

УДК 669.018.025

М.О. Юрчук, канд. техн. наук

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

ВПЛИВ ДІЇ РОЗТЯГУЮЧИХ НАПРУЖЕНЬ НА СТРУКТУРУ ТА ВЛАСТИВОСТІ СПЕЧЕНОГО У ВАКУУМІ МАЛОКОБАЛЬТОВОГО ТВЕРДОГО СПЛАВУ ВК6

The paper gives structural characteristics and values of the basic properties of WC–6Co laminated carbide in the form of rods sintered in vacuum under tensile stresses. The value of the ultimate load has been determined at which the cemented carbide fractures during sintering.

Результати досліджень [1 – 3] здійснених в Інституті надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України зі спікання твёрдосплавних кілець, у тому числі зі сплаву ВК6, з обмеженням усадки від нуля до 100%, показали, що навіть 100% – ве обмеження усадки при спіканні не спричиняє руйнування сплавів. Тому за цієї схеми навантаження неможливо встановити розтягуючі напруження, за яких руйнується зразок, що спікається, а також визначити вплив на структуру і властивості сплавів критичних напружень.

Таких результатів можна досягти при одноосьовому навантаженні, яке не тільки обмежує усадку, а й розтягує вихідний зразок. Подібні експерименти у літературі не виявлені. З огляду на це мета роботи – визначити зміни структурних характеристик та основних властивостей при спіканні твёрдого сплаву під постійною дією статичних розтягуючих навантажень, що можуть спричинити розтягування, а у крайньому разі – руйнування (розриву) зразка, що спікався.

Методика проведення досліджень

Для дослідження було вибрано малокобальтовий твёрдий сплав ВК6, тому що в цьому разі існує найбільша ймовірність розриву зразка за дії незначних напружень. У дослідженні використовували твёрдосплавну суміш ВК6 серійного виробництва. Середній розмір зерна карбиду вольфраму d_{wc} складало $1,7 \pm 0,1$ мкм, кількість зерен із середнім розміром зерна $0,5 - 4$ мкм – 87 %, площа питомої поверхні — $2,0 \pm 0,1$ м²/г. Вміст загального вуглецю у вихідній суміші $C_{заг} = 5,75$ % (за масою) при стехіометричному вмісті $5,65 - 5,85$ % (за масою). Перед замішуванням на пластифікаторі суміш просіяли. Просіяну суміш замішували на 5% = ному розчині синтетичного каучуку в бензині. Просушену суміш подрібнили у вібромліні та знову просіяли крізь сито.

Пресування контрольних штабиків (для вільного спікання сплаву) та заготовок (з яких у подальшому шляхом механічної обробки одержували зразки для спікання сплаву під дією розтягуючого напруження) шириною 13 мм, висотою 14 мм та довжиною 100 мм здійснювали у сталевих прес-формах на гідравлічному пресі. Відпресовані штабики і заготовки просушували в сушильній шафі. З метою забезпечення більшої однорідності суміші за вмістом вуглецю, а також механічної обробки заготовок, штабики і заготовки попередньо спікали у водні в засипці із графітової крупки у прохідних печах при температурі близько 900 °С. Із попередньо спечених заготовок виточували експериментальні зразки у вигляді гантелей із такими розмірами: діаметр лівого та правого дисків – 10–12 мм, висота дисків – 5 мм, діаметр стержня, що з'єднував диски – $5 \pm 0,1$ мм (рис. 1). Для ліквідації концентраторів напружень на зразках у місцях переходу від стержня зразка до дисків виконали радіус 1 мм.

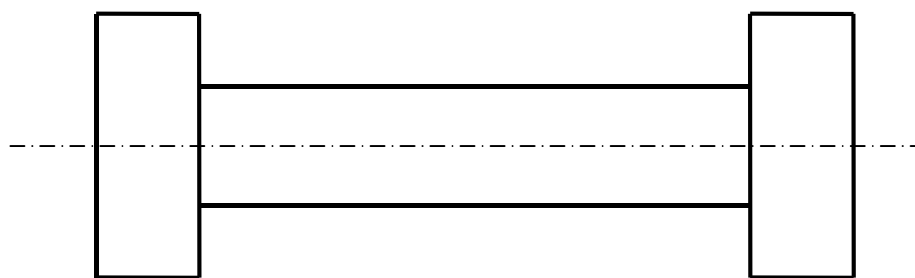


Рис. 1. Форма експериментального зразка для дослідження структурних змін у твердому сплаві ВК6 після спікання у вакуумі під дію розтягуючих одноосьових напружень

Під час кінцевого спікання зразок висів на „плечиках” верхнього диску, а на „плечиках” нижнього диску висів відповідний вантаж у вигляді графітових кілець із прорізами шириною 6,0 мм до центру кільця. З метою уникнення контакту зразка під час спікання із графітовим оснащенням і вантажем (наявність якого може вплинути на хімічний склад сплаву) між верхнім диском та графітовим оснащенням і між нижнім диском та графітовим вантажем вставлялись алундові прокладки товщиною близько 2 мм. Як графітове оснащення використовували графітову підставку з прорізом шириною 6,0 мм, в який заводили зразок із вантажем.

