

5. Левитас В. И., Душинская Г. В. Исследование напряженного состояния деформируемого уплотнения АВД типа «тороид» // Сверхтвердые матер. – 1983. – № 5. – С. 7–11.
6. Моделирование электрических, температурных полей и полей термонапряжений в АВД методом конечных элементов / Н. В. Новиков, В. И. Левитас, А. А. Лещук С. И. Шестаков и др. // Сверхтвердые матер. – 1983. – С. 3–8.
7. Серенсен С. В., Когаев В. П., Шнейдерович Р. М. Несущая способность деталей машин. – М.: Машиностроение, 1975. – 488 с.
8. Когаев В. П. Расчет на прочность при напряжениях, переменных во времени. – М.: Машиностроение, 1993. – 354 с.
9. Бочечка А. А., Гаргин В. Г. Оценка величины давления при спекании алмазно-твердосплавных пластин в аппарате высокого давления типа «тороид» // Сверхтвердые матер. – 1998. – № 3. – С. 31–39.
10. Компьютерное моделирование напряженно-деформированного и предельного состояний матриц аппаратов высокого давления для спекания алмазно-твердосплавных пластин / В. П. Бондаренко, С. И. Шестаков, Н. А. Юрчук и др. // Электрон. ресурс: сб. науч. тр. 5-й междунар. конф. «HighMatchTech». – 2015. – С. 67–73

Надійшла 22.06.17

УДК 669.018.025

**В. П. Бондаренко**, член-кор. НАН України, **І. О. Гнатенко**, канд. техн. наук,  
**О. О. Матвійчук**, **М. М. Прокопів**, канд. техн. наук<sup>1</sup>, **В. Г. Заволокін**<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України, м. Київ

<sup>2</sup>Національний технічний університет України «КПІ», м. Київ

## ДОСЛІДЖЕННЯ ВЗАЄМОЗВ'ЯЗКУ МІЖ ФОРМОЮ ПЕРЕТИНУ ЗЕРЕН ВИСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО WC ТА ЇХ МІКРОТВЕРДІСТЮ

У роботі наведені результати дослідження мікротвердості зерен карбіду вольфраму WC в сплаві VK28. Встановлено, що базисні площини мають велику мікротвердість ніж призматичні.

**Ключові слова:** карбід вольфраму, твердий сплав, перетин зерен, мікротвердість.

### Вступ

Карбід вольфраму WC широко використовується для виготовлення виробів інструментального і конструкційного призначення, а також в якості захисних і функціональних покриттів, що працюють в екстремальних умовах. Властивості таких матеріалів в значній мірі будуть залежати від властивостей карбіду WC, які обумовлені технологією його отримання. Основний вплив на властивості карбіду вольфраму WC здійснюють температури відновлення вольфраму і науглецювання його до WC, а також умови отримання виробів, що містять WC. Про вплив температур відновлення вольфраму і науглецювання його до карбіду WC на властивості твердих сплавів повідомляли В.А. Івенсен зі співробітниками [1], Г.Е. Екснер [2], Ц. Юнкси [3], Е. Ласнер [4], В.П. Бондаренко зі

співробітниками [5]. Про вплив на властивості твердих сплавів властивостей зерен WC після їх розмелу і послідуєчої трансформації під час спікання вказано в роботах [6, 7]. Все це спрямовує значну увагу сучасних дослідників на необхідність визначення нано- та мікротвердих характеристик окремих структурних складових твердих сплавів. Найпоширенішим методом випробовування є вимірювання мікро- та нанотвердості структурних складових сплаву: міжзеренних границь WC–WC [8] і зерен карбіду вольфраму [9–12], тому що прогнозується, що наявність анізотропії мікротвердості в зернах WC відобразиться на властивостях робочої поверхні сплаву під час його експлуатації.

Зазвичай, в сучасних умовах карбід вольфраму отримують при температурах до 2200 °С, потім порошок WC і його суміш з металом-зв'язкою піддають розмелу, в результаті якого зерна WC подрібнюються і в деякій мірі наклепується. Під час наступного спікання при високих (1350–1480 °С) температурах більшість дефектів в зернах WC зникають, але в деяких зернах можуть зберігатися недосконалість упаковки кристалічної ґратки, мікро- та нано тріщини, різні типи дислокацій.

