

На правах рукописи

Селютин Владимир Леонидович

**Разработка и исследование тяжелых вольфрамовых  
псевдосплавов на основе диспергированных  
электроэрозией частиц сплава ВНЖ**

Специальность 05.16.01 – Metalловедение и термическая  
обработка металлов и сплавов

Автореферат  
диссертации на соискание учёной степени  
кандидата технических наук

Курск – 2020

Работа выполнена в ФГБОУ ВО «Юго-Западный государственный университет»

**Научный**

**руководитель:** доктор технических наук, профессор  
**Агеев Евгений Викторович.**

**Официальные  
оппоненты:**

**Овчинников Виктор Васильевич**  
доктор технических наук, профессор, ФГБОУ ВО  
«Московский политехнический университет»,  
заведующий кафедрой материаловедения, г. Москва;

**Задорожний Роман Николаевич**  
кандидат технических наук, ФГБНУ ФНАЦ ВИМ,  
ведущий научный сотрудник – руководитель Центра  
коллективного пользования «Нано-Центр», г. Москва.

**Ведущая  
организация:**

ФГБОУ ВО «Тульский государственный университет»,  
г. Тула.

Защита состоится «25» декабря 2020 г. в «14» часов на заседании  
диссертационного совета Д 212.105.13 при ФГБОУ ВО  
«Юго-Западный государственный университет» по адресу:  
305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, д. 94, конференц-зал.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ФГБОУ ВО  
«Юго-Западный государственный университет» и на сайте <https://swsu.ru/>.

Автореферат разослан «\_\_» \_\_\_\_\_ 2020 г.

Учёный секретарь  
диссертационного совета

Алтухов Александр Юрьевич

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

**Актуальность темы исследования.** Тяжелые сплавы на основе вольфрама из-за уникальных свойств нашли широкое распространение во многих областях промышленности, в том числе оборонной. В настоящее время одной из основных проблем использования этих сплавов является переработка их отходов и повторное использование. Существующие промышленные технологии измельчения таких сплавов отличаются крупнотоннажностью, высокими затратами энергии и экологическими проблемами. Поиск новых экологически чистых технологий переработки отходов тяжелых сплавов вольфрама, в т.ч. сплавов ВНЖ, является актуальным и необходимым. Одним из перспективных и промышленно неприменяемых способов измельчения любого электропроводного материала является электроэрозионный способ. К настоящему времени отсутствуют научно-технические разработки по использованию диспергированных электроэрозией частиц сплава ВНЖ в качестве шихты для производства тяжелых вольфрамовых псевдосплавов и изделий из них. Для этих целей требуется проведение комплексных теоретических и экспериментальных исследований. Проведение намеченных мероприятий позволит решить проблему переработки отходов тяжелых вольфрамовых сплавов, экономии дорогостоящего вольфрама и повторное его использование.

Актуальность работы подтверждается выполнением ее в рамках гранта Президента РФ (НШ-2564.2020.8) и является решением задач в рамках направления Стратегии научно-технического развития РФ (Указ Президента РФ № 642 от 01.12.2016 г.) в части разработки интеллектуальных производственных технологий, новых материалов и способов конструирования.

**Степень разработанности темы.** Работы в области исследования новых тяжелых вольфрамовых сплавов ведутся в научных и высших образовательных учреждениях, таких как: ФГБУН Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Научно-исследовательский физико-технический институт ННГУ им. Н.И. Лобачевского, ФГУПРФЯЦ-ВНИИЭФ, БрянскГТУ, МПУ, ЮЗГУ, University of Science and Technology of China, Korea Advanced Institute of Science and Technology, Indian Institute of Technology и других организациях. Этим направлением занимались такие ученые как: Алымов М.И., Поварова К.Б., Самохин А.В., Чувильдеев В.Н., Нохрин А.В., Баранов Г.В., Сахаров Н.В., Белов В.Ю., Кузнецова О.Г., Смирнов С.В., Давыдов С.В., Латыпов Р.А., Агеев Е.В., Li J.R., Yu J.L., Wei Z.G., Ryu H.J., Hong S.H., Baek W.H., Upadhyaya A., Tiwari S.K., Mishra P. и др. Однако в трудах этих ученых не рассматриваются вопросы, касающиеся использования диспергированных электроэрозией частиц сплава ВНЖ в качестве шихты для производства тяжелых вольфрамовых псевдосплавов и изделий из них. Целесообразность решения этих вопросов определила выбор темы, формулировку цели, постановку задач и основные направления исследования.

**Целью работы** являлось разработка и исследование новых тяжелых вольфрамовых псевдосплавов, пригодных к промышленному применению, на основе диспергированных электроэрозией частиц сплава ВНЖ 95, полученных в воде дистиллированной и в керосине осветительном.

