

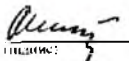
НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ УКРАЇНИ  
«КИЇВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ  
імені ІГОРЯ СІКОРСЬКОГО»  
Інженерно-фізичний факультет  
Кафедра високотемпературних матеріалів та порошкової металургії

«На правах рукопису»

УДК 621.762.5

«До захисту допущено»

Завідувач кафедри

  
V. I. Mazur  
(підпис, прізвище)  
13 05 2020 р.


Магістерська дисертація  
за освітньо-науковою програмою

зі спеціальності 132 Матеріалознавство

на тему: Формування структури та властивостей твердих сплавів ВК отриманих електронно-променевим спіканням


Виконала магістрантка II курсу, групи ФК-81-мн

Пономаренко Лілія Анатоліївна

  
(підпис)

Науковий керівник

доцент, к. т. н., Сисоєв М. О.  
(науковий ступінь, вчене звання, прізвище, ініціали)

  
(підпис)

Консультант

(Охорона праці та безпека в надзвичайних ситуаціях)

професор, д. т. н., Левченко О. Г.  
(науковий ступінь, вчене звання, прізвище, ініціали)

(підпис)

Рецензент

зав. каф. 2П, д. т. н., проф. Смирнов С. М.  
(посада, науковий ступінь, вчене звання, прізвище, ініціали)

(підпис)

Засвідчую, що у цій магістерській дисертації  
немає запозичень з праць інших авторів без  
відповідних посилань

Магістрант   
(підпис)


Київ – 2020 року

**Національний технічний університет України  
«Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського»**

Факультет	Інженерно-фізичний
Кафедра	Високотемпературних матеріалів та порошкової металургії
Рівень вищої освіти	другий (магістерський)
Спеціальність	132 МАТЕРІАЛОЗНАВСТВО
Освітньо-професійна програма	Нанотехнології та комп'ютерний дизайн матеріалів
Вибірковий блок	Матеріалознавство композитів і покриттів

“ЗАТВЕРДЖУЮ”

Завідувач кафедри

  
В. І. Мазур  
(прізвище, ім'я, по-батькові)

"13" 05 2020 р.

**З А В Д А Н Н Я**

на магістерську дисертацію магістранту

**Пономаренко Лілія Анатоліївна**

(прізвище, ім'я, по-батькові)

1. Тема дисертації: Формування структури та властивостей твердих сплавів ВК отриманих електронно-променевим спіканням.
2. Науковий керівник: кандидат технічних наук, доцент, Сисоєв М.О., затверджений наказом по університету від 17 березня 2020 року № 893-с.
3. Строк подання дисертації: 13.05.2020.
4. Предмет дослідження: закономірності формування мікроструктури та властивостей твердого сплаву ВК8 отриманого електронно-променевим спіканням порошкових заготовок.

5. Перелік завдань, які потрібно розробити (зміст пояснювальної записки):

а) літературний огляд:

– провести аналіз умов роботи твердосплавного волочильного інструменту  
– провести аналіз сучасного стану теорії і технології отримання твердих сплавів типу ВК;

– проаналізувати напрямки та методи поліпшення властивостей властивостей твердих сплавів на основі карбіду вольфраму

б) експериментальна частина:

– дослідити властивості, хімічний та фазовий склад вихідних матеріалів;  
– розробити технологічну схему для виробництва матеріалів з порошку ВК8 електронно-променевим методом;

– отримати зразки електронно-променевим методом та дослідити їх структуру, фазовий склад і механічні властивості;

в) обговорення результатів:

– проаналізувати отримані результати та зробити висновки.

г) визначити шкідливі та небезпечні виробничі фактори:

– провести аналіз шкідливих і небезпечних виробничих факторів (мікроклімат, шум, випромінювання, вібрація та ін);

– розробка інженерних рішень для безпеки праці;

– розрахунок вентиляції приміщення;

– заходи безпеки в умовах надзвичайної ситуації.

6. Перелік графічного матеріалу:

а) технологічна схема отримання виробів з порошків твердого сплаву ВК8 методом електронно-променевого спікання;

б) макро- та мікроструктури спечених зразків отриманих при різних режимах спікання;

в) макромеханічні характеристики одержаних зразків;

г) рентгенограми.

7. Орієнтовний перелік публікацій

а) Електронно променеве спікання твердих сплавів.


б) Вплив термічної обробки на властивості твердого сплаву ВК8.

8. Консультанти розділів дисертації

Розділ	Прізвище, ініціали та посада консультанта	Підпис, дата	
		завдання видав	завдання прийняв
Розділ охорони праці та безпеки в надзвичайних ситуаціях	Зав. кафедри ОПЦБ, Левченко О. Г., д. т. н., професор	10.04.2020	20.04.2020

8. Дата видачі завдання: 03.02.2020.

## КАЛЕНДАРНИЙ ПЛАН

№ п/п	Назва етапів виконання магістерської дисертації	Строк виконання етапів магістерської дисертації	Примітка
1	Збір та аналізування інформації щодо властивостей твердих сплавів та методу впливу на них. Аналізування сучасних методів поліпшення властивостей твердих сплавів	28.01.2019	виконано 
2	Підготовка вихідних матеріалів. Виготовлення порошкової шихти сплаву ВК8, в тому числі з різним вмістом вільного вуглецю.	08.02.2019	виконано 
3	Формування зразків з порошків твердого сплаву ВК8.	14.02.2019	виконано 
4	Спікання зразків з порошків твердого сплаву ВК8 електронним променем в установці СВ-112	18.02.2019	виконано 
5	Визначення щільності зразків та усадки	20.02.2019	виконано 
6	Проведення ТО для зразків з твердого сплаву ВК8	06.03.2019	виконано 
7	Виготовлення шліфів та проведення досліджень структури спечених зразків	15.05.2019	виконано 
8	Визначення твердості та мікротвердості	30.09.2019	виконано 
9	Проведення рентгенофазових досліджень	20.12.2019	виконано 
10	Оформлення результатів та написання пояснювальної записки	05.05.2020	виконано 

Магістрантка



Л. А. Пономаренко  
(ініціали та прізвище)

Науковий керівник дисертації



М. О. Сисоєв

## РЕЦЕНЗІЯ

на магістерську дисертацію  
на здобуття ступеня магістра,

виконану на тему: «Формування структури та властивостей твердих сплавів ВК  
отриманих електронно-променевим спіканням порошкових пресовок»  
студенткою Пономаренко Лілією Анатоліївною

Як відомо, проблема дефіциту вольфраму викликає необхідність в пошуку альтернативних матеріалів для виготовлення твердосплавного інструменту, а також розробці методів поліпшення властивостей вольфрамівмісних твердих сплавів. Одним з найперспективніших методів підвищення експлуатаційних характеристик інструменту з твердого сплаву ВК, є отримання консолідованого сплаву з ультрадисперсним карбідом вольфраму. Новою та малодослідженою, серед технологій збереження вихідного розміру зерен WC при консолідації твердого сплаву ВК, є технологія електронно-променевого спікання. Тому робота Пономаренко Л.А. спрямована на вивчення процесів формування структури та властивостей твердого сплаву ВК8, отриманого електронно-променевим спіканням, є актуальною.

Пономаренко Л.А. в магістерській дисертації експериментально досліджено вплив кінетичних параметрів спікання, температури та часу витримки при досягненні температури спікання. Встановлено, що оптимальною температурою спікання твердого сплаву ВК8 при електронно-променевому нагріві є 1380-1400 °С, а час витримки 30 с, що забезпечує отримання виробів з твердістю 86 - 90 HRA та розміром зерен 0,5 – 2 мкм. Досліджено вплив швидкості обертання та встановлено, що відсутність тріщиноподібних дефектів забезпечується при швидкості обертання більше 0,05 об/с для зразків зі сплаву ВК8.

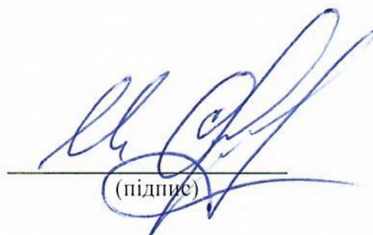
Експериментально підтверджено позитивний вплив добавок вільного вуглецю в малих кількостях у вихідну шихту твердого сплаву ВК8 для запобігання утворення дефекту мікроструктури - η-фази, що суттєво впливає на експлуатаційні властивості виробів.

До зауважень слід віднести відсутність в роботі результатів по спіканню виробів не циліндричної форми та закономірності спікання виробів при електронно-променевому нагріві в стаціонарному режимі.

В цілому зроблені зауваження не знижують актуальність та вагомість отриманих результатів. Дисертаційна робота виконана на сучасному науковому рівні, має наукову та практичну цінність, відповідає вимогам, що висуваються до магістерських дисертаційних робіт. Заслуговує оцінки «відмінно», а її автор, Пономаренко Лілія Анатоліївна присудження ступеню магістра та присвоєння кваліфікації «магістр з матеріалознавства».

Рецензент

  
(посада, науковий ступінь, вчене звання)

  
(підпис)

  
(ініціали, прізвище)

**ВІДГУК**  
**наукового керівника магістерської дисертації**  
**на здобуття ступеня магістра,**  
**виконаної на тему: «Формування структури та властивостей твердих**  
**сплавів ВК отриманих електронно-променевим спіканням»**  
**студенткою Пономаренко Лілією Анатоліївною**

Магістерська робота виконувалась у рамках науково-дослідної роботи кафедри високотемпературних матеріалів та порошкової на інженерно-фізичному факультеті КПІ ім. Ігоря Сікорського. Головною метою роботи було вивчення впливу кінетичних параметрів спікання, температури та часу витримки, а також швидкості обертання зразків, вмісту добавок вільного вуглецю на властивості та формування структури твердого сплаву ВК8, отриманого електронно-променевим спіканням.

Пономаренко Л.А. продемонструвала вміння працювати з літературою, ставити завдання експериментальних досліджень та вирішувати їх. Як наслідок, провела ґрунтовні дослідження процесів отримання та формування структури твердого сплаву ВК8 при використанні електронно-променевого нагріву

Студенткою в роботі встановлено вплив температури спікання, часу витримки та швидкості обертання зразків на формування структури та властивостей твердого сплаву ВК8. Встановлено оптимальний вміст вільного вуглецю в складі вихідної шихти для уникнення появи структурних дефектів. Також досліджено вплив термічної обробки на зміну властивостей спеченого твердого сплаву ВК8 електронно-променевим нагрівом.

При обговоренні результатів Пономаренко Л.А. студентка проявила вміння, проводити аналіз результатів магістерської дисертації та робити правильні висновки з використанням сучасних уявлень про процеси консолідації твердих сплавів. Робота була виконана згідно календарного плану та без зауважень.

Вважаю, що виконана магістерська робота є цілісним науковим дослідженням, відповідає вимогам, що пред'являються до магістерських робіт, заслуговує присудження ступеню магістра та присвоєнню кваліфікації «магістр з матеріалознавства».

**Керівник дипломної роботи**

\_\_\_\_\_  
ДОЦ., К.Т.Н.,

(посада, науковий ступінь, вчене звання)

\_\_\_\_\_  
(підпис)

М.О. Сисоєв

(ініціали, прізвище)

## РЕФЕРАТ

Магістерська дисертація вміщує: 96 стор. 51 рис., 13 табл., 61 джерел.

### ТВЕРДИЙ СПЛАВ, КАРБІД ВОЛЬФРАМУ, ЕЛЕКТРОННО-ПРОМЕНЕВЕ СПІКАННЯ, СТРУКТУРНІ НАПРУЖЕННЯ, $\eta$ -ФАЗА

В роботі проведено дослідження процесу формування структури та властивостей твердих сплавів отриманих електронно-променевим спіканням, визначено оптимальні режими спікання твердого сплаву ВК8 та розроблено технологічний процес спікання твердих сплавів з використанням електронно-променевого нагріву.

Мета роботи – дослідити процес формування структури та властивостей твердих сплавів отриманих електронно-променевим спіканням пресовок. Визначити оптимальні режими спікання твердих сплавів типу ВК електронно-променевим нагрівом. Дослідити вплив проведення термічної обробки на структуру та властивості твердого сплаву отриманого електронно-променевим спіканням.

Об'єкт дослідження – процеси отримання твердого сплаву ВК8 в умовах швидкісного нагріву.

Предмет дослідження – закономірності формування мікроструктури та властивостей твердого сплаву ВК8 отриманого електронно-променевим спіканням порошкових заготовок.

Методи дослідження – отримання твердого сплаву спіканням з використанням електронно-променевого нагріву, проведення термічної обробки, дослідження структури та механічних властивостей отриманих матеріалів, обробка та аналіз отриманих результатів.

## ABSTRACT

The work contains: 96 p., 51 fig., 13 tables, 61 sources.

HARD ALLOY, TUNGSTEN CARBIDE, ELECTRON BEAM SINTERING, STRUCTURAL STRESS,  $\eta$ -PHASE

The paper investigates the process of forming the structure and properties of hard alloys obtained by electron beam sintering, determines the optimal sintering modes of solid alloy WC-Co8, and develops the technological process of sintering of alloys using electron beam heating.

The purpose of this work is to investigate the process of forming the structure and properties of hard alloys obtained by electron beam sintering of the presses, to determine the optimum sintering modes for hard alloys WC-Co8 by electron beam heating, to investigate the influence of heat treatment on the structure and properties of hard alloy obtained by electron beam sintering.

The object of study - the processes of obtaining a hard alloy WC-Co8 in terms of high-speed heating.

The subject of the study are the patterns of formation of microstructure and properties of WC-Co8 hard alloy obtained by electron beam sintering of powder blanks.

Research methods - obtaining a hard alloy by sintering using electron beam heating, conducting heat treatment, study of the structure and mechanical properties of the obtained materials, processing and analysis of the results.

## ЗМІСТ

ВСТУП.....	6
1 ЛІТЕРАТУРНИЙ ОГЛЯД .....	8
1.1 Аналіз умов експлуатації волочильного інструменту. Вимоги до матеріалу філь'єр .....	8
1.2 Матеріали для виготовлення волочильного інструменту.....	12
1.3 Загальна характеристика твердих сплавів та їх класифікація .....	15
1.4. Властивості карбїду вольфраму та фізичні основи утворення твердих сплавів на основі монокарбїду вольфраму при спіканні .....	17
1.5 Властивості твердих сплавів групи ВК та чинники, що на них впливають ..	22
1.6 Методи поліпшення властивостей твердих сплавів для волочильного інструменту .....	26
1.6.1 Створення ультрадисперсних та нанорозмірних твердих сплавів.....	26
1.6.2 Вплив об'ємної термічної обробки на властивості твердих сплавів .....	31
1.6.3 Зміцнення твердих сплавів впливом високоенергетичних джерел .....	32
1.7 Висновки та постановка завдання дослідження .....	33
2 ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА .....	34
2.1 Дослідження фізико-хімічних характеристик вихідних матеріалів .....	34
2.1.1. Визначення гранулометричного складу вихідних порошків твердих сплавів .....	35
2.1.2 Визначення хімічного складу вихідних порошків .....	37
2.1.3 Мікроструктурні дослідження вихідних порошків .....	38
2.2 Підготовка зразків та технологія спікання твердих сплавів електронним променем.....	43
2.3 Дослідження впливу температури електронно-променевого спікання.....	48

2.4 Дослідження впливу тривалості спікання .....	51
2.5 Дослідження впливу вмісту вільного вуглецю (графіту) в складі вихідної шихти.....	55
2.6 Дослідження впливу швидкості обертання зразків на властивості твердого сплаву .....	58
2.7 Дослідження впливу об'ємної термічної обробки на зміну властивостей твердих сплавів.....	60
3 ОБГОВОРЕННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ .....	63
4 ОХОРОНА ПРАЦІ ТА БЕЗПЕКА В НАДЗВИЧАЙНИХ СИТУАЦІЯХ .....	74
4.1 Аналіз шкідливих і небезпечних виробничих факторів (ШНВФ).....	74
4.2 Інженерні рішення для забезпечення безпеки праці .....	78
4.3 Розрахунок інженерного рішення .....	81
4.4 Вимоги безпеки в надзвичайних ситуаціях.....	84
4.5 Висновки до розділу .....	87
ВИСНОВКИ.....	88
CONCLUSIONS.....	89
ПЕРЕЛІК ДЖЕРЕЛ ПОСИЛАНЬ.....	90

## ВСТУП

В промисловості для виготовлення дроту, профілів та труб невеликих розмірів найчастіше використовують технологічну операцію безстружкової обробки – волочіння. Процес волочіння полягає у зменшенні поперечного перерізу та наданні постійних розмірів сортаменту, шляхом його протягування через інструмент, який називають волокою або філь'єром. Зважаючи на складні експлуатаційні умови використання філь'єрів, для їх виготовлення використовують матеріали, що володіють високою твердістю, міцністю та зносостійкістю. Для отримання труб та профілів великого перетину застосовують сталевий інструмент, а для тонкого дроту перерізом менше 0,4 мм з високою якістю поверхні – філь'єри із синтетичних алмазів [1]. Однак, найбільше використання мають твёрдосплавні філь'єри. Використання твёрдосплавних філь'єр для волочильного інструменту дозволяє в сотні разів підвищити його стійкість. При цьому найчастіше волоки виготовляють із металокераміки групи ВК.

Тверді сплави групи ВК характеризуються найкращим поєднанням механічних властивостей, серед усіх груп твердих сплавів. Це пояснюється тим, що карбід вольфраму WC, який складає основу композиції даної групи WC-Co, єдиний серед карбідів має високу твердість, теплостійкість та тугоплавкість при деякій його пластичності [1]. Крім того карбід вольфраму має найвищі, після алмазу та нітриду бору, показники модулю пружності серед всіх тугоплавких з'єднань, що використовуються для виготовлення твердих сплавів [2].

При цьому гостра дефіцитність вольфраму викликає потребу в пошуках нових доступних матеріалів для виготовлення твёрдосплавного інструменту. Проте, численні дослідження, проведені з метою пошуку альтернативних тугоплавких з'єднань, не дають результатів порівнянних з традиційними твердими сплавами групи ВК.

Великий вплив на властивості твердих сплавів чинить, також, дисперсність карбідних включень. Дрібнодисперсні тверді сплави типу ВК характеризуються підвищеними твердістю, в'язкістю, міцністю та зносостійкістю, що є необхідними

властивостями для довготривалої роботи волочильного інструменту. При цьому, формування мікроструктури твердих сплавів ВК базується, не лише на хімічному складі, дисперсності та якості вихідної сировини, а і на виборі високоефективної технології отримання твердих сплавів. Зростання карбідних зерен відбувається шляхом їх розчинення у рідкій кобальтовій фазі та перекристалізації на поверхні нерозчиненої карбідної фази. Тому важливим технологічним параметром при спіканні твердих сплавів є час температурного впливу.

Вченими інженерно-фізичного факультету Київського політехнічного інституту ім. Ігоря Сікорського було розроблено технологію спікання твердих сплавів при нагріві попередньо спресованих заготовок електронним променем. Застосування електронно-променевого нагріву дозволяє отримувати компактні та безпористі тверді сплави зі збереженням вихідної дрібнодисперсної структури порошку, а тривалість спікання не перевищує 1 хвилини. Однак новизна використовуваного методу спікання викликає потребу в проведенні фундаментальних досліджень впливу кінетичних параметрів спікання на властивості твердих сплавів отриманих методом електронно-променевого спікання.

**Мета роботи** – дослідити процес формування структури та властивостей твердих сплавів отриманих електронно-променевим спіканням пресовок. Визначити оптимальні режими спікання твердих сплавів типу ВК електронно-променевим нагрівом. Дослідити вплив проведення термічної обробки на структуру та властивості твердого сплаву отриманого електронно-променевим спіканням.

Отримані в магістерській дисертації результати можуть бути застосовані при розробці технології виготовлення твердосплавних виробів зі сплаву ВК8, що спікаються шляхом електронно-променевого нагріву.

## 1 ЛІТЕРАТУРНИЙ ОГЛЯД

### 1.1 Аналіз умов експлуатації волочильного інструменту. Вимоги до матеріалу філь'єр

Волочіння – це технологічний процес обробки металів тиском, під час якого відбувається пластична деформація матеріалу заготовки внаслідок її протягування через волочильний інструмент – філь'єру, отвір якої має менший поперечний перетин, ніж у вихідної заготовки. Під час волочіння поперечний перетин профілю, що протягується, зменшується, а довжина прямо пропорційно збільшується. Волочінням отримують не лише дрід, а і прутки, труби, полоси або профілі [3]–[5].

Технологічний процес волочіння зазвичай здійснюють в холодному стані. Гаряче волочіння використовують лише для складно деформованих металів та сплавів, зокрема вольфраму. Процес волочіння здійснюється шляхом прикладання тягнучого зусилля до захватного пристрою на волочильному стані. Для виробництва дроту, наприклад тягнуче зусилля створює барабан, що обертається від електричного двигуна із заданою швидкістю. Даний процес є низькопродуктивним та дорогим, порівняно з іншими процесами обробки тиском в гарячому стані, тому він використовується в якості чистової обробки профілю невеликого перетину [6].

Філь'єра представляє собою інструмент, що має канал заданої форми, через який здійснюється протягування оброблюваного матеріалу. Конструктивно волочильний канал філь'єри поділяють на чотири зони (рис. 1.1) [4]–[7]:

а) вхідний конус – призначений для подачі змащувальної рідини до волочильного каналу та облегшеного введення дроту в фільєру;

б) конус волочіння – робоча частина волочильного каналу, яка безпосередньо здійснює деформування притягнутого профілю, шляхом прикладення сил обтиснення;

в) циліндрична направляюча – здійснює калібрування профілю та надає його поперечному перетину заданих розмірів;

г) вихідний конус – слугує для попередження можливості утворення поверхневих дефектів профілю (задирів, подряпин та ін.) при виході профілю з волочильного інструменту.

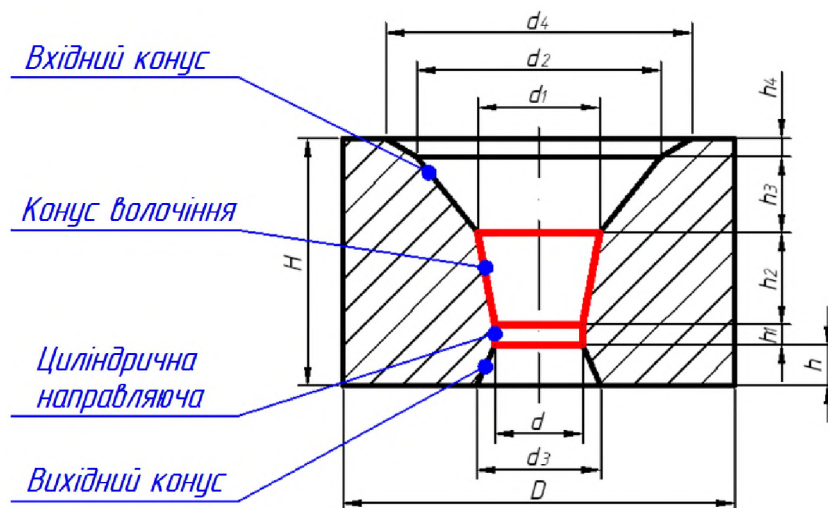


Рисунок 1.1 – Конструкція філь'єри волочильного стану

В загальному випадку волочильний інструмент працює в важких експлуатаційних умовах, що характеризуються високими контактними тисками, впливу підвищених температур та постійним зношуванням.

Величина контактного тиску напряму залежить від ступеня деформації та міцності матеріалу, що піддають волочінню. Так, при волочінні алюмінієвого дроту контактні тиски, що виникають у волочильному каналі складають  $70 \text{ Н/мм}^2$ , а при волочінні високо вуглецевої сталі сягають  $350 \text{ Н/мм}^2$ [4]–[5].

Робоча температура філь'єр при холодному волочінні становить зазвичай від  $250 \text{ }^\circ\text{C}$  до  $300 \text{ }^\circ\text{C}$ . Підвищення температури в робочому каналі філь'єр виникає внаслідок дії постійних високих контактних тисків та залежить від заданої швидкості процесу волочіння. Крім того, відомо, що тепло, що виділяється при волочінні викликано внутрішнім та зовнішнім тертям, що виникає у волочильному каналі. Внутрішнє тертя виникає при деформуванні матеріалу, що протягується, а зовнішнє на межі двох поверхонь: філь'єра – профіль, що протягується. В роботі [8] описано методику визначення температурного градієнту з використанням

термопар приєднаних до волоочильної філь'єри. На рисунку 1.2 зображено розподіл температури по перетину філь'єри, отримані експериментальним шляхом при волочинні середньо вуглецевого сталевого дроту при швидкості 425 м/с[5].

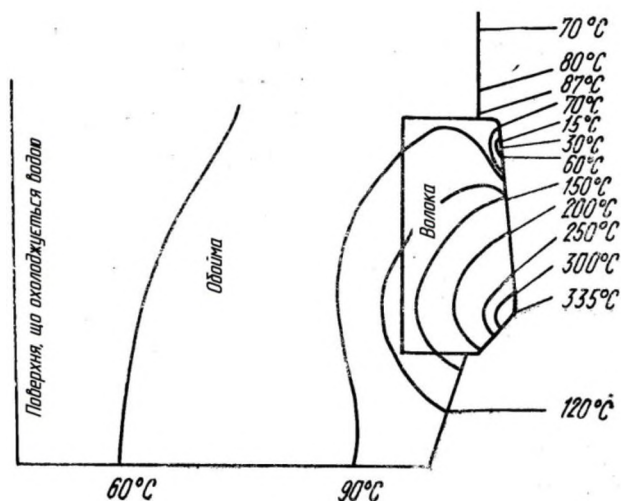


Рисунок 1.2 – Розподіл температур по перетину волоки при волочинні середньо вуглецевого сталевого дроту за швидкості 425 м/с

Шкідливий вплив підвищеної робочої температури волоочильного інструменту виражається не лише у зниженні його стійкості, а і призводить до окиснення змащувальної речовини, що в свою чергу викликає підвищення тертя та сил волочиння. Внаслідок підвищеного тертя відбувається зростання робочої температури, до значень близьких червоностійкості твердих сплавів (від 700 °С до 1000°С), при яких відбувається пришвидшений вихід з ладу твердосплавних філь'єр [5]. Крім того підвищення температури в робочому каналі філь'єри може призвести до погіршення якості волоочильного продукту.

Важливою складовою експлуатаційних умов роботи волочиння є тертя. Внутрішнє тертя є одним з основних негативних факторів, що виникають при волочинні. На подолання сил тертя у волоочильному виробництві витрачається 50% енергії [5]. Зовнішнє тертя призводить не лише до зношування волоочильного каналу, а і поверхні дроту, що протягують. При цьому на початковому етапі тертя

призводить до полірування поверхонь, що труться (прироблення поверхонь), а згодом до втомного руйнування волочильного інструменту.

До найбільш поширених типів зношування відносяться наступні [9]:

- а) абразивне зношування;
- б) утворення дрібних тріщин;
- в) гідроабразивне зношування (при наявності різкої змазки);
- г) зношування під час притирання (винесення часток);
- д) заїдання та утворення дрібної фракції;
- е) корозійне зношування.

Багато дефектів можуть виникати або посилюватись внаслідок побічних умов волочіння, до яких належать: не співвісність, наслідком якої є вібрації, що провокує ріст дрібних тріщин; фетинг-корозія корозія при потраплянні дрібних часток в робочий канал; електричні мікроструми викликані, поганим шліфуванням та введенням рідкої змазки на основі води [9].

Виходячи з описаних умов роботи волочильного інструменту, до його матеріалу ставлять наступні вимоги[3]–[9]:

а) матеріал філь'єри повинен мати високу стійкість проти зношування, він повинен володіти високою твердістю та одночасно чинити опір крихкому руйнуванню;

б) він повинен характеризуватися достатньою міцністю та витримувати дію контактних тисків, що виникають в процесі волочіння;

в) матеріал волочильного інструменту має володіти високою червоностійкістю в поєднанні з високою теплопровідністю, щоб швидко охолоджуватися в процесі виробництва дроту при підвищених швидкостях волочіння;

г) разом з тим матеріал повинен добре піддаватися механічній обробці, щоб забезпечувати можливість оброблення робочого каналу з високою якістю поверхні;

д) матеріал має бути хімічно стійким та не взаємодіяти з оброблюваним матеріалом і речовинами, що вводяться в якості змащення.

До вторинних вимог, що ставлять до матеріалу волочильного інструменту відносять: економічність та не дефіцитність компонентів, що входять до складу використовуваного сплаву; можливість переробки та повторного використання матеріалу; екологічність та безпека для навколишнього середовища при його виробництві.