Кінцеве спікання здійснювали в електричній вакуумній печі моделі ОКБ-8086 (ТУ 16-531.302-75). Температури спікання – 1350 та 1400 оС. Розтягуючі напруження – 0,47 та 1,03 МПа. Граничним розтягуючим напруженням було взято навантаження, за якого зразок під час спікання розривався.

Коефіцієнт усадки сплаву на штабиках встановили шляхом обробки ширини і довжини штабиків до та після спікання, на експериментальних зразках—шляхом обробки діаметра і довжини стержня між дисками. Густина сплаву ρ (г/см³) і твердість за Роквеллом (шкала А) НРА визначали за стандартною методикою. Вміст вільного вуглецю у структурі, пористість, характер розподілу кобальтової фази, наявність η 1-фази та площу перерізу зерен карбиду вольфраму визначали згідно зі стандартними вимогами.

Стереологичні параметри структури сплавів визначали за травленими шліфами зразків. Мікроструктури фотографували 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 (d_{wc}); об'ємну частку карбідної складової (WC-фази) (V_{vwc}); об'ємну частку зв'язки (Co-фази) (V_{vCo}); площу питомої поверхні міжфазних меж (ΣS_{wc-co}), та міжкарбідних меж (ΣS_{wc-wc}); середню умовну товщину прошарку кобальтової фази (L_{Co}); відносну частку контактної поверхні (C_{wc-wc}) — коефіцієнт суміжності.

Властивості сплаву після вільного спікання в вакуумі та спікання у вакуумі під дією розтягуючого напруження

Характерні зовнішні вигляди зразків, спечених під дією різних значень розтягуючих напружень показано на рис. 2, 3. Зразок на рис. 3 зруйнувався при великому значенні розтягуючого напруження. Розтягування зразка за довжиною та зменшення за діаметром практично не відбувалися ($\sigma_{розт} = 1,03$ МПа; коефіцієнт усадки за довжиною – 1,19; коефіцієнт усадки за діаметром – 1,36).

Коефіцієнт усадки. Коефіцієнт усадки за шириною і довжиною вільно спеченого штабика при температурі $1350\text{ }^\circ\text{C}$ становив $1,19 \pm 0,03$, при температурі $1400\text{ }^\circ\text{C}$ — $1,22 \pm 0,03$. При спіканні під дією розтягуючого напруження коефіцієнт усадки за довжиною зразка з підвищенням температури спікання збільшувався, а при збільшенні розтягуючого навантаження – зменшувався. Водночас коефіцієнт усадки за діаметром при обох температурах збільшувався. Значення коефіцієнтів усадки за довжиною та діаметром зразка наведені в табл. 1.

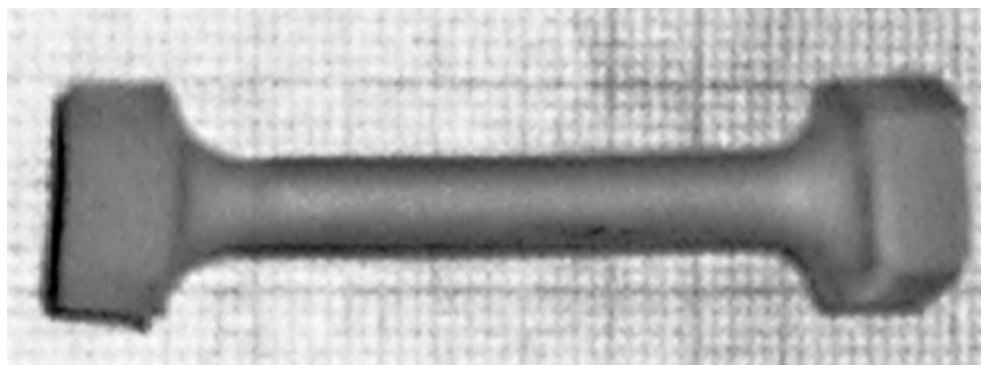


Рис. 2. Зовнішній вигляд зразка, що не розірвався під час спікання при температурі $1400\text{ }^\circ\text{C}$ під дією розтягуючих напружень ($\sigma_{розт} = 0,47$ МПа; коефіцієнт усадки за довжиною = 1,20; коефіцієнт усадки за діаметром = 1,24)

