

УДК 669.018.025

**М. О. Юрчук**, канд. техн. наук

*Институт надтвердых материалов им. В. М. Бакуля НАН Украины, м. Київ*

## **ОСОБЛИВОСТІ ЗМІНИ СТРУКТУРИ, ФІЗИКО-МЕХАНІЧНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ ТА ГАБАРИТНИХ РОЗМІРІВ (ПЛОЩІ ПОПЕРЕЧНОГО ПЕРЕРІЗУ) ТВЕРДОСПЛАВНИХ КІЛЕЦЬ У ПРОЦЕСІ СПІКАННЯ ЗА РІЗНИХ СТУПЕНІВ ОБМЕЖЕННЯ УСАДКИ**

*The paper gives the values of properties and sizes (cross sections) of hardmetal rings in sintering from zero to 100 % degree of a shrinkage limitation. The hardmetal rings produced by the method described below are in full accord with accepted standards on properties. The use of the results of the investigation will make it possible to produce a wide range of hardmetal rings at the lowest machining allowance when using the same mold.*

Метод спікання з обмеженням процесу усадки використовується давно [1; 2]. Одними з перших систематизовані дослідження впливу ступеня обмеження на властивості твердих сплавів здійснили вчені Інституту надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України [3]. Проте в цих дослідженнях не наводились закономірності зміни габаритних розмірів (площі поперечного перерізу) виробів у процесі їх спікання за різних ступенів обмеження усадки. Зменшення площі поперечного перерізу кілець за 100 % = го ступеня обмеження усадки не дають можливості використовувати цей метод при виготовленні твердосплавних кілець, оскільки при цьому неможливо розрахувати всі розміри (товщину і ширину стінки) кілець і забезпечити задані припуски на обробку. З огляду на це було здійснено дослідження, мета якого полягала у визначенні змін структури, фізико-механічних властивостей та габаритних розмірів (площі поперечного перерізу) у процесі спікання за різних ступенів обмеження усадки (від нуля до 100 %) твердосплавних кілець.

### **Методика дослідження**

Для експериментів використовували твердосплавні суміші ВК6 та ВК15 серійного виробництва. Середній розмір зерна карбиду вольфраму в сумішах сплавів визначили методом ртутної порометрії [4]. Середній розмір зерна карбиду вольфраму в суміші твердого сплаву ВК6 становив  $\bar{d}_{wc} = 1,7 \pm 0,1$  мкм; кількість зерен із середнім розміром зерна 0,5–4 мкм становила 87%; площа питомої поверхні —  $2,0 \pm 0,1$  м<sup>2</sup>/г. Середній розмір зерна карбиду вольфраму в суміші твердого сплаву ВК15 становив  $1,6 \pm 0,1$  мкм; кількість зерен із середнім розміром зерна 0,6–4 мкм становила 81%; площа питомої поверхні —  $1,8 \pm 0,1$  м<sup>2</sup>/г. Отже, параметри структурних складових в обох сумішах були близькі.

Перед замішуванням на пластифікаторі суміші були просіяні крізь сито з розміром отворів 0,1 мм. Просіяні суміші замішували на 5 % = му розчині синтетичного каучуку в бензині, додаючи на 1 кг суміші 140 мл розчину. Просушені при температурі  $T = 120$  °С суміші дрібнили у вібротліні з порцеляновими кулями діаметром близько 15 мм протягом 3 год і просіювали крізь сито з розміром отворів 0,4 мм.

Пресування контрольних штабиків та експериментальних кілець здійснювали у сталевих прес-формах на гідравлічному пресі під тиском  $1,5$ – $2,0$  т/см<sup>2</sup>. Відпресовані заготовки просушували в сушильній шафі при температурі  $T \approx 150$  °С протягом 24 год.

Вміст загального вуглецю ( $C_{zar}$ ) у вихідній суміші та спечених сплавах визначали абсорбційно-газооб'ємним методом (табл. 1) [5, с. 31–35].

