

УДК 621.762

АБРАЗИВНЫЕ АЛМАЗОСОДЕРЖАЩИЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ ОТРЕЗНОГО ИНСТРУМЕНТА: ТЕХНОЛОГИЯ УПРОЧНЕНИЯ И СВОЙСТВА**Сорокин В.К., Колосова Т.М., Костромин С.В., Беляев Е.С.***ФГБОУ ВО «Нижегородский государственный технический университет им. Р.Е. Алексеева»,
Нижегород, e-mail: yaneck@bk.ru*

Статья посвящена исследованию механических и эксплуатационных свойств прокатных порошковых листовых алмазосодержащих материалов инструментального назначения. Рассмотрены различные составы связки на основе металлических систем медь – олово – никель и никель – медь – железо, предназначенные для использования при различных технологиях резания пластин-заготовок с изделиями электронной техники. С указанными металлическими связками использовались алмазные микропорошки марки АСМ (ГОСТ 9206-80) различной зернистости, в том числе с покрытиями типа Н1 и НТ20. Рассмотрены особенности технологий упрочнения инструментальных материалов, изготовленных со связкой на основе указанных металлических систем. Показано, что основные свойства (модуль упругости E , предел прочности σ_b , микротвёрдость металлической матрицы HV) алмазосодержащих материалов формируются технологией их изготовления. По результатам проведенных исследований установлены закономерности, позволяющие оценочно прогнозировать работоспособность инструмента из исследованных материалов.

Ключевые слова: алмазосодержащий материал, модуль упругости, предел прочности, микротвёрдость, показатели пластичности

ABRASIVE DIAMOND-CONTAINING MATERIALS FOR CUTTING TOOLS: TECHNOLOGY OF STRENGTH AND PROPERTIES**Sorokin V.K., Kolosova T.M., Kostromin S.V., Belyaev E.S.***Nizhny Novgorod State Technical University n.a. R.E. Alekseev, Nizhny Novgorod, e-mail: yaneck@bk.ru*

The article is devoted to the investigation of mechanical and operational properties of rolled diamond-containing diamond-containing sheet materials for instrumental purposes. Various compositions of a sheaf on the basis of metal systems copper-tin-nickel and nickel-copper-iron intended for use at various technologies of cutting of plates-billets with products of electronic engineering are considered. With these metal bonds, diamond micropowders of the brand АСМ (GOST 9206-80) of various granularity were used including those with coatings of the type Н1 and НТ20. Features of hardening technologies for tool materials made with a binder based on the specified metal systems are considered. It is shown that the basic properties (elastic modulus E , tensile strength, microhardness of the metal matrix HV) of diamond-containing materials are formed by the technology of their production. Based on the results of the studies, regularities have been established that make it possible to estimate the performance of the tool from the materials studied.

Keywords: diamond-containing material, modulus of elasticity, ultimate strength, microhardness, plasticity indices

*Составы и технология
изготовления материалов*

Металлоалмазные материалы, получаемые способами порошковой металлургии в виде тонких пластин, используются в качестве заготовок для изготовления отрезных кругов алмазно-абразивной резки [1–3]. Разработаны дисперсионно-твердеющие материалы, применяемые в качестве связки-матрицы таких инструментов: медь – олово – никель и никель – медь – железо. Алмазными наполнителями являются микропорошки АСМ7/5 и АСМ10/7 применительно к резанию пластин полупроводниковых материалов в производстве изделий электронной техники.

Технология получения пластин-заготовок толщиной 0,035...0,045 мм включает подготовку смеси исходных порошков и ее формование в пористую ленту способом прокатки в валках стана, проведение трех повторяющихся циклов «спекание – холод-

ная прокатка» и заключительной упрочняющей механико-термической обработки (МТО) [4] на заданную толщину пластин.

В настоящей работе выполнены исследования изменений механических свойств алмазосодержащих материалов по операциям обработки. Рассмотрены модуль упругости E , предел прочности σ_b , микротвёрдость металлической матрицы, представлены данные технологических испытаний на перегиб.

