

6
А-63

МИНИСТЕРСТВО ВЫСШЕГО И СРЕДНЕГО СПЕЦИАЛЬНОГО
ОБРАЗОВАНИЯ СССР

МОСКОВСКИЙ ОРДЕНА ТРУДОВОГО КРАСНОГО ЗНАМЕНИ
ИНСТИТУТ СТАЛИ И СПЛАВОВ

На правах рукописи

М.Б. Н О В И К О В А

**ИССЛЕДОВАНИЕ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ,
ВОЗНИКАЮЩИХ ПРИ ИЗГОТОВЛЕНИИ
(СПЕКАНИИ) ИЗДЕЛИЙ ИЗ МЕТАЛЛО-
КЕРАМИЧЕСКИХ ТИТАНО-ВОЛЬФРАМОВЫХ
ТВЕРДЫХ СПЛАВОВ**

Специальность № 325 – "ПОРОШКОВАЯ МЕТАЛЛУРГИЯ"

А в т о р е ф е р а т

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Москва – 1970

МИНИСТЕРСТВО ВЫСШЕГО И СРЕДНЕГО СПЕЦИАЛЬНОГО
ОБРАЗОВАНИЯ СССР

МОСКОВСКИЙ ОРДЕНА ТРУДОВОГО КРАСНОГО ЗНАМЕНИ
ИНСТИТУТ СТАЛИ И СПЛАВОВ

На правах рукописи

М.Б. Н О В И К О В А

ИССЛЕДОВАНИЕ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ,
ВОЗНИКАЮЩИХ ПРИ ИЗГОТОВЛЕНИИ (СПЕКАНИИ) ИЗДЕЛИЙ
ИЗ МЕТАЛЛОКЕРАМИЧЕСКИХ ТИТАНО-ВОЛЬФРАМОВЫХ
ТВЕРДЫХ СПЛАВОВ

Специальность № 325 – "ПОРОШКОВАЯ МЕТАЛЛУРГИЯ"

А в т о р е ф е р а т

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Институт "Электроника"

Москва – 1970



ВВЕДЕНИЕ

Развитие современной техники связано с применением материалов, позволяющих интенсифицировать процессы производства. В ряде случаев разработка и применение новых сплавов требует создания новых способов получения. Так одним из перспективных методов получения материалов является метод порошковой металлургии, позволяющий значительно расширить область применяемых сплавов, повысить их качество. С этим способом связано развитие производства твердых сплавов — материалов, очень широко применяющихся для оснащения бурового, режущего и другого инструмента.

В настоящее время одной из основных задач твердосплавного производства является проблема получения однородной по качеству продукции. В связи с этим важную роль играет разработка методов контроля и, в первую очередь, таких, которые не предусматривают нарушения целостности изделий, например, рентгеновских, магнитных и др.

Попытки применения рентгеновского метода для контроля однородности готовой продукции были сделаны Ковальским А.Е. с сотрудниками. В работах этих исследователей было показано, что в процессе изготовления твердых сплавов, в частности, при спекании титано-вольфрамовых твердых сплавов, на их поверхности наблюдаются отличия по фазовому составу от остальной части изделий. Однако многие вопросы, связанные с условиями и причинами возникновения изменений на поверхности изделий, а также с конкретной возможностью использовать это явление для контроля процесса спекания и степени однородности продукции, оставались неясными и требовали дальнейшей разработки или уточнения. Известными недостатками обладала также и примененная методика рентгеновского исследования.

Кроме того известно, что различного рода поверхностные слои могут оказывать влияние на свойства готового изделия, причем это

влияние может быть как положительным, так и отрицательным. В этой связи возникала необходимость изучения свойств изделий с поверхностными слоями, возникающими в процессе изготовления титано-вольфрамовых твердых сплавов.

В задачи настоящей работы входило следующее:

1. Выбор, обоснование и уточнение методики рентгеноструктурного анализа применительно к изучению поверхности металлокерамических титано-вольфрамовых твердых сплавов.

2. Изучение характера, условий и механизма образования в процессе спекания поверхностных слоев измененного состава и структуры на изделиях из титано-вольфрамовых твердых сплавов.

3. Проверка возможности контроля однородности продукции твердосплавного производства с помощью рентгеновских характеристик поверхности изделий.

4. Изучение влияния поверхностных слоев на некоторые свойства изделий.

ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ

В первой части литературного обзора рассмотрены некоторые закономерности спекания многокомпонентных систем в присутствии жидкой фазы. Вопросы жидкофазного спекания рассмотрены в соответствии с подразделением большинством исследователей этого процесса на три стадии: 1) процесса перегруппировки; 2) процесса растворения — осаждения; 3) спекания в твердой фазе. Для каждой стадии процесса рассмотрены условия, необходимые для ее осуществления, а также тот вклад, который вносит каждая стадия в общий результат спекания порошкового брикета и его конечную структуру.

Вторая часть литературного обзора посвящена особенностям поверхности готовых изделий в отличие от их сердцевины. Рассмотрены причины возникновения изменений, имеющих место на поверхности изделий, в частности, для металлокерамических тел. Обращено внимание на анализ состояния поверхности спеченных брикетов методами рентгеноструктурного анализа.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

1. РАЗРАБОТКА РЕНТГЕНОВСКОГО МЕТОДА КОНТРОЛЯ ПРОЦЕССА СПЕКАНИЯ И ОБРАЗОВАНИЯ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ НА ИЗДЕЛИЯХ ИЗ ТИТАНО-ВОЛЬФРАМОВЫХ ТВЕРДЫХ СПЛАВОВ

В этой части работы рассмотрены вопросы, связанные с выбором рентгеновского показателя состояния поверхности спеченных изделий, исследования факторов, влияющих на значения выбранного показателя и ошибки его определения.

а) Выбор рентгеновского показателя

На основании анализа литературных материалов было принято за основу предположение, что все изменения, происходящие на поверхности брикетов, связаны с "выпотеванием" из образца жидкой фазы в процессе спекания.

Работу выполняли на образцах титано-вольфрамовых твердых сплавов, в основном производственных марок Т15К6 (15% вес. TiC, 6% Co, остальное WC) и Т14К8 (14% вес. TiC, 8% Co, остальное WC). Таким образом, жидкая фаза в изучаемых сплавах представляла собой расплав на основе кобальта с растворенными в нем карбидами, преимущественно карбидом вольфрама.

В соответствии со сделанным предположением о природе изменений в поверхностной части образца, на его поверхности после охлаждения должно быть избыточное количество кобальтовой фазы и карбида вольфрама при пониженном содержании твердого раствора на основе карбида титана (титановой фазы). Этот возникший поверхностный слой, обогащенный WC и Co, должен при рентгеновском исследовании экранировать титановую фазу, входящую в состав нормальной части изделия.

В работе Ковальского А.Е. и др. рекомендовалось применять в качестве рентгеновского показателя поверхности спеченных сплавов отношение интенсивности дифракционных линий карбида вольфрама и твердого раствора на основе карбида титана. На наш взгляд, применение этой характеристики нецелесообразно, потому что, как показали исследования, проводившиеся ранее, и наши собственные эксперименты, зерна карбида вольфрама поверхностного слоя имеют текстуру.

Наличие преимущественной ориентировки зерен WC усложняет трактовку физического смысла применяемого показателя, который связывает интенсивность дифракционных линий фазы с ее количеством. Что ка-

сается другой карбидной фазы — твердого раствора на основе карбида титана, то опасаться образования текстуры зерен этой фазы не придется, поскольку растворимость титановой фазы в кобальтовой незначительна, что позволяет оценивать ее количество по интенсивности дифракционных линий.

Исходя из сказанного, мы приняли в качестве рентгеновского показателя поверхности спеченных сплавов интенсивность линий фазы (Ti, W) C, а точнее отношение интенсивностей для поверхности образца и для его сердцевины. Была выбрана дифракционная линия (200). Съемку производили на $Co\ K\ \alpha$ излучении.

Для создания на этой основе конкретной методики был выполнен ряд экспериментов, в которых изучали влияние различных факторов и условий рентгеновской съемки на значения выбранного показателя, в частности, рассматривались вопросы эталонирования.

б) Эталон

Выбор эталона преследует следующие цели: 1) возможность оценивать изменения фазового состава на поверхности спеченных изделий относительно их сердцевины; 2) возможность сравнивать результаты определения интенсивности линий титановой фазы, полученные на сплавах разного состава; 3) возможность исключить влияние неустойчивости в режимах работы рентгеновской аппаратуры.

Считая, что изменение фазового состава происходит только на поверхности спеченных брикетов, мы предположили, что образец сплава со снятым на значительную глубину поверхностным слоем можно считать эталоном, поскольку в нем не должно наблюдаться существенных изменений фазового состава и связанного с этим изменения интенсивности дифракционных линий. Это предположение было экспериментально проверено; установлено, что с достоверностью 95%, различия в величине интенсивности дифракционных линий титановой фазы, обнаруживаемые для образцов, поверхность которых не подвергалась никаким изменениям после спекания, значительно превышают различия этой же характеристики для тех же образцов после их шлифования. Следовательно, выбирая эталон для определения рентгеновского показателя образцов сплава, можно, не делая ошибки, использовать взятый из любой партии этого сплава один образец, шлифованный с поверхности.

В ходе работы экспериментально показано, что на абсолютные значения рентгеновского показателя оказывает влияние качество приготовления поверхности эталона.

