом.

Приклади конкретної реалізації винаходу наведено у таблиці (додається).

Для випробування міцності були одержані зразки діаметром 5мм та висотою 5мм. Зразки були спечені в апараті високого тиску типу тороїд з діаметром центрального заглиблення 30мм. Для виготовлення зразків алмазного полікристалічного композиційного матеріалу було відпресовано багатопозиційні комірки-нагрівачі, з графіту діаметром 18мм та висотою 6мм з циліндричними отворами діаметром 5мм. В циліндричних отворах розміщували оболонку з тугоплавкого металу ніобію товщиною 0,1мм. При використанні оболонки товщиною менш, ніж 0,02мм в процесі спікання алмазні зерна можуть проникати крізь неї, внаслідок чого утворюються окремі ділянки, що залишаються непроросленими при паянні вставок в корпус інструмента. Оболонку товщиною більше, ніж 0,15мм недоцільно використовувати внаслідок зменшення діаметра вставок із матеріалу, що отримується та наявності більшої кількості матеріалу низької зносостійкості. Попередньо виготовляли суміш з металів кобальта, нікелю та карбіду тугоплавкого металу WC. Отриману суміш змішували з алмазним порошком зернистістю 160-125. Доцільно використовувати алмазні порошки зернистістю 20-100мкм, зазначений розмір зерен є оптимальним, тому, що матеріал має необхідну абразивну стійкість та добре спікаються. Шихту, отриману з алмазів, Со, Ni та WC засипали в оболонку з Nb та розміщували в комірці високого тиску. Спікання здійснювали при тиску 8 ГПа, температурі 1900 К та тривалості нагрівання 90с.

Приклад 1

Описаним способом виготовили зразки алмазного полікристалічного композиційного матеріалу, що містить мас. %:

алмаз	87
кобальт	6
нікель	4
карбіди тугоплавких металів	3.

Отримали зразки полікристалічного композиційного матеріалу на основі алмазу в оболонці з тугоплавкого металу діаметром 5мм та висотою 5,2мм. В подальшому було проведено шліфовку зразків з матеріалу вільним абразивом для отримання плоскопаралельних площин їх торців для виключення похибок при вимірюванні їх міцності. На розривній машині зусиллям до 50кН було проведено випробування міцності отриманих зразків в кількості 10шт. при одноосному статистичному стисканні. Довірчий інтервал величини міцності при коефіцієнті надійності 0,95 не перевищував 0,2ГПа. Результати випробувань наведено в таб-

лиці. В подальшому в шихту додатково вводили спучений графіт.

Як видно з таблиці, приклад 1, використання пропонованого винаходу дає можливість підвищити міцність матеріалу, але використання оболонки товщиною 0,1мм за п.2 та алмазу з розміром частинок 40-28мкм за п.3 дозволяє підвищити міцність матеріалу до міцності зразків з твердого сплаву ВК 20, ВК 15 - приклади 2-8 таблиці (див. таблицю). Приклади 9-10 наведено для тих випадків, які стосуються п. 4 формули винаходу. Приклади 11-18 за межами заявлених ознак.

Вміст добавок металів кобальту та нікелю вище верхньої границі, призводить до виплавлення їх розчинів з оболонки. Вміст добавок WC та спученого графіту вище верхньої границі, приводить до виникнення дефектів в зразках матеріалу у вигляді тріщин, сколів та т.п. Вміст добавок кобальту, нікелю, WC та спученого графіту, згідно нижньої границі, призводить до зменшення міцності.

Таблиця

Об'єкт випробувань	№ п/п	Товщина оболонки, мм	Розмір частинок алмазу	Склад суміші з порошку алмазу та добавок, % (по масі)					Міцність, ГПа	Примітки
				Порошок алмазу	Co	Ni	WC	C <sub>спуч</sub>		
Матеріал за винаходом, що заявляється	1	0,2	160-125	87	6	4	3	-	28	
	2	0,1	40-28	85,5	6	4	3	1,5	35	
	3	0,1	40-28	86,5	7	4	3	1,5	36	
	4	0,1	40-28	87,5	4	4	3	1,5	34	
	5	0,1	40-28	84,5	6	5	3	1,5	36	
	6	0,1	40-28	86,5	6	3	3	1,5	33	
	7	0,1	40-28	84,5	6	4	4	1,5	33	
	8	0,1	40-28	86,5	6	4	2	1,5	33	
	9	0,1	40-28	86	6	4	3	1	35	
	10	0,1	40-28	85	6	4	3	2	35	
	11	0,1	40-28	83,5	8	4	3	1,5		Виплавлення Co – Ni
	12	0,1	40-28	88,5	3	4	3	1,5	24	Низька міцність
	13	0,1	40-28	83,5	6	6	3	1,5		Виплавлення Co – Ni
	14	0,1	40-28	88,5	6	0,5	3,5	1,5	20	Низька міцність
	15	0,1	40-28	83,5	6	4	5	1,5		Виникнення тріщин
	16	0,1	40-28	87,5	6	4	1	1,5	24	Низька міцність
	17	0,1	40-28	82	7	5	4	2		Виникнення дефектів
	18	0,1	40-28	92	4	1	2	1,0	24	Низька міцність
Прототип	19								22	