Все це може впливати на мікро- та нанотвердість зерен WC в спеченому сплаві. Тому можна вважати, що дослідження нано- та мікротвердості зерен WC в твердих сплавах ще далекі до завершення.

В ІНМ ім. В.М. Бакуля НАНУ розроблено технологію отримання WC при температурах 2200–2300 °С методом газофазної карбідизації, що може по своєму вплинути на мікротвердість зерен WC в твердому сплаві.

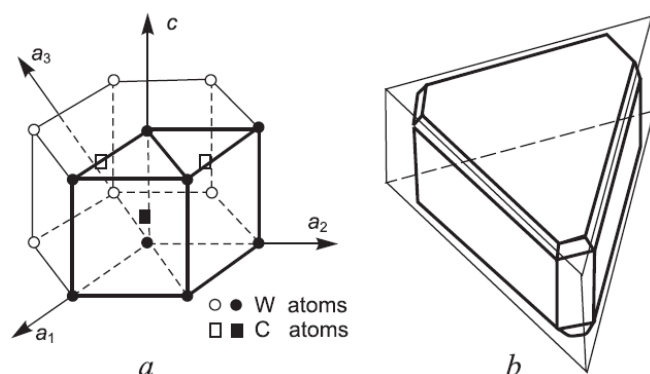


Рис. 1. Елементарна комірка WC (а) та форма рівноважного кристалу (б) [2].

Характерною особливістю карбіду WC є його складна кристалічна ґратка типу  $P-6m2$  (рис. 1 а). Вона складається з 2-х взаємопроникаючих простих гексагональних ґраток, одна з яких утворюється атомами вольфраму (W), а інша – атомами вуглецю (C). При цьому площини призми  $(10\bar{1}0)$  можуть складатися тільки з атомів W або тільки з атомів C. В результаті на поверхні шліфа твердого сплаву, в якому зерна WC розташовані стохастично, перерізи зерен WC можуть мати різну атомну структуру, а відповідно і різні властивості.

Однак, виходячи з будови рівноважного монокристалу WC (рис. 1 б), апіорі можна відзначити можливість існування на поверхні шліфа декількох переважних орієнтацій кристалографічних площин зерен WC: базисної, призматичної. При цьому базисні площини повинні мати форму близьку до трикутника, а призматичні – до прямокутника. Кількість прямокутних перерізів повинно бути в кілька разів більше, ніж трикутних. Крім того, треба відзначити, що проміжних випадків може бути дуже багато: від трикутників різних розмірів до різнобічних трапецій. Найбільші розміри перерізів найбільш імовірно будуть відноситись до базисної, призматичної грані, чи найбільш нахиленої до основної осі площини.

На практиці звичайно зразки пресують із порошків WC, що складаються не з ідеальних частинок, а із частинок, що піддавалися розмелу. Крім того, в процесі росту зерен WC при спіканні вони стикаються одне з одним, ріст зерен в цьому напрямку припиняється, а форма

спотворюється і значно відрізняється від рівноважної. У результаті число кристалографічних площин і форм перерізів, що формують поверхню шліфа, істотно зростає й розподіл типів кристалографічних площин по групах значною мірою нівелюється. Опис процесу формування загального розподілу типів контактів стає складним. Однак крайні типи кристалографічних площин карбідних зерен (базисні – трикутник, призматичні – прямокутник, та нахилені – багатокутник) на поверхні шліфа повинні спостерігатися, хоча і різних розмірів. Тому в даній роботі вимірювання мікротвердості проводили на зернах, що мали форму близьку до трикутника, прямокутника і багатокутника аж до круга, в залежності від їх розмірів. Розмір зерна ( $d_{WC}$ ) визначали як напівсуму максимального і мінімального розміру зерна.

Тому метою даної роботи було визначити мікротвердість зерен WC, отриманих з високотемпературного вольфраму методом газозфазної карбідизації при температурах 2200–2300 °C.

#### **Матеріали та методи дослідження**

Для проведення досліджень використовували порошок карбиду WC зернистістю 80/40 мкм, який був отриманий шляхом високотемпературної газової карбідизації при температурі 2300 °C, розсіяний на ситах на фракції та вкритий кобальтом хімічним методом. Кількість кобальту складала 28 % (по масі) відповідно.

Замішування порошку з пластифікатором проводили на 5 % розчині каучуку в бензині. З замішаної суміші пресували штапики з розмірами 7,5×7,5×44 мм при тиску 100 МПа.

