

УКД 621.793.5

М. М. Прокопів, канд. техн. наук, О. В. Харченко

Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, м. Київ

ВПЛИВ ВЕЛИЧИНИ ВАКУУМУ НА СТРУКТУРУ ТА ФІЗИКО-МЕХАНІЧНІ ВЛАСТИВОСТІ СПЛАВУ ВК100М ПІСЛЯ КОМПРЕСІЙНОГО СПІКАННЯ ПРИ ВІДПАЛІ ВИЩЕ ЛІНІЇ СОЛІДУСУ

Представлені результати дослідження впливу величини вакууму при відпалі вище лінії солідусу на структуру та фізико-механічні властивості сплаву ВК100М після компресійного спікання.

Ключові слова: вакуум, відпал, солідус, компресійне спікання, модуль Вейбула.

Вступ

Встановлено, що відпал у вакуумі $p = 1 \cdot 10^{-5}$ МПа при $T = 1350$ °С впродовж 10-ти хвилинної ізотермічної витримки особливо дрібнозернистого твердого сплаву ВК100М після водневого спікання не впливає на характеристики структури, коерцитивну силу, густину, твердість, але підвищує тріщиностійкість [1]. Останнє може бути чутливим до десорбцій газів із об'єму сплаву спеченого в таких умовах. Можна припустити, що цей ефект буде змінюватись при зміні величини вакууму при відпалі, та зміні величини тиску газу на попередній стадії спікання, наприклад, вакуумно-компресійного спікання під тиском газів, яка на сьогодні широко використовується в сучасній технології виробництва твердосплавних виробів. Інформації про дослідження в цьому напрямку нам невідомі.

Мета цієї роботи – дослідити вплив величини вакууму при відпалі на характеристики структури та фізико-механічні властивості сплаву ВК100М після компресійного спікання під тиском азоту 2,5 МПа.

Методика дослідження

Для дослідження було виготовлено зразки 5x5x35 мм зі стандартної суміші сплаву ВК100М (ГОСТ 3882-74) виробництва КЗТС (Росія). Для отримання рівномірного складу за вуглецем здійснювали попереднє спікання у водневому середовищі при температурі 950–980 °С

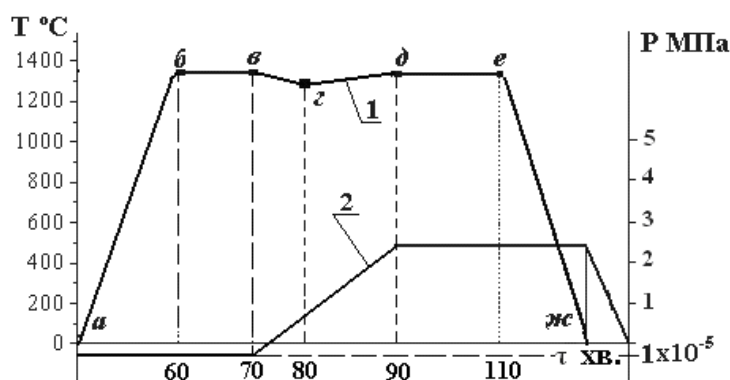


Рис. 1. Графік режиму компресійного спікання сплаву ВК100М під тиском газу (азоту) 2,5 МПа :
1 – температури; 2 – тиску

закритої пористості його структури (рис. 1, лінія а-б-в), що є однією із умов даної технології [6]. Після цього напуск азоту з балонів до тиску $p = 2,5$ МПа робочу зону печі відбувався впродовж 20 хв. (рис. 1, лінії в-г-д-е). Падіння температури до 1300 °С на ділянці в-г

[2]. Вакуумно-компресійне спікання зразків проводили в напівпромисловій установці виготовленій в ІНМ ім. В.М.Бакуля НАН України під тиском газу ($p = 2,5$ МПа) по режиму згідно з [3]. Тиск газу 2,5 МПа забезпечує одержання високощільної структури даного сплаву [4, 125]. Нагрівання зразків при спіканні в інтервалі температур 900 – 1350 °С здійснювали зі швидкістю 3–5 град/хв.

Спікання зразків у вакуумі при $p = 1 \cdot 10^{-5}$ МПа, $T = 1370$ °С, $\tau = 10$ хв. здійснювали для отримання

графіка 1 зумовлене недостатньою потужністю електричного обладнання печі. Охолодження (рис. 1 лінія *e-ж*) відбувається разом з пичью під робочим тиском газу.