Изучены материалы состава Cu – (6,0...6,5)%; Sn – (4...13)%; Ni и Ni – (25...36)%; Cu – (5...11)%; Fe с алмазными наполнителями АСМ10/7 и АСМ7/5, в том числе с металлическими покрытиями АСМ10/7Н1 и АСМ10/7НТ20, в количестве 25 об.% (100%-ная условная концентрация алмазных порошков). Результаты изменения механических свойств по трем циклам упрочняющей обработки «спекание – холодная прокатка» приведены на рис. 1. В процессе обработки формируется структура

тройного твердого раствора беспористых материалов. Это приводит в большинстве случаев к возрастанию величин E , σ_b , HV . На заключительном этапе проведение МТО позволяет дополнительно повысить механические свойства алмазосодержащих тонколистовых пластин-материалов. Из полученных заготовок изготавливаются отрезные круги для резания пластин с изделиями полупроводниковых материалов.

В электронной промышленности применяются две основные разновидности технологии резания [1–3]:

- прорезание глубоких пазов в пластинах с последующим разламыванием по тонким перемычкам;
- сквозное разрезание пластин, закрепленных на пластмассовом «спутнике» с помощью адгезионной полимерной пленки.

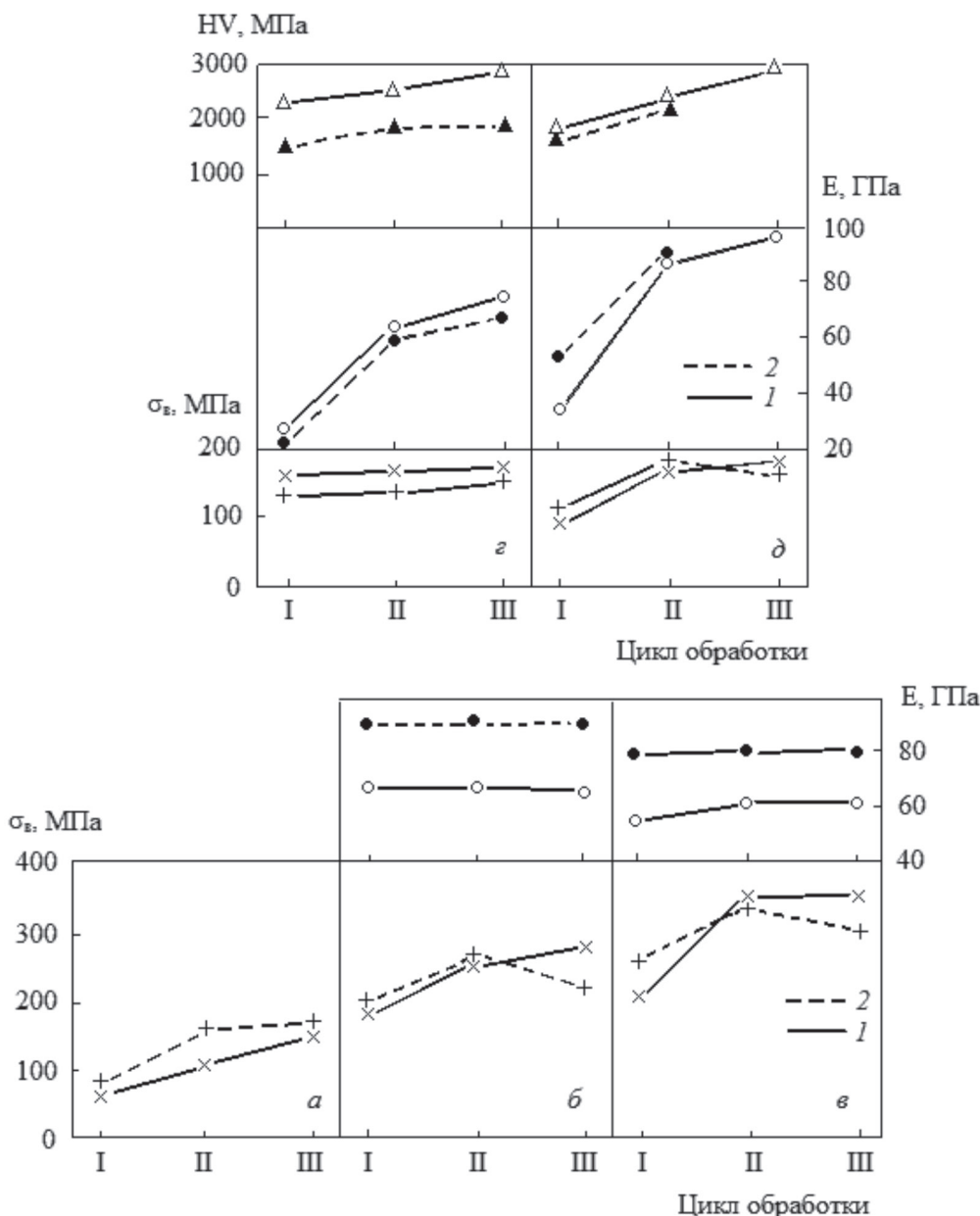


Рис. 1. Изменение механических свойств по циклам обработки для алмазосодержащих материалов состава (%): а – Cu – 6,5; Sn – 4; Ni; АСМ10/7; б – Cu – 6; Sn – 13; Ni; АСМ10/7Н1; в – Cu – 6; Sn – 13; Ni; АСМ10/7НТ20; г – Ni – 25; Cu – 5; Fe; АСМ10/7; д – Ni – 36; Cu – 11; Fe; АСМ10/7. Операции обработки: 1 – холодная прокатка; 2 – спекание

Для этих двух разновидностей технологий разрезания применены различные химические составы материалов и методы упрочняющих обработок.

В случае прорезания пазов используется состав металлической матрицы Cu – Sn – Ni с алмазными микропорошками АСМ7/5, АСМ10/7, АСМ10/7Н1, АСМ10/7НТ20. Заключительная механико-термическая обработка состоит из трех операций: закалка с получением перенасыщенного твердого раствора, холодная деформация прокаткой на стане, старение (рис. 2).

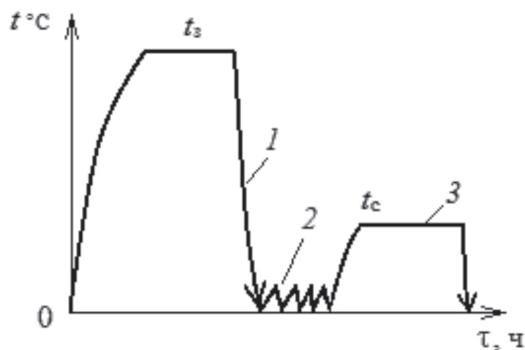


Рис. 2. Схема проведения МТО:
1 – закалка; 2 – прокатка; 3 – старение