в) Условия рентгеновской съемки

Для более быстрого определения выбранной характеристики применяли рентгеновскую съемку при фиксированном положении образца и счетчика и широких целях. Сначала такое измерение проводили при установке образца в отражающее положение, а затем — в неотражающее для определения величины фона. После вычитания одного результата из другого получали значение интенсивности дифракционной линии титановой фазы. Аналогичное определение проводили для эталона. Отношение полученных величин представляет собой "рентгеновский показатель".

Способ стационарной съемки применяли только для повышения экспрессности получения результатов. Сопоставление значений "рентгеновского показателя", определяемых по выбранной методике, и отношения интегральных интенсивностей линии (200) α образца и эталона показало практическое совпадение этих результатов.

Экспериментально было обнаружено, что интенсивность линии титановой фазы неодинакова в разных точках поверхности образца, поэтому для усреднения и получения более достоверного значения "рентгеновского показателя", характеризующего каждый исследуемый образец, следует рентгенографировать возможно большую поверхность объекта.

г) Роль очистки поверхности изделий

Применяемая в заводской практике обработка изделий после спекания на пескоструйном аппарате не сказывается на величине "рентгеновского показателя".

д) Точность определения "рентгеновского показателя"

После установления влияния перечисленных факторов на значения "рентгеновского показателя" исследуемых образцов, были выбраны оптимальные условия работы и определена экспериментальная ошибка измерения "рентгеновского показателя" (табл.).

*Точность определения индивидуальных значений
"рентгеновского показателя"*

Интервал значений "рентгеновского показателя"	ниже 0,1	0,1—0,2	0,2—0,5	0,5—1,0	выше 1,0
Ошибка определения, %	40	25	12	6	5

2. ИЗУЧЕНИЕ СОСТАВА И СТРУКТУРЫ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ

В этой части работы рассмотрены вопросы, связанные с определением характера наблюдаемых отличий поверхности спеченных изделий от их сердцевины, а также с оценкой глубины поверхностной зоны, в которой эти отличия обнаруживаются.

РЕНТГЕНОВСКОЕ ИЗУЧЕНИЕ ПОВЕРХНОСТИ СПЛАВОВ

При изучении металлокерамических титано-вольфрамовых твердых сплавов с помощью "рентгеновского показателя" экспериментально были получены значения определяемой характеристики как больше, так и меньше единицы. Поскольку величина "рентгеновского показателя" отражает содержание титановой фазы на поверхности спеченных образцов, это означает, что реально имеется два состояния поверхности: 1) обеднение титановой фазой ("рентгеновский показатель" меньше единицы) и 2) обогащение титановой фазой ("рентгеновский показатель" больше единицы). Ниже рассматриваются оба эти случая.

а) Изучение поверхности образцов с "рентгеновским показателем" меньше единицы

В случае "рентгеновского показателя" меньше единицы, что соответствует пониженному содержанию титановой фазы на поверхности образца, должна быть принята, как указывалось выше, модель обогащения поверхности образцов фазами WC и Co. Изучали изменение относительной интенсивности различных линий титановой фазы, имеющих существенно разные углы отражения. При съемке на кобальтовом K α излучении линий (200) ($\theta = 24^\circ 26'$) и (420) ($\theta = 67^\circ 42'$) для каждого из исследуемых образцов было обнаружено практическое совпадение значений относительной интенсивности для выбранных линий. Это указывает на две возможные модели строения поверхности: 1) сплошной толстый слой WC + Co, в котором по мере продвижения в глубь образца наблюдается постоянное содержание фазы (Ti, W) с разным для разных образцов, что отражает различная величина "рентгеновского показателя", и 2) толстый слой, состоящий только из карбида вольфрама и кобальта. При этом для образцов с "рентгеновским показателем" $I > I_0 > 0$ слой неравномерно покрывает поверхность, так что в некоторых местах имеются обнажения нормальной структуры сплава; именно эти участки дают вклад в формирование дифракционной картины титановой фазы образца, и интенсивность линий пропорциональна их общей площади. Для образцов с "рентгеновским показателем", равным нулю, когда на рент-

генограмме отсутствуют линии титановой фазы, этот слой является сплошным. Толщина слоя WC + Co по-видимому такова, что превышает максимальную для обеих линий эффективную глубину отражения рентгеновских лучей, равную 1,2 микрона для линий (420) и 0,5 микрона для (200).

Для создания состояния поверхности, соответствующего первой модели, требуется значительная растворимость титановой фазы в жидком кобальте, что в действительности не имеет места. Из этих соображений предпочтительнее вторая модель. Действительно, по металлографическим данным (см. ниже) получено, что по мере уменьшения величины "рентгеновского показателя" доля поверхности образца, занятая карбидом вольфрама (и кобальтом), увеличивается.

В соответствии с предположением о причинах изменения фазового состава поверхности спеченных сплавов, избыточное количество зерен фазы карбида вольфрама определяется кристаллизацией из жидкого кобальтового расплава при охлаждении. В этом случае вполне возможно образование текстуры зерен карбида вольфрама поверхностного слоя, определяемой максимальным теплоотводом от образца, направленным перпендикулярно к его поверхности. Рентгенографическое изучение преимущественной ориентировки WC полностью подтвердило сделанное предположение: обнаружена максимальная текстура зерен WC поверхностного слоя, с направлением [0001], располагающимся перпендикулярно поверхности образца. Такой характер текстуры полностью согласуется с закономерностями образования преимущественной ориентировки для веществ с гексагональной решеткой.

б) Изучение поверхности образцов с "рентгеновским показателем" больше единицы.

Эффект появления значений "рентгеновского показателя" больше единицы должен свидетельствовать о наличии обогащения поверхности образца титановой фазой. При исследовании этого явления обращают на себя внимание неодинаковые по абсолютной величине значения относительной интенсивности различных дифракционных линий титановой фазы для одного и того же образца: для линии, отражающейся под меньшим углом, эти значения выше, по сравнению с таковыми для линии,

отражающейся под большим углом. Например, при съемке на кобальтовом излучении были получены значения относительной интенсивности для линий (200) и (420): 1,54 и 1,05; 1,89 и 1,23, соответственно.

На основании полученных результатов можно считать, что для образцов, у которых обнаруживается описанный эффект, самая поверхность обогащена титановой фазой на глубину, соизмеримую с глубиной проникновения рентгеновских лучей в образец.

Приняв такую модель поверхности спеченных образцов, мы смогли количественно оценить глубину слоя, обогащенного титановой фазой. Для этого аналитически записали интенсивность отраженного луча от исследуемого образца. В случае отражения от поверхности, обогащенной титановой фазой, интенсивность выражается суммой двух членов, первый из которых представляет собой вклад в отражение от поверхностного слоя, состоящего из титановой фазы, а второй — от глубже расположенной нормальной структуры сплава.

$$I_n = Q \int_0^h \frac{1}{\sin \theta} e^{-2\mu_T l} dl + Q e^{-2\mu_T \frac{h}{\sin \theta}} \int_0^\infty e^{-2\mu_C l'} C_T dl' =$$

$$= Q \frac{1}{2\mu_T} (1 - e^{-2\mu_T \frac{h}{\sin \theta}}) + Q C_T \frac{1}{2\mu_C} e^{-2\mu_T \frac{h}{\sin \theta}} \quad (1)$$

где I_n — интенсивность отраженного от поверхности образца пучка рентгеновских лучей;

Q — отражательная способность;

μ_T — коэффициент линейного поглощения рентгеновских лучей карбидом титана;

μ_C — коэффициент линейного поглощения рентгеновских лучей сплавом;

h — глубина слоя, состоящего из титановой фазы;

θ — Брэгговский угол отражения рентгеновских лучей;

C_T — объемная доля титановой фазы в сплаве.

Для эталона, у которого отсутствует обогащение поверхности титановой фазой, т.е. $h = 0$, интенсивность отраженного луча можно записать в виде:

$$I_\Sigma = Q C_T \frac{1}{2\mu_C} \quad (2)$$

Отношение

$$\frac{I_n}{I_\Sigma} = \frac{\frac{1}{2\mu_T} (1 - e^{-2\mu_T \frac{h}{\sin \theta}}) + C_T \frac{1}{2\mu_C} e^{-2\mu_T \frac{h}{\sin \theta}}}{C_T \frac{1}{2\mu_C}} \quad (3)$$

представляет собой относительную интенсивность линий титановой фазы для исследуемых образцов.

Подставляя в выражение (3) значения входящих величин для условий съемки на Co -излучении линий (200) α и (420) α образцов сплава T15K6, вычисляем для разных h значения I_n/I_Σ , которые получаются разными для выбранных линий: для любого h величина отношения I_n/I_Σ на линии (200) α имеет значения более высокие, чем на линии (420) α в интервале выбранных значений h (от 0 до 1,0 микрона). Например, для $h = 0,3$ микрона, эти величины равны 1,9 и 1,4 соответственно.

Из полученной аналитической зависимости можно оценить толщину поверхностного слоя, обогащенного титановой фазой. При значениях "рентгеновского показателя" (т.е. относительной интенсивности линии (200) α), наблюдающихся для реальных образцов, 1,0–2,0, эффективная толщина слоя не превышает 0,5 микрона. При размере основной массы зерен титановой фазы в исследуемом сплаве от 0,5 до 3–4 микрон такой "слой", по-видимому, образован лишь частями находящихся на поверхности зерен твердого раствора на основе карбида титана (Ti, W)C, что при описанных условиях рентгеновской съемки создает эффект наличия тонкого сплошного слоя этой фазы.

