

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ТВЕРДЫХ СПЛАВОВ С ГРАДИЕНТНЫМ СТРОЕНИЕМ*

А.Г. ТЮРИН, канд. техн. наук, доцент

А.А. РАЗУМАКОВ, аспирант

Д.С. ТЕРЕНТЬЕВ, аспирант

С.Ю. НАГАВКИН, магистрант

*В.В. ИВАНЦОВСКИЙ, канд. техн. наук, доцент
(НГТУ, г. Новосибирск)*

Статья поступила 16 ноября 2012 года

Тюрин А.Г. – 630092, г. Новосибирск, пр. К. Маркса, 20,
Новосибирский государственный технический университет,
e-mail: tyurin78@mail.ru

Приведены результаты металлографических исследований композиций «ВК15-ВК6» и «ВК15-СК» после спекания в вакуумной печи при температурах 1380 и 1450 °С. Установлено, что при спекании происходит формирование структуры с градиентным строением с объемной долей упрочняющего компонента 84–88 % в сердцевине изделия и 92–94 % в поверхности. Определены механические свойства сформированных композиций (твердость, износостойкость при трении о закрепленные частицы абразива, предел прочности при изгибе и микротвердость).

Ключевые слова: вольфрамокобальтовый твердый сплав, жидкофазное спекание в вакууме, градиентная микроструктура.

Введение

Производительность металлообработки в значительной степени зависит от типа инструментального материала. На сегодняшний день наиболее распространенными инструментальными материалами являются твердые сплавы, которые обладают рядом ценных свойств, среди которых в первую очередь следует выделить высокую твердость и износостойкость. Однако необходимо отметить, что большинство твердых сплавов подвержены хрупкому разрушению и имеют низкие прочностные свойства при высокой стоимости и дефицитности твердосплавных порошковых смесей.

Согласно ГОСТ 3882-74. «Сплавы твердые спеченные. Марки» в твердых сплавах группы

ВК (на основе карбида вольфрама и кобальта) прочностные характеристики зависят от количественного содержания в них металла-связки. Так, например, с увеличением кобальта в сплаве от 6 до 15 % повышается предел прочности при изгибе приблизительно от 1500 до 1850 МПа [1]. Однако такое увеличение кобальта ведет к снижению твердости инструментального материала от 88,5 до 86 HRA. Одновременного сочетания высокой твердости и прочности при изгибе можно добиться за счет создания твердого сплава с градиентной структурой. В таком материале максимальное количество частиц карбида вольфрама должно содержаться в поверхностном слое, что обеспечит повышение твердости и износостойкости поверхностного слоя. Высо-

* 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.

кие показатели прочности и трещиностойкости будут иметь сердцевину изделия, содержащую большее количество связующего металла.

Цель работы заключается в исследовании структуры и свойств твердых сплавов с градиентной микроструктурой, сформированной жидкофазным спеканием вольфрамокобальтовых порошковых смесей с малым содержанием кобальтовой фазы на поверхности прессовки из твердосплавной смеси с высокой концентрацией кобальта.

Материалы и методы исследования

В качестве материалов, применяемых в экспериментах, использовали порошковые смеси ВК15, ВК6, изготовленные в соответствии со стандартом СТО 00196144-0727-2010 «СМК. Процессы жизненного цикла продукции. Смеси твердосплавные для производства изделий» и порошок карбида вольфрама марки СК, приготовленный в соответствии со стандартом СТО 00196144-0712-2010 «СМК. Процессы жизненного цикла продукции. Карбид вольфрама порошкообразный». Химический состав используемых порошковых смесей представлен в табл. 1.

Из порошковых смесей ВК6, ВК15 и порошкообразного карбида вольфрама марки СК изготавливали цилиндрические прессовки диаметром 40 и высотой 10 мм. Прессование заготовок осуществляли на прессе Scamex Monarch, по технологическим режимам, представленным в табл. 2.

Для формирования градиентной структуры в вольфрамокобальтовых твердых сплавах использовали две схемы получения образцов. Первая схема предусматривала последовательное послойное прессование порошковых смесей ВК15 и ВК6 (или карбида вольфрама марки СК).