В процессе закалки формируется пересыщенный твердый раствор α олова и никеля в меди. Холодная пластическая деформация способствует выделению при последующем старении тонкодисперсных частиц Θ' – фазы. При проведении старения $t_c = 300^\circ\text{C}$ происходит расслоение α -раствора на чередующиеся области α' и α'' с различной концентрацией олова и никеля. Далее происходит спинодальный распад закаленного твердого раствора с образованием на поверхностях расслоения дисперсных частиц Θ' -фазы.

Изменение предела прочности σ_B на примере материала состава Cu–6,5%; Sn–4%; Ni с алмазами АСМ10/7 при $t_c = 300^\circ\text{C}$ приведен в табл. 1.

Таблица 1

Изменение предела прочности σ_B на примере материала состава Cu – 6,5%; Sn – 4%; Ni с алмазами АСМ10/7 при $t_c = 300^\circ\text{C}$

Операция ...	Закалка	Холодная прокатка	Старение
σ_B , МПа	170	244	256

Отрезные круги являются работоспособными при прорезании пазов на специальной прецизионной установке 04ПП100М с частотой вращения шпин-

деля 50000 мин^{-1} , скорости подачи круга $50...110 \text{ мм/с}$ в зависимости от глубины прорези. Радиальный износ кругов составляет $0,087...0,097 \text{ мкм/м}$. Стойкость кругов при четырехкратном восстановлении режущей кромки равна $1600...2100$ погонных метров пути резания.

При сквозном разрезании заготовки изготавливаются из дисперсно-твердеющего материала Ni – Cu – Fe с алмазными микропорошками АСМ10/7 и АСМ7/5. В случае применения для этих заготовок упрочняющей МТО-технологии различные партии отрезных кругов характеризовались нестабильностью работоспособности при сквозном разрезании пластин кремния, закрепленных на адгезионной пленке. При этом такие стандартные механические свойства, как модуль упругости, предел прочности при растяжении, микротвердость, оставались относительно стабильными.

С целью решения возникшей проблемы нестабильности отрезных кругов разработана новая технология упрочняющей термической обработки дисперсно-твердеющих материалов. Она заключается в том, что для операции закалки применен особый режим охлаждения. При заданной температуре $t_{РТУ}$ введена изотермическая выдержка $\tau_{РТУ}$ после которой контейнер со стопками пластин в среде осушенного водорода выгружается из печи и охлаждается на воздухе до комнатных температур (рис. 3). Такая технология регулируемого термического упрочнения названа «технология РТУ».