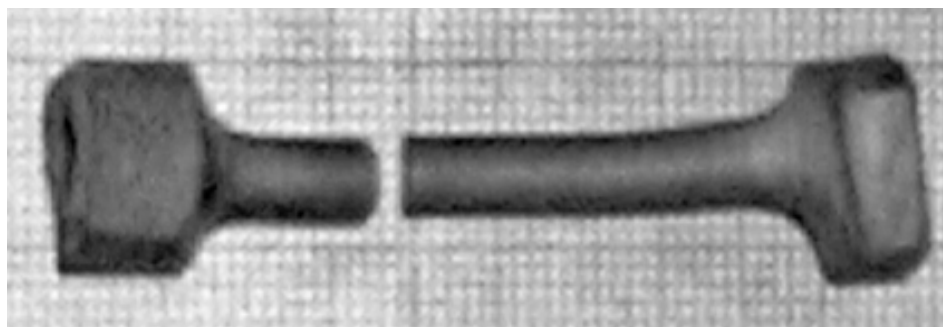


Рис. 3. Зовнішній вигляд зразка, що розірвався під час спікання при температурі 1400 °С під дією розтягуючих напружень.

Таблиця 1. Значення коефіцієнта усадки за довжиною та діаметром зразка твердого сплаву ВК6 після спікання у вакуумі під дією розтягуючого напруження за різних температур спікання сплаву

Температура спікання сплаву, °С	Розтягуюче напруження, МПа	Коефіцієнт усадки	
		за довжиною	за діаметром
1350	0,47	1,16±0,03	1,34±0,03
	1,03	1,13±0,03	1,41±0,03
1400	0,47	1,20±0,03	1,24±0,03
	1,03	1,19±0,03	1,36±0,03

Густина. Густина сплаву при вільному спіканні перебувала в межах 14,51±0,20 при температурі спікання 1350 °С і 14,68±0,20 при температурі спікання 1400 °С. При спіканні під дією розтягуючого напруження густина сплаву практично не змінюється (табл. 2). Отже, у кожному випадку спікання густина сплаву, спеченого під напруженням, має тенденцію до збільшення, що не виходить за довірчу межу випадкової похибки вимірювання.

Таблиця 2. Значення густини твердого сплаву ВК6 після вільного спікання у вакуумі та після спікання у вакуумі під дією розтягуючого напруження за різних температур спікання сплаву

Температура спікання сплаву, °С	Розтягуюче напруження, МПа	Густина ρ , г/см ³
1350	0,47	14,61±0,20
	1,03	14,56±0,20
1400	0,47	14,73±0,20
	1,03	14,70±0,20

Твердість. Твердість за Роквеллом *HRA* вільно спеченого сплаву при температурі 1350 °С становила 90,0±0,2, при температурі спікання 1400 °С – 90,5±0,2. Значення твердості під час спікання сплаву під напруженням за певної температури не виходило за довірчу межу випадкової похибки вимірювання (табл. 3).

Таблиця 3. Значення твердості за Роквеллом твердого сплаву ВК6 під час спікання у вакуумі під дією розтягуючого напруження за різних температур спікання сплаву

Температура спікання сплаву, °С	Розтягуюче напруження, МПа	Твердість за Роквеллом <i>HRA</i>
1350	0,47	90,5±0,2
	1,03	90,2±0,2
1400	0,47	90,5±0,2
	1,03	90,0±0,2

Хімічний склад твердого сплаву після вільного спікання у вакуумі та спікання у вакуумі під дією розтягуючого напруження

Вміст загального вуглецю в сумішах, одержаних подрібненням вільно спечених при обох температурах контрольних штабиків, становив $5,69 \pm 0,25$ % (за масою), включення вільного вуглецю – 0,2 % (за масою). Хімічний склад сплаву при спіканні під навантаженням (табл. 4) практично не змінився. Вміст $C_{\text{заг}}$ % у порошках, отриманих подрібненням експериментальних зразків, перебував у межах, характерних для сплаву, що виготовляється серійно – 5, 65–5,85 % (за масою).