Таблица 2

Технологические режимы компактирования порошковых смесей

Параметр	Значение
Усилие сжатия, H	650 000
Давление прессования, МПа	517,5
Скорость компактирования, мм/мин	0,35
Масса навески порошковой смеси, г	175

Процесс получения заготовок по такой схеме состоял из двух стадий: на первом этапе в пресс-форме осуществляли прессование порошковой смеси ВК15, после чего, не вынимая заготовки из пресс-формы, осуществляли насыпку и прессование порошковой смеси ВК6 (или порошка карбида вольфрама марки СК). Общая высота заготовки, полученной таким способом, составляла 10 мм, при этом толщина слоев из смесей ВК6 (порошка карбида вольфрама марки СК) и ВК15 была равна 5 мм.

Вторая схема предусматривала спекание порошковой смеси ВК6 (или карбида вольфрама марки СК), нанесенной в виде шликера на поверхность прессовки ВК15. Слой шликера имел толщину 1 мм и представлял собой суспензию порошковой смеси ВК6 (или карбида вольфрама марки СК) в этиловом спирте.

Жидкофазное спекание композиций проводилось в вакуумной печи СГВ 2.4.2/15 при скорости нагрева от 2 до 4 °С/с; скорость охлаждения – от 0,08 до 0,6 °С/с; температура спекания составляла 1380 °С или 1450 °С. Выдержка при температуре спекания составляла 60 мин при остаточном вакууме от $1 \cdot 10^{-3}$ до $3 \cdot 10^{-5}$ Па.

Металлографические исследования проводили в диапазоне увеличений от 40 до 1500 крат с использованием оптического микроскопа Carl Zeiss AXIO Observer A1m. Объектами исследования служили металлографические шлифы, полученные с помощью пресса для заливки об-

Таблица 1

Состав порошковых смесей

Марка порошковой смеси	Массовая доля %					Средний размер по Фишеру, мкм
	Углерод общий	Углерод свободный, не более	Кобальт	Кислород, не более	Железо, не более	
ВК6	5,45...5,70	0,10	5,7...6,2	0,4	0,2	–
ВК15	4,90...5,20	0,10	14,0...15,0	0,5	0,2	–
СК	6,00...6,12	0,10	–	–	–	8,5...13,0

Режимы травления вольфрамокобальтовых твердых сплавов

№ п/п	Состав травителей и способ травления	Условия травления	Назначение травления	Действие травления	Примечание
1	Свежеприготовленная смесь равных объемов 20 %-ных водных растворов калия железосинеродистого и гидроксида калия или натрия	Температура 18...20 °С Продолжительность – 2–3 с	Для выявления η-фазы в сплавах вольфрамовой группы	η-фаза окрашивается в красновато-оранжевый цвет и окаймляется по границам. WC-фаза и Co-фаза остаются светлыми	Окисная пленка легко стирается; поэтому шлиф после травления высушивался
2	Свежеприготовленная смесь равных объемов 20 %-ных водных растворов калия железосинеродистого и гидроксида калия или натрия	Температура 18...20 °С Продолжительность – 5 мин	Для выявления WC-фазы в сплавах вольфрамовой группы	WC- фаза четко окаймляется по границам зерен. Сохраняя естественную голубоватую окраску, η-фаза вытравливается, Co-фаза остается светлой	Применяется после травления по режиму 1

разцов SimpliMet 1000 (Buehler). Микрошлифы изготавливали по стандартной методике, включающей такие операции, как механическое шлифование и полирование, а также последующее химическое травление. На нетравленных микрошлифах исследовали наличие и характер распределения пор.

Для выявления структуры твердого сплава использовали травление по режимам, представленным в табл. 3.

Для оценки механических свойств полученных твердых сплавов были проведены испытания, характеризующие как механические свойства поверхностного слоя, так и композиции в целом. В поверхностном слое были определены твердость, микротвердость и износостойкость при трении о жестко закрепленные частицы абразива. Предел прочности твердого сплава при поперечном изгибе характеризовал композицию в целом.

