

УДК 669.017

С. Мариненко

Тернопільський національний технічний університет
імені Івана Пулюя

ДОСЛІДЖЕННЯ ВПЛИВУ ХІМІЧНОГО СКЛАДУ І ТЕМПЕРАТУРИ СПІКАННЯ НА МЕХАНІЧНІ ВЛАСТИВОСТІ ІНСТРУМЕНТАЛЬНИХ СПЛАВІВ НА ОСНОВІ ЛЕГОВАНОГО КАРБІДУ ТИТАНУ

Резюме. Наведено результати досліджень з оптимізації хімічного складу та умов отримання твердого сплаву на основі карбїду титану, легovanого карбїдами ванадію, ніобію та вольфраму з нікель-хромовою зв'язкою з використанням математичних методів планування експерименту. Варіювали температуру спікання в діапазоні 1350...1450⁰С, уміст легуючого карбїду вольфраму – 5...15 % (мас.) та вміст металевої нікель-хромової зв'язки – 12...24 % (мас.). Параметри оптимізації – твердість за Віккерсом і тріщиностійкість. Встановлено, що твердість за Віккерсом максимальна при температурі спікання 1400⁰С, умісті карбїду вольфраму – 5 % (мас.) і 18 % (мас.) нікель-хромової зв'язки, а тріщиностійкість – при температурі спікання 1350⁰С, умісті WC – 15 % (мас.) й 24 % (мас.)NiCr.

Ключові слова: тверді сплави, метод математичного планування експериментів, фактори впливу, поверхні відгуку, параметри оптимізації.

S. Marynenko

RESEARCH OF THE CHEMICAL COMPOSITION AND THE SINTERING TEMPERATURE IMPACT ON THE MECHANICAL PROPERTIES OF THE ALLOYED TITANIUM CARBIDE BASED TOOL ALLOYS

Summary. The research results on optimizing the chemical composition and the conditions for obtaining the titanium carbide based hard alloy alloyed by the vanadium, niobium and tungsten carbides with a nickel-chromium binder taking advantage of mathematical methods for planning the experiment are presented in the article.

Eleven sufficient factors of impact on the physical- mechanical properties of the alloyed titanium carbide based tool alloys have been found in the result of analysis of the relevant references on the manufacturing processes of hard alloys production. In order to reduce the number of experiments some factors were fixed at a certain level: duration of grinding – 72 hours, ball –mixture relation – 7:1, specific pressing pressure – 150 ... 200 MPa, plasticizer – 5 % solution of synthetic rubber in gasoline, amount of plasticizer - 0,75 % of the charge mass, content of vanadium and niobium carbides – 5 % (wt.), isothermal exposure time during sintering – 40 minutes.

The sintering temperature is varied within of 1350 ... 1450⁰С, the content of the alloying tungsten carbide – 5...15 % (wt.) and the content of the metal nickel-chromium binder – 12...24 % (wt.). The optimization parameters are Vickers hardness and fracture toughness.

The Vickers hardness of maximum values (17...18 GPa) at the alloy sintering temperature 1400⁰С, tungsten carbide content – 5 % (wt) and 18 % (wt) of the nickel-chromium binder were found by analyzing the obtained regression equations and constructed response surfaces. As for the maximum values of the fracture

toughness (8.4...9.0 MPa·m^{1/2}) they were obtained at the alloys sintering temperature of 1350°C, tungsten carbide content – 15 % (wt.) and 24 % (wt.) of the nickel-chromium binder.

Key words: hard alloys, mathematical method for planning the experiment, impact factors, response surfaces, optimization options.

Постановка проблеми. Дослідження та пошук оптимального хімічного складу, а також технологічних параметрів виготовлення спечених твердих сплавів з високими фізико-механічними властивостями вимагає проведення тривалих дослідницьких робіт [1]. Враховуючи, що на рівень механічних властивостей твердих сплавів впливає чимало факторів, невирішеною проблемою є встановлення значущих факторів впливу, виділення тих факторів, які можна зафіксувати на певному рівні, та дослідження впливу на властивості тих факторів, які доцільно змінювати в певних межах.