Для дослідження впливу ступеня обмеження усадки спікали твердосплавні кільця з такими розрахунковими кінцевими розмірами:  $\varnothing_{зовн.} = 31,2$  мм;  $\varnothing_{внутр} = 21,2$  мм; висота  $H = 10$  мм. Ступінь обмеження усадки становив 0, 5, 15, 30, 50, 80 і 100 %. Обмеження усадки

забезпечували графітовими оправками, встановленими всередину спресованого кільця з відповідними зовнішніми діаметрами.

Таблиця 1. Вміст загального вуглецю у вихідній суміші та спечених сплавах ВК6, ВК15

Марка сплаву	Вміст загального вуглецю $C_{\text{заг}}$ , % мас.		
	при стехіометричному складі суміші	фактично в порошкової суміші	фактично в експериментальних зразках сплавах
ВК6	5,75	5,65–5,85	5,44–5,90
ВК15	5,20	5,10–5,30	5,00–5,35

Спінання здійснювали у в дві стадії: перша — нормалізуючи спінання в газовому середовищі у прохідних печах при температурі  $T \approx 1070$  °С; друга спінання в електричній вакуумній печі моделі ОКБ-8086 (ТУ 16-531.302-75). Залишковий тиск у камері спінання вакуумної печі становив 0,13 Па. Температуру нагрівання вимірювали за допомогою вольфраменісової термопари. Час витримки – 60 хв. Температура спінання сплаву ВК6 – 1440 °С, сплаву ВК15 — 1380 °С. Усі заготовки з різним ступенем обмеження усадки спікали одночасно.

Коерцитивну силу  $H_{\text{см}}$  (кА/м), густину спечених заготовок  $\rho$  (г/см<sup>3</sup>), та твердість за Роквеллом (шкала А)  $HRA$  визначали за стандартною методикою. Вміст вільного вуглецю у структурі сплавів, пористість, характер розподілу кобальтової фази, наявність  $\eta_1$ -фази та розмір зерен карбиду вольфраму визначали відповідно до стандартних вимог.

Стереологічні параметри структури сплавів визначали за шліфами зразків, протравлених насиченим солянокислим розчином хлорного заліза. Фотографували мікроструктури на оптичному мікроскопі цифровою камерою при збільшенні  $\times 1350$ . Після обробки знімків за допомогою програми Scion Image for Windows розраховували стереометричні параметри структури: середній розмір зерна карбиду вольфраму ( $\bar{d}_{\text{wc}}$ ); об'ємну частку карбідної складової (WC-фази) ( $V_{\text{vwc}}$ ); об'ємну частку зв'язки (Co-фази) ( $V_{\text{vCo}}$ ); площу питомої поверхні міжфазних границь ( $\Sigma S_{\text{WC-Co}}$ ), та міжкарбідних границь ( $\Sigma S_{\text{WC-WC}}$ ); середню умовну товщину прошарку кобальтової фази ( $\bar{L}_{\text{Co}}$ ); відносну частку контактної поверхні ( $C_{\text{WC-WC}}$ ) — коефіцієнт суміжності.

#### Результати дослідження

Густина твердосплавних кілець із твердих сплавів ВК6 і ВК15 при збільшенні ступеня обмеження усадки має тенденцію до зменшення, а коерцитивної сили – до збільшення. Твердість за Роквеллом ( $HRA$ ) твердосплавного кільця зі сплаву ВК6 при збільшенні ступеня обмеження усадки має тенденцію до зменшення, а кільця зі сплаву ВК15 – до збільшення (табл. 2), хоча твердість завжди перебуває в довірчих межах випадкової похибки вимірювання.

Площі поперечного перерізу кілець з обох сплавів зі збільшенням ступеня обмеження усадки постійно зменшуються (подаліше зменшення відносно поперечного перерізу вільно спеченого кільця). Максимальний рівень зменшення площі перерізу кілець з твердого сплаву ВК6 – 9 %, а кільця зі сплаву ВК15 — 12 %. Це зменшення відбувається в основному за рахунок зміни товщини стінок кілець. Ширина кілець за зміни ступеня усадки змінюється меншою мірою в основному за рахунок впливу тертя кільця об графітову оправку при усадці у процесі спінання (табл. 2).