В процессе изотермической выдержки происходит частичный распад пересыщенного твердого раствора γ с выделением частиц упрочняющей фазы ϵ : $\gamma \xrightarrow{t_{РТУ}} \epsilon$.

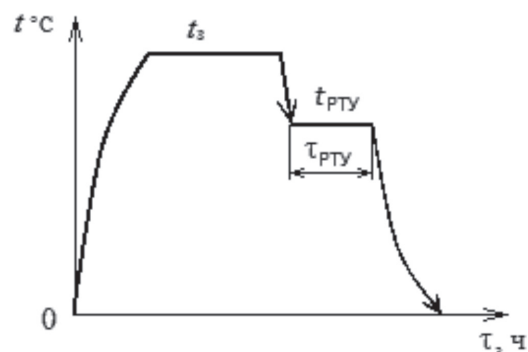


Рис. 3. Схема проведения закалки с технологией РТУ

Предложенная технология термической обработки позволила получить более оптимальную неравновесную структуру $\gamma + \epsilon$, промежуточную между равновесным состоянием и состоянием предельного пересыщенного твердого раствора γ при про-

ведении закалки со скоростями, большими критической скорости закалки.

Исследовано влияние $t_{PTU} = 550...750\text{ }^{\circ}\text{C}$ и $\tau_{PTU} = 0,5...1,5\text{ ч}$ на механические свойства пластин-заготовок и работоспособность отрезных кругов (табл. 2 и 3). Разрезанию в НИИ подвергались пластины кремния диаметром 100 мм и толщиной 0,48 мм. Резание велось на установках 04ПП100М и УРПУ-150 при частоте вращения круга 36000 мин^{-1} . В качестве относительного показателя работоспособности отрезных кругов принята величина максимальной («разрушающей») скорости подачи круга $V_{\text{сразр}}$, по достижении которой происходило разрушение режущей кромки круга в процессе сквозного разрезания пластин кремния.

Для заготовок-пластин в качестве показателя склонности алмазосодержащего материала к хрупкому разрушению принято

число перегибов « n » до образования макротрещин при технологических испытаниях на перегиб.

С повышением температуры t_{PTU} микротвёрдость несколько возрастает, что связано с образованием частиц фазы ϵ . Предел прочности не изменяется. Возрастание времени τ_{PTU} с 0,5 до 1,5 ч, как правило, снижает число перегибов n . Это свидетельствует об охрупчивании материала.

Из данных испытаний ряда партий отрезных кругов следует, что повышенные значения разрушающей скорости подачи $85...103\text{ мм/с}$ имеют круги после РТУ при $t_{PTU} = 700\text{ }^{\circ}\text{C}$ и $\tau_{PTU} = 0,5...1,0\text{ час}$.

Обобщение более широких испытаний пластин материала на перегиб и отрезных кругов на разрушающую скорость подачи при изменяющихся t_{PTU} и τ_{PTU} позволило построить «контурные» диаграммы линий уровня n и $V_{\text{сразр}}$ (рис. 4).

Таблица 2

Изменение механических свойств в зависимости от температурно-временных режимов РТУ (без холодной прокатки)

Механические свойства материалов	Режимы РТУ					
	τ_{PTU} , ч	t_{PTU} , $^{\circ}\text{C}$				
		550	600	650	700	750
Алмазный наполнитель АСМ7/5						
Микротвёрдость HV, МПа	1,5	1100	1130	1250	1290	1340
Число перегибов, n		40	40	45	46	65
Алмазный наполнитель АСМ10/7						
Число перегибов, n	0,5	75	77	–	65	–
Микротвёрдость HV, МПа	1,0	1290	1260	1320	1350	1370
Предел прочности σ_b , МПа		155	159	156	148	156
Число перегибов, n		48	74	98	78	72
Число перегибов, n	1,5	–	68	65	62	47

Таблица 3

Влияние режимов РТУ на разрушающую скорость подачи $V_{\text{сразр}}$ при сквозном разрезании пластин кремния (крепление пластины на адгезионной пленке). Состав связки: Ni – 25%; Cu – (5...10)%; Fe

