

**Санкт-Петербургский политехнический университет
Петра Великого**

На правах рукописи

Голуб Александр Валерьевич

**Разработка технологии низкотемпературного карботермического
синтеза субмикронного твердого сплава WC-10%Co**

22.06.01 – Технологии материалов

Код и наименование

22.06.01_05 – Порошковая металлургия и композиционные материалы

Код и наименование

НАУЧНЫЙ ДОКЛАД

об основных результатах научно-квалификационной работы (диссертации)

Автор работы: Голуб А.В
Научный руководитель: доктор
технических наук
профессор Цеменко В.Н.

Санкт Петербург – 2021

Научно-квалификационная работа выполнена в ВШ физики и технологий материалов федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого»

Директор ВШ:

*– Семенча Александр
Вячеславович – кандидат
химических наук, доцент*

Научный руководитель:

*– Цеменко Валерий
Николаевич – доктор
технических наук, профессор*

Рецензент:

*– Мазуров Сергей
Александрович – кандидат
технических наук,
начальник лаборатории ЦНИИМ*

С научным докладом можно ознакомиться в библиотеке ФГАОУ ВО «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого» и на сайте Электронной библиотеки СПбПУ по адресу: <http://elib.spbstu.ru>

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы

В последнее время в России и в Мире существует тенденция динамичного развития металлообрабатывающей промышленности. Как результат подобной тенденции – пропорционально растущая потребность в высококачественном и эффективном инструменте.

Следует отметить, что развитие отечественного твердосплавного инструмента не позволяет в полной мере удовлетворить растущую потребность в эффективной обработке материалов. Это связано в первую очередь с высокой конкурентоспособностью ведущих зарубежных фирм по производству инструмента, поставивших на поток производство и реализацию субмикронных твердых сплавов и твердосплавного инструмента, а также с высокой стоимостью получения подобного рода материалов, поскольку для современной металлообрабатывающей промышленности все больше используется твердосплавной инструмент с ультрадисперсной структурой, порядка 0,2 – 0,5 мкм основной фазы (спеченного карбида вольфрама), и при этом предъявляются особые требования к чистоте, качеству основного сырья и условиям проведения синтеза требуемого размера порошков, что чаще всего становится причиной предпочтения зарубежного твердосплавного инструмента отечественному.

В настоящее время наблюдается тенденция к исследованию низкотемпературного синтеза субмикронных порошков карбида вольфрама и сплавов состава WC-X%Co. Получаемые таким методом порошковые смеси в процессе спекания не подвержены характерному порошкам, произведенным путем измельчения, аномальному росту зерна и показывают высокие физико-механические свойства.

Цель и задачи исследования

Целью работы является получение субмикронного режущего инструмента на основе карбида вольфрама и кобальта путем низкотемпературного

карботермического синтеза, предназначенного для механической обработки жаропрочных сплавов.

При выполнении работы решены следующие задачи:

- обоснован состав синтезируемых композиций;
- обоснован выбор исходных материалов;
- исследован процесс измельчения и смешения исследуемых порошков;
- определены технологические параметры процессов смешения и термообработки исходных материалов;
- исследован фазовый состав, микроструктура, физико-механические и магнитные свойства спеченных материалов;
- определены эксплуатационные свойства сменных многогранных пластин, полученных из разработанных материалов.

Научная новизна

1. Обосновано и экспериментально реализовано использование в качестве исходных компонентов оксидов кобальта (Co_3O_4) и вольфрама (WO_3 , $\text{WO}_{2.9}$) с добавкой порошка карбида хрома (Cr_3C_2) в качестве ингибитора роста зерна α -фазы для получения заданной микроструктуры субмикронного твердого сплава.

2. Установлено и описано благоприятное влияние η -фазы, получаемой при карботермическом синтезе в вакууме субмикронного твердого сплава состава WC-10%Co при температуре синтеза 1000 °C.

3. На основе полученных данных и оценке физико-механических и магнитных характеристик спеченных материалов, обоснована целесообразность использования полученных композиций для изготовления сменных многогранных пластин, предназначенных для высокоскоростной механической обработки жаропрочных сплавов.

Теоретическая и практическая значимость

1. Теоретически обоснованы параметры технологии и экспериментально реализован метод низкотемпературного карботермического синтеза субмикронного твердого сплава WC-10%Co.

2. Полученные в результате работы материалы обладают физико-механическими свойствами, на основании которых рекомендовано изготовление сменных многогранных пластин для высокоскоростной токарной обработки жаропрочных сплавов.

3. В условиях производственной площадки ООО «Вириал» изготовлены и практически испытаны сменные многогранные пластины из субмикронного твердого сплава WC-10%Co.

Апробация работы

На базе ООО «Вириал»:

- произведена наработка опытно-промышленной партии пресс-порошка, заготовок токарных сменных многогранных пластин;
- произведена серия опытов термической обработки сформованных заготовок с различными технологическими параметрами;
- произведены сравнительные режущие испытания СМП.

Публикации

1. Голуб А.В. Получение композитов в системе нано-WC/ZrO₂(Y₂O₃) SPS-методом / Голуб А.В., Семенов О.В. // Порошковая металлургия: инженерные поверхности, новые порошковые композиционные материалы. Сварка. – 2017. – Часть 1. – С. 376-380.

2. Golub A.V. Nanostructural Composites in the WC/ZrO₂ (Y₂O₃) System / Golub A.V, Semenov O.V., Gurtovoy V.N. // Key Engineering Materials Vol. 822. – 2019. – P. 298-303.

3. Севостьянова И.Н. Исследование фазового состава и его влияние на механические свойства карбидосталей WC-(Fe-Mn-C) / Севостьянова И.Н., Саблина Т.Ю., Федоров Д.В., Голуб А.В., Кульков С.Н. // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). – 2020. – Т. 22, № 2. – С. 76–88. – DOI: 10.17212/1994-6309-2020-22.2-76-88.

Представление научного доклада: основные положения

1. Способ получения β -оксида (синего оксида) вольфрама $WO_{2,9}$ с предварительным измельчением исходного сырья и последующим его частичным восстановлением в среде водорода.
2. Способ и расчетные параметры смешения исходных компонентов смеси для карбидизации $WO_{2,9}$ +Технический углерод (сажа)+ Co_3O_4 + Cr_3C_2 в мельнице мокрого размола МШМ50.
3. Параметры процесса подготовки СДК на синтетическом пластификаторе и проведения низкотемпературного синтеза сплава типа WC-10%Co.
4. Деагломерация и грануляция порошка на распылительной сушилке с целью получения готового к формованию пресс-порошка.
5. Формование заготовок сменных многогранных пластин типа CNMG, режимы вакуум-компрессионного спекания образцов.
6. Проведение внутренних сравнительных режущих испытания токарных СМП типа CNMG.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во **Введении** обосновывается актуальность работы, сформулированы цели и задачи исследования, отражены научная новизна, теоретическая и практическая значимость полученных результатов, описаны методология и методы, использованные при выполнении работы.

В **главе 1** дан аналитический обзор современных спеченных твердых сплавов. **Раздел 1.1** посвящен разделению твердых сплавов на группы, их основным преимуществам и областям применения, а также современным тенденциям в развитии твердосплавного инструмента. В **разделе 1.2** дано описание субмикронным твердым сплавам, их составам и областям применения. С точки зрения современных исследований и фундаментальной литературы в **разделе 1.3** рассмотрены способы и особенности синтеза порошков WC-Co твердых сплавов, начиная от получения отдельных

компонентов системы, и заканчивая их смешением и термической обработкой.