В соответствии с поставленной целью необходимо решить следующие **задачи**:

1. Разработать экологически чистый, малотоннажный и безотходный способ измельчения легковесных отходов сплава марки ВНЖ 95 до частиц микро- и нанодисперсий.

2. Получить шихту для производства новых тяжелых вольфрамовых псевдосплавов путем измельчения сплава ВНЖ 95 электроэрозией в двух рабочих средах (воде дистиллированной и керосине осветительном) и провести исследования ее состава, структуры и свойств:

- гранулометрического состава;
- среднего размера частиц;
- морфологии и элементного состава;
- фазового состава.

3. Оптимизировать процесс получения шихты для производства тяжелых вольфрамовых псевдосплавов.

4. Получить тяжелый вольфрамовый псевдосплав искровым плазменным спеканием частиц сплава ВНЖ 95, диспергированных электроэрозией в двух рабочих средах, и оптимизировать данный процесс.

5. Провести исследования состава, структуры и свойств тяжелых вольфрамовых псевдосплавов из диспергированных электроэрозией частиц сплава ВНЖ 95:

- морфологии и элементного состава;
- пористости;
- размера зерна;
- плотности;
- микротвердости.

6. Исследовать влияние рабочих жидкостей на свойства диспергированных электроэрозией частиц сплава ВНЖ 95.

7. Исследовать влияние состава, структуры и свойств шихты из диспергированных электроэрозией частиц сплава ВНЖ 95 на состав, структуру и свойства спеченного из нее тяжелого вольфрамового псевдосплава.

8. Выполнить апробацию и патентование полученных результатов.

#### **Научная новизна**

1. Применительно к электродиспергированию сплава ВНЖ 95 установлено влияние свойств рабочих жидкостей на состав, структуру и свойства диспергированных частиц, позволяющее управлять их дисперсностью, элементным и фазовым составами.

В частности, анализ гранулометрического состава показал, что диспергированные электроэрозией частицы сплава ВНЖ 95 имеют средний размер 51,38

мкм и 61,73 мкм, в воде дистиллированной и керосине осветительном соответственно, что связано с большими потерями энергии электрического разряда на пробой рабочей жидкости ввиду разности диэлектрической проницаемости воды и керосина, а также различием в охлаждающей способности жидкостей. Рентгеноспектральный микроанализ показал, что на поверхности частиц, полученных в воде дистиллированной, присутствует часть кислорода, а в керосине осветительном – углерода. Отмечено, что диспергирование электроэрозией сплава ВНЖ 95 в воде дистиллированной приводит к образованию в частицах фаз W, Ni<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, а диспергирование в керосине осветительном способствует образованию фаз W<sub>2</sub>C, Ni и Fe, что связано с различием химического состава рабочих жидкостей.

2. Установлена зависимость состава, структуры и свойств спеченного тяжелого вольфрамового псевдосплава от состава, структуры и свойств шихты из диспергированных электроэрозией частиц сплава ВНЖ, позволяющая оказывать влияние на его физико-механические свойства.

Отмечено, что состав, структура и свойства диспергированных электроэрозией частиц сплава ВНЖ 95, зависящие в основном от свойств исходного материала и свойств рабочей среды влияют на пористость и размер зерна спеченного псевдосплава, а они в свою очередь на его физико-механические свойства, такие как микротвердость.

3. Установлено влияние условий консолидации диспергированных частиц тяжелого вольфрамового псевдосплава при искровом плазменном спекании на его физико-механические свойства, позволяющие управлять качеством изделий.

Отмечено, что температура 1050 °С, давление 40 МПа и времени выдержки 10 мин. подавляют рост зерна с получением равновесного состояния тяжелых вольфрамовых псевдосплавов из диспергированных электроэрозией в воде дистиллированной частиц сплава ВНЖ 95. Также отмечено, что температура 1200 °С давление 40 МПа и времени выдержки 5 мин. подавляют рост зерна с получением равновесного состояния тяжелых вольфрамовых псевдосплавов из диспергированных электроэрозией в керосине осветительном частиц сплава ВНЖ 95.

**Теоретическая и практическая значимость** работы состоит в исследовании, разработке и апробации новых тяжелых вольфрамовых псевдосплавов на основе диспергированных частиц сплава ВНЖ 95, пригодных к промышленному применению, включая:

– разработку и патентование шихты для производства тяжелых вольфрамовых сплавов, содержащую частицы вольфрама, никеля и железа, отличающаяся тем, что она содержит упомянутые частицы, полученные электроэрозией стружки сплава ВНЖ 95 в дистиллированной воде при напряжении 210 В, частоте следования импульсов 230 Гц и емкости разрядных конденсаторов 65,5 мкФ со средним размером 51,38 мкм (патент на изобретение РФ № 2683162);