Испытания по определению твердости вольфрамокобальтовых твердых сплавов с градиентной микроструктурой проводили методом Роквелла при измерении по шкале А в соответствии с ГОСТ 9013-59 «Металлы. Метод измерения твердости по Роквеллу». Для проведения испытаний использовался твердомер 600MRD. Значения твердости (HRA) определяли вдавливанием алмазного конуса при нагрузке на индентор 50 кгс. Микротвердость исследуемых объектов определяли в соответствии с ГОСТ 9450-71. Для проведения испытаний использовался

микротвердомер для проведения испытаний по Виккерсу 402MVD. В качестве индентора применяли алмазную четырехгранную пирамиду с квадратным основанием. Масса, нагружающая индентор, составляла 100 и 200 г.

При выполнении исследования предел прочности при изгибе определяли в соответствии с ГОСТ 20019-74 «Сплавы твердые спеченные. Метод определения прочности при поперечном изгибе». Испытания проводили на универсальной электромеханической системе Instron 3369 с применением специальной оснастки, позволяющей реализовать трехточечный изгиб. Скорость перемещения подвижной траверсы в процессе нагружения составляла 2 мм/мин. При нагружении образца фиксировалась диаграмма разрушения в координатах «нагрузка – удлинение» с выводом результатов на экран монитора.

Испытания в условиях трения о закрепленные частицы абразива проводились по схеме, предусмотренной ГОСТ 17367-71, с тем отличием, что в качестве эталонного образца использовался стержень диаметром 2 мм, изготовленный из твердого сплава ВК6, а в качестве абразива – бумага с карбидом кремния зеленым с размером абразивных частиц от 60 до 80 мкм. В качестве режимов испытаний были выбраны:

частота вращения диска, об/мин	60
удельное давление на образец, МПа	1
путь трения, м	30
радиальное перемещение образца, мм/об	1,4.

Испытывались цилиндрические образцы диаметром 2 и высотой 10 мм. По результатам испытаний определяли относительную износостойкость ε по формуле

$$\varepsilon = \frac{\Delta m_{\text{эт}} \rho_{\text{обр}}}{\Delta m_{\text{обр}} \rho_{\text{эт}}}$$

где $\Delta m_{\text{эт}}$, $\Delta m_{\text{обр}}$ – потеря массы эталонного и испытуемого образцов; $\rho_{\text{обр}}$, $\rho_{\text{эт}}$ – плотность испытуемого и эталонного образцов.

Результаты и обсуждение

Результаты исследований микроструктуры поперечных микрошлифов образцов из твердых сплавов с градиентным строением, полученной жидкофазным спеканием карбида вольфрама марки СК, свидетельствуют о формировании двух ярко выраженных зон. Для первой поверхностной зоны характерно крупнозернистое строение и незначительное количество пор размером 15...30 мкм. Размер частиц карбида вольфрама практически не изменяется при жидкофазном спекании. На рис. 1 представлены характерные фотографии микроструктур полученной композиции. Объемная доля пор находится в диапазоне от 8 до 10 %.

Можно отметить, что в процессе спекания порошка карбида вольфрама на поверхности прессовки из смеси ВК15 происходит миграция жидкой фазы в порошковый слой из частиц марки СК. Анализ литературных данных свидетельствует о том, что на процесс миграции жидкой фазы оказывают влияние несколько факторов, среди которых особо значимыми являются гра-