Таблиця 4. Хімічний склад твердого сплаву ВК6 при спіканні у вакуумі під дією розтягуючого напруження за різних температур спікання сплаву

Температура спікання сплаву, °С	Розтягуюче напруження, МПа	Вміст $C_{\text{заг}}$ % (за масою) у сумішах, одержаних подрібненням спечених експериментальних зразків	Вміст включень вільного вуглецю $C_{\text{в}}$, %
1350	0,47	$5,71 \pm 0,25$	0,2
	1,03	$5,74 \pm 0,25$	0,2
1400	0,47	$5,72 \pm 0,25$	0,2
	1,03	$5,70 \pm 0,25$	0,2

Вміст включень вільного вуглецю у структурі сплаву, визначеного за нетравленими шліфами зразків, при спіканні під напруженням так само не змінився і перебуває в межах, характерних для сплаву, що виготовляється серійно (0,2 %) (табл. 4). У контрольних штабиках та зразках η_1 -фази не виявлено.

Структурні характеристики твердого сплаву після вільного спікання у вакуумі та спікання в вакуумі під дією розтягуючого напруження

Вміст пор розмірами до 50 та 50–100—107 мкм, визначений на шліфах штабиків сплаву після вільного спікання, за обох температур перебуває в таких самих межах, як і у сплаві, що виготовляється серійно. Розподіл зерен тугоплавкої складової за розмірами та ширина прошарку кобальтової фази у сплаві перебувають у межах, характерних для промислового середньозернистого твердого сплаву (табл. 5).

Таблиця 5. Структурні характеристики твердого сплаву ВК6 при вільному спіканні у вакуумі за різних температур спікання сплаву

Температура спікання сплаву, °С	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, %	50–107 мкм, шт.	0,5 мкм	1,0 мкм	2,0 мкм	3,0 мкм	4,0–5,0 мкм	6,0–7,0 мкм	
1350	0,2	1 пора 100 мкм	—	59	20	13	7	1	0,5–1,0
1400	0,2	1 пора 105 мкм	—	58	21	14	6	1	0,5–1,0

При спіканні сплаву під дією розтягуючого напруження пори розмірами до 50 та 50–100 мкм у сплаві зникають, розподіл зерен (особливо в місцях очікуваного розриву зразка) наближається до рівня дрібнозернистого сплаву. При переході від вільного спікання до спікання сплаву під дією розтягуючого напруження ширина прошарку зв'язки зменшується і стає однорідною (табл. 6, 8, 9).

Таблиця 6. Структурні характеристики твердого сплаву ВК6 при спіканні у вакуумі під дією розтягуючого напруження за різних температур спікання сплаву

Температура спікання сплаву, °С	Розтягуюче напруження, МПа	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, %	50–107 мкм, шт.	0,5 мкм	1,0 мкм	2,0 мкм	3,0 мкм	4,0–5,0 мкм	6,0–7,0 мкм	
1350	0,47	—	—	—	67	19	12	2	0	0,5
	1,03	—	—	—	68	18	12	2	0	0,5
1400	0,47	—	—	—	66	20	13	1	0	0,5
	1,03	—	—	—	65	19	13	3	0	0,5

Стереологічні характеристики сплаву при вільному спіканні у вакуумі та спіканні у вакуумі під дією розтягуючого напруження

Об'ємні частки карбідної складової та зв'язки у сплаві не змінювались як при вільному спіканні, так і після спікання сплаву під дією додаткового розтягуючого напруження і становили $V_{V_{wc}} = 90 \pm 3 \%$, $V_{V_{co}} = 10 \pm 1 \%$.

Середній розмір зерен тугоплавкої складової, площі питомої поверхні міжфазних та міжкарбідних меж, середня умовна товщина зв'язки та відносна частка контактної поверхні зерен тугоплавкої складової для вільно спеченого сплаву наведені в табл. 7, для сплаву, спеченого під дією додаткового розтягуючого напруження у табл. 8, 9.

Таблиця 7. Стереологічні характеристики структури твердого сплаву ВК6 при вільному спіканні у вакуумі за різних температур спікання сплаву

Температура спікання сплаву, °С	Середній розмір зерна WC \bar{d}_{wc} , мкм	Площа питомої поверхні		Середня умовна товщина Со-фази \bar{L}_{Co} , мкм	Відносна частка контактної поверхні зерен C_{wc-wc} , %
		міжфазних меж $\sum S_{wc-co}$, мкм ² /мкм ³	міжкарбідних меж $\sum S_{wc-wc}$, мкм ² /мкм ³		
1350	1,61±0,10	0,90±0,10	1,00±0,10	0,66±0,10	50±3
1400	1,64±0,10	0,64±0,10	1,02±0,10	0,73±0,10	50±3