– разработку шихты для производства тяжелых вольфрамовых сплавов,

содержащая частицы вольфрама, никеля и железа, отличающаяся тем, что она содержит упомянутые частицы, полученные электроэрозией стружки сплава ВНЖ 95 в осветительном керосине при напряжении 160 В, частоте следования импульсов 205 Гц и емкости разрядных конденсаторов 65,5 мкФ со средним размером 61,73 мкм;

– разработку и патентование способа получения тяжелого вольфрамового сплава ВНЖ отличающегося тем, что он получен искровым плазменным спеканием шихты из диспергированных электроэрозией частиц сплава ВНЖ 95 в воде дистиллированной при температуре 1050 °С, давлении 40 МПа и времени выдержки 10 мин. (приоритет по заявке на изобретение РФ №2019130304);

– разработку способа получения тяжелого вольфрамового сплава ВНЖ отличающийся тем, что он получен искровым плазменным спеканием шихты из диспергированных электроэрозией частиц сплава ВНЖ 95 в керосине осветительном при температуре 1200 °С, давлении 40 МПа и времени выдержки 5 мин.

**Диссертационная работа** по тематике, содержанию и результатам соответствует п.3 «Теоретические и экспериментальные исследования влияния структуры на физические, химические, механические, технологические и эксплуатационные свойства металлов и сплавов», п.8 «Исследование работоспособности металлов и сплавов в различных условиях, выбор и рекомендация наиболее экономичных и надежных металлических материалов для конкретных технических назначений с целью сокращения металлоемкости, увеличения ресурса работы, повышения уровня заданных физических и химических характеристик деталей машин, механизмов, приборов и конструкций» и п.9 «Разработка новых принципов создания сплавов, обладающих заданным комплексом свойств, в том числе для работы в экстремальных условиях» паспорта научной специальности 05.16.01 «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов».

**Методология и методы исследования.** При решении поставленных задач использовались современные методы испытаний и исследований, в том числе: на лазерном анализаторе размеров частиц «Analysette 22 NanoТес» исследовали гранулометрический состав и средний размер частиц; на атомно-эмиссионном спектрометре фирмы «HORIBA JobinYvon» модель «ULTIMA 2» определяли содержание вольфрама, никеля и железа с помощью атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой; на анализаторе углерода и серы «Leco CS-400» определяли содержание общего углерода методом сжигания в потоке кислорода; потенциометрическим методом определяли содержание свободного углерода; на анализаторе кислорода и азота «Leco TC-600» определяли содержание кислорода методом восстановительного плавления (графитовый тигель) в импульсной печи сопротивления в токе инертного газа (гелий); на электронно-ионном сканирующем (растровом) микроскопе с полевой эмиссией электронов «QUANTA 600 FEG» и энерго-дисперсионном анализаторе рентгеновского излучения фирмы «EDAX» определяли форму и морфологию поверхности частиц, а также выполняли рентгеноспектральный

микроанализ, исследовали элементный состав; на рентгеновском дифрактометре «Rigaku Ultima IV» проводили рентгеноструктурный (фазовый) анализ; с помощью прибора «Instron 402 MVD» определяли микротвёрдость; спекание проводили с использованием системы искрового плазменного спекания SPS 25-10 Thermal Technology; на автоматическом высокоточном настольном отрезном станке «Accutom-5» и шлифовально-полировальном станке «LaboPol-5» проводили механическую обработку спеченных образцов; на гелиевом пикнометре Micromeritics Accu Pic II 1340 определяли плотность; с помощью оптического инвертированного микроскопа «OLYMPUS GX51», оснащенного системой автоматизированного анализа изображений «SIMAGIS Photolab», проводили металлографические исследования (микроструктура, пористость, размер зерна) и др.

### **Положения, выносимые на защиту**

1. Теоретические и технологические решения, позволяющие получать пригодную к промышленному применению шихту для производства новых тяжелых вольфрамовых псевдосплавов путем измельчения сплава ВНЖ 95 электроэрозией в двух рабочих средах (воде дистиллированной и керосине осветительном).

2. Совокупность результатов экспериментальных исследований состава, структуры и свойств шихты для производства новых тяжелых вольфрамовых псевдосплавов.

3. Совокупность результатов экспериментальных исследований состава, структуры и свойств новых тяжелых вольфрамовых псевдосплавов, полученных искровым плазменным спеканием на основе диспергированных электроэрозией частиц сплава ВНЖ 95 в воде дистиллированной и керосине осветительном.

### **Степень достоверности полученных результатов**

Обоснованность и достоверность выносимых на защиту научных положений и выводов обеспечиваются принятой методологией исследования, включающей в себя современные научные методы, апробацией при обсуждении результатов диссертации на международных научно-технических конференциях. Это позволило обеспечить репрезентативность, доказательность и обоснованность разработанных положений и полученных результатов. Достоверность теоретических положений и выводов диссертации подтверждена положительными результатами при внедрении в практическую деятельность, отмеченных в подразделе «Реализация результатов работы».