диент по концентрации кобальта между поверхностным слоем и сердцевиной, а также размер упрочняющих фаз в спекаемых компонентах. Например, в работах [2, 3] отмечается, что миграция жидкой фазы преимущественно идет из области, имеющей крупнозернистое строение, в область с мелкозернистым строением. Данное заключение стало основанием для выбора крупнозернистого порошка карбида вольфрама марки СК. Размер исходных частиц карбида вольфрама в порошке СК составлял 8,5...13 мкм, в то время как размер частиц в порошковой смеси ВК15 был равен 3...5 мкм. Способствовать значительной миграции жидкой фазы могла высокая температура спекания (1450 °С) и длительная выдержка (1 ч). Положительное влияние на снижение степени миграционных процессов может оказывать уменьшение температуры жидкофазного спекания с 1450 до 1380 °С. Микроструктура твердого сплава, полученного при спекании порошка карбида вольфрама марки СК на поверхности прессовки из ВК15 при 1380 °С в течение одного часа, аналогична строению композиции, полученной при температуре 1450 °С (см. рис. 1), и имеет две характерные зоны. Объемная доля материала связки в покрытии составляет 6–7 %, а в средней части изделия 12–16 %. Соответственно объемная доля частиц карбида вольфрама в поверхностном слое составляет 93–94 %, а в сердцевине изделия 84–88 %.

Появление пор в сформированном поверхностном слое, вероятно, связано с неравномерной миграцией жидкой фазы в поверхностный слой. Использование в качестве упрочняющего слоя порошковых смесей с низким содержанием

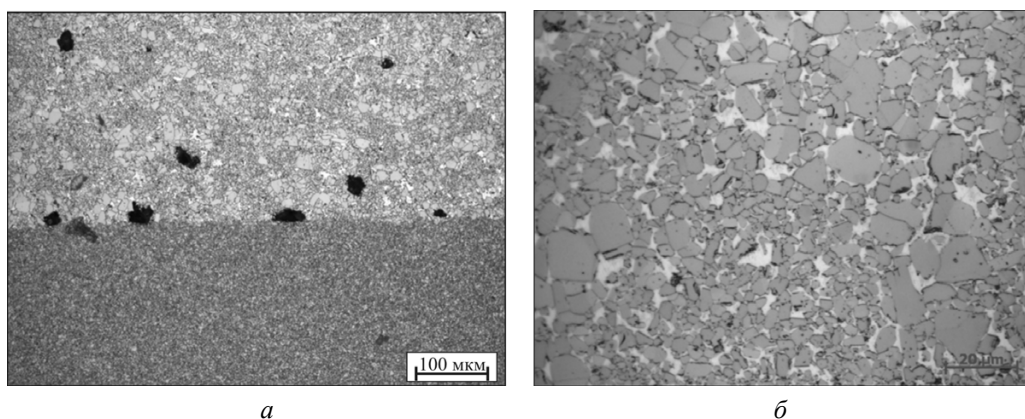


Рис. 1. Характерные участки композиции “ВК15-СК”:

а – микроструктура переходного слоя; *б* – микроструктура поверхностного слоя

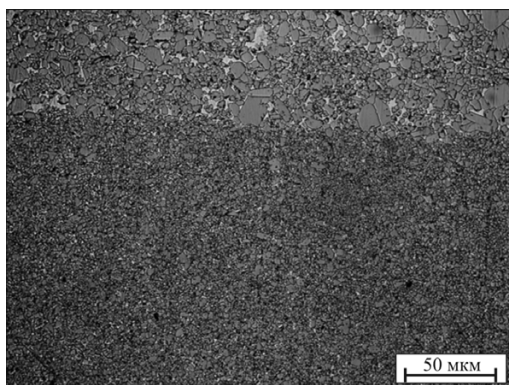


Рис. 2. Микроструктура композиции «BK15-BK6»

кобальта (например, BK6) позволяет исключить образование пор в поверхностном слое. На рис. 2 представлена фотография микроструктуры композиции «BK6-BK15» после спекания при температуре 1380 °С в течение одного часа. Наличие кобальта в поверхностном слое спекаемой порошковой композиции благоприятно влияет на равномерное смачивание частиц упрочняющей фазы и формирование беспористого твердого сплава с градиентной структурой.

Результаты измерения твердости методом Роквелла по шкале А показали, что максимальную твердость (до 90 HRA) имеют вольфрамокобальтовые твердые сплавы BK15 с градиентной микроструктурой, сформированной в результате жидкофазного спекания порошковой смеси BK6. Наличие пор в поверхностном слое композиции «BK15-СК» приводит к снижению значений твердости в среднем на 2–4 единицы HRA. На рис. 3 представлена диаграмма с полученными значениями.

