

CARBOLITE
IGERO 30-3000°C

part of **VERDER**
scientific



ООО "Вердер Сайнтифик"
190020, г. Санкт-Петербург
ул. Бумажная, д.17, Россия

Тел. +7-812-777-11-07
Сайт +7-812-325-60-73

info@verder-scientific.ru
www.verder-scientific.ru

Оборудование для термообработки, используемое в сфере литья металлических порошков под давлением

Технология литья металлических порошков под давлением широко применяется для производства металлических компонентов небольших размеров. Данная технология, объединяющая различные методы, позволила разработать огромное количество новых материалов. В процессе литья под давлением используется металлический порошок, смешиваемый с полимерным компонентом (связующим). Этот полимерный компонент предназначен, с одной стороны, для придания материалу необходимых реологических свойств, а с другой - для обеспечения механической стабильности первичных промежуточных заготовок. Сам по себе металлический порошок на данном этапе практически не обладает механической стабильностью.

Следующий этап технологического процесса - удаление связующего, т. е. полимерного компонента в составе промежуточной заготовки. Тип печи для удаления связующего зависит от типа материала самого связующего. В частности, удаление связующего с помощью катализатора применяется, если материал связующего - полиацеталь, температура плавления которого выше температуры удаления связующего. Удаление этого полимера производится в кислотной среде или в среде формальдегида. Компания Carbolite предлагает специализированную **печь для удаления связующих ЕВО** (рис. 1). Рабочая камера печи с двойными стенками, оснащаемая водяным охлаждением, обеспечивает превосходную однородность температуры, а также имеет сложную систему управления рабочими газами. Конструкция печи обеспечивает удобство и безопасность работы с кислотами и формальдегидом. Поскольку на этом процесс удаления связующего еще не завершен, следующим этапом полученная вторичная промежуточная заготовка направляется в печь для спекания.



Рис. 1: Печь ЕВО для удаления связующих при помощи катализатора

Другой способ - **высокотемпературное удаление связующего**, применяемое для широкого спектра материалов. В сфере литья под давлением высокотемпературное удаление связующего, как правило, выполняется в среде инертного газа. В данном случае рабочая температура выше по сравнению с удалением связующего в присутствии катализатора. Для предотвращения растрескивания заготовок скорость нагрева должна быть достаточно низкой, соответственно регулирование температуры должно выполняться с высокой точностью и именно в том месте, где расположена заготовка. Кроме того, во избежание образования конденсата на заготовке и поглощения углерода материалом должна быть предусмотрена система отведения газов. При обработке высококачественных заготовок для обеспечения максимальной надежности процесса применяется вакуумирование герметичной рабочей камеры, а также используется высокоточная система подачи рабочих газов, как в случае **печи GLO компании Carbolite Gero**. Универсальность этой печи позволила разработать на ее базе версию, специально предназначенную для высокотемпературного удаления связующих. После удаления связующего вторичная промежуточная заготовка, в которой все еще содержится остаточное количество полимеров, направляется в печь для спекания. В этой печи окончательно удаляется остаток связующего. На данном этапе во избежание растрескивания металлической заготовки под действием перепада температуры скорость нагрева должна быть невысокой. Для этого в программу термообработки добавляется дополнительный сегмент (время удержания температуры). Другим фактором, который нельзя упускать из внимания, является тип и объем рабочего газа. Во избежание окисления на этапе спекания термообработка заготовок из низкоуглеродистой стали (например, AISI 316L) выполняется в среде чистого водорода.

Все указанные требования должны соблюдаться для обеспечения надежности процесса. В частности, должно быть предусмотрено специальное оборудование для **отведения газов из печи**, в которой выполняется спекание вторичной заготовки. Для предотвращения загрязнения нагревательных элементов и теплоизоляции печи могут оснащаться встроенными ретортами, что также минимизирует время, необходимое для очистки печи, и продлевает срок службы нагревательной кассеты. Газоотведение может быть реализовано одним из двух способов. Первый способ - **работа печи при пониженном давлении** (т. е. давлении чуть ниже атмосферного), когда рабочий газ подается насосом с одной стороны печи. Такая схема реализована в **печи для спекания PDS** (рис. 2). Второй способ - работа печи при **атмосферном давлении**, когда рабочий газ подается в реторту извне. Газы, образующиеся в процессе спекания, принудительно отводятся через газовыпускное отверстие, предусмотренное в реторте.

Основное преимущество данного способа - возможность изменения направления потока газа в процессе работы (наружу/внутри реторты), что позволяет, управляя рабочей средой, придавать заготовке нужные свойства. **Печи НТК компании Carbolite Gero могут быть модифицированы в соответствии с требованиями конкретной технологии литья металлических порошков под давлением.**

Требования к системе, необходимые для обеспечения качества процесса, главным образом определяются типом связующего. Некоторые производители связующих разрабатывают и подтверждают испытаниями программы регулирования температуры, оптимальные для большинства типов печей. Однако при использовании заготовок определенных типов самостоятельное проведение испытаний исключительно важно, так как позволяет учесть наиболее важные факторы, перед тем как деталь будет выпущена на рынок.