Як впливає з даних табл. 2 хімічний склад сплавів після спінання за різного ступеня обмеження усадки практично не змінився. Вміст загального вуглецю в порошках перебувала в межах, характерних для сплавів, що випускаються серійно: у сплаві ВК6 – 5,65 – 5,85% мас., у сплаві ВК15 – 5,1 – 5,3 % мас. Вміст включень вільного вуглецю у структурі сплавів так само не змінився і перебуває в межах, характерних для сплавів, що випускаються серійно (0,2 %). В експериментальних зразках сплавів  $\eta_1$ -фази не виявлено.

Таблиця 2. Значення густини  $\rho$ , коерцитивної сили  $H_{cm}$ , твердості за Роквеллом  $HRA$  та рівня зменшення товщини та ширини твердосплавних кілець із твердих сплавів ВК6, ВК15 після спікання за різних ступенів обмеження усадки

Марка сплаву, температура його спікання	Ступінь обмеження усадки сплаву, %	Густина $\rho$ , г/см <sup>3</sup>	Коерцитивна сила $H_{cm}$ , кА/м	Твердість за Роквеллом $HRA$ (шкала А)	Рівень зменшення, %	
					товщини стінки кільця	ширини кільця
ВК6, $T_{сп} = 1440^\circ C$	0	14,83±0,20	11,5±0,1	89,6±0,6	0	0
	5	14,82±0,20	11,6±0,1	89,5±0,6	1	0
	15	14,82±0,20	11,6±0,1	89,4±0,6	3	1
	30	14,81±0,20	11,7±0,1	89,4±0,6	4	2
	50	14,81±0,20	11,7±0,1	89,1±0,6	5	2
	80	14,80±0,20	11,9±0,1	88,9±0,6	6	2
	100	14,79±0,20	11,9±0,1	88,9±0,6	7	3
ВК15, $T_{сп} = 1360^\circ C$	0	14,01±0,20	8,3±0,1	86,3±0,6	0	0
	5	14,00±0,20	8,5±0,1	86,5±0,6	1	0
	15	13,97±0,20	8,7±0,1	86,7±0,6	2	1
	30	13,96±0,20	9,0±0,1	86,9±0,6	4	2
	50	13,90±0,20	9,1±0,1	86,9±0,6	5	3
	80	13,89±0,20	9,2±0,1	87,0±0,6	6	3
	100	13,87±0,20	9,4±0,1	87,1±0,6	9	3

Характеристики структури сплавів твердосплавних кілець із твердих сплавів ВК6, ВК15 визначені за шліфом, наведено в табл. 3. Вміст пор розміром до 50 мкм, а також 50 – 100 мкм після вільного спікання перебуває в межах, характерних для сплавів, що випускаються серійно (0,2 % і по одній порі розміром 100 – 104 мкм). Після спікання твердосплавних кілець з обмеженням усадки пори на шліфах зникають вже при ступені обмеження усадки, що дорівнює 5 %.

Таблиця 3. Структурні характеристики твердосплавних кілець із твердих сплавів ВК6, ВК15 після спікання за різних ступенів обмеження усадки

Марка сплаву, температура його спікання	Ступінь обмеження усадки сплаву, %	Вміст пор розміром		Розподіл площі перерізу зерен карбиду вольфраму за розмірами, %						Ширина прошарку кобальтової фази в 10 полях зору окуляра мікроскопа, мкм
		до 50 мкм, %	50 – 100 мкм, шт.	0,5 мкм	1,0 мкм	2,0 мкм	3,0 мкм	4,0-5,0 мкм	6,0-7,0 мкм	
ВК6, $T_{сп} = 1440^\circ C$	0	0,2	1 порі 104 мкм	-	48	21	15	14	2	0,5-1,0
	5	-	-	-	48	21	16	14	1	0,5-1,0
	15	-	-	-	50	23	17	9	1	0,5-1,0
	30	-	-	-	50	23	18	8	1	0,5-1,0
	50	-	-	-	50	22	17	10	1	0,5-1,0
	80	-	-	-	51	23	17	8	1	0,5-1,0