Отримані штапики спікали у вакуумі при температурі 1280 °C з ізотермічною витримкою 20 хв. та з наступним додатковим допінанням при температурі 1470 °C і ізотермічною витримкою 20 хв.

Приготовані зі спечених зразків шліфи травили реактивом «Мураками» протягом 4 хв. з метою виявлення границь зерен карбиду WC. Дослідження мікроструктури проводили на оптичному мікроскопі МИМ-10 при збільшенні ×700 крат.

Визначення мікротвердості проводили на модернізованому мікротвердомірі ПМТ-3, оснащеному камерою-відеоокуляром, за допомогою якої фотографували структуру сплаву до та після прикладення навантаження, при збільшенні ×700 крат. При вимірюваннях мікротвердості навантаження складало 1,96 Н, а витримка 3 секунди. Використовувався індентор Віккерса (чотириохгранна піраміда з кутом при вершині 136°).

Місце уколу обиралось з метою визначення мікротвердості для трьох різних типів перерізів зерен WC (трикутні, прямокутні та нахилені до основної осі – багатокутні).

Надалі отримані зображення з відбитками після індентування обробляли та аналізували з допомогою програми JmicroVision [13].

#### **Результати експериментальних досліджень та їх обговорення**

На рис. 2 приведено характерний вигляд структури твердого сплаву BK28 до індентування та після при навантаженнях 1,96 Н.

Мінімальний переріз зерен, які індентували, складав 20 мкм, а максимальний – 85 мкм. Розміри відбитків завжди були менші від розмірів зерна, яке індентували. Випадкові відбитки, що попадали на границі зерен WC–WC не враховували.

Як видно з рисунку 2 б, прикладення навантаження вагою 1,96 Н не призводить до викришування біля відбитка, хоча в ряді зерен від відбитка відходили мікротріщини. В багатьох випадках навантаження призводило до появи ліній ковзання на поверхні зерен WC та до незначної зміни в будові границь WC–WC.

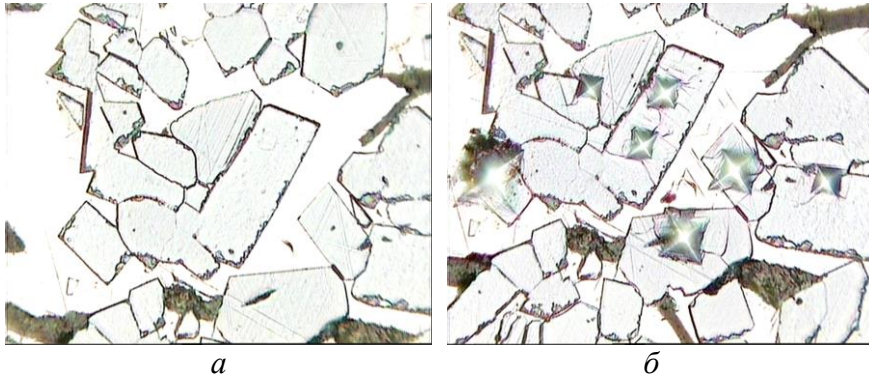


Рис. 2. Характерний вигляд структури твердого сплаву BK28 до індентування (а) та після індентування (б) при навантаженні 1,96 Н.

Мікротвердість було визначено на більше як 15 відбитках для кожної форми перерізу зерен WC (рис. 3). Як видно з рис. 3, значення мікротвердості мають значний розкид, це може бути пов'язано з тим, який об'єм зерна внаслідок зрізу при приготуванні шліфа був

видалений, а також з причинами вказаними вище при аналізі можливих форм і розмірів перерізів на поверхні шліфа.

видалений, а також з причинами вказаними вище при аналізі можливих форм і розмірів перерізів на поверхні шліфа.