## 1.2 Матеріали для виготовлення волочильного інструменту

Зважаючи на складні експлуатаційні умови використання філь'єрів, для їх виготовлення використовують матеріали, що володіють високою твердістю, міцністю та зносостійкістю. Найбільше використання мають твердосплавні філь'єри. Для отримання труб та профілів великого перетину застосовують сталевий інструмент, а для тонкого дроту перерізом менше 0,4 мм з високою якістю поверхні – філь'єри із синтетичних алмазів [10].

**Сталі** [3]–[5], [11]. Сталеві філь'єри використовують для волочіння труб діаметром 10-90 мм та більше, профілів, переріз яких становить більше 600 мм<sup>2</sup> та сталевого дроту з  $d > 25$  мм в умовах дрібносерійного виробництва. Їх використання пояснюється складністю та дорогавизною виготовлення твердосплавного інструменту великого розміру. Виробництво волок великих розмірів невідповідального призначення виконують зі сталей У7 та У8, для підвищення їх стійкості іноді виконують хромування, або використовують високо вуглецеві сталі (У12, У13) або високолеговані (Х12, Х12М та ін.).

Для підвищення стійкості сталевих волок виконують термічну обробку за режимами, що забезпечують найвищу зносостійкість (гартування зх. низьким відпуском). Хромування сталевих волок виконують електrolітичним методом, що дозволяє підвищити їх стійкість в 3-4 рази.

**Тверді сплави.** Використання твердих сплавів для виготовлення філь'єр дозволяє в 50-100 разів підвищити його стійкість. Тверді сплави використовують не лише для волочіння дроту, а і для деяких фасонних профілів малого та

середнього перетину. При цьому найчастіше волокни виготовляють із металокераміки групи ВК.

Слід зазначити, що виробництво волочильний інструменту є однією з перших галузей застосування металокерамічних твердих сплавів. Ще до появи твердих сплавів на світовому інструментальному ринку велися розробки по застосування литих вставок із карбідів вольфраму для волочильного інструменту [10].

Традиційно для виготовлення філь'єрів із металокераміки групи WC-Co використовують вітчизняні марки ВК3, ВК6, ВК8, ВК10, ВК15. Для волочіння дроту з кольорових металів найліпшим є застосування марки ВК3. Однак зі збільшенням поперечного перетину фасонного профілю, зростають вимоги до міцності твердосплавного інструменту, та ліпші експлуатаційні властивості показують сплави з більшим вмістом кобальту [3]–[6], [10]–[11].

Існують розробки по використанню твердосплавних філь'єрів із TiC, що у випадку волочіння деяких кольорових металів показують кращі результати, ніж філь'єри на основі WC, зокрема при волочінні тонкого вольфрамового дроту. Однак індивідуальність використання сплавів групи ТК у волочильному виробництві, не дає змоги їх поширенню на реальних підприємствах [10].

Порівняно з іншими матеріалами, застосування твердосплавного волочильного інструменту для виробництва дроту має наступний ряд переваг [12]:

а) твердосплавні філь'єри характеризуються більшою розмірною стійкістю в процесі експлуатації ніж сталі, що обумовлено їх високою твердістю та зносостійкістю;

б) вони мають високу корозійну стійкість, та менше піддаються впливу лужних емульсій та змащувальних рідин, що використовуються в процесі волочіння;

в) застосування металокерамічних філь'єр дозволяє проводити волочіння при більших швидкостях та більш сильному обтисненні;

г) стальний дріт, отриманий шляхом волочіння через твердосплавний інструмент характеризується високою точністю розмірів, гладкою поверхнею;

д) твердосплавні філь'єри мають більший експлуатаційний строк і вимагають менше виробничого часу на їх заміну;

е) волочильні стани, що працюють зі встановленими твердосплавними філь'єрами мають більшу продуктивність та високу економічну ефективність.

**Синтетичні алмази.** При волочінні тонкого дроту з діаметром менше 0,2 мм використовують алмазні філь'єри. При волочінні тонкого дроту твердосплавні філь'єри дуже швидко зношуються, і отримання необхідних геометричних розмірів волочильного продукту стає неможливим. Алмаз характеризується найвищою твердістю та зносостійкістю серед усіх існуючих матеріалів, поряд з тим він є дуже крихким, тому може протистояти тиску матеріалу, що протягується лише при дуже малому внутрішньому отворі.

Зазвичай розміри алмазних філь'єр знаходяться в межах від 0,1 карата до 0,6 карат (1 карат = 0,2 грами). На відміну від інших алмазних інструментів, що ставлять вимоги до високої поверхневої твердості матеріалу, для алмазів філь'єр важливою є висока твердість серцевини. Зона каналу алмазного філь'єра не повинна мати поверхневих дефектів – тріщин, порожнин тв. сторонніх включень.

В залежності від матеріалу, що протягуються через алмазну філь'єру їх поділяють на наступні класи [11]:

а) клас М - волокни, призначені для холодного волочіння м'яких металів і сплавів - міді, алюмінію, цинку, срібла, золота і платини;

б) клас П - волокни призначені для холодного волочіння напівтвердих металів і сплавів - латуні, фосфористої бронзи, константана, нікелю і нормальної сталі;

в) клас Т - волокни, призначені для холодного волочіння високоміцних металів і сплавів, ніхрому, нержавіючої та інших марок твердих сталей, а також гарячого волочіння вольфраму і молібдену.

### 1.3 Загальна характеристика твердих сплавів та їх класифікація

Тверді сплави з литих карбідів з'явилися у 1907 р. Ці сплави – стеліти – внаслідок високої крихкості не набули великого поширення для виготовлення металорізальних інструментів. У 1925 р. з'явилися тверді сплави нового типу – металокерамічні. Перший сплав цього типу називався «WidiaN», що в перекладі українською мовою означає «як алмаз». Сплави металокерамічного типу порівняно з литими сплавами мають значно меншу крихкість. У Радянському Союзі виробничий випуск першого металокерамічного твердого сплаву, який пізніше одержав назву «победит» («переможе»), почався у 1930 р [13]-[14].

Порошкові тверді сплави є інструментальними матеріалами, що складаються з високотвердих і тугоплавких карбідів вольфраму, титану, танталу і цементуючого металу — кобальту, що виконує роль зв'язки, в ряді сплавів використовується також нікель з молібденом [15].

Тверді сплави виготовляють методом порошкової металургії. Порошки карбідів змішують з порошком кобальту, пресують і спікають при 1400-1500 °С. При спіканні кобальт розчиняє частину карбідів і плавиться. У результаті виходить щільний матеріал (пористість не перевищує 2 %), структура якого на 80-95 % складається з карбідних часток, з'єднаних зв'язкою[15].

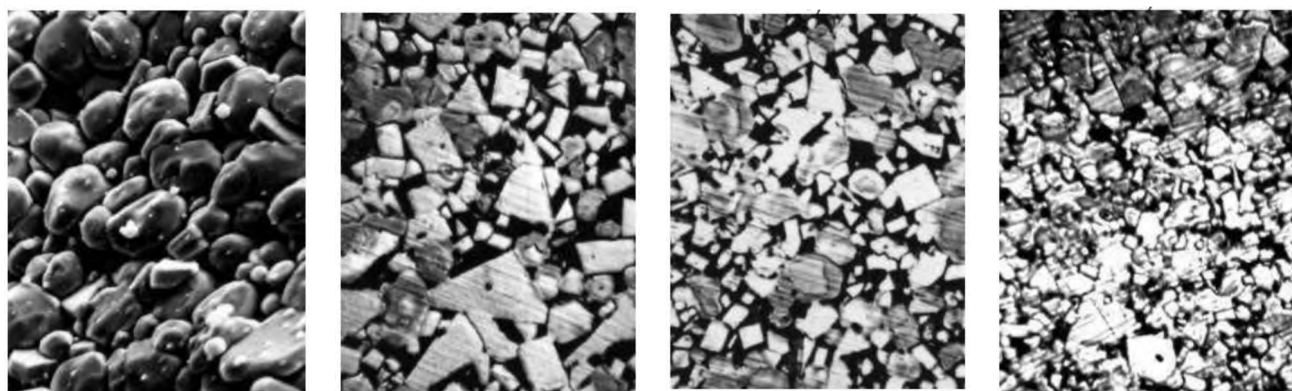
Тверді сплави для ріжучого інструменту виготовляють у вигляді пластин, якими оснащують різці, свердла, фрези та інші. Такі інструменти характеризуються високою твердістю 80-97 HRA (74-76 HRC), зносостійкістю в поєднанні з високою теплостійкістю (до 800-1000 °С). Тверді сплави характеризуються також високим модулем пружності (до  $6,8 \cdot 10^5$  МПа) і межею міцності на стиск (до 6000 МПа) [13]–[15].

Класифікуючи тверді сплави за структурою та природою карбідної фази автори [1], [10], [13], [15]–[17] виділяють наступні три групи металокерамічних твердих сплавів:

а) одно карбідні сплави WC-Co (BK): BK2...BK20. зерна мають форму неправильних багатогранників (рис 1.3, а, б). Пластичність сплавів зростає з підвищенням вмісту кобальту, а пластичність навпаки знажується;

б) двокарбідні сплави WC – TiC– Co типу ТК: T5K10, T14K8, T15K6 і ін. При спіканні, унаслідок дифузії і розчинення вольфраму і вуглецю в карбіді титану, структура таких сплавів перебуває більш ніж на 50% з складного карбиду (Ti, W) C, інше – карбіди WC і Co – зв'язка. (мал. 1.3, в). При підвищенні початкового вмісту TiC (сплави T30K4, T60K6) отримують сплави однокарбідні, що складаються тільки з карбідів (Ti, W) C, що мають округлу або овальну форму. Складний карбід (Ti, W) C має вищу твердість, ніж WC, але і вищу крихкість. До цієї ж групи відносяться і сплави з карбідом танталу WC-TaC-Co;

в) сплави трьохкарбідні WC-TiC-TaC – Co типу ТТК (ТТ7К12, ТТ8К6 і ін). У їх структурі присутній твердий розчин (Ti, Ta, W) C, зерна якого також мають округлу форму (мал. 1.3, г). Якщо кількість WC в цих сплавах менше межі розчинності, то структура їх двофазна, якщо більше – трьохфазна: (Ti, Ta, W)C+WC+Co. Сплави ТТК мають вищу зносостійкість, в'язкість, добре чинять опір вібраціям. Проте зважаючи на вищу ціну і дефіцитність вони набули значно меншого поширення, ніж сплави BK і ТК.



а

б

в

г

а, б - BK6; в - T5K10; г - TT10K8; а, г - x2000; б, в - x1600

Рисунок 1.3 – Поверхня (а) і мікроструктура (б-г) твердих сплавів [15]

Окрім сплавів на основі карбідів вольфраму, деякого поширення набули дешевші сплави з карбідами хрому, а також безвольфрамові сплави – так звані кермети на основі карбіду титана TiC або нітриду титана TiN. Такі сплави випускаються з кобальтовою або нікелевою зв'язками – типів КТК, КТН, НТН..

Основними недоліками цих матеріалів є висока крихкість, а також складність виготовлення фасонних виробів.

Нині існують наступні основні тенденції розвитку твердих сплавів [16]:

а) Варіювання хімічного складу двох - і трьохкарбідних сплавів, заміна титану ніобієм і введення мікроприсадок бору.

б) Розробка технології отримання особливо дрібнозернистих однокарбідних сплавів.

в) Створення без вольфрамових твердих сплавів на основі карбідів титану.

г) Розробка складу і способів нанесення на непереточувані твердосплавні пластини зносостійких і твердих покриттів.

д) Розробка без карбідних твердих сплавів.

#### **1.4. Властивості карбіду вольфраму та фізичні основи утворення твердих сплавів на основі монокарбіду вольфраму при спіканні**

Монокристал карбіду вольфраму має гексагональну кристалічну ґратку с параметрами  $a = 2,906 \text{ \AA}$  и  $c = 2,837 \text{ \AA}$ . [18]. Карбід вольфраму поєднує в собі високу твердість  $HV \approx 17$ , високий модуль Юнга  $E \approx 720 \text{ ГПа}$  та високу як для тугоплавких з'єднань характеристику пластичності  $\delta_H \approx 0,82$  визначену методом ідентування, що робить його унікальним за властивостями (табл.1.1) тугоплавким з'єднанням [19].

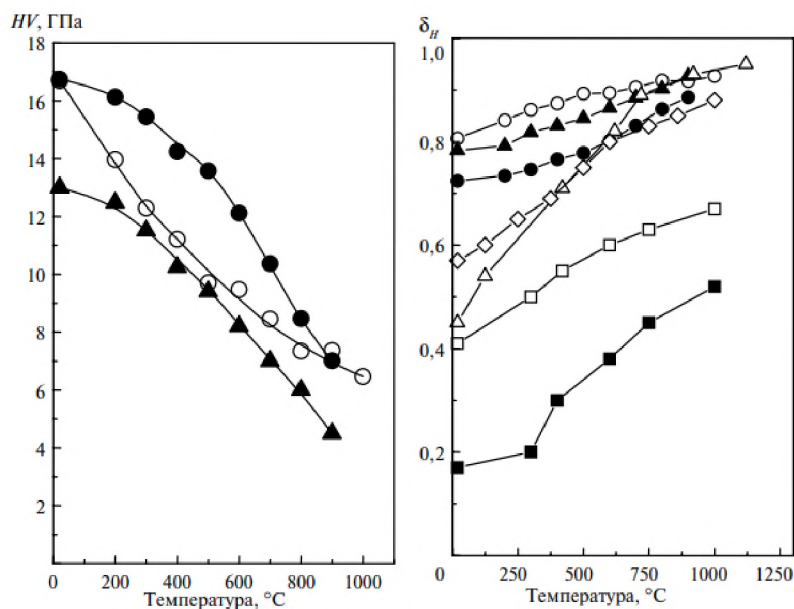
Енергія активації руху дислокацій карбіду вольфраму близька до Si, Ge, що мають ковалентний тип зв'язку та становить  $U \approx 1,8 \text{ eV}$  [7].

Залежність зміни мікротвердості від температури нагріву має експоненціальний характер, та знижується з підвищенням температури. На

рисунку 1.4 (а), представлено залежності зміни мікротвердості при підвищенні температури для карбіду вольфраму, а також для сплавів ВК6 та ВК15.

Таблиця 1.1 – Властивості монокарбіду вольфраму [20]

Властивість	Значення
Густина	15,77 г / см <sup>3</sup>
Температура плавлення	2780 °С
Твердість по Роквеллу	92-94 HRA
Теплопровідність	29,33 Вт / (м · К)
Коефіцієнт лінійного теплового розширення	3,84-3,9 · 10 <sup>-6</sup> 1 / К
Коефіцієнт електронної теплоємності	0,79 мДж / (моль · К <sup>2</sup> )
Коефіцієнт термо-ЕРС	-23,3 мкВ / К
Питомий електричний опір	9,2 ± 0,3 мкОм · см при 20 °С
Питома електропровідність	52200 Ом <sup>-1</sup> · см <sup>-1</sup>
Термічний коефіцієнт електроопору	+ 0,495 · 10 <sup>-3</sup> 1 / К при 20-1500 °С
Ентальпія утворення	-35,17 кДж / моль
Постійна Річардсона	2,7 А / (см <sup>2</sup> · К <sup>2</sup> )
Постійна Холла	(-21,8 ± 0,3) × 10 <sup>4</sup> см <sup>3</sup> / Кл



а)

б)

а - WC (○), WC-6Co (●), WC-15Co (▲); б - WC (○), TiC (Δ), B<sub>4</sub>C (□), NbC (◇), WC-6Co (◆), WC-15Co (▲), B<sub>4</sub>C + 40ZrB<sub>2</sub> (■)

Рисунок 1.3 – Залежність температури від мікротвердості (а) та характеристики пластичності  $\delta_H$  (б) [19]

Характеристика пластичності  $\delta_H$  підвищується зі збільшенням температури, при чому для карбіду вольфраму її показники є вищими ніж для карбідів ніобію, титану бору та деяких інших тугоплавких з'єднань (рис. 1.4, б).

Розглядаючи діаграму стану системи W–C–Co при температурі затвердіння сплавів, слід зазначити наступні положення [10, 21]:

а) Система містить однофазну область  $\gamma$ , що свідчить про суттєву розчинність вуглецю та вольфраму в кобальті.

б) Система характеризується розрізом по лінії Co – WC, що розділяє діаграму на дві основні області, на рис. 1.4 перша з них розташована вище, а друга – нижче розрізу по лінії Co – WC.

в) Вище лінії Co – WC розташовується трифазна область  $\gamma + WC + C$  і (уздовж лінії Co – C) вузька двофазна область  $\gamma + C$ .

г) Характер і розташування фазових полів в області діаграми нижче лінії Co– WC визначається існуванням у системі трьох потрійних сполук (кобальт — вольфрам – вуглець), що позначаються як фази  $\eta_1$ ,  $\eta_2$ ,  $\kappa$ . Два з них володіють кубічною гранецентрованою решіткою, а третє (фаза  $\kappa$ ) - гексагональною.

Як видно з фазової діаграми потрійної системи W – C – Co (рис. 1.4), в ній при зниженому вмісті вуглецю можливе утворення потрійних сполук типу  $\eta$ -карбідів або твердого розчину  $Co_3W_3C_y$ , на основі  $\eta$ -карбідів  $Co_4W_2C$  і  $Co_2W_4C$ . Подальше зменшення вмісту вуглецю у твердому розчині  $Co_3W_3C_y$  призводить до появи на потрійній діаграмі карбіду  $\sim Co_6W_6C_y$  [22]. Зазначені потрійні сполуки і їх тверді розчини мають підвищену крихкість, тому для отримання твердих сплавів реально використовується перетин WC-Co, де утворення потрійних сполук виключено. У промислових твердих сплавах WC-Co в залежності від їх призначення вміст Co змінюється від 2 до 18 мас. % [10].

д) В області Co – WC – C – Co, поблизу лінії Co – C, розташована потрійна евтектика  $\gamma + WC + C$  (22-24% W, 73-75% CO, 2,3-2,4% (мас.) C], що утворюється при стабільній кристалізації. Температура плавлення евтектики 1300 °C.

В ідеальному випадку спечений сплав WC-Co є двофазним і містить тільки зерна карбіду WC і металеву зв'язку між ними. У разі нестачі або надлишку вуглецю сплав стає трифазним і містить додатково  $\eta$ -фазу  $\text{Co}_3\text{W}_3\text{C}_y$  (при нестачі вуглецю) або включення графіту (при надлишку вуглецю). Включення графіту, а також наявність дуже великих (в кілька разів більше середнього розміру) зерен WC істотно знижують довговічність сплавів [10], [22].

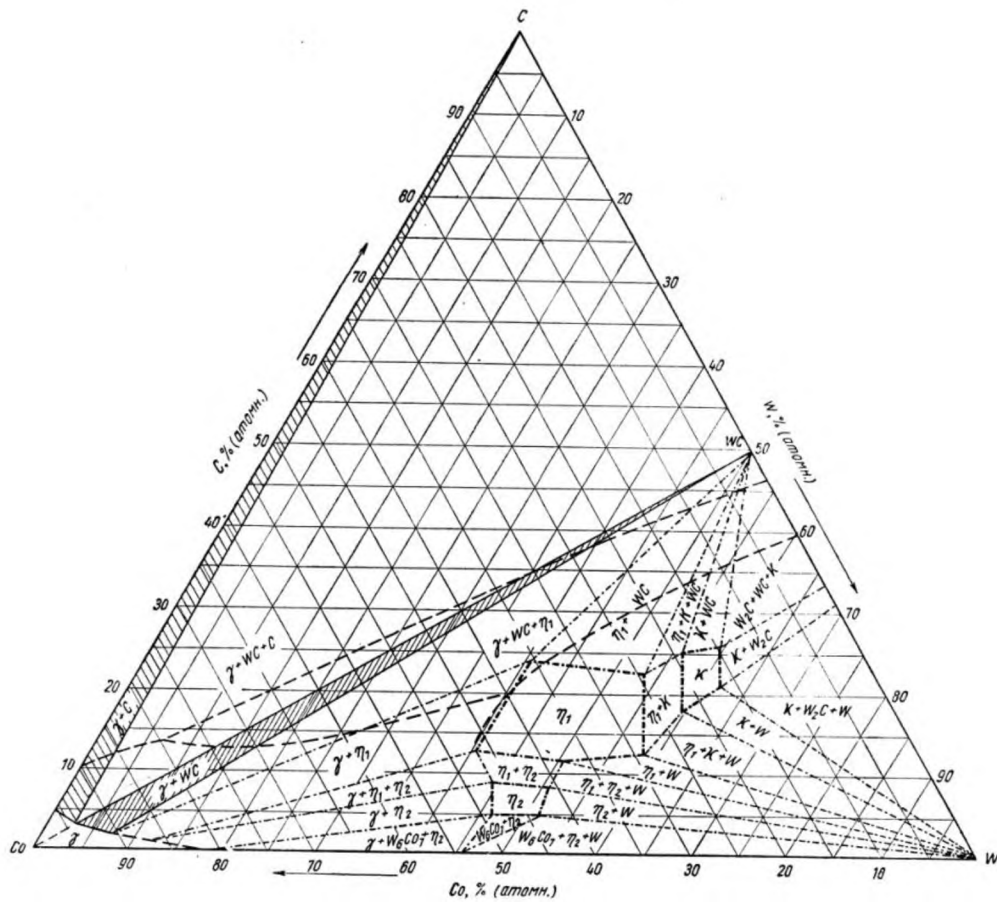


Рисунок 1.4 – Діаграма стану системи W– C – Co[10]

Найважливішою операцією традиційної технології виготовлення твердих сплавів є спікання заготовки, спресованої з порошкової суміші з добавкою пластифікатора [1], [17]. Спікання проводиться при температурах від 1380 °C до 1500 °C. Під час спікання твердого сплаву WC-Co в ньому утворюється деяка кількість рідкої фази - розплавленого кобальту. Крайовий кут змочування карбіду WC кобальтом дорівнює нулю, тому розплавлений кобальт повністю змочує зерна

карбіду вольфраму і частково розчиняє їх з подальшою кристалізацією при охолодженні. В цілому в процесі спікання твердого сплаву при температурі вище 400 °С видаляється пластифікатор; при температурі від 400 °С до 700 °С відновлюються домішкові оксиди вольфраму і кобальту, а в інтервалі температур від 780 °С до 1100 °С відбувається зварювання окремих карбідних зерен в місцях їх зіткнення. Потім при температурі від 1400 °С до 1570 °С утворюється твердий розчин карбіду вольфраму в кобальті, відбувається усадка виробу і весь кобальт переходить в рідку фазу. При температурі від 1550 °С до 1670 °С в результаті переміщення карбідних зерен в рідкій фазі закінчується ущільнення виробу. Подальше підвищення температури від 1500 °С до 1550 °С супроводжується додатковим розчиненням зерен карбіду WC в кобальті з одного боку, і зростанням карбідних зерен внаслідок перекристалізації через рідку фазу з іншого боку, одночасно відбувається повна дегазація сплаву. Після витримки при максимальній температурі спікання в процесі охолодження з рідкої фази на поверхню наявних карбідних зерен випадає розчинений карбід вольфраму, що супроводжується зростанням зерен.

Рушійною силою інтенсифікації процесу спікання є прагнення карбідних фаз до загальної мінімальної поверхневої енергії, шляхом утворення додаткових міжкристалітних границь і міжфазних поверхонь. На цій стадії можуть відбуватися наступні процеси [10]:

- а) розчинення та наступне осадження фази WC на поверхні зерен з мешою поверхневою енергією;
- б) розвиток міжзеренних контактів з утворенням «двогранного кута»;
- в) зростання сусідніх зерен як наслідок процесу коалесценції;
- г) зчеплення (адгезія) сусідніх зерен, що отримали в процесі перегрупування під час ущільнення орієнтацію, що задовольняє вимогу «двогранного кута».

Відомо, що ріст зерен карбіду вольфраму відбувається за механізмом «розчинення – осадження», іншими словами перекристалізацією через рідку фазу. Дрібні зерна карбіду вольфраму, маючи високу поверхневу енергію розчиняються у розплавленому кобальті після чого осаджуються на більш крупних зернах карбіду

вольфраму. При цьому більш крупні зерна збільшуються в розмірі та набувають певної геометричної огранки. Тому важливими параметрами процесу спікання є температура нагріву, час витримки та кількість рідкої фази (вміст кобальту).

Явище зростання більш крупних зерен карбїду вольфраму за рахунок дрібних називають коалесценцією. Саме тому важливий вплив на інтенсивність росту зерен карбїду вольфраму чинить однорідність гранулометричного складу вихідної шихти.

В роботі [21] досліджено, що процес перекристалізації відбувається повільніше, і відповідно менш інтенсивно зростає зерно в сплавах, що знаходяться в області ( $\gamma + WC$ ) однак в деякій мірі характеризуються зневуглецюванням ніж в сплавах з підвищеним вмістом вуглецю.

Всі вказані явища та особливості, що відбуваються в процесі спікання необхідно враховувати при підборі технологічних параметрів спікання твердих сплавів для прогнозування властивостей готових виробів.

### **1.5 Властивості твердих сплавів групи ВК та чинники, що на них впливають**

Композиційна металокераміка з карбїду вольфраму (WC) і кобальту (Co) була розроблена в Німеччині на початку двадцятого століття [8]. Вона забезпечує твердість, опір зносу, і займає проміжну ланку по твердості між інструментальними сталями і алмазами. Також вона має чудову теплостійкість.

Висока зносостійкість матеріалів, як стверджується автором [2], забезпечується високими показниками двох характеристик: модуля пружності та енергії активації руху дислокацій. Відомо, що модуль пружності карбїду вольфраму складає близько 715 ГПа, а енергія активації руху дислокацій 1,5 еВ.

Поєднання високої твердості, міцності, модуля пружності разом з деякою пластичністю карбїду вольфраму, дозволяє матеріалам на його основі поєднувати високу зносостійкість та чинити опір крихким руйнуванням (при відсутності в структурі  $\eta$ -фази).

Типова мікроструктура твердого сплаву ВК проілюстрована на рис. 1.5, де сіра огранена фаза це карбід вольфраму, а більш світла фаза – твердий розчин кобальту.

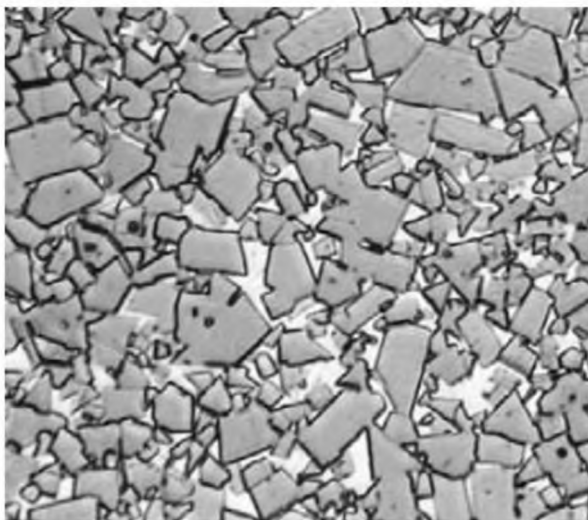


Рисунок 1.5 – Мікрофотографія композиту з карбїду вольфраму (сіра фаза) і кобальту (біла фаза) [8]

Твердість і зносостійкість, як правило, зменшуються з вмістом Co, однак, як показано на рис. 1.6. твердість і зносостійкість зазвичай зменшуються зі збільшенням розміру частинок карбїду або зерна [8]. В даний час розроблено велику кількість досліджень напрямлених на підвищення експлуатаційних властивостей твердих сплавів шляхом отримання ультра дисперсних та нанорозмірних твердих сплавів [25], про що буде детально розглянуто у наступному розділі.

Зі зростанням вмісту кобальту підвищуються теплопровідність сплавів та їх коефіцієнт термічного розширення (рис 1.7).

