

**М. М. Прокопів<sup>1</sup>, Ю. П. Ущатовський<sup>1,\*</sup>, О. В. Харченко<sup>1</sup>,  
Г. М. Крамар<sup>2</sup>, Л. Г. Бодрова<sup>2</sup>, Г. П. Кисла<sup>3</sup>**

<sup>1</sup>Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля  
НАН України, м. Київ, Україна

<sup>2</sup>Тернопільський національний технічний університет  
ім. Івана Пулюя, м. Тернопіль, Україна

<sup>3</sup>ПрАТ “Плазматек”, м. Вінниця, Україна

\*gromurasls@gmail.com

## **Вплив швидкості приросту тиску газу під час вакуумно-компресійного спікання на структуру і властивості твердого сплаву ВК6М**

*За допомогою технології вакуумно-компресійного спікання, що дозволяє отримувати тверді сплави з високим рівнем механічних та експлуатаційних властивостей, досліджено вплив швидкостей 0,08, 0,2 і 0,5 МПа/хв приросту тиску газу до 5 МПа під час вакуумно-компресійного спікання на структуру і властивості дрібнозернистого твердого сплаву ВК6М. Встановлено позитивний вплив збільшення швидкості приросту тиску газу на границю міцності у процесі вигину та експлуатаційну стійкість за рахунок отримання більш дрібнозернистої структури ( $d_{\text{WC}} = 1,24$  мкм), зменшення залишкової мікропористості до  $A1$  0,02, збільшення формофактора карбідних зерен до 0,84 та зниження інтенсивності десорбції газів в 2,5–7,0 разів. Границя міцності на вигин сплаву, спеченого за швидкості приросту тиску газу 0,5 МПа/хв в 1,35 разів вища, порівняно зі сплавом, спеченим за швидкості приросту газу 0,08 МПа/хв і в 1,5 рази вища порівняно із сплавом, спеченим у вакуумі, а відносна експлуатаційна стійкість у разі чорнового фрезерування вища в 1,35 і 1,8 разів відповідно.*

**Ключові слова:** твердий сплав ВК6М, вакуумно-компресійне спікання, швидкість приросту газу, мікроструктура, механічні властивості, експлуатаційна стійкість.

Технологія спікання за тиску газу до 10 МПа дозволяє одержувати високоефективні за критерієм якість–ціна виробу із вольфрамокобальтових твердих сплавів, особливо з дрібним зерном [1–4]. Але різними дослідниками отримані різні значення фізико-механічних властивостей твердих сплавів однієї і тієї ж групи за аналогічних параметрів спікання [1, 5, 6]. Це може бути наслідком різних значень цих параметрів на стадіях напускання газу і охолодження, оскільки така інформація в літературних джерелах відсутня. Суперечливі дані щодо впливу швидкості приросту тиску газу на структуру і властивості твердих сплавів унеможливають ефективне застосування перспективного технологічного процесу для одержання сплавів високої якості.

Позитивний ефект спікання під тиском автори пов'язують зі структурними змінами у сплавах, що відбуваються на заключних етапах спікання. Так, спікання твердого сплаву марки ВК6 за тиску газу 2, 5 і 8 МПа дозволило

підвищити границю міцності на вигин, порівняно з вільним спіканням у вакуумі [1], з 2000 до відповідно 2400, 2790 та 2850 МПа за рахунок зниження рівня залишкової мікропористості.

Технологічний режим спікання в сучасних промислових печах, незалежно від виробника, ідентичний режиму спікання сплаву марки ВК10 в печі фірми “ALD Vacuum Technologies GmbH”, Німеччина (рис. 1) [1].

Авторами [1] докладно описано стадію вакуумного спікання, а також наведено залежність між температурою і тривалістю ізотермічного витримування кінцевої стадії спікання за тиску аргону 5 МПа (див. рис. 1, 1); параметри стадій напускання газу (2) та охолодження (3) показано схематично вертикальними лініями.



Рис. 1. Режим вакуумно-компресійного спікання за тиску газу 5 МПа в печі фірми “ALD Vacuum Technologies GmbH” [1]: спікання за тиску аргону (1), стадії напускання газу (2) та охолодження (3).