Подобные испытания проводит, в частности, Университет прикладных наук «Карелия» в г. Йозенсуу (Финляндия), располагающий соответствующей инфраструктурой и высококвалифицированными сотрудниками.

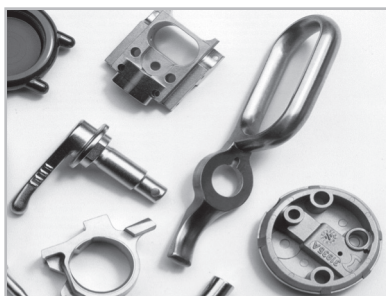
Литье металлических порошков под давлением - также одна из наиболее многообещающих технологий в сфере аддитивного производства. Деталь создается на 3D-принтере с послойным расплавлением связующего. Данная технология позволяет создавать детали еще более сложной геометрии.

Ниже приведены примеры применения специализированных печей, используемых на всех этапах технологического процесса.

Рис. 2: Печь PDS для спекания промежуточных металлических заготовок



Рис. 3: Примеры деталей, изготавливаемых литьем металлических порошков под давлением



Удаление связующих и спекание заготовок, изготавливаемых из порошков твердых металлов

Камерная печь НТК 600 GR/16-1G

Компания Carbolite Gero разработала **камерную печь НТК 600 GR/16-1G**, специально предназначенную для удаления связующих и спекания. Данная печь оснащается теплоизоляцией и нагревательными элементами из графита и имеет максимальную температуру 1600°C и полезный объем 600 л. Также для данной печи предусмотрен насос Рутса, предназначенный для **создания среднего вакуума и быстрого охлаждения рабочей камеры**. Быстрое охлаждение (всего 7 ч при полной загрузке) позволяет более эффективно использовать печь, минимизируя время простоя. Одноступенчатый роторно-лопастной насос может использоваться как в качестве предвакуумного насоса, так и для работы печи при пониженном давлении. В последнем случае можно свободно настраивать рабочие параметры для достижения оптимальной эффективности диффузии кобальта (Co). Связующее сначала собирается в отделителе конденсата, а затем автоматически отводится из печи на каждом рабочем цикле.

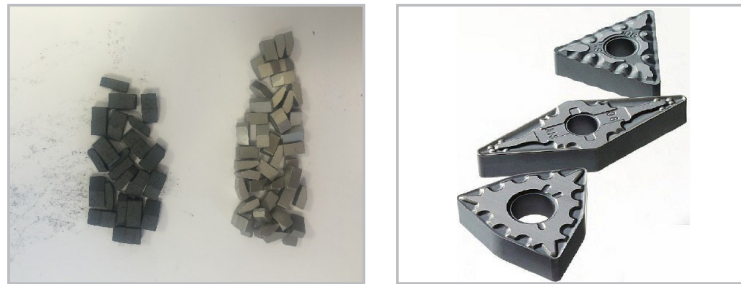
Рис. 4: Печь НТК 600 GR/16-1G с функцией быстрого охлаждения, оснащаемая вакуумным насосом. Полезный объем печи – 600 л, максимальная температура – 1600 °C (благодаря нагревательным элементам из графита). Термообработка может выполняться в среде инертного газа (аргона).



Изделия из порошков твердых металлов

Печи НТК подходят для изготовления различных инструментов, например отрезных дисков, фрез, стеклорезов и т. д. Так, небольшие отрезные диски нередко изготавливаются из карбида вольфрама с добавлением небольшого количества кобальта (Co) и титана (Ti). После смешивания с полимерным связующим (парафином) металлический порошок подается в пресс-форму. Графитовые печи подходят как для удаления связующего, так и для спекания заготовок. На этапе удаления связующего, для обеспечения защиты компонентов печи, важным требованием является точность регулирования подачи газа. На этапе спекания (при температуре до 1450 °C) точность регулирования температуры также исключительно важна для сохранения нужного размера зерна карбида вольфрама. При строго определенном пониженном давлении на этапе спекания происходит диффузия кобальта в поверхность заготовки. Диффузия позволяет отказаться от дальнейшего этапа напыления покрытия, однако требует высокоточного регулирования рабочей среды. Сегодня описанным способом производятся миллионы режущих инструментов в день по всему миру.

Рис. 5: Заготовки из карбида вольфрама до термообработки (слева) и после удаления связующего и спекания в печи НТК (справа)



