УДК 629.762

АНАЛИЗ МИКРОСТРУКТУРЫ ВОЛЬФРАМОКОБАЛЬТОВЫХ ТВЕРДЫХ СПЛАВОВ С УЛЬТРАДИСПЕРСНЫМИ МОДИФИКАТОРАМИ ДЛЯ РАБОЧИХ ЭЛЕМЕНТОВ БУРОВОЙ ТЕХНИКИ

Васильева М.И., Сивцева А.В., Федоров М.В., Винокуров Г.Г., Шарин П.П.

Институт физико-технических проблем Севера им. В.П. Ларионова СО РАН, Якутск, e-mail: vasileva mi@mail.ru

В работе проведены исследования структуры твердосплавных материалов с ультрадисперсными модифицирующими добавками для опытных буровых пластин с применением сканирующей электронной микроскопии и микрорентгеноспектрального анализа. Установлены составы фаз и распределения химических элементов, анализированы изображения структуры материалов. Выявлено, что в исходном образце наблюдается однородное распределение карбида вольфрама; в модифицированных материалах в зависимости от содержания ультрадисперсных добавок присутствуют вкрапления Al, O, Si, Mg. Результатом модифицирования является получение мелкозернистой структуры, которая обеспечивает высокую износостойкость материалов инструментального назначения.

Ключевые слова: твердосплавный материал, ультрадисперсные добавки, шпинель магния, карбид кремния, микрорентгеноспектральный анализ

MICROSTRUCTURE ANALYSIS OF TUNGSTEN HARD ALLOYS WITH ULTRA-DISPERSED MODIFIERS FOR THE WORKING ELEMENTS OF DRILLING EOUIPMENT

Vasileva M.I., Sivtseva A.V., Fedorov M.V., Vinokurov G.G., Sharin P.P.

The V.P. Larionov Institute of Physical and Technical Problems of the North, Siberian Branch of the Russian Academy of Science, Yakutsk, e-mail: vasileva mi@mail.ru

The structure of hard-alloy materials with ultra-dispersed modifying additives for experienced drilling plates with the use of scanning electron microscopy and microprobe analysis is investigated. The compositions of phases and the distribution of chemical elements have been established. The images of materials structure have been analyzed. It is revealed the original sample has a homogeneous distribution of tungsten carbide; the modified materials have some inclusions of Al, O, Si, and Mg depending on the content of ultra-dispersed additives. The result of modification is to get a fine-grained structure. This provides high wear resistance of materials of instrumental purpose.

Keywords: solid carbide material, ultra-dispersed additives, magnesium spinel, silicon carbide, micro X-ray spectrometry analysis

Для получения износостойких материалов инструментального назначения в основном используются промышленные сплавы на никелевой или кобальтовой основе и их смеси с модификаторами из тугоплавких металлов, карбидов, нитридов, оксидов и др., которые обеспечивают образование упрочняющих фаз и улучшают структуру. Физико-механические свойства материалов определяются их микроструктурой, которая зависит от электронного строения, химического состава и технологии их получения. Авторами ранее были разработаны составы и получены опытные образцы буровых пластин из твердосплавных материалов с ультрадисперсными модифицирующими добавками [3].

Как известно, при образовании мелкозернистой структуры в процессе кристаллизации важное значение имеют температура переохлаждения и концентрация зародышей кристаллизации. Поэтому при использовании ультрадисперсных порошков на формирование мелкозернистой структуры существенно влияют физико-химические процессы, происходящие в частицах модификатора под влиянием различных примесей. Дело в том, что высокая дисперсность (порядка и менее ≈ 100 нм) модифицирующего порошка шпинели магния обуславливает проявление ряда так называемых размерных эффектов. Это связано с тем, что ультрадисперсные порошки обладают высокой поверхностной активностью, способны существенно улучшать микроструктуру сплава, увеличивать когезию частиц порошкового материала [4, 5].

Целью настоящей работы является проведение микрорентгеноспектрального анализа опытных образцов из вольфрамокобальтовых твердых сплавов с ультрадисперсными добавками для выявления состава фаз и распределения химических элементов.