Глава 2 содержит описание используемых в данной работе методов определения дисперсности, химического и фазового составов исходных компонентов и синтезированных смесей, основных физико-механических и магнитных свойств, микроструктуры и фазового состава спеченных образцов.

Глава 3 посвящена описанию химических, гранулометрических и прочих характеристик использованных в разработке исходных материалов, представлены снимки с растрового электронного микроскопа и гистограммы распределения частиц по размерам.

В **главе 4** дано описание процесса подготовки исходных компонентов и проведения процесса низкотемпературного карботермического синтеза. В **разделе 4.1** произведен расчет параметров процесса измельчения вольфрамового ангидрида WO_3 в мельнице мокрого размола МШМ50, объемом рабочей зоны 50 л. Режим вращения выбирался исходя из потребности в измельчении крупных частиц путем дробления. Исходя из литературных данных, критическое количество оборотов, при котором мелющие тела прижимаются к стенкам мельницы и не происходит измельчения, равно 95 об/мин. В качестве оптимального режима был выбран режим истирания, при котором количество оборотов равно 36 – 60 % от $N_{кр}$. С целью эффективного размола исходного порошка используется отношение массы мелющих тел к загружаемому материалу от 2,5 до 3,5:1 и заполнение зоны измельчения на 45% мелющими телами. Исходя из значения плотности мелющих тел из сплава ВК8 (WC – 92%; Co – 8%) особо мелкозернистого, равного $8,76 \text{ г/см}^3$, была рассчитана масса загружаемых мелющих тел. Итоговые параметры загрузки изложены в таблице 1.

Таблица 1 – Параметры измельчения WO_3 в МШМ50

Параметр	Значение
Загрузка, кг	65
Масса мелющих тел, кг	200
Материал мелющих тел	ВК80М
Диаметр мелющих тел, мм	6
Количество оборотов, об/мин	50
Этиловый спирт, кг	16
Время измельчения, ч	72

Кинетика измельчения вольфрамового ангидрида представлена на рисунке 1.



Рисунок 1 – Кинетика измельчения вольфрамового ангидрида

В результате проведения длительного мокрого размола WO_3 в шаровой мельнице МШМ50, дистилляции спирта в сушильном шкафу и последующей перетирки через сетку с ячейкой 0,315 мм, был получен молотый триоксид вольфрама со средним размером частиц 4,02 мкм.

В **разделе 4.2** описан процесс частичного восстановления вольфрамового ангидрида (α -оксид вольфрама WO_3) до β -оксида вольфрама $WO_{2,9}$ в среде водорода. Для проведения восстановления триоксида вольфрама до заданного значения была использована вакуумная печь сопротивления с графитовыми нагревателями и возможностью проведения опыта термообработки в среде водорода.

В качестве тары для загрузки в печь использовались графитовые кассеты диаметром 350 мм и высотой 80 мм. Загрузка в кассеты триоксидом вольфрама осуществлялась в объеме 80% от максимальной с целью обеспечения наиболее полного прохождения реакции в объеме. Параметры загрузки WO_3 в печь изложены в таблице 2.

Таблица 2 – Параметры загрузки вольфрамового ангидрида в печь

Параметр	Значение
Диаметр кассеты, см	35
Высота кассеты, см	8
Объем кассеты, см ³	7697
Насыпная плотность WO_3 , г/см ³	0,8
Максимальная загрузка WO_3 в кассету, г	6155
Оптимальная загрузка WO_3 в кассету, г	5000
Количество кассет	8
Общая загрузка, г	40000

Режим процесса частичного восстановления вольфрамового ангидрида до β -оксида представлен в таблице 3. С целью ускорения процесса остывания порошка, оно проводилось в потоке азота.

Таблица 3 – Режим восстановления WO_3 до $WO_{2,9}$

№ п/п	Технологический этап	T нач., °C	T кон., °C	среда	Время, мин	Скорость подъема T, °C/мин
1	вакуумирование	25	25	вакуум	60	0,00
2	заполнение газом	25	25	H_2	20	0,00
3	нагрев	25	550	H_2	360	1,46
4	выдержка	550	550	H_2	30	0,00
5	остывание	550	40	N_2	-	

В результате проведенного опыта частичного восстановления WO_3 до $WO_{2,9}$ был получен синий β -оксид. Сравнительный внешний вид представлен на рисунке 2. РЭМ снимки $WO_{2,9}$ представлены на рисунке 3.



Рисунок 2 – Порошки α -оксида вольфрама (слева) и β -оксида вольфрама (справа)

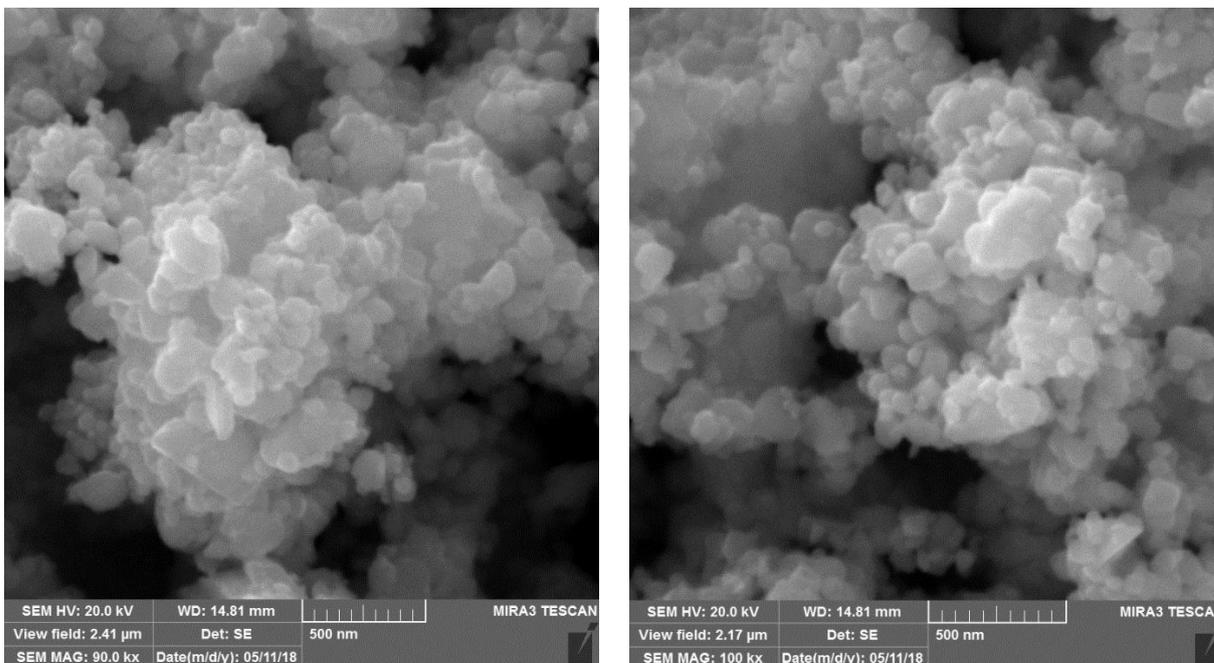


Рисунок 3 – РЭМ снимки порошка $WO_{2,9}$

На снимках РЭМ видно, что размер отдельных частиц $WO_{2,9}$ достигает 0,2 мкм, при этом присутствует агломерированность мелких частиц в более крупные, размером до 2 мкм. При этом измерение удельной поверхности показывает значение 6,0628 м²/г, что характерно для наноразмерных порошков. Анализ содержания кислорода в пробе показал значение 20,5 % массовых, что характерно для β-оксида вольфрама.