Позитивний вплив тиску газу до 4,5 МПа на властивості різних груп твердих сплавів було встановлено також в [7–11]. В [10] показано, що у разі підвищення тиску до 5 МПа їхня міцність зменшилася майже до рівня міцності сплавів після вакуумного спікання, хоча залишкова мікропористість зменшилася з А2 02 до А1 02, а середній розмір зерен WC збільшився в 1,5 разів. Як відомо, такі зміни у структурі твердих сплавів під час спікання повинні позитивно впливати на міцність. Особливо суттєво (в 1,7 рази) зменшилася експлуатаційна стійкість за чорнового точіння сталі 45 в умовах ударних навантажень.

Одержані результати автори пояснюють довготривалим (90 хв) ізотермічним витримуванням за температури спікання внаслідок повільної швидкості приросту тиску газу під час його напускання (0,08 МПа/хв), а також збільшенням кількості абсорбованих в об’ємі зразка газів у разі підвищення тиску під час спікання.

Метою роботи було встановлення закономірностей впливу швидкості приросту тиску газу під час вакуумно-компресійного спікання за тиску аргону 5 МПа на структуру і властивості дрібнозернистого твердого сплаву ВК6М, а також дослідження впливу різних швидкостей приросту газу на структурні характеристики сплаву, його мікропористість, рівень мікронапружень та десорбції різних груп газів, границю міцності у процесі вигину та експлуатаційну стійкість у разі фрезерування порівняно зі сплавом ВК6М, спеченим у вакуумі.

## МАТЕРІАЛИ І МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ

Зразки для дослідження виготовляли зі стандартної дрібнозернистої суміші ВК6М. Спікання проводили на удосконаленій в Інституті надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України установці, яка забезпечує робочий тиск 5 МПа і швидкість його приросту до 0,5 МПа/хв. Зразки спікали за швид-

костей приросту тиску газу 0,08, 0,2 і 0,5 МПа/хв за режимами, представленими на рис. 2, як робочий газ використовували аргон.

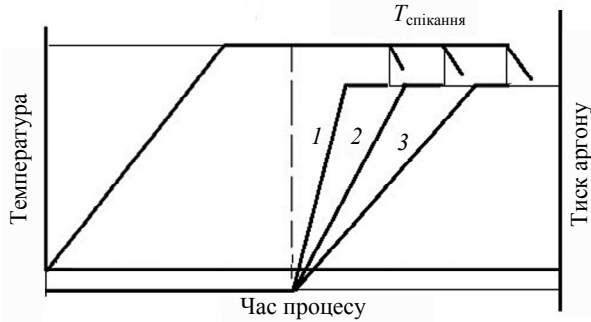


Рис. 2. Схема вакуумно-компресійного спікання за тиску аргону 5 МПа з різною швидкістю приросту тиску: 0,08 (1), 0,2 (2), 0,5 (3) МПа/хв.

Мікроструктуру і залишкову мікропористість сплавів досліджували методом металографічного аналізу. Гранулометричний склад визначали за допомогою растрового електронного мікроскопа методом Кікучі. Мас-спектри газової фази досліджували на мас-спектрометрі МХ 7304А виробництва фірми “Селмі” (м. Суми, Україна) за співвідношенням маси до заряду ( $m/z$ ) в інтервалі 10–60 за методикою [12].

Границю міцності на вигин визначали методом триточкового вигину за стандартною методикою. Відносну експлуатаційну стійкість досліджували під час фрезерування литих заготовок переднього упору платформи вантажного залізничного вагона. Трибологічні властивості сплавів визначали за температури навколишнього повітря 20 °С і відносній вологості 50 % на приладі Micron-gamma [13]. Дослідження проводили методом “pin on disc” при зворотно-поступальному терті з постійним навантаженням 0,5 Н. Амплітуда коливань складала 400 мкм за швидкості 20 мкм/с. Випробування проводили спочатку на повітрі, а після цього, відступивши 200 мкм від отриманої доріжки тертя, у воді. В якості контртіла використовували алмазний індентор з радіусом закруглення 10 мкм. Знос доріжок тертя вимірювали на безконтактному інтерференційному 3D профілометрі Micron-alpha [14]. Визначення зносостійкості провели за допомогою вимірювання ширини доріжок тертя та об’єму зношення сплавів під час переміщення алмазного індентора по поверхні зразка.

