

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ
СОБСТВЕННОСТИ

(19) ВУ (11) 10833

(13) С1

(46) 2008.06.30

(51) МПК (2006)

В 24D 17/00

(54)

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ АБРАЗИВНОГО ИЗДЕЛИЯ

(21) Номер заявки: а 20050551

(22) 2005.06.02

(43) 2007.02.28

(71) Заявитель: Белорусский национальный технический университет (ВУ)

(72) Авторы: Ковалевский Виктор Николаевич (ВУ); Витязь Петр Александрович (ВУ); Гордеев Сергей Константинович (РУ); Фомихина Ирина Викторовна (ВУ); Жук Андрей Евгеньевич (ВУ); Григорьев Сергей Владимирович (ВУ); Сачава Дмитрий Григорьевич (ВУ)

(73) Патентообладатель: Белорусский национальный технический университет (ВУ)

(56) RU 2147508 С1, 2000.

ВУ а 20000996, 2002.

RU 2198780 С2, 2003.

RU 2147509 С1, 2000.

RU 2131805 С1, 1999.

RU 2036779 С1, 1995.

RU 2064399 С1, 1996.

EP 0064043 А3, 1982.

EP 0118225 А3, 1984.

(57)

Способ получения абразивного изделия, при котором активируют в плазме тлеющего разряда поверхность алмазных кристаллов разного размера, наносят на них многослойное покрытие из смеси кремния и углерода магнетронным распылением, при этом первый слой толщиной до 10 нм термообработывают с использованием плазмы тлеющего разряда, после чего наносят второй слой толщиной 120-160 нм, затем наносят слой графита в количестве 16 % от массы алмазных кристаллов, приготавливают шихту смешиванием полученных алмазных кристаллов, карбида кремния и кремния в следующем соотношении, мас. %:

алмазные кристаллы	46,4-58,1
карбид кремния	23,3-28,4
кремний	18,6-25,2,

формируют пористую заготовку из полученной шихты и термообработывают заготовку в вакууме путем реакционного спекания в засыпке.

Изобретение относится к области получения сверхтвердых абразивных материалов, а более конкретно к алмазосодержащим композитам, и может найти применение при изготовлении абразивного и режущего инструмента.

Известен способ получения абразивного материала [1], включающий формование заготовки из алмазного порошка или шихты, состоящей из алмаза и карбида кремния, последующую термообработку в среде углеродосодержащего газа для получения полуфабриката в виде композита, содержащего зерна алмаза, углерод и карбид кремния, и пропитку полученного полуфабриката жидким кремнием при давлении ниже 1000 мм рт.ст. Способ позволяет получить абразивное изделие заданных размеров и формы с высокой прочностью и минимальной механической обработки. Изделие, полученное известным способом,

ВУ 10833 С1 2008.06.30

ВУ 10833 С1 2008.06.30

представляет собой практически беспористый материал, состоящий из зерен алмаза, карбида кремния и кремния, равномерно распределенных в объеме изделия. Способ позволяет получать инструмент с использованием алмазных зерен большого размера, обеспечивающих высокую абразивную стойкость.

Износостойкость такого материала недостаточно высокая, что уменьшает ресурс инструмента.

Прототипом заявляемого способа является способ получения абразивного изделия [2], включающий стадию формования пористой заготовки из шихты, содержащей смесь алмазных кристаллов с отличающимися друг от друга размерами, последующую термообработку заготовки в вакууме и пропитку ее жидким кремнием. Композит алмаз - карбид кремния, получают формованием пористой (30-60 об. %) заготовки из алмазосодержащей шихты (величина пористости определяется процессами пропитки жидким кремнием), осуществляют ее термообработку для образования полуфабриката, состоящего из алмаза и углерода, полученного за счет графитации алмаза с уменьшением массового содержания алмаза не более чем на 50 мас. %, пропитывают полученный полуфабрикат жидким кремнием, что приводит к взаимодействию кремния и графитоподобного углерода с образованием карбида кремния.

К недостаткам способа относятся большие потери алмаза (до 50 мас. %) за счет графитации при повышенных температурах и химического взаимодействия углерода и жидкого кремния с образованием карбида кремния и присутствие свободного кремния в структуре композита, что влияет на прочность и износостойкость абразивного изделия. Например, в процессе работы абразивного инструмента алмазные частицы нагреваются до 1000 °С, а при этой температуре алмаз превращается в графит. На воздухе при 620 °С и выше алмаз сгорает, окисляясь до СО. Поэтому для работы в окислительной среде при высоких температурах требуется защита поверхности алмаза.