Учитывая, что среднее объемное содержание титановой фазы в исследуемом сплаве равно $\approx 50\%$, можно сделать заключение, что для

образца с таким поверхностным "слоем" из титановой фазы покрывающим всю его поверхность, максимальное значение "рентгеновского показателя" не может быть больше 2. Это согласуется с экспериментом и тем самым еще раз подтверждается правильность модели поверхности для исследуемых образцов, построенной на основании рентгеновских данных.

Для образцов с "рентгеновским показателем" $1 < I < 2$ наблюдаемые значения определяемой характеристики нельзя связывать с уменьшением глубины поверхностного "слоя" (Ti, W) С, так как набор размеров зерен титановой фазы для этих образцов практически не отличается от такового в образцах с максимальным "рентгеновским показателем". Этот эффект, по-видимому, можно объяснить нарушением сплошности описанного "слоя".

Таким образом, при рентгеновском исследовании выявлено два вида поверхности спеченных титано-вольфрамовых сплавов: 1) поверхность со слоем, состоящим из кобальта и зерен карбида вольфрама, имеющих преимущественную ориентировку; в некоторых местах этот слой неравномерно покрывает поверхность образца; 2) поверхность со "слоем" глубиной до 0,5 мк, образованным частями зерен фазы (Ti, W) С.

ИЗУЧЕНИЕ ПОВЕРХНОСТИ СПЛАВОВ МЕТОДАМИ МЕТАЛЛОГРАФИИ И МИКРОТВЕРДОСТИ

Другие виды исследования поверхности спеченных сплавов целиком подтвердили выводы, сделанные на основании рентгеновского исследования, а также позволили сделать ряд дополнительных заключений относительно состава и структуры изучаемой зоны сплавов.

Для образцов с "рентгеновским показателем" меньше единицы наличие кристаллов карбида вольфрама, ориентированных плоскостью базиса параллельно поверхности образца, подтверждается результатами впервые примененного в настоящей работе анализа микроскопической картины необработанной поверхности спеченных сплавов.

Как следует из полученных микрофотографий, зерна карбида вольфрама поверхностного слоя крупные, иногда достигают в поперечнике 25–30 микрон. Они имеют вид достаточно совершенных трех- или шестигранных призм, что свидетельствует о возникновении их из расплава.

Была установлена связь между величиной "рентгеновского показателя" образца и видом микроскопической картины его поверхности: по мере уменьшения абсолютной величины "рентгеновского показателя" доля поверхности образца, занятая карбидом вольфрама (и кобальтом), возрастает.

О наличии текстуры зерен WC поверхностного слоя свидетельствуют также измерения микротвердости. Нами был подтвержден известный из литературных данных факт об анизотропии микротвердости карбида вольфрама, согласно которым наибольшая твердость наблюдается по плоскости базиса. В настоящей работе измерение микротвердости выполняли непосредственно на спеченных образцах без какой-либо предварительной подготовки их поверхности. В результате измерений было получено, что значения микротвердости WC на поверхности спеченных образцов находятся в пределах от 2300 до 2500 кг/мм², превышая в отдельных случаях 2700 кг/мм², при табличном значении микротвердости карбида вольфрама 1780 кг/мм².

Поскольку при рентгеновских исследованиях поверхности спеченных титано-вольфрамовых твердых сплавов в формировании дифракционной картины участвует лишь слой материала толщиной в несколько микрон, то на основании данных рентгеноструктурного анализа можно только предположительно говорить о распределении компонентов на большой (несколько десятков микрон) глубине от поверхности сплавов, а также проводить измерение глубины зоны, отличной по составу и структуре от центральной части образца. Возможность непосредственного наблюдения поверхностных слоев, полученных при спекании, на всю их глубину дают микроскопические исследования поперечных шлифов сплавов.

Для образцов с "рентгеновским показателем" больше единицы на изучаемых шлифах не наблюдали изменений фазового состава по мере продвижения в глубину: никакой разницы не удалось обнаружить ни при визуальном просмотре образцов, ни при подсчете объемного содержания карбидных фаз методом металлографического количественного фазового анализа (метод секущих Салтыкова).

Следует отметить однако, что применяемый способ позволяет обнаруживать лишь те изменения фазового состава, которые распространяются на глубину не менее 2–3 микрон от поверхности, т.к. на меньшей глубине металлографическое исследование шлифов было невозможно из-за заваливания их краев в процессе изготовления. Следовательно для таких образцов все изменения, происшедшие в поверхностной области, не распространяются на глубину больше 2–3 микрон, что не противоречит выводам, сделанным на основании рентгеновских исследований.

Для образцов с "рентгеновским показателем" меньше единицы при металлографическом исследовании выявилось наличие поверхностного слоя, целиком состоящего из WC и Co , приближающегося по составу к вольфрамо-кобальтовым твердым сплавам с примерным содержанием кобальта 15–20% (вес). Резкой границы между слоем и следующей за ним структурой не обнаружено.

Толщина поверхностных слоев, обогащенных карбидом вольфрама и кобальтом, различна. Максимально она достигает величины порядка 20 микрон при визуальной оценке.

Непосредственно под микроскопом для образцов с наиболее "толстым" поверхностным слоем можно наблюдать, что под ним располагается область, отвечающая составу сплава, но обедненная кобальтовой фазой. Глубина этой области не превышает 10–15 микрон. Методами металлографического количественного фазового анализа удалось подсчитать содержание связующей фазы в разных по глубине участках поверхности образцов. Так, например, для сплава T15K12 (15% вес. TiC, 12% Co, остальное WC) было получено, что в собственно поверхностном слое содержится 20% об. кобальтовой фазы, в нижележащей области ("подслоя") — 8–10%, а в сердцевине образца, т.е. в нормальном сплаве — 14%.

Что касается карбидных фаз, то в области "подслоя" в пределах точности применяемого количественного метода определения содержания компонентов не удалось выявить каких-либо изменений состава в пределах поверхностной зоны до глубины 100–150 микрон.

Таким образом, изменения, происходящие на поверхности спеченных образцов с "рентгеновским показателем" меньше единицы, распространяются на глубину максимально ~ 35 микрон (с учетом области, обедненной кобальтовой фазой).

Из результатов микроскопического исследования поверхности можно также составить некоторое представление о перераспределении фаз в объеме образца, происходящем при формировании поверхностных слоев.

Из анализа микрофотографий образцов сплава T15K6 с поверхностным слоем следует, что по составу этот слой соответствует сплаву 85% вес. WC + 15% Co. Сердцевина же образца соответствует композиции, содержащей 43% структурно свободного WC, 6% Co, остальное титановая фаза (нормальная структура сплава T15K6). Если предположить, что поверхностный слой образуется только за счет областей, непосредственно к нему примыкающих, тогда, чтобы получить в слое 15% кобальта, последний должен полностью "уйти" из области, глубина которой в 2,5 раза превышает толщину поверхностного слоя. То же самое относится и к карбиду вольфрама.

Таким образом, наименьшая толщина "подслоя", который в этом случае состоял бы только из титановой фазы (без WC и Co) должна быть, по крайней мере, в 2–2,5 раза больше толщины поверхностного слоя, обогащенного карбидом вольфрама и кобальтом, т.е. порядка 50 микрон. Такой "подслой" должен очень хорошо быть виден при микроскопических исследованиях, однако мы не обнаруживаем области ни целиком состоящей из титановой фазы, ни обогащенной ею.

Все сказанное заставляет допускать, что в формировании поверхностного слоя измененного состава и структуры принимают участие не только области образца, непосредственно прилегающие к его поверхности, но и зоны, расположенные глубже. В то же время, образование области обедненной кобальтовой фазой, что наблюдается экспериментально, свидетельствует все же о несколько большей роли в этом процессе зон, непосредственно расположенных под поверхностным слоем.

3. ИЗУЧЕНИЕ УСЛОВИЙ ОБРАЗОВАНИЯ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ

В этом разделе работы рассмотрены вопросы, связанные с установлением факторов, определяющих образование поверхностных слоев измененного состава и структуры и механизма их возникновения.

Если считать причиной изменения фазового состава поверхности сплавов перемещение в процессе спекания жидкой кобальтовой фазы с растворенным в ней карбидом вольфрама, то любые факторы, влияющие на интенсивность этого перемещения, должны отразиться на степени развитости поверхностных слоев и, следовательно, на рентгеновской характеристике поверхности.

Одним из таких факторов является увеличение жидкотекучести кобальтовой фазы, связанное с повышением температуры спекания.

На формирование поверхностных слоев могут оказать влияние и изменения в составе сплава. Так изменение количества углерода в сплаве может влиять на начальную температуру образования эвтектики и, следовательно, жидкой фазы, что обуславливает изменение фактического времени спекания в присутствии этой фазы. Кроме того, с изменением содержания углерода в сплаве изменяется концентрация вольфрама в кобальтовой фазе и тем самым количество карбида вольфрама, способного выкристаллизовываться из нее при затвердении.

С изменением содержания кобальта изменяется количество жидкой фазы в сплаве, что также может оказать влияние на интенсивность образования поверхностных слоев.

Так как спекаемые брикеты являются капиллярно-пористыми телами, то движение жидкости в них будет определяться размерами капилляров, что в свою очередь является функцией размера частиц. Таким образом, интенсивность перемещения жидкой фазы должна быть различной для сплавов одного состава, но с существенно разной структурой.

