

**ОПИСАНИЕ
ИЗОБРЕТЕНИЯ
К ПАТЕНТУ**
(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ
СОБСТВЕННОСТИ

(19) **ВУ** (11) **25003**

(13) **С1**

(45) **2026.08.20**

(51) МПК

В 01J 3/06 (2006.01)

С 30В 29/04 (2006.01)

С 30В 28/02 (2006.01)

(54) **СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ТЕРМОСТОЙКОГО СВЕРХТВЕРДОГО
КОМПОЗИЦИОННОГО МАТЕРИАЛА НА ОСНОВЕ АЛМАЗА
И КАРБИДА КРЕМНИЯ**

(21) Номер заявки: а 20250074

(22) 2025.04.15

(71) Заявитель: Государственное научное учреждение "Объединенный институт машиностроения Национальной академии наук Беларуси" (ВУ)

(72) Авторы: Сенють Владимир Тадеушевич; Валькович Игорь Владимирович (ВУ)

(73) Патентообладатель: Государственное научное учреждение "Объединенный институт машиностроения Национальной академии наук Беларуси" (ВУ)

(56) СЕНЮТЬ В.Т. Спекание композиционных материалов инструментального назначения на основе импактных алмазов в условиях высоких давлений и температур. Весці Нацыянальнай акадэміі навук Беларусі. Серыя фізіка-тэхнічных навук, 2021, т. 66, № 1, с. 47-57.

СЕНЮТЬ В.Т. и др. Изучение влияния состава композитов на основе спеченного импактного алмаза на их износостойкость при обработке карбида кремния. Механика машин, механизмов и материалов, 2021, № 4 (57), с. 63-70.

ЕА 030654 В1, 2018.

RU 2064399 С1, 1996.

RU 2147982 С1, 2000.

(57)

1. Способ получения термостойкого сверхтвердого композиционного материала на основе алмаза и карбида кремния, при котором готовят шихту путем смешивания порошков импактного алмаза с размером зерна 1-100 мкм и карбида кремния с размером зерна до 10 мкм при их массовом соотношении (1-4):1, полученную шихту прессуют и спекают при давлении 4,0-5,5 ГПа и температуре 1650-2100 °С в течение 40-120 с.

2. Способ по п. 1, **отличающийся** тем, что в шихту дополнительно вводят углерод технический в количестве 1-2 мас. % от общей массы шихты и микропорошок кремния зернистостью до 10 мкм в количестве 2,5-5,0 мас. % от общей массы шихты, и/или бор аморфный в количестве 0,5-1,5 мас. % от общей массы шихты.

3. Способ по п. 1 или 2, **отличающийся** тем, что полученную после смешивания порошков шихту подвергают механоактивации в планетарной мельнице в течение 5-10 мин

при энергонапряженности 1-3 Вт/г при соотношении массы размольных тел к массе шихты (8-10):1.

4. Способ по п. 1, **отличающийся** тем, что в шихту дополнительно вводят пластификатор на основе 10 %-го раствора поливинилового спирта.

Изобретение относится к области получения алмазных композиционных сверхтвердых материалов (СТКМ), предназначенных для изготовления лезвийного, правящего и формообразующего инструментов.

Известно [1], что прочность и термостойкость алмазных СТКМ определяются, наряду с технологическими условиями получения, характеристиками исходных алмазных порошков. В частности, порошки синтетического алмаза получают, как правило, с использованием переходных металлов-катализаторов 8 группы (Fe, Co, Ni), которые присутствуют в виде включений в зернах алмазов и снижают прочность и термостойкость СТКМ на их основе. Для повышения свойств алмазных СТКМ и алмазных поликристаллических сверхтвердых материалов (ПСТМ) предлагаются технические решения, не предусматривающие использование каталитически активных металлов.

Известен способ получения алмазного PSTM, который состоит в воздействии высоких давлений и температур на шихту из порошка графита и бора, используемого в качестве активирующей добавки [2]. Недостатком данного способа синтеза является применение давлений свыше 8 ГПа и температур в диапазоне 2100-2500 °С, при этом материал с наиболее высокими характеристиками получают в узком температурном интервале, что усложняет технологию его изготовления.

