

文章编号: 1000-2278(2001)03-0180-04

采用 GPS+HIP 生产工艺制造 Si_3N_4 基陶瓷刀片

古方乐

(重庆渝伦高技术陶瓷有限公司)

摘 要

介绍了采用 GPS+HIP 生产工艺制造 Si_3N_4 基陶瓷刀片所涉及的混料、压制、排胶、气氛烧结(GPS)、热等静压(HIP)处理、刀片刃磨等主要生产工序。

关键词 陶瓷刀片, 生产工艺, 气氛烧结, 热等静压处理

中图法分类号: TQ174.75⁺8

文献标识码: A

MANUFACTURING OF Si_3N_4 BASED CERAMIC INSERTS BY GPS+HIP PROCESSING

Gu Fangle

(Chongqing Yu Lun High Technology Ceramic MFG. Co. Ltd)

Abstract

The main procedures of GPS and HIP processing for the manufacture of Si_3N_4 based ceramic inserts, including mixing powders, pressing green blanks, eliminating glue, gas pressure sintering(GPS), hot isostatic pressing(HIP) treatment and grinding of inserts are introduced.

Keywords ceramic insert, processing technology, GPS, HIP treatment

1 前 言

陶瓷刀片具有优良的耐热性、耐磨性、耐腐蚀性等优良的特性,但同时又存在强度较低、韧性不足等缺点。在氮化硅陶瓷基体中,加入其他添加剂是改善陶瓷材料强度和韧性的有效方法,采用该方法制取的氮化硅基复合刀片具有较高的强度、韧性和致密性。

制造氮化硅基复合陶瓷刀片的传统工艺方法是热压法(HP),即在一定工艺条件下将陶瓷粉料热压成饼状的烧结体,然后通过线切割或者金刚石砂轮切割成

所需要的形状,再按 ISO 标准进行刃磨。虽然用该工艺生产的陶瓷刀片质量稳定、致密性好、晶粒细小,但存在以下缺点:(1)刀片存在各向异性;(2)不能生产形状复杂及带孔的刀片;(3)生产周期长、效率低、成本高。

本文采用重庆渝伦高技术陶瓷有限公司从美国、德国、加拿大、瑞士等引进的全套生产设备,采用先进的气氛保护烧结(GPS)+热等静压处理(HIP)生产工艺生产氮化硅基复合陶瓷刀片,有效克服了传统热压法的缺点与不足。生产的 YSA 系列 Si_3N_4 基陶瓷刀片的主要成分是在 Si_3N_4 基料中加入 TiN 作为硬质相。

同时添加 Y_2O_3 、 Al_2O_3 作为助烧剂,形成液相烧结。有时也加入一定数量的 AlN 作为复合助烧剂。为了提高 Si_3N_4 基陶瓷刀片的韧性和强度,也可选择 $Al_2O_3 + Y_2O_3 + ZrO_2$ 同时作为刀片的添加剂和增韧材料。

2 Si_3N_4 基陶瓷刀片的 GPS + HIP 生产工艺

Si_3N_4 基陶瓷刀片的主要生产工艺流程为:混合配料→造粒压制→排胶→气氛保护烧结→无包套热等静压处理→高精度研磨→试刀→包装检验

2.1 粉体原料

Si_3N_4 粉采用德国 H.C. Starck 公司生产的造粒氮化硅粉,其平均粒径为 0.464 微米,比表面积 $12.69m^2/g$,a 相含量 $>93\%$,铁铝钙含量均低于 100ppm。 TiN 和 Y_2O_3 粉料采用德国 H.C. Starck 公司产品,平均粒径 0.59 微米。

2.2 混料及造粒

粉料处理工艺为:球磨→振磨→球磨→加胶→球磨。球磨和振磨总时间控制在 72 小时左右,如时间过短,会造成混合不充分;时间过长,可引起球磨介质过多磨损而使其成分引入粉料或出现粉体团聚现象等。采用酒精分散剂,可以使粉料分散均匀并有利于烘干。混合料的烘干应在真空箱内进行,烘烤温度应低于 $80^\circ C$,以便于酒精的回收及防止粘接剂的挥发。

