

## РЕНТГЕНОСТРУКТУРНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ ТИТАНА, ЛЕГИРОВАННОГО ТАНТАЛОМ

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Non-vacuum electron-beam boriding of low-carbon steel / И.А. Батаев, А.А. Батаев, М.Г. Голковский, А.М. Теплых, В.Г. Буров, С.В. Веселов // Surface & Coatings Technology.- Vol. 207 (2012), pp. 245–253.

2. Морфология боридов железа в поверхностном слое, наплавленном электронным лучом / И.А. Батаев, Н.В. Курлаев, О.А. Бутыленкова, О.Г. Ленивецова, А.А. Лосинская // Обработка металлов. Технология. Оборудование. Инструменты.- 2012.- № 1(54).- С. 85-89.

3. Boride Coatings Structure and Properties, Produced by Atmospheric Electron-Beam Cladding / М.Г. Голковский, А.А. Батаев, Е.А. Дробяз, С.В. Веселов, И.А. Батаев, А.А. Никулина, Е.Д. Головин, А.М. Теплых // Advanced Materials Research.- Vols. 287-290 (2011), pp. 26-31.

4. Cladding of Tantalum and Niobium on Titanium by Electron Beam, Injected in Atmosphere / М.Г. Голковский, И.А. Батаев, А.А. Батаев, С.В. Веселов, В.А. Батаев, Т.В. Журавина, Е.А. Приходько // Advanced Materials Research.- Vols. 314-316 (2011), pp. 23-27.

*Исследования выполнены в рамках проекта ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2007-2012 годы (ГК 16.513.11.3035).*

<sup>1</sup> **Голковский М.Г.**, к.т.н.,  
e-mail: [m.g.golkovski@inp.nsk.su](mailto:m.g.golkovski@inp.nsk.su)

<sup>2</sup> **Веселов С.В.**, к.т.н., доц.,  
e-mail: [veselov\\_s@inbox.ru](mailto:veselov_s@inbox.ru)

<sup>2</sup> **Батаев И.А.**, к.т.н., доц.,  
e-mail: [ivanbataev@ngs.ru](mailto:ivanbataev@ngs.ru)

<sup>2</sup> **Батаев А.А.**, д.т.н., проф.,  
e-mail: [bataev@adm.nstu.ru](mailto:bataev@adm.nstu.ru)

<sup>2</sup> **Журавина Т.В.**, ассистент,  
e-mail: [zhuravina@ngs.ru](mailto:zhuravina@ngs.ru)

<sup>2</sup> **Руктуев А.А.**, аспирант,  
e-mail: [alex47@211.ru](mailto:alex47@211.ru)

<sup>1</sup> Институт ядерной физики  
им. Г.И. Будкера СО РАН,

<sup>2</sup> Новосибирский государственный  
технический университет

УДК 621.762.03

## АНАЛИЗ ТЕПЛОВЫХ ЭФФЕКТОВ, ПРОТЕКАЮЩИХ В ВОЛЬФРАМОКОБАЛЬТОВЫХ ПОРОШКОВЫХ СМЕСЯХ ПРИ НАГРЕВЕ ДО ТЕМПЕРАТУР ЖИДКОФАЗНОГО СПЕКАНИЯ

Д.С. Терентьев, В.Г. Буров, А.А. Разумаков, Е.Д. Головин

*В работе представлены результаты, полученные при исследовании тепловых эффектов, протекающих в вольфрамокобальтовых порошковых смесях ВК6, ВК15, а также композиции «ВК6-ВК15» при нагреве до 1200 °С методом термогравиметрического анализа.*

*Ключевые слова: вольфрамокобальтовые твердый сплав, порошковая металлургия, градиентная микроструктура.*

### ВВЕДЕНИЕ

Большую роль в развитии техники и повышении качества продукции играют высокопрочные инструментальные материалы и материалы с высокой износостойкостью. Особое место среди инструментальных материалов занимают металлокерамические твердые сплавы. С момента их появления и по настоящее время твердые сплавы являются основным инструментальным материалом, обеспечивающим высокопроизводительную обработку материалов резанием. Твердые обладают рядом ценных свойств, основными из которых являются высокая твердость и износостойкость. Однако они не лишены недостатков, среди которых наиболее значимыми являются склонность к хрупкому раз-

рушению и низкий предел прочности на изгиб. Создание инструментального материала, сочетающего высокую твердость и износостойкость с повышенными характеристиками трещиностойкости, позволит существенно повысить надежность и долговечность металлорежущего инструмента.