Задачей настоящего изобретения является устранение потерь алмаза и уменьшение содержания свободного кремния, создание защитного покрытия поверхности алмаза, что позволит повысить стойкость алмаза к окислению и графитации, улучшить физико-механические свойства и износостойкость абразивного изделия, увеличить его ресурс.

Поставленная задача достигается тем, что в способе получения абразивного изделия, при котором активируют в плазме тлеющего разряда поверхность алмазных кристаллов разного размера, наносят на них многослойное покрытие из смеси кремния и углерода магнетронным распылением, при этом первый слой толщиной до 10 нм термообработывают с использованием плазмы тлеющего разряда, после чего наносят второй слой толщиной 120-160 нм, затем наносят слой графита в количестве 16 % от массы алмазных кристаллов, готовят шихту смешиванием полученных алмазных кристаллов, карбида кремния, кремния в следующем соотношении, мас. %:

алмазные кристаллы	36,4-58,1
карбид кремния	23,3-28,4
кремний	18,6-25,2,

формируют пористую заготовку из полученной шихты и термообработывают заготовку в вакууме путем реакционного спекания в засыпке.

Заявляемый способ обеспечивает получение абразивного изделия, обладающего высокой абразивной способностью за счет крупных алмазных зерен, износостойкостью матрицы за счет мелких частиц алмаза. В процессе прессования кристаллов алмаза со слоистым покрытием из смеси атомов кремния и углерода происходит перегруппировка кристаллов алмаза с размещением более мелких кристаллов в зазорах между крупными. Между кристаллами алмаза равномерно размещается свободный кремний. При обработке плазмой тлеющего разряда и нагреве до температуры 680 °С в тонком (10 нм) покрытии между кремнием и углеродом протекает реакция с образованием карбида кремния. При этом высокая теплопроводность кристаллов алмаза приводит к формированию аморфной структуры SiC.

ВУ 10833 С1 2008.06.30

Термообработка (реакционное спекание) протекает при температуре 1550 °С. При нагреве в интервале 680-850 °С протекает химическое взаимодействие кремния и углерода в покрытии с образованием карбида кремния, что предотвращает графитацию алмаза при температуре свыше 1000 °С. При 1550 °С происходит растворение углерода в жидком кремнии. Одновременно на поверхности твердого алмаза из раствора, содержащего кремний и углерод, образуется вторичный карбид кремния. Если в состав шихты вводится порошок карбида кремния (первичный), то он образует дополнительные центры формирования вторичного карбида кремния. В процессе реакционного спекания расстояние между твердыми фазами (кристаллами алмаза) не изменяется, спекание идет без усадки.

В зависимости от назначения и требуемых свойств абразивного изделия готовится шихта, в состав которой входят микро- или шлифпорошки алмаза с отличающимися размерами. Поверхность исходных алмазных кристаллов активизируется обработкой в плазме тлеющего разряда, наносят тонкопленочное покрытие из смеси кремния и углерода толщиной 10 нм. Покрытие термообрабатывается нагревом с обработкой плазмой тлеющего разряда до образования карбида кремния с аморфной структурой. Авторами установлено, что смесь атомов кремния и углерода, наносимая испарением композиционного катода, вступает в реакцию в вакууме при 680 °С. Эта температура обеспечивается нагревом и обработкой плазмой тлеющего разряда. Малая толщина покрытия и высокая теплопроводность кристаллов алмаза формируют карбид кремния с аморфной структурой. Затем наносят покрытие из смеси атомов кремния и углерода. Алмазы с покрытием тщательно перемешивают с порошком кремния или кремния и первичного карбида кремния.

В шихту вводят технологическую добавку - фенолформальдегидную смолу - и прессуют в металлической пресс-форме при относительно низких для спекания карбида кремния давлениях.

Полученные результаты позволяют заключить, что заявляемое решение обеспечивает создание абразивного изделия на основе кристаллов алмаза с тонким наноструктурным аморфным бездефектным слоем из карбида кремния, обладающего высокой прочностью, и карбидокремниевой матрицей. В структуре материала отсутствуют свободные углерод и кремний, отсутствуют потери массы кристаллов алмаза, а находящийся в оболочке карбида кремния алмаз обладает высокой термостабильностью вплоть до температур 1600 °С при отсутствии графитации алмаза.

Примеры реализации:

Пример 1.

