

УДК 621.762

АЛМАЗОСОДЕРЖАЩИЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ ОТРЕЗНОГО ИНСТРУМЕНТА НА ОСНОВЕ ЖЕЛЕЗНОГО ПОРОШКА

Колосова Т. М., Сорокин В. К., Костромин С. В., Беляев Е. С.

ФГБОУ ВПО «Нижегородский государственный технический университет им. Р. Е. Алексеева», Нижний Новгород, Россия (603950, Нижний Новгород, ул. Минина, 24) e-mail:sergeynn@mail333.com

В статье приведены данные по выбору оптимального состава и разработке технологии изготовления листовых композиционных материалов, предназначенных для изготовления отрезных кругов. Предложены алмазосодержащие композиции на основе смеси порошков Fe-Cu-Ni. Комплекс исследований включал определение технологических свойств порошков, физико-механических характеристик материалов по стандартным методикам, изучение структуры образцов. Структурные исследования проводились методами металлографии, рентгенографии, электронной микроскопии на просвет и растровой электронной микроскопии. Оптимизация технологических факторов проводилась с помощью построения математической модели второго порядка с использованием симметричных композиционных планов Бокса-Бенкина. Проведены испытания изготовленного инструмента в условиях сквозного абразивного резания пластин кремния.

Ключевые слова: порошковая металлургия, алмазосодержащие материалы, отрезной инструмент, структура и свойства порошковых материалов.

DIAMONDCUTTING TOOL MATERIALS BASED ON IRON POWDER

Kolossova T. M., Sorokin V. K., Kostromin S. V., Belyaev E. A.

Nizhny Novgorod State Technical University n.a. R. E. Alekseev, Nizhny Novgorod, Russia (603950, Nizhny Novgorod, Minina 24) e-mail:sergeynn@mail333.com

The article presents data on the composition and selection of the optimal development of manufacturing sheet metal composite materials for the manufacture of cutting discs. Proposed diamond composition based on a mixture of powders Fe-Cu-Ni. Complex study included determination of the technological properties of powders, physical and mechanical properties of materials by standard techniques to study the structure of the samples. Structural studies were carried out by methods of metallography, X-ray, electron microscopy in transmission and scanning electron microscopy. Optimization of the factors was performed using a mathematical model of the second order with the use of symmetric composite designs Box-Benkin. The tests made in the instrument through the abrasive cutting silicon wafers.

Key words: powder metallurgy, diamond materials, cutting tools, structure and properties of powder materials.

Введение

Одним из перспективных направлений порошковой металлургии является получение инструмента, предназначенного для резания пластин из твердых неметаллических материалов на элементы. С 80-х годов XX века для такого резания применяются алмазосодержащие круги на бронзовых связках, эффективные при несквозном прорезании. В связи с распространением гибких автоматизированных производств (ГАП) поставлена задача сквозного резания пластин из полупроводниковых материалов, при этом значительно усложняется работа алмазных инструментов. В новой технологии разделения к отрезным кругам предъявляются повышенные требования по механическим и эксплуатационным свойствам, поэтому создание алмазметаллических материалов, инструменты из которых обладают высокой стойкостью и увеличенным ресурсом работы, является целью данной работы.

Отмечено [2], что метод порошковой металлургии обеспечивает равномерное распределение и прочное удержание зерен во всем объеме алмазосодержащего слоя, точную форму и размеры, высокую износостойкость инструмента. При этом прокатка является перспективным направлением в получении отрезных кругов малой толщины. Показано [3], что физико-механические свойства алмазосодержащих материалов определяются совокупным действием многих факторов, таких как концентрация и размер частиц алмазного микропорошка, состав и структура связки, толщина и технология получения материалов и др. Однако сведения, касающиеся влияния алмазного наполнителя на механические характеристики и эксплуатационные свойства отрезных кругов, противоречивы. Поэтому при исследовании алмазосодержащих материалов и решении оптимизационных многофакторных задач целесообразно применять методы математического планирования экспериментов, которые дают возможность получить желаемый результат кратчайшим путем.