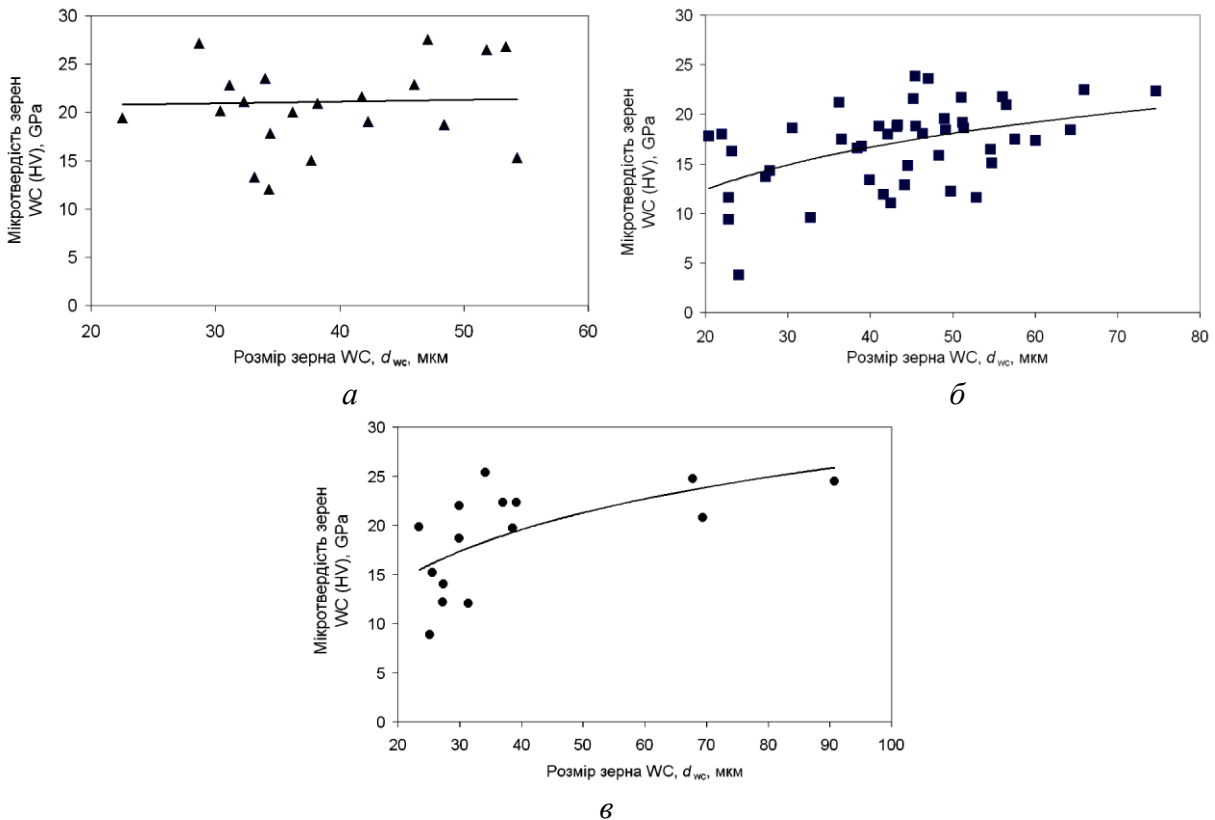


Рис. 3. Значення мікротвердості зерен карбіду WC в залежності від розміру та форми перерізів зерен: трикутна (а) форма перерізу; прямокутна (б) форма перерізу; багатокутна (в) форма, іноді близька до округлої

Все ж можна зробити висновок, що найбільше перерізів, на яких можливо вимірювати мікротвердість, мають форму прямокутника, найменше перерізів мають багатокутну форму, а перерізи форми трикутника по кількості займають проміжне значення. Це близько до того співвідношення можливих форм, яке було оцінено вище при аналізі впливу форми монокристала WC на співвідношення кількості можливих перерізів зерен WC.

Крім того, з рисунка 3 видно, що більшість перерізів зерен WC багатокутної форми мають розміри 20–40 мкм, трикутної форми – 30–50 мкм, а прямокутної – 40–70 мкм. Отримані співвідношення розмірів перерізів зерен WC вказують на те, що і в одному сплаві висота тригранних призм менше довжини їх граней, що є характерним для серійних сплавів WC–Co, і що перерізи трикутної форми близькі до базисних, прямокутні – до призматичних, а багатокутні – до нахилених до основної осі.

З рис. 3 також видно, що мікротвердість трикутних перерізів практично не залежить від їх розмірів. Це свідчить про те, що трикутні перерізи дійсно близькі до базисних граней кристалу WC. Найбільша залежність мікротвердості від розміру перерізу спостерігається для багатокутної форми, що вказує на суттєву залежність мікротвердості не тільки від розміру перерізу, а й від кута нахилу площини багатокутного перерізу до осі «С» монокристалу. Чим більший розмір перерізу, тим він ближче до діагональної площини перерізу, яких в зерні WC зустрічається значно менше, ніж площин з іншим кутом нахилу.