Материалы и методика исследований

Как отмечено выше, в Институте физико-технических проблем Севера им. В.П. Ларионова СО РАН разработаны составы твердосплавных порошковых материалов с ультрадисперсными модифицирующими добавками и изготовлены опытные образцы буровых пластин (рис. 1). В ходе аналитических исследо-

ваний и испытаний на износ опытных образцов были выявлены три перспективных состава с модифицирующими добавками [6], которые в данной работе являются объектами исследования: №1 — исходный образец без модификаторов; №2 — BK + 0,1 % MgAl $_2$ O $_4$; №3 — BK + 0,8 % MgAl $_2$ O $_4$; №4 — BK + 0,1 % SiC.

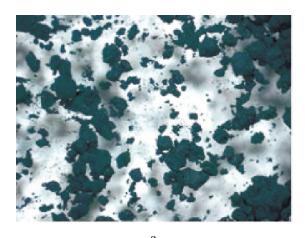




Рис. 1. Порошок ВК-8 (a) и общий вид опытных образцов буровых пластин из модифицированного твердосплавного материала (б)

В настоящее время для анализа структуры материалов все большее внимание уделяется методу сканирующей электронной микроскопии, которая дает высокую информативность об исследуемых материалах: разрешение использованного микроскопа JEOL JSM 6480L позволяет провести элементный анализ — от В до U [1, 2]. Комплексное материаловедческое исследование микроструктуры образцов часто сопровождается микроренттеноспектральным анализом, характерной особенностью которого является локальность — максимальная область возбуждения составляет 1 мкм. Рентгеноструктурный анализ опытных буровых пластин проведен с помощью дифрактометра D8-Discover компании Bruker.

Результаты исследования и их обсуждение

В работах [3] и [6] выявлено, что значения микротвердости образца из состава №4 (≈ 12336 МПа) превышает среднее значение микротвердости контрольного твердосплавного материала без добавок – состава №1 ($\approx 12089 \, \text{МПа}$). При этом наблюдается практическое сохранение микроструктуры при повышении содержания ультрадисперсных добавок карбида кремния. С ростом количества ультрадисперсных добавок шпинели магния твердость по Роквеллу опытных образцов буровых пластин меняется немонотонно, наблюдается разброс твердости в интервале 85–89 HRC. При увеличении количества содержания карбида кремния происходит снижение твердости по Роквеллу.

При исследовании микроструктуры исследуемых образцов на электронном микроскопе JEOL JSM 6480L не выявлены диффузионные соединения дефектов в виде пор и трещин, что указывает на однородность

поверхности материала; однако в образцах с ультрадисперсной добавкой шпинели магния наблюдаются незначительные бороздки и вкрапления (рис. 2). В исходном образце без добавок распределение элементов равномерно; материал практически состоит из карбида вольфрама, что подтверждает рентгеноструктурный анализ. Как и предполагалось, выявлено наличие двух фаз – карбида вольфрама (очень светлые зерна) и прослойки более темного цвета, состоящей из кобальта: карбидные зерна имеют огранку и расположение кобальтовой прослойки вокруг карбидных зерен (рис. 2, а).

Дифрактометром проведен рентгеновский ственный микроанализ и получены карты распределения элементов по площади и профили вдоль заданной линии (рис. 3). Распределения элементов (светлые вкрапления на темном фоне) показаны на картах распределения элементов. В образцах составов №2 и №3 с добавками шпинели магния на поверхности присутствуют светлые и темные бороздки и округлые вкрапления величиной до 100 мкм (рис. 2, б, в). В светлой части вкраплений присутствуют Al, O, местами Mg, вероятно, это исходная шпинель MgAl₂O₄. Темные пятна характеризуются присутствием только углерода С; там, где нет бороздок и вкраплений, на поверхности наблюдаются равномерные распределения элементов W, C, Co, a также Al и Mg (см. рис. 3). Дифрактограмма показывает наличие соединения Al0.5W0.5C. На поверхности образца состава №4 равномерно распределены Si, W, C, Co; при этом Si и W распределены рядом с зернами Со (рис. 2, г).