Фактором, в значительной форме определяющим стойкость алмазного инструмента, является выбор связки. Связка должна обладать некоторой хрупкостью, чтобы обеспечивать своевременное вскрытие новых зерен алмаза во избежание засаливания режущей кромки инструмента, и наряду с этим иметь хорошие упругие характеристики, высокую пластичность и ударную вязкость для обеспечения нормального процесса резания. Необходимым комплексом свойств обладают материалы, структура которых представляет собой мягкую матрицу с равномерно распределяемыми в ней дисперсными частицами твердых, хрупких фаз. Требуемую структурную композицию можно создать методами термической, термомеханической обработки и др. Примером являются алмазосодержащие материалы на бронзовых связках, получаемые прокаткой смеси порошков с последующей термомеханической обработкой [4]. В этой связи представляют интерес материалы системы никель-медь-железо, имеющие переменную растворимость в твердом состоянии и способные к упрочняющей термообработке [5]. Широкие возможности упрочнения открывают также использование связок на основе железа. Перспективным для повышения стойкости отрезных кругов является применение методов поверхностной обработки, таких как химико-термическая обработка и ионная имплантация. Однако при исследовании материалов на основе более тугоплавких по сравнению с медью металлов следует учитывать, что температура спекания алмазосодержащих композиций лимитирована температурой графитизации алмазов. Многочисленными исследованиями установлено [1], что графитизация алмаза при нагреве в вакууме в интервале 500–900 °С является процессом каталитического фазового превращения алмаза в графит под действием кислорода, поэтому температура начала графитизации определяется наличием кислорода в зоне контакта с алмазом.

Аналогичное влияние на графитизацию алмаза оказывает любая химически взаимодействующая с алмазом среда, в частности химически активные карбидообразующие металлы. Поэтому является необходимым исследовать структурообразование и физико-механические свойства алмазосодержащих материалов на основе никеля и железа при компактировании и термомеханической обработке в условиях ограниченных температур спекания.

Материалы и методы исследования

Объектом исследования служили алмазосодержащие материалы в виде пластин, которые изготавливались по следующей технологической схеме:

1. Смешивание порошков в течение 6 часов с «ершами» в баночном смесителе.
2. Холодная прокатка смесей в пластины толщиной 0,35 мм.
3. Спекание сформованных смесей в атмосфере осушенного водорода.
4. Проведение двух циклов термомеханической обработки «уплотняющая прокатка – изотермическая выдержка». Степень деформации при первой и второй уплотняющих прокатках составляла 60 и 40 %. Охлаждение материалов производилось в контейнере на спокойном воздухе.
5. Третья уплотняющая прокатка (степень деформации 33 %).
6. Закалка на пересыщенный твердый раствор. Охлаждение контейнера производилось водно-воздушной эмульсией.
7. Четвертая уплотняющая прокатка (степень деформации 33 %).

В ряде случаев заключительной операцией обработки являлось старение при температурах от 450 до 750 °С в течение 1–4 ч температура спекания материалов составляла от 650 до 1100 °С, время выдержки – от 15 мин до 4 ч. Режим изотермически выдержек: $T = 800\text{--}850\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\tau = 2\text{--}3\text{ ч}$.

Комплекс исследований включал определение технологических свойств порошков, физико-механических характеристик материалов по стандартным методикам, изучение структуры образцов. Структурные исследования проводились методами металлографии, рентгенографии, электронной микроскопии на просвет и растровой электронной микроскопии.

Результаты исследования и обсуждение

Одними из направлений исследований является выбор оптимальных составов матриц – связок для алмазосодержащих материалов на железной основе. Задачей являлось изучение формирования структуры и физико-механических свойств, при компактировании и термомеханической обработке, в условиях пониженных температур спекания сплавов на основе железа различных составов. Показано, что наибольшие значения механических

характеристик достигают при температурах спекания 800–810 °С при выдержках 1–3 ч. Однако структура материалов, спекаемых при этих температурах менее двух часов, сильно гетерогенна – выявляются неспеченные частицы меди и никеля; сохраняются исходные зерна и видны мелкие «язычки» новых рекристаллизованных зерен, развитие процесса рекристаллизации неодинаково в разных участках вследствие неоднородности деформации. Только на образцах Fe-Cu-Sn отмечали завершенность рекристаллизационных процессов после спекания. Это связано с образованием легкоплавкой эвтектики Fe-Sn₂, то есть спекание происходит в присутствии жидкой фазы, что приводит к увеличению межфазных контактов. На основании проведенных исследований был выбран следующий режим спекания T=800–850 °С, τ = 2ч. Металлографические исследования материалов после термомеханической обработки показали, что в процессе спекания, уплотняющих прокаток и изотермических выдержек формируется структура твердого раствора, в которой наблюдаются тонкие включения нерастворившейся меди, вытянутые в направлении прокатки. Наибольшее значение микротвердости после первой и второй уплотняющих прокаток имел сплав состава 95,5 % Fe-3 % Cu – 1,5 % Sn, после третьей прокатки – сплав состава 90 % Fe-5 % Cu-5 % Ni, который показал максимальный уровень микротвердости и при старении. Падение твердости HV материала Fe-Cu-Sn вызвано сильным ростом зерна при изотермической выдержке. Далее изучали возможность применения легированных сталей ПХН13-1 и ПХ18Н15, а также легированного железного порошка, полное растворение которых происходит при температурах спекания выше 1100 °С. Однако для выбранных алмазосодержащих смесей такие высокие температуры спекания неприемлемы вследствие графитизации частиц алмаза, что подтверждается микроструктурным и рентгенографическими анализами. Кроме того, прокатка материалов оказалось затруднена – при уплотнении, начиная с толщины 0,15 мм, появились трещины. Механические свойства материалов, изготовленных на основе легированного железного порошка, также оказалось низкие. Таким образом, использование порошков легированных сталей ПХ13-1 и ПХ15Н15, а также легированного железного порошка марки ПЖН2Д2 в качестве матриц алмазосодержащих материалов нецелесообразно. На основании проведенных исследований матричным составом для алмосодержащих материалов на основе железа был выбран сплав, содержащий 90 % Fe, 5 % Cu 5 % Ni.