Для прямокутних перерізів збільшення мікротвердості зі збільшенням розміру перерізу незначне, що вказує на те, що більшість з них, особливо при розмірах більше 40 мкм, близькі до граней призми. Перерізи менших розмірів можуть відноситись до перерізів нахилених до бокових граней призми під значними кутами навколо осі «С».

Важливо також відмітити, що більший розкид значень мікротвердості для трикутних перерізів при малих розмірах перерізів може бути обумовлений як малою площею базової площини, тобто малим розміром зерна WC, і відповідно можливістю вдавлення його в сплав при індентуванні, так і різною товщиною залишку зерна на шліфі, а при великих розмірах трикутника тільки різною товщиною залишку. Тому розкид значень мікротвердості для отриманих перерізів значний, як при малих (20–35 мкм) розмірах перерізів, так і при великих (45–55 мкм). Для двох інших типів перерізів розкид значень мікротвердості для великих розмірів перерізів значно менший, ніж для малих, тобто в цих випадках залишки зерна досить товсті, щоб їх товщина не впливала на значення мікротвердості.

В зв'язку з тим, що кількість дослідів для окремих видів перерізів зерен карбід WC різна, при порівнянні впливу форми (типу площини) перерізу зерен на їх мікротвердість було визначено середнє значення мікротвердості зерен WC даної форми не залежно від розмірів зерна, а також при розмірах 30–50 мкм для трикутних, 40–70 мкм – для прямокутних і 40–90 мкм – для багатокутних, при яких значення мікротвердості мало залежить від розміру. Результати приведені в таблиці.

**Середнє значення мікротвердості зерен WC в залежності від форми перерізу зерна без врахування їх розмірів**

Форма перерізу зерна WC	Тип площини	Середнє значення мікротвердості без врахування розмірів перерізів зерна, ГПа
Трикутна	Базисна	22,5±3,0
Багатокутна	Нахилена до осі «С»	20,4±4,0
Прямокутна	Призматична	18,5±3,6

Як видно з таблиці значення мікротвердості для зерен WC, перерізи яких мають форму трикутника (найближчі до формою до базисних) мають найвищі значення мікротвердості. Зерна WC з перерізами прямокутної форми мають найнижчу мікротвердість, а зерна багатокутної форми і трапецевидні – проміжні.

Для того, щоб визначити вплив розмірів зерен WC (від 20 мкм до 70 мкм) в роботі було визначено середні значення мікротвердості зерен для кожної окремої групи зерен: 20–30 мкм,

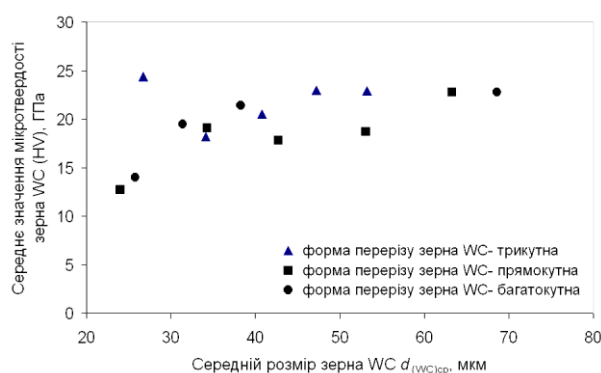


Рис. 4. Залежність значення мікротвердості карбіду вольфраму від розміру та форми перерізу зерна WC: трикутна форма перерізу зерна WC – (▲); прямокутна форма перерізу зерна WC – (■); багатокутна форма перерізу зерна WC – (●)

перерізами трикутної і багатокутної форми практично співпадають, що в деякій мірі підтверджує дані наведені в таблиці 1. В цілому можна стверджувати, що мікротвердість перерізів трикутної форми суттєво більше від мікротвердості перерізів прямокутної форми. Це добре співпадає з результатами робіт [9–12] по вимірюванню нанотвердості базисних і призматичних площин зерен WC.

В подальшій роботі планується даний зразок сплаву після інденування дослідити на електронному мікроскопі з метою встановлення кореляційних зав'язків між орієнтацією карбідних зерен WC їх мікротвердістю і формою в сплаві.

## Висновки

1. Використання крупнозернистого порошку WC зернистістю 80/40 мкм дозволяє визначити залежність мікротвердості не тільки від форми перерізу зерна WC, а й від розміру перерізу в широкому інтервалі.