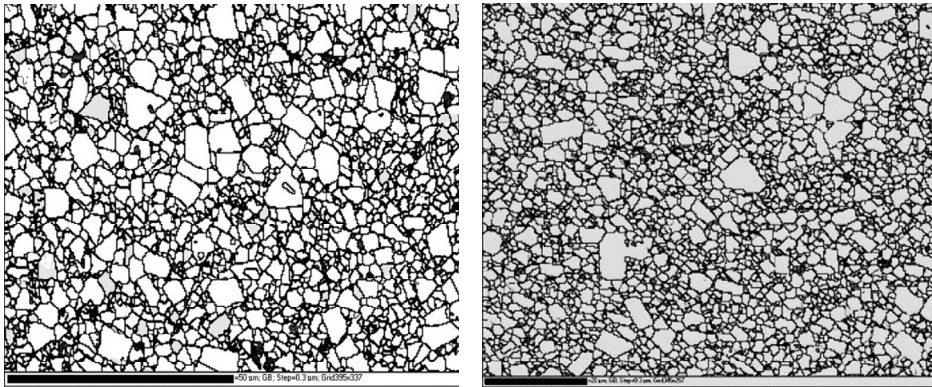
## РЕЗУЛЬТАТИ ДОСЛІДЖЕННЯ

На рис. 3 представлено мікроструктуру сплаву ВК6М з границями WC–WC і WC–Co, отриманого за різної швидкості приросту тиску газу.

Як видно на рис. 3, б, за швидкості приросту газу 0,5 МПа/хв мікроструктура сплаву більш дрібнозерниста, суттєво зменшилась кількість крупних призматичних зерен карбіду вольфраму. В обох випадках  $\eta$ -фаза відсутня. Встановлено, що зі зростанням швидкості приросту тиску газу до 0,5 МПа/хв залишкова мікропористість зменшується з А2 0,04 до А1 0,02.

На рис. 4 представлено гістограми розподілу зерен WC і прошарків Co в структурі зразків, які спікали зі швидкістю приросту тиску аргону 0,08 і 0,5 МПа/хв.

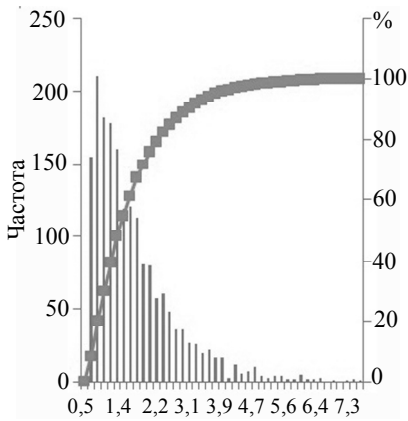
Результати дослідження характеристик мікроструктури сплаву ВК6М, спеченого за тиску аргону 5 МПа з різною швидкістю його приросту, представлено в таблиці.



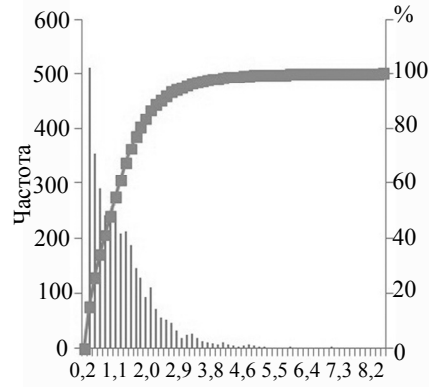
*a*

*б*

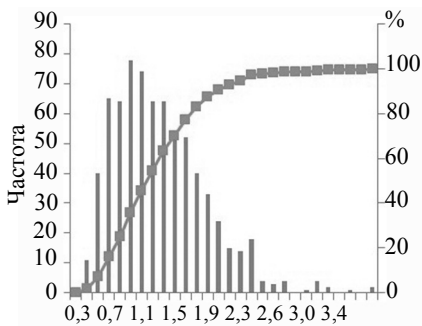
Рис. 3. Мікроструктура сплаву ВК6М, одержаного за тиску аргону 5 МПа зі швидкістю його приросту 0,08 (*a*) і 0,5 (*б*) МПа/хв.