Для оптимизации состава использовался метод математического планирования на симплексе. Оптимизация технологических факторов проводилась также посредством планирования экспериментов. Ставилась задача получения моделей второго порядка с использованием симметричных композиционных планов Бокса-Бенкина.

Были получены адекватные при уровне значимости 0,05 математические модели, связывающие свойства алмазосодержащих материалов с их составом и технологическими факторами.

Далее исследовали влияние термомеханической обработки на структуру и свойства алмазосодержащих материалов. Исследования проводили на алмазосодержащих материалах на связках 90 % Fe-5 % Cu-5 % Ni. Установлено, что для обеспечения высоких прочности и твердости необходимо возможно более полное растворение компонентов и образование тройного твердого раствора. Доказано, что формирование тройного твердого раствора растягивается на несколько циклов ТМО. В процессе изотермических выдержек увеличивается степень легирования твердого раствора. Параметр кристаллической решетки наиболее значительно возрастает при первом спекании и далее несколько увеличивается. Показано, что, несмотря на низкие температуры, при использовании четырехкратного цикла «спекание (термическая обработка) – холодная прокатка» возможно достижение у тонколистовых материалов на основе железа толщиной 0,04 мм со 100 %-ой концентрацией алмазного наполнителя АСМ10/7 предела прочности выше 350 МПа после четвертой холодной прокатки. Микротвердость материалов на уровне 2400–2650 МПа обеспечивается после второй холодной прокатки и далее изменяется незначительно. Таким образом, лимитирующим показателем механических свойств является предел прочности при растяжении. Далее показано, что в процессе спекания и изотермических выдержек алмазосодержащих материалов на основе железа при температурах 800 °С и выше происходит науглероживание и образование высокодисперсной ферритно-цементитной структуры (содержание углерода близко к эвтектоидному составу). При более высоких температурах (900–1100 °С) алмазы превращаются в графит. Образование Fe₃C приводит к упрочнению ферритной матрицы (микротвердость увеличивается на 1500 МПа) и затрудняет деформирование материала. Поэтому для повышения технологичности изготовления материала порошковую шихту предварительно прокатывали в заготовку толщиной 0,4 мм, спекали при T=800 °С и подвергали холодной уплотняющей прокатке с промежуточными изотермическими выдержками при температуре спекания, причем последнюю выдержку проводили при 850 °С, а окончательную холодную прокатку до толщины 0,04 мм выполняли со степенью деформации 30 %. Таким образом, ТМО позволяет получить алмазосодержащие материалы толщиной 0,04 с плотностью 100 %. При этом предел прочности возрастает с 10 до 380 МПа, микротвердость – с 103 до 2700. Модуль упругости находится на уровне 70–80 ГПа. Наблюдаемое упрочнение связано с уменьшением пористости, совершенствованием межчастичных контактов, формированием твердого раствора, наклепом при деформации, а также, для материала на железной основе, образованием цементитных включений. Для

сравнения ниже даны свойства алмазобронзовых лент: $\sigma_B=244$ МПа, $HV_{0,05}=2500$ МПа, $E=70$ ГПа. Далее показано, что старение при $T=500$ °С приводит к упрочнению алмазосодержащего материала на связке 70 % Ni-25 % Cu-5 % Fe %; оптимальным режимом является выдержка в течение трех часов при температуре 650 °С.

Далее было проведено опробование инструментов в виде отрезных кругов и фрактографические исследования. Показано, что при сквозном абразивном резании пластин кремния толщиной 0,5 мм, закрепленных на вакуумном столе станка, с помощью пластмассового спутника-носителя с адгезионной пленкой, диски на связках оказались не работоспособны вследствие их низкой прочности – 117–250 МПа. Разрушающая скорость подачи станка составила 35 мм/с. У кругов, изготовленных из смесей порошков железа и алмаза, происходило хрупкое разрушение режущей кромки при резании с величиной подачи 40 мм/с. Фрактографические исследования этих материалов показали, что в изломе встречаются участки квазискола, размер которых достигает толщины круга, что позволяет говорить о межзеренном характере разрушения и пониженной вязкости. Инструменты на связках 90 % Fe-5 % Ni-5 % Cu работоспособны при скорости подачи 60–70 мм/с, величина радиального износа составляет 0,55–0,61 мкм на тысячу прорезей; материалы имеют вязкий характер разрушения. Далее доказано, что при испытаниях на перегиб по ГОСТ 13813-68 при радиусе изгиба 5 мм образцы выдерживают 70–90 перегибов до разрушения, что позволяет говорить об их пластичности.