Известно, что в твердых сплавах группы ВК (на основе карбида вольфрама и кобальта) прочность при изгибе зависит от количественного содержания кобальта: так, например, с увеличением объемной доли кобальта от 6 до 15 % предел прочности при изгибе повышается от 1519 до 1862 МПа [1]. С другой стороны, такое увеличение кобальта в

сплаве ведет к снижению твердости от 88,5 до 86 HRA. Благоприятное сочетание показателей твердости и прочности при изгибе возможно за счет создания металлокерамических твердых сплавов с градиентной микроструктурой. В этом случае структура, обладающая максимальной твердостью и износостойкостью, должна располагаться на поверхности изделия, а высокие показатели прочности и трещиностойкости обеспечит структура в сердцевине.

Технология получения твердых сплавов включает в себя определенную последовательность операций: приготовление смесей, прессование изделий и спекание. Операция жидкофазного спекания является наиболее важной в технологическом цикле получения качественных твердосплавных изделий. Именно на данной стадии осуществляется окончательное формирование свойств твердого сплава. В процессе нагрева порошковой композиции до температур появления жидкой фазы возможен ряд физико-химических взаимодействий между компонентами порошковой смеси. Результатом взаимодействий такого рода могут являться частичное растворение упрочняющего компонента, образование нежелательных хрупких фаз или миграция жидкой фазы [2]. Отмеченные процессы способствуют выравниванию химического состава и структуры в поперечном сечении спекаемой композиции, а, следовательно, выравниванию механических свойств твердосплавного изделия. В этой связи немаловажное значение приобретают данные, касающиеся физико-химических процессов, протекающих при нагреве вольфрамокобальтовой прессованной заготовки до температур образования жидкой фазы, позволяющие определить оптимальный химический состав и технологические режимы жидкофазного спекания. Целью данной работы является исследование тепловых эффектов, протекающих в вольфрамокобальтовых порошковых смесях ВК6, ВК15 и градиентном материале ВК6-ВК15 при нагреве до температур, близких к температурам жидкофазного спекания.

#### МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве материалов, применяемых в экспериментах, использовали твердосплавные порошковые смеси ВК6 и ВК15. Перемешивание порошков карбида вольфрама и кобальта осуществляли на планетарной мельнице Fritsch pulverisette 6, по технологическим режимам, представленных в таблице 1. Из

вольфрамокобальтовых порошковых смесей изготавливали цилиндрические прессовки диаметром 11 мм и высотой 10 мм с применением универсальной сервогидравлической системы Instron 300DX по технологическим режимам, представленным в таблице 2.

Исследовали три типа прессовок: из порошковых смесей ВК6, ВК15, а также прессовки с градиентной структурой, состоящие из слоев ВК6 и ВК15 равной толщины.

Исследование процессов, происходящих между компонентами порошковых смесей ВК6, ВК15, а также градиентного материала, состоящего из ВК6 и ВК15 при нагреве, проводили на установке синхронного термического анализа NETZSCH Jupiter STA 449c, сопряженной с масс-спектрометром QMS 403C Aëolos (TG-QMS). Данная установка позволяет производить нагрев исследуемого объекта до 3000 °С с фиксированием массы образца и наличия тепловых эффектов. Нагрев исследуемых объектов проводили в среде защитного газа аргона (расход защитного газа 25 мл/мин) при следующих параметрах: нагрев производился от 60 до 1200 °С со скоростью 10 °С/мин. Образец помещался в керамический тигель, выполненный из Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. При нагреве фиксировались тепловые эффекты, а также потеря массы образца.

Таблица 1 - Технологические параметры перемешивания смесей

Параметр	Значение
Масса загружаемой смеси, г	137,5
Масса мелющих шаров, г	405
Диаметр мелющих шаров, мм	10
Количество мелющих шаров	50
Емкость размольного стакана, мл	250
Мощность привода, кВт	1,1

Таблица 2 - Технологические режимы компактирования порошковых смесей

Параметр	Значение
Усилие сжатия, кН	100
Давление прессования, МПа	800
Скорость компактирования, мм/мин	10
Масса навески порошковой смеси, г	6

#### РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЯ

Анализ экспериментальных кривых полученных методом дифракционной сканирующей калориметрии (ДСК) показывает, что в системе WC-Co при нагреве протекает ряд физико-химических взаимодействий о чем свидетельствуют наличие пиков на кривых. На рисунке 1 представлены кривые ДСК, полученные при нагреве вольфрамокобальто-

## АНАЛИЗ ТЕПЛОВЫХ ЭФФЕКТОВ, ПРОТЕКАЮЩИХ В ВОЛЬФРАМОКОБАЛЬТОВЫХ ПОРОШКОВЫХ СМЕСЯХ ПРИ НАГРЕВЕ ДО ТЕМПЕРАТУР ЖИДКОФАЗНОГО СПЕКАНИЯ

вых смесей ВК6 и ВК15, а также градиентной порошковой прессовки, состоящей из слоев ВК6 и ВК15.