	100	-	-	-	52	23	18	6	1	0,5-1,0
BK15, $T_{\text{сп}} = 1360^{\circ}\text{C}$	0	0,2	1 пора 100 мкм	-	41	22	17	16	4	0,5-1,0-2,0
	5	-	-	-	41	23	17	15	4	0,5-1,0-2,0
	15	-	-	-	42	23	18	14	3	0,5-1,0-2,0
	30	-	-	-	42	22	17	15	4	0,5-1,0-2,0
	50	-	-	-	43	22	17	15	3	0,5-1,0-2,0
	80	-	-	-	44	23	17	14	2	0,5-1,0-2,0
	100	-	-	-	45	24	18	12	1	0,5-1,0-2,0

Розподіл площі перерізу зерен тугоплавкої складової за розмірами у сплавах після вільного спікання перебуває в межах, характерних для промислових середньозернистих твердих сплавів. Після спікання твердосплавних кілець з різних ступенів обмеження сплави стають більш дрібнозернистими (табл. 3), але незначно. Тому ширина прошарку зв'язки практично не змінюється.

Стереологічні характеристики структури матеріалу кілець наведено в табл. 4. З метою розширення уявлень про зміни стереологічних характеристик структури матеріалу кілець, які відбулися після спікання, дослідження здійснювали на перерізі кільця у трьох точках і виводили середні (рис. 1).

Таблиця 4. Середні стереологічні характеристики твердосплавних кілець із твердих сплавів BK6, BK15 після спікання за різних ступенів обмеження усадки

Марка сплаву, температура його спікання	Ступінь обмеження усадки, %	Середній розмір зерна WC $\bar{d}_{\text{wc}}$ , мкм	Площа питомої поверхні		Середня умовна товщина прошарків Co – фази $\bar{L}_{\text{Co}}$ , мкм	Відносна частка контактної поверхні $C_{\text{WC-WC}}$ , %
			міжфазних границь $\sum S_{\text{WC-Co}}$ , мкм <sup>2</sup> /мкм <sup>3</sup>	міжкарбідних границь $\sum S_{\text{WC-WC}}$ , мкм <sup>2</sup> /мкм <sup>3</sup>		
BK6, $T_{\text{сп}} = 1440^{\circ}\text{C}$	0	2,41±0,10	0,19±0,10	0,91±0,10	1,80±0,10	63±1
	5	2,40±0,10	0,20±0,10	0,88±0,10	1,76±0,10	62±1
	15	2,39±0,10	0,21±0,10	0,84±0,10	1,73±0,10	61±1
	30	2,38±0,10	0,22±0,10	0,79±0,10	1,50±0,10	58±1
	50	2,37±0,10	0,25±0,10	0,73±0,10	1,37±0,10	55±1
	80	2,35±0,10	0,26±0,10	0,88±0,10	1,30±0,10	53±1
	100	2,33±0,10	0,27±0,10	0,65±0,10	1,20±0,10	51±1
BK15, $T_{\text{сп}} = 1360^{\circ}\text{C}$	0	2,20±0,10	0,83±0,10	0,82±0,10	2,34±0,10	51±1
	5	2,15±0,10	0,85±0,10	0,79±0,10	2,30±0,10	51±1
	15	2,10±0,10	0,87±0,10	0,71±0,10	2,22±0,10	49±1
	30	1,89±0,10	0,93±0,10	0,65±0,10	2,16±0,10	47±1
	50	1,63±0,10	1,10±0,10	0,59±0,10	2,10±0,10	45±1
	80	1,55±0,10	1,20±0,10	0,53±0,10	2,02±0,10	43±1
	100	1,38±0,10	1,30±0,10	0,47±0,10	1,96±0,10	41±1

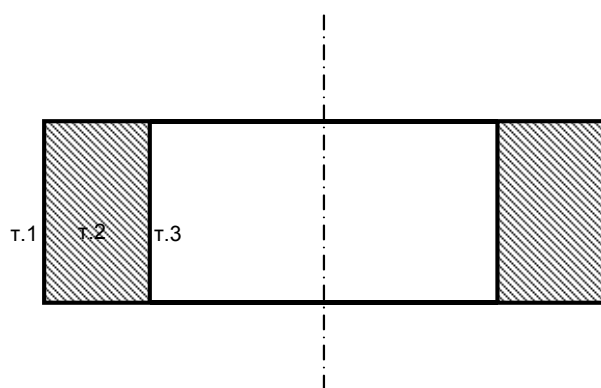


Рис 1. Схема розміщення точок, в яких досліджували структуру твердосплавних кілець