Известен способ получения PSTM алмаз - кубический нитрид бора (КНБ), заключающийся в воздействии высоких давлений и температур на шихту, состоящую из порошков графита и гексагонального нитрида бора (ГНБ) [3]. Недостатком данного способа также является необходимость использования высоких давлений (порядка 8 ГПа) и температур (2100-2300 °С). Снижение давления и температуры синтеза приводит к неполному фазовому превращению графита и ГНБ в алмаз и КНБ и существенному снижению характеристик материала.

Известен способ получения PSTM на основе КНБ, содержащего алмазы [4]. Способ включает воздействие на шихту, состоящую из ГНБ, КНБ и порошков алмаза, давлением при температуре в области термодинамической стабильности КНБ и алмаза. Указанный способ получения имеет ряд недостатков, связанных с использованием высоких параметров спекания материала и применением катализаторов, ухудшающих качество материала.

Известен способ получения СТКМ на основе синтетического алмаза и карбида кремния, при изготовлении которого не применяют металлы-катализаторы [5]. Недостатками материала являются его повышенная хрупкость и повышенные параметры термобарического спекания.

В то же время известно [6], что применение в качестве исходного материала наноалмазов позволяет наряду с высокой твердостью PSTM на их основе повысить стойкость СТКМ и PSTM к ударным нагрузкам (трещиностойкость) по сравнению с материалами из микро- и крупнозернистых алмазных порошков. Однако достижение высоких физико-механических свойств СТКМ и PSTM на основе наноалмазов связано с усложнением предварительной подготовки порошков наноалмазов и более высокими режимами термобарической обработки, что удорожает их производство [7].

Известен также способ получения термостойкого СТКМ на основе алмаза и карбида кремния. Им является способ получения поликристаллического сверхтвердого материала на основе алмазов [8], в котором используют порошок импактных алмазов с размером зерен в пределах 10-1000 мкм в качестве порошка алмаза и порошок КНБ с размером зерен в пределах 0,5-20 мкм, массовое соотношение порошков алмаза к КНБ в шихте (1-5):1, спе-

кание шихты осуществляют при давлении 5,0-6,0 ГПа и температуре 1850-2100 °С в течение 25-60 с.

Как вариант, для снижения хрупкости и улучшения спекаемости материала в шихту из порошков алмаза и кубического нитрида бора вводят добавки порошка вюрцитного нитрида бора (ВНЕ) в количестве 1-10 мас. %, аморфного бора в количестве 0,5-1,5 мас. % и/или порошка алюминия в количестве 1-5 мас. %.

Указанный способ имеет ряд недостатков. Предлагаемые давления и температуры спекания шихты приводят к ухудшению физико-механических свойств СТКМ из-за его повышенной пористости. Кроме того, снижение давления, как и более высокая температура спекания, способствует обратному превращению КНБ (ВНБ) в ГНБ.

Кроме того, применяемый в качестве добавки КНБ, несмотря на высокую твердость и термостойкость, а также ВНБ с более низкими твердостью и термостойкостью непригодны в качестве добавки для СТКМ и ПСТМ, предназначенных для механической обработки ряда керамических высокотвердых материалов, например, SiC в режиме сухого трения из-за разложения VN и обратного превращения КНБ (ВНБ) в ГНБ, что резко снижает износостойкость материала.

Задачей изобретения является создание способа получения термостойкого СТКМ на основе алмаза, позволяющего повысить его физико-механические свойства и, как следствие, износостойкость СТКМ.

Техническим результатом изобретения является создание СТКМ на основе алмаза с повышенной адгезией алмазных зерен к карбидокремниевой связке, обладающего повышенной химической инертностью и термостойкостью.

Указанная задача решается в способе получения термостойкого сверхтвердого композиционного материала на основе алмаза и карбида кремния, при котором готовят шихту путем смешивания порошков импактного алмаза с размером зерна 1-100 мкм и карбида кремния с размером зерна до 10 мкм при их массовом соотношении (1-4):1, полученную шихту прессуют и спекают при давлении 4,0-5,5 ГПа и температуре 1650-2100 °С в течение 40-120 с.