Аналіз останніх досліджень і публікацій. Тверді сплави на основі легованого карбиду титану з нікель-хромовою металевою зв'язкою використовують для заміни вольфрамокобальтових твердих сплавів на операціях чистової та напівчистової обробки різанням конструкційних вуглецевих та низьколегованих сталей, а також при безстружковій обробці [2 – 4]. Область застосування твердих сплавів визначається рівнем їх фізико-механічних властивостей, що, в свою чергу, залежать від характеру мікроструктури сплавів [5]. Експлуатаційну довговічність сплавів можна прогнозувати, знаючи комплекс механічних характеристик, що включає твердість, границю міцності при згині, тріщиностійкість тощо.

З метою зменшення часу та обсягу експериментальних досліджень, а також з метою врахування комплексного впливу різних факторів використовують метод математичного планування експериментів [6, 7].

Метою даної роботи є оптимізація хімічного складу і температури спікання сплавів за критеріями отримання максимальної твердості й тріщиностійкості методом математичного планування експерименту.

Постановка завдання. Дослідити вплив температури спікання, вмісту карбиду вольфраму та нікель-хромової зв'язки на твердість за Віккерсом і тріщиностійкість інструментальних твердих сплавів на основі карбиду титану, легованого карбідами ванадію, ніобію та вольфраму.

Методика дослідження. В результаті аналізу літературних джерел [8, 9] та даних попередніх досліджень виявлено 11 значущих факторів впливу на фізико-механічні властивості інструментальних сплавів на основі легованого карбиду титану. З метою зменшення кількості експериментів частину факторів фіксували на певному рівні: тривалість розмолу – 72 години, співвідношення кульки – суміш – 7:1, питомий тиск пресування – 150...200 МПа, пластифікатор – 5 % розчин синтетичного каучуку в бензині, кількість пластифікатора – 0,75 % маси шихти, вміст карбідів ванадію та ніобію – 5 % (мас.), час ізотермічної витримки при спіканні – 40 хвилин.

Сплави отримували методом порошкової металургії за технологією, що включала додаткову операцію попереднього отримання твердого розчину карбідів [10], що забезпечує підвищений на 10...20 % рівень механічних властивостей порівняно зі сплавами, отриманими за стандартною технологією [11].

Відомо [12], що міцнісні властивості твердого сплаву суттєво залежать від хімічного складу карбідної основи і кількості металевої зв'язки. Тому факторами

впливу експерименту вибрано вміст легуючого карбїду вольфраму (x_1) і нікель-хромової зв'язки (x_2), а також температуру спікання сплавів (x_3) і проведено регресійний аналіз впливу даних факторів на механічні властивості сплавів (параметрами оптимізації вибрано твердість за Віккерсом HV_{30} та коефіцієнт тріщиностійкості K_{1c}).

Дослідження проведено за планом повного факторного експерименту 3^3 зі зміною факторів на трьох рівнях. В таблиці 1 наведені рівні факторів та інтервали їх варіювання. Кодовані значення факторів (X_i) зв'язані з натуральними (x_i) співвідношеннями

$$X_1 = \frac{x_1 - 1400}{50}; \quad X_2 = \frac{x_2 - 10}{5}; \quad X_3 = \frac{x_3 - 18}{6}. \quad (1)$$

Таблиця 1

Рівні факторів та інтервали їх варіювання

Фактори	$T_{сп}, ^\circ C, X_1$	Вміст WC, % (мас.) X_2	Вміст NiCr, (мас.) %, X_3
Інтервал варіювання	50	5	6
Нижній рівень (-1)	1350	5	12
Основний рівень (0)	1400	10	18
Верхній рівень (+1)	1450	15	24

Опрацювання отриманого експериментального масиву даних проводили за загальновідомими методами статистичного опрацювання з використанням методик кореляційного і регресійного аналізу апроксимуючої математичної моделі $h_n^e = f(x_1; x_2; x_3)$ для отримання у кінцевому результаті емпіричних рівнянь регресії.

За результатами розрахунків, які проводили за допомогою пакета прикладних статистичних програм опрацювання та аналізу результатів експериментальних досліджень для ПК "Statistica", будували залежності поверхонь відгуку параметрів оптимізації та двомірний переріз поверхонь.

Результати й обговорення. У табл. 2 подано план-матрицю планування експерименту із значеннями параметрів оптимізації – твердості за Віккерсом HV_{30} та коефіцієнта тріщиностійкості K_{1c} .

