

УДК 621.762.242: 669.27

**І. В. Андрєєв**

Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля НАН України,  
м. Київ, Україна  
aigor@i.ua

**Вплив швидкості охолодження  
вольфрамів важких сплавів типу W–Ni–Fe  
з температури спікання на формування  
їх фізико-механічних властивостей**

*Проведено дослідження впливу умов охолодження після рідкофазного спікання вольфрамів важких сплавів. Встановлено, що для забезпечення високої пластичності вольфрамів важкого сплаву швидкість охолодження з температури спікання повинна забезпечувати видалення основної частки водню, розчиненого в об'ємі важкого сплаву, в інтервалі температур існування рідкої фази.*

**Ключові слова:** вольфрамів важкий сплав, спікання, фізико-механічні властивості, охолодження.

**ВСТУП**

На фізико-механічні властивості важких сплавів на основі вольфраму впливають досить багато факторів [1], крім того, різні автори при їх дослідженні наводять досить суперечливі результати [1–7]. Все це не дозволяє чітко визначити вплив умов спікання на фізико-механічні властивості сплавів системи W–Ni–Fe. Але з аналізу літературних джерел можна зробити висновок, що задані властивості для вольфрамів важких сплавів можна отримати тільки при використанні оптимальної комбінації двох процесів: спікання та наступної термічної обробки (вакуумного відпалу). При цьому, якщо режим відпалу є більш-менш науково обґрунтованим для вольфрамів важких сплавів з температурою відпалу 800–1000 °C і витримкою 24–80 год в вакуумі [1–4], то для режиму спікання для сплавів з подібним хімічним складом різні автори наводять різні параметри. В [2] вказували на необхідність спікати при температурах > 1500 °C і потім з температури спікання загартовувати у воді, то в [7] пропонували спікати при температурі близько 1400 °C і охолоджувати разом з піччю. При цьому механізми забезпечення високих показників міцності під час розтягу і пластичності теж пояснюються по-різному. По С. С. Кіпарисову [2] при загартуванні утворюється твердий розчин Fe–Ni–W, який потім розпадається при вакуумному відпалі. А по Р. В. Мінаковій [7], при охолодженні спеченого сплаву разом з піччю, відбувається рекристалізація зерен нікелевої матриці з утворенням дрібних зерен цієї матриці, на границях яких виділяється менша питома кількість домішок, ніж на границях крупних зерен, що утворюються при швидкому охолодженні. Крім того, в [2] не приділяється увага впливу водню, розчиненого в нікелевій матриці, на її крихкість, а в [7] тільки коротко вказується на необхід-

ність видалення водню, що в значній мірі розчиняється в рідкій фазі, яка складається з W, Ni, Fe. В той же час, в [8] чітко показано, що розчинність водню в металах різко зростає в момент плавлення цього металу. Крім того, на формування фізико-механічних властивостей вольфрамових сплавів суттєво впливають домішки (сірка, фосфор) [9, 10].

Процес дегазації зразків вольфрамових важких сплавів, насичених воднем під час рідкофазного спікання, в сучасній літературі не описано. Такі протиріччя не дозволяють науково обґрунтувати режими спікання і вакуумного відпалу при виготовленні заготовок з вольфрамових важких сплавів при зміні габаритних розмірів заготовок, зміні умов спікання, зміні вмісту зв'язки в сплаві. Тому в даній роботі основна увага була приділена визначенню впливу швидкості охолодження заготовок з температури спікання в промисловій печі на властивості вольфрамових важких сплавів після відпалу їх у вакуумній печі.

### МЕТОДИКА ЕКСПЕРИМЕНТУ

Для досліджень взято сплав на основі вольфраму із вмістом вольфраму 90 % (за масою) і 10 % (за масою) зв'язки на основі нікелю та заліза. Співвідношення Ni та Fe було 7/3. Сплав із наведеним вище хімічним складом, є одним із найбільш застосовуваним у сучасній техніці.