陶瓷刀片使用的粉体通常是少量多批,一般不采用喷雾造粒方法。常用的两种造粒方法为:(1)先将粉料预压成块体,砸碎后分别用 20 目~40 目的筛子过筛,将大于 20 目和小于 40 目的粉体去掉;(2)采用滚筒式造粒法,使用现有的球磨桶和球磨机(装料高度为桶直径的 $1/3$)经 30~60 分钟连续滚动而成。造粒后粉体以手指轻度用力碾碎为佳,过软、过硬均不好。本文采用第二种造粒方法生产 Si_3N_4 产品。

2.3 坯体制压

该工序对粉体本身的形貌、粉体表面的电荷状况以及混合粉体的造粒要求都很高,压制难度较大。如压坯密度过低,烧结后难以达到所需的致密性,同时烧结后坯体收缩过大会造成刀片刃磨余量不足;如压坯密度过高,则会造成坯体内部的隐性裂纹(烧结前这些

裂纹很难被检测出来)。加入粘接剂可改善压制性能,但粘接剂过多会增加刀片的孔隙,使刀片的性能下降;粘接剂不足或模具的制作精度不高则会造成分层现象。本文采用液态 PEG(聚乙二醇)作粘接剂,加入量一般应低于 5% 。为减少压制缺陷,在制造模具时增加一定的拔模斜度,一般有 0.1 度即可。另外模具的制作精度不高,特别是带芯杆(压制带孔刀片)的模具,如果同心度不高或阴模的表面光洁度不够或者上下冲头及芯杆与阴模的配合间隙不均匀,都会使压坯产生内部缺陷。

2.4 坯体排胶

陶瓷刀片的脱胶与硬质合金刀具的生产工艺相似。图 1 为 PEG 的热失重分析结果(TGA),可知 PEG 的排除温度应控制在 $400^\circ C$ 。根据 PEG 的特点,在其挥发温度附近应保温较长时间,所采用的排胶工艺制度如图 2 所示。为了防止 PEG 气化后进入真空泵,影响真空泵的使用效果,可在泵前增加冷凝 PEG 回收装置。排胶后的坯体应及时烧结,如需较长时间放置,则应注意防潮。

2.5 GPS + HIP 处理

烧结工艺采用气氛保护烧结(GPS) + 热等静压(HIP)处理技术。GPS 烧结是将坯体在真空状态下升温至 $400^\circ C$,加入 2MPa 的 N_2 保护;然后升温至 $1750^\circ C$ 时保温 1h,随炉冷却。在烧结期间,真空度的高低直接影响坯体水分的排除,真空温度的高低则会影响刀片烧结后的硬度和强度。GPS 烧结后坯体的密度应达到理论密度的 $93\% \sim 98\%$ 。如果继续升温或延长保温时间,虽可提高坯体密度,但坯体的强度会急剧下