Для улучшения спекаемости материала и повышения его физико-механических свойств в шихту дополнительно вводят углерод технический в количестве 1-2 мас. % от общей массы шихты и микропорошок кремния зернистостью до 10 мкм в количестве 2,5-5,0 мас. % от общей массы шихты, и/или бор аморфный в количестве 0,5-1,5 мас. % от общей массы шихты.

Кроме того, также для снижения размеров зерен алмаза и карбида кремния, улучшения спекаемости материала и повышения его физико-механических свойств и, как следствие, износостойкости шихту на основе импактного алмаза и SiC подвергают механоактивации в планетарной мельнице в течение 5-10 мин при энергонапряженности 1-3 Вт/г при соотношении массы размольных тел к массе шихты (8-10):1.

Для улучшения прессуемости материала в шихту дополнительно вводят пластификатор на основе 10 %-го раствора поливинилового спирта.

Режимы спекания в условиях высоких давлений и температур, размеры зерен алмаза и карбида кремния, количество вводимых добавок и режимы механоактивации обусловлены следующим.

При увеличении содержания порошка карбида кремния свыше массового соотношения 1:1 к алмазу снижаются физико-механические свойства (твердость) и, как следствие, износостойкость материала, а увеличение доли алмаза к карбиду кремния свыше 4:1 приводит к ухудшению физико-механических характеристик из-за охрупчивания материала.

При использовании в шихте карбида кремния с размером зерна более 10 мкм наблюдается снижение физико-механических свойств (трещиностойкости) материала.

Использование зерен импактного алмаза размером менее 1 мкм удорожает производство СТКМ как из-за возрастания затрат на операцию по измельчению крупных зерен, так

и из-за более высокой стоимости зерен мелких фракций импактного алмаза (вследствие их низкого содержания в алмазосодержащей породе). Использование зерен импактного алмаза размером более 100 мкм снижает физико-механические характеристики (трещиностойкость) СТКМ.

При давлениях спекания менее 4,0 ГПа качество материала недостаточно для его использования в инструменте, а при давлениях свыше 5,5 ГПа возрастает себестоимость изготовления материала.

Спекание при температуре ниже 1650 °С приводит к увеличению времени спекания, что также удорожает производство материала, а нагрев до температур более 2100 °С при указанных давлениях спекания приводит к графитизации импактного алмаза.

Длительность нагрева менее 40 с недостаточна для спекания материала, а нагрев более 120 с не приводит к повышению его физико-механических свойств.

Добавка углерода технического (сажи) в количестве 1-2 мас. % и микропорошка кремния в количестве 2,5-5 мас. % в условиях термобарического спекания приводит к формированию мелкодисперсного карбида кремния по границам зерен алмаза и зерен исходного карбида кремния, что повышает адгезию зерен алмаза и связки и упрочняет СТКМ. Вне указанных пределов снижаются физико-механические характеристики (твердость и трещиностойкость) СТКМ.

При добавлении микропорошка кремния с размером зерна более 10 мкм за время спекания не происходит его полного связывания в карбид, при этом наличие свободного кремния более 5 мас. % приводит к снижению физико-механических свойств СТКМ.

Введение добавки бора аморфного в количестве 0,5-1,5 мас. % улучшает спекаемость СТКМ за счет более интенсивной диффузии, при этом бор взаимодействует с углеродом с образованием высокодисперсного карбида бора и способствует снижению доли лонсдейлита, что также повышает физико-механические свойства материала. Вне указанных пределов количество добавки либо не оказывает влияния на физико-механические свойства СТКМ, либо ведет к их снижению.

При механоактивации с энергонапряженностью менее 1 Вт/г и временем менее 5 мин эффект от механоактивации не проявляется, а при энергонапряженности более 3 Вт/г и времени более 10 мин происходит чрезмерное измельчение зерен алмаза и карбида кремния, что ведет к повышению остаточной пористости в спеченной заготовке СТКМ. Кроме того, в этом случае намот примесей от футеровки и размольных тел ухудшает спекаемость СТКМ и приводит к снижению физико-механических свойств СТКМ.