Таблиця 2

План-матриця планування експерименту і значення параметрів оптимізації

№	$T_{сп}, ^\circ C$	X1	WC, %	X2	NiCr, %	X3	Y1	HV, ГПа	Y2	$K_{1c}, MPa \times m^{1/2}$
1	1450	+	10	0	12	-	13,5	5,8		
2	1400	0	10	0	12	-	14,2	6,1		
3	1350	-	10	0	12	-	13,1	6,2		
4	1450	+	5	-	12	-	14,4	5,4		
5	1400	0	5	-	12	-	17,0	5,6		
6	1350	-	5	-	12	-	16,5	5,7		
7	1450	+	15	+	12	-	13,1	6,3		
8	1400	0	15	+	12	-	13,7	7,0		
9	1350	-	15	+	12	-	13,3	7,4		

10	1450	+	10	0	24	+	15,7	8,7
11	1400	0	10	0	24	+	16,2	8,8
12	1350	-	10	0	24	+	15,95	9,0
13	1450	+	5	-	24	+	16,3	8,5
14	1400	0	5	-	24	+	16,9	8,6
15	1350	-	5	-	24	+	16,4	8,72
16	1450	+	15	+	24	+	13,2	8,8
17	1400	0	15	+	24	+	13,9	9,0
18	1350	-	15	+	24	+	15,3	9,1
19	1450	+	10	0	18	0	16,1	7,48
20	1400	0	10	0	18	0	17,4	7,8
21	1350	-	10	0	18	0	16,7	8,2
22	1450	+	5	-	18	0	17,1	7,2
23	1400	0	5	-	18	0	20,7	7,55
24	1350	-	5	-	18	0	17,4	7,9
25	1450	+	15	+	18	0	15,1	8,15
26	1400	0	15	+	18	0	16,8	8,30
27	1350	-	15	+	18	0	16,6	8,7

Апроксимуючі функції параметрів оптимізації, тобто характер зміни твердості HV_{30} та тріщиностійкості K_{1c} , як функціоналів $HV_{30} = f(T, WC, NiCr)$ і $K_{1c} = f(T, WC, NiCr)$ залежно від одночасної дії трьох факторів (температури спікання $T_{сп.} \rightarrow x_1$, вмісту легуючого карбіду вольфраму $WC \rightarrow x_2$, вмісту зв'язки $NiCr \rightarrow x_3$), визначених експериментальним шляхом, знаходили у вигляді зворотної та логарифмічної функцій

$$HV_{30} = f(T, WC, NiCr) = b_0 + b_1/x_1 + b_2/x_2 + b_3/x_3, \quad (2)$$

$$K_{1c} = f(T, WC, NiCr) = b_0 + b_1 \ln(x_1) + b_2 \ln(x_2) + b_3 \ln(x_3), \quad (3)$$

де b_0, b_1, b_2, b_3 – коефіцієнти значень відповідних факторів x_i ;

x_1, x_2, x_3 – відповідні кодовані фактори.

Після опрацювання експериментальних даних і оцінювання статистичної значущості отриманих коефіцієнтів рівнянь регресії (2), (3) та перевірки адекватності теоретичного розподілу випадкових величин вибраних математичних моделей реальному процесу за відповідними t -альфа критерієм Ст'юдента і F критерієм Фішера, отримали емпіричні рівняння регресії в натуральних величинах, які характеризують зміну твердості за Віккерсом та коефіцієнта тріщиностійкості залежно від зміни діючих факторів у таких межах: температура спікання $1350 \text{ }^\circ\text{C} \leq T_{сп.} \leq 1450 \text{ }^\circ\text{C}$, вміст легуючого карбіду вольфраму $5 \leq WC \leq 15 \text{ \% (мас.)}$, вміст цементуючої зв'язки $12 \leq NiCr \leq 24 \text{ \% (мас.)}$.

$$HV_{30} = 5,28 + 14315,27/x_1 + 17,39/x_2 - 29,74/x_3, \quad (4)$$

$$K_{1c} = 47,81 - 6,93 \ln(x_1) + 0,74 \ln(x_2) + 3,04 \ln(x_3). \quad (5)$$

Показники статистичного опрацювання експериментального масиву даних, які характеризують статистичну значущість коефіцієнтів рівнянь регресії (4), (5), свідчать про адекватність математичної моделі реальному об'єкту.

На рис. 1 і 2 показано поверхні відгуку та їх двомірні перерізи як функціоналів параметрів оптимізації $HV_{30} (K_{1c}) = f(T, WC)$, $HV_{30} (K_{1c}) = f(T, NiCr)$, $HV_{30} (K_{1c}) = f(WC,$

NiCr).