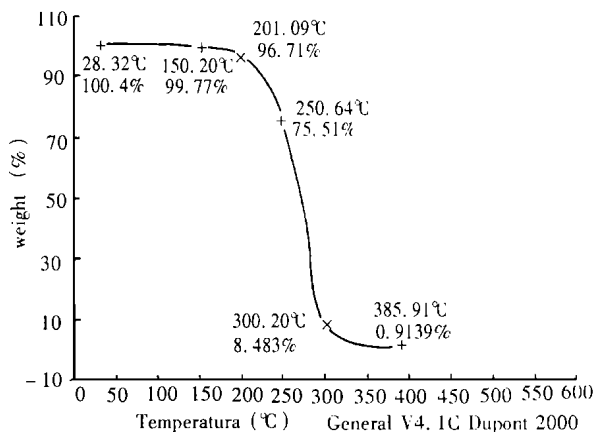


图 1 PEG 的 TGA 曲线图

Fig. 1 TGA curve diagram of PEG

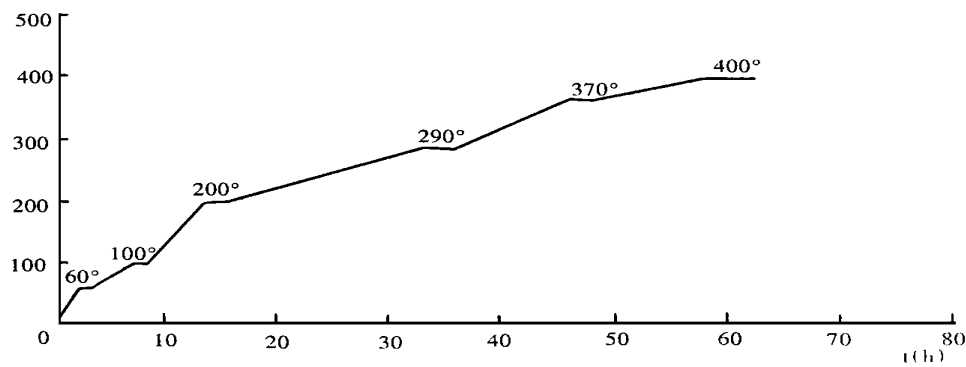


图 2 排胶工艺曲线图
Fig.2 Binder removal technology curve



图 3 GPS 烧结致密后刀片的 SEM 图(YSA-1)
Fig.3 SEM diagram of knife dense sintered GPS

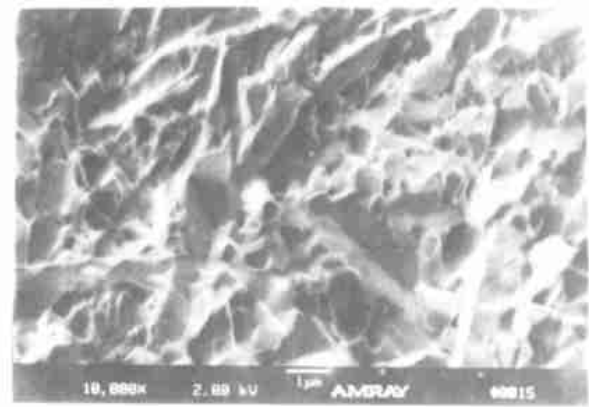


图 4 HIP 处理后 YSA-1 刀片微观结构的 SEM 照片
Fig.4 SEM microphotograph of YSA-1cutter blade microstructure after HIP treatment

降。采用 GPS 方法烧结刀片时,若烧结保护气压 $<20\text{MPa}$,则与低压(2MPa)烧结效果无明显区别。在烧结过程中采用氮气保护,一方面可以防止 Si_3N_4 分解,另一方面可保证窑炉内温度的均匀性(因为炉内的 N_2 气也可以作为传热介质)。用 GPS 直接烧到 $>99.5\%$ 理论密度以下时,YSA-1 的平均强度只有 500MPa ,图 3 为其显微结构。

采用 GPS+HIP 处理技术制造陶瓷刀片可使刀片质量大幅度提高,同时也保持了冷压陶瓷方法可制作形状复杂或带孔刀片以及生产效率高等特点。由于 HIP 处理技术对包套材料及技术要求较高,因此通常用于制造形状简单的产品且生产效率较低。利用 HIP 炉处理经 GPS 烧结的陶瓷刀片,则不需要包套。当刀片坯体的密度 $>93\%$ 时,开口气孔已完全消除,可在坯

体表面自然形成包套,因此刀片坯体可直接置于 HIP 炉内进行处理。在处理过程中,以氮气作为加压介质,加压 150MPa ,升温至 1650°C ,保温 1h ,随炉冷却。经过 HIP 处理,刀片的密度可达理论密度的 99.5% 以上,坯体强度在 GPS 烧结的基础上可增加 $50\sim 200\text{MPa}$,显微

表 1 HIP 处理前后陶瓷刀片的性能对比

Table 1 Performance comparison of ceramic cutter blade before and after HIP treatment

指标	密度 (g/cm^3)	硬度 (HV)(GPa)	韧性 ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)	强度 (MPa)
处理前	3.245	16.50	6.67	695
处理后	3.283	17.17	7.06	773