Для відпалу вибрали по 6 зразків сплаву. Відпал здійснювали при температурі 1350 ± 20 °С, що відповідає стандартній температурі спікання (див. рис. 1) та витримці 10 хв.. Величина вакууму $p = 1 \cdot 10^{-5}$ МПа, $1 \cdot 10^{-4}$ МПа, $1 \cdot 10^{-3}$ МПа, яка забезпечує мінімальний вплив її на характеристики структури та властивості сплаву.

Оскільки суміш сплаву була закуплена в 2002 році, а в паспорт не містить хімічний склад, тому за допомогою мікрорентгеноспектрального аналізу було проведено аналіз її хімічного складу з площі розміром $28 \cdot 200$ мкм. Такий же аналіз виконано і на зразках після спікання та після їх відпалу.

Результати досліджень

У результаті мікрорентгеноспектрального аналізу показано, що у вихідній суміші, крім основних компонентів карбиду вольфраму, кобальту та танталу, виявлено присутність вільного вуглецю, кисню, азоту, бору, кремнію, заліза, нікелю. Характерний вигляд вихідної суміші зображено на рис. 2.

У процесі аналізу зображення суміші встановлено, що розмір основної частини порошку (95%) знаходиться в інтервалі 0,3–1,0 мкм. Максимальний розмір частини порошку, що залишилась не перевищує 3 мкм, а окремих зерен – 5 мкм. Отримані результати свідчать про високу однорідність гранулометричного складу порошку досліджуваної суміші.

Фотографії з електронного мікроскопу вихідної суміші наведено на рис. 2 а.