Для изучения всех названных условий, в настоящей работе изучали зависимость "рентгеновского показателя" от

- а) температуры спекания;
- б) содержания кобальта и углерода в сплаве;
- в) условий нагрева;
- г) зернистости исходной смеси порошков;
- д) структуры спеченных сплавов.

а) Зависимость "рентгеновского показателя" от температуры спекания

Температурная зависимость "рентгеновского показателя" показана на рис. 1 и представляет собой кривую с максимумом.

При спекании в районе температур 1100–1200°, т.е. до появления жидкой фазы, значения "рентгеновского показателя" получаются близкими к единице, что означает отсутствие изменений фазового состава на поверхности образцов.

Спекание при более высоких температурах дает значения "рентгеновского показателя", отличающиеся от единицы, как в сторону увеличения, так и в сторону уменьшения.

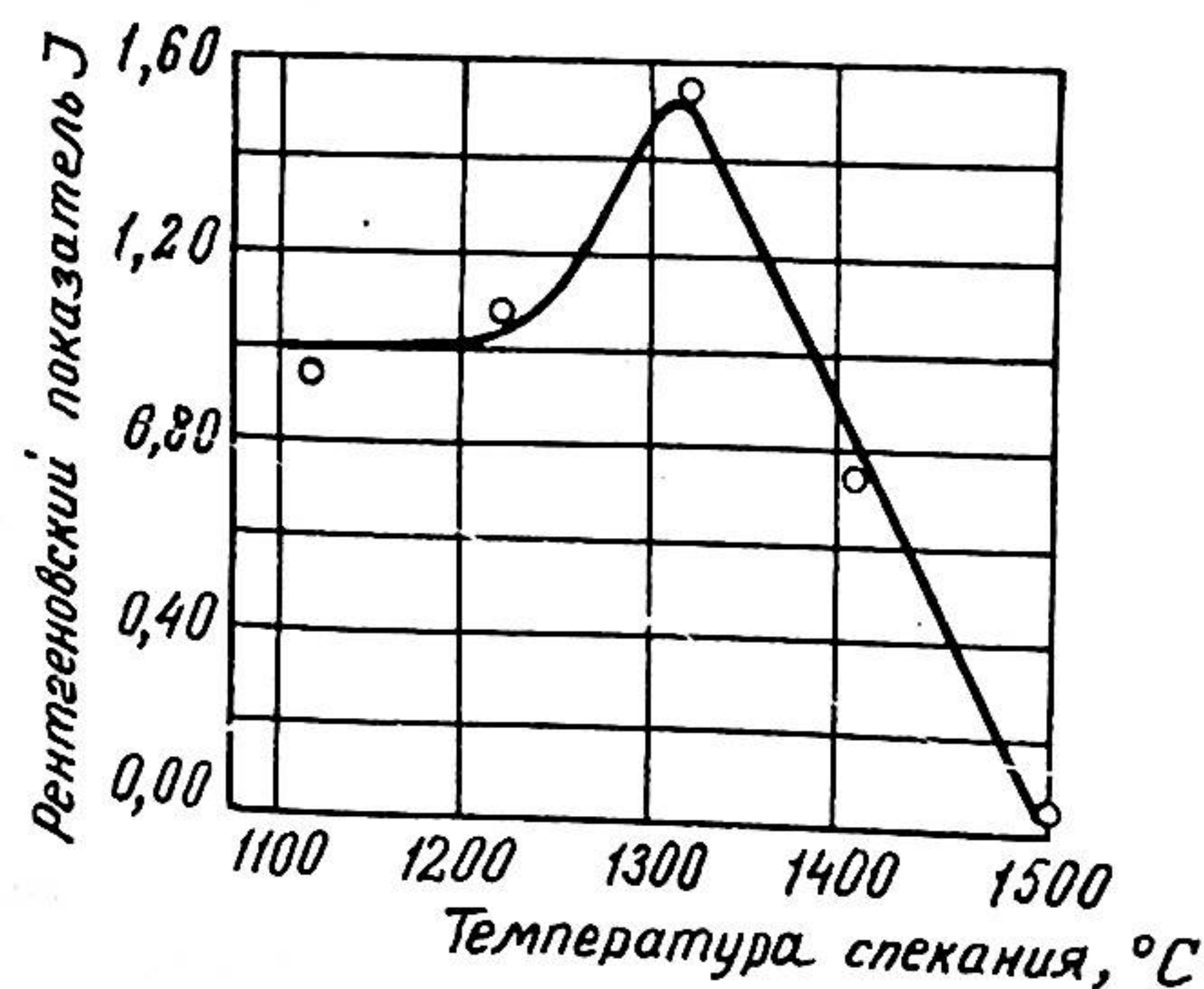


Рис. 1. Зависимость значений "рентгеновского показателя" образцов сплава Т15К6 от температуры спекания (выдержка 1 час)

Выдержка прессованных брикетов вблизи температуры 1300° приводит к получению значений "рентгеновского показателя" больше единицы. В этих образцах процесс усадки прошел достаточно полно, судя по величине удельного веса, и можно считать, что спекание исследуемых образцов протекало в присутствии жидкой фазы.

Дальнейшее повышение температуры спекания (до 1400–1500°С) приводит к получению значений "рентгеновского показателя" меньше единицы, т.е. к образованию поверхностных слоев, обогащенных карбидом вольфрама и кобальтом. Повышение температуры спекания, увеличивая жидкотекучесть кобальтовой фазы, облегчает перемещение ее к поверхности во время спекания, в результате чего возникают более развитые поверхностные слои.

При повышении температуры спекания от 1320° до 1515°С "рентгеновский показатель" изменяется от 1,52 до 0,03. Это позволяет использовать его как чувствительную к изменению температуры характеристику титано-вольфрамовых твердых сплавов.

Таким образом, экспериментально подтверждена важная роль температуры спекания в процессе формирования поверхностных слоев измененного состава и структуры.

б) Влияние состава сплава

Для изучения процесса образования поверхностных слоев в зависимости от содержания в сплаве легкоплавкой составляющей, готовили композиции, содержащие 3, 6, 9 и 12% (вес.) кобальта. Количество титановой фазы в этих сплавах сохранялось постоянным и равным содержанию в стандартном сплаве Т15К6. Анализ результатов проведенного опыта показывает, что "рентгеновский показатель", характеризующий количество титано-вольфрамового карбида на поверхности сплавов, убывает с увеличением количества кобальта в сплаве. Микроскопическое изучение поверхностных слоев по поперечным шлифам также показало, что с ростом содержания кобальта в сплаве глубина поверхностной зоны, обогащенной карбидом вольфрама и кобальтом, увеличивается.

Изменение состава сплава по содержанию углерода осуществляли изменением его количества в исходных порошках карбида вольфрама (от 5,87 до 6,16% вес.) либо твердого раствора на основе карбида титана (от 9,60 до 10,05% вес.). Анализ результатов определения "рентгеновского показателя" спеченных сплавов показывает, что только изменение в изучаемых пределах содержания углерода в карбиде вольфрама оказывает влияние на образование поверхностных слоев измененного состава и структуры: при увеличении содержания угле-

рода уменьшается количество WC на поверхности образцов. Это связано с тем, что с ростом содержания углерода снижается растворимость вольфрама в кобальте и, следовательно, снижается количество вольфрама, выносимого с кобальтом на поверхность изделия.

Отсутствие влияния содержания углерода в фазе (Ti, W)C на изучаемый процесс связано с тем, что растворимость этого карбида в кобальте значительно меньше, чем WC, и таким образом, количество углерода в кобальтовой фазе в основном определяется его содержанием в исходном порошке карбида вольфрама.

в) Влияние условий нагрева

Различные условия нагрева задавали двумя способами: изменением скорости движения образцов до начала горячей зоны печи, а также варьированием количества образцов, одновременно загружаемых в контейнер. В обоих случаях изменялось время пребывания образцов в зоне относительно низких температур, когда процессы спекания протекают лишь в твердой фазе.

Качественно в обоих случаях результаты получились аналогичными, поэтому укажем лишь те, что получены при изменении скорости движения образцов через печь.

Для исследования были выбраны следующие скорости движения: 2, 8, 13 и 19 мм/мин, что соответствовало скоростям нагрева 1,5; 6, 10 и 15°/мин.

Из результатов определения "рентгеновского показателя" следует, что наиболее толстые поверхностные слои получаются при спекании образцов с медленной скоростью движения до горячей зоны, т.е. при относительно длительном пребывании образцов в зоне нагрева ($I = 0$).

Объяснение полученному ходу изменения "рентгеновского показателя" можно найти, во-первых, в том, что фактическая температура, при которой находились образцы в процессе спекания с разными скоростями движения до горячей зоны, оказывается различной, что и регистрирует "рентгеновский показатель".

Во-вторых, на процесс образования поверхностных слоев может оказать влияние структура образцов, получающаяся разной для разных режимов спекания. С этой точки зрения обращает на себя внимание характер изменения зернистости карбидных фаз сплавов: у образцов, проходивших зону нагрева со скоростью 2 мм/мин, наблюдается наименьший размер зерна.

Наблюдаемые закономерности в изменении размеров карбидных зерен с изменением скорости движения образцов, на первый взгляд, противоречат ожидаемым результатам. Казалось бы, что увеличение

времени пребывания образцов в печи должно приводить к росту зерен карбидных фаз. В наших опытах получены прямо противоположные результаты.