Раздел 4.3 посвящен описанию процесса смешения исходных компонентов для получения смеси для карбидизации с использованием мокрого размола в мельнице МШМ50. Параметры загрузки мельницы рассчитывались аналогично параметрам измельчения вольфрамового ангидрида. Отличительной характеристикой является соотношение мелющих тел и загружаемого материала. В данном случае в основном требуется смешение, а не размол компонентов. В связи с этим выбрано отношение мелющих тел к материалу, как 4,5:1. Параметры загрузки в мельницу указаны в таблице 4.

Таблица 4 – Параметры смешения СДК в мельнице МШМ50

Параметр	Значение
WO _{2,9} , кг	32,45
Co ₃ O ₄ , кг	5,04
Cr ₃ C ₂ , кг	0,5
Сажа, кг	7,02
Масса мелющих тел, кг	200
Материал мелющих тел	ВК80М
Диаметр мелющих тел, мм	6
Количество оборотов, об/мин	50
Этиловый спирт, кг	16
Время измельчения, ч	12

В результате проведения мокрого смешения компонентов для СДК в шаровой мельнице МШМ50, дистилляции спирта в сушильном шкафу и последующей перетирки через сетку с ячейкой 0,315 мм, была получена сухая смесь для последующей карбидизации. РЭМ снимки СДК представлены на рисунке 4.

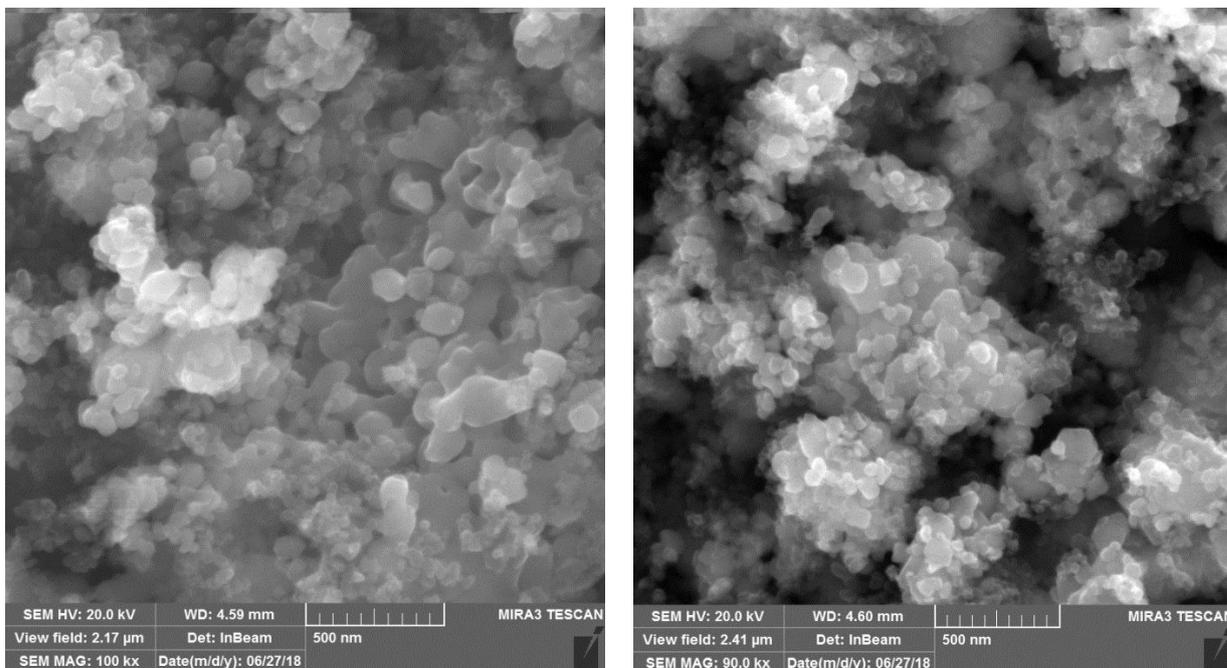


Рисунок 4 – РЭМ снимки СДК

В **разделе 4.4** рассмотрен процесс совместного низкотемпературного синтеза порошка сплава WC-10%Co. Подготовка заключалась в расчете оптимальных параметров загрузки СДК в графитовые кассеты и разработке режима проведения синтеза. В качестве емкостей по аналогии с процессом восстановления WO_3 были выбраны графитовые кассеты диаметром 350 мм и высотой 80 мм. С целью минимизации контакта СДК со стенками кассет была произведена обмотка внутренних частей кассет графлексом. Загрузка смеси рассчитывалась, исходя из понимания процесса восстановления оксидов исходных компонентов, входящих в СДК, при котором возможно улетучивание смеси из кассет при избыточном их заполнении. В качестве оптимального значения загрузки кассеты выбрано 60 % от максимальной. Параметры загрузки СДК в печь сопротивления указаны в таблице 5.

Таблица 5 – Параметры загрузки СДК в печь

Параметр	Значение
Диаметр кассеты, см	35
Высота кассеты, см	8
Объем кассеты, см ³	7697
Насыпная плотность СДК, г/см ³	0,72
Максимальная загрузка СДК в кассету, г	5542
Оптимальная загрузка СДК в кассету, г	3300
Количество кассет	8
Общая загрузка, г	26400

В процессе загрузки смеси для карбидизации в кассеты основным фактором является низкая насыпная плотность СДК. Для увеличения загрузки допускается проводить грануляцию смеси на связующем, например растворе синтетического каучука, которая позволит вплоть до 2 – 3 раз увеличить объем загрузки СДК в печь. В данной работе подобной предобработки не проводилось, но для работы в промышленном масштабе она критически необходима, при этом будет требоваться провести дополнительный пересчет исходного состава СДК с целью соблюдения углеродного баланса смеси. Режим нагрева приведен в таблице 6.

Таблица 6 – Режим карботермического синтеза сплава WC-10%Co

№ п/п	Технологический этап	Т нач., °С	Т кон., °С	среда	Время, мин	Скорость подъема Т, °С/мин
1	вакуумирование	25	25	вакуум	60	0,00
2	нагрев	25	700	вакуум	180	3,75
3	нагрев	700	1000	вакуум	480	0,63
4	выдержка	1000	1000	вакуум	660	0,00
5	остывание	1000	600	вакуум	-	
6	остывание	600	40	N ₂	-	

В результате проведения низкотемпературного карботермического синтеза сплава WC-10%Co был получен порошок серого цвета, не агломерированный в большие куски, легко просеиваемый через сетку 0,315 мм. Анализ смеси представлен в таблице 7.

Таблица 7 – Анализ смеси WC-10%Co

Параметр	Результат
С общ., мас. %	5,48
Co, мас. %	10,3
Ni, мас. %	≤0,05
Ti, мас. %	≤0,05
Fe, мас. %	0,10
Cr, мас. %	0,45
Zn, мас. %	≤0,01
Ta, мас. %	≤0,05
Cu, мас. %	≤0,02
РФА	WC, Co ₂ W ₄ C
Гранулометрия	
d10, мкм	0,42
d50, мкм	0,75
d90, мкм	1,34
D[4:3], мкм	0,84

Гистограмма распределения частиц по размеру представлена на рисунке 5. РЭМ изображения порошка представлено на рисунке 6.