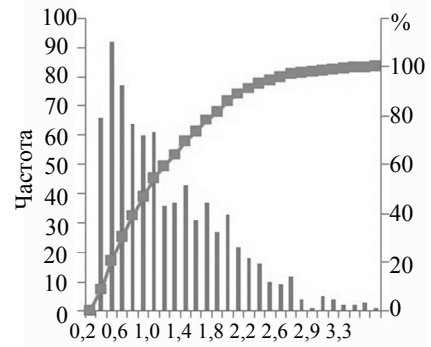
*a*



*б*



*в*



*г*

Рис. 4. Гістограми розподілу за розміром зерен WC (*a*, *б*) і прошарків Co (*в*, *г*) у структурі ВК6М після спікання за тиску 5 МПа аргону зі швидкістю його приросту 0,08 (*a*, *в*) і 0,5 (*б*, *г*) МПа/хв.

Аналіз гістограм показав, що зі збільшенням швидкості приросту тиску аргону від 0,08 до 0,5 МПа інтервал розмірів основної частини зерен WC зменшується з 0,5–6,6 мкм (див. рис. 4, *a*) до 0,2–5,0 мкм (див. рис. 4, *б*), а середній розмір карбідних зерен зменшується з 1,81 до 1,24 мкм. Особливо варто від-

значити збільшення кількості зерен розміром 0,2 мкм і менше 1,0 мкм. Аналогічні зміни відбувається з розмірами прошарків Co (див. рис. 4, в, з). Отже, зі збільшенням приросту тиску аргону до 0,5 МПа/хв структура сплаву ВК6М за гранулометричним складом стає більш дрібнозернистою, але в межах тієї ж групи за зернистістю.

### Характеристика мікроструктури сплаву ВК6М, спеченого за тиску аргону 5 МПа з різною швидкістю його приросту

Параметр	Швидкість приросту тиску газу, МПа/хв					
	0,08		0,2		0,5	
	WC	Co	WC	Co	WC	Co
Середній розмір зерен, мкм	1,81	1,24	1,65	1,21	1,24	1,1
Товщина границь WC–WC, нм	0,146	–	0,128	–	0,1	–
Формофактор зерен WC	0,59	–	0,71	–	0,84	–

Зменшення середніх розмірів зерен WC і прошарків Co у мікроструктурі зразків у разі збільшення швидкості приросту тиску аргону є закономірним, оскільки скорочується тривалість спікання. Водночас також зменшуються з 0,146 до 0,1 нм товщина границь WC–WC. Збільшення формофактора карбідних зерен з 0,59 до 0,84 (таблиця) свідчить про підвищення їхньої симетрії. Загалом такі структурні зміни повинні привести до підвищення механічних та експлуатаційних показників.

На рис. 5 приведено карти якісного розподілу рівня напружень для структур, які спікали за різної швидкості приросту тиску аргону (темно-сірий колір відповідає максимальному рівню).

Як видно на рис. 5, відбувається зростання максимальних напружень у сплаві, який спікали за більшої швидкості приросту тиску газу.

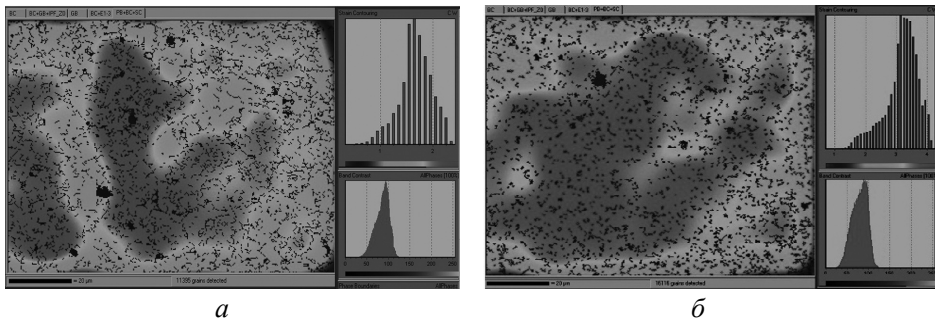


Рис. 5. Карти якісного розподілу рівня напружень у структурі сплаву, отриманого за швидкості приросту тиску газу 0,08 (а) і 0,5 (б) МПа/хв.