По-видимому, наблюдаемое явление связано с процессом, который можно назвать пассивацией зерен карбидных фаз. Суть его заключается в том, что при более длительном пребывании образцов в зоне относительно низких температур в спекаемых брикетах успевают достаточно полно пройти диффузионные процессы, приводящие к уменьшению поверхностной энергии зерен и к сглаживанию их поверхности. Кроме того, при этом протекают процессы, уменьшающие плотность дефектов внутри зерна. Все это приводит к получению малоактивных зерен, рост которых в процессе дальнейшего спекания будет затруднен.

г) Влияние зернистости исходной смеси порошков

Непосредственные опыты по выяснению влияния зернистости исходных порошков на процесс образования поверхностных слоев, т.е. на миграцию жидкой кобальтовой фазы, подтвердили высказанную точку зрения о роли этого фактора в процессе образования поверхностных слоев.

Был изготовлен сплав T15K6 из относительно крупнозернистого карбида вольфрама. В качестве контрольного опыта проводили спекание сплава из смеси обычной зернистости. В результате опытов было установлено, что для относительно более крупнозернистого сплава получают менее развитые поверхностные слои.

Влияние зернистости спекаемого брикета на процесс образования поверхностных слоев можно объяснить тем, что перемещение жидкости зависит от размера капилляров, образуемых частицами пористого тела.

д) Влияние структуры спеченных сплавов

Еще одним доказательством связи интенсивности миграции жидкой фазы со структурой (зернистостью) сплава являются результаты экспериментов по воспроизведению поверхностных слоев на готовых спеченных сплавах после их предварительного шлифования.

Спеченные образцы, имеющие разную структуру, шлифовали для удаления поверхностного слоя измененного состава и структуры и подвергали затем термообработке по режимам спекания.

Анализ экспериментальных данных рентгеновского исследования показывает, что на шлифованных образцах, спекавшихся в условиях длительного пребывания в зоне относительно низких температур (ско-

рость движения 2 мм/мин или малозагруженный контейнер) поверхностные слои возобновляются. Эти образцы имеют, как было показано выше, более мелкозернистую структуру. Для образцов, спекавшихся со скоростью 8 мм/мин и для образцов из полнозагруженного контейнера, возобновления поверхностного слоя не происходит. Эти образцы имели относительно более крупное зерно.

Спекание образцов при высокой температуре (1570°) уже в процессе спекания вызвало усиленный рост зерен, поэтому возобновления поверхностного слоя на этих образцах не происходит.

Влияние структуры (зернистости) спеченного сплава на процесс миграции в нем жидкой фазы при повторном нагреве можно объяснить так же, как и в случае спекания брикетов различной зернистости действием капиллярных сил.

О МЕХАНИЗМЕ ОБРАЗОВАНИЯ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ ИЗМЕНЕННОГО СОСТАВА И СТРУКТУРЫ

Результаты исследования влияния различных факторов на образование поверхностных слоев измененного состава и структуры можно рассматривать как свидетельство того, что в изучаемых сплавах транспортировку карбида вольфрама к поверхности спекаемых брикетов осуществляет жидкая кобальтовая фаза, перемещающаяся по порам брикета. В свете полученных данных можно рассмотреть следующие возможные механизмы образования структуры поверхности спеченных сплавов, соответствующей либо обогащению поверхности титановой фазой, либо образованию поверхностного слоя из карбида вольфрама и кобальта.

В соответствии с моделями поверхности сплавов, полученными на основании рентгеновских исследований, последовательность процессов, протекающих на поверхности спекаемого порошкового брикета, можно представить следующим образом. Выдержка при температуре, соответствующей появлению в брикете жидкой фазы, характеризуется (после охлаждения) возникновением поверхностного слоя, обогащенного карбидом (Ti, W)C ("рентгеновский показатель" больше единицы). Это явление, учитывая незначительную растворимость (Ti, W)C в жидком кобальте, можно объяснить тем, что после появления жидкости в спекаемом брикете часть зерен карбида вольфрама, в том числе находящихся в поверхностных областях (преимущественно мелких), растворяется в кобальте с последующей кристаллизацией на крупных кристаллах WC, контактирующих с жидкой фазой. В процессе охлаждения связующая фаза, имеющая больший коэффициент термического

расширения, как бы утягивается в глубь образца, благодаря чему образуется один из описанных типов строения поверхности спеченных титано-вольфрамовых твердых сплавов.

Спекание при более высокой температуре вызывает процесс "выпотевания" жидкости из спекаемого брикета, в результате чего поверхность изделия все в большей степени обогащается карбидом вольфрама и кобальтом. Этот процесс носит локальный характер (жидкость "выпотевает" в виде отдельных капель), поэтому сплошность рельефа титановой фазы на поверхности образцов с "рентгеновским показателем" около 2 нарушается. Это явление приводит к уменьшению значений "рентгеновского показателя" в соответствии с увеличением доли поверхности, занятой застывшей жидкой фазой.

Спекание при еще более высокой температуре, когда процесс "выпотевания" усиливается (~1400°) приводит к получению качественных изменений на поверхности. Доля поверхности, занятая каплями выделившейся связующей фазы, возрастает настолько, что поверхность образца становится обогащенной фазами WC и Co ("рентгеновский показатель" меньше единицы).

Дальнейшее повышение температуры приводит к тому, что в какой-то момент вся поверхность образца покрывается каплями выделившейся в процессе спекания жидкости, и тогда "рентгеновский показатель" становится равным нулю. Дальнейшее спекание, качественно ничего не меняя, приводит лишь к возрастанию толщины образовавшегося поверхностного слоя WC+Co.

Анализ состава поверхностных слоев позволяет сделать также некоторые дополнительные выводы о процессах, приводящих к их образованию. Судя по разрезу диаграммы состояния системы W-C-Co по линии WC-Co, можно заключить, что в жидкой фазе при температуре спекания изучаемых сплавов растворяется примерно 35-40% (вес.) WC. В этом случае состав поверхностного слоя должен быть следующим: 35-40% WC, остальное кобальт.

Изучение микрофотографий поперечных шлифов образцов с поверхностными слоями обнаруживает, что названные слои содержат 80-85% WC, остальное связующая фаза. Отсюда следует, что процесс образования поверхностных слоев, связанный с миграцией жидкости из спекаемого брикета, сопровождается явлениями, вызывающими дополнительный перенос карбида вольфрама из внутренних частей образца.

Одно из таких явлений может быть связано с перекристаллизацией карбида через жидкую фазу. (О том, что процесс перекристаллизации имеет место, свидетельствует размер зерен карбида вольфрама поверхностного слоя, существенно превышающий размер зерен этой фазы в средней части изделия). При этом из расплава, пересыщенного ато-

мами углерода и вольфрама за счет растворения мелких зерен карбида, происходит осаждение WC на поверхности крупных зерен. По-видимому условия, складывающиеся на поверхности исследуемых образцов, облегчают течение этого процесса, что в свою очередь создает интенсивное движение растворенных атомов из внутренних частей образца к его поверхности за счет разницы концентраций во внутренних слоях и вблизи крупных зерен, находящихся на поверхности. Факторами, создающими благоприятные условия для осуществления процесса роста зерен карбида вольфрама на поверхности образца, могут быть, например повышенное по сравнению с сердцевиной образца содержание жидкой фазы, отсутствие влияния (механического) второй карбидной фазы (титановой), которой во внутренних частях образцов исследуемых сплавов значительное количество (~50% об.).

В соответствии с выявленным механизмом образования слоя из крупных зерен карбида вольфрама на поверхности изделий из твердых сплавов становится возможным дать объяснение одной из причин возникновения отклонений от нормальной структуры сплавов, имеющих место в производственной практике, — образованию отдельных скоплений крупных зерен карбида вольфрама внутри изделия. По-видимому эти скопления могут образоваться на месте имевшихся пустот (пор), на поверхности которых протекают те же процессы (миграция к ней кобальтовой фазы и рост зерен WC за счет перекристаллизации), что и на внешней поверхности образца. Это подтверждено экспериментально в настоящей работе.

4. ИСПОЛЬЗОВАНИЕ РЕНТГЕНОВСКОГО МЕТОДА ДЛЯ КОНТРОЛЯ ТЕМПЕРАТУРНОГО РЕЖИМА ПРОЦЕССА СПЕКАНИЯ

В этом разделе работы показана возможность практического использования применяемых рентгеновских характеристик поверхности сплавов для изучения однородности тепловых условий процесса спекания. Предпосылкой к этому служит существенная зависимость величины "рентгеновского показателя" от температуры спекания. Многочисленные исследования заставляют сделать вывод о том, что причины неоднородности твердых сплавов многообразны, и температура спекания играет в степени этой неоднородности не последнюю роль.

Непосредственные температурные измерения с помощью термопар хотя и имеют ряд несомненных преимуществ, но из-за трудоемкости могут быть выполнены для ограниченного числа образцов. Применение

же "рентгеновского показателя" позволяет обследовать все без исключения изделия, спекавшиеся в изучаемых условиях, и оценить температуру спекания каждого из них отдельно.

ОДНОРОДНОСТЬ ТЕПЛОВЫХ УСЛОВИЙ ВНУТРИ КОНТЕЙНЕРА

Изучали неоднородность температурных условий спекания изделий в контейнерах разной загрузки, спекавшихся в условиях, соответствовавших технологической инструкции, а также в случаях движения контейнеров через печь с разными скоростями.