Хоча зменшення густини сплавів перебуває в межах похибки вимірювання, але ця тенденція чітко виявляється для обох досліджуваних сплавів, причому для сплаву ВК15 вона більш виражена, ніж для сплаву ВК6. На наш погляд, така тенденція зумовлена тим, що як дрібна, так і велика пористість у сплаві не зникає зовсім, а лише трансформується у дрібнішу субмікропористість, яка при збільшенні 100—200 крат не спостерігається. Випадки трансформації пор у сплавах в більш дрібніші показано на рис. 2.

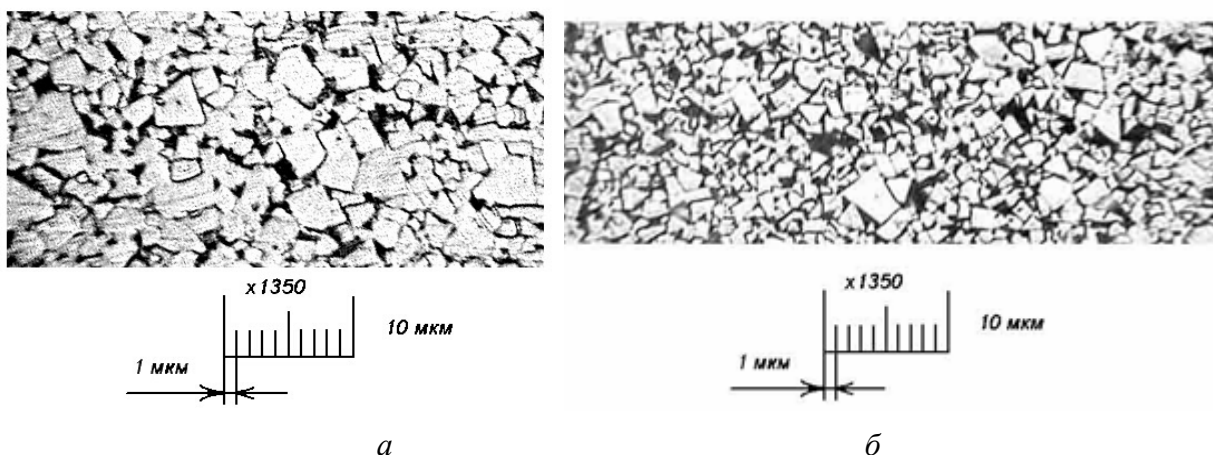


Рис 2. Місця перетворення великих пор в дрібні у сплавах ВК6 (а) та ВК15 (б)

Розглянута трансформація пористості відбувається за рахунок того, що за обмеження усадки в кільці виникають значні тангенціальні напруги, які при температурі існування рідкої фази у сплаві спричиняють зміщення частин пори і одна пора подрібнюється на кілька пор меншого розміру [3]. Тому можна вважати, що базова пористість сплаву при спіканні з обмеженням усадки не зменшується. Проте при зменшенні середнього розміру зерен карбиду вольфраму, площі питомої поверхні міжкарбідних границь та відносної частки контактної поверхні у сплавах можуть виникати нові субмікропори, які за стандартного методу дослідження пористості не виявляються, що й приводить в цілому до зменшення густини за збільшення ступеня обмеження усадки.

На відміну від густини коерцитивна сила у сплавах збільшилась, і це корелює зі зменшенням середнього розміру зерна карбиду вольфраму й відповідно товщини прошарків кобальтової складової.

Певне відхилення від загальної закономірності має встановлена тенденція до зниження твердості *HRA* сплаву ВК6, у той час як у сплаві ВК15 твердість підвищується. Підвищення твердості у сплаві ВК15 можна пояснити суттєвішим зменшенням середнього розміру

Точка 1 розміщується поблизу зовнішньої поверхні кільця (за зовнішнім діаметром); точка 2 — посередині перерізу кільця, точка 3 — поблизу внутрішньої поверхні кільця (за внутрішнім діаметром).