На рис. 6 представлено термодесорбційні спектри іонів п'яти груп газів, отримані на зразках, які спікали з різною швидкістю приросту тиску газу. З аналізу графіків інтенсивності десорбції газів [15], можна стверджувати, що гази у цих групах мають різну природу зв'язку з компонентами твердого сплаву ВК6М. Так, гази першої та четвертої груп мають як фізичний (зв'язок за допомогою сил Ван-дер-Ваальса), так і хімічний зв'язок (проте в першій домінує хімічний, а у четвертій – фізичний зв'язок), другої – фізичний, третьої – тільки хімічний.

Згідно з [16] перша група газів зі співвідношенням  $m/z = 15-17$  відноситься до аміачних з'єднань, друга – до гідроксильних, третя – до алканових, четверта за співвідношення  $m/z = 44$  – до алкінових. До п'ятої групи за співвідношення  $m/z = 55-58$  належить багато різних хімічних сполук, тому зараховувати її до якоїсь однієї сполуки некоректно.

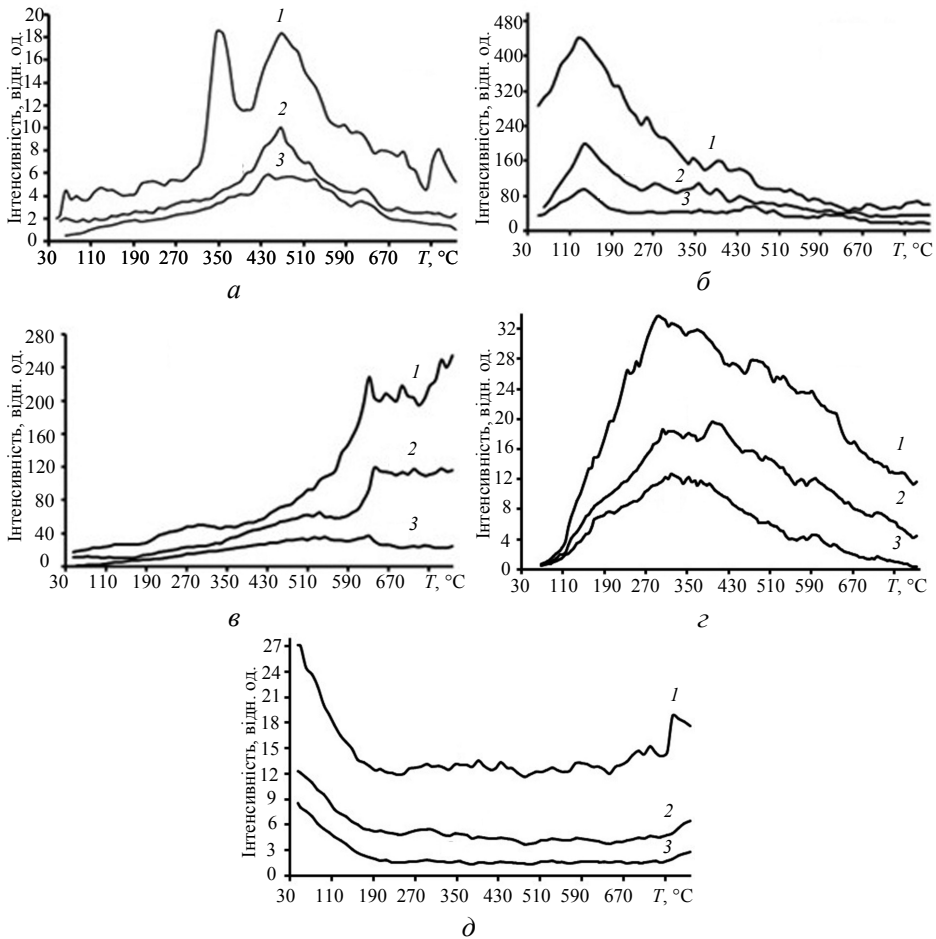


Рис. 6. Термодесорбційні спектри іонів  $\text{NH}_2^+$  (а),  $\text{H}_2\text{O}^+$  (б),  $\text{C}_2\text{H}_4^+$  (в) та невизначених іонів зі співвідношенням  $m/z = 44$  (г), 57 (д), отриманих на зразках, спечених за тиску аргону 5 МПа зі швидкістю його приросту 0,08 (1), 0,2 (2), 0,5 (3) МПа/хв.