Распределение значений микротвердости по толщине поверхностного слоя вольфрамо-

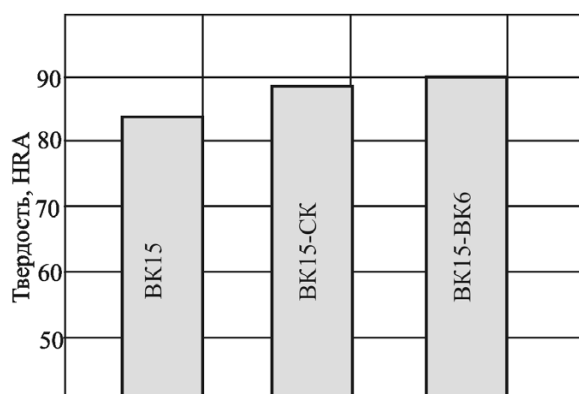


Рис. 3. Твердость поверхности вольфрамокобальтовых твердых сплавов с градиентной микроструктурой

кобальтовых твердых сплавов с градиентной структурой показало, что на поверхности наблюдается повышение микротвердости от 13200 до 14800 МПа. В непосредственной близости к поверхности исследуемых образцов наблюдается незначительное снижение микротвердости, что может быть связано с увеличением объемной доли связующего компонента покрытия вследствие развития миграционных процессов жидкой фазы. Снижение температуры жидкофазного спекания от 1450 до 1380 °С приводит к уменьшению объемной доли связующего металла в поверхностном слое и сохранению высоких значений микротвердости. Довольно большие колебания значений микротвердости поверхностного слоя связаны с неравномерностью распределения связующего металла. Это позволяет говорить о наличии в сплаве отдельных участков, по которым преимущественно протекает миграция жидкой фазы и происходит частичная утрата каркасной структуры.

Оценка предела прочности твердого сплава с градиентной структурой при испытаниях на изгиб показала, что наличие поверхностного слоя с уменьшенным содержанием кобальта приводит к снижению сопротивления материала изгибным нагрузкам. Предел прочности композиции «BK15-СК» имеет значение выше предела прочности сплава BK6 и ниже предела прочности сплава BK15. На рис. 4 представлена гистограмма, характеризующая значения прочности при изгибе вольфрамокобальтовых твердых сплавов.

В твердом сплаве с градиентной структурой, полученной жидкофазным спеканием порошковой смеси BK6 на поверхности BK15, количество пор не превышает 0,5 %, что позволяет по-

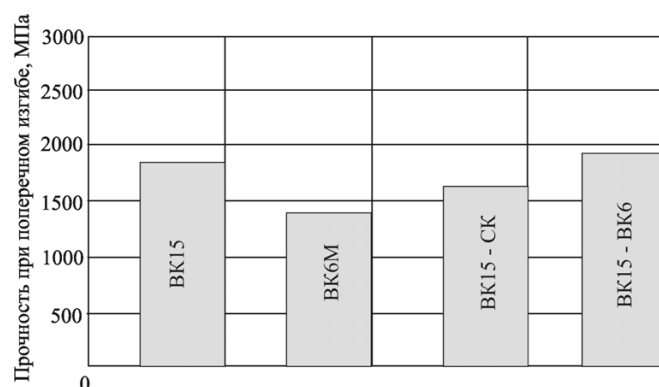


Рис. 4. Прочность при поперечном изгибе твердых сплавов с градиентной структурой, полученной жидкофазным спеканием порошков BK6 и СК