### **Реализация результатов работы**

Разработанные технологии и тяжелые вольфрамовые сплавы апробированы и внедрены в ООО «РосУтилизация 46» г. Курск.

Материалы исследований используются в учебном процессе ФГБОУ ВО «Юго-Западный государственный университет» при изучении дисциплины «Теория и технологии новых материалов» (3 курс направления подготовки аспирантов 22.06.01 «Технологии материалов» направленность «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов»).

**Личный вклад автора.** Автором лично выполнен весь объем экспериментальных исследований, обработка результатов и их анализ, выбран комплекс методик для аттестации шихты и новых тяжелых вольфрамовых псевдосплавов. Автор принимал участие в методике проведения эксперимента.

**Личный вклад автора.** Автором лично выполнен весь объем экспериментальных исследований, обработка результатов и их анализ, выбран комплекс методик для аттестации шихты и новых тяжелых вольфрамовых псевдосплавов. Автор принимал участие в методике проведения эксперимента.

### **Апробация результатов**

Основные положения диссертационной работы доложены, обсуждены и одобрены на конференциях в Москве, Воронеже, Калининграде и Курске: Современные автомобильные материалы и технологии (САМИТ-2017); Альтернативные источники энергии в транспортно-технологическом комплексе: проблемы и перспективы рационального использования; Перспективы развития технологий обработки и оборудования в машиностроении; Молодежь и наука: шаг к успеху; Современные инновации в науке и технике; Качество в производственных и социально-экономических системах; Будущее науки – 2020; Молодежь и системная модернизация страны; За нами будущее: взгляд молодых ученых на инновационное развитие общества; Техника и технологии: пути инновационного развития; Инновационные технологии машиностроения в транспортном комплексе; Современные проблемы и направления развития металловедения и термической обработки металлов и сплавов.

**Публикации.** Основные научные результаты, изложенные в диссертации, опубликованы в 21 работе, в том числе: 1 монография, 1 патент на изобретение РФ, 5 публикаций в изданиях, рекомендованных ВАК РФ, 1 статья в рецензируемом научном издании, входящем в международные реферативные базы данных и системы цитирования Scopus и WoS, и 12 статей в сборниках конференций.

**Структура и объем работы.** Диссертация состоит из введения, пяти глав, общих выводов, списка литературы и приложений. Общий объем работы составляет 183 страницы, в том числе 28 таблиц, 48 рисунков, 4 страницы приложений. Список литературы включает в себя 231 источник.



## ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность решаемой проблемы, сформулированы цель и задачи исследования, изложена научная новизна и практическая значимость работы, а также приведены основные положения, выносимые на защиту.

В первой главе представлен анализ состояния проблемы переработки отходов тяжелых вольфрамовых псевдосплавов. Установлено, что в настоящее время промышленно применяемые технологии переработки отходов тяжелых вольфрамовых твердых сплавов отличаются крупнотоннажностью, энергоёмкостью, большими производственными площадями, а также, зачастую, экологическими проблемами (сточные воды, вредные выбросы). Отмечено также, что одним из наиболее перспективных способов переработки любого электропроводного материала, в том числе и тяжелого вольфрамового сплава, является электроэрозионный способ, который отличается относительно невысокими энергетическими затратами, безвредностью и экологической чистотой процесса, отсутствием механического износа оборудования, получением порошка непосредственно из кусков вольфрамового сплава различной формы за одну операцию, получением частиц преимущественно сферической формы размером от нескольких нанометров до сотен микрон. Показано, что к настоящему времени уровень разработки электроэрозионного способа достиг опытно-промышленного производства. Сформулированы цель и задачи работы в соответствии с блок-схемой научных исследований, представленной на рисунке 1.



Рисунок 1 – Блок-схема научных исследований

**Во второй главе** обоснована возможность применения электроэрозии для измельчения отходов сплава ВНЖ 95, описаны металлургические особенности процесса, показаны его преимущества, обоснован выбор рабочих жидкостей (воды дистиллированной и керосина осветительного), основных технологических параметров и исходных материалов.

**В третьей главе** описаны используемые материалы и методики исследований. Для выполнения намеченных исследований выбраны отходы тяжелого вольфрамового сплава марки ВНЖ 95. В качестве рабочих жидкостей – вода дистиллированная и керосин осветительный. При решении поставленных задач использовали современные методы испытаний и исследований, перечисленные в подразделе «Методология и методы исследования».