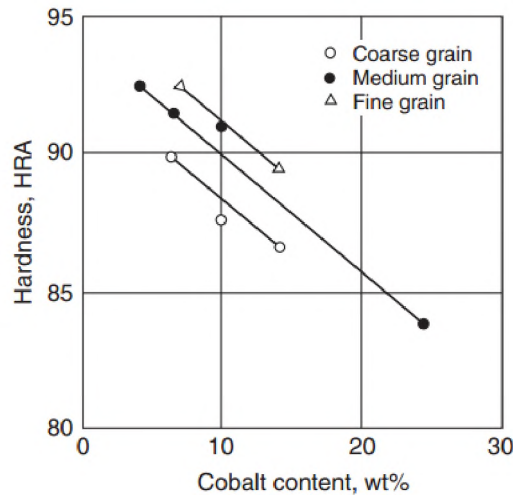
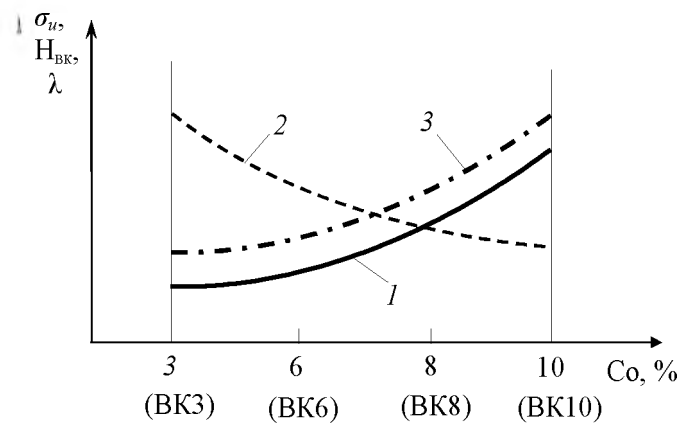


Рисунок 1.6 – Твердість сплавів WC – Co в залежності від вмісту Co і розміру зерна карбиду [24]

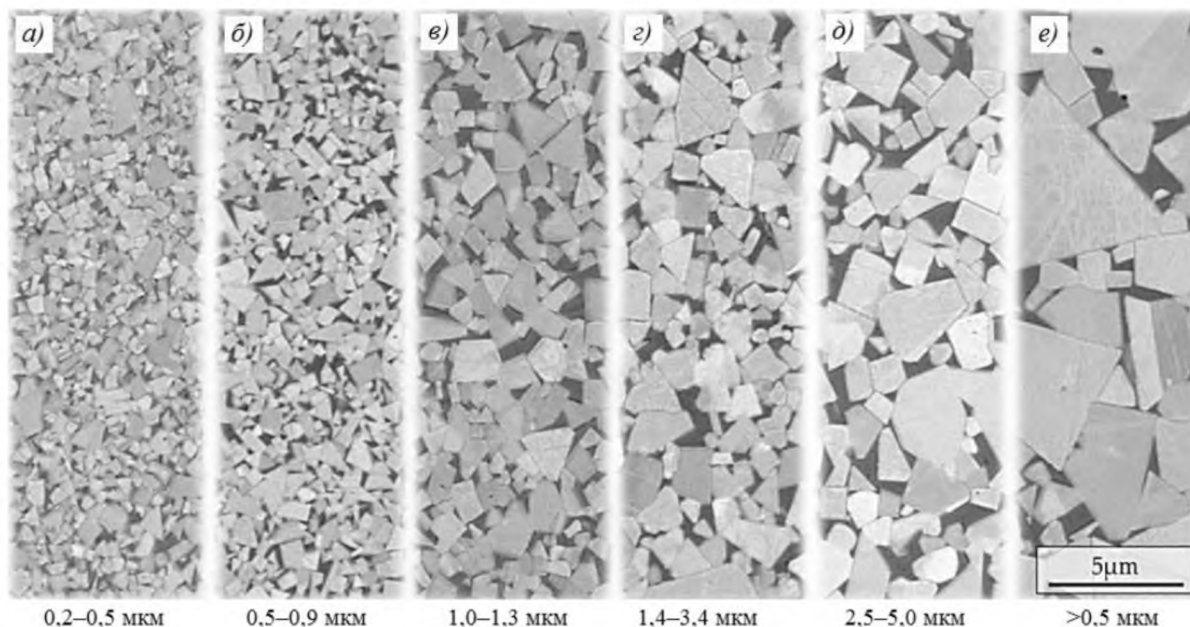


1 – міцність при вигині  $\sigma_3$ ; 2 – твердість  $H_{BK}$ ; 3 – теплопровідність  $\lambda$

Рисунок 1.7– Вплив кобальту на властивості твердого сплаву групи ВК [13]

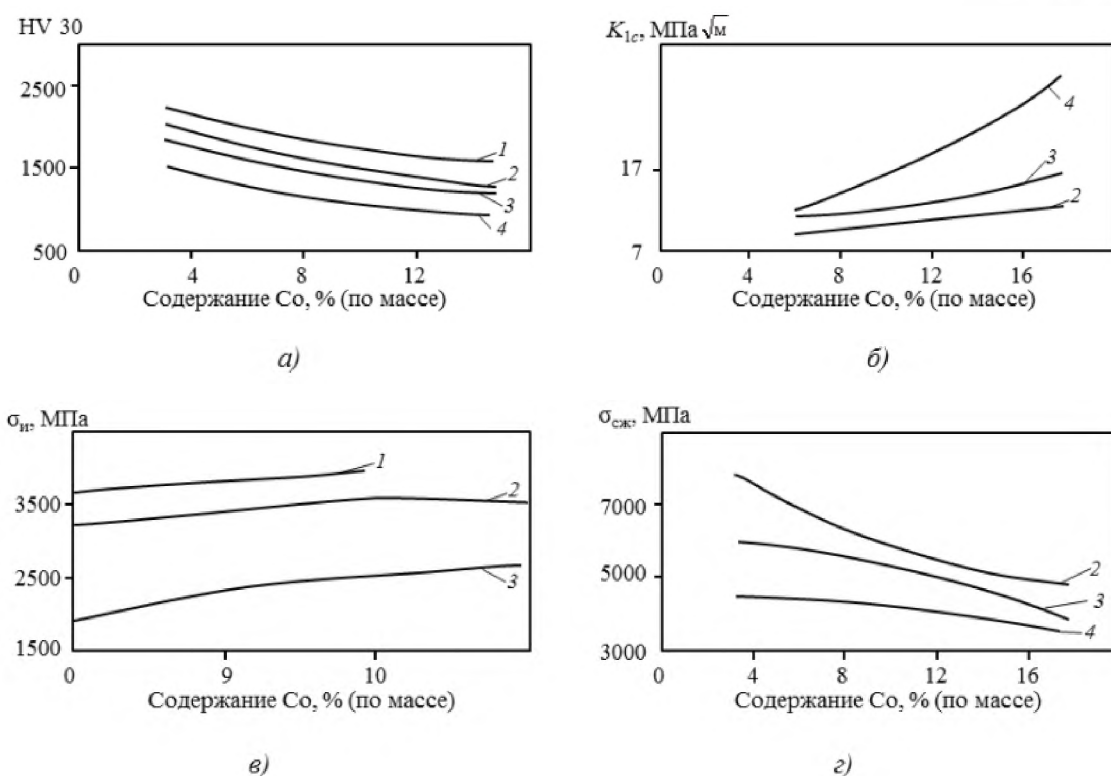
Особливий вплив на властивості твердих сплавів чинить розмір зерна, тому останнім часом існує тенденція до проведення досліджень по отриманню дрібнозернистих твердих сплавів. На рисунку 1.8 зображено структуру твердих сплавів в залежності від розміру зерен.

Зі зміною розміру зерен, змінюються і властивості твердого сплаву. Зменшення розміру зерен карбиду WC приводить до збільшення показників механічних властивостей твердих сплавів – твердість і міцність збільшуються, однак при цьому знижуються показники опору до крихкого руйнування (рис. 1.9) [26] – [28].



а – ультратонкі; б – субмікронні; в – тонкі; г – середні; д – великі; е – надвеликі

Рисунок 1.8 – Структура твердих сплавів в залежності від розміру WC [26]



1 – 0,2–0,5 мкм; 2 – 0,5–0,8 мкм; 3 – 0,8–1,3 мкм; 4 – 1,3–2,5 мкм

а – твердість HV 30; б – коефіцієнт інтенсивності напружень  $K_{1c}$ ; в – Межа міцності при згині  $\sigma_{\text{н}}$ ; г – межа міцності при стисненні  $\sigma_{\text{сж}}$

Рисунок 1.9 – Вплив розміру WC і вмісту кобальту на властивості твердих сплавів групи ВК в залежності від вмісту Co [26] – [28]

## 1.6 Методи поліпшення властивостей твердих сплавів для волочильного інструменту

### 1.6.1 Створення ультрадисперсних та нанорозмірних твердих сплавів

На основі проведеного аналізу, великий вплив на твердість, міцність, а особливо – зносостійкість, чинить розмірний фактор карбідних включень в структурі твердих сплавів (табл. 1.2).

Таблиця 1.2 – Вплив зменшення розміру зерен WC на властивості твердих сплавів [29]

<b>Підвищення властивостей</b>	<b>Відсутність впливу</b>	<b>Зниження властивостей</b>
Твердість	Щільність	Величина критичного дефекту
Міцність при згині	Модуль пружності	Вязкість руйнування
Опір зношуванню	Окалиностійкість	Опір температурному впливу
Тривалість механічного руйнування	Термічне подовження	Опір дифузійному зношуванню
Довжина термічних тріщин	Опір термічному удару	Кількість термічних тріщин

Середній розмір зерен карбідної фази після спікання помітно збільшується в порівнянні з розміром частинок вихідного порошку WC. Оскільки дрібнозернисті сплави володіють підвищеними експлуатаційними властивостями, то використання для спікання дрібнозернистої суміші дозволяє отримувати сплави більш високої якості. При інших рівних умовах розмір зерен в сплаві знижується при меншому вмісті кобальту внаслідок зменшення кількості рідкої фази і уповільнення зростання зерен шляхом перекристалізації через рідку фазу. Розмір зерен знижується також при зниженому вмісті вуглецю, але це веде до появи

крихкої  $\eta$ -фази. Уповільнення росту зерен карбідної фази в сплавах WC-Co досягається введенням легуючих добавок інших карбідів.

Для облегшення технологічного процесу компактування твердих сплавів використовують наступні методи [30], [31]:

- а) статичне та ізостатичне пресування;
- б) пресування в камері синтезу порошків (in-situ);
- в) динамічне магнітно-імпульсне пресування;
- г) ультразвукове компактування;
- д) вібраційне пресування;
- е) інтенсивна холодна пластична деформація;
- ж) прокатка в стрічку.

З метою зменшення зростання WC-фази застосовуються такі **методи спікання**:

- а) мікрохвильове спікання (MWS);
- б) електророзрядне при плазмовому нагріванні під тиском (PPS);
- в) високочастотний індукційний нагрів (HFISHS);
- г) іскрове плазмове спікання (SPS);
- д) газова екструзія;
- е) гаряче ізостатичне пресування (HIP);
- ж) гаряче імпульсне компактування (ROC);
- и) динамічне гаряче пресування (UPRC).

В роботі [32] наводяться результати традиційного методу спікання сплаву ВК8 на основі нано-розмірних карбиду вольфраму, отриманого в потоці термічної плазми електричного розряду. Після спікання сплав містив від 75 до 90 % зерен WC-фази розміром менше 0,5 мкм і більше 30 % - менше 0,2 мкм з дуже рівномірною мікроструктурою. Його твердість HRA = 93 - 94, а HV = 30 - 25 ГПа. Автори також відзначають підвищення міцності, але конкретні її значення не приводять.

У патенті [33] використано метод гарячого імпульсного компактування (ROC) нанорозмірної суміші WC – Co (WC – 8 % Co) з вихідним середнім розміром

зерна 50 нм. Температура спікання становила 1000 °С, час витримки 10 с, тиск 830 МПа. В результаті отримано розмір зерна WC-фази 150 нм.

Нанорозмірні суміші WC – 10 % Co з  $d_{\text{вих}} = 50$  нм спікали шляхом динамічного гарячого пресування (UPRC), який поєднує можливості високого тиску (ROC) з технологією швидкісного нагріву [34] при  $t = 1200$  °С під тиском 1000 МПа. Після такої обробки середнє значення зерна  $d_{\text{WC}} = 90$  нм.

Технологія іскрового плазмового спікання (SPS) була застосована до нанорозмірної суміші WC - 8 % Co з добавкою нанопорошків VC і TaC [25]. Суміші WC-Co ( $d_{\text{вих}} = 60$  нм) на основі плазмохімічного карбіду вольфраму ущільнювали до щільності, близької до теоретичної, і спікали при  $t = 1100$  °С,  $\tau = 10$  с. В результаті був отриманий сплав з розподілом зерен WC-фази з розміром від 200 нм до 2 мкм.

В роботі [36] для нанорозмірних сплавів, спечених за технології імпульсного спікання (PPS), наводяться значення твердості 2250 HV і в'язкості руйнування  $15,3$  МПа  $\cdot$  м<sup>1/2</sup>, (визначеної за методом Палмквіста, а не стандартним способом тестування - методом короткого стрижня з надрізом). Для збереження малого розміру зерна застосовувалися температури 1100-1200 °С, швидкість нагріву 100 - 150 °С/хв, тиск 50 - 60 МПа [36].

Технологія імпульсного спікання [37], що характеризується коротким часом ущільнення при низькій температурі, дозволяє без добавки інгібіторів росту зерна отримувати остаточний розмір зерна в діапазоні 50-800 нм.

Незважаючи на велику кількість робіт по спіканню нанорозмірного сплаву WC-Co з допомогою методу SPS, проте залишаються проблеми, пов'язані з тим, що не завжди вдається отримувати матеріали з відносною щільністю 99,9 % і розміром зерна менше 70 нм. В якості пояснення цього в роботах [38] висунуто припущення, що при використанні високошвидкісних способів спікання важко досягти рівноваги при дифузійно-в'язкому перебігу в об'ємі зразка, що призводить до формування мікроструктури, відмінної від отриманої традиційним спіканням.

Під час спікання твердих сплавів визначаються два механізми зростання зерна [39]:

а) Закономірне зростання зерна – зростання зерна карбіду вольфраму відбувається в процесі твердо - і рідкофазного спікання в результаті розчинення в Со-фазі дрібних зерен і переосадження (перекристалізації) їх на більших зернах відповідно до Закону Оствальда. Високий вміст вуглецю в системі, що спікається сприяє зростанню зерна карбіду вольфраму.

б) Неконтрольоване (катастрофічне) зростання зерна – локальне зростання окремих зерен карбіду вольфраму в процесі всіх стадій спікання, визначається хімічними і морфологічними чинниками, такими як агломерація зерен WC, забруднення домішками або нерівномірний розподіл інгібіторів росту зерна.

Використання інгібіторів росту зерен широко застосовується в промисловості для спікання тонкозернистих твердих сплавів WC-Co. Інгібітори росту зерна роблять складний вплив на структуру і властивості сплаву. Це пов'язано з впливом інгібіторів на утворення нових фаз, твердих розчинів, подрібненням зерна основної карбідної фази.

Для тонкодисперсних сплавів з допомогою інгібіторів можна в певних межах регулювати деякі механічні властивості сплаву, наприклад, твердість і міцність. Основними інгібіторами є карбіди хрому, ванадію, ніобію, танталу, титану (рис 1.10). За відносної ефективності їх можна розташувати у наступному порядку: VC>NbC>TaC/TiC>Mo<sub>2</sub>C/Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>>ZrC / HfC [Панов], хоча урахування таких властивостей твердих сплавів, як опір корозії і твердість при підвищених температурах, може впливати на вибір інгібіторів росту зерна. В останні роки зроблені спроби використовувати в якості інгібіторів росту зерен добавки рідкоземельних елементів або сполук цих елементів [23], [39].

Найбільш ефективною добавкою є карбід ванадію, введення якого навіть в кількості менше 0,3 мас. % сприяє отриманню дрібнозернистих сплавів із середнім розміром зерен карбідної фази ~1 мкм [39]. Легуючі елементи впливають на механічні та експлуатаційні властивості сплаву (табл. 1.3).

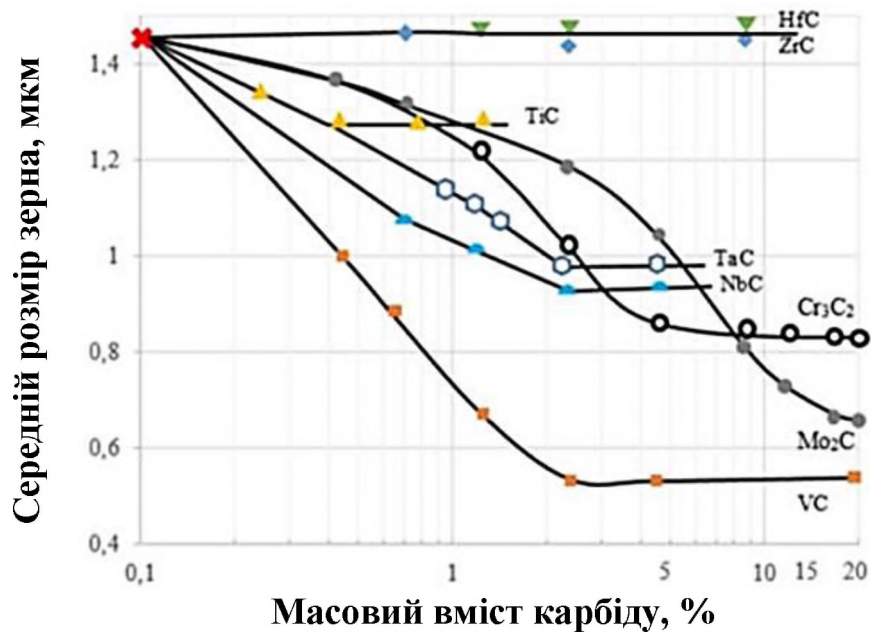


Рисунок 1.10 – Залежність середнього розміру зерна твердого сплаву ВК20 від вмісту інгібіторів росту [25]

Таблиця 1.3 – Механічні властивості карбідів

Карбід металу	Мікротвердість HV, кгс/мм <sup>2</sup>	Модуль пружності HV, кгс/мм <sup>2</sup>
WC	2080	72700
TaC	1787	29100
Nb	2400	34500
VC	2944	27600
TiC	3200	32200

В роботі [41] проведено дослідження впливу мікролегування твердих сплавів типу ВК карбідами танталу, титану та ніобію на його властивості. Особлива цінність даної роботи полягає в тому, що в ній встановлено збільшення строку служби волочильного інструменту для чистової обробки при застосуванні легованих твердих сплавів у 2 рази.

### 1.6.2 Вплив об'ємної термічної обробки на властивості твердих сплавів

В даний час успішно використовують наступні види термічної обробки [42]:

- а) відпал (або відпуск) при температурі від 600 °С до 1300 °С;
- б) гартування від температури спікання;
- в) гартування від температур 1000 °С до 1300 °С (залежно від марки сплаву) виробів охолоджених після спікання до кімнатної температури.

Охолодження при гартуванні здійснюється в підігріту середу - масло (при температурах від 50 °С до 200 °С) або селітру (від 300 °С до 400 °С). Найбільш істотні зміни структури і властивостей твердих сплавів досягаються в разі проведення гартування [43]. Встановлено, що така термообробка забезпечує підвищення міцнісних і деформаційних характеристик твердих сплавів (таблиця. 1.4).

Таблиця 1.4 – Вплив термічної обробки на властивості твердих сплавів [44]

Марка сплаву	Межа міцності на згин $\sigma_{згин}$ , МПа	В'язкість КС, $\cdot 10^{-4}$ Дж/м <sup>2</sup>	Мікротвердість HV, 10/30. МПа	N $\cdot 10^{-3}$ , цикли	Межа міцності на стиснення $\sigma_{ст}$ , МПа	Тріщино-стійкість $K_{Ic}$ МПа $\sqrt{м}$
ВК6	1750/1860	2,35/2,65	13630/14320	166/902	5400/5500	12,1/12,5
ВК8	1830/1960	2,55/3,04	12750/13050	219/480	-	-
ВК15	2010/2350	3,83/4,90	10300/11280	470/1640	4040/4100	16,7/17,8
ВК25	2100/2200	4,71/5,40	8730/9120	346/700	3470/3640	17,8/21,2

Відомий також спосіб загартування твердого сплаву на основі карбиду вольфраму, що включає нагрівання сплаву до температури вище 1100 °С і охолодження в гартівному середовищі [45]. Як гартівних середовища використовують 8 - 12 %-вий водний розчин натрій-залізовмісної солі поліакрилової кислоти. Винахід відноситься до галузі металургії, зокрема до зміцнюючої комплексної термічній обробці і напилення керамічних матеріалів на ріжучий інструмент.

### 1.6.3 Зміцнення твердих сплавів впливом високоенергетичних джерел

При лазерному зміцненні в твердих сплавах відбуваються ті ж фазові і структурні перетворення, що і при об'ємній термічній обробці (розд. 1.6.2). Проте в умовах надшвидкісного нагріву можливе підвищення температурної дії (аж до температури плавлення карбідів) без небезпеки порушення суцільності і вигорання зв'язки. Тим самим значно підвищується ефективність термообробки [42].

У роботах [46] досліджений вплив лазерного зміцнення на характер зносу і стійкість твердосплавного інструменту. Показано, що в умовах переважання адгезійного зносу властивості єднальної Со-фази роблять вирішальний вплив на характеристики міцності твердого сплаву, які і визначають інтенсивність зношування інструменту.

Відомий спосіб зміцнення [47] твердосплавного інструменту переважно груп ВК і ТК, що включає опромінення робочих поверхонь інструменту імпульсних потужнострумівих пучком заряджених частинок. Опромінення проводять імпульсами сильноточного електронного пучка тривалістю 2-3 мкс, з енергією електронів від 0 кеВ до 30 кеВ, щільністю енергії від 0,8 Дж/см<sup>2</sup> до 5 Дж/см<sup>2</sup> і числом імпульсів у серії від 5 до 10.

Лазерне зміцнення в даний час ще не отримало широкого і повсюдного практичного використання, а упроваджено лише на крупних підприємствах з високою культурою виробництва. Це обумовлено низкою недоліків такої обробки - високою вартістю устаткування, недовговічністю матеріалів лінз і дзеркал, необхідністю вживання поглинаючих покриттів для підвищення ККД, захисту обслуговуючого персоналу від розсіяного лазерного випромінювання, складність оперативного контролю характеристик зміцненого шару, малою продуктивністю обробки поверхонь великої протяжності [42].

Вказаних недоліків практично позбавлений інший метод обробки ВКДН - плазмовим струменем. Є широкий досвід використання плазмового зміцнення інструменту різних типів і призначення, у тому числі і твердосплавного [48]. Проте нині воно має поширення лише для твердосплавного ріжучого інструменту.

## 1.7 Висновки та постановка завдання дослідження

Удосконалення технології виготовлення твердосплавного волочильного інструменту є важливим практичним завданням. Основним матеріалом, що використовується при виробництві волочильного інструменту, є однокарбідні тверді сплави групи ВК. Це пояснюється найліпшим поєднанням властивостей твердості та міцності, разом з деякою пластичністю, серед усіх карбідів, що використовуються в твердосплавному виробництві. Високі експлуатаційні властивості твердих сплавів на основі карбиду вольфраму обумовлені їх високим модулем пружності, енергією активації руху дислокацій, міцністю та твердістю, а також високою теплостійкістю.

Сучасні методи поліпшення властивостей спрямовані на отримання високодисперсних твердих сплавів. Збереження вихідного розміру ультра дисперсних порошків можливе при скороченні часу температурного впливу при спіканні твердих сплавів.

Іншим методом стримування зростання WC-фази при спіканні є легування твердих сплавів інгібіторами росту. Основними інгібіторами є карбіди хрому, ванадію, ніобію, танталу, титану. За відносної ефективності їх можна розташувати у наступному порядку:  $VC > Cr_3C_2 > NbC > TaC$ .

Поліпшення властивостей твердих сплавів досягається також впливом об'ємної термічної обробки, а також зміцнення впливом високоенергетичних джерел.

Новим методом високошвидкісної консолідації твердих сплавів є спікання з використанням електронно-променевого нагріву. Завдання дипломної роботи полягає в дослідженні впливу температури, тривалості спікання, швидкості обертання зразків, оптимізації технології отримання та впливу об'ємної термічної обробки на властивості твердих сплавів при їх електронно-променевому спіканні.

## 2 ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

### 2.1 Дослідження фізико-хімічних характеристик вихідних матеріалів

В якості досліджуваного матеріалу для визначення залежності властивостей при зміні параметрів електронно-променевого спікання було обрано сплав ВК8, який володіє оптимальним поєднанням властивостей міцності та твердості серед інших сплавів групи ВК (рис. 1.7).

Для оцінки якості властивостей сформованих в результаті спікання твердого сплаву електронно-променевою установкою в таблиці 2.1 приведені деякі довідникові показники хімічних, фізичних, електричних та механічних характеристик сплаву ВК8.

Таблиця 2.1 – Властивості сплаву ВК8 за довідниковими даними [10]

Властивість	Значення
Масова частка складових сплаву, %:	
WC	92
Co	8
Діаметр основної маси карбідних зерен $d_{ч}$ , мкм	1-2
Коерцитивна сила $H_c$ , E	120-160
Питомий опір $\rho$ , мкОм·см	18,6
Температурний коефіцієнт лінійного розширення $\alpha \cdot 10^{-6}$ , $K^{-1}$	5,10
Теплопровідність $\lambda$ , Вт/(м·К)	50,2
Густина $\gamma$ , г/см <sup>3</sup>	14,4 – 14,8
Межа міцності на розрив $\sigma_b$ , МПа	775
Межа міцності при згині $\sigma_{и}$ , МПа	1717
Межа міцності на стиснення $\sigma_{сж}$ , МПа	4130
Твердість HRA, віднос. одн.	87,5
Мікротвердість HV, ГПа	12,16
Модуль пружності, ГПа	598
Ударна в'язкість $a_K$ , кДж/м <sup>2</sup>	29,4

\* Значення  $\alpha$  дані для інтервалу температур для інтервалу температур 20-800 °С;  $\sigma_{и}$  – для шліфованих алмазним кругом зразків

### 2.1.1. Визначення гранулометричного складу вихідних порошків твердих сплавів

Визначення гранулометричного складу є важливим завданням при підготовці до твердосплавного виробництва, адже саме вихідний розмір частинок порошку першочергово зумовлює формування структури твердого сплаву при спіканні.

В залежності від розміру частинок порошки поділяють на наступні групи [25]:

- крупні (від 250 мкм до 1000 мкм);
- середні (від 40 мкм до 250 мкм);
- дрібні (від 10 мкм до 40 мкм);
- високодисперсні (від 0,1 мкм до 10 мкм);
- ультрадисперсні (розміри частинок до 100 нм).

Для визначення гранулометричного складу сьогодні застосовують велике число методів, серед яких: ситовий, мікроскопічний, седиментаційний та фотоседиментаційний аналізи, класифікація частинок в потоці газу, кондуктометричний аналіз, визначення розміру порошку лазерним або рентгенівським методом та ін. Застосування того чи іншого методу обумовлено розміром частинок та бажаною точністю визначення гранулометричного складу.

Велике поширення нині має метод лазерної дифракції. Лазерна дифракція – широко застосовувана технологія аналізу розмірів частинок, що підходить для матеріалів, розмір часток яких становить від сотень нанометрів до декількох міліметрів. Головними перевагами даного методу є [50]:

- а) широкий динамічний діапазон(починаючи від розміру менше мікрона і закінчуючи кількома міліметрами);
- б) швидкі вимірювання (отримання результатів менш ніж за хвилину);
- в) висока повторюваність – за рахунок аналізу великої кількості частинок в кожному вимірі;
- г) безперервний контроль і управління процесом диспергування частинок;
- д) висока продуктивність – сотні вимірювань в день;

е) відсутність необхідності калібрування – проста верифікація здійснюється з використанням еталонних матеріалів.

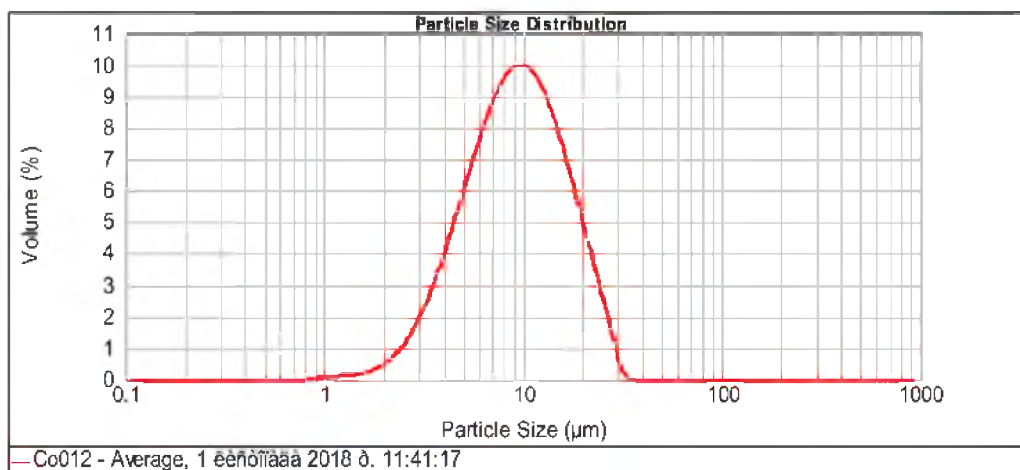
ж) загально визнана технологія, вимоги до якої визначає стандарт ISO13320 (2009).