2. Підтверджено, що базисні кристалографічні площини мають більшу твердість ніж призматичні.

3. Вперше визначено мікротвердість площин нахилених до осі «С» монокристала WC, і показано, що вона близька до мікротвердості базисної площини.

4. Отримані дані вказують на перспективність створення твердих сплавів з орієнтованим розташуванням базисної і призматичної площин.

*В работе приведены результаты исследования микротвердости зерен карбида вольфрама WC в сплаве ВК28. Установлено, что базисные плоскости имеют большую микротвердость чем призматические.*

**Ключевые слова:** карбид вольфрама, твердый сплав, сечение зерен, микротвердость.

**INTERACTION RESEARCH BETWEEN THE HIGH-TEMPERATURE WC CROSSING  
FORM AND THEIR MICROWAVE**

*In the work the microhardness of WC tungsten carbide grains in VK28 alloy have been investigated. It is found that the basal planes have microhardness higher than prismatic.*

**Key words:** tungsten carbide, hard alloy, grain cross section, microhardness.

**Література**

1. Ивенсен В. А., Эйдук О. Н., Артемьева С. И., Лукашова Н. М. Зависимость показателей пластичности вольфрамокобальтовых твердых сплавов от температуры получения порошков вольфрама и карбида вольфрама Твердые сплавы. – М.: Металлургия. –1970. – № 10. – С. 60–67.
2. Exner H. E. Physical and Chemical Nature of Cemented Carbide (Review) // Modern Hardmetals: Collection of Proceedings Under the General Editorship of Academician of the NAS of Ukrain N. V. Novikov. V. N. Bakul Institut for Superhard Materials. Kiev, 2008. – P. 147–182.
3. Junxi Zh. Effect of Reduction and Carburization Temperatures of Tungsten Powder on WC-Phase Substructure and Mechanical Properties of WC–Co Cemented Carbide // R. and Hard Materials. – 1988. – N 12. – P. 224–228.
4. Lassner E. Influence of carburization temperature on tungsten carbide properties // Int. J. Refract Met. Hard Mater. – 1989. – N 8(3). –P. 185–188.
5. Бондаренко В. П., Павлоцкая Э. Г. Высокотемпературный синтез карбида вольфрама в метано-водородной газовой среде // Порошковая металлургия. – 1995. – № 9/10. –С. 21–26.
6. Gopal S. Upadhyaya Cemented Tungsten Carbides: Production, Properties, and Testing Westwood. – NJ: Noyes Publications; 1998. – 403 p.
7. Lay S., Allibert C.H., Christensen M., Wahnstrom G. Morphology of WC grains in WC–Co alloys // Mater. Sci. Eng. A. – 2008. – 486. – P 253–261.
8. Вплив навантаження при індентуванні на поведінку границь WC-WC у твердих сплавах / В. П. Бондаренко, М. М. Прокопів, І. В. Андреев та ін. // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника, технология его изготовления и применения. Вып. 18. – К.: ИСМ им. В.Н. Бакуля НАН Украины, 2015. – С. 422–427.
9. Cuadrado, N; Casellas, D; Llanes, L; Gonzalez, I; Caro, J. Effect of Crystal Anisotropy on the Mechanical Properties of WC Embedded in WC–Co Cemented Carbide // European Congress and Exhibition on Powder Metallurgy. European PM Conference Proceedings: 1-6. Shrewsbury: The European Powder Metallurgy Association. 2011. –P. 215–220.
10. Duszová A., Halgas R., et. al. Nanoindentation of WC–Co hardmetals // Journal of the European Ceramic Society. – 2013. – 33. N 12. – P. 2227–2232.
11. Orientation-dependent hardness and nanoindentation-induced deformation mechanisms of WC crystals / T. Csanadi, et al. // Acta Materialia. – 2015. – 83. – P. 397–407.
12. Intrinsic hardness of constitutive phases in WC–Co composites: Nanoindentation testing, statistical analysis, WC crystal orientation effects and flow stress for the constrained metallic binder / J. J. Roa, E. Jimenez-Pique, C. Verge // Journal of the European Ceramic Society. – 2015. – 35. – P. 3419–3425.
13. Roduit N. JMicroVision: Image analysis toolbox for measuring and quantifying components of high-definition images. Version 1.2.7 [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://www.jmicrovision.com>.