Як видно на рис. 6, зі збільшенням приросту тиску газу в інтервалі 0,08–0,5 МПа/хв максимальна інтенсивність десорбції приведених груп газів зменшується в 2,5–7,0 разів.

Встановлено, що десорбційні спектри ВК6М аналогічні десорбційним спектрам для сплаву ВК10ОМ [11] після спікання в таких самих умовах, але мають різну інтенсивність залежно від температури. Отже, у процесі спікання твердого сплаву за тиску аргону 5 МПа кількість газу, що проникає в об'єм зразка, суттєво залежить від швидкості його приросту.

Для встановлення закономірностей впливу швидкості приросту тиску газу на механічні властивості сплаву досліджували границю міцності у процесі вигину сплавів, отриманих за різної швидкості приросту газу, порівняно зі сплавом, спеченим у вакуумі (рис. 7).

За максимальної швидкості приросту газу границя міцності під час вигину сягає 2400 МПа, що в 1,35 рази більше, ніж за мінімальної швидкості приросту газу і в 1,5 рази більше, ніж під час спікання у вакуумі.

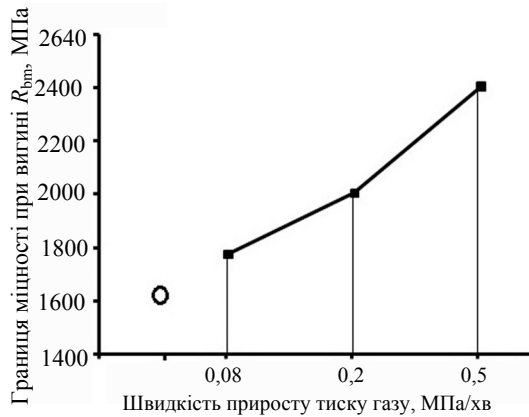


Рис. 7. Залежність границі міцності у процесі вигину сплаву ВК6М від швидкості приросту тиску аргону;  $\circ$  – границя міцності під час вигину зразка після спікання у вакуумі.

У процесі дослідження зносостійкості встановлено, що під час сухого тертя та тертя зі змочуванням водою об'єм лунки зносу зразка, спеченого за швидкості приросту газу 0,5 МПа/хв, порівняно зі зразком, спеченим за швидкості приросту газу 0,08 і 0,2 МПа/хв, зменшився на 19 і 14 % відповідно.

Змінився також характер зношування по задній поверхні різальних пластин за чорнового фрезерування литих заготовок упору передньої платформи вантажного залізничного вагона (рис. 8).

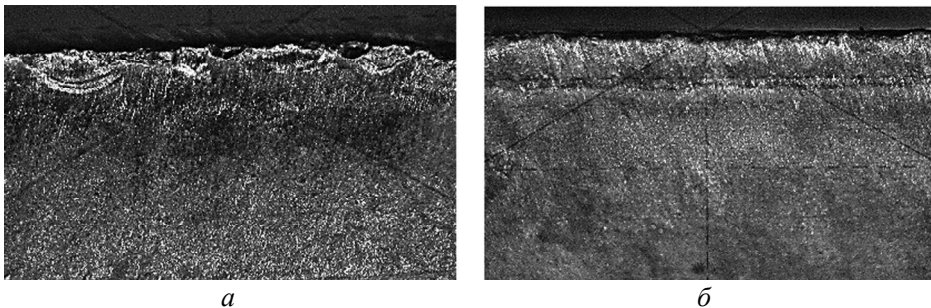


Рис. 8. Поверхня зносу пластин, отриманих під час спікання сплавів зі швидкістю приросту газу 0,08 (а) і 0,5 (б) МПа/хв після чорнового фрезерування переднього упору платформи вантажного залізничного вагона.