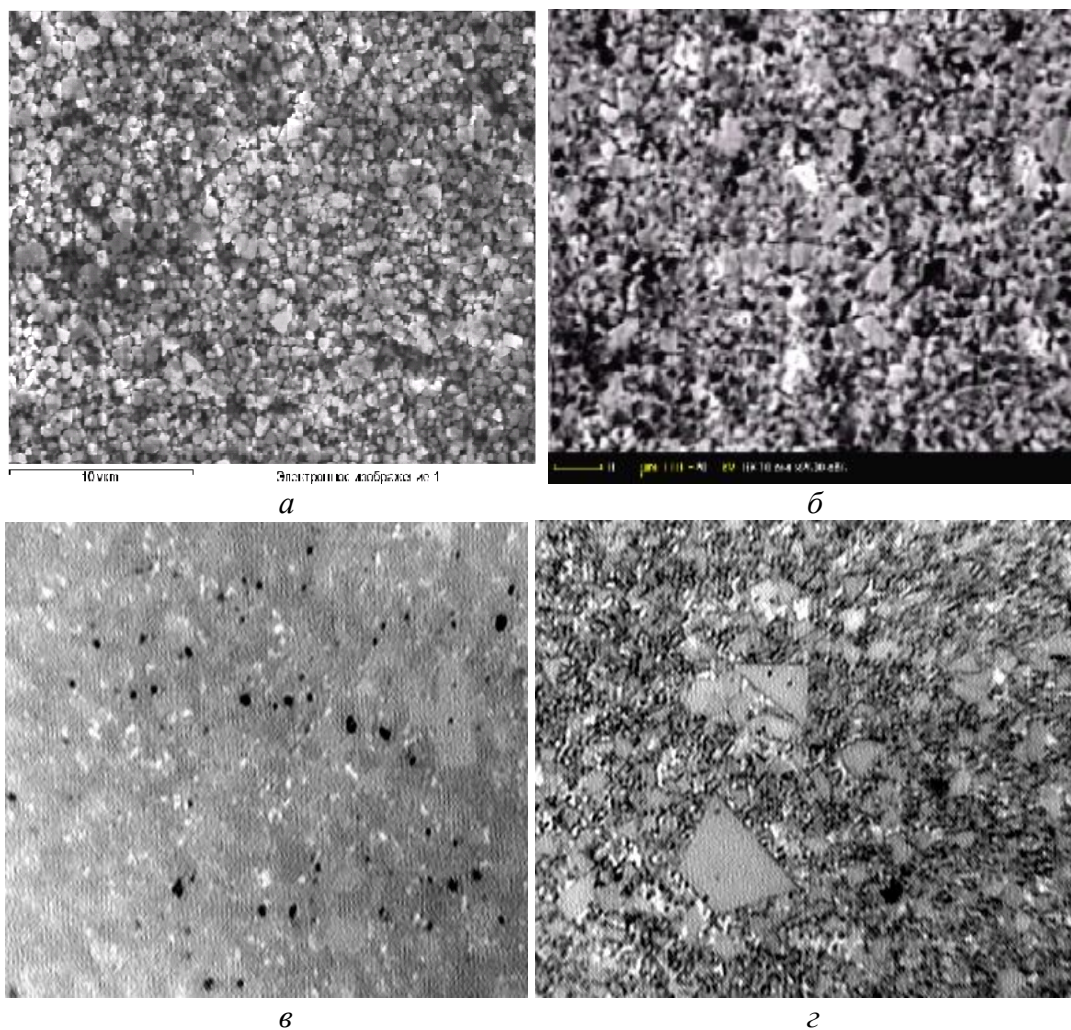


Рис. 2. Вид порошку та характерної структури шліфа зразків із сплаву ВК100М після компресійного спікання та після відпалу з різним вакуумом: а, б – вид суміші та структури зразків; в, г – вид структури; в – не травлений; г – травлений розчином Муракамі, а, б – електронний мікроскоп (Кемскан) ($\times 2600$), в, г – оптичний мікроскоп ($\times 1600$)

Так як структури зразків після відпалу з різним вакуумом аналогічні структурі зразка після компресійного спікання, то на рис. 2 б, в, г представлена характерна структура сплаву для всіх зразків. На шліфі, електронне зображення структури якого наведено на рис. 2 б визначали інтегральний хімічний склад зразків, а оптичних зображеннях шліфа рис. 2 в, г досліджували відповідно їх залишкову мікропористість та гранулометричний склад.

Чорні і світлі поля на рис. 2 в відповідають залишковим порам та кобальтовому прошарку, а сірі гострокутної форми (рис. 2 г) – зернам карбіду вольфраму.

Поверхня зразків після компресійного спікання має темно-сірий колір (рис. 3 а), а після його відпалу при $1 \cdot 10^{-5}$ на поверхні по периметру з'являється світло-срібляста смужка (рис. рис. 3 б). У разі збільшення величини вакууму $p = 1 \cdot 10^{-4}$ та $1 \cdot 10^{-3}$ МПа вся поверхня зразків (рис. 3 в) стала сріблястого кольору. Таким чином, при відпалі зразків в вакуумі відбувається міграція кобальту на їх поверхні, як це характерно для вакуумного спікання (рис. 2).

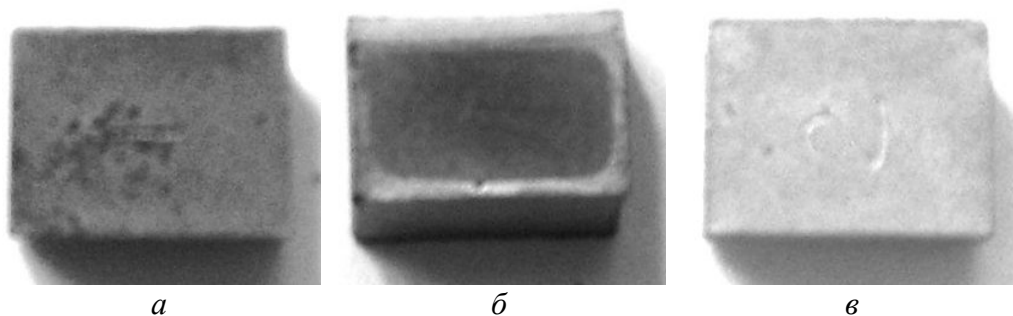


Рис. 3. Характерні поверхні зразків після компресійного спікання та відпалу з різною величиною вакууму: а – після компресійного спікання; б – після відпалу з вакуумом $1 \cdot 10^{-5}$ МПа; в – після відпалу з вакуумом $1 \cdot 10^{-4}$ та $1 \cdot 10^{-3}$ МПа ($\times 50$)

Структурні характеристики зразків після компресійного спікання (1), та їх же після відпалу при різному вакуумі (2, 3, 4) наведені в таблиці 1. Крім цього відпал незалежно величини вакууму в однаково незначній мірі збільшив на 0,1 мкм середній d_{wc} і на 3 мкм розмір окремих крупних зерен WC.