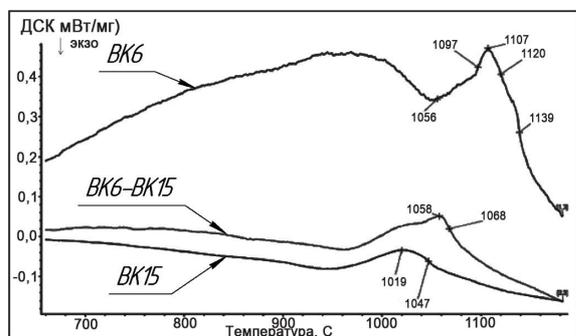


Рисунок 1 - Кривые ДСК, полученные при нагреве порошковых смесей ВК6, ВК15 и порошковой композиции ВК6-ВК15

В порошковой смеси ВК15 при нагревании до температуры 890 °С не происходит практически никаких изменений. Анализ кривых характеризующих изменение массы образца показывает, что начиная с температуры 890 °С, наблюдается существенное снижение его массы. Максимальная скорость потери массы наблюдается при достижении 1021 °С. Суммарная потеря массы достаточно мала и составляет ~0,56 %. Процесс потери массы связан с началом физико-химического взаимодействия, о чем свидетельствует появление эндотермического пика в диапазоне температур 901,3 – 1061,6 °С. Максимум ДСК пика также соответствует температуре 1019 °С. Однако, судя по тому, что пик ассиметричен и для него характерно наличие площадки в области высоких температур. Можно предположить, что один пик состоит из двух расположенных рядом.

ДСК кривая, полученная при нагреве твердосплавной порошковой смеси ВК6, качественно схожа с ДСК кривой смеси ВК15. Отличительными особенностями кривой сплава ВК6 являются более высокие температуры, при которых фиксируются экстремумы. Уменьшение объемной доли кобальтовой составляющей в смеси с 15 до 6 % приводит к повышению температуры максимума экзотермического ДСК пика от 1019 до 1107 °С.

При этом до температуры 1012 °С не происходит практически никаких изменений в образце. Материал начинает резко терять массу при достижении температуры 1012 °С и выше. Максимальная скорость потери массы достигается при 1061 °С. Завершение данного процесса фиксируется при температуре 1162 °С. Суммарная потеря массы в этом

случае составляет ~0,78 %. Аналогично ДСК кривой для образца ВК15, потери массы связана с появлением эндотермического пика в диапазоне температур 1027 – 1139 °С. Максимум ДСК пика соответствует температуре 1107 °С. Пик ассиметричен, для него характерно наличие плеча в районе 1048–1094 °С.

Присутствие данного плеча указывает на то, что формирование перехода происходит в несколько этапов. Если посмотреть на кривую первой производной ДСК в промежутке 1027 – 1107 °С, то можно отметить несколько заметных скачков, которые могут указывать на наличие различных этапов перехода с максимумами скоростей поглощения теплоты в районе 1070 и 1094 °С. Также на определенный характер перехода может указывать температура 1129 °С. Стоит предположить, что пик в районе 1027 – 1139 °С состоит из нескольких сросшихся эндотермических пиков.

Полученные результаты хорошо согласуются с работой [3], в которой отмечается, что в процессе нагрева имеет место взаимодействие WС и Со с образованием соединения  $Co_6W_6C$ , а при повышении температуры соединения  $Co_3W_3C$ . Вероятно, образование пиков на ДСК кривой происходит вследствие образования именно данных фаз.

Анализ ДСК кривой, полученной при нагреве градиентного материала, состоящего из порошковых смесей ВК6 и ВК15, показал наличие экзотермического пика с максимумом при температуре 1058 °С. Таким образом, пик находится между максимумами одноименных пиков на кривых смесей ВК6 и ВК15. На рисунке 2 векторами представлены направления смещения ДСК пиков для смесей ВК6 и ВК15.