Підготовку вихідних порошків до формування (грануляцію та пресування) здійснювали за загальноприйнятою в порошковій металургії методикою, формування дослідних зразків – за допомогою гідравлічного преса із тиском пресування 70 МПа. Пористість спресованих зразків була 45–55 %, габаритні розміри зразків після пресування склали: діаметр – 50 мм, довжина – 100 мм.

Спікання зразків вольфрамових важких сплавів здійснювали у печі неперервної дії в середовищі водню при температурі, вищій на 40 °C від температури появи рідкої фази. Швидкість охолодження з температури спікання регулювалася швидкістю прошовування контейнера зі зразком сплаву і складала 8, 3 та 0,3 °C/хв. Вакуумний відпал спечених зразків здійснювали у вакуумі при залишковому тиску 3,0 Па, температурі 850 °C і витримці при температурі відпалу 50 год. Після процедури вакуумного відпалу на зразках визначали густину та виготовляли зразки для випробувань на розтяг. Діаметр робочої частини зразка для визначення границі міцності під час розтягу та відносного подовження складав 3 мм. Швидкість навантаження зразків на випробувальній машині складала 0,6 мм/хв. Фрактографічні дослідження поверхні зламів зразків сплаву виконували за допомогою растрового електронного мікроскопу.

### РЕЗУЛЬТАТИ ДОСЛІДЖЕННЯ ТА ЇХ ОБГОВОРЕННЯ

Результати визначення фізико-механічних властивостей вольфрамових важких сплавів, охолоджених з температури рідкофазного спікання з різною швидкістю, наведено в табл. 1 і на рис. 1. Густина спечених зразків після спікання становила 17,2 г/см<sup>3</sup>, що вказує на повне ущільнення досліджуваних зразків в процесі рідкофазного спікання.

З отриманих даних видно, що без проведення відпалу у вакуумі границя міцності під час розтягування зразків сплаву з вмістом зв'язки 10 % (за масою) знаходиться в інтервалі від 300 до 400 МПа при швидкості охолодження заготовки від температури рідкофазного спікання від 8 до 0,3 °C/хв, відносне подовження (пластичність) при цьому повністю відсутнє. Такі низькі значен-

ня фізико-механічних властивостей можуть бути обумовлені наявністю водню в сплаві та твердого розчину вольфраму в нікелевій матриці, що і призводить до високої крихкості сплаву після спікання. Після вакуумного відпалу, проведеного у відповідності до режиму, рекомендованого в [1], сплав, спечений та охолоджений з температури спікання із швидкістю 8 °С/хв (див. рис. 1), мав значення границі міцності під час розтягування 850 МПа при відносному подовженні до 3 %, тобто відбулося підвищення границі міцності майже у три рази.

**Таблиця 1. Значення границі міцності під час розтягування та відносного подовження сплаву типу ВНЗ з 90 % (за масою) вольфраму від швидкості охолодження з температури рідкофазного спікання**

Швидкість охолодження сплаву з температури рідкофазного спікання, °С/хв	Границя міцності під час розтягування $R_m$ , МПа	Відносне подовження $\epsilon$ , %
8	300	відсутнє
3	320	–
0,3	400	–