#### Обговорення результатів дослідження

У результаті дослідження встановлено, що за розглянутих розмірів кілець навіть за 100 % = го ступеня обмеження усадки при спіканні не призводить до руйнування виробів із твердих сплавів марок ВК6 і ВК15.

При цьому зі збільшенням ступеня обмеження усадки в обох сплавах уже при 5,0 % ступеня обмеження зникає як дрібна, так і велика пористість, але густина сплавів зменшується.

При цьому зі збільшенням ступеня обмеження усадки в обох сплавах уже при 5,0 % ступеня обмеження зникає як дрібна, так і велика пористість, але густина сплавів зменшується.

зерна карбіду вольфраму, що досягає 37 %, а у сплаві ВК6 це зменшення дорівнює лише 3,3 %. Ймовірно, субмікропористість сплаву ВК6, що виникає за обмеження усадки у процесі спікання, значніше впливає на твердість, ніж зменшення середнього розміру зерна карбіду вольфраму. Це й зумовлює тенденцію до зниження твердості сплаву ВК6 у процесі спікання за обмеження усадки. Крім того, субмікропористість у сплаві ВК15 може частково зникати через більший вміст у сплаві зв'язки.

На зменшення площі поперечного перерізу кілець у процесі спікання за різних ступенів обмеження усадки найзначніше впливають зміни товщини стінок кілець (див. табл. 2). Зазначену особливість змін габаритних розмірів кілець можна використати у процесі спікання твердосплавних виробів у вигляді кілець, в яких як із зовні так і з середини можуть бути виступи або інші конструктивні особливості, що призводить до перепадів діаметру.

### **Висновки**

1. Використання способу обмеження усадки твердосплавних кілець від 5 до 100 % дає змогу отримати тверді сплави ВК6 і ВК15 з дрібнозернистішою структурою і розсіянішою пористістю.

2. Вміст вуглецю у сплавах при використанні описаного способу обмеження усадки практично не змінюється.

3. Значно змінюються стереологічні характеристики структури сплавів, але їх вплив на твердість та інші фізико-механічні властивості не виходить за межі похибки експерименту. Можливо, це вплине на міцність, але для перевірки цього потребуються додаткові експерименти.

4. Результати досліджень дають можливість не тільки значно розширити межі використання існуючих прес-форм у твердосплавному виробництві, а й знизити трудомісткість виготовлення виробів, а також розширити номенклатуру конструкцій виробів у вигляді кілець, в яких як на зовнішній, так і на внутрішній поверхні можуть бути перепади діаметру.

### **Література**

1. Особенности технологии изготовления и вопросы организации производства твердосплавных колец большого диаметра / В.П. Бондаренко, К.И. Сирота, А.А. Яремчук и др. // Твердосплавная штамповая оснастка в электротехнической промышленности.— Таллин: Изд-во ЭстНИИ ПТИ, 1975.—С. 42—43.
2. Изготовление твердосплавных колец больших диаметров с ограничением усадки при спекании / В.П. Артюхов, В.П. Бондаренко, Н.И. Семенченко, А.А. Яремчук // Технология изготовления твердосплавных изделий.—К.: Изд-во ИСМ АН УССР, 1978. — С. 102—107.
3. Бондаренко В.П., Сотникова Л.Л., Юрчук М.О. Деякі властивості спечених твердосплавних виробів у вигляді кілець із різною величиною обмеження процесу усадки // Сб. науч. тр. Вып. 10. «Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент: техника и технология его изготовления и применения». – К.: Изд-во ИСМ НАНУ, 2007. – С. 400—406.
4. Ермоленко Н.Ф., Эфрос М.Д. Регулирование пористой структуры оксидных адсорбентов и катализаторов. – Минск: Наука и техника, 1971.—286 с.
5. Дымов А.М. Технический анализ (Методы определения содержания элементов).—М.: Металлургия, 1964.

*Надійшла 14.05.08*