Принцип визначення розподілу часток за розмірами методом лазерної дифракції заснований на вимірі кутового розподілу інтенсивності розсіяного світла при проходженні лазерного променя через диспергований зразок. Великі частинки переважно розсіюють світло під малими кутами до лазерного пучка, тоді як дрібні частинки - під великими кутами. Розмір частинок виражається у вигляді діаметра сфери еквівалентного обсягу. Прилад для вимірювання розміру частинок зображено на рисунку 2.1.

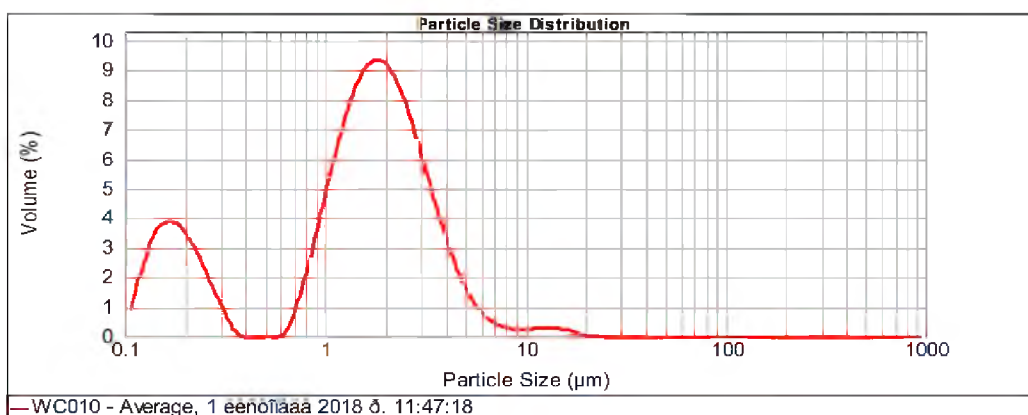
Гранулометричний аналіз показав, що вихідні порошки мають значну різнозернистість. Розмір порошку кобальту Co012 знаходиться в діапазоні 1-30 мкм (рис. 2.2, а). Розміри порошків WC010 знаходяться в межах 0,1-17 мкм (рис. 2.2, б).



Рисунок 2.1 – Аналізатор розміру частинок, Mastersizer 2000 [43]



*a*



*б*

*a*–Co012; *б*–WC010

Рисунок 2.2 – Гранулометричний склад вихідних порошків:

### 2.1.2 Визначення хімічного складу вихідних порошків

Для проведення дослідження було приготовано суміш із порошків карбиду вольфраму (WC010 з вихідним розміром частинок  $\sim 2$  мкм) та кобальту (Co012, розмір порошку  $\sim 10$  мкм), гранулометричний склад яких приведено на рис. 2.2.

Для збільшення дисперсності порошкового твердого сплаву та його інтенсивного перемішування суміш було піддано мокрому розмелу на кульовому барабанному млині. В якості поверхнево-активної речовини використовувався етиловий спирт у співвідношенні 200 г спирту на 1 кг порошку. Тривалість розмелу складала 100 годин.

Для визначення хімічного складу вихідних порошків використовували рентгенфлуорисцентний аналіз, який показав наступний вміст хімічних елементів приведений в табл. 2.2. Визначення хімічного складу проводили за ГОСТ 28817-90 на прецизійному експрес-аналізаторі Expert 3L (рис. 2.3).



Рисунок 2.3 – Прецизійний аналізатор Expert 3L

Таблиця 2.2 – Хімічний склад порошків та сумішей на їх основі

Марка матеріалу	Хімічний елемент, %					
	Вуглець (C)	Вольфрам (W)	Кобальт (Co)	Залізо (Fe)	Молібден (Mo)	Гольмій (Ho)
WC010		99.706 ±0.039		0.074 ±0.013	0.023 ±0.009	0.197 ±0.036
Co012	-	-	100.000 ±0.000	-	-	-
BK8		91,730	8,000	0,068	0,021	0,181

З отриманих результатів, суміш твердого сплаву відповідає за хімічним складом вітчизняному твердому сплаву BK8.

### 2.1.3 Мікроструктурні дослідження вихідних порошків

Для дослідження мікроструктури вихідних порошків та спечених твердих сплавів досліджуваних в роботі, використовувались методи растрової електронної мікроскопії.

Принцип роботи растрового електронного мікроскопу базується на взаємодії електронного пучка, випущеного електронною гарматою мікроскопу з частиною матеріалу досліджуваного зразка, що утворює область генерації випромінювань у твердому тілі. Утворене випромінювання реєструється детектором та перетворюється у ряд сигналів, що дають зображення на ЕОМ.

На рис. 2.4 зображена схематична діаграма основних компонентів РЕМ. Електронна гармата, зазвичай, є термоємисійною. Електрони прискорюються до енергії від 1 кеВ до 30 кеВ. Дві або три конденсорні лінзи фокусують отриманий пучок так, діаметр якого при потраплянні на зразок може становити усього лише від 2 нм до 10 нм [53].

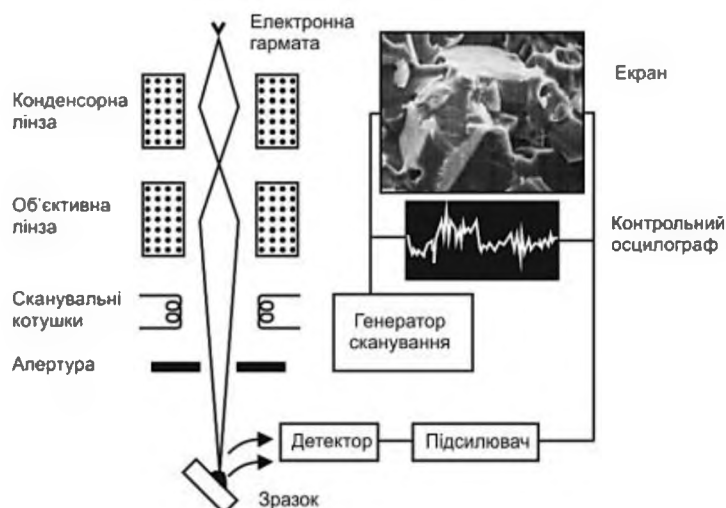


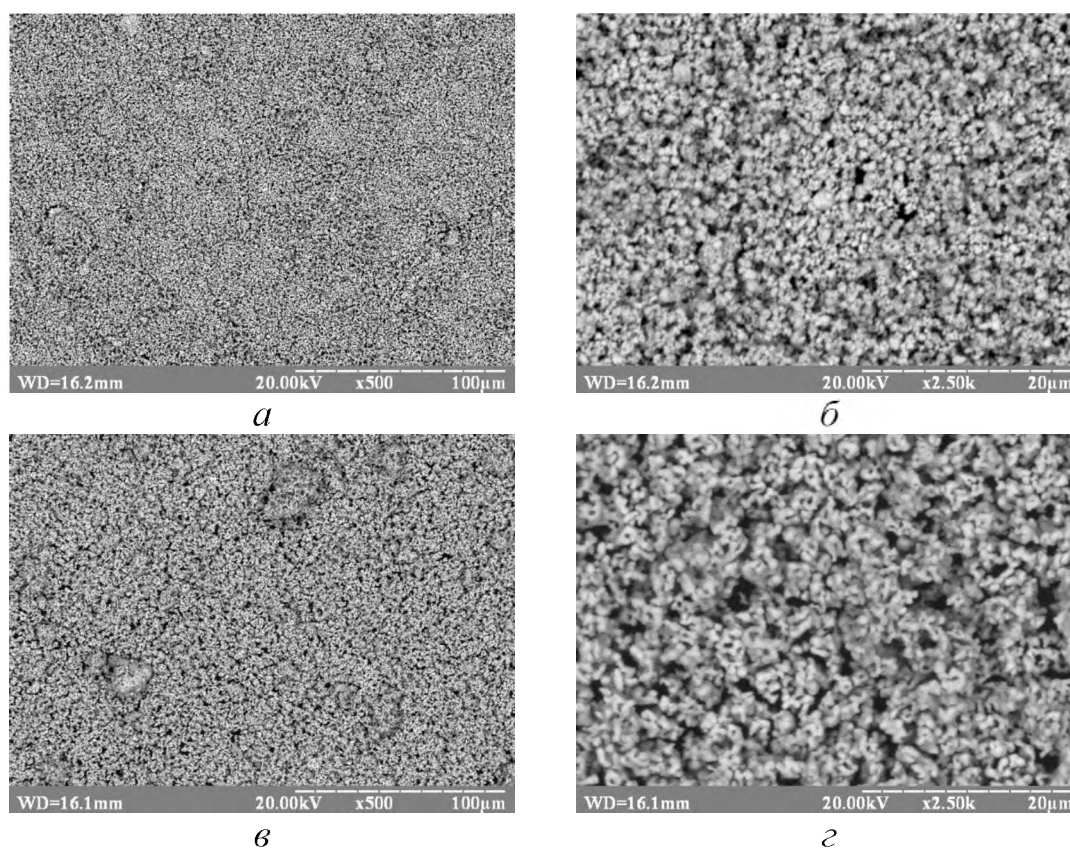
Рисунок 2.4 – Схема основних елементів РЕМ [46]

Досліджування здійснювали на растровому електронному мікроскопі РЕМ-106І (рис. 2.5). РЕМ-106І – сучасний растровий електронний мікроскоп вітчизняного виробництва (ВАТ “SELMI”, м. Суми) з системою енергодисперсійного мікроаналізу. РЕМ-106І має високу роздільну здатність, велику глибину фокусування, достатньо простий в користуванні, має сучасне програмне забезпечення для отримання високоякісних РЕМ-зображень, а також порівняно невисоку вартість [54].



Рисунок 2.5 – Растровий електронний скануючий мікроскоп РЕМ-106І [54]

Мікроструктурні дослідження вихідної сировини здійснювалися для порошку карбіду вольфраму та кобальту (рис. 2.6).



*а, б* – порошок карбіду вольфраму; *в, г* – порошок кобальту

Рисунок 2.6 – Знімки вихідних порошків, отримані електронно-скануючою мікроскопією

Зі знімків видно, що фракційний склад використовуваних порошків візуально однорідний, однак спостерігаються поодинокі конгломерати порошку.

Для ефективного замішування, подрібнення конгломератів та порошку вихідної сировини проводили механічне розмелювання. Після розмелу протягом 100 годин в середовищі спирту, також було отримано знімки порошкової шихти (рис 2.7).

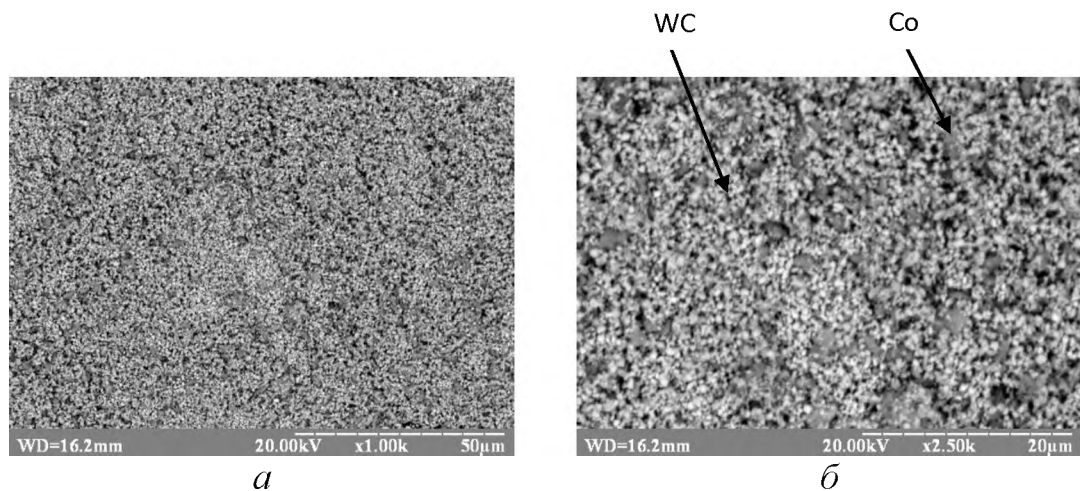
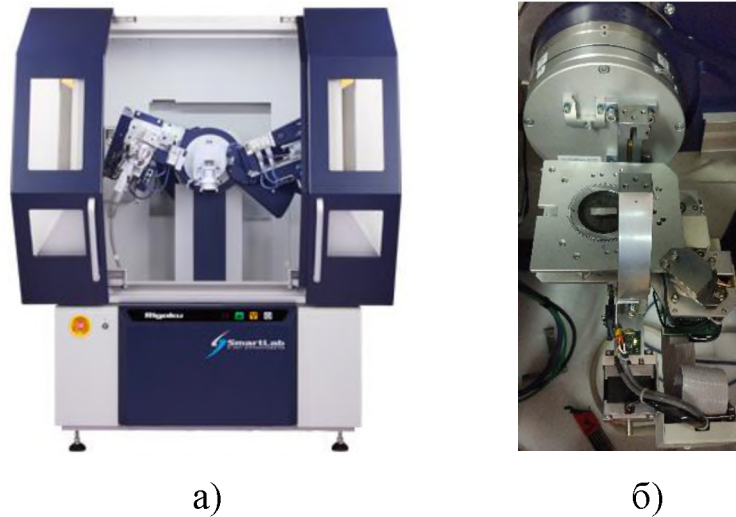


Рисунок 2.7 – Знімки порошкової шихти твердого сплаву ВК8 (а, б), отримані електронно-скануючою мікроскопією

Зі знімків видно, що порошкова шихта після замішування усереднюється та руйнуються конгломерати присутні в складі вихідних порошків. Порошок кобальту рівномірно розподіляється в шихті карбиду вольфраму, відбувається подрібнення порошків механізмом крихкого руйнування.

Також було проведено рентгено-фазовий аналіз вихідного порошку. Фазовий аналіз використовують з метою визначення кількісного і якісного фазового складу полікристалічних матеріалів. В основі цього методу лежить явище дифракції рентгенівських променів на тривимірній кристалічній решітці. Кожна площина кристала, що відбиває, вибирає з падаючого пучка випромінювання з тією довжиною хвилі, що задовільняє закон Брега  $2d\sin\theta = n\lambda$ . Одержувана дифракційна картина характеризує симетрію кристала. Для реалізації рентгенофазового аналізу використовують рентгенівський дифрактометр Rigaku Ultima IV (рис. 2.8). Рентгенофазовий аналіз вихідного порошку приведено на рисунку 2.9.



а – багатофункціональний дифрактометр Ultima IV японської компанії Rigaku; б – приставка для дослідження порошків

Рисунок 2.8 – Обладнання для проведення рентгенофазового аналізу вихідного порошку

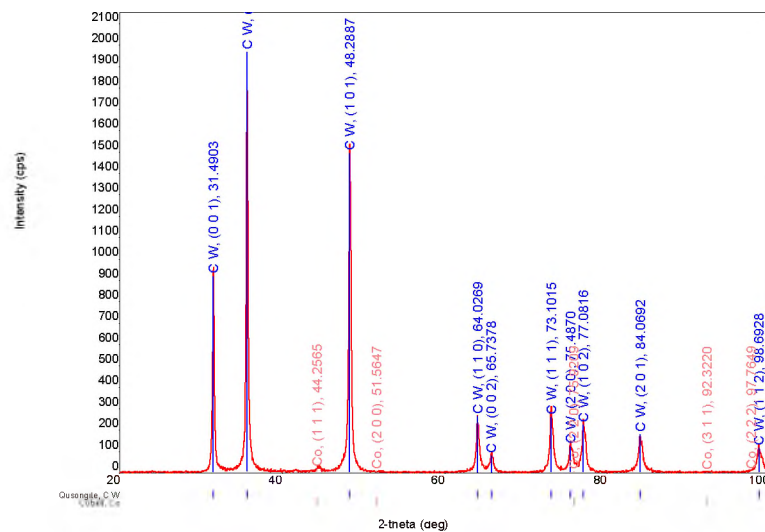


Рисунок 2.9 – Дифрактограма вихідного порошку

За результатами рентгенофазового аналізу у вихідному порошку виявлено лише монокарбід фольфраму та кобальт. Вільний вуглець, оксиди та потрійні карбідні фази у вихідному порошку твердого сплаву відсутні.

## 2.2 Підготовка зразків та технологія спікання твердих сплавів електронним променем

Для отримання пресовок з твердих сплавів в їх склад вводять пластифікатори (синтетичний або натуральний каучук, поліетиленгліколь та ін.). В якості пластифікатора для пресування твердого сплаву було обрано 4%-вий розчин гумового клею в бензині. Плакування здійснювалося вручну у розчині технічно чистого бензину з гумовим клеєм на основі каучуку ( 5 г клею на 100 мл бензину). Після часткового випаровування бензину, суміш було просушено в сушильній шафі при температурі 50°C протягом 2 годин, після чого проведено грануляцію суміші, шляхом протирання її через металічне сито розмірами 300 мкм.

Дослідження проводилось на циліндричних зразках, отриманих шляхом одностороннього верхнього пресування на гідравлічному пресі. Розміри зразка були обрані виходячи зі співвідношення діаметру до висоти  $h = 1,5d$ .

Для виготовлення зразків використовувалась сталева прес-форма. Для зменшення бічного тертя та легшого виймання заготовки, робочі поверхні прес-форми було покривалися тонким шаром олеїнової кислоти.

Пресування здійснювали при навантаженні 100 МПа. Робочезусилля, що визначається за манометром було розраховано за формулою 2.1 з урахуванням геометричних розмірів пресовки [1]:

$$P_m = P \cdot F_{\text{пр}} \text{ [т/см}^2\text{]} \quad (2.1),$$

де  $P$  – тиск пресування, що задається, т/см<sup>2</sup>;

$F_{\text{пр}}$  – площа пресування (брикету), см<sup>2</sup>;

Після виготовлення, зразки було просушено в сушильній шафі при 120°C для повної полімеризації каучуку.

Спикання зразків здійснювалося за допомоги електронно-променевої установки СВ-112 (рис. 2.10). Дана установка призначена для зварювання деталей зі сталі, алюмінію, нікелю, титану та інших матеріалів електронним променем. Також за допомогою даної установки можна наносити функціональні покриття напиканням та наплавленням. Дана установка дозволяє отримувати менш пористі матеріали за рахунок мінімізації тривалості температурного впливу на заготовки.

Електронно-променевий нагрів, завдяки можливості високотемпературного нагріву або плавки в умовах високого вакууму, використовують для отримання тугоплавких, високореакційних та високочистих матеріалів.

Переваги електронно-променевого нагріву [51]:

- а) висока питома потужність електронного променя;
- б) відсутність факторів, що могли б шкідливо впливати на чистоту поверхні виробу;
- в) без інерційність технологічного процесу електронно-променевого нагріву.



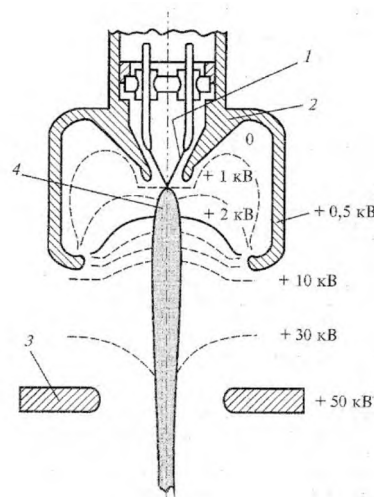
Рисунок 2.10 – Фото електронно-променевої установки СВ-112

Принцип роботи електронно-променевих установок базується перетворенні кінематичної енергії потужного спрямованого потоку електронів в теплову при бомбардуванні на поверхні тіла, що нагрівається. Створення потоку електронів відбувається в електронній гарматі (рис 2.11), яка складається з вольфрамового катода 1, керуючого електрода 2 та кільцевого аноду 3. За рахунок різниці

потенціалів катоду і аноду (від 10 кВ до 50 кВ), електрони, що з прискоренням виходять з розжареного катоду, формують електронний промінь [51]–[52].

Ефективна робота електронної гармати забезпечується створенням високого вакууму в робочій камері установки (від  $10^{-3}$  Па до  $10^{-5}$  Па).

Сутність електронно-променевого нагріву полягає в тому, що кінетична енергія потужного спрямованого потоку електронів при бомбардуванні ними поверхні матеріалу, що нагрівається перетворюється в теплову енергію (рис. 2.12).



1 – вольфрамовий катод, 2 - керуючий електрод,  
3 – кільцевий анод, 4 – електронної гармати

Рисунок 2.11 – Принципова схема електронної гармати [44]

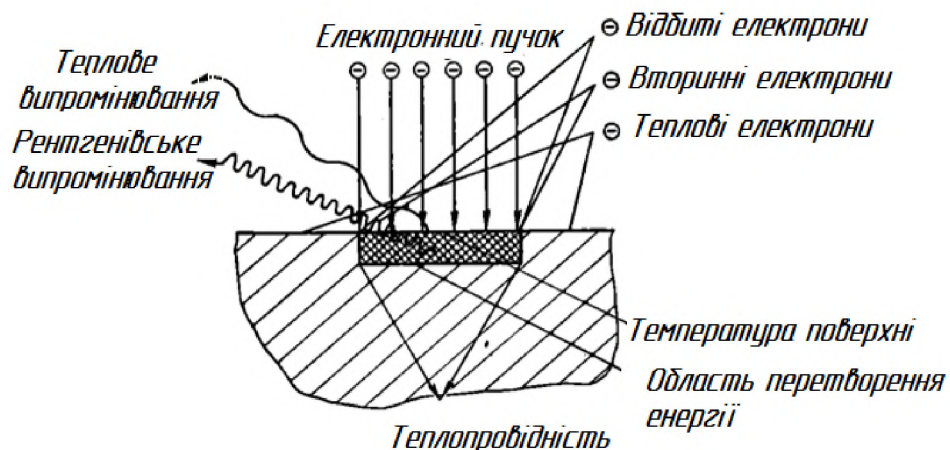
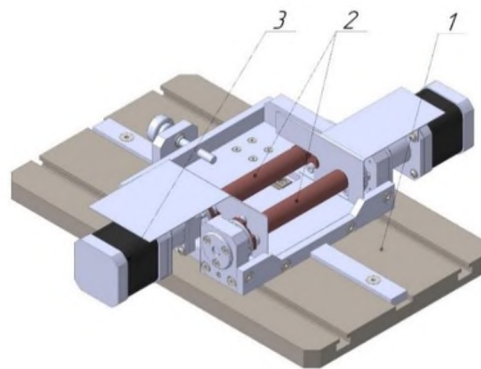


Рисунок 2.12 – Явища при бомбардуванні об'єкта електронним променем [52]

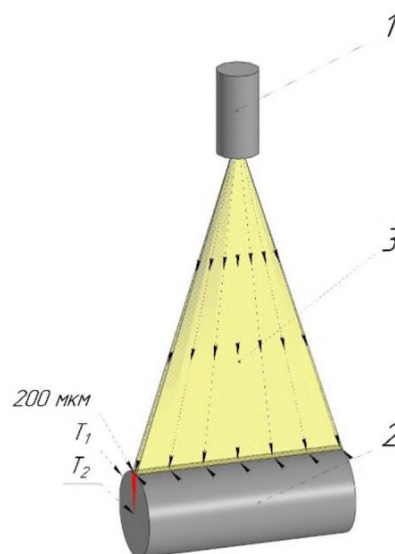
Спикання зразків здійснювали в камері електронно-променевої установки СВ-112. Зразки встановлювались на валки обертального механізму (рис. 2.13), розміщеного в камері електронно-променевої установки, що під'єднанні до електричного приводу. Механізм складається з робочого столу, на якому розміщено пристосування, що складається з двох мідних валків та електроприводу до кожного з них. Механізм дозволяє регулювати швидкість обертання зразків шляхом зміни числа оборотів двигунів.

Нагрівання здійснювалось енергією бомбардування електронів пучка, розфокусованого в лінію, вздовж циліндричної пресовки (рис. 2.14).



1 – робочий стіл; 2 – мідні валки; 3 електродвигун

Рисунок 2.13 – Схема механізму для обертання циліндричних зразків



1 – електронна гармата; 2 – циліндричний зразок; 2 – потік електронів

Рисунок 2.14 – Схема електронно-променевого спікання циліндричних зразків

Значення температури фіксується на поверхні зразка стаціонарним високотемпературним інфрачервоним пірометром компанії DIAS типу PYROSPOTDSRF 11N (рис. 2.15) з температурним діапазоном вимірювань 900 - 3000 °С. Для узагальнення методики виготовлення зразків приведено технологічну схему отримання консолідованих твердих сплавів (рис. 2.16).



Рисунок 2.15 – Зображення інфрачервоного пірометра PYROSPOTDSRF 11N

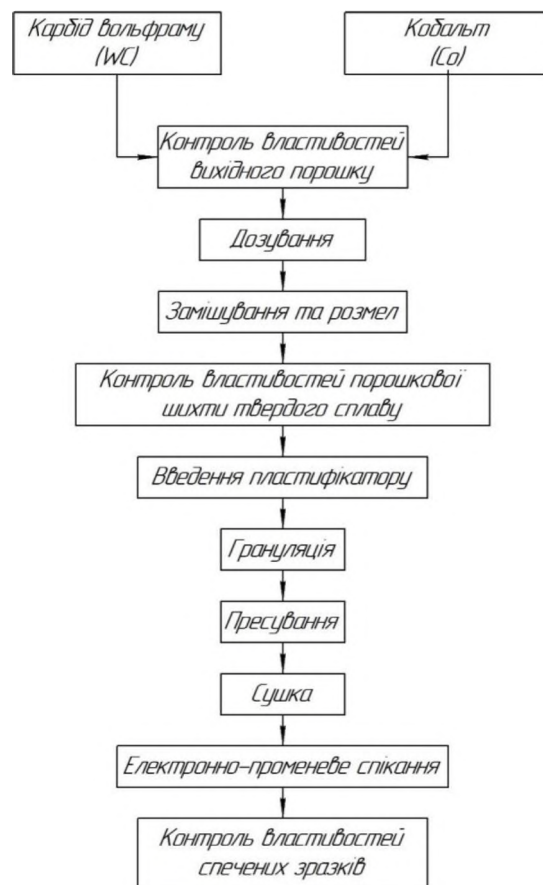


Рисунок 2.16 – Технологічна схема отримання консолідованих твердих сплавів електронно-променевим спіканням

Всі зразки, що досліджувались в роботі було виготовлено за приведеною технологічною схемою. Змінними параметрами спікання були кінетичні параметри спікання ( температура, час та швидкість обертання), вміст вільного вуглецю в складі вихідної шихти та вплив відпалу на властивості твердого сплаву ВК8.

### **2.3 Дослідження впливу температури електронно-променевого спікання**

Температура спікання зразків при використанні електронно-променевого нагріву визначається потужністю що вкладається в електронний пучок, яка в свою чергу регулюється силою струму, що подається на електронну гармату.

Процеси спікання в твердих сплавах починаються при досягненні 900 °С, при цій температурі в твердому сплаві починаються процеси ущільнення (усадка). При підвищенні температур и починається зростання зерен карбіду вольфраму та збільшення контактної поверхні між ними.

Утворення твердих розчинів на основі кобальту починається при досягненні нагріву твердого сплаву до температур 1150 - 1300 °С, цей процес також супроводжується інтенсивною усадкою твердого сплаву.

При досягненні температури плавлення евтектики (кобальт з розчиненим карбідом вольфраму та вуглецем) відбувається міграція рідкої фази під впливом сил міжзеренного тиску рідини та капілярних сил. При збільшенні температури нагріву вище 1300 °С відбувається розчинення домішок через газову фазу. Адсорбція ПАВ на поверхні зерен карбіду вольфраму, що супроводжується зменшенням їх змочуваності і утворенням на поверхні дефектного шару зі зниженою міцністю [1].

Процес ущільнення закінчується при досягненні температури нагріву матеріалу до 1300-1400 °С (в залежності від марки твердого сплаву). З підвищенням температури вище 1400 °С продовжується розчинення карбіду вольфраму до його вмісту в рідкій фазі до близько 38%, активується процес зростання зерен карбіду вольфраму перекристалізацією через рідку фазу [1].

Виходячи з теоретичних відомостей про процеси, що відбуваються в твердих сплавах при температурах близьких до температури спікання, для проведення дослідження впливу температури на властивості твердого сплаву ВК8 було обрано спікання за температур 1100, 1380 та 1500 °С. Підготовка зразків до спікання здійснювалась за технологічною схемою приведеною на рис. 2.13. Швидкість обертання зразків за заданої температури спікання становила 1 об/с. Фіксування значення температури нагріву здійснювали інфрачервоним високотемпературним пірометром PYROSPOTDSRF 11N. Похибка значень зафіксованих пірометром складає  $\pm 10$  °С. Властивості зразків отриманих при електронно-променевому спіканні за зазначених температур приведені в табл. 2.3.