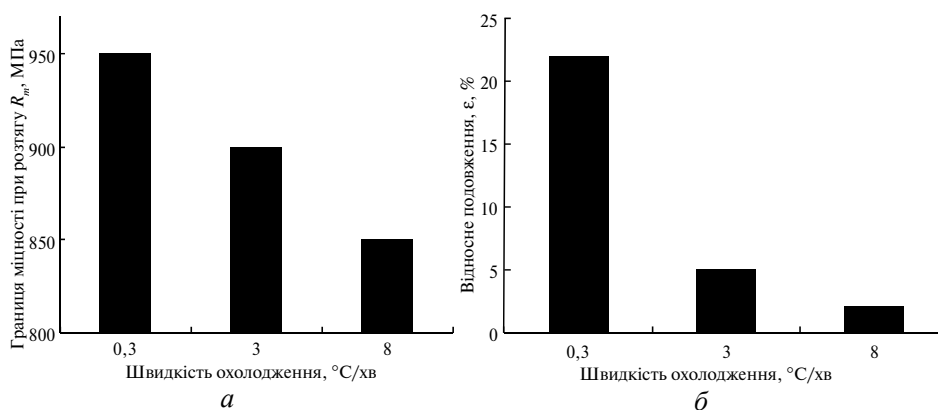


Рис. 1. Залежність границі міцності під час розтягування (а) та відносного подовження (б) після вакуумного відпалу сплаву типу ВНЗ з 90 % (за масою) вольфраму від швидкості охолодження з температури рідкофазного спікання.

Зменшення швидкості охолодження до 3 °С/хв привело до ще більшого підвищення значень границі міцності під час розтягування та відносного подовження, що пояснюється більш повним видаленням водню з нікелевої матриці в процесі охолодження сплаву (табл. 2). Концентрацію водню у сплавах визначено за допомогою газоаналізатора RH (RHEN)-600/602 фірми LECO, США. В той же час, одержані значення фізико-механічних характеристик сплаву, охолодженого зі швидкістю 3 °С/хв, не відповідали оптимальним властивостям для даного складу сплаву [1]. Лише при зниженні швидкості охолодження до 0,3 °С/хв вдалося одержати сплав зі значенням границі міцності під час розтягування до 950 МПа та відносного подовження  $\epsilon > 20$  %. Зростання значень границі міцності під час розтягування  $R_m$  становило 12 %, відносного подовження  $\epsilon$  – більше ніж у 7 разів.

Отримані дані вказують на те, що для забезпечення високої пластичності крупно габаритних (з розмірами до 50×100 мм) заготовок з вольфрамового важкого сплаву необхідно забезпечити максимальне видалення водню з них під час охолодження, щоб в сплаві залишалося не більше 1,0 ppm/g водню (див. табл. 2, рис. 2). Доказом цього слугують одержані значення вмісту водню в сплавах, що охолоджені з температури спікання з різною швидкістю до відпалу у вакуумі та після відпалу (див. табл. 2). В той же час фрактографічні дослідження (рис. 3) сплаву, охолодженого зі швидкостями 3 і 0,3 °C/хв, вказують на те, що крім вмісту водню змінюється також стан структури сплаву.

**Таблиця 2. Вміст водню у важкому сплаві після спікання та відпалу у вакуумі**

Швидкість охолодження сплаву з температури спікання, °C/хв	Вміст водню в сплаві, ppm/g	
	після спікання	після відпалу у вакуумі
8	2,2	1,7
3	1,8	1,1
0,3	1,0	0,2

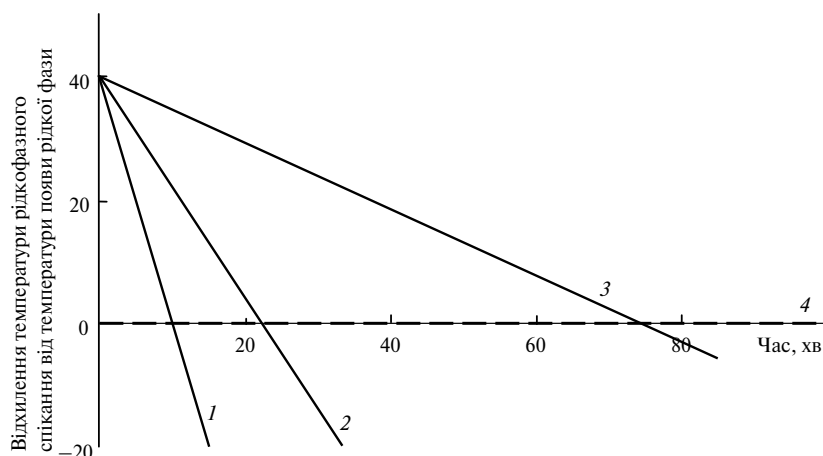


Рис. 2. Тривалість існування рідкої фази в залежності від швидкості охолодження сплаву: 8 (1), 3 (2), 0,3 (3) °C/хв; температура появи рідкої фази (4).