Аналіз отриманих рівнянь регресії (4, 5), побудованих поверхонь відгуку як функціоналів параметрів оптимізації $HV_{30}(K_{1c}) = f(T, WC)$, $HV_{30}(K_{1c}) = f(T, NiCr)$, $HV_{30}(K_{1c}) = f(WC, NiCr)$ та їх двомірних перерізів показує, що найвищу твердість за Віккерсом 18,9 ГПа має сплав, спечений при температурі 1400 °С, з вмістом карбіду вольфраму 5 % (мас.) і вмістом Ni-Cr зв'язки 18 % (мас.), а найвищу тріщиностійкість 9,1 МПа·м^{1/2} – сплав, спечений при температурі 1350 °С, з вмістом карбіду вольфраму 15 % (мас.) і вмістом Ni-Cr зв'язки 24 % (мас.).

Встановлено, що твердість за Віккерсом зменшується зі зростанням вмісту карбіду вольфраму, що пояснюється тим, що твердість WC значно менша порівняно зі твердістю карбіду титану та інших легуючих карбідів ($H_{\mu TiC} = 30$ ГПа, $H_{\mu VC} = 20,94$ ГПа, $H_{\mu NbC} = 19,61$ ГПа, $H_{\mu WC} = 17,8$ ГПа) [4]. Ці дані суперечать даним роботи [13], у якій автори пояснюють зростання твердості за Віккерсом сплавів на основі Ti(C, N) від вмісту WC отриманням дрібнозернистої структури та збільшенням густини сплавів. Очевидно, у сплавах на полікарбідній основі переважаючим впливом є вклад твердості окремих компонентів. Тому, з точки зору високої твердості і, як наслідок, зносостійкості, вміст карбіду вольфраму у сплавах потрібно обмежувати 5 % (мас.), а з точки зору високої тріщиностійкості – 15 % (мас.).