Приготавливали шихту из смеси алмазного порошка марки АСМ 14/10 и АСМ 50/63 (ГОСТ 9206-80) со средним размером частиц 12 мкм и 56 мкм с соотношением 50/50 мас. %, порошка карбида кремния марки СФР с размером частиц 0,56...0,64 мкм (фирмы "Stark"), кремний с содержанием примесей менее 0,08 мас. %. Поверхность кристаллов алмаза активировали путем обработки в магнетронной распылительной системе в плазме тлеющего разряда в режимах: $U = 1250$ В, $I = 0,15$ А, время 300 с, а затем наносили тонкопленочное (10 нм) покрытие, состоящее из атомов кремния и углерода в режимах: ток $I = 2,5$ А, давление $P = 0,5$ Па и расстояние от катода до подложки $l = 150$ мм в течение 900 с.

Полученное покрытие обрабатывали плазмой тлеющего разряда с нагревом до температуры 680 °С в течение 600 с, что формировало карбид кремния аморфной структуры. Затем наносили покрытие из смеси атомов кремния и углерода толщиной 120-160 нм в режимах напыления в течение 1,5 часа, а на этот слой наносили слой графита в пропорции 16 % от массы алмаза толщиной 140 нм.

Устанавливали соотношение компонентов в шихте по массе: кристаллы алмаза со слоистым покрытием/карбид кремния/кремний соответственно 36,4/28,4/25,2. В полученную смесь вводили технологическую связку, например 25 %-ный спиртовой раствор фе-

BY 10833 C1 2008.06.30

нолформальдегидной смолы СФ-010А (ГОСТ 18094-80). Полученную шихту тщательно перемешивали и дважды перетирали через сито с размером ячейки 1 мм, формируя гранулы.

Осуществляли холодное прессование в стальной пресс-форме навески шихты для формования образцов диаметром 10 мм и высотой 10 мм до плотности 1,48 г/см² при давлении 200 МПа. Сформованная смесь выдерживалась на воздухе при постоянной влажности и комнатной температуре в течение 10 ч с последующей сушкой при $t = 70\text{ }^{\circ}\text{C}$ и отверждением при $t = 150\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение 10 ч. Полученная заготовка имела пористость 16 об. %.

Термообработку (реакционное спекание) проводили при вакуумировании (давление 5×10^{-5} мм.рт.ст.) в засыпке (кремний 29,3 мас. %, алюминий 9,6 мас. %, бор 2 мас. %, нитрид кремния - остальное), в графитовом контейнере при 1550 °С в течение 1,5 ч.

Конечное изделие состояло из мелких и крупных кристаллов алмаза, связанных карбидокремниевой матрицей.

Пример 2.

Способ осуществляли в условиях примера 1. Отличие состоит в том, что использовали шихту с соотношением компонентов по массе: кристаллы алмаза/кремний/углерод соответственно 58,1/23,3/18,6 слоистое покрытие состояло из аморфного слоя SiC толщиной 10 нм, двух слоев кремния и углерода толщиной 140 нм и углерода (графита) толщиной 160 нм. Полученная заготовка имела пористость 14 об. %. Изделие состояло из мелких и крупных кристаллов алмаза, связанных карбидокремниевой матрицей.

Полученные изделия и изделие, изготовленное по способу [2], прошли испытания в режиме правки абразивных кругов типа ПП600×65×305 14А25ПСМ26К5. Режим правки $V_{кр} = 35$ м/с, $S_{пр} = 0,8$ м/мин, $S_{п} = 0,02$ мм/ход, где $V_{кр}$ - скорость вращения абразивного круга, $S_{пр}$ - скорость продольной подачи образца, $S_{п}$ - скорость поперечной подачи образца. Правка осуществлялась при охлаждении 3 % содовой эмульсией. В процессе испытаний определяли относительный расход алмазов. Результаты испытаний представлены в таблице.

Абразивное изделие	Относительный расход алмаза %
Пример 1	0,26
Пример 2	0,34
Прототип	0,53

Как видно из таблицы, полученные материалы обладают хорошей абразивной способностью, по сравнению с прототипом отсутствуют потери алмаза при граффитации.

Кроме того, в опытных образцах, полученных по примерам 1 и 2, исходное содержание алмазов значительно ниже, т.е. отмечается экономия алмаза.

Заявляемое абразивное изделие может найти широкое применение в наиболее жестких условиях работы, таких как бурение твердых пород, правка алмазных и абразивных кругов.

Источники информации:

1. Патент РФ 2064399, МПК В 24D 18/00, 1996.
2. Патент РФ 2147508, МПК В 24D 17/00, 2000.