З рис. 3 чітко видно, що тільки при оптимальній швидкості охолодження сплаву з температури спікання забезпечується висока адгезія між зернами вольфраму і зв'язки, про що свідчить наявність зруйнованих транскристалітно зерен вольфраму (див. рис. 3, в). Імовірно, крім наявності окрихчуваного впливу водню, що розчиняється у сплаві під час спікання, особливо в інтервалі існування рідкої фази, при малих швидкостях охолодження також найбільш повно проявляється вплив механізмів, що впливають на формування мікроструктури сплаву, на які в своїх роботах вказувала Р. В. Мінакова (подрібнення зерен Ni-матриці, сегрегація домішок на границях нікелевої матриці, початковий розпад твердого розчину W-Fe в нікелі) [11–12].

### ВИСНОВКИ

Встановлено, що основною причиною зниження пластичності важкого сплаву є підвищений вміст водню в зв'язці, негативна дія якого перевищує

підвищення пластичності зв'язки за рахунок розпаду твердого розчину (Ni–Fe–W) при вакуумному відпалі.

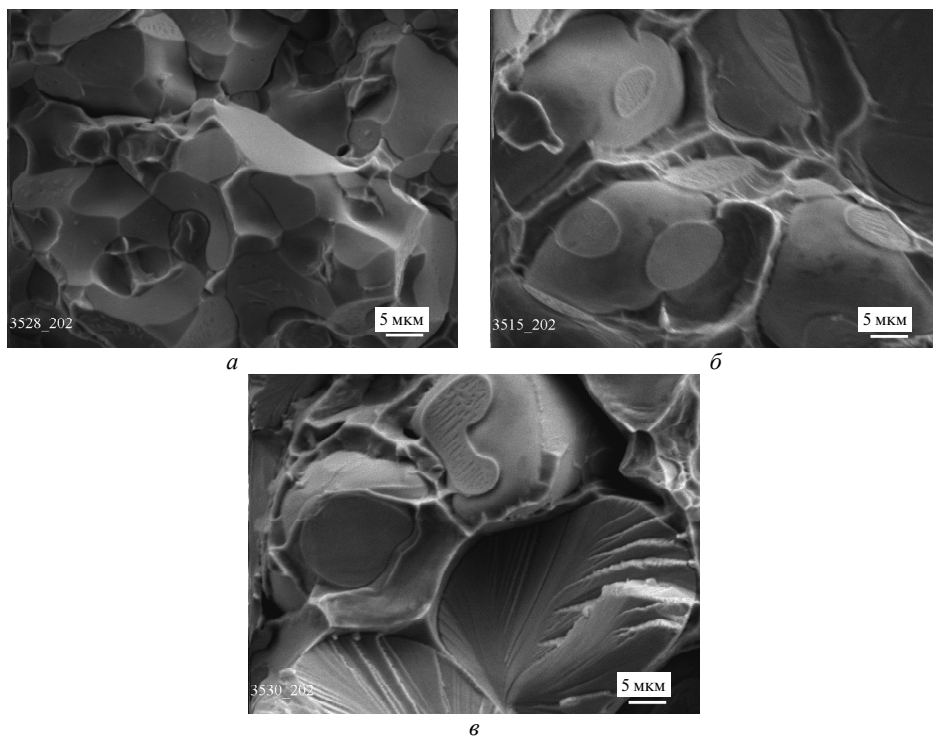


Рис. 3. Фрактографічні зображення поверхні руйнування при розтягу зразка сплаву, охолодженого з температури спікання зі швидкістю 8 (а), 3 (б) і 0,3 (в) °C/хв.