**В четвертой главе** представлены результаты экспериментальных исследований диспергированных электроэрозией частиц сплава ВНЖ 95. Результаты предварительных исследований показали влияние технологических параметров электродиспергирования на состав, структуру и свойств полученной шихты. Поскольку для шихты одним из основных технологических свойств является оптимальная дисперсность, поэтому оптимизацию процесса получения шихты для производства тяжелых вольфрамовых псевдосплавов (электродиспергирования отходов сплава марки ВНЖ 95) проводили по среднему размеру частиц путем проведения полного факторного эксперимента типа  $2^3$ . Для оценки влияния указанных факторов и математического описания процесса получения электроэрозионных частиц использована модель первого порядка вида:

$$\hat{y} = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_3X_3 + b_{12}X_1X_2 + b_{13}X_1X_3 + b_{23}X_2X_3 + b_{123}X_1X_2X_3, \quad (1)$$

где  $X_1, X_2, X_3$  – факторы: напряжение  $U, В$ ; частота следования импульсов  $\nu, Гц$  и емкость разрядных конденсаторов  $C, мкФ$  соответственно.

$\hat{y}$  – исследуемая величина (средний размер электроэрозионных частиц).  
Значения выбранных уровней варьируемых факторов даны в таблице 1.

Таблица 1 – Уровни и интервалы варьирования

Уровень варьируемых факторов	Обозначение кодовое	$U, В$	$\nu, Гц$	$C, мкФ$
		$X_1$	$X_2$	$X_3$
Основной уровень	0	125	150	44,75
Интервал варьирования	$\Delta x_i$	25	50	20,75
Верхний уровень	+1	150	200	65,5
Нижний уровень	-1	100	100	24

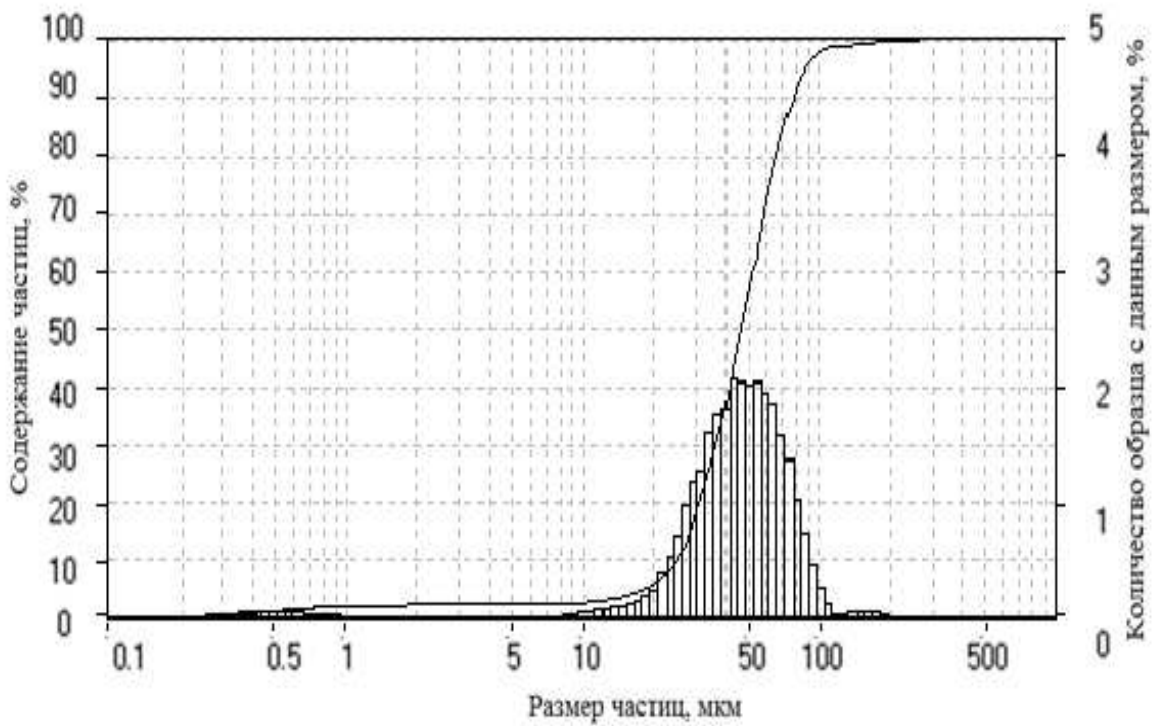
После расчета всех коэффициентов уравнение (1) принимает вид для среднего размера частиц, полученных в воде (2), в керосине осветительном (3):

$$\hat{y} = 28,59 + 9,56X_1 + 3,97X_2 + 13,44X_3 - 1,415X_1X_2 - 0,89X_1X_3 + 2,56 X_2X_3 - 2,21X_1X_2X_3 \quad (2)$$