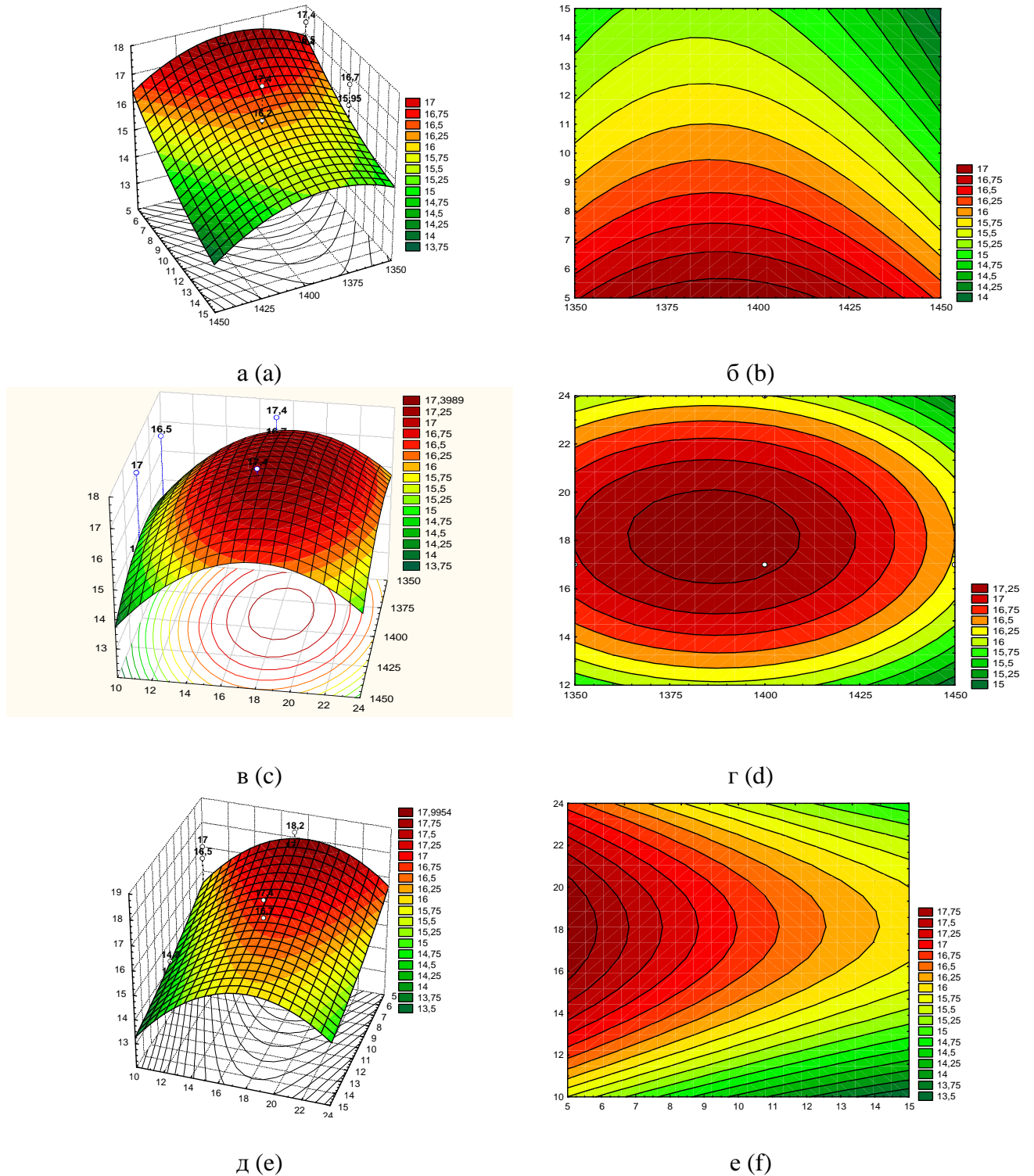


Рисунок 1. Поверхні відгуку та їх двомірні перерізи залежностей зміни твердості за Віккерсом від температури спікання, $^{\circ}\text{C}$ та вмісту WC, % (мас.) як функціонал $HV30=f(T, WC)$ (а, б); від температури спікання, $^{\circ}\text{C}$ та вмісту NiCr, % (мас.), як функціонал $HV30=f(T, NiCr)$ (в, г); від вмісту WC, % (мас.), та вмісту NiCr, % (мас.) як функціонал $HV30=f(WC, NiCr)$ (д, е)

Figure 1. Response surfaces and their two-dimensional cross sections dependence of the Vickers hardness changes on the sintering temperature, $^{\circ}\text{C}$ and WC contents, % (wt.) as functional $HV30 = f(T, WC)$ (a, b); on the sintering temperature, $^{\circ}\text{C}$ and NiCr contents, % (wt.) as functional $HV30 = f(T, NiCr)$ (c, d); on the WC contents, % (wt) and NiCr contents, % (wt.) as functional $HV30 = f(WC, NiCr)$ (e, f)