Поєднання високих показників міцності при розтягу та пластичності вольфрамових важких сплавів формується у комбінації процесів повільного охолодження з температури рідкофазного спікання та наступного вакуумного відпалу. Комплексне застосування цих процесів дозволяє максимально повно видалити водень з нікелевої матриці сплаву і забезпечити необхідні показники фізико-механічних властивостей матеріалу.

*Проведены исследования влияния условий охлаждения после жидкофазного спекания вольфрамовых тяжелых сплавов. Установлено, что для обеспечения высокой пластичности вольфрамового тяжелого сплава скорость охлаждения с температуры спекания должна обеспечивать удаление основной части водорода, растворенного в объеме тяжелого сплава, в интервале температур существования жидкой фазы.*

**Ключевые слова:** вольфрамовый тяжелый сплав, спекание, физико-механические свойства, охлаждение.

*Investigated the effect of the cooling conditions after the liquid-phase sintering of tungsten heavy alloys. It is established that, to ensure high ductility of tungsten heavy alloy cooling rate from a temperature of sintering must be capable of removing the main part of the hydrogen dissolved in the bulk of the heavy alloy in the temperature range of existence of the liquid phase.*

**Keywords:** tungsten heavy alloy, sintering, mechanical properties, cooling.

1. German R. M. Critical developments in tungsten heavy alloys // Tungsten and Tungsten Alloys / Eds. A. Bose, R. J. Dowding. – Princeton, NJ: MPIF, 1992. – P. 3–13.

2. *Кипарисов С. С., Водопьянова Л. С., Эйдук Ю. А.* Исследование структуры и свойств сплавов W–Ni–Fe при термической обработке // Твёрдые сплавы и тугоплавкие металлы: науч. тр. ВНИИТС. – М.: Металлургия, 1976. – С. 280–287.
3. *Ming Cheng Liu.* A study of processing of high density W–Ni–Fe alloys // Tungsten and Tungsten Alloys / Eds. A. Bose, R. J. Dowding. – Princeton, NJ: MPIF, 1992. – P. 61–68.
4. *Поварова К. Б., Макаров П. В., Ратнер А. Д. и др.* Тяжелые сплавы типа ВНЖ-90. 1. Влияние легирования и режимов получения порошков вольфрама на их строение, микроструктуру и свойства спеченных сплавов // Металлы. – 2002. – № 4. – С. 39–48.
5. *Bourguignon L. L., German R. M.* Sintering temperature effect on a tungsten heavy alloy // Int. J. Powder Metallurgy. – 1988. – **24**, N 2. – P. 115–121.
6. *Rabin B. H., Bose A., German R. M.* Characteristics of liquid phase sintered tungsten heavy alloys // Int. J. Powder Metallurgy. – 1989. – **25**, N 1. – P. 21–27.
7. *Минакова Р. В., Пилянкевич А. Н., Теодорович О. К., Францевич И. Н.* Исследование природы прочности вольфрам–никель–железного сплава // Порошк. металлургия. – 1968. – № 6. – С. 61–66.
8. *Смителлс К.* Газы и металлы / Пер. с англ. – М.: Металлургиздат, 1940. – 228 с.
9. *Минакова Р. В., Баженова Л. Г., Верховодов П. А. и др.* Примеси элементов замещения и их влияние на особенности разрушения W–Ni–Fe сплава // Порошк. металлургия. – 1983. – № 11. – С. 72–78.
10. *Минакова Р. В., Головина И. С., Адеев В. М., Головкова М. Е.* Неоднородность распределения основных элементов и примесей в порошковых сплавах W–Ni–Fe // Там же. – 1990. – № 8. – С. 81–88.
11. *Минакова Р. В., Сторчак Н. А., Верховодов П. А. и др.* Некоторые структурные особенности фазы-связки сплавов в системе W–Ni–Fe / Там же. – 1980. – № 12. – С. 45–50.
12. *Минакова Р. В., Войтенко В. Л., Верховодов П. А. и др.* Фрактографические особенности изломов сплава W–Ni–Fe (90:7:3) // Там же. – 1985. – № 2. – С. 81–92.

Надійшла 21.04.15