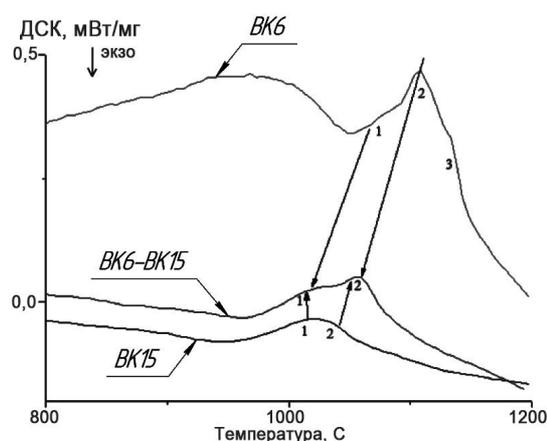


Рисунок 2 - Направление смещения ДСК-пиков

Максимум ДСК пика для прессовки с градиентным строением соответствует температуре 1058 °С, при этом максимальная скорость потери массы достигается при 1052 °С. Потери массы связаны с наличием эндотермического пика в диапазоне температур 962 – 1084 °С.

Эндотермический пик ассиметричен, с плечом в районе 962 – 1034 °С. Для эндотермического процесса характерно два этапа: первый в районе 962 – 1034 °С (с максимумом при 995 °С), второй в районе 1034 – 1084 °С (с максимумом в районе 1058 °С).

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, проведенные исследования свидетельствуют о протекании целого ряда физико-химических взаимодействий между компонентами вольфрамкобальтовой порошковой смеси.

При этом на характер взаимодействий значительное влияние оказывает процентное содержание кобальта в сплаве. Уменьшение количества кобальтовой составляющей от 15 до 6 % приводит к смещению максимумов пиков на ДСК-кривых от 1019 до 1107 °С.

Для твердого сплава с градиентной структурой характерно промежуточное положение максимума пика относительно порошковых смесей ВК6 и ВК15, составляющее 1058 °С. Отмеченный факт свидетельствует об увеличении температуры взаимодействия между компонентами порошковой смеси между собой при уменьшении объемной доли кобальтовой составляющей.

УДК 621.762.03

## ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ ВЗАИМОДЕЙСТВИЙ ПРОТЕКАЮЩИХ В ВОЛЬФРАМОКОБАЛЬТОВЫХ ПОРОШКОВЫХ СМЕСЯХ ПРИ ЖИДКОФАЗНОМ СПЕКАНИИ

А.Г. Тюрин, С.В. Веселов, А.А. Лосинская, П.А. Попелюх

*Методом рентгеноструктурного анализа исследовано изменение фазового состава порошковых смесей ВК6 и ВК15 при их нагреве от 20 до 1200 °С.*

*Ключевые слова: вольфрамкобальтовые твердый сплав, порошковая металлургия, градиентная микроструктура.*

### ВВЕДЕНИЕ

Широкое применение в промышленности высокопрочных сталей требует разработки новых инструментальных материалов с повышенным комплексом механических свойств, таких как износостойкость, красно-

92

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. ГОСТ 3882-74. Сплавы твердые спеченные. Марки.- М.: ИПК Издательство стандартов, 1998.-12 с.
2. Лисовский, А. Ф. Миграция расплавов металлов в спеченных композиционных телах / А. Ф. Лисовский. – Киев : Наук. думка, 1984. – 256 с.
3. Тюрин А.Г. Исследование особенностей структурообразования вольфрамкобальтовых покрытий, полученных оплавлением высокоэнергетическими источниками / А.Г. Тюрин, А.И. Смирнов, И.Ю. Резанов и др. // Обработка металлов. – 2012, № 1(54) – С. 100-106.

*Работа выполнена в рамках реализации проекта ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2007-2012 годы», государственный контракт № 16.513.11.3004 от 08 апреля 2011 года.*

**Терентьев Д.С.**, аспирант,

E-mail: [terentiev240485@mail.ru](mailto:terentiev240485@mail.ru)

**Буров В.Г.**, к.т.н., проф., декан

Механико-технологического факультета,

E-mail: [wburow@yandex.ru](mailto:wburow@yandex.ru)

**Разумаков А.А.**, аспирант,

E-mail: [razum-lexa@rambler.ru](mailto:razum-lexa@rambler.ru)

**Головин Е.Д.**, к.т.н., ассистент кафедры

«Материаловедение в машиностроении»,

E-mail: [edgolovin@yandex.ru](mailto:edgolovin@yandex.ru)

Новосибирский государственный технический университет, 630092, Новосибирск, пр. К.Маркса, 20, НГТУ, каф. ММ

стойкость, трещиностойкость. Одним из самых интересных и перспективных инструментальных материалов является твердый сплав. Благодаря своим уникальным свойствам твердые сплавы, на основе карбида вольфрама и кобальта нашли широкое при-

ПОЛЗУНОВСКИЙ ВЕСТНИК № 3/1 2012