Свойства материала и кругов	Fe, %	Режимы РТУ				
		τ_{PTU} , ч	t_{PTU} , $^{\circ}\text{C}$			
			550	600	650	700
Алмазный наполнитель АСМ7/5						
HV, МПа	10	1,0	–	–	–	2550...2650
$V_{\text{сразр}}$, мм/с без старения			–	–	–	85...98
Алмазный наполнитель АСМ10/7						
$V_{\text{сразр}}$, мм/с:	5	0,5				
без старения			60	80	–	85...95
старение 300 $^{\circ}\text{C}$		45...50	80	–	80...85	
HV, МПа		1,0	–	–	2500	2550
$V_{\text{сразр}}$, мм/с:			–	–	62...68	90...103
без старения			–	–		

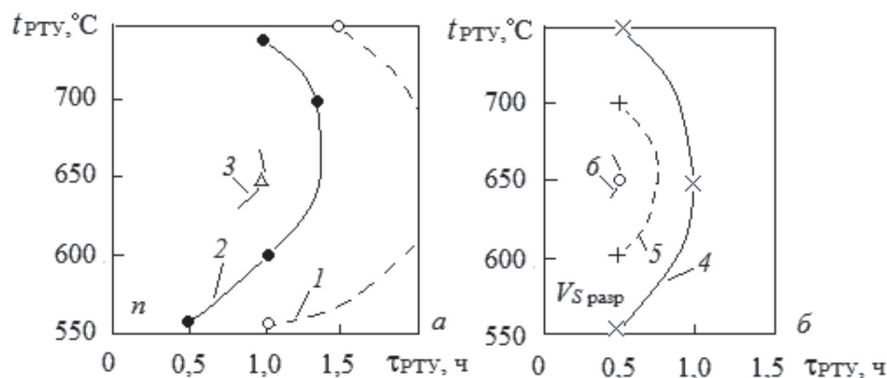


Рис. 4. «Контурные» диаграммы зависимостей числа перегибов n (а) и $V_{S \text{ разр}}$ (б) от температуры $t_{\text{рту}}$ и времени выдержки $\tau_{\text{рту}}$: 1 – $n = 48$; 2 – $n = 75$; 3 – $n = 98$; 4 – $V_{S \text{ разр}} = 60$ мм/с; 5 – $V_{S \text{ разр}} = 80$ мм/с; 6 – $V_{S \text{ разр}} = 90 \dots 95$ мм/с

Вид линий уровня $n = f(t_{\text{рту}}, \tau_{\text{рту}})$ и $V_{S \text{ разр}} = f(t_{\text{рту}}, \tau_{\text{рту}})$ одинаков. Это показывает, что численные значения величины n возможно в определенной мере использовать для прогнозирования ожидаемого характера изменения разрушающей скорости подачи отрезных кругов $V_{S \text{ разр}}$.

Полученные данные являются оценочными. Для установления более определенных закономерностей и изучения получаемой мезоструктуры материалов требуется проведение специальных исследований.

Качество материалов и отрезных кругов

Работоспособность и долговечность отрезных кругов, применяемых для разрезания полупроводниковых материалов в форме тонких пластин, зависят от комплекса механических свойств исходных заготовок: прочности, показателей хрупкости, микротвёрдости и т.д.

В работе [5] установлена связь между численным значением константы b в формуле Е. Рышкевича для расчета прочности порошковых материалов и величиной относительного сужения беспористых материалов (рис. 5).

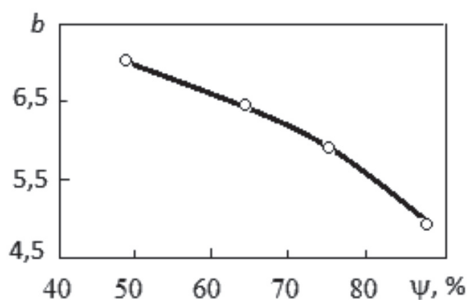


Рис. 5. Соотношение между константой b в формуле Е. Рышкевича и относительным сужением ψ материалов

Как видно, величина b снижается с увеличением пластичности материалов и, следовательно, может рассматриваться в качестве относительного интегрального показателя хрупкости пористых порошковых материалов.