Із аналізу зображень поверхонь зношення видно, що незалежно від швидкості приросту газу, пластини зношуються за абразивним механізмом зношування, але за швидкості приросту газу 0,08 МПа/хв зношування супроводжується мікро- і макросколами, а спечені за швидкості приросту газу 0,5 МПа/хв переважно стираються. Як результат, відносна стійкість зростає в 1,7 рази (рис. 9).

Важливо відзначити, що втрата працездатності пластин за вищої швидкості приросту газу, на відміну від пластин, отриманих за нижчої швидкості приросту газу, відбувалася прогнозовано і стабільно.

## ВИСНОВКИ

Встановлено, що за максимальної швидкості приросту газу в досліджуваному (0,5 МПа/хв) інтервалі в мікроструктурі сплаву ВК6М зростає кількість дрібних зерен розміром 0,2–1,0 мкм, їхній середній розмір складає 1,24 мкм, товщина прошарків кобальту – 1,1 мкм, форморозмір – 0,84, мікропористість зменшується до А1 0,02, а рівень внутрішніх напружень зростає, інтенсивність десорбції п'яти груп газів зменшується в 2,5–7 разів.

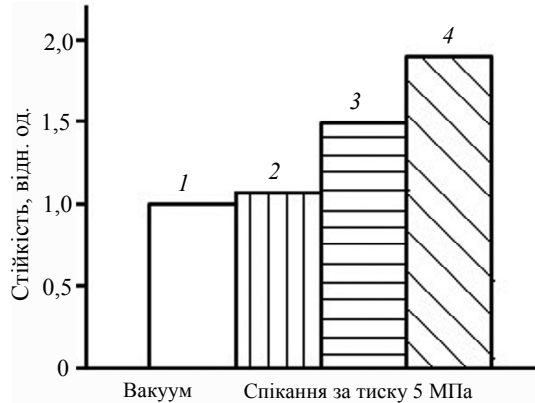


Рис. 9. Стійкість різальних пластин зі сплаву ВК6М після спікання у вакуумі (1) за тиску аргону 5 МПа зі швидкістю його приросту 0,08 (2), 0,2 (3) і 0,5 (4) МПа/хв.

Такі структурні зміни підвищують границі міцності під час вигину з 1800 до 2490 МПа і в 1,7 рази збільшують відносну експлуатаційну стійкість у разі чорнового фрезерування упору переднього платформи вантажного залізничного вагона.

M. M. Prokopiv<sup>1</sup>, Yu. P. Ushchapovskyi<sup>1</sup>, O. V. Kharchenko<sup>1</sup>,  
H. M. Kramar<sup>2</sup>, L. H. Bodrova<sup>2</sup>, H. P. Kysla<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Bakul Institute for Superhard Materials,

National Academy of Sciences of Ukraine, Kyiv, Ukraine

<sup>2</sup>Ternopil Ivan Puluj National Technical University, Ternopil, Ukraine

<sup>3</sup>PJSP "PlasmaTec", Vinnytsia, Ukraine

The influence of the rate of increase in gas pressure during vacuum-compression sintering on the structure and properties of VK6M hard alloy

*Using the technology of vacuum-compression sintering, which makes it possible to obtain hard alloys with a high level of mechanical and operational properties, the influence of rates of 0.08, 0.2 and 0.5 MPa/min of the gas pressure growth to 5 MPa during vacuum-compression sintering on the structure and properties of fine-grained VK6M hard alloy was investigated. A positive effect of increasing the rate of gas pressure increase on the strength limit during bending and operational stability due to obtaining a finer-grained structure ( $d_{WC} = 1.24 \mu m$ ), reducing the residual microporosity to A1 0.02, increasing the form factor of carbide grains to 0.84 and a decrease in the intensity of gas desorption by 2.5–7.0 times. The bending strength limit of the alloy sintered at the rate of gas pressure increase of 0.5 MPa/min is 1.35 times higher compared to the alloy sintered at the gas growth rate of 0.08 MPa/min and 1.5 times higher compared to the alloy, sintered in a vacuum, and the relative operational stability in the case of rough milling is higher by 1.35 and 1.8 times, respectively.*



**Keywords:** VK6M hard alloy, vacuum-compression sintering, gas growth rate, microstructure, mechanical properties, operational stability.