При соотношении массы размольных тел к массе шихты менее 8:1 эффект от механоактивации недостаточен, а при соотношении более 10:1 снижается объем загрузки шихты, при этом физико-механические свойства СТКМ не повышаются.

Введение в состав шихты пластификатора на основе 10 %-го раствора поливинилового спирта улучшает прессуемость материала заготовки. При осуществлении заявленного способа изобретения возможно прессование цилиндрической прессовки без применения пластификатора на основе 10 %-го раствора поливинилового спирта.

Сущность изобретения иллюстрируется следующими примерами.

Пример 1.

25 г порошка импактных алмазов с размером зерен в диапазоне от 10 до 50 мкм перемешивали в смесителе [9] до получения гомогенной смеси в течение 1 ч с 25 г порошка карбида кремния марки М6 (ГОСТ 26327-84) с размером зерна до 6 мкм при их массовом соотношении 1:1. Затем в шихту добавляли 0,5 г (1 мас. %) углерода технического (сажа) П-803 (ГОСТ 7885-86) и 1,25 г (2,5 мас. %) микропорошка кремния КР-1 (ГОСТ 2169-69) с размером зерна до 10 мкм. После этого полученную шихту перемешивали в смесителе [9] до получения гомогенной смеси в течение 2 ч. Далее в шихту вводили пластификатор на основе 10 %-го раствора поливинилового спирта и прессовали цилиндрические прессовки. Полученные прессовки отжигали для удаления пластификатора и помещали в контейнер из

литографского камня [10]. Снаряженный контейнер с прессовкой устанавливали в аппарат высокого давления "наковальня с углублением" (АВД) [10] и осуществляли спекание под давлением 4,5 ГПа при температуре 1750 °С в течение 60 с. Затем отключали нагрев, давление снижали до атмосферного и извлекали заготовку СТКМ из АВД. Предлагаемым способом была получена партия заготовок, из которых путем шлифования изготавливали круглые плоскопараллельные пластины, которые затем использовали в качестве режущих вставок для механической обработки сплавов цветных металлов (№ 1, таблица).

Пример 2.

33,3 г порошка импактных алмазов с размером зерен в диапазоне от 60 до 100 мкм перемешивали в смесителе [9] до получения однородной смеси в течение 1 ч с 16,7 г порошка карбида кремния марки М10 (ГОСТ 26327-84) с размером зерна до 10 мкм при их массовом соотношении 2:1. Затем в шихту добавили 0,5 г (1 мас. %) бора аморфного марки А ТУ 2112-001-49534204-2003. После этого полученную шихту перемешивали в смесителе [9] до получения однородной смеси в течение 2 ч. Далее в шихту вводили пластификатор на основе 10 %-го раствора поливинилового спирта и прессовали цилиндрические прессовки. Полученные прессовки отжигали для удаления пластификатора и помещали в контейнер из литографского камня [10]. Снаряженный контейнер с прессовкой устанавливали в АВД [10] и осуществляли спекание под давлением 5,5 ГПа при температуре 1900 °С в течение 120 с. Затем отключали нагрев, давление снижали до атмосферного и извлекали заготовку СТКМ из АВД. Получали заготовки СТКМ, которые можно использовать в качестве вставок для инструмента для правки шлифовальных кругов (№ 2, таблица).

Пример 3.