Таблиця 1. Характеристики структури зразків після компресійного спікання (1), та їх же після відпалу з різною величиною вакууму (2, 3, 4)

№ п/п	Тиск p , МПа	Вміст вільного вуглецю, % мас.	Ширина кобальтового прошарку, мкм	Середній розмір зерен WC d_{wc} , мкм	Об'ємна доля пор, %	Максимальний розмір окремих зерен WC, мкм
1	2,5	0,3	0,2 – 0,5, 1,0	1,43	V1 0,02	10–12
2	$1 \cdot 10^{-5}$	0,1	0,3 – 0,5, 1,0	1,54	V1 0,02	12–15
3	$1 \cdot 10^{-4}$	0,1	0,2 – 0,5	1,53	V1 0,02	10–15
4	$1 \cdot 10^{-3}$	–	0,2 – 0,3	1,55	V1 0,02	10–15

За середнім розміром зерен WC він відповідає максимального значенню допустимого (1,1–1,5) інтервалу розмірів стандартних сплавів групи OM [4, 283, 284; 5]. Разом з тим, залишкова мікропористість значно менша ніж після спікання цього ж сплаву в середовищі водню, чи в вакуумі, [6], але вища ніж мікропористість (A1-0,01) сплавів закордонного виробництва [7]. До того ж в структурі відсутні окремі крупні пори розміром >50 мкм, що характерно для структури сплаву після спікання під тиском [6]. Наявність окремих крупних (10–15 мкм) зерен карбіду вольфраму, а також окремих до (1,0 мкм) кобальтової фази вказує на неоднорідність отриманої структури, що формується в процесі спікання.

Дослідження фізико-механічних властивостей показали (рис. 4), що границя міцності при згині, тріщиностійкість та твердість сплаву після компресійного спікання вищі, відповідних характеристик стандартного сплаву [6]. Слід зазначити про високу (модуль Вейбула $m = 35$) однорідність значень міцності при згині та тріщиностійкості як для зразків після вакуумно-компресійного спікання, так і зразків після відпалу.

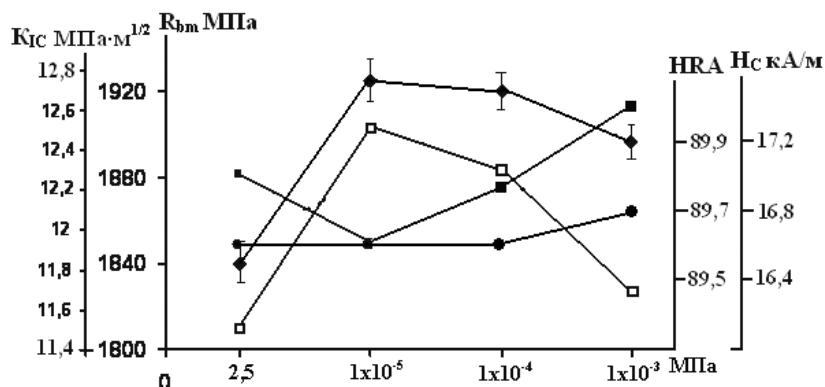


Рис. 4. Фізико-механічні властивості зразків із сплаву ВК100М вихідного та після відпалу з різною величиною вакууму: □ – коефіцієнт в'язкості руйнування, ♦ – границя міцності при згині, ● – коерцитивна сила, ■ – твердість

Як видно з рис. 4 відпал у вакуумі $1 \cdot 10^{-5}$ МПа в незначній на 0,3 мірі зменшує твердість, на 130 МПа збільшує границю міцності при згині, та суттєво на 0,9 МПа·м^{1/2} тріщиностійкість

сплаву. Коерцитивна сила при цьому залишається незмінною. Подальше збільшення вакууму до $1 \cdot 10^{-4}$ та $1 \cdot 10^{-3}$ МПа підвищує твердість, коерцитивну силу, не впливає на границю міцності та зменшує тріщиностійкість відповідно на 0,4 та 0,9 МПа·м^{1/2}.

Вміст Со в зразку після компресійного спікання (2) відповідає вмісту його в вихідному зразку (1) зменшує його вміст відповідно на 0,3 (3) та 0,6% (4).