1. Kolaska H., Dreyer K., Schaaf G. Use of the combined sintering HIP process in the production of hard metals and ceramic. *Powder Metal. Int.* 1989. Vol. 21, no. 1. P. 22–28.
2. Bauer R., Schulten R. Retrospection on the development of Sbmter HIP furnaces. *Modern Hardmetals Proc.* V.N. Bakul ISM NAS Ukraine, Kyiv, 2008. P. 133–141.
3. Grewe H., Osterman G. Hot isostatic secondary compression of hardmetals. *Technische Mitteilungen Krupp: Forschungsberichte.* 2001. Vol. 35, no. 1. P. 51–58.
4. Гнатенко І.О., Бондаренко В.П., Боримський О.І., Андреев І.В. Вплив термобаричної обробки на структуру твердого сплаву WC–Co. *Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. Киев: ИСМ НАН Украины, 2018. Вып. 21. С. 345–352.*
5. Chen H., Zwang D., Li Y., Chen J. High performance sinter-HIP for hard metals. *Proc. 15 Int. Plansee Seminar.* Austria, Reutte, 2001. Vol. 2. P. 180–188.
6. Missol W., Karwata T., Krajzel J., Bujok J. Comparison of the properties of ultrafine and conventional hardmetals. *Proc. 1998 PM World Congress.* Spain, October 18–22, 1998. Vol. 4. P. 152–157.
7. Прокопів М.М., Харченко О.В., Сердюк Ю.Д. Структура твердих сплавів групи WC–Co після спікання у газовому середовищі. *Сверхтв. материалы.* 2010. № 2. С. 96–98.
8. Крамар Н.М., Bodrova L.H., Prokopiv M.M., Marynenko S.Yu. Thermal compression treatment of WC–Co and TiC–VC–NbC–WC–Ni–Cr hard alloys. *Proc. 18 Plansee Seminar.* Austria, Reutte. 2013. P. 146–152.
9. Прокопів М.М., Бодрова Л.Г., Крамар Г.М., Мариненко С.Ю., Харченко О.В., Коваль І.В., Сушинський В.І. Нові вітчизняні безвольфрамові тверді сплави із підвищеними експлуатаційними властивостями. *Інструментальний світ.* 2011. № 1–2. С. 49–50.
10. Прокопів М.М., Бондаренко В.П., Харченко О.В., Цап І.В. Вплив умов спікання сплаву VK100M на кінетику й механізми зносу його в умовах чистого й ударного точіння. *Матеріали наук.-техн. конф. “Інтерпартнер 2008”.* 2008. С. 312–327.
11. Бондаренко В.П., Прокопів Н.М., Харченко О.В., Гнатенко І.А. Влияние термокомпрессионной обработки на структуру и свойства сплава VK8 с добавками Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>. *Сверхтв. материалы.* 2006. № 6. С. 47–51.
12. Storchak M., Zakiev I., Traris L. Mechanical properties of subsurface layers in the machining of the titanium alloy Ti<sub>10</sub>V<sub>2</sub>Fe<sub>3</sub>Al. *J. Mech. Sci. Technol.* 2018. Vol. 32. P. 315–322.
13. Zakiev V., Markovsky A., Aznakayev E., Zakiev I., Gursky E., Micro-mechanical properties of bio-materials. *Proc. SPIE 5959, Medical Imaging, 595916 (23 September 2005), Event: Congress on Optics and Optoelectronics.* 2005. Warsaw, Poland.
14. Сидельников В.Н., Гурьянова Л.В., Уткин В.А., Малахов В.В. Каталог сокращенных масс-спектров. Новосибирск: Наука, 1981. 187 с.
15. Loeb L.V. *The Kinetic Theory of Gases.* Dover Publications. 3rd ed. 2004. 736 p.
16. Грег С., Синг К. Адсорбция, удельная поверхность, пористость. Пер. с англ. 2-е изд. Москва: Мир, 1984. 306 с.

Надійшла до редакції 30.11.22

Після доопрацювання 30.11.22

Прийнята до опублікування 07.12.22