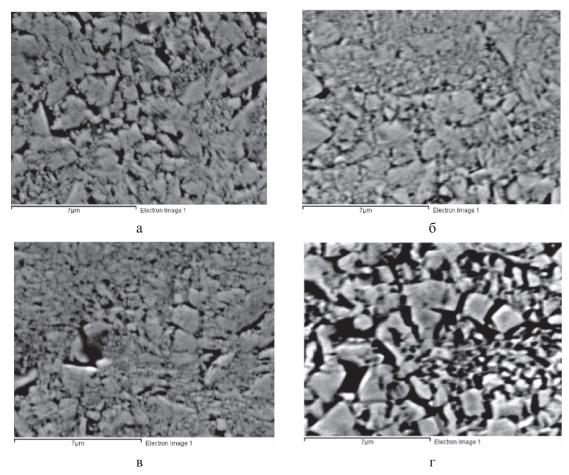


Рис. 2. Микроструктура образцов из вольфрамокобальтовых твердых сплавов в композиционном контрасте исходного образца №1 (а) и с ультрадисперсными добавками: №2 (б); №3 (в); №4 (г)

Результатом модифицирования является получение мелкозернистой структуры, которая обеспечивает высокую износостойкость материалов инструментального назначения. Экспериментально подтверждено, что добавление порошков шпинели и карбида кремния способствует уменьшению зернистости. Образцы с добавками шпинели магния характеризуются большим разбросом зернистости (~0,1-6 мкм), чем с добавкой карбида кремния ($\sim 1-3$ мкм). При этом на поверхности образцов с добавками шпинели больше бороздок и вкраплений, чем на образцах с добавкой карбида кремния; в бороздках и вкраплениях образцов составов №2 – 4 обнаружен оксид алюминия.

Светлые зерна WC имеют высокую твердость, в режущем инструменте они составляют элементарные режущие области, а менее твердый раствор WC в кобальте является более вязким и служит связкой, соединяющей между собой зерна WC. Чем мельче частички (зерна) WC и равномернее они распределены в микроструктуре, тем лучше режущие свойства и выше прочность порошкового вольфрамового твердого спла-

ва. Фазы WC и Со не разделялись, несмотря на различие в удельных весах, по-видимому, из-за хорошей смачиваемости WC кобальтом и значительной взаимной растворимости. В дифрактограммах исследуемых образцов показано, что зерна карбида вольфрама полностью соответствуют образцу синтетического WC (рис. 4). Дифракционные пики узкие и высокие, что указывает на хорошо окристаллизованный и однородный по параметрам решетки материал.

Заключение

Проведен микрорентгеноспектральный анализ опытных образцов буровых пластин из вольфрамокобальтовых твердых сплавов с ультрадисперсными модифицирующими добавками и проведено картографирование распределения основных элементов по площади исследования.

При исследовании образцов материалов не обнаружены диффузионные соединения дефектов в виде пор и трещин. По всей поверхности образцов наблюдается равномерные распределения W, C, Co и, в зависимости от вида ультрадисперсных добавок, Al, Mg и Si.

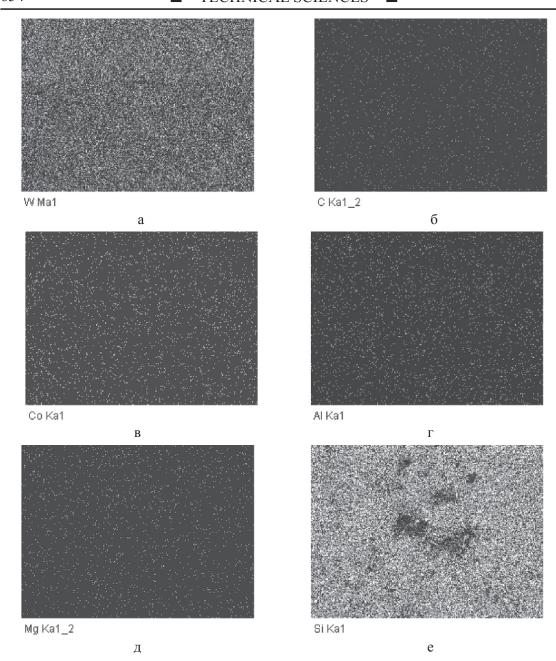


Рис. 3. Карты распределения элементов по площади в исследуемых образцах: $a-W; \delta-C; s-Co; z-Al, \partial-Mg, e-Si;$ составов №2, №3, №4

Подтверждено, что модифицирование ультрадисперсными добавками шпинелью магния и карбидом кремния способствует образованию мелкозернистой структуры материала (~0,1–6 мкм).