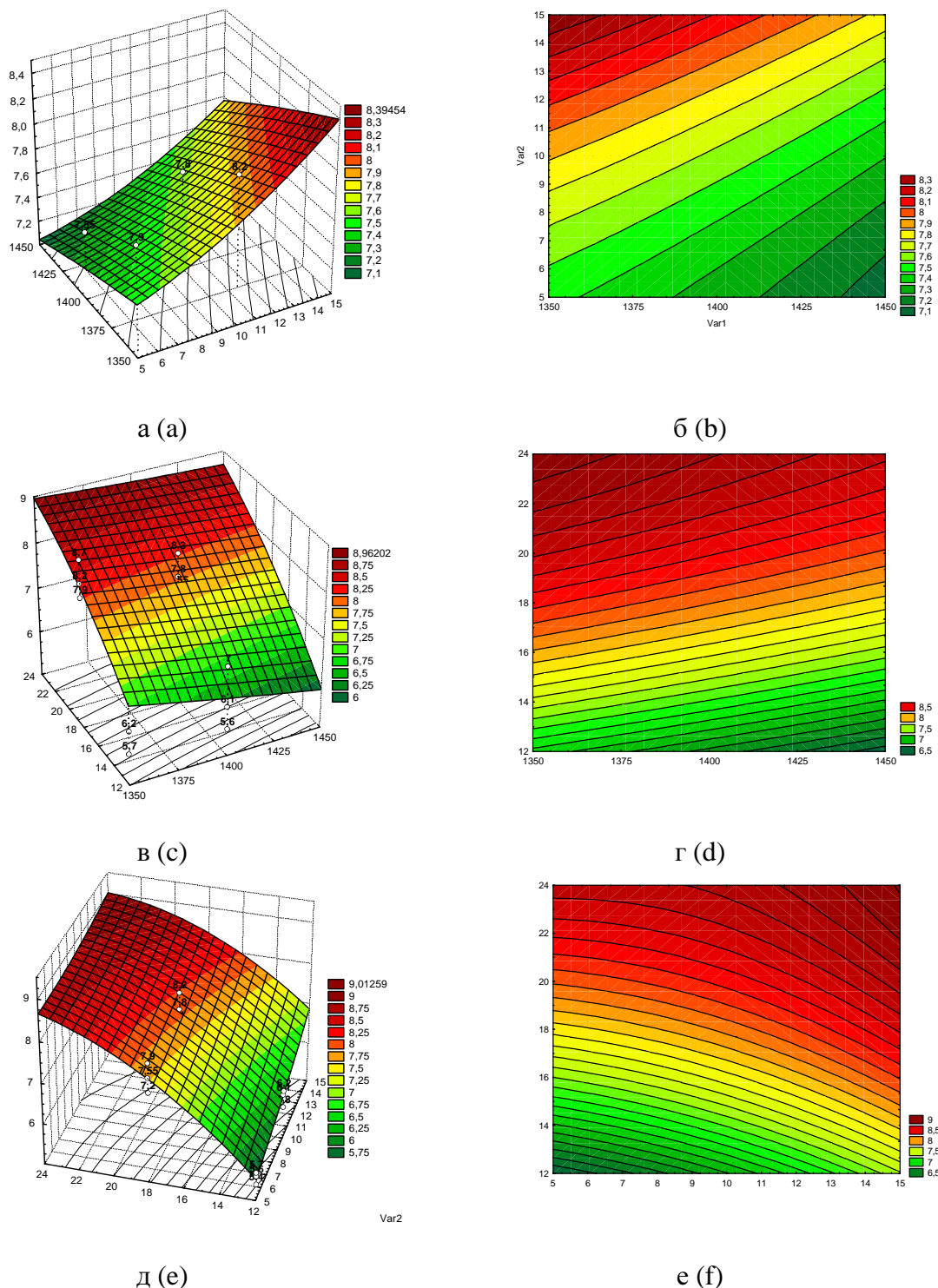


Рисунок 2. Поверхні відгуку та їх двомірні перерізи залежностей зміни тріщиностійкості від температури спікання, °C та вмісту WC, % (мас.) як функціонал $K_{Ic}=f(T, WC)$ (а, б); від температури спікання, °C та вмісту NiCr, % (мас.) як функціонал $K_{Ic}=f(T, NiCr)$ (в, г); від вмісту WC, % (мас.), та вмісту NiCr, % (мас.) як функціонал $K_{Ic}=f(WC, NiCr)$ (д, е)

Figure 2. Response surfaces and their two-dimensional cross sections dependence of the fracture toughness changes on the sintering temperature, °C and WC contents, % (wt.) as functional $K_{Ic} = f(T, WC)$; on the sintering temperature, °C and NiCr contents, % (wt.) as functional $K_{Ic} = f(T, NiCr)$ (c, d); on the WC contents,% (wt.) and NiCr contents,% (wt.) as functional $K_{Ic} = f(WC, NiCr)$ (e, f)

Тріщиностійкість сплавів із підвищенням вмісту Ni-Cr зв'язки закономірно зростає у зв'язку зі зниженням жорсткості карбідного каркасу за рахунок більш рівномірного розподілу проміжків пластичної фази – зв'язки.

В цілому для забезпечення високого рівня механічних властивостей оптимальним є вміст 5 % (мас.) WC, 18 % (мас.) NiCr зв'язки, температура спікання 1350 °C.

Висновки. Методом математичного планування експериментів встановлено, що найвищу твердість за Віккерсом на рівні 17...18 ГПа має сплав, спечений при температурі 1400 °C, з умістом карбиду вольфраму 5 % (мас.) і вмістом Ni-Cr зв'язки 18 % (мас.), а найвищу тріщиностійкість на рівні 8,4...9,0 МПа·м^{1/2} – сплав, спечений при температурі 1350 °C, з умістом карбиду вольфраму 15 % (мас.) і Ni-Cr зв'язки – 24 % (мас.).

Для підвищення твердості потрібно знижувати вміст карбиду вольфраму, вводити нікель-хромову зв'язку в кількості не більше 18 % (мас.), проводити спікання при температурі не вище 1400 °C.

Зростання тріщиностійкості забезпечується при температурі спікання не вище 1350 °C та максимальному вмісті карбиду вольфраму і нікель-хромової зв'язки.