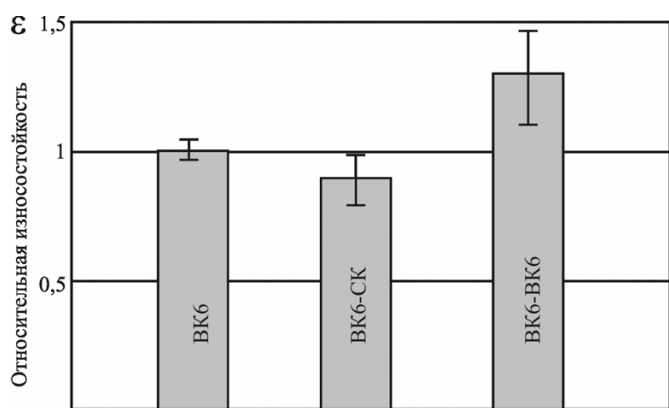


Рис. 5. Относительная износостойкость вольфрамкобальтовых твердых сплавов с градиентной структурой (эталон ВК6)

лучить относительно высокий предел прочности при поперечном изгибе. В данном случае предел прочности составляет 1920 МПа. Необходимо отметить, что толщина упрочняющего слоя со структурой твердого сплава ВК6 не превышала 0,8 мм. При испытании композиции «ВК6-ВК15», в которой толщина слоев ВК6 и ВК15 была примерно одинакова (по 5 мм), наблюдается снижение предела прочности при поперечном изгибе до 1680 МПа. Таким образом, оптимальная толщина упрочняющего слоя с малым содержанием связующей фазы не должна превышать 0,8 мм. В этом случае снижение предела прочности будет относительно небольшим.

Испытания по определению абразивной износостойкости при трении о закрепленные частицы абразива показали, что износостойкость композиции «ВК15-ВК6» превышает износостойкость эталонного образца (ВК6) в 1,3 раза. На рис. 5 представлены значения относительной износостойкости вольфрамкобальтовых твердых сплавов.

Низкие значения абразивной износостойкости композиции «ВК15-СК» связаны с пористым строением поверхности. В процессе испытания

наблюдалось частичное выкрашивание материала поверхностного слоя, что способствовало увеличению величины износа.

Выводы

1. Жидкофазное спекание прессовок из твердосплавных порошковых смесей с переменным содержанием материала связки позволяет сформировать инструментальный материал с градиентной структурой, обеспечивающей сочетание высоких показателей износостойкости при повышенных значениях предела прочности на изгиб.

2. Твердость вольфрамкобальтовых твердых сплавов с градиентной микроструктурой, полученной жидкофазным спеканием прессовок из порошковых смесей, составляет 89-90 HRA для композиции «ВК6-ВК15» и 87-88 HRA для композиции «СК-ВК15». Пониженные значения твердости для композиции «СК-ВК15» связаны с наличием пор в поверхностном слое.

3. Наилучшей износостойкостью обладают твердые сплавы, полученные вакуумным спеканием порошковой смеси ВК6 на поверхности прессовки из смеси ВК15. Относительная износостойкость градиентных твердых сплавов превышает износостойкость твердого сплава ВК6 в 1,3 раза.

Список литературы

- ГОСТ 3882-74. Сплавы твердые спеченные. Марки.- М.: ИПК Изд-во стандартов, 1998. – 12 с.
- Третьяков В.И. Миграция связующей фазы в слоистых изделиях из твердых сплавов WC – Co / В.И. Третьяков, Т.А. Емельянова, С.А. Дубинский // Твердые сплавы и тугоплавкие металлы. – М.: Металлургия, 1973. – Т.14. – С. 80–86.
- Лисовский А.Ф. Миграция расплавов металлов в спеченных композиционных телах / А.Ф. Лисовский. – Киев: Наукова думка, 1984. – 256 с.

Investigation of structure and properties of hard alloys with gradient structure

A. Tyurin, A. Razumakov, D. Terentev, S. Nagavkin, V. Ivantsivskiy

The results of metallographic studies of compositions made of «85% WC, 15% Co – 94% WC, 6% Co» and «85% WC, 15% Co – 100% WC» after sintering in a vacuum furnace at temperatures of 1380 and 1450 °C are presented. It is found that during sintering the formation of graded structure occurs which has 84-88% of the reinforcing component in the center and 92-94% at the surface. Mechanical properties of compositions such as hardness, wear resistance, friction of the fixed abrasive particles, the flexural strength and microhardness are determined.

Key words: hard alloy, liquid-phase sintering in a vacuum, gradient microstructure.