Спікання зразків здійснювалось за наступних параметрів:

- Швидкість обертання зразків – 1 об/с;
- Температура спікання 1100-1500 °С;
- Час витримки при досягненні заданої температури – 60 с.

Таблиця 2.3 – Властивості зразків з твердого сплаву ВК8 отриманого при різній температурі спікання

Температура спікання, °С	1100	1380	1500
Коефіцієнт усадки по висоті	1,04	1,26	1,23
Коефіцієнт усадки по діаметру	1,04	1,25	1,23
Щільність зразків $\gamma$ , г/см <sup>3</sup>	8,8	14,8	14,8
Пористість зразків П, %	40,5	0	0,7
Твердість випробовуваного зразка, HRA	-	89,5	90

Для визначення щільності твердих сплавів проводили гідростатичне зважування зразків за ГОСТ 20018-74 . Щільність зразків було розраховано за формулою 2.2:

$$\gamma = \frac{m_{\text{и}} \cdot \rho_{\text{в}}}{m_{\text{и}} - m_{\text{в}}} \quad (2.2),$$

де  $m_{\text{и}}$  – маса виміряна на аналітичних вагах, г;

$m_b$  – маса виміряна гідростатичним методом, г;

$\rho_b$  – густина дистильованої води (1 г/см<sup>3</sup>).

Пористість зразків розраховується за формулою 2.3. При цьому за компактне тіло приймається зразок з найбільшою щільністю серед досліджуваних:

$$P = 1 - \frac{\gamma_n}{\gamma_k} \cdot 100\%, \quad (2.3),$$

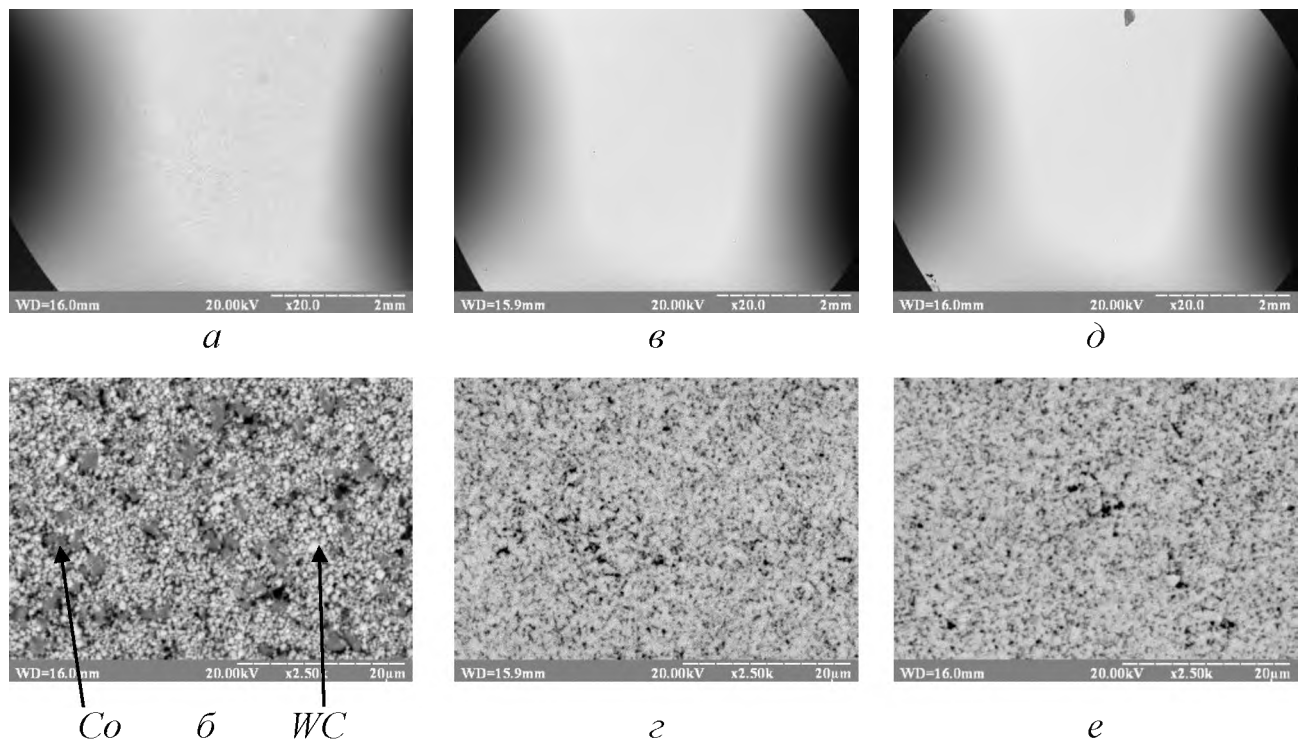
де  $\gamma_n$  – щільність порошкового тіла, г/см<sup>3</sup>;

$\gamma_k$  – щільність компактного тіла, г/см<sup>3</sup>.

Вимірювання твердості зразків здійснювалося методом Роквелла за шкалою А, шляхом вдавлювання алмазного конусу в поверхню досліджуваних зразків на універсальному твердомірі ТК-2 по ГОСТ 20017-74. При нагріві до 1100 °С в зразках практично не спостерігалася усадка, тому вимірювання твердості для них не проводилося.

Дослідження мікроструктури (рис. 2.17) показало, що при спіканні твердого сплаву ВК8 за 1100 °С загальна структура містить велику кількість рівномірно розподілених пор. При більших збільшеннях виявляються крупні включення кобальту, який не розплавився при нагріві до вказаної температури.

При нагріві до 1380 °С відбувається плавлення кобальту, що змочує зерна карбіду вольфраму та рівномірно розподіляється по структурі твердого сплаву (рис. 2.17, в-г), при цьому зерна карбіду вольфраму утворюють каркас. При перегріванні до 1500 °С особливих змін в мікроструктурі твердого сплаву не виявляється, однак виявляються макродефекти у вигляді поодиноких пор.



*a, б* – 1100 °C; *в, з* – 1380 °C; *д, е* – 1500 °C

Рисунок 2.17 – Залежність структури твердого сплаву ВК8 від часу спікання (x20, x2500)

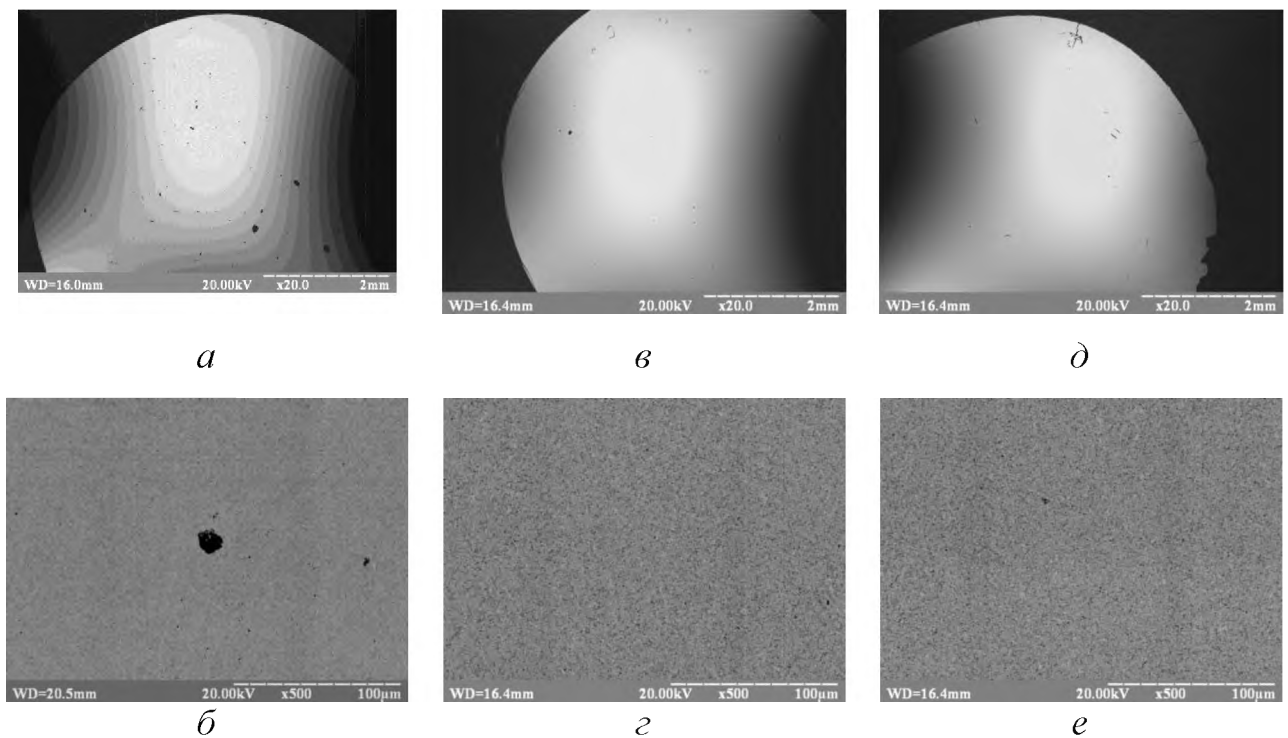
Таким чином, було визначено, що оптимальна температура спікання твердого сплаву електронно-променевим методом становить  $1380 \pm 20$  °C. При цьому дослідження мікроструктури показало, що в усіх трьох випадках зберігається дисперсність структури 0,5 – 2 мкм, що свідчить про ефективність використання електронно-променевого спікання для отримання твердих сплавів групи ВК.

#### 2.4 Дослідження впливу тривалості спікання

Не менш важливий вплив на властивості твердого сплаву ВК8 чинять і інші кінетичні параметри спікання, зокрема час витримки при досягненні температури спікання. Основною перевагою електронно-променевого спікання над іншими методами консолідації порошкових виробів є, безумовно, коротко тривалість температурного впливу, яка дозволяє зберігати вихідні розміри зерен карбиду вольфраму. Тому наступним дослідженням було проведено визначення

оптимального часу температурного впливу на властивості твердого сплаву ВК8. Час спікання змінювався від 10 до 60 с.

Дослідження параметрів зразків показують (табл. 2.4), що при спіканні протягом 10 с в твердому сплаві не встигають відбутися усі усадкові процеси. Мікроструктурні дослідження (рис. 2.18, а-б) показують, що на поверхні твердого сплаву утворюються поверхневі тріщини, що також пов'язано з незавершеністю проходження усадкових процесів. Відповідно при визначенні щільності твердого сплаву спостерігається значна пористість твердого сплаву, що становить 13,5%. Крім того сплав має незадовільну щільність та твердість. При спіканні протягом 30 с, утворився безпористий твердий сплав. Він характеризується високою щільністю та твердістю. Структура сплаву практично бездефектна (рис. 2.18, в-г).



*а, б – 10 с ; в, з – 30 с; д, е – 60 с*

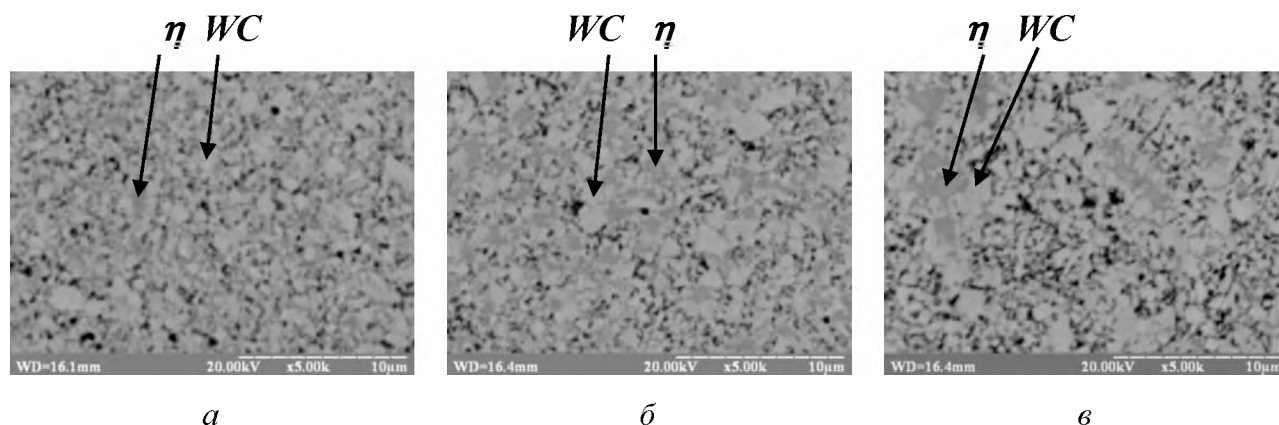
Рисунок 2.18 – Структура твердого сплаву ВК8 від тривалості спікання (x20, x500)

Таблиця 2.4 – Властивості твердого сплаву ВК8, отримані в результаті дослідження

Час спікання $t$ , с	10	30	60
Величина об'ємної усадки $\Delta V/V$ , %	26,2	51,3	51,6
Щільність зразків $\gamma$ , г/см <sup>3</sup>	13,0	14,8	14,8
Пористість зразків $\Pi$ , %	13,5	0	0
Твердість випробовуваного зразка, HRA	84,5	89,3	86,8
Середнє значення мікротвердості HV	1376,04	2183,66	2127,16

Спікання протягом 60 с дало схожі результати. Сплав володіє високою щільністю, без пористий. Макроструктура сплаву не має значних структурних дефектів (рис. 2.18, д-е). Однак збільшення часу спікання призводить зниження твердості ВК8 на порядок 2,5 одиниць.

Тим не менше, проведення спікання в вакуумному середовищі супроводжується знеуглецюванням твердого сплаву та появою в структурі  $\eta$ -фази (рис 2.19), що спричиняє підвищення щільності твердого сплаву та чинить негативний вплив на механічні властивості ВК8. Зі збільшенням часу витримки кількість  $\eta$ -фази зростає, а її ліквідація посилюється.



$a - 10$  с;  $b - 30$  с;  $v - 60$  с

Рисунок 2.19 – Мікроструктура твердого сплаву ВК8 спеченого електронним променем при різному часі витримки (x5000)

Наявність виявленої в структурі  $\eta$ -фази було підтверджено результатами рентгенофазового аналізу, який показав наявність в спечених зразках потрібних карбідних фаз (рис. 2.20).

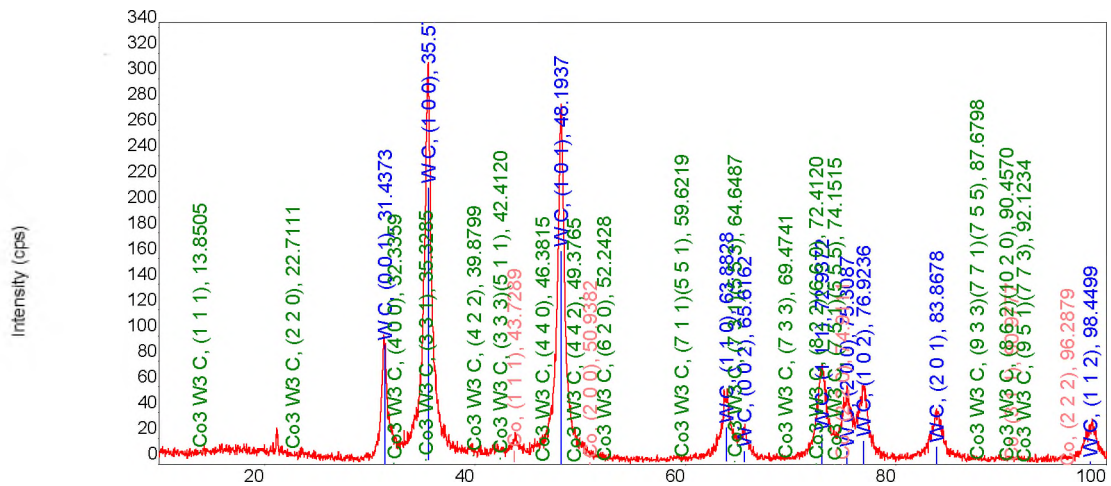
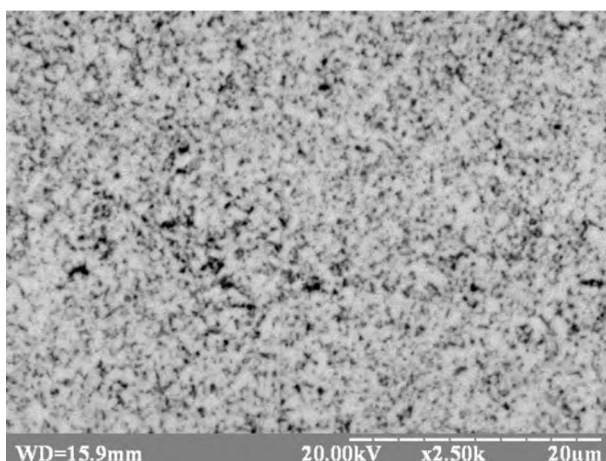
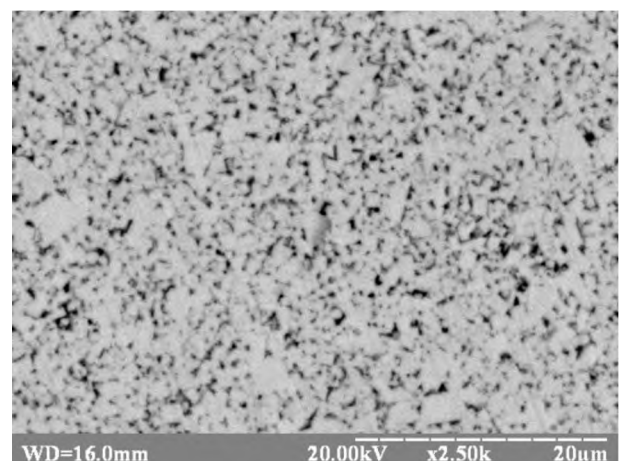


Рисунок 2.20 – Рентгенофазовий аналіз зразків з ВК8

Також було проведено дослідження довготривалого температурного впливу на структуру твердого сплаву. Для цього проводили порівняння структури сплаву спеченого протягом 30 с та сплаву що витримувався протягом 1200 с (20 хв). По знімках структури (рис. 2.21) неозброєним оком помітно значне зростання карбідних зерен, та зміну їх геометричних розмірів, огранка зерен карбиду стає більш чіткою. Оскільки спікання з витримкою протягом 20 хв проводилося в стаціонарному режимі і не весь об'єм зразка був консолідований, провести інші дослідження для нього було неможливим.



*a*



*б*

*a* – 30 с; *б* – 1200

Рисунок 2.21 – Структура ВК8 при короткій та довготривалій витримці за температури спікання (x2500)

За допомогою програмного забезпечення ImageLab було визначено середній розмір зерен карбїду вольфраму, що для твердого сплаву спеченого протягом 30 с складає близько 1,5 мкм, в той час як для сплаву з витримкою протягом 20 хв складає близько 3-4 мкм. Таким чином встановлено, що оптимальний час спікання зразків зі сплаву ВК8 становить 30 с, а при збільшенні часу витримки зростає розмір карбїдних зерен.

## **2.5 Дослідження впливу вмісту вільного вуглецю (графіту) в складі вихідної шихти**

При спіканні твердого сплаву у вакуумному середовищі, відбувається часткове зневуглецювання поверхні виробу з твердого сплаву. До того ж якщо вихідна шихта містить окисли, то частина вуглецю в складі порошку витрачається на їх відновлення. Ці чинники призводять до нестачі вуглецю та утворення потрійних карбїдів типу  $\eta$ . Більш детально цей структурний дефект описано в пункті 2.4.

Особливо критично цей дефект виявляється при використанні порошоків карбїду вольфраму, які складаються не лише з чистого моно карбїду вольфраму, а містить в складі напівкарбїд вольфраму  $W_2C$ , як це видно на рис. 2.16. Для попередження зневуглецювання в класичних методах спікання проводять в середовищі захисних газів, а вироби погружають в суміш кораксу та графітової крихти. Оскільки при електронно-променевому спіканні застосування таких методів неможливе, вільний вуглець вводили безпосередньо в шихту. В якості вільного вуглецю використовували ультра дисперсний графіт олівцевий ГК-1 з розмірами частинок  $>50$  мкм. Для цього попередньо було здійснено просіювання графітового порошку через дрібне сито.

Порошкова суміш ВК8 (75WC010) проходила попереднє розмелювання в кульовому млині протягом 75 годин з додаванням етилового спирту в якості ПАВ. Після додавання порошкового графіту в розмелену порошкову шихту ВК8 в концентраціях 0,05; 0,1; 0,2 та 0,3 % по масі, проводилось її перемішування на

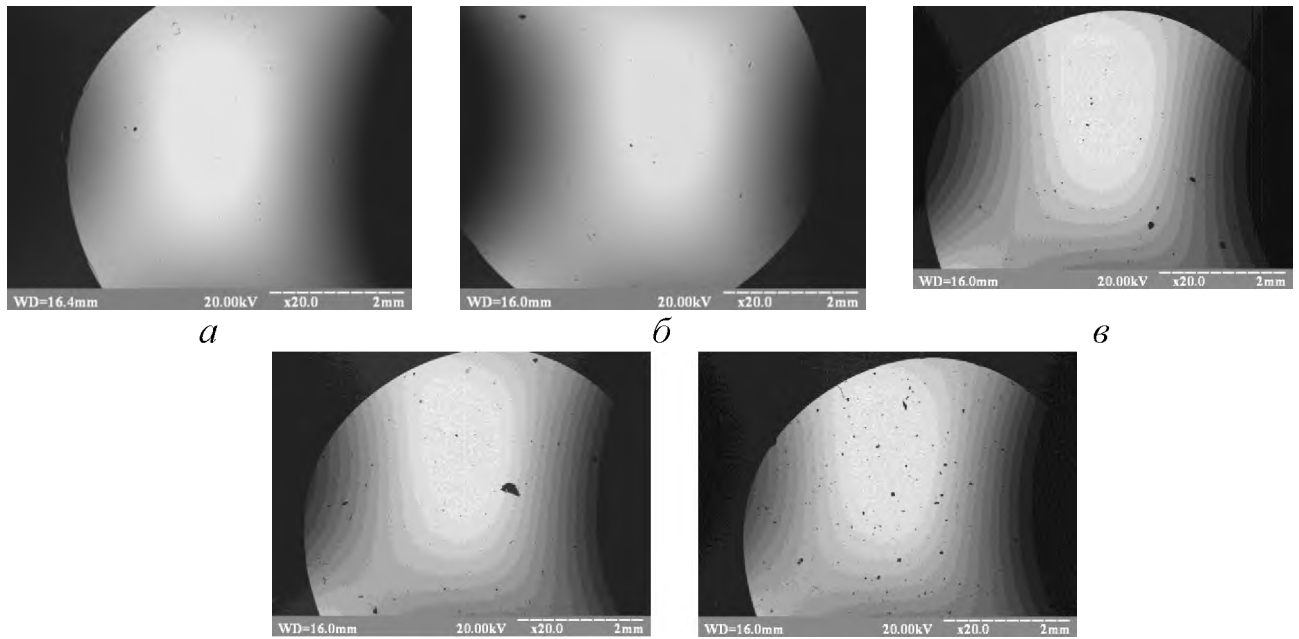
барабанній установці протягом 25 годин. Після замішування суміш було висушено та введено пластифікатор. Виготовлення пресовок здійснювалося під тиском 50МПа, а спікання за оптимально визначеною температурою 1380-1400 °С, протягом 30 с. Результати дослідження спечених порошкових пресовок приведено в табл. 2.5.

При введенні 0,05% вуглецю щільність твердого сплаву не змінюється, збільшення вмісту вуглецю призводить до появи пористості (табл. 2.5). При введенні вуглецю суттєво падає твердість твердого сплаву, що пов'язано з усуненням  $\eta$  - фази та виникненням вуглецевої пористості.

Таблиця 2.5 – Дослідження властивостей спечених твердих сплавів ВК8 з різним вмістом вільного вуглецю в складі вихідної шихти

<b>Вміст вільного вуглецю (графіту), %</b>	<b>0</b>	<b>0,05</b>	<b>0,1</b>	<b>0,2</b>	<b>0,3</b>
Величина об'ємної усадки $\Delta V/V$ , %	50,7	50,7	48,9	48,9	49,3
Щільність зразків $\gamma$ , г/см <sup>3</sup>	14,8	14,8	14,7	14,6	14,3
Пористість зразків П, %	0	0	0,7	1,3	3,3
Середня твердість зразка, HRA	88,5	88,0	87,8	86,8	86,0
Середнє значення мікротвердості HV, ГПа	23,7	23,7	22,9	22,9	22,8

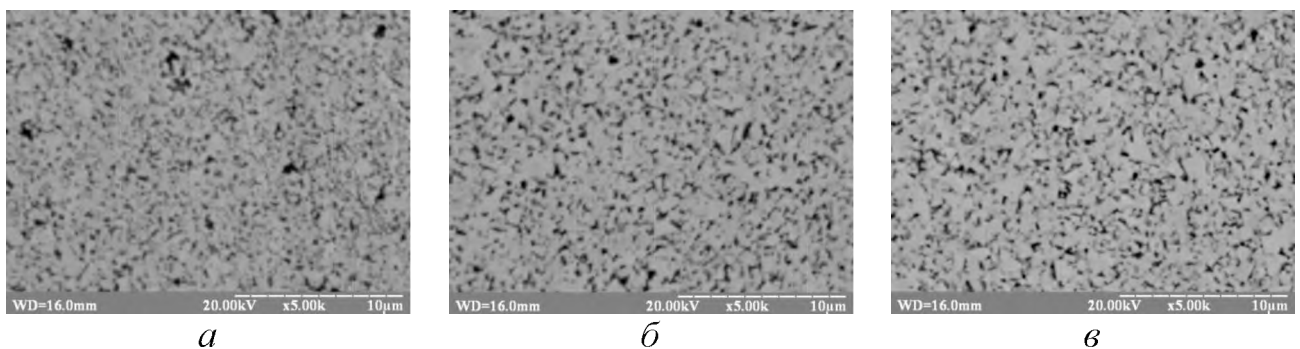
Дослідження мікроструктури твердих сплавів показали, що введення вільного вуглецю у вихідний склад порошкової шихти призводить до утворення графітової пористості при вмісті більше 0,05% по масі (рис. 2.22). При цьому спостерігається його ліквідація та утворення крупних порожнин заповнених графітом. Особливо сильно графітова ліквідація спостерігається у зразку з найбільшим вмістом графіту (рис. 2.22, д).



*a* – 0% C; *б* – 0,05% C; *в* – 0,1% C; *з* – 0,2% C; *д* – 0,3% C

Рисунок 2.19 – Структура ВК8 з різним вмістом вільного вуглецю в складі вихідної шихти (x20)

Дослідження мікроструктури при збільшеннях в 5000 крат не виявило в структурі твердого сплаву  $\eta$ -фази при будь-якому вмісті вуглецю (рис. 2.23).



*a* – 0,05% C; *б* – 0,1% C; *в* – 0,3% C

Рисунок 2.23 – Структура ВК8 з різним вмістом вільного вуглецю в складі вихідної шихти (x20)

Зі знімків видно незначне зростання розміру карбідного зерна. Прискорення росту карбїду вольфраму в твердому сплаві при підвищеному вмісті вуглецю було встановлено ще в роботі [1]. Тому важливо, щоб вміст вуглецю був достатнім та

мінімальним для усунення  $\eta$ -фази, та не вносив дефектів вуглецевої пористості та не спричиняв швидкого росту зерна. З проведених досліджень визначено, що оптимальний вміст вуглецю становить 0,05% по масі.