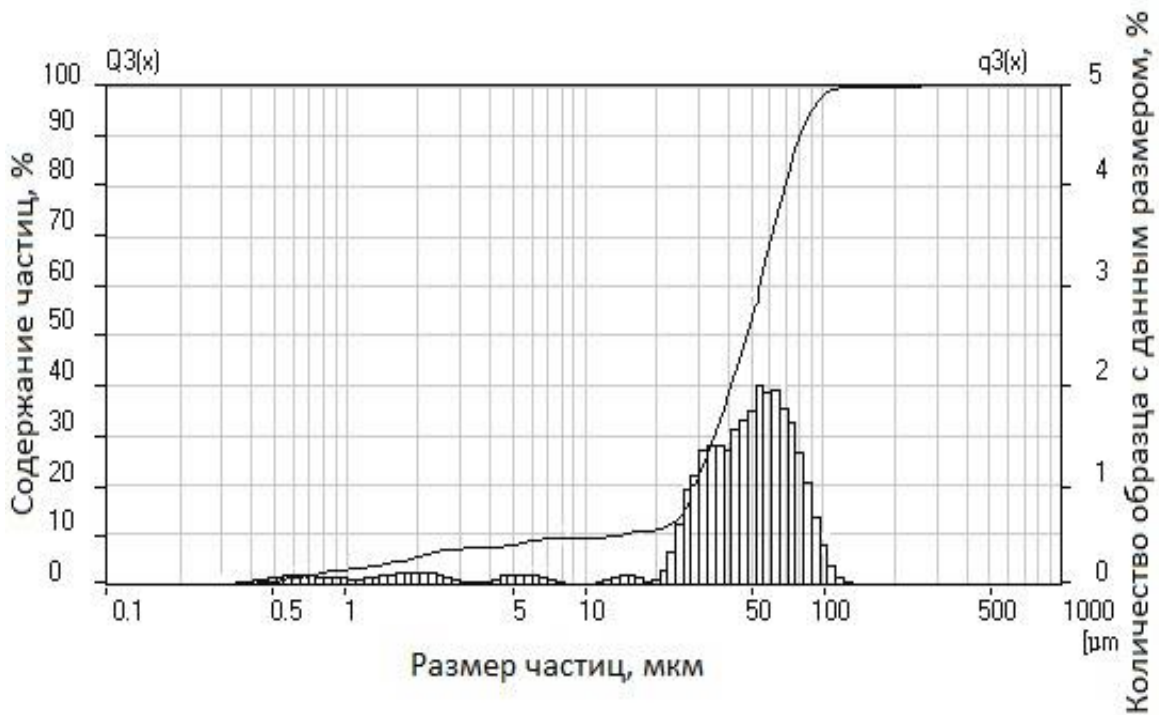
$$\hat{y} = 35,91 + 8,31X_1 + 5,59X_2 + 14,96 X_3 - 3,01X_1X_2 - 0,39X_1X_3 + 3,44 X_2X_3 - 3,61X_1X_2X_3 \quad (3)$$

Все коэффициенты уравнений (2) и (3), моделирующих полный факторный эксперимент, являются статистически значимыми. Полученные уравнения были использованы для крутого восхождения по поверхности отклика. Крутое восхождение начинали из нулевой точки (основные уровни):  $X_1=125$  В,  $X_2=150$  Гц,  $X_3=44,75$  мкФ. Согласно проведенной серии опытов определены предельные значения параметра оптимизации  $Y$  (средний размер электроэрозионных частиц), которые составили: для воды – 51,38 мкм при ёмкости разрядных конденсаторов 65,5 мкФ, напряжении на электродах 210 В, частоте следования импульсов 230 Гц; для керосина – 61,73 мкм при ёмкости разрядных конденсаторов 65,5 мкФ, напряжении на электродах 160 В и частоте следования импульсов 205 Гц.

Далее представлены результаты экспериментальных исследований состава, структуры и свойств диспергированных электроэрозией частиц сплава ВНЖ в воде дистиллированной и керосине осветительном, полученных при оптимальных режимах. Результаты исследования гранулометрического состава представлены на рисунке 2. Экспериментально установлено, что частицы, полученные из отходов сплава ВНЖ 95, имеют размер частиц от 0,25 до 150 мкм. Отмечено, что на гранулометрический состав частиц существенное влияние оказывают свойства рабочей жидкости. Показано, что средний размер частиц, полученных в керосине осветительном, в 1,2 раза больше среднего размера частиц, полученных в воде дистиллированной, и составляет 61,73 мкм и 51,38 мкм соответственно. Результаты исследования морфологии и элементного состава диспергированных электроэрозией частиц сплава ВНЖ 95 представлены на рисунках 3 и 4. Видно, что в диспергированных электроэрозией частицах сплава ВНЖ 95, как в воде, так и в керосине, присутствуют частицы, имеющие правильную сферическую, эллиптическую форму и агломераты. Рентгеноспектральный анализ показал, что на поверхности частиц, полученных в воде дистиллированной присутствует часть кислорода, а в керосине осветительном – углерода. Установлено, что основными элементами в диспергированных электроэрозией частицах сплава ВНЖ 95, как в керосине осветительном, так и в воде дистиллированной, являются W, Ni и Fe. Результаты исследования фазового состава диспергированных электроэрозией частиц сплава ВНЖ 95 в воде дистиллированной и керосине осветительном представлены на рисунке 5. Отмечено, что диспергирование электроэрозией сплава ВНЖ 95 в воде дистиллированной приводит к образованию фаз W, Ni<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, а диспергирование в керосине осветительном способствует образованию фаз W<sub>2</sub>C, Ni и Fe, что связано с различием химического состава рабочих жидкостей.