Анализ результатов эксплуатационных испытаний отрезных кругов на бронзовой связке с различным содержанием олова и никеля (до 12...13%) и на связке из материала Ni – Cu – Fe, отличавшихся по величине b в формуле Е. Рышкевича, показал наличие функциональной зависимости $V_{S \text{ разр}} = f(b)$ (рис. 6). Изменение схемы разрезания пластин влияет на установленную закономерность. Так, применение технологии сквозного разрезания уменьшает величину $V_{S \text{ разр}}$.

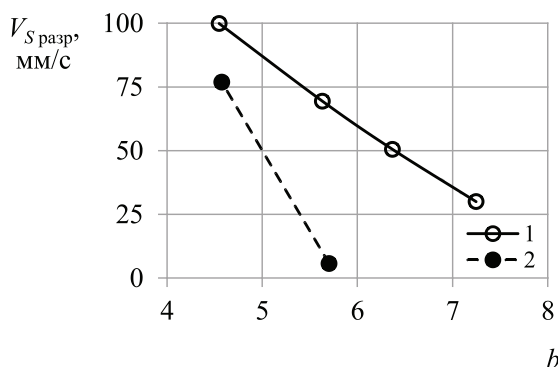


Рис. 6. Соотношение между $V_{S \text{ разр}}$ и константой b . Условия резания кремния: 1 – прорезание пазов; 2 – сквозное разрезание

Установленные закономерности позволяют оценочно прогнозировать работоспособность отрезных кругов по результатам статических испытаний алмазосодержащих листовых материалов разного химического состава на прочность, отличающихся по

численному значению константы b . В случае сквозного разрезания необходимо выдерживать b не выше $\sim 5,0$. Применение технологии несквозного прорезания пазов расширяет возможности использования инструментальных материалов с более широким диапазоном величины b .

Учет закономерностей, представленных на рис. 6, является *необходимым условием* обеспечения работоспособности рассматриваемых инструментов.

В случаях неизменного химического состава металлической связки и постоянного алмазного наполнителя характеристики свойств алмазосодержащих материалов определяются *технологией* их изготовления и *режимами* проведения операций. Для материалов пониженной пластичности в качестве одного из показателей уровня структурно-энергетического состояния используют величины отношений твердости к пределу текучести или пределу прочности материала. Снижение этих величин характеризует тенденцию к возрастанию *предельной пластической деформации* материала.

В настоящей работе определяли изменение отношения микротвердости HV метал-

лической матрицы (нагрузка на индентор 0,5 Н) к пределу прочности при растяжении σ_B алмазосодержащих материалов (HV/σ_B) по циклам обработки (рис. 7).

В процессе выполнения трех циклов обработки показатель HV/σ_B снижается. Это характеризует относительное замедление процесса роста упрочнения зерен металлической матрицы при формировании твердого раствора и холодной пластической деформации по сравнению с увеличением предела прочности при растяжении алмазосодержащих материалов в процессе повторных спеканий и холодной деформации. При последующем проведении старения (температура 400...500 °С) величина показателя HV/σ_B снижается до 9,4...9,6. Следовательно, происходит возрастание предельной пластической деформации материалов.

Значительное влияние на разрушающую скорость подачи $V_{S\text{ разр}}$ оказывают режимы проведения заключительной холодной прокатки и старения. Применение различной степени деформации позволяет изменить величину микротвердости металлической матрицы и, соответственно, достигаемые значения $V_{S\text{ разр}}$ отрезных кругов (рис. 8).

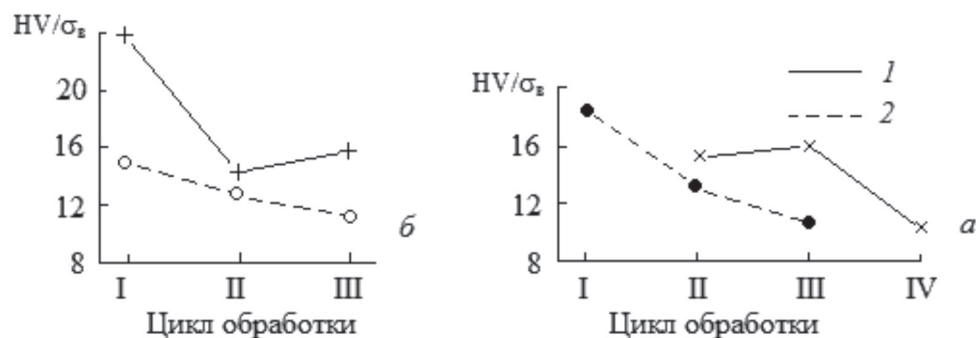


Рис. 7. Изменение отношения HV/σ_B по циклам обработки для алмазосодержащих материалов состава (%): а – Ni – 25; Cu – 5; Fe; АСМ10/7; б – Ni – 36; Cu – 11; Fe; АСМ10/7. Операции обработки: 1 – холодная прокатка; 2 – спекание