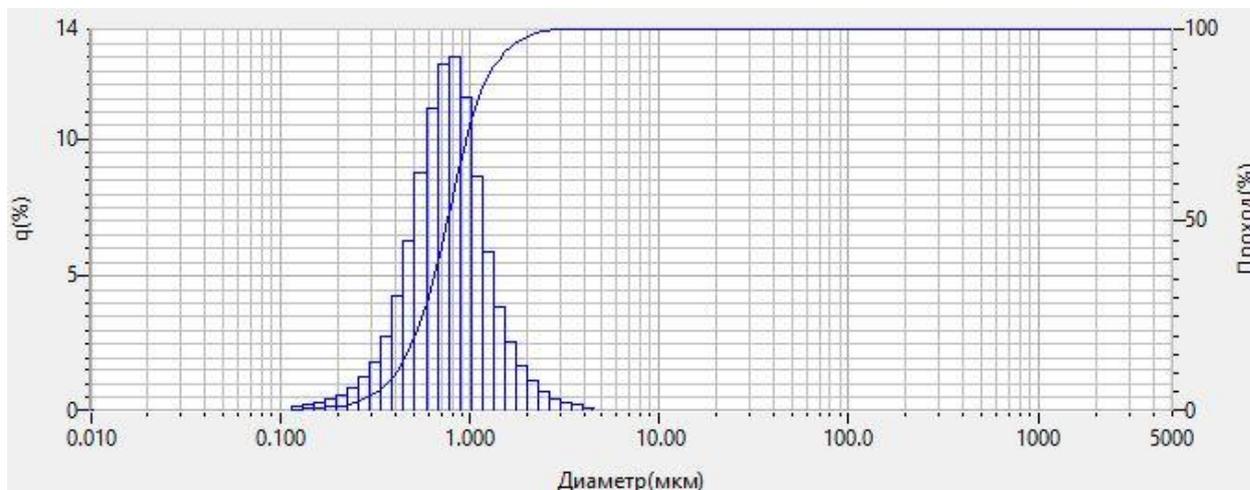


Рисунок 5 – Гистограмма распределения частиц сухой смеси WC-10%Co по размеру

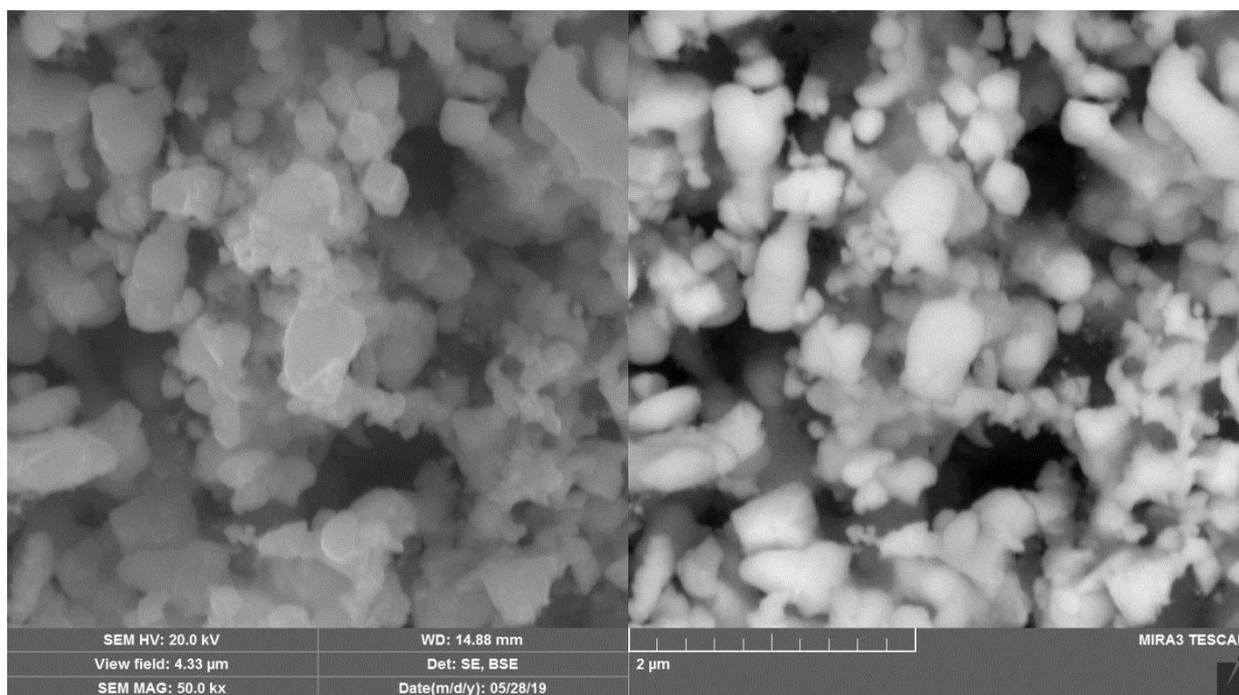


Рисунок 6 – РЭМ изображение сухой смеси WC-10%Co

Исходя из результатов исследования порошка сухой смеси WC-10%Co видно, что они в полной мере соотносятся с представленной фотографией с

РЭМ. В результате получен субмикронный сплав состава ВК10 с требуемыми размерными и качественными характеристиками.

Следует отметить наличие η -фазы в сплаве, фиксируемой на РФА. Это в первую очередь связано с низкой температурой синтеза (1000°C), при которой невозможен полный переход промежуточных фаз в карбид вольфрама. Данный переход может быть осуществлен при температурах выше 1200°C .

Исходя из наличия η -фазы и стехиометрического содержания углерода в сухой смеси, было принято решение о необходимости добавки небольшого количества углерода в процессе интенсивной деагломерации сплава, описанном в **разделе 4.5**. Процесс низкотемпературного синтеза обеспечивает получение смеси с требуемым размером частиц, но данная смесь не в полной мере подготовлена к процессу формования заготовок резцов, для которых предъявляются высокие требования к качеству режущих кромок. Полученный порошок все еще достаточно агломерирован и требует дополнительного процесса деагломерации.

С целью полного удаления агломератов с наименьшей степенью внесения напряжений в частицы порошка была использована высокоэнергетическая бисерная мельница (ВЭБМ) с мелющими телами размером 0,5 мм из сплава ВК80М.

Для последующей грануляции пресс-порошка на распылительной сушилке необходимо подготовить пульпу с требуемой концентрацией. В качестве определяющего параметра эмпирическим путем вычислено оптимальное отношение массы размольной жидкости к загружаемому материалу – 0,45. При этом в процесс смешения был добавлен предварительно растворенный в этиловом спирте полиэтиленгликоль марки ПЭГ4000 в количестве 2,5 % от массы загруженной сухой смеси WC-10%Co.

Параметры загрузки и режим работы высокоэнергетической мельницы представлены в таблице 8.

Таблица 8 – Параметры работы ВЭБМ

Параметр	Значение
Загрузка WC-10%Co, кг	20
Загрузка ПЭГ4000, кг	0,5
Этиловый спирт, кг	9
Масса мелющих тел, кг	50
Материал мелющих тел	ВК80М
Диаметр мелющих тел, мм	0,5
Частота вращения, об/мин	800
Время, ч	0,5

В результате проведенной деагломерации была получена сметанообразная пульпа, пригодная для распыления сушкой (**раздел 4.6**). Грануляция полученной в процессе деагломерации пульпы производилась на распылительной сушилке, принцип которой заключается в введении под высоким давлением через тонкую форсунку пульпы в колонну, предварительно нагретую азотом до 120° С. Пульпа под давлением при распылении образует форму конуса, поднимается вверх колонны и плавно стекает по стенкам, либо опадает самостоятельно в зону выгрузки пресс-порошка, обеспечивая шарообразную форму гранулам.