Таблиця 2. Результати мікрорентгеноспектрального аналізу по хімічному складу вихідного порошку, нормалізованих зразків, та зразків після спікання та відпалу (середні значення)

Зразки	Елементи, % мас.							
	C	O	N	Co	W	Ta ±0,23%	Ni	Fe
Порошок	6,52	1,75	0,32	9,98	79,23	2,0	0,09	0,2
Нормалізований	6,83	0,50	0,05	9,9	80,73	2,0	0,09	0,2
№ 1	6,48	0,72	1,54	9,8	79,36	2,0	0,08	0,1
№ 2	6,20	0,41	0,89	9,5	80,95	2,0	0,07	0,05
№ 3	5,99	0,28	0,23	9,27	82,21	2,0	0,05	0,02
№ 4	5,92	0,05	0,12	8,92	82,97	2,0	0,01	0,02

Як видно з даних таблиці 2 порошок має 6,52% вуглецю, що на 0,3% перевищує максимальну (6,12)% його концентрацію в стехіометричному WC. Крім того, в ньому виявлено 1,75% кисню, 0,32%, азоту, кількість кобальту знаходиться на рівні нормативного 9,98%.

Нормалізуюче спікання збільшує на 0,3% вміст вуглецю, зменшує на 1,25% кисню, на 2,7% азоту, не змінює вмісту Ni, Ta.

Після вакуумно-компресійного спікання (зразок 1) відбувається зменшення до рівня вихідного порошку загальної кількості вуглецю та кисню, вміст азоту збільшився на 1,49%. Кількість нікелю та залізу теж зменшується.

Відпал у вакуумі з величиною $p = 1 \cdot 10^{-5}$ МПа (зразок 2) кількість кисню та азоту зменшується на 0,31% і 0,65%, а також кобальту на 0,3%. Збільшення вакууму до $p = 1 \cdot 10^{-4}$ МПа (зразок 3) приводить до подальшого зменшення кількості вуглецю на 0,45%, кисню на 0,67%, азоту на 1,31%, кобальту на 0,53%. При відпалі з вакуумом $p = 1 \cdot 10^{-3}$ МПа (зразок 4) в

об'ємі ще зменшується кількість вуглецю на 0,52%, кисню на 0,67%, азоту на 1,42%, кобальту на 0,88 %.

Обговорення результатів

Як видно з таблиці 1 зразок (1) після компресійного спікання має залишкову пористість на рівні $B1$ 0,02, ширину кобальтового прошарку 0,2–0,5 мкм, середній розмір зерна на рівні 1,42 мкм, максимальний розмір окремих зерен WC досягає 10–15 мкм. Отримати меншу пористість з використанням даного режиму неможливо, так як в процесі спікання, при температурах утворення рідкої фази, робочий газ під необхідним тиском проникає в об'єм сплаву, заповняє пори і не дозволяє зменшувати пористість. Збільшення тиску газу при спіканні до 5 МПа не приводить до зменшення пористості на рівень $A1$ 0,01. Спікання при температурі рідкої фази 1350 °C займає до 50 хвилин, тому в процесі відбувається локальний ріст окремих зерен WC на фоні загального розміру. Ріст зерен приводить до нерівномірного розподілу кобальтової зв'язки в об'ємі зразків. Дані металографічного аналізу підтверджуються зображенням шліфів структури сплаву що представлені на (рис. 3 а, б). Так як тиск не впливає, а це явище пов'язано з термодинамічними параметрами для даного виду сплаву, або складу. Однакове незначне збільшення на 0,08 мкм середнього розміру зерен карбіду вольфраму не залежить від величини вакууму, а спричинено додатковим нагрівом до температури $T = 1350$ °C і витримки впродовж 10 хв під час відпалу. Це характеризує нерівномірність структури по всьому об'єму сплаву, і як наслідок зниження фізико-механічних характеристик від максимально можливих.