表 2 几种典型陶瓷刀片性能指标

Table 2 Performance index of several typical ceramic cutter blades

牌号	成份	硬度(HRA)	抗弯强度(MPa)	生产单位
LT55	Al ₂ O ₃ -TiC-Mo-Ni	93.7~94.8	1000~1200	山东工业大学
AT6	Al ₂ O ₃ -TiC 加金属	93.5~94.5	880~930	冷水江陶瓷工具厂
T2	Al ₂ O ₃ -TiC-ZrO ₂	HR15N≥96.5	900~1000	成都工研所
CC650	Al ₂ O ₃ -TiC	93.5~94.5		瑞典 Sandvik 公司
YSA-1	Si ₃ N ₄ +TiN+……	H _v >17GPa	750	重庆渝伦公司
YSA-2	Si ₃ N ₄ +ZrO ₂ +……	H _v >16.5GPa	950	重庆渝伦公司

硬度提高 0.1~0.5GPa。HIP 处理前后陶瓷刀片的性能对比见表 1。

经 HIP 处理后,陶瓷刀片的显微结构基本不发生变化,这是由于刀片的闭口气孔在高压(150MPa)下被强行消除,晶粒由于温度较低而生长缓慢,因此刀片的整体性能显著提高。

用上述方法生产的 YSA 系列刀片的相对密度>99.5%,硬度 H_v>16.5GPa,韧性 K_{IC}>7.0MPa·m^{1/2},抗弯强度(三点弯曲)>750MPa。刀片的显微结构如图 4 所示,β-Si₃N₄ 呈柱状分布。表 2 列出了几种典型陶瓷刀片的性能指标。

2.6 刀片的刃磨

陶瓷刀片的刃磨对刀具使用性能影响很大,在刀片刃磨工序应注意以下问题:

2.6.1 砂轮的选择

刃磨应选择树脂结合剂砂轮。虽然树脂结合剂砂轮的自锐性较差、刃磨效率较低,但不会损害刀片的强度;而金属结合剂的砂轮虽然自锐性好、刃磨效率高,但会降低刃磨刀片的强度,即砂轮越“软”,刃磨刀片的表面质量越好。金刚石砂轮的磨料粒度越细,磨削效率越低,但刀片的表面缺陷越少。反之,磨料粒度越粗,则磨削效率越高,刀片表面缺陷也越多。为兼顾磨削效率和表面质量,可在粗磨时选用粒度较粗的砂轮,预留很小的加工余量;精磨时则选用粒度较细的砂轮。砂轮形状的选择也很重要,应尽量采用平面形状的砂轮,用碗形或碟形砂轮加工的刀片表面质量稍差。

2.6.2 磨削液的选择

磨削液的作用除冷却外,还具有及时清洗粘在砂轮表面的陶瓷磨屑,保证砂轮的自锐性的作用。美国 Master 化学公司的 C18WC 磨削液效果较好,如同时在该磨削液中添加清洗剂,效果可进一步提高。

2.6.3 刀片负倒棱的刃磨要求

不同的加工场合、工件材料和切削参数对刀片的负倒棱有不同要求。负倒棱的方式主要有单一倒棱和组合倒棱。一般情况下,要求保证刀片负倒棱角度和宽度的一致性。为减小刀片的初期磨损,在负倒棱基础上可增加“钝化”工序。

2.6.4 试刀

对于不同批次、不同时间生产的陶瓷刀片,除了监控其性能指标外,在出厂前还应进行试刀,以检验刀片的切削性能。试刀一般在工厂的机床上完成。

参 考 文 献

1 陈楚轩.硬质合金生产过程的质量控制(培训教材).中国有色金属加工工业协会硬质合金分会.中国钨业协会硬质合金分会.株洲钻石印刷厂

2 黄传真,艾 兴等.陶瓷刀具的发展与应用.工具技术,2001(1):3—6

3 王零森,.特种陶瓷.中南工业大学出版社,1993

4 古方乐.采用 GPS+HIP 生产工艺制造 Al₂O₃ 基陶瓷刀片.工具技术,2001(6):27—29