В результате грануляции пресс-порошка на распылительной сушилке был получен пресс-порошок сплава WC-10%Co, пригодный к дальнейшим формованию и термообработке. РЭМ изображения пресс-порошка представлено на рисунке 7.

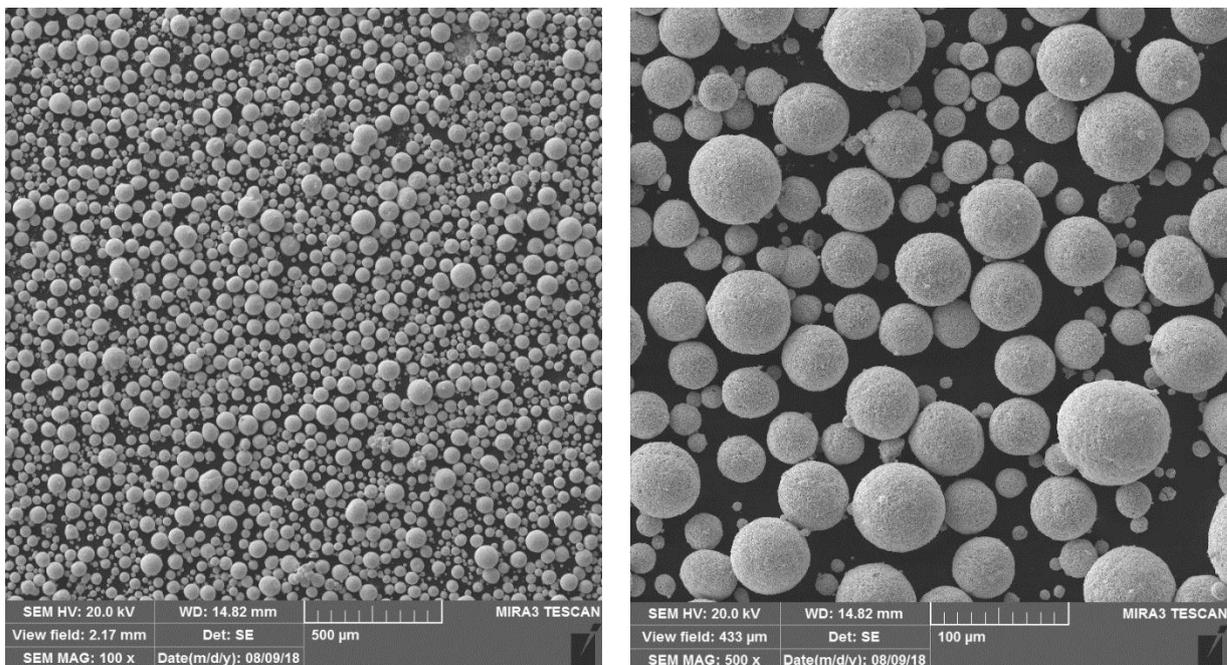


Рисунок 7 – РЭМ снимки гранул пресс-порошка WC-10%Co

Таблица 9 – Гранулометрический анализ пресс-порошка WC-10%Co

Параметр	Результат
Гранулометрия	
d10, мкм	0,38
d50, мкм	0,72
d90, мкм	1,24
D[4:3], мкм	0,78

Процессы формования и термической обработки образцов описаны в **разделах 4.6 – 4.7**. В качестве заготовки для последующих режущих испытаний была выбрана заготовка токарной пластины CNMG. Формование заготовок производилось на автоматическом прессе. Объемная модель заготовки показан на рисунке 8.

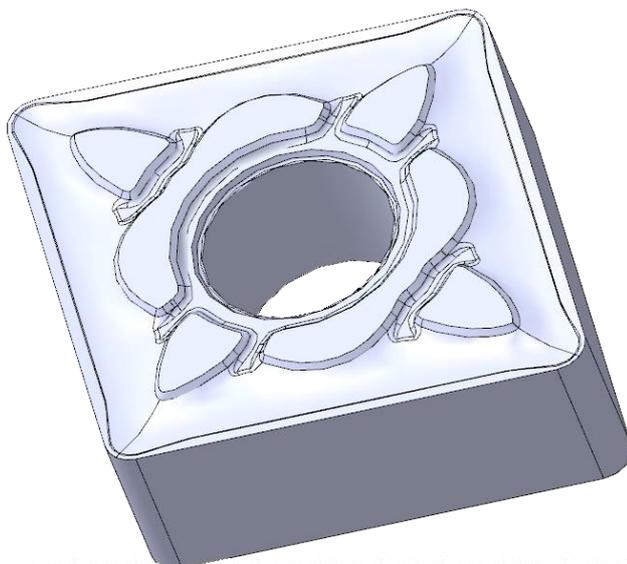
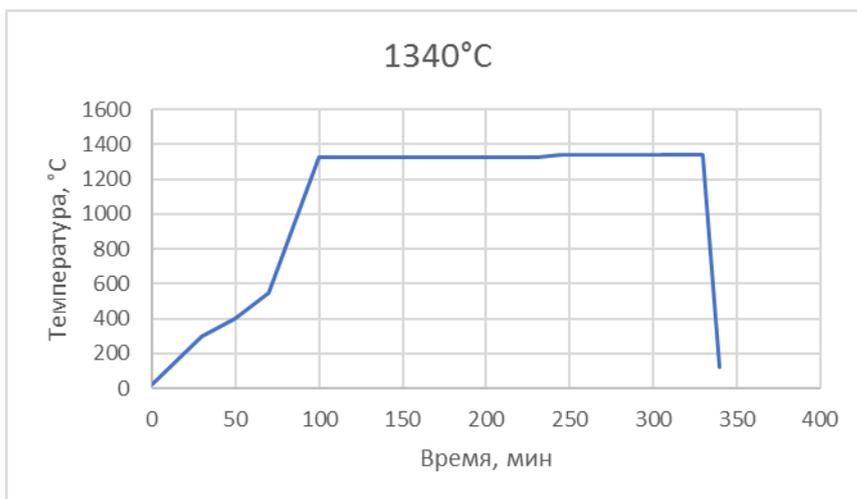
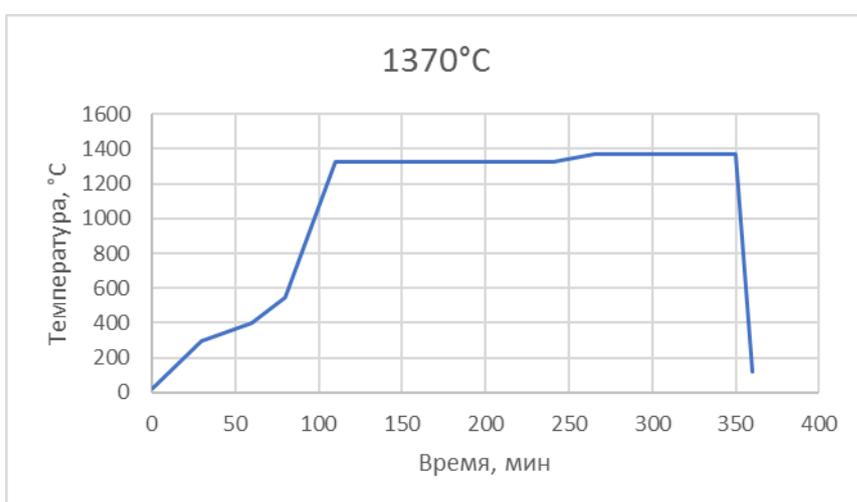