Conclusions. The highest Vickers hardness at 17...18 GPa for the alloy sintered at the temperature of 1400 °C with the 5 % (wt.) tungsten carbide content and the 18% (wt.) Ni-Cr binder content has been found taking advantage of the mathematical method for planning the experiments. As for the fracture toughness its highest value at 8.4...9.0 MPa·m^{1/2} has the alloy sintered at the temperature of 1350 °C with the 15 % (wt.) tungsten carbide content and the 24 % (wt.) Ni-Cr binder content.

To increase the hardness the decrease of the tungsten carbide content should take place, the nickel-chromium binder is to be introduced in a quantity no more than 18 % (wt.) and sintering has to be carried out at the temperature not above 1400 °C.

The fracture toughness increase is provided at the sintering temperature not above 1350 °C and the maximum tungsten carbide and nickel-chromium binder contents.

Список використаної літератури

1. Блувштейн, Р.Э. Планирование эксперимента в материаловедении [Текст] / Р.Э. Блувштейн. – Киев: ИПМ АН УССР, 1980. – 48с.
2. Крамар, Г.М. Разработка жаро- и износостойких безвольфрамовых твердых сплавов на основе карбидов титана и ванадия для вытяжного и режущего инструментов: дис. ... канд. техн. наук: 05.02.01 [Текст] / Г.М. Крамар. – Киев, 1993. – 172 с.
3. Бодрова, Л.Г. Оптимізація складу безвольфрамового твердого сплаву для ріжучого інструменту [Текст] / Л.Г. Бодрова, Г.М. Крамар // Зб. тез обл. наук.-практ. семінару «Композиційні матеріали в машинобудуванні». – Тернопіль, 1989. – С. 84 – 86.
4. Лазарюк, В.В. Розробка та дослідження жаростійких твердих сплавів (Ti,Nb)C-Ni-Cr-Al: дис. ... канд. техн. наук: 05.16.06 [Текст] / В.В. Лазарюк. – Тернопіль, 2004. – 174 с.
5. Керметы [Текст] / П.С. Кислый, Н.И. Боднарук, М.С. Боровикова и др. – К.: Наук. думка, 1985. – 272 с.
6. Новик, Ф.С. Оптимизация процессов технологии металлов методами планирования экспериментов [Текст] / Ф.С. Новик, Я.Б. Арсов. – М.: Машиностроение, София: Техника, 1980. – 304 с.
7. Вознесенский, В.А. Статистические методы планирования эксперимента в технико-экономических исследованиях [Текст] / В.А. Вознесенский. – М.: Финансы и статистика, 1981. – 263 с.
8. Кудрявцев, В.А. Влияние технологических факторов и состава на свойства металлокерамических твердых сплавов с никель-кобальт-хромовой связкой: дис. ... канд. техн. наук: 05.16.06 [Текст] / В.А. Кудрявцев. – Киев, 1973. – 176 с.

9. Кудрявцев, В.А. Легирование карбидной фазы спеченного твердого сплава TiC-Ni-Co-Cr [Текст] / В.А. Кудрявцев, Л.Э. Вальдма // Труды Таллинского политехнического института. – 1976. – № 407. – С. 25 – 32.
10. Дослідження впливу технологічного процесу одержання на характер мікроструктури сплавів системи TiC- (VC, NbC,WC) [Текст] / С. Мариненко, Г. Крамар, Л. Бодрова та ін. // Матеріали всеукраїнської наукової конференції Тернопільського державного технічного університету імені Івана Пулюя. – Тернопіль: ТДТУ, 2009. – С. 215.
11. Бодрова, Л. Фізико-механічні властивості твердих сплавів на подвійній карбідній основі [Текст] / Л. Бодрова, Г. Крамар, В. Лазарюк // Вісник Тернопільського державного технічного університету. – 2002. – Том 7. – № 3. – С. 9 – 16.
12. Лошак, М.Г. Прочность и долговечность твердых сплавов [Текст] / М.Г. Лошак. – К.: Наук. думка, 1984. – 328 с.
13. Effect of WC content on the microstructure and mechanical properties of (Ti,W)(C,N)-Co cermets / Yan Li, Ning Liu, Xiaobo Zhang, Chunlan Rong // Int. Journal of Refractory Metals & Hard Materials. – Accepted Manuscript. – 2008. – Vol. 26. – Issue 1. – P. 33 – 40.

Отримано 04.02.2013