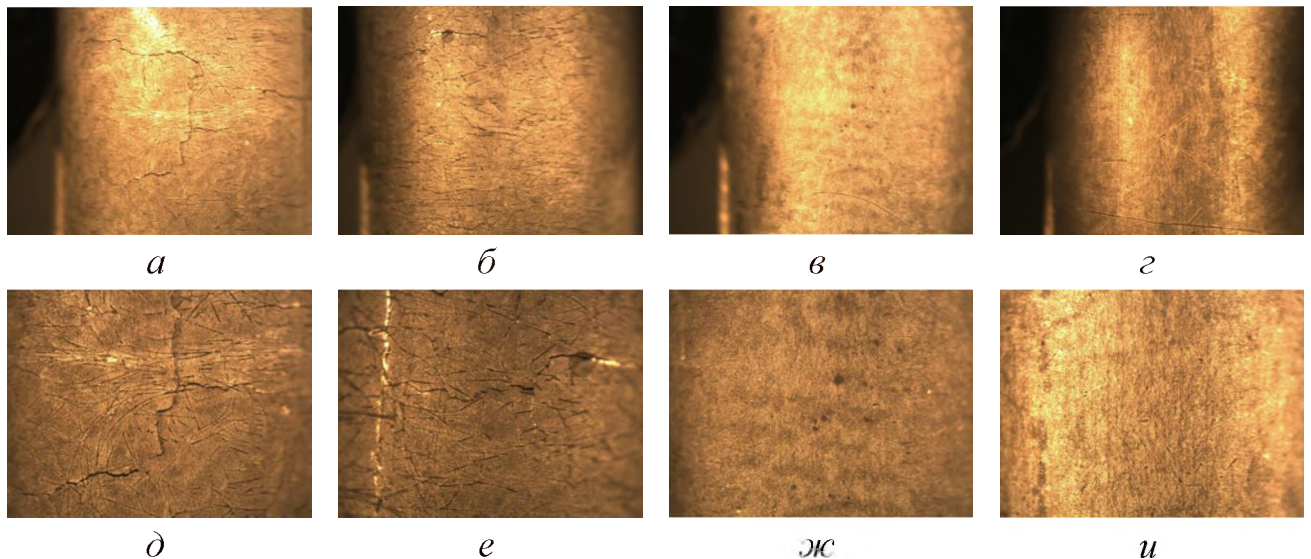
## **2.6 Дослідження впливу швидкості обертання зразків на властивості твердого сплаву**

Як вже описувалось раніше, для реалізації процесу електронно-променевого спікання, зразки або вироби поміщають на валки обертового механізму зображеного на рисунку 2.11. Швидкість обертання зразка визначається швидкістю обертання валків, яка в свою чергу задається швидкістю обертання електродвигуна. Швидкість обертання зразків чинить вирішальний вплив на можливість отримання бездефектних тріщин. Особливо важливим цей вплив є для мало кобальтових твердих сплавів. Дослідження впливу швидкості обертання на якість твердого сплаву ВК3 при електронно-променевому спіканні показали, що при обертанні зі швидкістю менше 1 об/с на поверхні зразків виявляються тріщини.

На рисунку 2.24 зображені знімки поверхні зразків з твердого сплаву ВК3 отриманих при різній швидкості обертання при однакових параметрах спікання.

Дослідження поверхні зразків показало, що швидкість обертання заготовок впливає на щільність та без дефектність структури твердих сплавів. При цьому за спікання при 0,13 на поверхні утворюються грубі розгалужені тріщини. При збільшенні швидкості обертання до 0,25 об/с на поверхні також виявляються тріщини, вони менші та не такі розвинені. При спіканні зі швидкістю 1 об/с та вище на поверхні твердого сплаву тріщини не виявляються.

Аналогічне дослідження проводилось для зразків зі сплавів марки ВК8. Спікання проводилось за аналогічних режимів, протягом 30 с та при змінній швидкості обертання заготовок в камері електронно-променевої установки. Швидкість змінювалась від 0,13 до 3 об/с (25-550°/с). Результати дослідження приведені в таблиці 2.6.



а, б, в, г – х15; д, е, ж, и – х30

а, д – 0,13 об/с; б, е – 0,25 об/с; в, ж – 1 об/с; г, и – 3 об/с

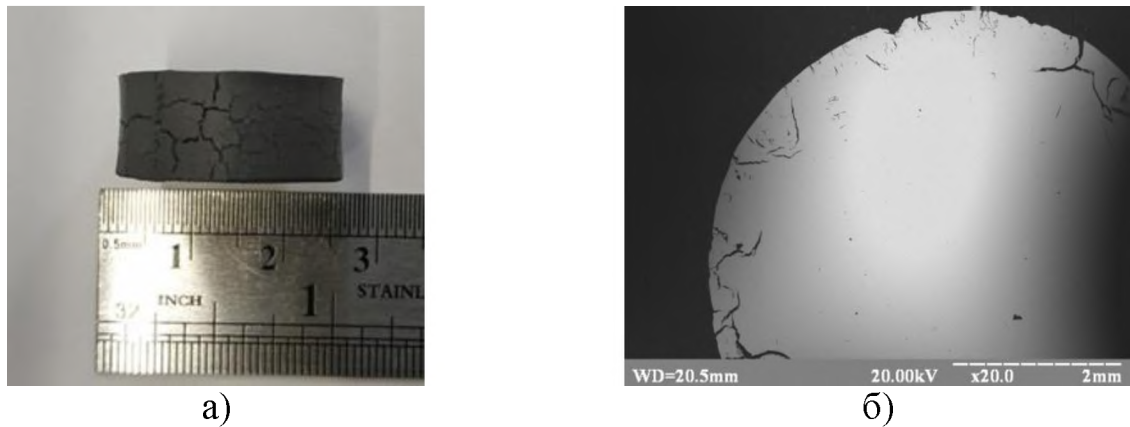
Рисунок 2.24 – Вигляд поверхні спечених твердих сплавів ВК3

Дослідження поверхні зразків показало, що при випробовуваних швидкостях обертання заготовки в камері електронно-променевої установки, поверхня спечених зразків залишається бездефектною.

Таблиця 2.6 – Властивості твердого сплаву ВК8, при різній швидкості обертання

Швидкість обертання зразків, об/с	0,13	0,25	1	3
Величина об'ємної усадки $\Delta V/V$ , %	47,7	47,8	48,2	46,4
Щільність зразків $\gamma$ , г/см <sup>3</sup>	14,8	14,7	14,4	14,3
Пористість зразків П, %	0	0,5	3,0	3,6
Твердість випробовуваного зразка, HRA	91,8	91,3	90,5	90,3
Середнє значення мікротвердості HV	2073,8	2080,6	1940,9	2159,9

Для твердого сплаву ВК8 ефект утворення поверхневих тріщин виникає лише при дуже низьких швидкостях обертання – менше 0,05 об/с (рис. 2.25).



а) – зовнішній вигляд спеченого зразка; б) структура зразка

Рисунок 2.25 – Твердий сплав ВК8 спеченого електронно-променевою технологією при швидкості обертання 0,05 об/с

Отже швидкість обертання зразків при електронно-променевому спікання чинить суттєвий вплив на виникнення тріщино-подібних дефектів на поверхні виробів лише для мало кобальтових сплавів.

## 2.7 Дослідження впливу об'ємної термічної обробки на зміну властивостей твердих сплавів

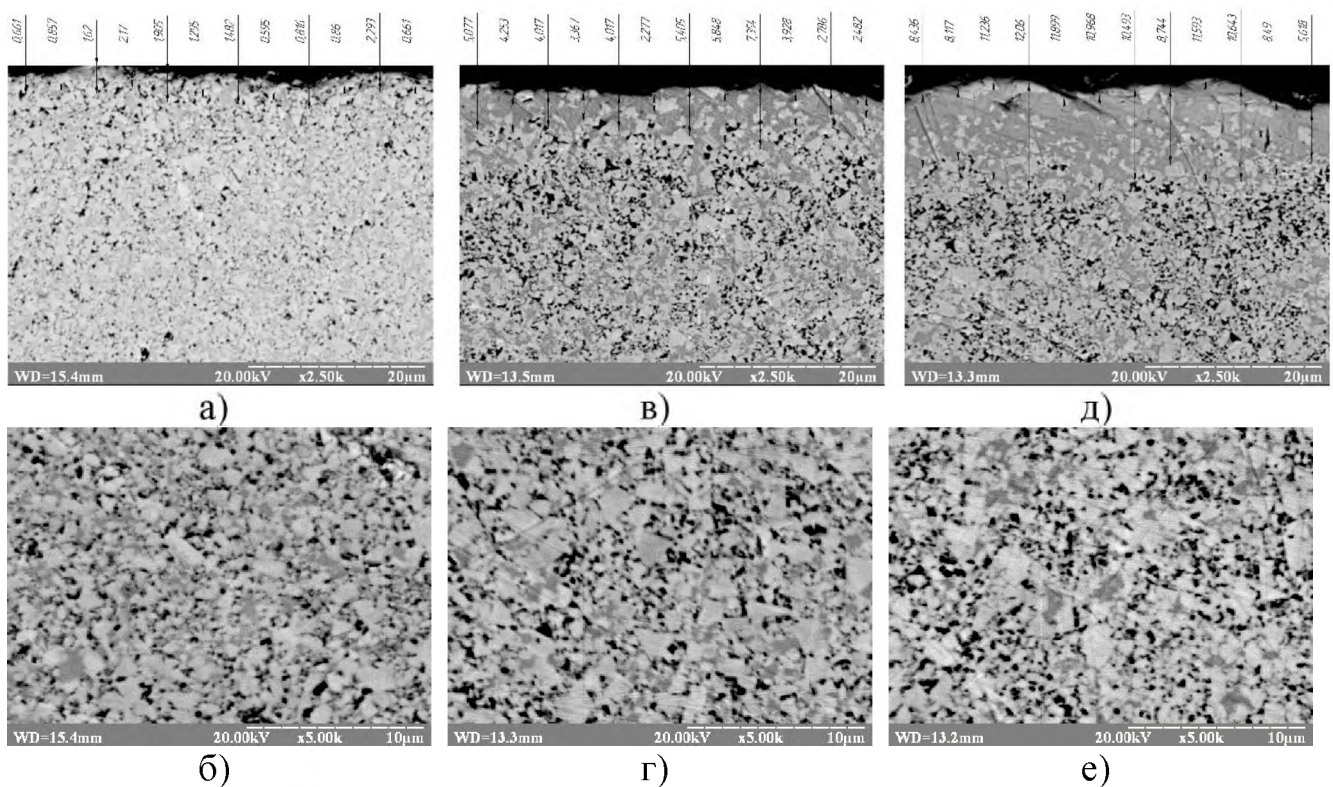
При отриманні виробів електронно-променевим спіканням в структурі виявляються великі фазові напруження, що досягають 3,5 ГПа. Причиною появи фазових напружень є градієнт температур, що виникає в процесі електронно-променевого нагріву та висока швидкість процесів нагріву, консолідації та охолодження матеріалу. Висока структурна напруженість сплаву приводить до погіршення експлуатаційних властивостей твердого сплаву, а також до зниження стійкості виробів до динамічних навантажень, високонапружені сплави більш схильні до крихкого руйнування.

Методами, які можуть значно підвищити міцність твердого сплаву, мають невелику собівартість за рахунок застосування відносно не дорогого обладнання і можливості застосування в дрібносерійному виробництві можуть бути термічна або хіміко-термічна обробка.

Підвищення зносостійкості твердого сплаву можливо також за рахунок підвищення твердості поверхневого шару. Таке підвищення поверхневої твердості передбачається за рахунок проведення знеуглецювального відпалу, що забезпечить утворення на поверхні твердого сплаву прошарку з  $\eta$ -фазою, яка має вищу твердість ніж зерна монокарбиду вольфраму.

Для усунення фазових напружень зразків отриманих за оптимально визначеними параметрами спікання, проводили відпал при температурі 1000°C в засипці вуглецю у тигелі протягом 0,5; 2, та 4 годин.

Структуру зразків отриманих в результаті відпалу приведено на рисунку 2.26. На поверхні зразків виявляється досить щільний шар з  $\eta$ -фазою, товщина якого зростає зі збільшенням часу витримки (табл. 2.7). Однак в структурі серцевини зразків також виявляється  $\eta$ -фаза, що свідчить про знеуглецювання не лише поверхневого шару, а і всього об'єму спеченого консолідованого матеріалу.



а, б – відпал з витримкою 0,5 год; в, г – 2 год; д, е – 4 год

Рисунок 2.26 – Структура поверхневого шару (а, в, д) та серцевини (б, г, д) твердого сплаву після знеуглецювального відпалу при різному часі витримки

Показники макротвердості при збільшенні часу витримки теж незначно зростають. Рентгенофазові дослідження встановили зниження фазових напружень (табл. 2.7).

Таблиця 2.7 – Властивості спечених твердих сплавів ВК8 після відпалу

<b>Тривалість відпалу, год</b>	<b>0 Без відпалу</b>	<b>0,5</b>	<b>2</b>	<b>4</b>
Величина фазових напружень, МПа	3457	1639	409	73
Середня товщина зневуглецьованого шару, мкм	0	1,3	4,2	9,9
Середня твердість зразка, HRA	89,3	89,3	89,6	90,6

Отримання в серцевині сплаву дефектної  $\eta$ -фази, може призвести до зниження стійкості виробів до динамічних ударних навантажень. Тому наявність такого дефекту в структурі твердого сплаву є недопустимою.

### 3 ОБГОВОРЕННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

Електронно-променева технологія новий метод консолідації порошкових матеріалів, який поруч з рядом переваг має і ряд недоліків. Серед переваг електронно-променевої технології:

- а) можливість високошвидкісної консолідації порошкових матеріалів;
- б) скорочення часу температурного впливу, що дає можливість отримання ультрадисперсних та нанорозмірних порошкових сплавів;
- в) універсальність застосування устаткування (електронно-променева установка може застосовуватись, як для спікання порошкових матеріалів, так і для прецизійної пайки або зварювання);
- г) відсутність необхідності виготовлення додаткової одноразової оснастки (як графітові прес-форми при гарячому пресуванні, тощо);
- д) можливість спостереження за процесом консолідації матеріалу;
- е) отримання специфічних властивостей, які не властиві матеріалам при інших методах спікання і т.д.

Як і будь-який інший метод електронно-променева технологія має і недоліки:

- а) обмеженість застосування в порошковій металургії (електронно-променева технологія може бути застосована лише для виробів невеликого розміру, які є тілами обертання; успішна консолідація порошкового тіла можлива лише за високої теплопровідності матеріалу виробу);
- б) обмеженість застосування пластифікаторів для отримання пресовок, або необхідність додаткової операції попереднього видалення пластифікатору, через високі вимоги вакуумної системи електронно-променевих установок до чистоти матеріалу;
- в) неможливість застосування для матеріалів, що містять легкоплавкі фази;
- г) нерівномірність прогріву (градієнт температур в поздовжньому та поперечному напрямках, тощо).

Ще одним недоліком, який одночасно є і перевагою, є недостатня вивченість електронно-променевою технології, яка ставить перед інженерами багато завдань, але поруч з тим дає цілий ряд можливостей.

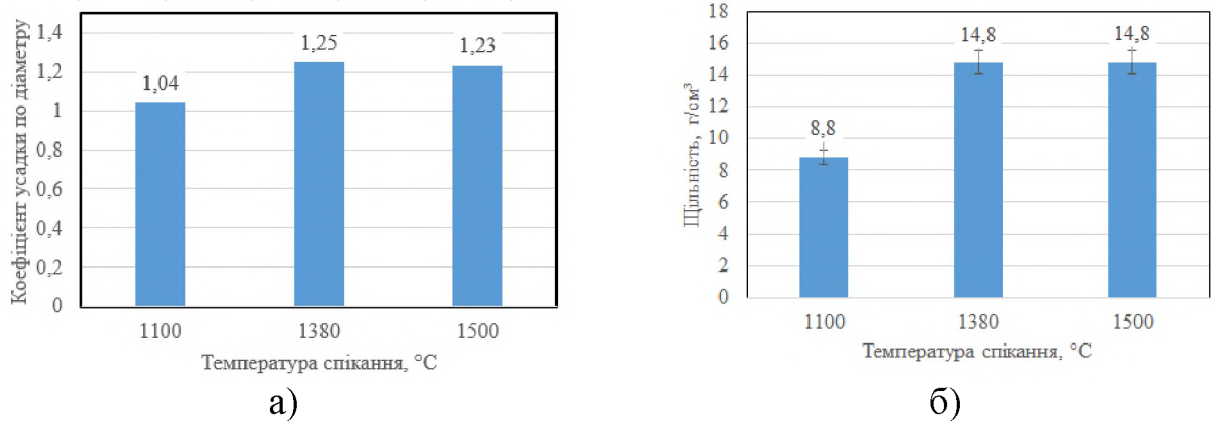
Основною задачею науково-дослідної роботи є дослідження особливостей та впливу кінетичних параметрів спікання на властивості твердого сплаву ВК8, визначення оптимальних параметрів спікання а також дослідження впливу термічної обробки на структурні зміни та експлуатаційні властивості.

Повноцінна консолідація твердого сплаву ВК8 не відбувається при температурі нижче 1300 °С, однак і перевищення рекомендованих температур спікання ( 1380 °С – 1400 °С) при тривалій витримці може призвести до погіршення експлуатаційних властивостей твердого сплаву, зростанню зерен карбиду вольфраму, активному окисненню домішок, появі структурних дефектів і т.д. При електронно-променевому спіканні температура нагріву зразка визначається багатьма факторами – співвідношенням сили струму та напруги, що подається на електронний промінь, які в свою чергу визначають потужність, яка вкладається в нагріваний зразок; теплофізичними властивостями матеріалу, що спікається та матеріалу оснащення, що контактує зі зразком під час спікання; температури навколишнього середовища камери установки, тощо.

Провівши дослідження було визначено, що найвищий коефіцієнт усадки та найбільша щільність спеченого зразка досягається при температурі нагріву до 1380 °С (рис. 3.1). Отже саме величина питомої напруги враховує масштабний фактор виробів, які спікаються та є критерієм для вибору оптимальних параметрів спікання. Тому параметри спікання (напруга та сила струму) за електронно-променевою технологією має бути визначена за даною величиною.

При недостатній питомій потужності, температура нагріву зразка не досягає 1380 °С і процес повної консолідації матеріалу унеможлиблюється. В результаті недостатнього нагріву виріб матиме дефекти у вигляді пор, а його експлуатаційні властивості будуть незадовільними.

Надто висока температура нагріву теж призводить до зниження експлуатаційних властивостей в результаті появи дефектів у вигляді пор або тріщин.



а) – залежність коефіцієнта усадки по діаметру від температури спікання, б) – залежність щільності від температури спікання

Рисунок 3.1 – Вплив температури спікання на властивості ВК8

Час витримки зразків основний параметр, що впливає на зміну розміру зерен в процесі консолідації. Усі методи отримання ультрадисперсних та нанорозмірних твердих сплавів базуються на зменшенні часу температурного впливу під час спікання. Електронно-променева технологія не є виключенням, збільшення часу витримки при досягненні температури спікання, призводить до проходження процесів перекристалізації та зростання зерен карбіду вольфраму. Про це свідчать результати розподілу за розміром зерен твердого сплаву отриманого з витримкою протягом 60 с та 20 хв (рис. 3.2).

Поруч з тим, аналізуючи кінетику спікання при електронно-променевому нагріві, слід зазначити що основним недоліком даної технології є нерівномірність прогріву матеріалу та обумовлений цим градієнт температур в повздовжньому та поперечному перерізі зразка, що може бути критичним для зразків з великим перетином.

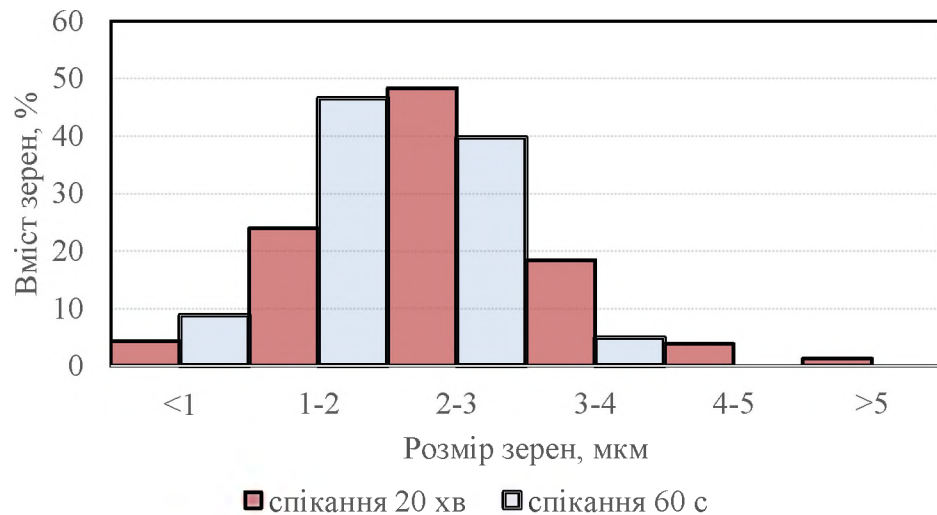


Рисунок 3.2 – Розподіл зерен за розмірами в консолідованому твердому сплаві, при витримці протягом 60 с та 20 хв

При спіканні спостерігається градієнт температур в повздовжньому напрямку обумовлений тим, що нагрів заготовок в установці СВС-112 відбувається скануванням поверхні по заданій траєкторії і з заданою частотою. Таким чином кількість циклів взаємодії електронного променя з поверхнею циліндричної заготовки при проходженні електронного променя від торцю до центру заготовки змінюється від  $n$  до  $2n$  (рис. 3.3). Крім того на торці заготовок діє тепловідведення обумовлене випромінюванням за законом Стефана Больцмана.

Такий градієнт спричиняє нерівномірність діаметру вздовж циліндричного зразка та неповну усадку на торцях виробу, що спікається. Особливо сильно це явище виявляється на зразках великого перетину.

Усунення даного явища, частково вирішується встановленням циліндричних графітових прокладок, які мінімізують явище тепловідведення випромінюванням.

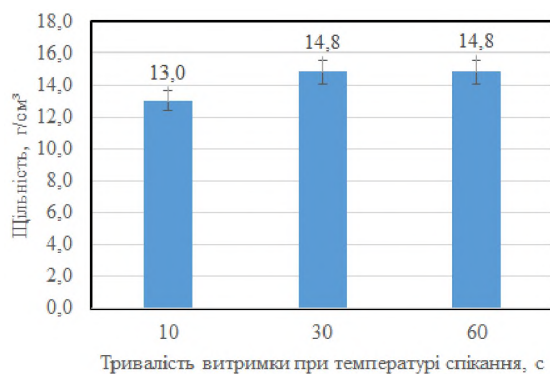
При достатньо тривалому процесі нагріву, градієнт температур вздовж заготовки вирівнюється, через тепло перенесення від центру до торців заготовки. Тому важливе значення на якість твердих сплавів при електронно-променевому спіканні відіграє час витримки.



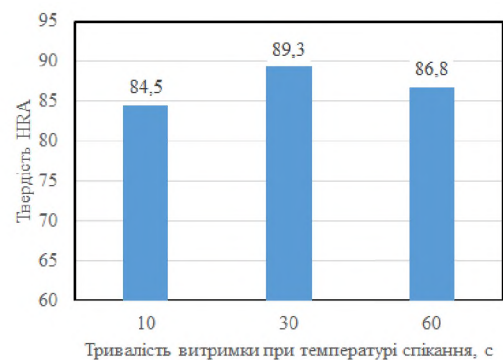
Рисунок 3.3 – Схема до пояснення причин виникнення поздовжнього градієнту температур при електронно-променевому нагріві

Оптимальний час спікання має бути достатнім для проходження усіх усадкових процесів та вирівнювання температурного поля вздовж зразка, але мінімальним для уникнення процесу інтенсивного зростання зерен WC.

При дослідженні впливу та визначенні оптимального часу спікання, було встановлено, що найліпші показники щільності (рис. 3.4, а), мікро та макротвердості (рис. 3.4, б) досягаються при витримці протягом 30 с.



а)



б)

а – залежність коефіцієнта усадки по діаметру від температури спікання, б - залежність твердості від температури спікання

Рисунок 3.4 – Вплив тривалості спікання на властивості ВК8

Величина, що впливатиме на оптимальне значення часу витримки для кожного конкретного виробу, є його геометричні розміри. Оскільки, при електронно-променевому нагріві перенесення тепла відбувається від поверхні до серцевини тіл обертання.

Звісно на значення тривалості витримки будуть впливати і інші фактори, такі як співвідношення карбиду вольфраму та кобальту, температура нагріву зразка, величина поперечного перетину, його розвиненість, тому розрахований час витримки для конкретного виробу має бути скоригований експериментально.

Недостатній час витримки призводить до неповної консолідації твердого сплаву та наявності порожнистих дефектів структури у вигляді пор та тріщин, які в свою чергу знижують міцність та твердість та погіршують експлуатаційні властивості виробу. Надмірний час витримки супроводжується проходженням процесу перекристалізації зерен карбиду вольфраму та їх зростанням, що знижує твердість матеріалу.

Іншою особливістю електронно-променевого спікання є небезпека часткового зневуглицювання твердого сплаву та утворення дефектних  $\eta$ -фаз, причина появи яких описана в пункті 2.5. Тому існує необхідність в введенні в шихту вихідного порошку надлишкового вмісту вільного вуглецю, оптимальний вміст якого було визначено в даній роботі.

Відсутність  $\eta$ -фази у твердому сплаві ВК8, вихідний порошок якого не містив вільного вуглецю, окислів, напівкарбідів та потрійних карбідів типу  $\eta$ -фаз, забезпечується (згідно результатів рентгенофазового аналізу, рис. 3.5) введенням 0,05% вільного вуглецю (графіту ГК-1).

Збільшення вмісту вуглецю може призвести до появи вуглецевої пористості (рис. 3.6, а) та зниження твердості (рис. 3.6, б) і експлуатаційних властивостей виробу з твердого сплаву ВК8.

Розрахунок вмісту вільного вуглецю має також враховувати зольність пластифікатору, що використовується на технологічному етапі пресування виробів.

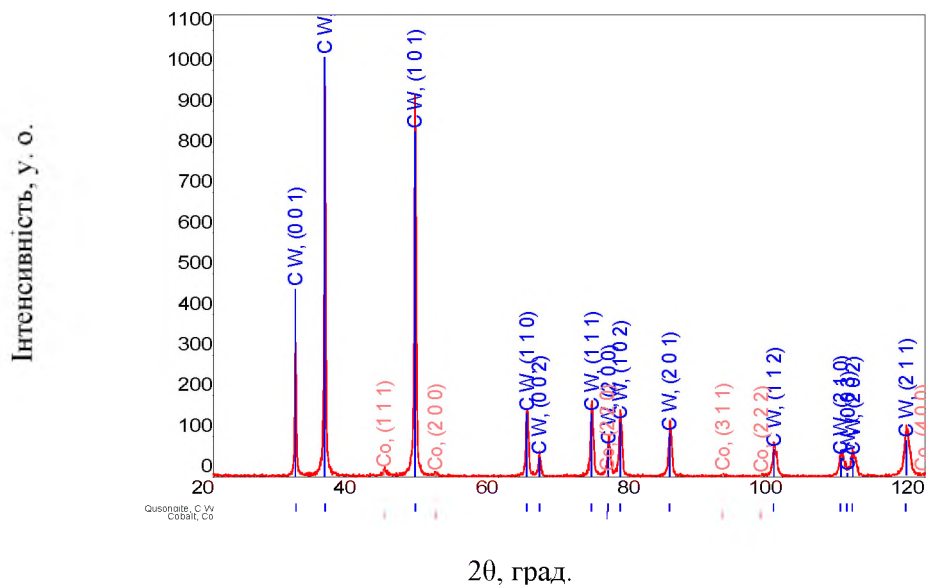


Рисунок 3.5 – Рентгенограма сплаву ВК8 з вмістом вільного-вуглецю в шихті 0,05%, отриманого електронно-променевим спіканням.

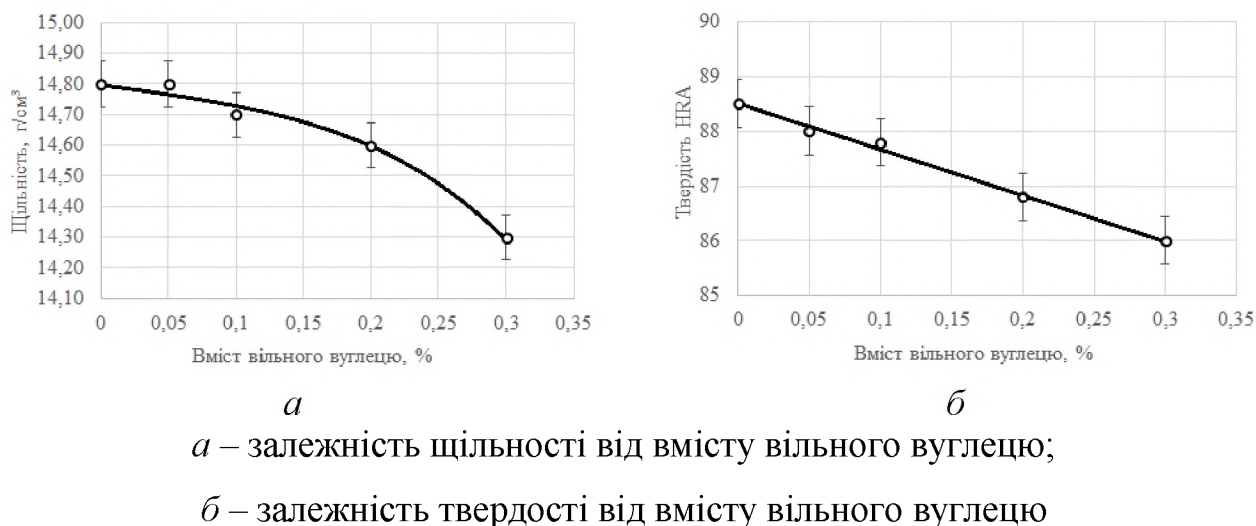
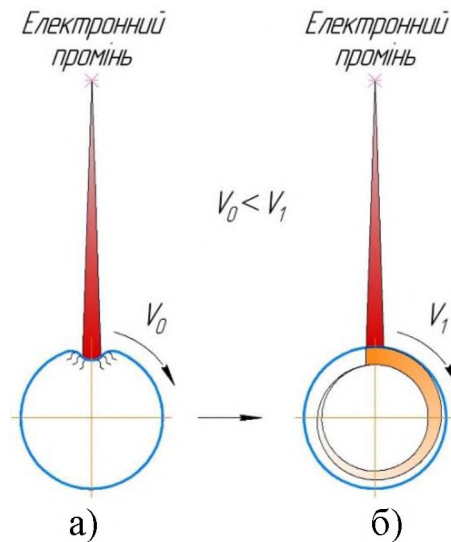


Рисунок 3.6 – Вплив вмісту вільного вуглецю на властивості ВК8

При спіканні твердих сплавів ВК3 електронно-променевою технологією було виявлено появу на поверхні дефектів у вигляді тріщин. Причиною цих дефектів був градієнт температур, що виникає в поперечному перерізі зразка (рис. 3.7) при недостатній швидкості обертання.