Рисунок 8 – 3d модель заготовки токарной пластины CNMG

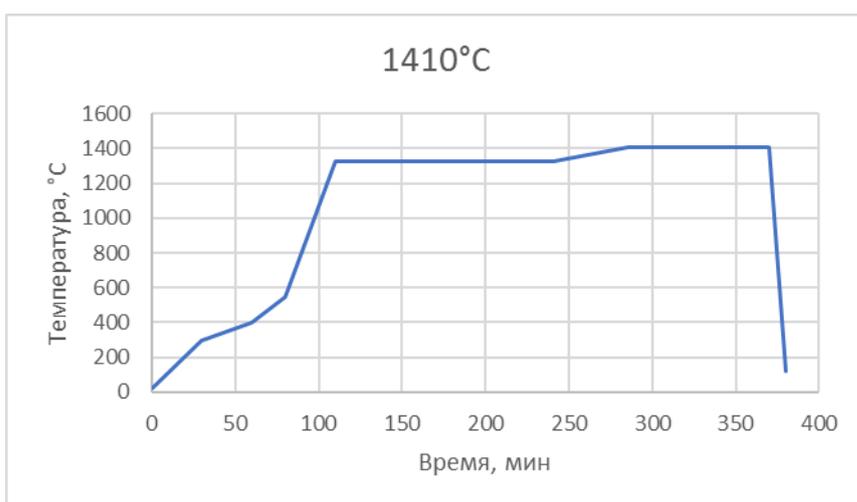
Для спекания заготовок была использована вакуум-компрессионная печь. С целью определения оптимальной температуры спекания был выбран диапазон от 1340 до 1410° С. Графики изменения температур представлен на рисунке 9.



Температура
спекания – 1340° С



Температура
спекания – 1370° С



Температура
спекания – 1410° С

Рисунок 9 – Графики изменения температур при спекании заготовок

В результате проведенных опытов вакуум-компрессионного спекания, были получены три партии спеченных заготовок токарных пластин CNMG,

пригодных для проведения аттестационных измерений и проведения сравнительных режущих испытаний.

В **главе 5** описаны процессы аттестации спеченных образцов, а также сравнительные режущие испытания полученного в результате всего производственного цикла инструмента. Заключительным этапом, определяющим возможность применения метода низкотемпературного карботермического синтеза субмикронных твердых сплавов для изготовления токарных пластин, является определение физико-механических характеристик сплава и проведение сравнительных режущих испытаний. В качестве эталона для формирования сравнительной базы были выбраны токарные пластины производства компании «Sandvik», произведенных из сплава марки H10F, являющимся основным в линейке шведской компании, используемом для токарной обработки жаропрочных сплавов.

Раздел 5.1 посвящен аттестации физико-механических и магнитных характеристик образцов. Все партии полученных образцов были аттестованы по стандарту компании ООО «Вириал», включающего в себя первичную аттестацию магнитных характеристик заготовок (процент магнитной фазы и доля магнитного насыщения), определение плотности, твердости по Роквеллу, твердости по Виккерсу, коэффициента трещиностойкости, анализ микроструктуры, определение прочности на изгиб. Помимо определения вышеперечисленных параметров производились исследования шлифов заготовок на РЭМ.

Таблица 10 – Анализ магнитных и физико-механических характеристик

Параметр	Результат			
	1340° С	1370° С	1410° С	H10F
№ СМП				
Hc, Э	279,5	268,5	249	262
Содержание магнитной фазы, масс. %	7,65	7,69	7,41	7,82
Плотность, г/см ³	14.24	14.16	14.22	14.2
HRA	92	91.5	91.5	92
Hv30, ГПа	16.1	15.8	15.7	15.9
K1c, МПа*м ^{1/2}	9.5	9.9	11.3	10.2
Пористость, об. %	A 0.02			
Размер пор, мкм	<10			
Свободный углерод (графит), об. %	C00			
Наличие η-фазы	Имеется	Отсутствует		

При анализе характеристик спеченных материалов замечены следующие зависимости:

1) Значение коэрцитивной силы является косвенной характеристикой размера зерен в спеченных твердых сплавах. При условии равномерного перемешивания исходных компонентов снижение значения коэрцитивной силы означает рост зерна с ростом температуры спекания и наоборот. В промышленных масштабах данную характеристику также используют для первичной аттестации серийных сплавов, ведь ее измерение

не является трудозатратным и не требует большого количества времени. В данном случае характерно явное увеличение зерен основной фазы с увеличением температуры.

2) Содержание магнитной фазы находится в пределах нормы. Характеристика также является способом первичной аттестации сплавов и для сплавов состава WC-10%Co считается нормальной в диапазоне от 6,8 до 9,3 %.

3) Твердость по Роквеллу и по Виккерсу снижается при увеличении температуры спекания, что также является характеристикой роста зерна.

4) Обратной характеристикой твердости является трещиностойкость, значение которой увеличивается со снижением твердости.

Результаты проведенных спеканий свидетельствуют о правильном выборе соотношения исходного сырья при карботермическом синтезе. Об этом свидетельствуют: высокое значение твердости, характерное для субмикронных сплавов; высокое значение коэрцитивной силы, определяющее наличие субмикронной составляющей в сплаве, как основную; достаточно хороший баланс между высокой твердостью и высокой трещиностойкостью; отсутствия свободного углерода, пористости и η -фазы в сплаве. РЭМ снимки образцов показаны на рисунках 10, 11 и 12.

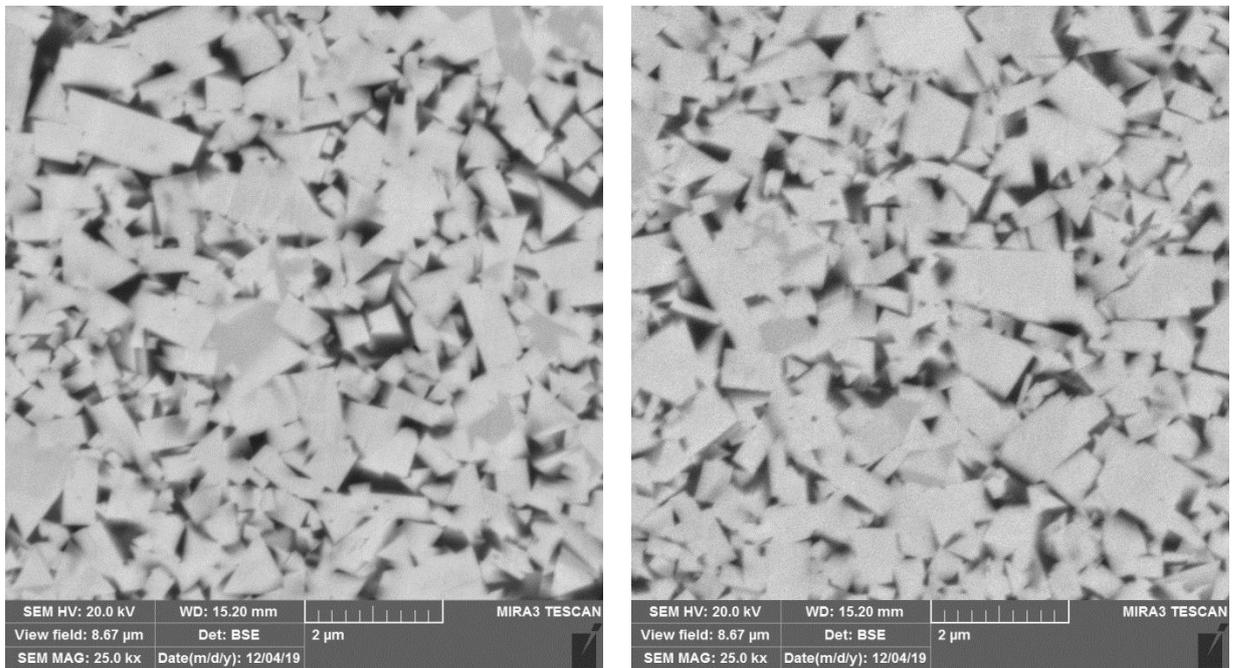


Рисунок 10 – РЭМ снимки сплава WC-10%Co, спеченного при $T=1340^{\circ}\text{C}$

На рисунке 10 хорошо видно распределение охрупчивающей сплав η -фазы. Следовательно, можно предположить, что основным типом износа режущего инструмента во время испытаний будет выкрашивание, характерное для сплавов с наличием η -фазы.