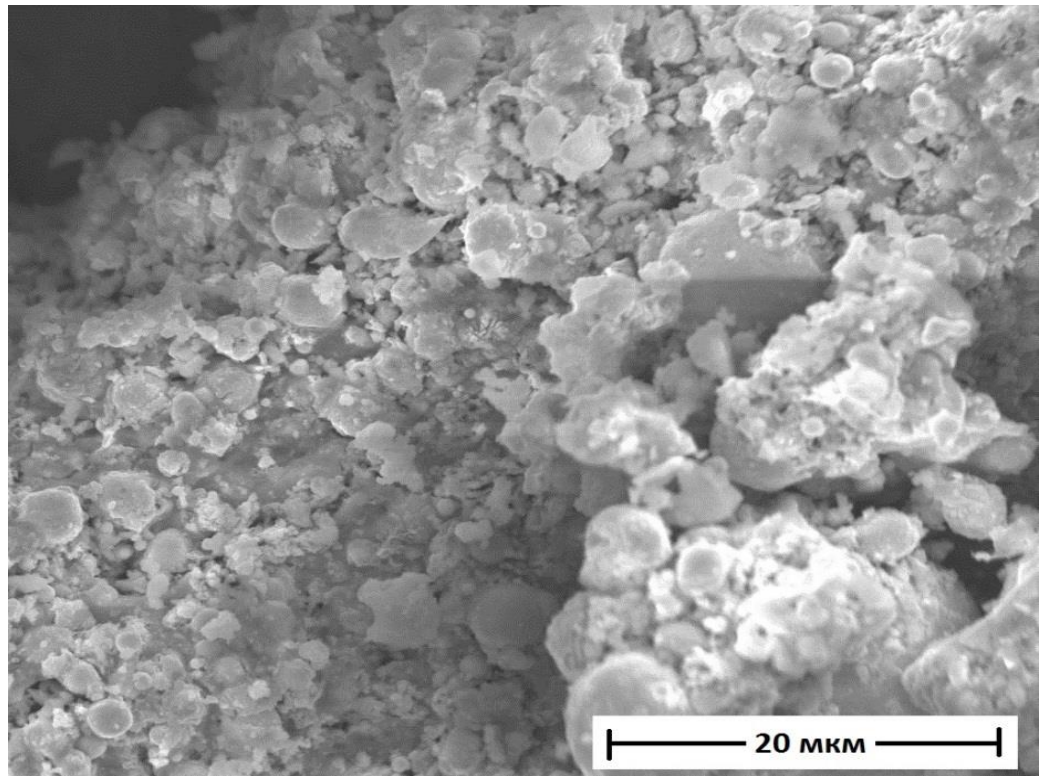


а)