Несуттєве підвищення границі міцності, зразків після відпалу у вакуумі $1 \cdot 10^{-5}$ МПа можна пояснити незначним збільшення середнього розміру зерен карбіду вольфраму. Збереження на одному рівні коерцитивної сили можна пов'язати з компенсацією двох факторів: збільшення середнього розміру зерен карбіду вольфраму, що повинно збільшити силу, а в з іншої сторони, можливим очищенням кобальтової зв'язки від розчинених у кобальті газів. В той же час значне на 0,9 підвищення тріщиностійкості, що не корелюється із незначним збільшенням твердості, лише пов'язано з дегазацією газів із його об'єму, аналогічно, як це відбувається зі зразками після водневого спікання. [5].

Разом з тим, зменшення границі міцності, тріщиностійкості та збільшення твердості пояснюється зменшення вмісту Co в структурі сплаву при збільшенні вакууму до $1 \cdot 10^{-4}$ та $1 \cdot 10^{-3}$ МПа.

Так як металографічний аналіз показав, що при відпалі кількість вільного вуглецю в об'ємі зразка зменшується на 0,2 %, то залишкові 0,04 % вуглецю зменшилось за рахунок зневуглицювання карбіду вольфраму, то що зменшення вуглецю в об'ємі сплаву із збільшенням величини вакууму при відпалі пов'язано з подальшим зневуглицюванням карбіду вольфраму і зниженням вмісту зв'язаного вуглецю менше стехіометричної кількості. Зменшення вмісту Co в зразках після відпалу у вакуумі $1 \cdot 10^{-4}$ МПа та $1 \cdot 10^{-3}$ МПа пов'язане з міграцією з об'єму на поверхню зразку і випаровуванням його в цих умовах, що узгоджується зі стандартом [5].

Висновки

1. Відпал у вакуумі незалежно від величини вакууму збільшує середній розмір зерна d_{wc} , не впливає на залишкову мікропористість і максимальний розмір крупних зерен WC, зменшує вміст кобальту в сплаві.

2. Відпал у вакуумі при значенні тиску $1 \cdot 10^{-5}$ МПа збільшує границю міцності при згині в 1,1 рази, коефіцієнт в'язкості руйнування в 1,1 рази, зменшує твердість на 0,3 в порівнянні з вихідними.

3. При збільшення величини вакууму границя міцності при згині змінюється в полі допуску вимірювання, коефіцієнт в'язкості руйнування зменшується до значення вихідних значень, твердість збільшується до вихідного значення.

4. Збільшення величини вакууму до значення тиску $1 \cdot 10^{-3}$ МПа при відпалі при температурі 1350 °С зменшує кількість зв'язаного вуглецю до 5,92%, зменшує в об'ємі кисню на 0,67%, азоту на 1,42%, кобальту, в наслідок випаровування, на 0,88%.

Представленные результаты исследования влияния величины вакуума при отжиге выше линии солидуса на структуру и физико-механические свойства сплава Вк 100М после компрессионного спекания.

Ключевые слова: вакуум, отжиг, солидус, компрессионное спекание, модуль Вейбула.

Presented results of research of influence of size of vacuum at falling off higher lines of solidus on a structure and fiziko-mechanical properties of alloy of VK of 100M after compression spikannya.

Key words: vacuum, annealing, solidus, compression spikannya, module of Veybula.

Література

1. Прокопів М. М., Харченко О. В. Вплив відпалу у вакуумі сплаву ВК10 ОМ, спеченого у метано-водневому середовищі, на його структуру, фізико-механічні властивості, кінетику та механізми зносу в умовах різання // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – К.: Изд-во ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2009. – Вып. 12. – С. 431–437.
2. Бондаренко В. П., Павлоцкая Э. Г. Спекание вольфрамовых твердых сплавов в прецизионно контролируемой газовой среде. – К.: Наук. Думка, 1995.
3. Бондаренко В. П., Прокопів Н. М., Харченко О. В. Термокомпрессионная обработка твердых сплавов // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – Киев: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2004. – Вып. 7. – С. 252–256
4. Фальковский В.А. Клячко Л.И. – /Твердые сплавы. / М.: Изд. Дом «Руда и металлы», 2005. – 414 с.
5. ISO 513:1990 Классификация современных твердых сплавов.
6. Прокопів Н. М., Александрова Л. И., Харченко О. В. Влияние условий спекания на структуру и физико-механические свойства особомелкозернистого твердого сплава ВК 100М // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – Киев: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2008. – Вып. 11. – С. 337–344.
7. Трент Е. М. Резание металлов. – М.: Машиностроение, 1980 – С. 263.

Поступила 06.06. 12