Якщо швидкість обертання зразка недостатня (рис. 3.7, а) відбувається локальне нагрівання матеріалу та починається локальна усадка, яка супроводжується відривом перегрітої частини пресовки від основного об'єму.

Тріщини, що утворюються в результаті такого відриву в процесі подальшого нагріву не «заліковуються» і можуть виявлятися на поверхні виробу після завершення процесу консолідації.



а – локальний нагрів; б – градієнт температур при обертанні зразка

Рисунок 3.7 – Схема виникнення градієнту температур у поперечному перетині зразка

Тому для забезпечення уникнення появи тріщино подібних дефектів необхідно визначити оптимальну швидкість обертання. Для твердого сплаву ВКЗ, оптимальна швидкість обертання становить 1 об/с. З проведених досліджень для твердого сплаву ВК8 швидкість обертання не є критичним параметром і при всіх випробовуваних швидкостях на поверхні та в структурі тріщини не виявляються. Появу тріщин можна спостерігати лише при дуже низьких швидкостях обертання близько 0,05 об/с. Однак зі збільшенням швидкості обертання знижуються щільність та твердість (рис. 3.8) твердого сплаву. Це пов'язано з сегрегацією розплаву кобальту до поверхні зразка під дією відцентрових сил.

Отже швидкість обертання є критичним параметром спікання лише для мало кобальтових сплавів, а для сплавів ВК8 має становити від 0,13 об/с.

Під час проведення рентгенофазових досліджень було встановлено, що твердий сплав ВК8 отриманий за технологією електронно-променевого спікання

має високо напружений фазовий стан. Такі фазові напруження в твердому сплаві досягають 3,5 ГПа. Зняття фазових напружень можливо при проведенні відпалу для виробів з твердого сплаву (рис. 3.9, а).

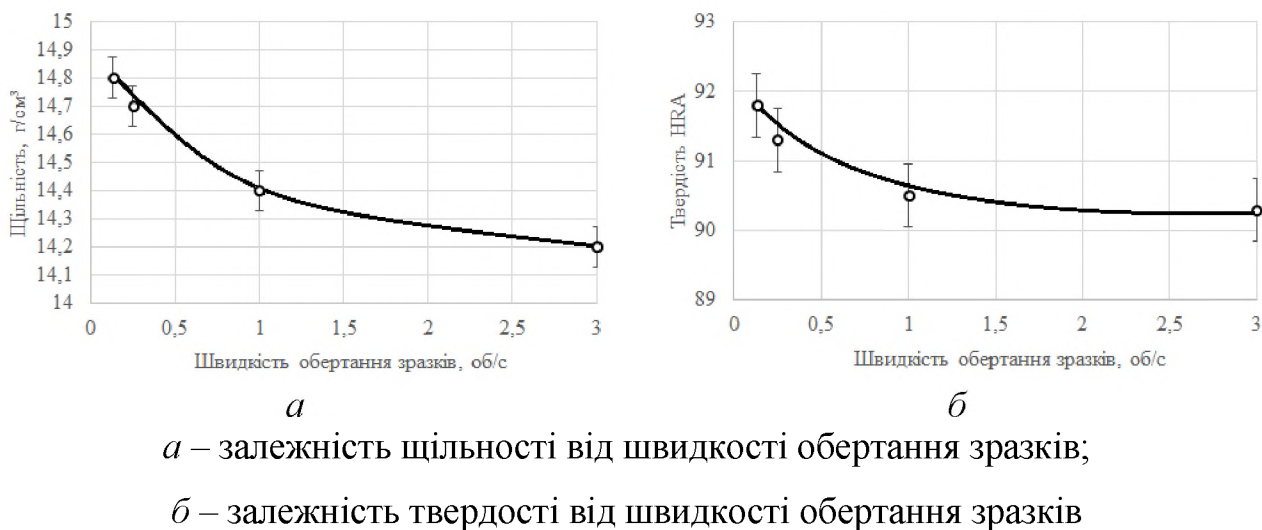


Рисунок 3.8 – Вплив від швидкості обертання зразків на властивості ВК8

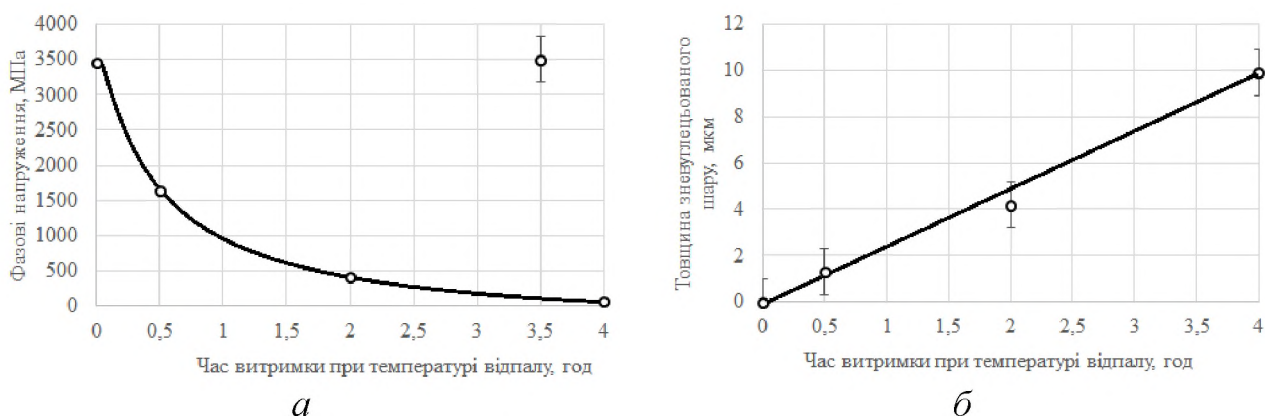


Рисунок 3.9 – Вплив часу витримки при температурі відпалу на властивості ВК8

Крім того, оскільки дослідженнями мікротвердості твердого сплаву було встановлено, що структурно дефектна  $\eta$ -фаза має вищу твердість ніж монокарбід вольфраму, при проведенні відпалу забезпечувалися умови для отримання знеуглецьованого поверхневого шару для підвищення зносостійкості виробу. Знеуглецьовання твердого сплаву під час відпалу відбуваються через не

герметичність тигелю для проведення відпалу. Однак знеуглецювання відбувається не лише на поверхні, а і по всьому об'єму консолідованого твердого сплаву, а поверхневий шар складається з практично суцільної  $\eta$ -фази. При чому товщина знеуглецьованого шару прямолінійно зростає зі збільшенням часу витримки (рис. 3.9, б).

За отриманими результатами було складено технологію та виготовлено електродні філь'єри для нанесення обмазки на дріт електроду, які піддавалися дослідно-промисловим випробуванням (рис. 3.10).



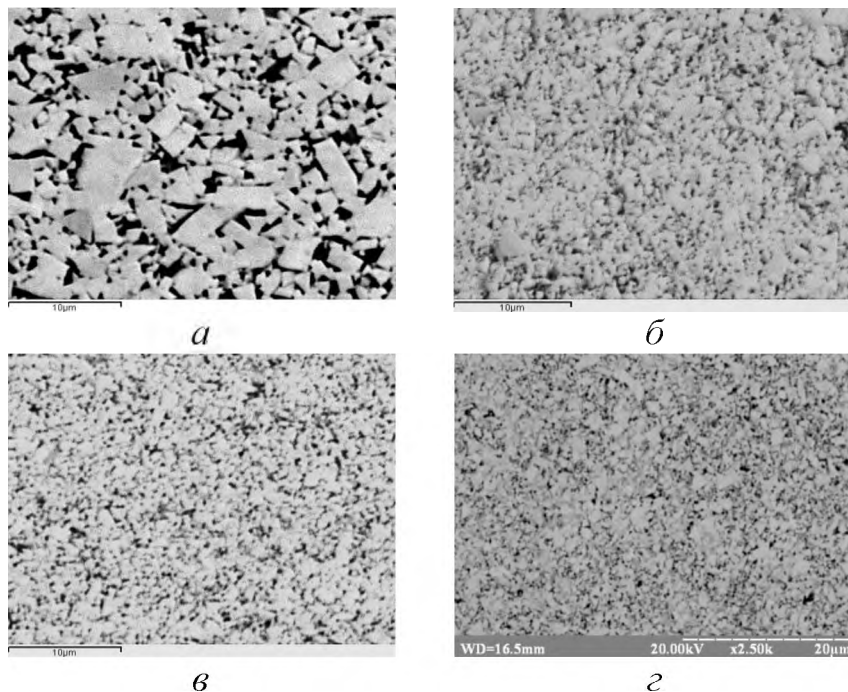
Рисунок 3.10 – Прототип електродної філь'єри

Для зниження напружень в карбідній фазі та отримання знеуглецьованого поверхневого шару було проведено знеуглецьовальний відпал при 1000 °С протягом 6 годин. В результаті проведеної термічної обробки структурні напруження знизилися в два рази, при цьому незначно підвищилася твердість сплаву.

Дослідно-промислові випробування показали що експлуатаційна стійкість філь'єр отриманих за технологією електронно-променевого спікання збільшилась у 2 рази в порівнянні з філь'єрами отриманими традиційним методом холодного пресування з наступним спіканням у вакуумній печі та показали не гіршу експлуатаційну стійкість ніж зарубіжні аналоги. Однак фільєри для яких проводився знеуглецьовальний відпал мають гіршу стійкість, ніж фільєри без

відпалу, це пов'язано з низькою міцністю знеуглецьованого поверхневого шару, що складається з щільної  $\eta$ -фази. Низька міцність поверхневого шару підвищує інтенсивність зношування матеріалу інструменту.

Така ефективність використання електронно-променевої технології для отримання волоочильного інструменту пояснюється отриманням ультрадисперсної структури твердого сплаву, що забезпечує більш високі експлуатаційні властивості ніж при застосуванні традиційних технологій спікання (рис 3.12).



а – спікання заготовок отриманих холодним пресуванням (КЗТС, Росія);

б – ізостатичне гаряче пресування (Vassena, Італія);

в – гаряче пресування в графітових прес-формах (Paramount Dies, США);

г – спікання електронним променем (ІФФ КПІ ім. Ігоря Сікорського, Україна)

Рисунок 3.12 – Структура твердого сплаву ВК8 отриманого за різних технологій

Таким чином, завдяки забезпеченню отримання ультрадисперсних твердих сплавів, електронно-променева технологія дозволяє отримувати вироби, які за експлуатаційною стійкістю не поступаються виробам отриманих технологіями ізостатичне гаряче пресування, гаряче пресування в графітових прес-формах та ін. Отже дослідження процесів електронно-променевого спікання матеріалу є перспективним науковим напрямком в галузі матеріалознавчих наук.

## **4 ОХОРОНА ПРАЦІ ТА БЕЗПЕКА В НАДЗВИЧАЙНИХ СИТУАЦІЯХ**

Метою даного розділу є аналіз небезпечних та шкідливих чинників в процесі одержання виробів з твердих сплавів з використанням технології електронно-променевого спікання, а також розробка засобів та заходів для створення здорових і безпечних умов праці та усунення можливої надзвичайної ситуації.

У даному розділі розглянуто проблеми охорони праці та безпеки в надзвичайних ситуаціях, які створюються під час застосування даної технології, та можливого впливу негативних факторів на організм людини. Правильний розрахунок і організація заходів по усуненню дії шкідливих факторів на організм людини є одним з основних елементів, які повинні розроблятися на самому початку науково-дослідницької роботи, оскільки від цього залежить здоров'я та ефективність роботи персоналу [55, 56].

### **4.1 Аналіз шкідливих і небезпечних виробничих факторів (ШНВФ)**

Технологічні операції, що виконувалися під час проведення даної магістерської дисертації, несли в собі ту чи іншу небезпеку. Розглянемо більш детально процес отримання виробів з твердих сплавів методом електронно-променевого спікання згідно технологічної схеми.

Дана дипломна робота виконувалась у декількох лабораторіях факультету: 023 – дозування, замішування на пластифікаторі, сушка, грануляція; 022 – пресування; 010 – електронно-променево спікання; 112 – шліфування зразків; 110 – скануюча електронна мікроскопія. Основна робота виконувалась у лабораторії 010 (рис. 4.1), де проводилось спікання зразків. Все це становить певну небезпеку під час роботи і для попередження проблем в роботі та травмувань, уражень електричним струмом та уникнення робочих травм маємо дотримуватися всіх правил охорони праці та безпеки під час роботи на всіх, без винятку, установках.



Рисунок 4.1 – Фото центру електронно-променевих технологій (лаб. 010)

Більшість шкідливих і небезпечних виробничих факторів відносяться до фізичних факторів (фактори, що створюють небезпеку механічного травмування, підвищені рівні напруги, замикання ланцюга через тіло людини, електромагнітне, ультрафіолетове та інфрачервоне випромінювання, пил фіброгенної дії тощо) [57].

Усі застосовані порошки та обладнання можуть бути чинником виробничого травматизму та професійних захворювань. Шкідливі та небезпечні фактори, які можуть мати місце при виконанні особливих операцій дипломної роботи, наведені в таблиці 4.1.

Таблиця 4.1 – Шкідливі і небезпечні виробничі фактори, що можуть мати місце при виконанні деяких операцій диплому

Найменування операцій	Устаткування	Потенційні небезпеки
Пресування	Розбірна прес-форма, прес гідравлічний	Вібрації, травматизм
Спікання	Електронно-променева установка СВ-112	Видиме та УФ- випромінювання, іонізуюче випромінювання, ураження електричним струмом
Обробка результатів експерименту	Комп'ютер ЕОМ	Можливе ураження електричним струмом

Етап дозування порошку ВК8 є досить небезпечним через можливість нанесення травм через використання спеціальних пристроїв, а також потрапляння порошоків в організм людини. Проте, даний процес проводилося вручну без використання будь-якого обладнання.

Змішування порошку з пластифікатором необхідно для підвищення його формувальних властивостей. У якості пластифікаторів було використано розчин синтетичного каучуку в бензині. Відомо, що бензин та спирт у тій чи іншій мірі – отруйні (токсичні) і пожежонебезпечні речовини. Бензини, будучи токсичними матеріалами, здатні проникати в організм через органи дихання, шкіру і травний тракт. Концентрація парів бензину в повітрі не повинна перевищувати 0,3 мг/л. Навіть за нетривалого вдихання повітря, що містить бензин в кількості від 5 до 10 мг/л, може настати гостре отруєння, характерними ознаками якого є головний біль, неприємні відчуття в горлі, кашель, подразнення слизової оболонки носа і очей, нестійка хода, запаморочення, збудження. Тому були розроблені наступні превентивні заходи, наведені в підрозділі 4.2.

Наступним етапом після замішування є сушка отриманої суміші. Дана технологічна операція містить незначну небезпеку, оскільки пил ВК8 відсутній, концентрація пластифікатору в суміші надто низька, щоб її випари нанесли шкоду для організму. Проблемою можуть стати ураження струмом та отримання опіків.

Пресування – це технологічна операція, що полягає у формуванні порошку під дією тиску. Під час проведення дослідження використовувалися механічні гідравлічні преси без електрифікації, що усуває небезпеку ураження електричним струмом під час виконання даної технологічної операції. Небезпека проведення формування зразків полягає у тому, що за значних тисків формування можливе руйнування рухомого пуансону чи матриці прес форми. Під великим тиском зруйновані частини прес форми можуть досягати значних швидкостей та нанести ушкодження оператору преса.

Основною операцією отримання виробів з порошку ВК8 є спікання, яке проводилось з застосуванням електронно-променевого методу. Особливістю спікання електронним променем є те, що прогрівання металу йде не з поверхні, а з поверхневого шару товщиною, рівною довжині вільного пробігу електрона. Зона нагрівання в залежності від ступеня фокусування може змінюватися в установці СВ-112 від 0,05 мм до 5 мм. Електронно-променева установка СВ-112 комплектується стаціонарною гарматою потужністю до 15 кВт, двокоординатним столом.

Основним елементом виробничої структури є робоче місце, від правильної організації якого залежить ефективність та безпека кожної технологічної операції та виробничого процесу в цілому. У даному випадку стан робочих місць забезпечує зручні і безпечні дії з матеріалами та експлуатацію обладнання. На робочому місці передбачена площа, на якій розмішуються тара, столи.

Важливе значення для здорових та безпечних умов праці має раціональне розташування основного та допоміжного устаткування, виробничих меблів, та правильна організація робочих місць. Порядок розташування і відстань визначається розмірами, технологічними умовами і вимогами техніки безпеки. План основного приміщення де проводилось спікання приведено на рис 4.2.

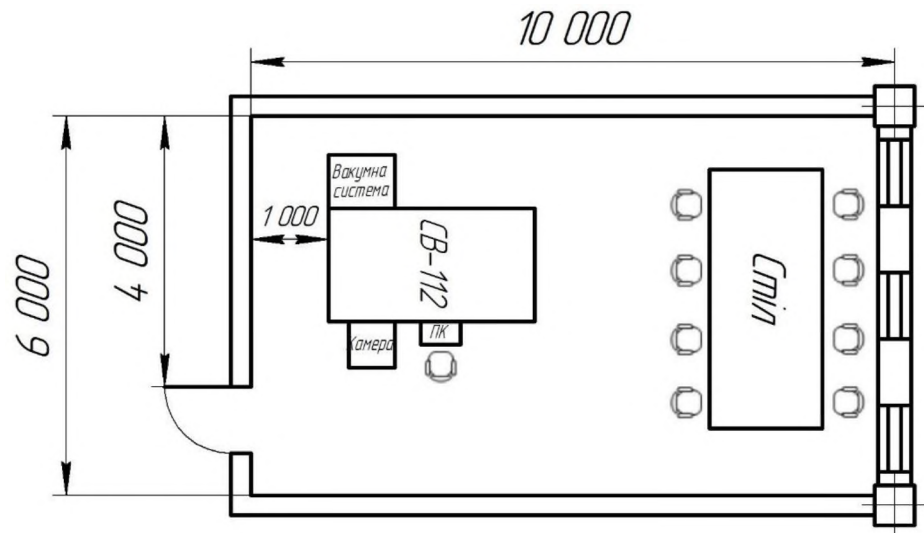


Рисунок 4.2 – План центру електронно-променевих технологій (лаб. 010)

Електронно-променеві технології створюють такі шкідливі виробничі фактори як випромінювання в оптичному діапазоні, видиме, ультрафіолетове та іонізуюче випромінювання, а також створюється небезпека ураження електричним струмом.

#### 4.2 Інженерні рішення для забезпечення безпеки праці

Під час дозування пил ВК8 може мати незначну токсичність при вдиханні або потраплянні всередину організму, тому для усунення небезпеки під час роботи з порошками, необхідно використання засоби індивідуального захисту, а саме: гумові рукавиці та респіратори для запобігання потрапляння небажаних речовин на шкіру та органи дихання.

Технологічний процес передбачає використання бензину та спирту в кількості 0,5 л та 0,1 л відповідно, що в свою чергу не несе загрози для людини у разі випадкового проливання, але все одно потребує обережного поводження з ними. Вищезазначені речовини не піддавалися нагріванню та пошкодженню, а також зберігалися поза межами лабораторії, тому ризик вибухонебезпечності практично відсутній.

Для попередження потрапляння шкідливих речовин в організм та отруєння шкідливими речовинами, змішування пластифікаторів з порошком ВК8 проводилось у витяжній шафі в добре провітрюваній лабораторії. Для додаткового захисту під час проведення даної технологічної операції використовувалися лабораторні сита та керамічні ступки, однак вони не становлять небезпеки.

Розглянемо детальніше обладнання, що використовувалося під час виконання магістерської дисертації, а саме:

- а) прес RP-L023;
- б) сушильна піч ВШ-035;
- в) електронно-променева установка СВ-112.

Гідравлічний прес RP-L023 під час пресування може досягати тиску до 1 ГПа. За такого високого тиску існує можливість розколу прес-форми та нанесення тяжких тілесних ушкоджень. Для унеможливлення отримання травм під час пресування на робочу частину преса накладають та закріплюють металевий кожух. Оскільки прес механічний, для запобігання потрапляння частин волосся чи одягу до рухомих частин варто використовувати спеціальний одяг.

Сушка зразків проводилася в сушильній шафі за температури 100 °С. За даної температури існує ризик отримання серйозних опіків, тому для захисту рук необхідно застосовувати рукавиці згідно з ДСТУ EN 420-2017 [58].

Основними причинами ураження персоналу електричним струмом є доторкання: до струмоведучих частин, що знаходяться під напругою в робочому режимі; до струмоведучих частин, що випадково опинились під напругою; до неструмоведучих частин, що опинились під напругою внаслідок пошкодження електроізоляції.

Сушильна шафа має електричне живлення від однофазної мережі 220 В. Для створення безпечних умов праці обладнання заземлено та оснащено спеціальними табличками та попереджувальними написами.

Установки електронно-променевого спікання розташовані в окремих приміщеннях або спеціально відведених місцях у цехах, що не мають джерел пилу. Матеріал підлоги приміщення повинен відповідати вимогам електричної безпеки.

Механічні вакуумні насоси необхідно встановлювати в окремих звукоізованих приміщеннях.

У приміщеннях, де розміщені установки електронно-променевого спікання, встановлена механічна приточно-витяжна вентиляція з кратністю повітрообміну не нижче 5.

Конструкція установок повинна забезпечувати необхідний захист від впливу рентгенівського випромінювання.

Під час роботи установок електронно-променевого спікання для запобігання вибухів не можна допускати потрапляння повітря і води у місце пароутворення в результаті нагрівання паромасляних насосів, а також до вакуумної камери або відкачувальної системи під час зупинки форвакуумного насосу.

Оскільки електронно-променева установка СВ-112 модифікована захисним склом, то дія ультрафіолетового випромінювання зводиться до мінімуму, а захисна колба на гарматі мінімізує ризик потрапляння іонізуючого випромінювання до оператора, також передбачена можливість зробити перерву в роботі оператора установки СВ-112.

Ризик ураження електричним струмом внаслідок роботи електронно-променевої установки СВ-112 також доволі низький за рахунок ізоляції струмоведучих частин, заземлення обладнання, блокування від помилкових дій та застосування спеціальних табличок і попереджувальних написів.

Електричні установки обладнані пристроєм захисного вимикання – високонадійною швидкодіючою системою захисту, яка застосовується в електроустановках, що потребують високого рівня безпеки.

Струмопідвідні кабелі установки ізовані по всій довжині та захищені від механічних ушкоджень. Електричні установки захищені автоматами зі сторони мережі живлення. Електричні установки, що використовувалися в дисертації, відповідають вимогам ПУЕ-2017 [59].

Весь персонал, що обслуговує спеціальне обладнання періодично проходить інструктаж про безпеку пов'язану з роботою з установками та способи надання першої до медичної допомоги.

### 4.3 Розрахунок інженерного рішення

Електробезпека – система організаційних і технічних заходів та засобів, що забезпечують захист людей від шкідливої і небезпечної дії електричного струму, електричної дуги, електричного поля і статичної електрики [60]. Знання основ електробезпеки обов'язкове для персоналу, що обслуговує електроустановки та електроустаткування.

У лабораторії 010-9 використовується струм напругою 220 В для живлення сушильної шафи печі для спікання, шліфувального верстату. Опір ізоляції силових та освітлювальних електропроводів повинен бути не менше 0,5 МОм.

Категорія приміщення визначається наявністю в приміщенні чинників підвищеної або особливої небезпеки електротравм. До чинників підвищеної небезпеки належать: температура в приміщенні, що впродовж доби перевищує 35 °С; відносна вологість більше 75 %, але менше повного насичення (100 %); струмопровідна підлога – металева, бетонна, цегляна, земляна тощо; струмопровідний пил; можливість одночасного доторкання людини до неструмовідних частин електроустановки і до металоконструкцій, що мають контакт із землею. Лабораторія 010-9 належить до приміщення з підвищеною небезпекою електротравм, оскільки існує можливість одночасного доторкання людини до неструмовідних частин електроустановки і до металоконструкцій, що мають контакт із землею.

У однофазних мережах змінного струму і мережах постійного струму можуть бути два види дотику:

- а) однополюсний – дотик людини, що стоїть на землі, до одного полюса мережі;
- б) двополюсний прямий дотик – дотик людини до двох полюсів мережі.

У трифазних ЕМ можуть бути три види дотику:

- а) однофазний дотик – дотик людини, що стоїть на землі, до одного фазного провідника;

б) двофазний дотик – це одночасний дотик людини до двох різних фазних провідників;

в) одночасний дотик до фазного і нейтрального провідника у мережах з напругою до 1 кВ з глухозаземленою нейтраллю.

Усе електричне обладнання та печі в лабораторії з'єднано між собою та з трифазною електронною мережею з глухозаземленою нейтраллю. Розетки відносяться до однофазної електронної мережі. Можливими випадками ураження електричним струмом у даній лабораторії є ураження при пошкодженні ізоляції і заземлення печей та електричного обладнання або при пошкодженні розетки, яке можливе безпосередньо при дотику до пошкодженої ізоляції чи до корпусу установки, безпосереднє зіткнення з струмоведучими частинами установок, що знаходяться під напругою, пов'язане з небезпекою ураження струмом. При цьому ступінь небезпеки і можливість ураження електричним струмом залежать від того, яким чином сталося дотик людини до провідників, що знаходяться під напругою. Таким чином, ураження людини електричним струмом у лабораторії може статися під час двофазного дотику чи однофазного дотику до фазного і нейтрального провідника у мережах з напругою до 1кВ з глухозаземленою нейтраллю.

Дотик до двох лінійним дротів (двох фаз) одночасно є надзвичайно небезпечним, оскільки до тіла людини в цьому випадку прикладається найбільш можлива в даній мережі лінійна напруга. Струм, що протікає через тіло людини, дорівнює:

$$I_q = U_l / R_q = \sqrt{3} \cdot U_\phi / R_q,$$

де  $I_q$  – струм, що протікає через тіло людини,  $A$ ;

$U_l$  – лінійна напруга установки,  $B$ ;

$U_\phi$  – фазова напруга,  $B$ ;

$R_q$  – опір людини,  $Om$ .

У мережі з лінійною напругою 380 В і при опорі тіла людини 1000 Ом через людину буде проходити струм, що дорівнює:

$$I_q = 380 / 1000 = 0,38 A.$$

Такий струм є, безумовно, небезпечним для життя людини.

У 90–97 % випадків, які спричинили тяжкі електротравми, призвів дотик до однієї фази. Однак дотик до однієї фази є значно менш небезпечним, ніж двофазний дотик. Пояснюється це тим, що при однофазному дотику напруга, під якою опиняється людина, не перевищує фазного, тобто менше лінійного в 1,73 рази. Крім того, на величину цього струму впливає також режим нейтралі джерела струму, опір підлоги, на якій стоїть людина, опір його взуття і деякі інші фактори. Нейтралі генераторів і трансформаторів можуть бути виконані або глухозаземленими, або ізольованими від землі. Глухозаземленою називається нейтраль генератора або трансформатора, приєднана до заземлювального пристрою безпосередньо або через малий опір (наприклад, трансформатори струму і т. д.). Ізольованою називається нейтраль, не приєднана до заземлювального пристрою або приєднана до нього через великий опір (наприклад, компенсаційні котушки, трансформатори напруги і т. д.).