Говоря о температурных условиях спекания титано-вольфрамовых сплавов, следует заметить, что довольно часто для образцов, спеченных в производственных условиях, получают значения "рентгеновского показателя" близкие и даже превышающие единицу. Из опытов по изучению температурной зависимости "рентгеновского показателя" следует, что это может наблюдаться в случаях, когда температура спекания изделий значительно ниже $1520 \pm 10^\circ$, т.е. температуры, предусмотренной технологической инструкцией спекания сплавов изучаемых марок. Отсюда можно заключить, что, по-видимому, фактическая температура спекания образцов во многих случаях не достигает требуемой.

Во всех исследованных вариантах спекания (разная загрузка и различная скорость движения контейнера) была получена значительная разница в величине "рентгеновского показателя" образцов, спекавшихся в одном контейнере, судя по величине коэффициента вариации "рентгеновского показателя". Это расценивалось как свидетельство существования неоднородности температурных условий внутри одного контейнера, что однако еще не позволило выявить характер распределения температуры в контейнере. Для выяснения последнего рассматривали, как изменяется величина "рентгеновского показателя" в зависимости от местоположения образцов по длине контейнера и по его сечению.

а) По длине контейнера

По длине контейнера характер изменения "рентгеновского показателя" для всех исследованных вариантов спекания незакономерен, и колебания в значениях "рентгеновского показателя" образцов достигают значительной величины. Для выявления характера неоднороднос-

ти в распределении образцов по значениям "рентгеновского показателя" в данном случае мы воспользовались тем экспериментальным фактом, что распределение значений определяемого показателя по длине контейнера для образцов всех рядов данного контейнера одинаково. Это позволило провести усреднение индивидуальных значений "рентгеновского показателя" для образцов, лежащих в каждом сечении контейнера, и подвергнуть полученные средние значения статистической обработке.

Статистическая обработка результатов показывает, что сечения по длине контейнера крайне неодинаковы по "рентгеновскому показателю". Заслуживает внимания, что для принятой в производстве скорости движения при изготовлении исследуемых марок титано-вольфрамовых твердых сплавов, равной 8 мм/мин, неоднородность в распределении "рентгеновского показателя" по длине контейнера не меньше, чем для других скоростей движения.

Причинами, вызывающими неоднородность в распределении температурных условий по длине контейнера, могут быть неравномерность в распределении защитного слоя засыпки, распределении газового потока внутри контейнера и т.д. В последнем случае спекание изделий в контейнерах, где на пути газового потока поставлено несколько перегородок, должно снизить степень неоднородности. Это подтвердилось экспериментально: для образцов, спекавшихся в контейнерах с перегородками, коэффициент вариации "рентгеновского показателя" снижается до 29% против 38% для образцов из контрольного контейнера. Полученные результаты качественно совпадают с оценкой степени однородности по величине коэрцитивной силы.

б) По сечению контейнера

При оценке неоднородности распределения "рентгеновского показателя" по сечению контейнера мы также воспользовались тем, что характер изменений "рентгеновского показателя" по длине контейнера для всех рядов образцов данного контейнера аналогичен. Для обнаружения разницы в величине "рентгеновского показателя" между двумя рядами образцов данного контейнера вычисляли разность значений "рентгеновского показателя" для образцов, занимающих одинаковое положение по длине контейнера, вычисляли среднее арифметическое этой разницы и его значимость для 95% гарантии достоверности. На основании полученных результатов построили качественную картину распределения температуры по сечению контейнера (рис. 2).

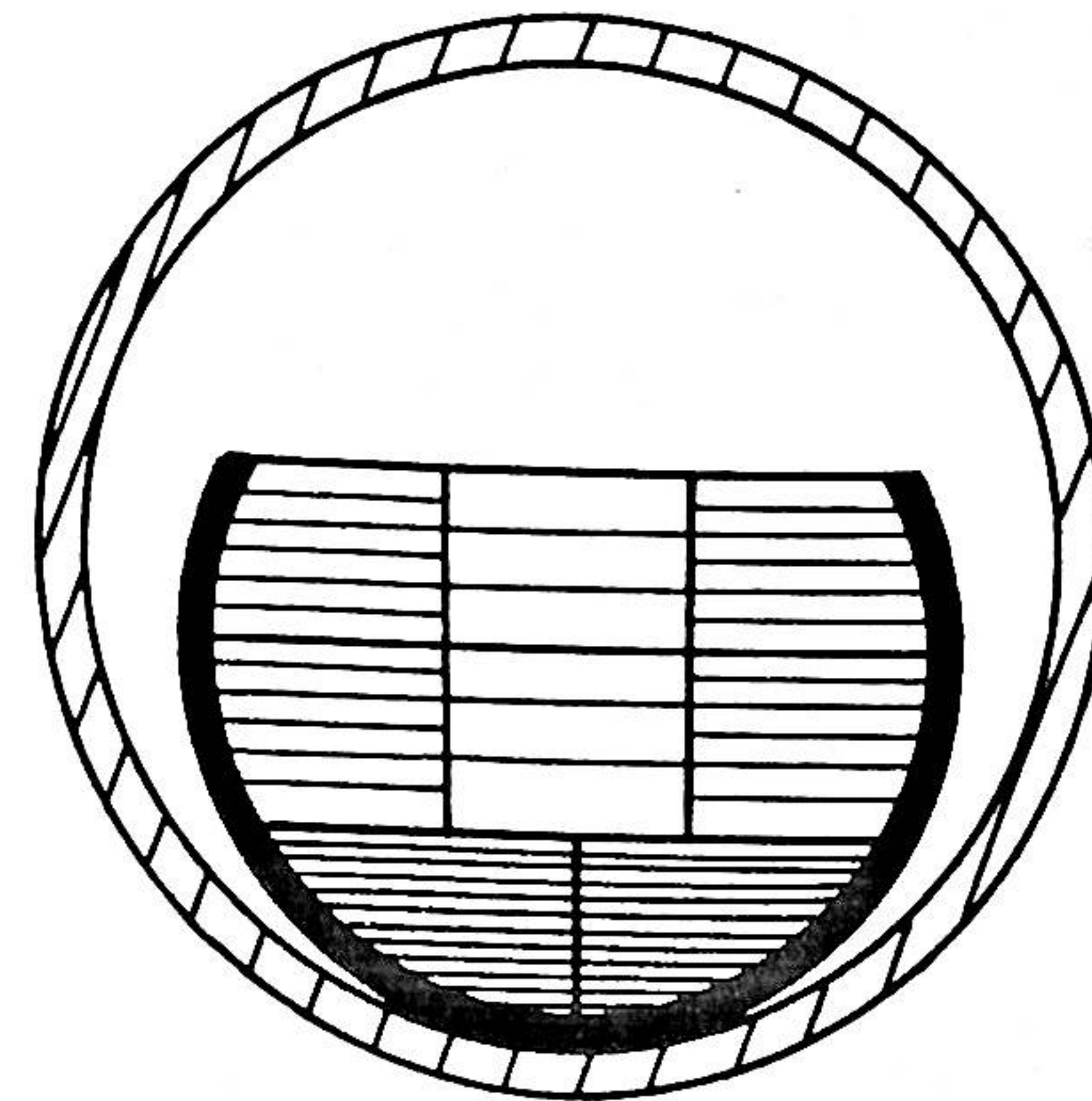


Рис. 2. Схематическая картина распределения температуры по сечению контейнера в процессе нагрева, построенная по рентгеновским данным. (Большая густота линий соответствует более высокой температуре)

Объяснить наблюдаемое распределение температуры можно тем, что нагрев идет в основном через стенки контейнера; при этом ряды нижнего слоя, где имеется контакт контейнера с нагревателем (трубой печи), нагреваются больше, чем образцы в рядах, также прилегающих к стенкам контейнера, но более удаленных от трубы. В центре сечения контейнера образцы находятся далеко от нагревателя, и температуры их еще ниже. Самая низкая температура обычно наблюдается в среднем ряду верхнего слоя, т.к. он наиболее удален от трубы. Однако в ряде случаев обнаружено, что температура в этом ряду выше, чем в центре контейнера, что, вероятно, связано с дополнительным нагревом образцов в первых зонах печи проходящим встречным потоком водорода.

В случае неполной загрузки контейнера образцами, качественная картина распределения "рентгеновского показателя" и, следовательно, температуры в пределах контейнера остается такой же.

Правильность сделанного предложения об определяющей роли расстояния образцов до нагревателя в формировании неоднородности тепловых условий спекания была подтверждена следующим экспериментом. Специально готовили контейнер прямоугольного сечения, размеры которого обеспечивали совпадение центров сечений контейнера и трубы печи. В этом случае разница в величине "рентгеновского показателя" между рядами образцов (образцы располагали в 4-х рядах по углам контейнера симметрично относительно его продольной оси) получилась статистически незначимой, т.е. степень однородности в

распределении температуры по сечению такого контейнера выше, чем для контейнера обычного сечения (полукруглого).

Таким образом, применение "рентгеновского показателя" для оценки однородности температурных условий спекания изделий из титано-вольфрамовых твердых сплавов дало положительный результат.

Хотя как показано выше, значения "рентгеновского показателя" определяются не только температурой спекания, но и рядом других факторов, обусловленных свойствами исходных материалов, это не снижает ценности примененного показателя для использования его в качестве неразрушающего метода контроля за стабильностью тепловых условий спекания.