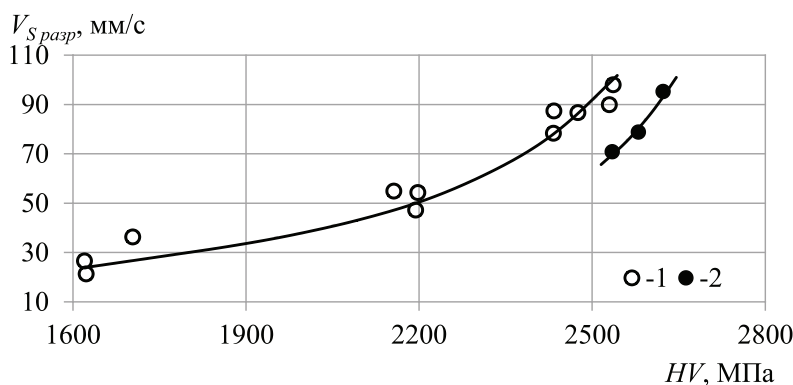


Рис. 8. Зависимость $V_{S\text{ разр}}$ отрезных кругов от микротвёрдости HV металлической матрицы. Алмазный наполнитель: 1 – АСМ10/7; 2 – АСМ7/5

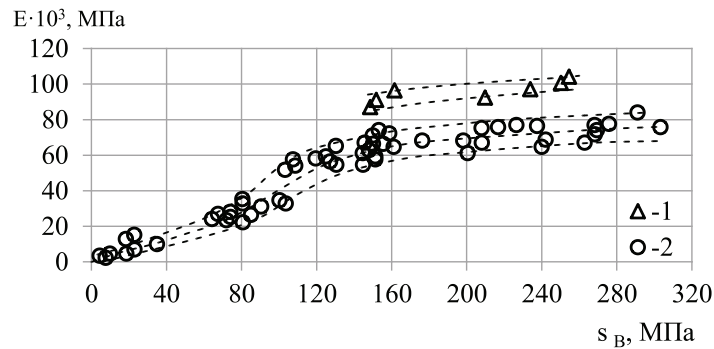


Рис. 9. Соотношение между модулем упругости и пределом прочности алмазосодержащих материалов на основе Ni – Cu – Fe с алмазами АСМ10/7 и АСМ7/5: 1 – 53 % Ni; 2 – 70 % Ni

Таблица 4

Механические свойства нескольких партий материала Ni – 25%; Cu – 5%; Fe с алмазным наполнителем АСМ10/7

Характеристики после холодной прокатки	№ партии			
	1	2	3	4
Предел прочности σ_b , МПа	252	252	287	233
Модуль упругости E , ГПа	78	89	72	75
Микротвёрдость HV, МПа	2550	2600	–	–
Относительное удлинение δ , %	–	0,29	–	–

Так, при $HV = 2550$ МПа круги с алмазами АСМ10/7 имеют $V_{S_{\text{разр}}} \geq 90$ мм/с. Применение более мелких алмазов АСМ7/5 существенно снижает $V_{S_{\text{разр}}}$. Уменьшение микротвёрдости до $HV = 2200$ МПа приводит к резкому падению $V_{S_{\text{разр}}}$ до ~ 50 мм/с.

Далее рассмотрим данные сопоставления модуля упругости E и предела прочности при растяжении σ_b материалов на матрице-связке Ni – Cu – Fe с алмазными наполнителями АСМ10/7 и АСМ7/5 (рис. 9).

На первом участке E значительно увеличивается с повышением предела прочности до ~ 160 МПа. Это период проведения трех циклов обработки «холодная прокатка – спекание», развития процессов диффузии Cu и Fe в никель с образованием тройного твердого раствора γ , снижения пористости при спекании до получения беспористого материала. В процессе МТО из γ -раствора выделяются дисперсные частицы ϵ -фазы, предел прочности σ_b растет при незначительном увеличении модуля упругости.

Механические свойства нескольких партий алмазосодержащих материалов на основе Ni – 25%; Cu – 5%; Fe толщиной 0,040 мм с наполнителем АСМ10/7 после холодной прокатки представлены в табл. 4. Данные о влиянии старения приведены на рис. 10 и в табл. 5.