У разі однофазного дотику в мережі з глухозаземленою нейтраллю струм, що протікає через тіло людини, визначається фазовою напругою мережі, опором тіла  $R_{ч}$ , опором  $R_{п}$  підлоги і ґрунту на ділянці від ступені ніг до заземлювального пристрою, опором взуття  $R_{об}$  та опором заземлення нейтралі джерела струму  $R_0$ :

$$I_{ч} = U_{ф} / (R_{ч} + R_{п} + R_{об} + R_0) = U_{л} / \sqrt{3} \cdot (R_{ч} + R_{п} + R_{об} + R_0).$$

Розглянемо найбільш несприятливий випадок. Припустимо, що людина, що доторкнеться до однієї фази, стоїть на сирому ґрунті або на провідній (металевій або земляній) підлозі; її взуття також проводить струм (сира або має металеві цвяхи). Отже, можна прийняти  $R_{п} = 0$  і  $R_{об} = 0$ .

При лінійній напрузі  $U_{л} = 380$  В через тіло людини буде протікати струм, що дорівнює:

$$I_{ч} = 380 / \sqrt{3} \cdot 1000 = 0,22 \text{ А.}$$

Такий струм небезпечний для життя.

Якщо ж людина стоїть на ізольованій підлозі (наприклад, з метласької плитки) з електронепровідного взуття (наприклад, гумового), то, приймаючи  $R_{п} = 120000$  Ом і  $R_{об} = 100\,000$  Ом, отримаємо:

$$I_q = 380 / \sqrt{3} \cdot (1000 + 120000 + 100000) = 0,001 \text{ A.}$$

Такий струм безпечний для людини.

Таким чином двофазний дотик до мережі є більш небезпечним для людини, ніж однофазний в мережі з глухо заземленою нейтраллю. Проте за умови дотримання правил безпеки при роботі в лабораторії 010-9 шанси бути ураженим електричним струмом мінімальні.

Щоб запобігти ураженню електричним струмом потрібно:

- забезпечити недоступність струмопровідних частин устаткування від торкання (огороження струмонесучих частин, що передбачено конструкцією електроустаткування; ізоляція та інше);
- здійснити заземлення корпусу електроустаткування;
- здійснити перевірку електричної системи перед експлуатацією устаткування, задля виявлення пошкоджень;
- вилучити небезпеку ураження у разі виникнення напруги на корпусах, кожухах, та інших частинах електроустаткування, використанням подвійної ізоляції, захисним заземленням;
- забезпечити всі електроустановки засобами орієнтації.

Допустима напруга для людини при нормальному (не аварійному) режимі роботи електроустановки не повинна перевищувати 3 В для змінного струму і 8 В для постійного.

Найбільш небезпечна частота становить від 50 Гц до 60 Гц.

#### **4.4 Вимоги безпеки в надзвичайних ситуаціях**

Надзвичайна ситуація (НС) – це порушення нормальних умов життя і діяльності людей на об'єкті або території, спричинене аварією, катастрофою, стихійним лихом, великою пожежею, застосуванням засобів ураження, що призвели або можуть призвести до людських і матеріальних втрат.

Оповіщення про загрозу або виникнення надзвичайних ситуацій полягає у своєчасному доведенні такої інформації до органів управління цивільного захисту, сил цивільного захисту, суб'єктів господарювання та населення.

У даній лабораторії можливе виникнення надзвичайної ситуації техногенного характеру об'єктного рівня, яка розгортається на території об'єкта або на самому об'єкті і, наслідки якої не виходять за можливий рівень об'єкта, або його санітарно-захисної зони.

Для захисту лабораторій ІФФ від виробничих аварій і катастроф, а також їх попередження, здійснюється комплекс організаційних, інженерно-технічних заходів, які визначають вимоги охорони праці і безпеки в надзвичайних ситуаціях, протипожежної безпеки, а також вимог інструкції по експлуатації обладнання, електричних установок, посудин під тиском [60].

Для захисту корпусу від пожеж, що викликані стихійними лихами (блискавки, замикання електропроводки внаслідок пошкодження магістралей і т.п.) використовуються громовідводи, автоматичні системи відключення, системи автоматичного пожежогасіння, а також первинні засоби пожежогасіння [61].

До видів небезпеки, що можуть статися під час виготовлення виробів з твердих сплавів типу ВК, належать: пожежа, вибух (усередині обладнання, будівлях або навколишньому середовищі), розрив або зруйнування обладнання, що може призвести до ураження струмом, тощо.

Оскільки в роботі використовуються негорючі речовини й матеріали, то основним джерелом небезпеки є електричні установки. Тому пожежі, що можуть виникнути в лабораторному приміщенні відносяться до класу – Е (пов'язаний з аваріями електроустановок) згідно таблиці 4.2 [57].

Пожежна безпека (ГОСТ 12.1.004-91) забезпечується:

а) запобігання спалаху ізоляції при КЗ за рахунок максимального струменевого захисту;

б) запобігання утворення горючого середовища за рахунок надійної герметизації обладнання, обмеженням застосування і зберігання горючих та вибухонебезпечних речовин;

- в) застосування пожежної сигналізації з датчиком (ИДФ-І, ДПД і др.);
- г) використанням вогнегасників для класу пожежі Е вогнегасники типу УО, ОП-10А.

Таблиця 4.2 – Клас пожежі, пов'язаний з аваріями електроустановок

	Клас пожежі				
	А	В	С	Д	Е
Характеристика горючого середовища	Тверді горючі речовини (дерево, папір, текстиль тощо)	ГР та плавильні матеріали (мазут, гас, спирти, лаки, синтетичні матеріали)	ГГ (Н <sub>2</sub> , С <sub>2</sub> Н <sub>2</sub> , інші вуглеводні тощо)	Метали та їх сплави (К, Na, Mg)	Електроустановки
Вогнегасні Засоби	Усі види (передусім - Н <sub>2</sub> О)	Розпилена Н <sub>2</sub> О, піни, галоїдовуглеводні (хладони), порошки	Газові сполуки: інертні - К <sub>2</sub> , СО <sub>2</sub> , галоїдовуглеводні, порошки (Н <sub>2</sub> О - для охолодження)	Порошки (спокійна подача на поверхню горіння)	СО <sub>2</sub> , порошки, галоїдовуглеводні

З метою запобігання виникненню та ліквідації можливих пожеж в лабораторії передбачені вогнегасники типу ОУ-5 та пожежні стенди. Для евакуації персоналу під час виникнення пожежі передбачено план евакуації, який наведено на рисунку 4.3.

При організації технологічного процесу дотримуються всіх вимог електростатичної іскробезпеки.

У випадку загорання установки СВ-112 необхідно відключити рубильник і приступити до гасіння пожежі за допомогою вогнегасника. Кожен робітник і службовець, що виявив пожежу або загорання, зобов'язаний негайно сповістити про це в пожежну охорону за телефоном 101, викликати відповідальну за лабораторію людину, приступити до гасіння вогню, та у разі отримання травм персоналу, зателефонувати за телефоном 103.

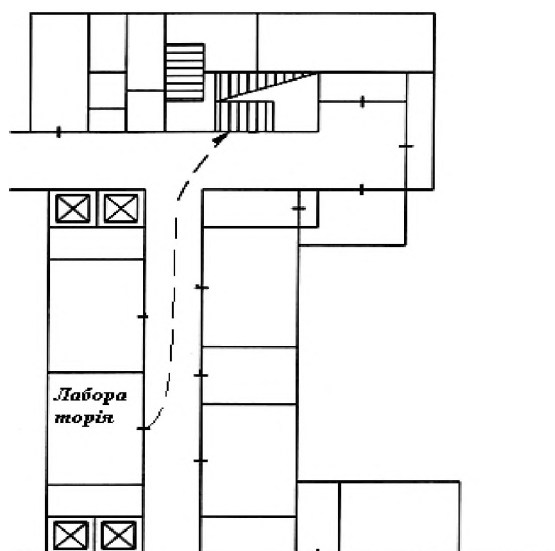


Рисунок 4.3 – План евакуації з приміщення

У випадку пробією електричної напруги на корпус установки необхідно відключити рубильник. У випадку потрапляння кого-небудь під напругу, необхідно відключити установку від мережі, покласти потерпілого на дерев'яний настил, підклавши під голову ватник, викликати лікаря за телефоном 103 і, якщо це необхідно, зробити постраждалому штучне дихання.

#### 4.5 Висновки до розділу

Детально розглянувши технологічні операції, що були проведені у ході виконання магістерської дисертації, з точки зору охорони праці та безпеки в надзвичайних ситуаціях, можна зробити висновок, що всі технологічні операції відповідають нормам, встановленим законодавством. Спеціальне обладнання має необхідні захисні деталі та елементи: сталевий кожух, попереджувальні написи, захисне вимкнення, заземлення електроустановок та інше. Частина процесів повністю автоматизована. Устаткування виконане з якісних матеріалів. Самі технологічні процеси максимально знижують можливий контакт із небезпечними речовинами. Проаналізовано вимоги безпеки в надзвичайних та аварійних ситуаціях.

## ВИСНОВКИ

1. На основі аналізу стану проблеми встановлено, що основними факторами, що впливають на ресурс роботи твердосплавного волочильного інструменту є його стійкість проти зношування, яка залежить від твердості та міцності твердого сплаву. Розмір зерен карбїду вольфраму в твердих сплавах групи ВК є основним чинником формування механічних властивостей інструменту.

2. Визначено, що оптимальною температурою спікання твердого сплаву ВК8 при електронно-променевому нагріві є 1380-1400 °С, а час витримки 30 с, що забезпечує отримання виробів з твердістю 86 - 90 HRA та розміром зерен 0,5 – 2 мкм.

3. Встановлено, причиною появи дефектної структури ( $\eta$ -фази) твердого сплаву є зневуглецювання твердого сплаву при електронно-променевому спіканні у вакуумі, яке усувається введенням 0,05% вільного вуглецю до порошкової шихти твердого сплаву (графіту ГК-1).

4. Встановлено вплив швидкості обертання циліндричних зразків при електронно-променевому спіканні на їх фізико-механічні властивості. Показано, що при швидкостях менше 0,05 об/с на поверхні виробу спостерігається утворення тріщин. При швидкостях 0,05 – 3 об/с формується зразок досконалою макро та мікроструктурою.

5. Показано, що в умовах швидкісного нагріву та охолодження в в карбїді вольфраму виникають стискаючі напруження величиною до 3,5 ГПа. Встановлено, що відпал при температурі 1000 °С та витримці 4 год, приводить до зниження їх значення до 70 МПа.

6. За результатами дослідно-промислових випробувань філь'єр для виготовлення зварювальних електродів використання електронно-променевого спікання, в порівнянні з традиційним (пічним) спіканням, дозволяє підвищити ресурс роботи волочильного інструменту до 3 разів.

7. Приведено заходи з техніки безпеки та попередження виникнення надзвичайних ситуацій.

## CONCLUSIONS

1. Based on the analysis of the problem, it is established that the main factors influencing the service life of the carbide drawing tool is its resistance to wear, which depends on the hardness and strength of the hard alloy. The grain size of tungsten carbide in hard alloys of the WC-Co group is the main factor in the formation of the mechanical properties of the tool.

2. It is determined that the optimal sintering temperature of the hard alloy WC-Co8 under electron beam heating is 1380-1400 °C, and the holding time is 30 s, which provides products with a hardness of 86 - 90 HRA and a grain size of 0.5 - 2 μm.

3. It is established that the cause of the defective structure ( $\eta$ -phase) of the hard alloy is the decarburization of the hard alloy during electron beam sintering in vacuum, which is eliminated by introducing 0.05% free carbon to the powder charge of the hard alloy (graphite).

4. The influence of the speed of rotation of cylindrical specimen during electron beam sintering on their physical and mechanical properties is established. It is shown that at speeds less than 0.05 rpm on the surface of the product there is the formation of cracks. At speeds of 0.05 - 3 rpm, a sample of perfect macro and microstructure is formed.

5. It is shown that under conditions of high-speed heating and cooling in tungsten carbide there are compressive stresses up to 3.5 GPa. It was found that annealing at a temperature of 1000 °C and throughout for 4 h, reduces their value to 70 MPa.

6. According to the results of experimental and industrial tests, the die for the manufacture of welding electrodes using electron beam sintering, in comparison with traditional (furnace) sintering, allows to increase the service life of the drawing tool up to 3 times.

7. Measures on safety and prevention of emergencies are given.

**ПЕРЕЛІК ДЖЕРЕЛ ПОСИЛАНЬ**

1. Муха И. М. Твердые сплавы в мелкосерийном производстве [Текст] / И. М. Муха. – К : Наук. думка, 1981. – 168 с.
2. Бондаренко В. П. Триботехнические композиты с высокомолекулярными наполнителями [Текст] / В. П. Бондаренко ; АН УССР, Ин-т сверхтвердых материалов. – К. : Наук. думка, 1987. – 231 с.
3. Днестровский Н. З. Волоочильный инструмент [Текст] / Н. З. Днестровский. – Москва ; – Ленинград : Госэнергоиздат, 1954. – 191 с.
4. Берин И. Ш. Волоочильный инструмент [Текст] / И. Ш. Берин, Н. З. Днестровский. – Москва : Metallurgiya, 1971. – 173 с.
5. Хаяк Г. С. Инструмент для волочения проволоки [Текст] / Г. С. Хаяк. – Москва : Metallurgiya, 1974. – 129 с.
6. Рудской А. И. Волочение: учеб. пособие [Электронный ресурс] / А. И. Рудской, В. А. Лунев, О. П. Шаболдо. – СПб.: Изд-во Политехи, ун-та, 2011. – 126 с. – Режим доступа: <https://www.twirpx.com/file/1888622/>. – Назва с экрана. – Дата просмотра: 23.11.2018.
7. Ніколаєв В. О. Технологія волочіння металу. Навч. посібн. для студентів ЗДІА спеціальності ОМТ [Електронний ресурс] / В. О. Ніколаєв. – Запоріжжя : Видавництво ЗДІА, 2004. – 156 с. Режим доступу: <http://ru.b-ok.org/book/3230220/4d76a2>. – Назва з екрану. – Дата перегляду: 23.11.2018.
8. Wright R. N. Wire Technology: Process Engineering and Metallurgy [Electronic resource] / R. N. Wright. – Butterworth-Heinemann : Elsevier, 2011. – 320 p. – Mode of access: <https://www.twirpx.com/file/626241>. – Title form the screen. – Date of the review: 23.12.2018.
9. Виды износа и разрушения волок [Электронный ресурс] // АО «Кировоградский завод твердых сплавов» [оф. вэб-сайт]. – Электронные данные. – [2012-2018]. – Режим доступа: [http://vostokslav.com.ua/public.php?id\\_public=114](http://vostokslav.com.ua/public.php?id_public=114). – Название с экрана. – Дата просмотра: 10.12.2018.

10. Третьяков В. И. Металлокерамические твердые сплавы: физико-химические основы производства, свойства и области применения [Текст] / В. И. Третьяков. – М : Metallurgizdat, 1962. – 592 с.
11. Днестровский Н. З. Волочение цветных металлов и сплавов [Текст] / Н. З. Днестровский. – М : Metallurgizdat, 1954. – 271 с.
12. Шабаев М. М. Обзор преимуществ твёрдосплавных фильер для проволочных волочильных станков [Электронный ресурс] / М. М. Шабаев, К. В. Марусич // Университетский комплекс как региональный центр образования, науки и культуры: мат. конф.. – Оренбург: ОГУ, 2017. – С. 280-283. – Режим доступа: <http://elib.osu.ru/handle/123456789/2317>. - Название с экрана. – Дата просмотра: 08.12.2018.
13. Залого, В. О. Сучасні інструментальні матеріали у машинобудуванні: навч. посіб. [Текст] / В. О. Залого, В. Д. Гончаров, О. О. Залого. – Суми : СумДУ, 2013. – 371 с.
14. Фальковский В. А. Твердые сплавы [Текст] / В. А. Фальковский, Л. И. Клячко. – М. : Издательский дом «Руда и металлы», 2005. – 272 с.
15. Воробьева Г. А. Инструментальные материалы: Учебн. пособие / Г. А. Воробьева, Е. Е. Складнова, А. Ф. Леонов, В. К. Ерофеев. – СПб.: Политехника, 2005. – 268 с.
16. Зубарев Ю. М. Современные инструментальные материалы: Учебник [Текст] / Ю. М. Зубарев. – СПб. : Издательство «Лань», 2008. – 224 с.
17. Киффер Р. Твердые сплавы : пер. с нем. [Текст] / Р. Киффер, Ф. Бенезовский. – Москва : Металлургия, 1971. – 391 с.
18. Luysckx S. Slip system of tungsten carbide crystal at room temperature [Text] / S. Luysckx // ActaMet. – 1970. – Vol.18. – P. 233–236.
19. Мильман В. Ю. Влияние структурного состояния и температуры на механические свойства и механизмы деформации твердого сплава WC–Co [Текст] / Ю.В. Мильман // Сверхтвердые материалы. — 2014. — № 2. — С. 3-23.
20. Самсонов Г. В. Тугоплавкие соединения (справочник) [Текст] / Г. В. Самсонов, И. М. Веницкий. — Металлургия, 1976. — 560 с.

21. Konyashin I. On the mechanism of WC coarsening in WC-Co hardmetals with various carbon contents [Text] / I. Konyashin, S. Hlawatschek, B. Ries, F. Lachmann, T. Weirich, F. Dorn, A. Sologubenko // Int. J. Refract. Met. Hard Mater. – 2009. – Vol. 27. – P. 234-243.

22. Лошак М. Г. Прочность и долговечность твердых сплавов [Текст] / М. Г. Лошак ; Академия наук Украинской ССР, Институт сверхтвердых материалов. – Киев : Наукова думка, 1984. – 328 с.

23. Курлов А. С. Физика и химия карбидов вольфрама [Текст] / А. С. Курлов, А. И. Гусев . – М : ФИЗМАТЛИТ, 2013. – 272 с.

24. Santhanam T. Metals Handbook [Text] / T. Santhanam, P. Tierney, and J. L. Hunt // Properties and Selection. – 1990. – Vol. 2, 10th ed. – P. 950–977.

25. Панов В. С. Тенденции развития технологии ультрадисперсных и наноразмерных твердых сплавов WC-Co [Текст] / В. С. Панов, А. А. Зайцев // Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. – 2014. – № 3. – С. 38-48.

26. Креймер Г.С. Прочность твердых сплавов [Текст] / Г. С. Креймер. – М.: Металлургия, 1971. – 247 с.

27. Фальковский В.А. Твердые сплавы на основе карбида вольфрама с нанозернистой и ультратонкой структурой [Текст] / В.А. Фальковский, В.Г. Боровский // Цветные металлы. 2010. №5. С. 106–112.

28. Кирсанов С.В. Современные проблемы инструментального обеспечения машиностроительных производств [Электронный ресурс] / С. В. Кирсанов. – Режим доступа: [portal.tpu.ru/SHARED/k/KIRSSANOV/met\\_work/Tab2/Tab2/Sovrprobl.pdf](http://portal.tpu.ru/SHARED/k/KIRSSANOV/met_work/Tab2/Tab2/Sovrprobl.pdf) . - Название с экрана. – Дата просмотра: 14.10.2019

29. Synthesis, sintering, and mechanical properties of nanocrystalline cemented tungsten carbide - A review [Electronic resource] / Fang Z. Zak, Wang Xu, et. al. //Published in Int. Journal of Refractory Metals & Hard Materials. – 2009. – №27. – PP. 288-299. – Mode of access: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0263436808000863?via%3Dihub> . – Title form the screen. – Date of the review: 23.12.2018.

30. Замулаева Е. И. Разработка наноструктурированных покрытий на основе WC-Co: Автореф. дис. канд. техн. наук [Текст] / Е. И. Замулаева. – М.: МИСиС, 2009. – 26 с.

31. Алымов М. И. Технологии консолидации нанопорошков [Текст] / М. И. Алымов // Российский хим. журнал. – 2009. – Т. 53, № 2. – С. 111-115.

32. Наноструктурные твердые сплавы для создания инструмента с повышенными эксплуатационными свойствами [Текст] / Цветков Ю. В., Благовещенский Ю. В., Клячко Л. И. и др. // Сб. тр. 3-й Всерос. конф. по наноматериалам НАНО-2009. – Екатеринбург, 2009 г. – С. 726-728.

33. Pat. 5773735 US, IPC B22F3/15, C22C1/05, C22C29/08. Dense fine grained monotungsten carbide transition metal cemented carbide body and preparation thereof [Text] / E. M. Dubensky, R. T. Nilsson. – Publ. 20.11.96.

34. Wang X. Nanocrystalline cemented tungsten carbide sintered by an ultra-high-pressure rapid hot consolidation process [Text] / X. Wang, Z. Fang, H. Y. Sohn // Proc. 2007 Int. Conf. on Powder Metallurgy & Particulate Materials, Denver, USA, 13–16 May 2007 – Colorado. Princeton, N. J: MPIF. – P. 8–10.

35. Michalski A. Nanocrystalline Cemented Carbides Sintered by the Pulse Plasma Method [Text] / A. Michalski, D. Siemiaszko, // Int. J. Refract. Metal and Hard Mater., 2007. – vol. 25, no. 2. – pp. 153–158.

36. Sintering of WC and WC-Co nanopowders with various inhibiting additives by electropulse plasma sintering [Text] / Chuvildev V. N., Moskvicheva A.V., Blagoveshenskiy Y. V. et al. // Proc. 17th Planzee Seminar. Austria. May. 2009. – Vol. 2. – P. 240.

37. Azcona I. Hot isostatic pressing of ultrafine tungsten carbide-cobalt hardmetals [Text] / I. Azcona, A. Ordonez, J. M. Sanchez, F. Castro // J. Mater. Sci. – 2002. – Vol. 37, № 19. – P. 4189 – 4195.

38. Панов В. С. Технология и свойства спеченных твердых сплавов: Курс лекций [Текст] / В. С. Панов, В. Н. Шуменко В.Н. – М.: Изд-во МИСиС, 2013. – 144 с.

39. Фальковский В. А. Инновации в технологии твердых сплавов: нано- и ультрадисперсные структуры. Учебное пособие [Текст] / В. А. Фальковский. – М. : МИТХТ им. М.В.Ломоносова, 2008. – 69 с.

40. Емельянова Т.А., Кинетика мокрого размола субмикронных порошков карбида вольфрама [Текст] / Т.А.Емельянова, Н. Б. Кобицкая, Т. Б. Горбачева // Металлы, 1992. – №1. – С. 75 - 80.

41. Гонтарь, Д. В. Исследование влияния легирующих элементов в твердосплавных смесях на износостойкость волоочильного инструмента при волочении высокоуглеродистой проволоки [Электронный ресурс] / Д. В. Гонтарь, Д. Г. Сачава, А. Л. Аксенов // Литье и металлургия. – 2004. – № 3 (31) . – С. 45 - 47. – Режим доступа: <http://rep.bntu.by/handle/data/23763>. – Название с экрана. – Дата просмотра: 08.12.2018.

42. Самотугін С.С. Інструментальні матеріали: властивості та зміцнення. Навчальний посібник [Текст] / С. С. Самотугін, Л. К.Лещинський, В. О. Мазур, Ю. С. Самотугіна. – Маріуполь: вид-во ДВНЗ ПДТУ, 2012. – 408 с.

43. Богодухов С. И. Методы повышения эксплуатационных свойств твердосплавного режущего инструмента [Текст] / С. М. Богодухов, В. С. Гарипов, Е. В. Калмыков, Б. М. Шейнин : ГОУ ОГУ. – Оренбург, 2001. – 27 с.

44. Александрова Л. И. Рентгенографическое исследование термообработанных твердых сплавов WC-Co [Текст] / Л. И. Александрова, М. Г. Лошак, Т. Б. Горбачева, А. В. Варакина // Порошковая металлургия, 1986. – № 5. – С. 93-98.

45. Пат. 2355513 Российская Федерация, МПК В 22 F3/24, С 22 С 29/08. Способ закалки твердого сплава на основе карбида вольфрама [Текст] / Т. Н. Осколкова, А. Б. Щеглова; Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Сибирский государственный индустриальный университет» . – № 2007133961/02; заявл. 11.09.2007; опубл. 20.05.2009, Бюл. № 15. – 3 с.

46. Ярьсько С. И. Повышение эксплуатационных характеристик твердосплавного инструмента при лазерной обработке [Текст] / С. И. Ярьсько // Физика и химия обработки материалов. – 2003. – № 5. – С. 18 - 22.

47. Пат. 2338798 Российская Федерация, МПК С 21 D9/22, С 21 DI/09. Способ электронно-пучкового упрочнения твердосплавного инструмента или изделия [Текст] / В. Е. Овчаренко, С. Г. Псахье, Н. Н. Коваль; заявитель и патентообладатель Институт физики прочности и материаловедения Сибирское отделение Российской Академии Наук (ИФПМ СО РАН) . – № 2007107259/02 ; заявл. 26.02.2007 ; опубл. 20.11.2008, Бюл. №33. – 4 с.

48. Самогугин С. С. Плазменное упрочнение инструментальных материалов [Текст]/ С. С. Самогугин, Л. К. Лещинский. – Донецк : Новый мир, 2002. – 338 с.

49. Кипарисов С. С. Порошковая металлургия [Текст] / С. С. Кипарисов, Г. А. Либенсон. – 3-е изд., перераб. и доп. – М. : Металлургия, 1991. – 432 с.

50. Лазерная дифракция (LD). Mastersizer 2000 [Электронный ресурс] // Malvern Panalytical [оф. вэб-сайт]. – Электронные данные. – Режим доступа: <https://www.malvernpanalytical.com/ru/products/technology/light-scattering/laser-diffraction>. – Название с экрана. – Дата просмотра: 25.12.2018.

51. Кожитов Л.В. Вакуумные системы технологического оборудования Часть 1. Вакуумные системы технологического оборудования [Текст] / Л. В. Кожитов, А. Ю. Зарапин, Н. А. Чиченев. – М.: Руда и металлы, 2001. – (Технологическое вакуумное оборудование : учеб. для вузов: В 2 ч.; Ч.1). – 416 с.

52. Шиллер З. Электронно-лучевая технология [Текст] / З. Шиллер, У. Гайзинг, З. Панцер; пер. с нем. В. П. Цишевского. – М. : Энергия, 1980. – 528 с.

53. Тузяк О. Я. Основи електронної та зондової мікроскопії : навч. посіб. [Текст] / О. Я. Тузяк, В. Ю. Курляк. – Львів : ЛНУ ім. Івана Франка, 2012. – 296 с.

54. Иванчук О. М. Дослідження похибок збільшення (масштабу) цифрових РЕМ-зображень, отриманих на РЕМ-106І (Суми, Україна) за допомогою спеціальних тест-об'єктів [Електронний ресурс] / О. М. Иванчук, М. В. Чекайло // Геодезія, картографія і аерофотознімання : міжвідомчий науково-технічний збірник . – Львів : Видавництво Львівської політехніки, 2014. – Вип. 79. – С. 82–88.

– Режим доступу: <http://ena.lp.edu.ua:8080/handle/ntb/25661>. – Назва з екрану. – Дата перегляду: 25.12.2018.

55. Документація. Закон України «Про охорону праці». – [Чинний від 1992-10-14]. – К. : Верховна Рада України, 1992. – № 49.

56. Охорона праці та цивільний захист: підручник / О. Г. Левченко, О. І. Полукаров, В. В. Зацарний та інші, за ред. О. Г. Левченка; М-во освіти і науки України, Нац. техн. ун-т України «КПІ ім. Ігоря Сікорського». – Київ: Основа, 2019. – 472 с.

57. О. Г. Левченко. Розділ з охорони праці та безпеки в надзвичайних ситуаціях у магістерських дисертаціях: Рекомендації до виконання: навч. посіб. для студ. спеціальності 132 «Матеріалознавство». – Київ: КПІ ім. Ігоря Сікорського, 2019. – 24 с. – [Електронний ресурс] / Режим доступу: <http://ela.kpi.ua/handle/123456789/27405>.

58. Рукавички захисні. Загальні вимоги та методи випробування [Текст] : ДСТУ EN 420:2017. – [Чинний від 2018-02-01]. – К. : ДП «УкрНДНЦ», 2018. – 35 с.

59. Левченко О. Г. Охорона праці у зварювальному виробництві [Текст] / О. Г. Левченко, О. І. Полукаров. – К. : Основа, 2014. – 352 с.

60. Гандзюк М. П. Основи охорони праці / М. П. Гандзюк, Є. П. Желібо, М. О. Халімовський. – К.: Каравела, 2011. – с. 384.

61. ДСТУ Б В.1.1-36:2016. Визначення категорій приміщень, будинків та зовнішніх установок за вибухопожежною та пожежною небезпекою. – К.: Держстандарт України, 1999.