Наблюдаемые пластичность и вязкость разрушения материалов обусловлены наличием в их матрице удлиненных прожилок меди, то есть в этом случае металлическая связка представляет собой композиционный материал с волокнистым наполнителем. Таким образом, выбранные составы и режимы изготовления алмазметаллических материалов, с одной стороны, позволяют сохранить достаточное количество алмазных зерен для обеспечения высоких режущих свойств; с другой стороны, приводят к образованию структуры, морфология которой обеспечивает необходимый комплекс механических характеристик.

Выводы

Таким образом, на основе анализа литературных данных, реальных технологических процессов резания твердых неметаллических материалов, опыта производства алмазосодержащих инструментов, использования математического моделирования и проведенного комплекса экспериментальных исследований получены следующие результаты:

1. Установлены функционально-аналитические зависимости физико-механических свойств алмазосодержащих материалов от варьируемых технологических параметров и состава

шихты, позволяющие прогнозировать и получать алмазометаллические тонколистовые материалы с заданным комплексом свойств.

2. Выявлены закономерности изменения физико-механических свойств алмазосодержащих лент в зависимости от химического состава связки, количества и зернистости алмазного наполнителя, технологических режимов изготовления материалов.

3. Оптимизированы составы металлических связок алмазосодержащих тонколистовых материалов на основе железа, обеспечивающие возможность применения упрочняющей термомеханической обработки.

4. Оптимизированы по физико-механическим свойствам режимы термической обработки алмазосодержащих тонколистовых материалов на основе железа и никеля.

5. Установлены закономерности формирования структуры и изменения механических свойств материалов при компактировании и термомеханической обработке в условиях температур спекания, ограниченных температурой графитизации алмазных частиц в контакте с порошками железа, никеля и меди.

6. Изучены структурообразование и свойства алмазосодержащих материалов на основе железа при проведении поверхностной обработки.

7. Разработаны режимы упрочнения тонколистовых алмазосодержащих материалов на связке 90 % Fe-5 %-Ni-5% Cu со 100 %-ой концентрацией алмазного наполнителя зернистостью 10/7 методами карбонитрации, ионного азотирования и ионной имплантации, позволяющие избежать коробления, повысить микротвердость и износостойкость материалов. Проведено промышленное опробование карбонитрации алмазосодержащих материалов на основе железа.

8. Получены алмазосодержащие материалы толщиной 0,04 мм с плотностью 100 % на связке 90 % Fe-5 %-Ni-5 % Cu, обладающие заданным комплексом физико-механических характеристик и структурой, морфология которой является благоприятной для процесса резания.

9. В производственных условиях выпущены опытные партии тонколистовых алмазосодержащих материалов на основе никеля и железа, проведены испытания по сквозному абразивному резанию пластин кремния отрезными кругами, изготовленными из материалов опытных партий, показавшие работоспособность инструментов.

Список литературы

1. Алмазы и сверхтвердые материалы / В. П. Поляков, А. В. Ножкин, Н. В. Чириков: Учебное пособие для вузов. – М.: Metallurgia, 1990. – 327 с.

2. Производство порошкового проката / Под ред. В. К. Сорокина. – М.: ЗАО «Металлургиздат», 2002. – 296 с.
3. Сорокин В. К. Особенности алмазосодержащих смесей порошков и спеченных пластин / В. К. Сорокин, Л. С. Шмелев // *Металлургия*. – 2001. – № 11. – С. 53–54.
4. Сорокин В. К. Изготовление тонких пластин и отрезных кругов с алмазными микропорошками / В. К. Сорокин, Л. С. Шмелев, А. Г. Елизаров // *Сталь*. – 1994. – № 7. – С. 67–69.
5. Сорокин В. К. Применение легированного порошка железа для получения алмазосодержащих листовых материалов / В. К. Сорокин, Т. М. Колосова, А. Г. Елизаров // *Управление строением отливок и слитков: Межвуз. сборник научных трудов*. – Н. Новгород: НГТУ, 1997. – С. 115–117.

Рецензенты:

Леушин Игорь Олегович, д-р техн. наук, профессор, зав. кафедрой «Литейно-металлургические процессы и сплавы» Нижегородского государственного технического университета им. Р. Е. Алексеева, г. Нижний Новгород.

Гаврилов Геннадий Николаевич, д-р техн. наук, профессор кафедры «Материаловедение и технологии новых материалов» Нижегородского государственного технического университета им. Р. Е. Алексеева, г. Нижний Новгород.