37,5 г порошка импактных алмазов с размером зерен в диапазоне от 60 до 100 мкм перемешивали в смесителе [9] до получения однородной смеси в течение 1 ч с 12,5 г порошка карбида кремния марки М6 (ГОСТ 26327-84) с размером зерна до 10 мкм при их массовом соотношении 3:1. Затем в шихту добавляли 0,5 г (1 мас. %) углерода технического (сажа) П-803 (ГОСТ 7885-86), 1,25 г (2,5 мас. %) микропорошка кремния КР-1 (ГОСТ 2169-69) с размером зерна до 10 мкм и 0,5 г (1 мас. %) бора аморфного марки А ТУ 2112-001-49534204-2003. После этого полученную шихту загружали в барабан механореактора дифференциальной планетарной мельницы "Активатор 2S" [11] объемом 250 мл вместе с размольными стальными шарами диаметром 10 мм при соотношении массы размольных тел к массе шихты 10:1 (масса стальных шаров 523 г). Затем в планетарной мельнице "Активатор 2S" проводили ее механоактивацию с энергонапряженностью 3 Вт/г в течение 10 мин. Далее в механоактивированную шихту вводили пластификатор на основе 10 %-го раствора поливинилового спирта и прессовали цилиндрические прессовки. Полученные прессовки отжигали для удаления пластификатора и помещали в контейнер из литографского камня [10]. Снаряженный контейнер с прессовкой устанавливали в АВД [10] и осуществляли спекание под давлением 4,5 ГПа при температуре 1750 °С в течение 90 с. Получали заготовки СТКМ, которые можно использовать в качестве вставок для камнеобрабатывающего инструмента (№ 3, таблица).

Пример 4.

25 г порошка импактных алмазов с размером зерен в диапазоне от 10 до 50 мкм перемешивали в смесителе [9] до получения однородной смеси в течение 1 ч с 25 г порошка карбида кремния марки М6 (ГОСТ 26327-84) с размером зерна до 6 мкм при их массовом соотношении 1:1. После этого полученную шихту загружали в барабан механореактора дифференциальной планетарной мельницы "Активатор 2S" [11] объемом 250 мл вместе с размольными стальными шарами диаметром 10 мм при соотношении массы размольных тел к массе шихты 8:1 (масса стальных шаров 418 г). Затем в планетарной мельнице "Активатор 2S" проводили механоактивацию с энергонапряженностью 2 Вт/г в течение 5 мин. Далее прессовали цилиндрические прессовки. Полученные прессовки помещали в контейнер из литографского камня [10]. Снаряженный контейнер с прессовкой устанавливали в АВД

[10] и осуществляли спекание под давлением 5,0 ГПа при температуре 1850 °С в течение 100 с. В результате реализации способа получили заготовки, используемые для сверления высокотвердых материалов с твердостью на уровне карбида кремния (№ 4, таблица).

Был получен также поликристаллический сверхтвёрдый материал на основе алмазов по прототипу [8].

Прототип-пример 1.

25 г порошка импактных алмазов с размером зерен в диапазоне от 10 до 50 мкм перемешивали в смесителе [9] до получения однородной смеси в течение 1 ч с 25 г порошка КНБ с размером зерен в диапазоне от 5 до 7 мкм при их массовом соотношении 1:1. Далее в шихту вводили пластификатор на основе 10 %-го раствора поливинилового спирта и прессовали цилиндрические прессовки. Полученные прессовки отжигали для удаления пластификатора и помещали в контейнер из литографского камня [10]. Снаряженный контейнер с прессовкой устанавливали в АД [10] и осуществляли спекание под давлением 5,5 ГПа при температуре 1850 °С в течение 45 с. Затем отключали нагрев, давление снижали до атмосферного и извлекали заготовку поликристаллического сверхтвёрдого материала на основе алмаза из АД (прототип-пример 1, таблица).

Прототип-пример 2.

37,5 г порошка импактных алмазов с размером зерен в диапазоне от 50 до 150 мкм перемешивали в смесителе [9] до получения однородной смеси в течение 1 ч с 12,5 г порошка КНБ с размером зерен в диапазоне от 10 до 20 мкм и порошком ВНБ, взятом в количестве 5 г (10 мас. %) от массы шихты. При этом отношение масс порошков алмазов и КНБ составило 3:1. Далее в шихту вводили пластификатор на основе 10 %-го раствора поливинилового спирта и прессовали цилиндрические прессовки. Полученные прессовки отжигали для удаления пластификатора и помещали в контейнер из литографского камня [10]. Снаряженный контейнер с прессовкой устанавливали в АД [10] и осуществляли спекание под давлением 5,5 ГПа и температуре 2000 °С в течение 45 с. Затем отключали нагрев, давление снижали до атмосферного и извлекали заготовку поликристаллического сверхтвёрдого материала на основе алмаза из АД (прототип-пример 2, таблица).