Список литературы

- 1. Горелик С.С., Расторгуев Л.Н., Скаков Ю.А. Рентгенографический и электронно-оптический анализ. Приложения. М: Металлургия, 1970.-107 с.
- 2. Криштал М.М. Сканирующая электронная микроскопия и рентгеноспектральный микроанализ в примерах практического применения / М.М. Криштал, И.С. Ясников, В.И. Полунин и др. М.: Техносфера, 2009. 208 с.
- 3. Влияние ультрадисперсных добавок на микроструктуру и свойства вольфрамокобальтовых сплавов рабочих элементов буровой техники / М.П. Лебедев, Г.Г. Винокуров, А.К. Кычкин, М.И. Васильева, С.Н. Махарова, А.В. Сивцева, М.В. Федоров, О.В. Довгаль // Известия Самарского научного центра Российской академии наук. − 2010. №1(2), Т. 12. С. 427–421.
- 4. Панов В.С., Чувилин А.М. Технология и свойства спеченных твердых сплавов и изделий из них: учебное пособие для вузов. М.: МИСиС. 2001.-428 с.
- 5. Самойлов В.С., Эйхманс Э.Ф., Фальковский В.А. Металлообрабатывающий твердосплавный инструмент: справочник. М.: Машинострение. 1988. 368 с.
- 6. Твердость и особенности изнашивания опытных буровых пластин из вольфрамокобальтового сплава с ультрадисперсными добавками / М.В. Федоров, Г.Г. Винокуров,

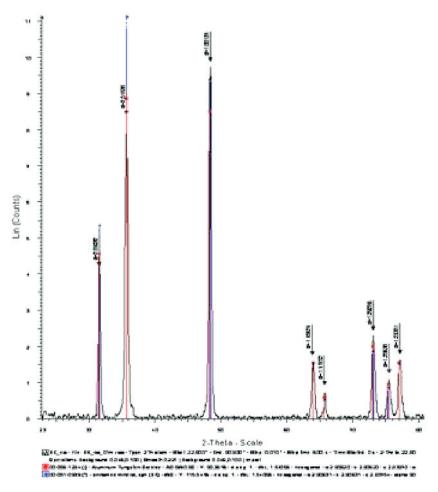


Рис. 4. Дифрактограмма образца с ультрадисперсной добавкой MgAl₂O ": состав №3

М.И. Васильева, О.В. Довгаль // Проблемы ресурса и безопасной эксплуатации материалов и конструкций: сборник трудов XVI международной научно-технической конференции, 1-2 марта 2011 г. — СПб., 2011. — С. 178—182.

References

- 1. Gorelik S.S., Rastorguev L.N., Skakov YU.A. X-ray and electron-optical analysis. Application. M: metallurgy, 1970. 107.
- 2. Krishtal M.M. Scanning electron microscopy and x-ray microanalysis in the examples of the practical application / M.M. Krishtal, I.S. Yasnikov, V.I. Polunin. M.: Technosphere, 2009, 208 p.
- 3. LebedevA.V., VinokurovI.I., KychkinA.K., Vasileva M.I., Makharova S.N., Sivtseva A.V., Fedorov M.V., Dovgal O.V. The influence of ultra-fine additives on the microstructure and properties of tungsten hard alloys working elements of drilling equipment // Izvestiya Samara scientific center of the Russian Academy of Sciences. 2010. no. 1 (2), Volume 12. pp. 427–421.
- 4. Panov V.S., Chuvilin A.M. The technology and the properties of the sintered hard alloys and products from them. Textbook for higher educational institutions. M.: MISIS. 2001. 428 p.

- 5. Samoilov V.S., Eykhmans E.F., Falkovski. Metal-carbide-tipped tool: a Handbook. M. 1988. 368 p.
- 6. Fedorov M.V., Vinokurov I.I., Vasileva M.I., Dovgal O.V. Hardness and features of the wear of experienced drilling plates from tungsten hard alloy with ultra-dispersed additives / proceedings of XVI international scientific-technical conference «Problems of resource and safe use of materials and structures», 1–2 March, 2011. g. Saint-Petersburg, pp. 178–182.

Рецензенты:

Левин А.И., д.т.н., зав. сектором Отдела ритмологии и эргономики северной техники Президиума Якутского Научного Центра СО РАН, г. Якутск;

Старостин Е.Г., д.т.н., зам. директора по науке Института физико-технических проблем Севера им. В.П. Ларионова СО РАН (ИФТПС СО РАН), г. Якутск.

Работа поступила в редакцию 09.08.2012.