Процесс изготовления изделий из карбида вольфрама

Этапы технологического процесса

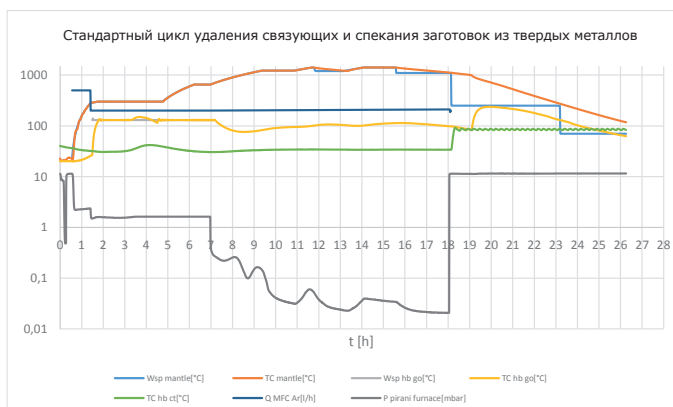
На первом этапе подготавливается карбид вольфрама (95 %), кобальт (3 %), тантал и титан (по 2 %) в форме порошка с определенным размером зерна. Размер зерна зависит от свойств исходного материала. Стандартные размеры зерна металлических порошков находятся в диапазоне 0,8 мкм. Полученные порошки смешиваются в шаровой мельнице. Для предотвращения перегрева материала в процессе смешивания, который занимает от 24 до 120 ч, к порошку добавляется некоторое количество спирта. Поскольку свойства материалов варьируют, при смешивании можно получить до 16 типов карбида вольфрама. Чем выше содержание кобальта, тем мягче будет образец, и напротив, чем ниже содержание кобальта - тем тверже. Затем проводится определение твердости по методу Виккерса.

Следующий этап - сушка материала для удаления спирта. Чтобы удалить спирт из смеси, поток нагретого азота подается на материал, оставляя только твердые частицы порошка. Эти частицы затем подвергаются галтовке в барабане и фильтрации. Поскольку остаточное количество парафина все еще составляет около 2 % и материал обладает достаточной пластичностью, карбидвольфрамовый порошок можно подавать в пресс-форму.

Полученные первичные заготовки затем проходят этап удаления связующих и спекания в специализированной графитовой печи в среде вакуума. В процессе удаления связующих (температура от 280 до 320 °С) остатки парафина полностью выпариваются. Пары связующего отводятся насосом в отделитель конденсата, где снова конденсируются для дальнейшего повторного использования. Стоит отметить, что в процессе удаления связующего температура отходящих газов и, соответственно, трубопровода, постепенно повышается из-за большой массы парафина. До достижения 650 °С выполняется цикл удержания постоянной температуры, так как из-за большой площади поверхности образцов возможен нежелательный эффект остаточного окисления. В процессе удержания происходит высвобождение CO₂. Следующий цикл удержания температуры выполняется при 1225 °С. На этой температуре происходит плавление и диффузия кобальта в пространство между зернами карбида вольфрама. Соответственно, пористость материала снижается, а конечная плотность увеличивается. Затем выполняется этап окончательного спекания при 1430 °С. Для повышения эффективности диффузии кобальта сначала задается охлаждение до 1200 °С, а затем сразу же - нагрев до 1430 °С. Это также позволяет отказаться от дальнейшего этапа напыления покрытия после спекания. Кроме этого, кобальт должен покрывать поверхность карбида вольфрама во время пайки: чистая или, что еще хуже, углеродсодержащая поверхность плохо поддается пайке. Поглощение углерода карбидом вольфрама может произойти в результате нарушения процесса удаления связующих.

По завершении термообработки выполняется пайка в среде воздуха с биллоновым припоем (CuAg). Наконец, выполняется заточка готовых отрезных дисков шлифованием.

Рис. 6: Стандартный цикл удаления связующих и спекания заготовок из твердых металлов

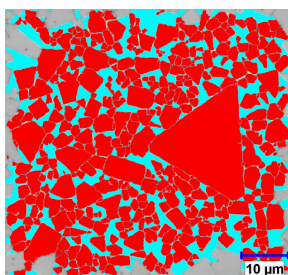


Анализ образцов после спекания

После спекания образцы проходят рентгенофлуоресцентный анализ для определения точного химического состава карбида вольфрама, кобальта и др. Принцип действия рентгенофлуоресцентного анализа: пучок рентгеновских лучей фокусируется на малой площади поверхности образца. По флуоресценции, испускаемой материалом в ответ на облучение, можно достоверно судить об элементном составе материала.

Также проводится определение твердости материала по Виккерсу, а также определение плотности при помощи оптического микроскопа. Расчетная плотность должна составлять примерно 99,94 % от окончательной плотности.

Рис. 7: Анализ структуры карбида вольфрама, интегрированного в кобальтовую матрицу, при помощи оптического микроскопа



После спекания выполняется анализ образцов при помощи РЭМ, а также, по мере необходимости, рентгеноспектральный анализ. Для изучения качества поверхности используется так называемый "метод Z-контрастности". Области поверхности образца, насыщенные углеродом, который не был полностью удален вместе со связующими, на изображении отмечены темным цветом. Кобальт имеет более светлый оттенок. Наличие кобальта на поверхности позволяет отказаться от дальнейшего этапа напыления покрытия после спекания. Вольфрам имеет самый светлый оттенок, так как атом вольфрама имеет наибольшее число протонов. Изображения ниже созданы при помощи РЭМ (энергия первичных электронов 20 кэВ). Изучение качества поверхности выполняется сопоставлением изображений.

Рис. 8: Определение твердости по Виккерсу: отпечаток индентора, вдавливаемого в поверхность образца (слева)
Изображение микроструктуры карбида вольфрама, получено при помощи РЭМ (справа)