Данные сведены в таблицу.

Состав шихты, режимы получения и термостойкого СТКМ на основе алмаза и карбида кремния

№ п/п	Соотношение Имп. алмаза / SiC	Соотношение Имп. алмаза /КНБ	Содержание добавок, мас. %				Режим механической активации			Режимы спекания			Свойства СТКМ			
			ВНБ	Si	сажа	бор	Энергонапряженность, Вт/г	Время, мин	Соотн. масс.шары/шихта	Р, ГПа	Т, °С	t,с	*Износостойкость, см ³ /мг	Физико-механические характеристики		
														Трещиностойкость, МПа·м ^{1/2}	Термостойкость, °С	Твердость, НВ
1	1/1	-	-	2,5	1	-	-	-	-	4,5	1750	60	0,021	7,3	~1350	45
2	2/1	-	-	-	-	1	-	-	-	5,5	1900	120	0,025	7,6	~1320	50
3	3/1	-	-	2,5	1	1	3	10	10/1	4,5	1750	90	0,03	7,7	~1300	65
4	1/1	-	-	-	-	-	2	5	8/1	5,0	1850	100	0,024	7,5	~1350	60
прототип - пример 1	-	1/1	-	-	-	-	-	-	-	5,5	1850	45	0,02	7,2	~1270	55
прототип - пример 2	-	3/1	10	-	-	-	-	-	-	5,5	2000	45	0,017	6,9	~1200	53

* Износостойкость при обработке круга шлифовального из карбида кремния марки 63С 100 (ГОСТ 2424-83).

Основные преимущества заявляемого способа получения термостойкого сверхтвёрдого композиционного материала на основе алмаза и карбида кремния следующие (таблица):

1) Материал обладает повышенной износостойкостью при сочетании высоких физико-механических характеристик (твёрдости и трещиностойкости) за счет применения поликристаллических наноструктурных импактных алмазов, а также микропорошков карбида кремния и образующихся при спекании наноструктурных карбидов кремния и бора;

2) Повышается термостойкость материала за счет отсутствия в его составе металлов-катализаторов.

Источники информации:

1. ШУЛЬЖЕНКО А.А. и др. Поликристаллические сверхтвёрдые материалы в режущем инструменте. Часть 1. Инструментальный свет, 1999, № 4-5, с. 14-16.

2. МАЗУРЕНКО А.М. и др. Синтез термостойких поликристаллов алмаза. Техника и технологии высоких давлений: сб. науч. докл. Минск: Ураджай. 1990, с. 184-188.

3. МАЗУРЕНКО А. М. и др. Синтез поликристаллического композита алмаз - КНБ и его свойства. Техника и технологии высоких давлений: сб. науч. докл. Минск: Ураджай. 1990, с. 171-175.

4. RU 2484888 C1, 2013.

5. RU 1729086 A1, 1995.

6. ВИТЯЗЬ П.А. и др. Наноалмазы детонационного синтеза: получение и применение. Под общ. ред. П.А. Витязя. Минск: Беларуская навука, 2013, 381 с.

7. БЕЖЕНАР Н.П. и др. Синтез и спекание сверхтвёрдых материалов для производства инструмента. Под общ. ред. П.А. Витязя и В.З. Туркевича. Минск: Беларуская навука, 2021, 337 с.

8. EU 030654 B1, 2018 (прототип).

9. Смеситель порошков орбитального движения Powder Mixer Farmalabor [найдено 2025.03.20]. Найдено на [<https://www.lvs.by/catalog/biol-pharm-equipment/pharmaceutical-plants/smesitel-poroshkov-orbitalnogo-dvizheniya-powder-mixer-farmalabor/>].

10. ШИПИЛО В.Б. и др. Получение, свойства и применение порошков алмаза и кубического нитрида бора. Под ред. П.А. Витязя. Минск: Беларуская навука, 2003, 335 с.

11. Планетарная шаровая мельница «Активатор-28» [найдено 2020.02.21]. Найдено на [<http://www.activator.ru/Ac2S.html>].