Характеристикой твердых сплавов, нередко применяемой для оценки их однородности и также не требующей их разрушения, является коэрцитивная сила. Однако она в значительной степени определяется режимами охлаждения сплавов, поэтому трудно ожидать корреляции в зависимости коэрцитивной силы и "рентгеновского показателя". Скорее следует применять эти два показателя в совокупности друг с другом при описании неоднородности, т.к. они дополняют друг друга.

Широкое применение, на наш взгляд, могут найти предлагаемые рентгеновские методы оценки температуры спекания изделий при отработке режимов спекания сплавов, при опробовании печей, а также в научно-исследовательских работах.

5. ИЗУЧЕНИЕ РЕЖУЩИХ СВОЙСТВ ПЛАСТИНОК ТИТАНО-ВОЛЬФРАМОВЫХ ТВЕРДЫХ СПЛАВОВ С ПОВЕРХНОСТНЫМИ СЛОЯМИ И ВОЗМОЖНОСТИ ИХ ПРАКТИЧЕСКОГО ИСПОЛЬЗОВАНИЯ*

В этом разделе работы рассмотрены вопросы, связанные с изучением влияния поверхностных слоев измененного состава и структуры на свойства изделий из титано-вольфрамовых твердых сплавов. Изучали в основном износостойкость изделий при резании, т.к. исследуемые сплавы применяют главным образом в режущем инструменте.

Исследования проводили в лабораторных условиях в основном в соответствии с принятой методикой определения режущих свойств твердых сплавов изучаемого типа при так называемом "торцевом" точении цилиндрических заготовок из стали резцом с положительным передним углом. В тех случаях, когда требовалось определить степень влияния

* Опыты по определению режущих свойств проводились в лаборатории резания ВНИИТС Карасевым Г.Ф. под руководством Лидера В.Я.

поверхностного слоя измененного состава и структуры на режущие свойства, опыты на каждом образце проводили дважды: 1) с поверхностными слоями на режущих гранях и 2) с удаленными слоями (для удаления слоев пластинки подвергали шлифованию алмазными кругами); при этом, в соответствии с методикой испытания, определяли т.н. коэффициент стойкости. Отношение коэффициентов стойкости пластинки в нешлифованном и шлифованном состоянии принималось за меру влияния поверхностных слоев измененного состава и структуры на режущие свойства образцов изучаемого сплава (увеличение или прирост коэффициента стойкости).

На большом экспериментальном материале (более 500 опытов) установлено, что наблюдается положительное влияние поверхностных слоев, имеющих на передней грани резца, на величину его износостойкости при резании: увеличение коэффициента стойкости колеблется в пределах 1,3—1,9.

Поскольку испытания в лабораторных условиях по принятой методике (небольшое сечение среза) могут отличаться от условий работы режущего инструмента в производстве со снятием стружки большего сечения, были проведены дополнительные лабораторные опыты, в которых применяли продольное точение заготовки со значительным (0,32x1 мм) сечением среза при высоких скоростях резания (180 мм/мин). Как показали опыты, в этих условиях сохраняется положительное влияние поверхностных слоев измененного состава и структуры на режущие свойства пластинок.

Таким образом, на основании расширенных лабораторных опытов было установлено, что при наличии на пластинках из титано-вольфрамовых твердых сплавов поверхностных слоев измененного состава и структуры, полученных при спекании, существенно повышается их износостойкость.

Это обстоятельство заставило рассмотреть вопрос о практическом использовании таких пластин. Трудность, возникающая при этом, связана с небольшой толщиной поверхностных слоев, что неизбежно должно приводить к их удалению при подготовке поверхности резцов к работе и тем более при их переточках в процессе эксплуатации.

Однако в практике используются некоторые виды пластин, так называемые "неперетачиваемые", которые по условиям работы не подвергаются переточкам, что позволяет повышать их износостойкость путем создания на их поверхности слоев измененного состава и структуры изучаемого типа. Вследствие требований, предъявляемых к этому виду изделий по чистоте поверхности, они должны подвергаться в одних случаях шлифованию по опорным поверхностям,

а для особо точных изделий — и по периметру. В первом случае повышенная работоспособность пластин может сохраниться, если остающийся на периметре слой также повышает износостойкость пластины, а во втором случае, если износостойкий слой может быть создан на предварительно отшлифованной и доведенной до нужных размеров пластинке. В работе были изучены обе названные возможности применения поверхностных слоев для неперетачиваемых пластинок и получено, что

1) поверхностные слои, находящиеся на периметре пластинки, также повышают ее износостойкость в 1,5–2 раза;

2) поверхностные слои, возникающие при термообработке шлифованных доведенных до требуемого размера пластин из титано-вольфрамовых твердых сплавов оказывают такое же влияние на режущие свойства пластинок, как и слои, полученные в процессе спекания. Величина прироста коэффициента стойкости также равна в среднем 1,5–1,6. На образцах, подвергнутых шлифовке с последующей термообработкой, определяли также изменение линейных размеров, чистоты поверхности и коробление, вызванное термообработкой. На основании полученных результатов было установлено, что коробление пластинок незначительно, изменение линейных размеров лежит в пределах 50 микрон, чистота поверхности понижается с 10–11 класса до 9–10.

Очень существенным является то, что, как было установлено экспериментально, наблюдаемое увеличение коэффициента стойкости для образцов, не подвергавшихся термообработке, так и прошедших ее, не сопровождается понижением прочности (определяли прочность при изгибе сосредоточенной нагрузкой образцов 5x5x35).

Все сказанное дает технологическую возможность изготовления неперетачиваемых пластин повышенной износостойкости. Это создает перспективы существенного повышения эксплуатационных свойств для наиболее прогрессивного вида инструмента, оснащаемого неперетачиваемыми пластинками, почти без дополнительных затрат в производстве сплавов.

Что касается механизма влияния поверхностных слоев измененного состава и структуры на износостойкость при резании, то по этому вопросу могут быть высказаны следующие соображения. Поскольку поверхностный слой состоит практически из карбида вольфрама и значительного количества кобальта, то трудно допустить, что повышение износостойкости при резании стали связано с наличием этого слоя. В данном случае за повышение износостойкости может быть ответственна область, находящаяся под слоем WC+Co. Это предположение было подтверждено экспериментально.

Для этого изучали износостойкость образцов с развитыми слоями при постепенном удалении с их поверхности тонких слоев материала.

После каждого удаления части поверхностного слоя определяли коэффициент стойкости по принятой методике, относя полученные для каждой пластинки данные к значению коэффициента стойкости сердцевины этой пластинки, обнажаемой после удаления значительного по толщине (100 мк) слоя материала (приrost коэффициента стойкости).

Результаты изменения прироста коэффициента стойкости по мере снятия слоев материала с поверхности образцов сплава T15K6 представлены на рисунке 3, где доверительные пределы средних арифметических рассчитаны для 95% гарантии достоверности. При сравнении средних обнаруживается, что все они статистически значимо отличаются друг от друга за исключением значений прироста коэффициента стойкости для глубины снятого слоя ~10 микрон и исходного состояния.