Таблиця 8. Стереологічні характеристики структури твердого сплаву ВК6 при спіканні у вакуумі під дією розтягуючого напруження за температури спікання 1350 °С

Розтягуюче напруження, МПа	Місце на зразку, де обраховувались стереологічні характеристики	Середній розмір зерна WC \bar{d}_{wc} , мкм	Площа питомої поверхні		Середня умовна товщина Со-фази \bar{L}_{Co} , мкм	Відносна частка контактної поверхні зерен C_{wc-wc} , %	
			міжфазних меж $\sum S_{wc-co}$, мкм ² /мкм ³	міжкарбідних меж $\sum S_{wc-wc}$, мкм ² /мкм ³			
0,47	на відстані від очікуваного розриву, мм	0	1,29±0,10	0,94±0,10	0,98±0,10	0,60±0,10	47±3
		20	1,42±0,10	0,92±0,10	0,99±0,10	0,60±0,10	47±3
1,03	на відстані від очікуваного розриву, мм	0	1,30±0,10	0,93±0,10	0,98±0,10	0,55±0,10	49±3
		20	1,43±0,10	0,92±0,10	0,99±0,10	0,58±0,10	49±3

Таблиця 9. Стереологічні характеристики структури твердого сплаву ВК6 при спіканні у вакуумі під дією розтягуючого напруження за температури спікання 1400 °С

Розтягуюче напруження, МПа	Місце на зразку, де обраховувались стереологічні характеристики	Середній розмір зерна WC \bar{d}_{wc} , мкм	Площа питомої поверхні		Середня умовна товщина Co-фази \bar{L}_{Co} , мкм	Відносна частка контактної поверхні зерен C_{wc-wc} , %
			міжфазних меж $\sum S_{wc-co}$, мкм ² /мкм ³	міжкарбідних меж $\sum S_{wc-wc}$, мкм ² /мкм ³		
0,47	на відстані від очікуваного розриву, мм	0	1,41±0,10	0,99±0,10	0,63±0,10	47±3
		20	1,47±0,10	0,90±0,10	0,74±0,10	47±3
1,03	на відстані від розриву, мм	0	1,49±0,10	0,94±0,10	0,53±0,10	47±3
		20	1,59±0,10	0,77±0,10	0,82±0,10	48±3
		40	1,62±0,10	0,59±0,10	0,99±0,10	49±3

Середній розмір зерна WC сплаву після вільного спікання у вакуумі за обох температур перебуває на рівні цих параметрів середньозернистого серійного твердого сплаву, а після спікання сплаву під дією розтягуючого напруження спрямоване до рівня дрібнозернистого (табл. 7–9). Особливо це помітно при порівнянні розмірів зерна на місцях очікуваного розриву зразка. Тенденція до зменшення розміру зерна у сплаві спостерігається і на відстані 20 мм від місця очікуваного розриву зразка. Спостерігаються зменшення площі питомої поверхні міжкарбідних меж, середньої умовної товщини зв'язки, відносної частки контактної поверхні зерен карбіду вольфраму та збільшення площі питомої поверхні міжфазних меж у сплаві після спікання у вакуумі під дією розтягуючого напруження. Необхідно зазначити, що дія розтягуючого напруження спричиняє перебудову структури сплаву: великі зерна пластинчастої форми спрямовуються до переміщення маси сплаву. У результаті такі зерна напруження прагне розташувати у сплаві паралельно.

Висновки

1. Збільшення розтягуючого навантаження при спіканні сплаву спричинило зменшення коефіцієнта усадки за довжиною експериментального зразка. Водночас коефіцієнт усадки за діаметром при обох температурах збільшувався.

2. При спіканні сплаву під дією розтягуючого напруження починаючи зі 0,47 МПа пористість сплаву зникає при обох температурах.

3. Помітної зміни густини та твердості у сплаві при його спіканні у вакуумі під дією розтягуючого напруження не виявлено.

4. Розтягуюче напруження при спіканні зумовлює перебудову структури сплаву: великі зерна WC розвертаються вздовж напрямку дії сили (рис. 4). Зазначені обставини дають підставу для припущення про можливість значної анізотропії властивостей одержаного таким методом сплаву.



Рис. 4. Великі зерна карбіду вольфраму пластинчастої форми, розвернуті вздовж напрямку переміщення маси сплаву

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 // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент: техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: Изд-во ИСМ НАН Украины, 2007. – Вып. 10. С. 400—406.

Надійшла 27.05.08