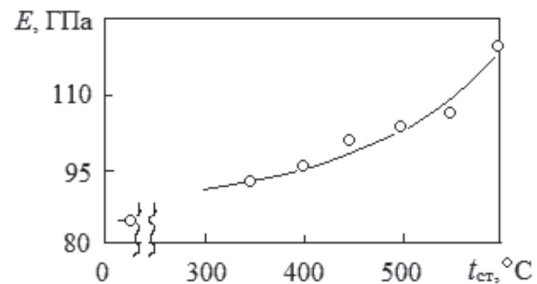


Рис. 10. Влияние температуры старения на модуль упругости материала на связке Ni – 36%; Cu – 11,5%; Fe с АСМ10/7

У материала с повышенным содержанием меди и железа увеличение температуры старения от 400 до 550 °C приводит к некоторому возрастанию предела прочности и модуля упругости.

На основе проведенных исследований разработаны алмазосодержащие тонколистковые материалы состава Cu – (6,0...6,5)%; Sn – (4...13)%; Ni и Ni – (25...36)%; Cu – (5...11,5)%; Fe с наполнителями АСМ10/7 и АСМ7/5. Эти дисперсионно-твердеющие материалы применены в качестве заготовок для изготовления отрезных кругов разделения пластин полупроводниковых материалов (кремния, арсенида галлия и др.) в производстве изделий электронной техники.

Таблица 5

Изменение свойств алмазосодержащих материалов при старении
(толщина пластин 0,040 мм)

Характеристики	После холодной прокатки	Температура старения, °С				
		350	400	450	500	550
Материал на связке Ni – 36%; Cu – 11,5%; Fe с АСМ10/7						
Предел прочности σ_b , МПа	232	233	232	262	279	286
Модуль упругости E , ГПа	85	92	95	99	103	105
Материал на связке Ni – 25%; Cu – 5%; Fe с АСМ10/7НТ20						
Предел прочности σ_b , МПа	–	225	255	232	221	–
Число перегибов n	–	4...8	9...14	7...11	9...17	–
ρ , мкОм×см	–	63	62	63	68	–

Таблица 6

Механические свойства
алмазосодержащих материалов

Характеристики алмазосодержащего материала	Состав материала, %	
	Матрица	
	Cu – 6,5; Sn – 12; Ni	Ni – 25; Cu – 5; Fe
	Алмазный наполнитель	
	АСМ10/7НТ20	АСМ10/7
Предел прочности σ_b , МПа	280...300	250...280
Модуль упругости E , ГПа	90...95	70...80
Микротвёрдость матрицы HV , МПа	2400...2700	2550...2600

Типовые механические свойства ряда партий материалов толщиной 0,040 мм представлены в табл. 6. Как видно, материалы на основе Cu – Sn – Ni и Ni – Cu – Fe имеют близкие значения свойств.

В случае применения матричных материалов состава Ni – Cu – Fe повышенная стабильность режущих свойств отрезных кругов разных партий обеспечивается при условии применения технологии изготовления тонколистовых алмазосодержащих материалов на заключительных операциях по режимам РТУ (регулируемого термического упрочнения).

Список литературы

1. Шестаков И.Я. Скрайбирование полупроводниковых пластин проволочным электродом-инструментом / И.Я. Шестаков, Л.А. Семенова // Вестник СибГАУ. – 2016. – Т. 17, № 1. – С. 212–216.
2. Разделение полупроводниковых пластин из твердого материала на кристаллы / Н.В. Щаврук [и др.] // Фундаментальные проблемы радиоэлектронного приборостроения. – 2016. – Т. 16, № 2. – С. 94–96.
3. Семенова Л.А. Проволочный электрод-инструмент для получения кристаллов / Л.А. Семенова, И.Я. Шестаков // Решетневские чтения. – 2015. – Т. 1, № 19. – С. 43–46.
4. Богодухов С.И. Материаловедение: учебник / С.И. Богодухов, Е.С. Козик. – Старый Оскол: ТНТ, 2015. – 536 с.
5. Сорокин В.К. Технологии и свойства порошковых материалов / В.К. Сорокин, С.В. Костромин, Е.С. Беляев. – Saarbrücken: LAP LAMBERT Academic Publishing, 2017. – 69 с.