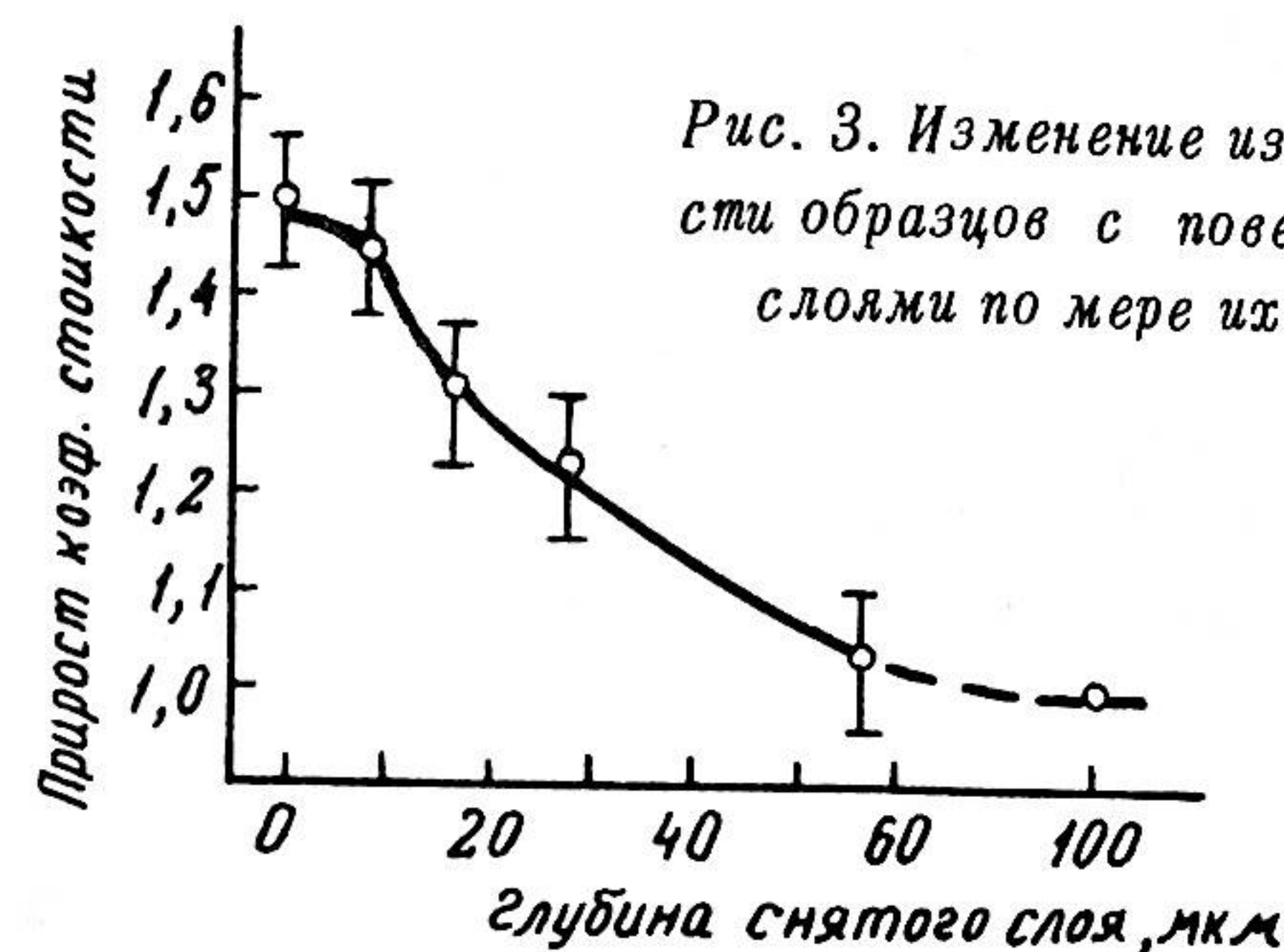


Рис. 3. Изменение износостойкости образцов с поверхностными слоями по мере их удаления

Наблюдаемый ход зависимости прироста коэффициента стойкости от глубины снятого слоя, учитывая, что толщина слоя WC+Co по данным металлографических исследований составляет 10–20 микрон, свидетельствует о том, что причина повышения стойкости действительно связана с глубже расположенной зоной. Это следует из того, что уменьшение толщины слоя WC+Co до тех пор, пока не затрагивается область подслоя, не меняет уровня износостойкости пластинок. Дальнейшее удаление материала с поверхности образцов, когда начинает захватываться область, находящаяся под слоем WC+Co, вызывает понижение коэффициента стойкости. Такой характер зависимости сохраняется до тех пор, пока не достигается структура сплава, отвечающая нормальному содержанию всех компонентов. Это происходит на глубине 30–60 микрон, что хорошо согласуется с данными микроско-

пического анализа, согласно которым изменения фазового состава и структуры в поверхностной области таких образцов распространяются на глубину порядка 35 микрон.

Согласно изложенным выше данным о структуре и составе поверхностных слоев, область подслоя характеризуется пониженным содержанием кобальтовой фазы, что и может явиться причиной повышения износостойкости.

ВЫВОДЫ

1. Разработана методика рентгеновского исследования поверхности спеченных изделий из титано-вольфрамовых твердых сплавов, основанная на измерении интенсивности дифракционной линии $(200)_\alpha$ титановой фазы сплавов (твердого раствора на основе карбида титана). В качестве конкретной характеристики поверхности использован показатель (так называемый "рентгеновский показатель"), который представляет собой отношение количеств титановой фазы на поверхности образца и в его сердцевине.

2. С помощью разработанной методики подтверждено, что при изготовлении (спекании) титано-вольфрамовых твердых сплавов в поверхностной зоне изделий наблюдаются изменения состава и структуры. Показано, что в зависимости от условий спекания значения "рентгеновского показателя" образцов титано-вольфрамовых твердых сплавов могут меняться в пределах от 0 до 2. Значения "рентгеновского показателя" больше единицы, обнаруживаемые при относительно низких температурах спекания, соответствуют наличию на поверхности изделия "слоя" глубиной до 0,5 микрон, образованного частями находящихся на поверхности зерен твердого раствора на основе карбида титана, что при рентгеновском исследовании создает эффект обогащения поверхности титановой фазой. Значения "рентгеновского показателя" меньше единицы характерны для образцов, которые получены при относительно высоких температурах спекания (выше 1400°C); поверхность этих образцов обеднена титановой фазой, что связано с существованием поверхностного слоя, обогащенного кобальтом и карбидом вольфрама, который экранирует титановую фазу при прохождении рентгеновских лучей.

3. Для последнего случая поверхностная область детально изучена как с применением рентгеновских, так и других металлургических методов исследования. Показано наличие поверхностного слоя глуби-

ной до 20 микрон, состоящего из карбида вольфрама и кобальта, и расположенной глубже области, отвечающей составу сплава, но обедненной кобальтовой фазой, глубина которой 10–15 микрон.

Зерна карбида вольфрама поверхностного слоя имеют преимущественную ориентировку: направление $[0001]$ располагается перпендикулярно поверхности образца. Микротвердость таких зерен равна в среднем 2400 кг/мм^2 , по сравнению с 1800 кг/мм^2 зерен спеченного карбида вольфрама, что связано с ориентировкой плоскости их базиса параллельно поверхности образца.

4. Изучен механизм образования поверхностных слоев, указывающий на то, что состояние поверхности спеченного изделия отражает явления, протекающие в объеме сплава при его спекании:

а) подтверждено, что возникновение слоев определяется перемещением в процессе спекания жидкой кобальтовой фазы с преимущественно растворенным в ней карбидом вольфрама из центральных областей образца к его поверхности и последующей при охлаждении кристаллизацией карбида вольфрама;

б) предположено, что образованию крупных кристаллов WC на поверхности образца способствует также процесс перекристаллизации карбида вольфрама через жидкую фазу, протекающий с осаждением карбида вольфрама на поверхности зерен из расплава, пересыщенного за счет растворения в нем мелких зерен карбида в толще образца;

в) показано, что интенсивность миграции жидкого цемента к поверхности прессовок определяется зернистостью исходных порошков, их химическим составом (по содержанию кобальта и углерода), а также температурой спекания.

5. Установлено, что при наличии поверхностных слоев, дающих значения "рентгеновского показателя" меньше единицы, наблюдается повышение износостойкости сплава при резании стали. Предположено, что повышение износостойкости связано с наличием обедненной кобальтовой фазой области, располагающейся под поверхностным слоем, состоящим из карбида вольфрама и кобальта.

6. Описанные результаты работы получили применение в практике производства твердых сплавов:

а) предложено объяснение причин появления дефектов в структуре твердых сплавов в виде так называемых "участков скопления крупных зерен карбида вольфрама";

б) связь между величиной "рентгеновского показателя" образцов и температурой спекания позволяет использовать этот факт для ха-

рактеристики температурных условий процесса спекания (в зонах нагрева и выдержки при постоянной температуре) титано-вольфрамовых твердых сплавов; что в настоящее время нашло применение при проведении научно-исследовательских работ;

в) на основании данных по изучению распределения температуры по сечению и вдоль контейнеров с образцами рекомендован наиболее рациональный вид загрузки контейнеров: один слой (по высоте) и не более двух рядов (по ширине контейнера).

7. Наиболее важным практическим результатом работы является установление факта, что при наличии слоев измененного состава и структуры на поверхности резцовых пластин из титано-вольфрамовых твердых сплавов их износостойкость при резании в условиях расширенных лабораторных испытаний повышается в среднем в 1,5 раза при сохранении прочности.

8. Предложено использовать явление образования слоев для повышения износостойкости "неперетачиваемых" пластин из титано-вольфрамовых твердых сплавов для оснащения режущего инструмента. Экономический эффект от применения неперетачиваемых пластинок из сплава Т15К6 при условии повышения износостойкости лишь на 25% составит 10–12 рублей на 1 кг изделий.

Материалы диссертации доложены:

- на VII научно-техническом совещании по применению рентгеновых лучей к исследованию материалов в г. Ленинграде в ноябре 1964 г.;
- на научно-технической конференции "Твердые сплавы и прогресс отечественной промышленности" в г. Москве в апреле 1970 г.;
- на научно-техническом Совете Всесоюзного научно-исследовательского и проектного института тугоплавких металлов и твердых сплавов в мае 1970 г.

Основные результаты работы опубликованы в статьях:

1. Пивоваров Л.Х., Третьяков В.И., Вржеш Е.Я., Новикова М.Б., Новикова Т.А. Изучение условий образования и структуры слоев, возникающих на поверхности изделий из твердых сплавов при спекании. Сб. "Твердые сплавы" (ВНИИТС) № 9, М., 1969, 132.

2. Третьяков В.И., Пивоваров Л.Х., Вржеш Е.Я., Новикова М.Б., Закиров Р.Г., Новикова Т.А. Опре-

деление неоднородности температурных условий спекания твердых сплавов с помощью рентгеновских методов. Сб. "Твердые сплавы" (ВНИИТС) № 9, М., 1969, 141.

3. Третьяков В.И., Пивоваров Л.Х., Новикова М.Б., Лидер В.Я., Новикова Т.А., Вржеш Е.Я., Карасев Г.Ф. О влиянии поверхностного слоя на пластинках титано-вольфрамовых твердых сплавов на износостойкость при резании. Сб. "Твердые сплавы" (ВНИИТС) № 10, М., 1970, 55.

Л-12260 Подписано к печати 10/ХП-1970 г.

Тираж 150 экз.

Зак. 1733

Производственно-издательский отдел
института "Электроника"