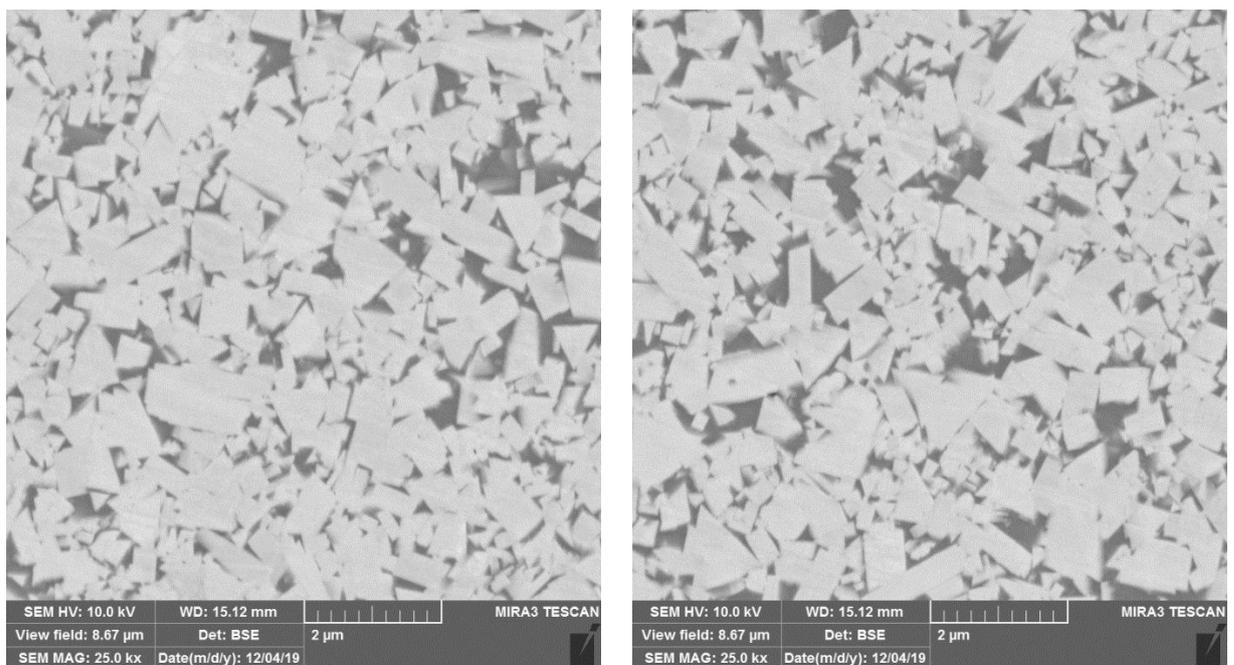


Рисунок 11 – РЭМ снимки сплава WC-10%Co, спеченного при $T=1370^{\circ}\text{C}$

На рисунке 11 видно, что в результате структурных превращений при повышении температуры спекания происходит полное растворение η -фазы, что определяет порог минимальной температуры спекания.

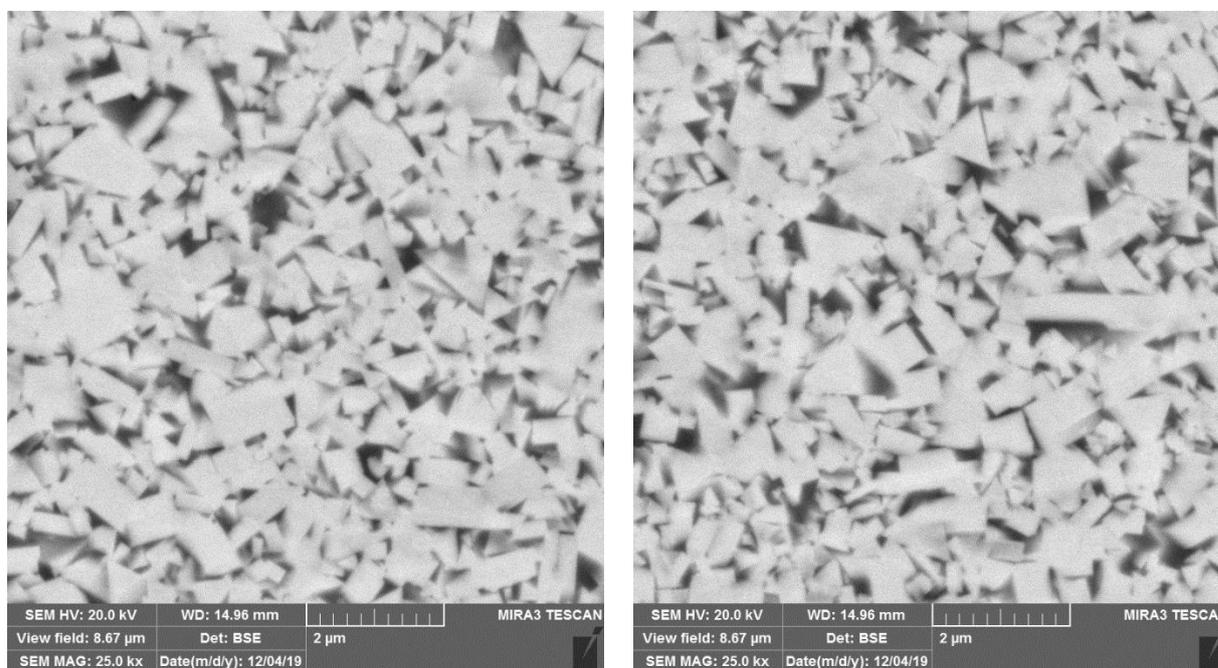


Рисунок 12 – РЭМ снимки сплава WC-10%Co, спеченного при $T=1410^{\circ}\text{C}$

РЭМ снимки образцов подтверждают субмикронную составляющую как основную в структуре полученных сплавов. Данные сплавы по всем физико-механическим характеристикам пригодны для проведения токарной обработки жаропрочных сплавов. В разделе 5.2 приведены методика проводимых сравнительных режущих испытаний и их результаты. Сравнительные режущие испытания были проведены в производственных условиях на площадке ООО «Вириал».

Перед проведением режущих испытаний на пластины было нанесено износостойкое PVD покрытие состава AlTiN.

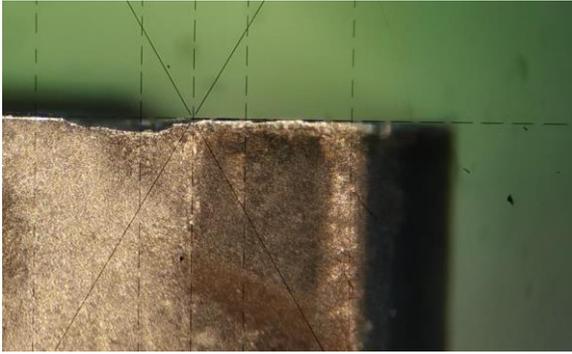
Токарный станок «Mazak», стойка ЧПУ «Nexus». Испытуемый материал – пруток из жаропрочного сплава марки XH77ТЮР. Режимы резания соответствуют технологическому процессу, используемому на

Обуховском заводе: скорость резания – 25/30 м/мин; глубина резания – 1,5/2 мм; подача – 0,2 мм на оборот; СОЖ используется. Длина прутка порядка 300 мм, поджатие задним центром для исключения радиального биения заготовки. В целях испытаний была подготовлена программа, реализующая продольное наружное точение в n количество проходов на заданную длину. В качестве времени стойкости принято 5 минут. По окончании испытаний износ исследовался на лабораторном микроскопе со столом с продольно-поперечными суппортами, единица шкалы измерения микроскопа – 0,01 мм. Отрицательный износ – проточина, выкрашивание, сколы. Положительный износ – равномерный по длине кромке износ по длине 0,2/0,3 мм.

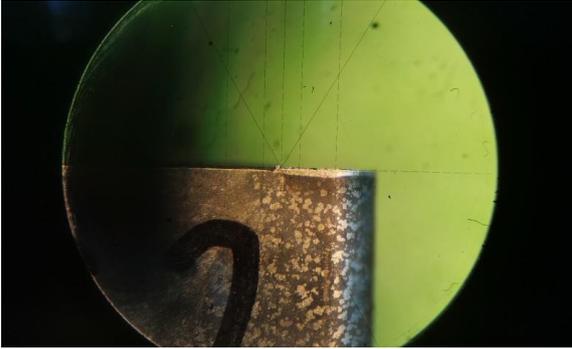
Таблица 11 – Результаты сравнительных режущих испытаний

Параметр	1340° С	1370° С	1410° С	H10F
Износ, мм	0,12	0,09	0,13	0,13
Тип износа	Выкрашивание	Равномерный		
Результат	Удовлетворительный	Положительный		

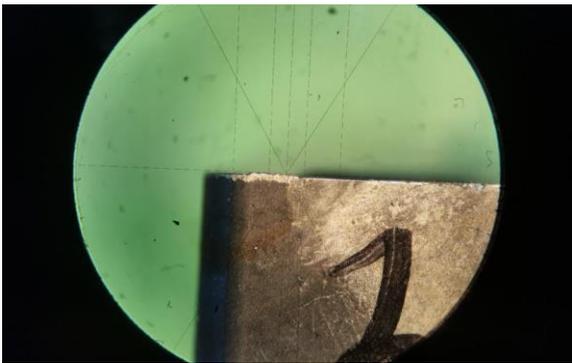
На рисунке 13 показана режущая кромка пластин после проведенных испытаний.



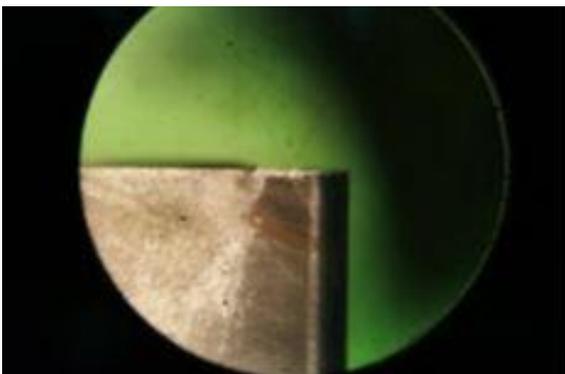
Режущая кромка платины из сплава
WC-10%Co, спеченного при
T=1340° C



Режущая кромка платины из сплава
WC-10%Co, спеченного при
T=1370° C



Режущая кромка платины из сплава
WC-10%Co, спеченного при
T=1410° C



Режущая кромка платины из сплава
H10F

Рисунок 13 – изображения режущих кромок пластин CNMG, полученных из сплава WC-10%Co и сплава H10F

В результате проведенных сравнительных режущих испытаний можно сделать следующие выводы:

1) Как и следовало ожидать, наличие η -фазы в сплаве WC-10%Co, спеченном при $T=1340^\circ\text{C}$, повлияло на тип износа. Фиксируется выкрашивание, являющееся типом отрицательного износа. При этом нельзя однозначно заключить, что сплав не работает, поскольку сама величина износа довольно низкая и входит в диапазон допустимой. В связи с этим результаты испытаний можно определить как удовлетворительные.

2) По причине увеличения температуры спекания до 1370 и 1410°C , в сплаве WC-10%Co не обнаружено η -фазы и, соответственно, фиксировался равномерный износ на пластинах, который не превышал предельно допустимого. При этом пластины из сплава, спеченного при $T=1370^\circ\text{C}$, показал наилучший результат испытаний, определяемый наименьшим значением износа. Результаты испытаний можно считать положительными.

3) Сплав компании «Sandvik» марки H10F показал положительный результат. Износ на пластинах не превышал предельно допустимый.

Заключение

1. В результате проведенных исследований разработана технология получения субмикронного твердого сплава путем низкотемпературного карботермического синтеза, предназначенного для механической обработки жаропрочных сплавов.

2. На основе анализа научно-технических данных и литературы обоснован выбор состава исходных компонентов и режим проведения совместного синтеза порошка WC-10%Co.

3. На основе исследования кинетики процесса измельчения материалов в барабанных мельницах получены режимы измельчения и смешения порошков исходных компонентов и готовой сухой смеси.

4. Впервые в России получен субмикронный порошок сплава состава BK10, синтезированный при низкой температуре в вакууме,

обладающий высокими физико-механическими характеристиками спеченного материала.

5. Получен по разработанной технологии сплав, не уступающий по физико-механическим и эксплуатационным характеристикам основному мировому аналогу производства компании «Sandvik».

Список работ, опубликованных по теме научно-квалификационной работы (диссертации)

Публикации в изданиях, рецензируемых ВАК

1. Golub A.V. Nanostructural Composites in the WC/ZrO₂ (Y₂O₃) System / Golub A.V, Semenov O.V., Gurtovoy V.N. // Key Engineering Materials Vol. 822. – 2019. – P. 298-303.

2. Голуб А.В. Низкотемпературный карботермический совместный синтез сплава WC-Co в вакууме / Голуб А.В., Румянцев Н.И., Цеменко В.Н., Ганин С.В. //Международная научная конференция. Современные материалы и передовые производственные технологии (СМПТТ-2021). – 2021.

Публикации в других изданиях

1. Голуб А.В. Получение композитов в системе нано-WC/ZrO₂(Y₂O₃) SPS-методом / Голуб А.В., Семенов О.В. // Порошковая металлургия: инженерные поверхности, новые порошковые композиционные материалы. Сварка. – 2017. – Часть 1. – С. 376-380.

2. Севостьянова И.Н. Исследование фазового состава и его влияние на механические свойства карбидосталей WC-(Fe-Mn-C) / Севостьянова И.Н., Саблина Т.Ю., Федоров Д.В., Голуб А.В., Кульков С.Н. // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). – 2020. – Т. 22, № 2. – С. 76–88. – DOI: 10.17212/1994-6309-2020-22.2-76-88.

Аспирант _____ **ФИО** _____

(подпись)