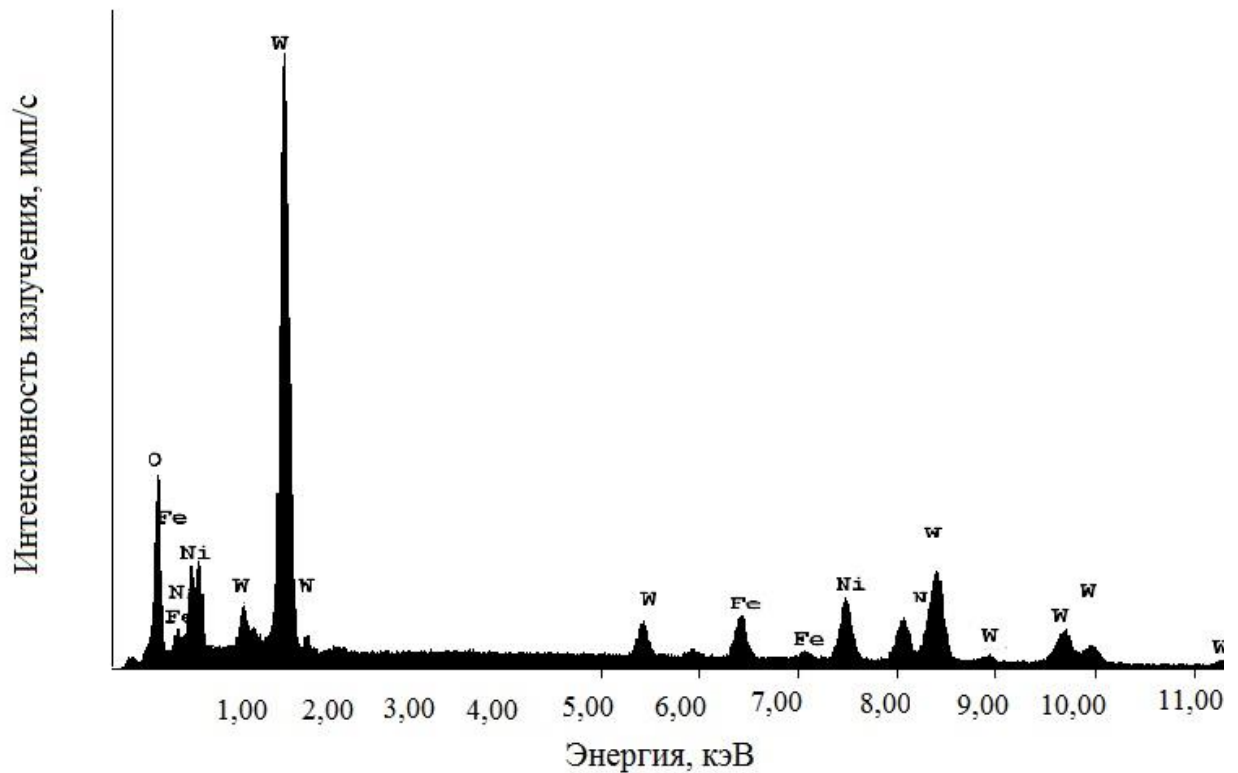


б)

Рисунок 2 – Интегральная кривая и гистограмма распределения частиц по размерам: а) в воде дистиллированной; б) в керосине осветительном



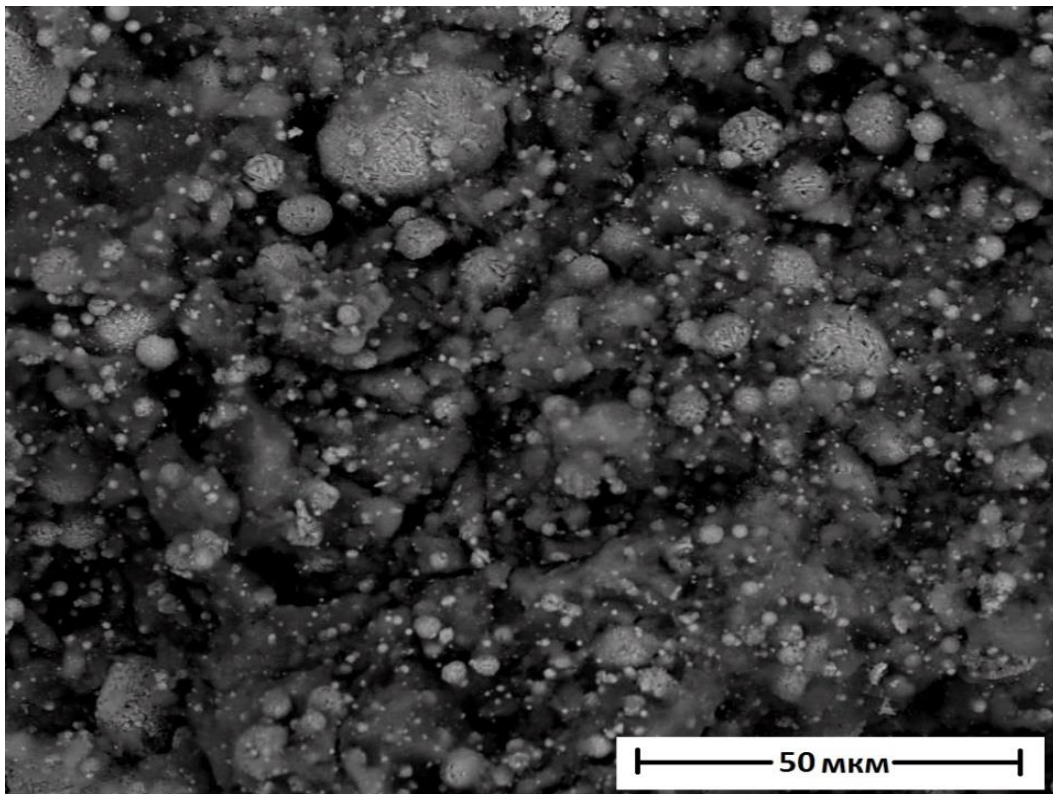
а)



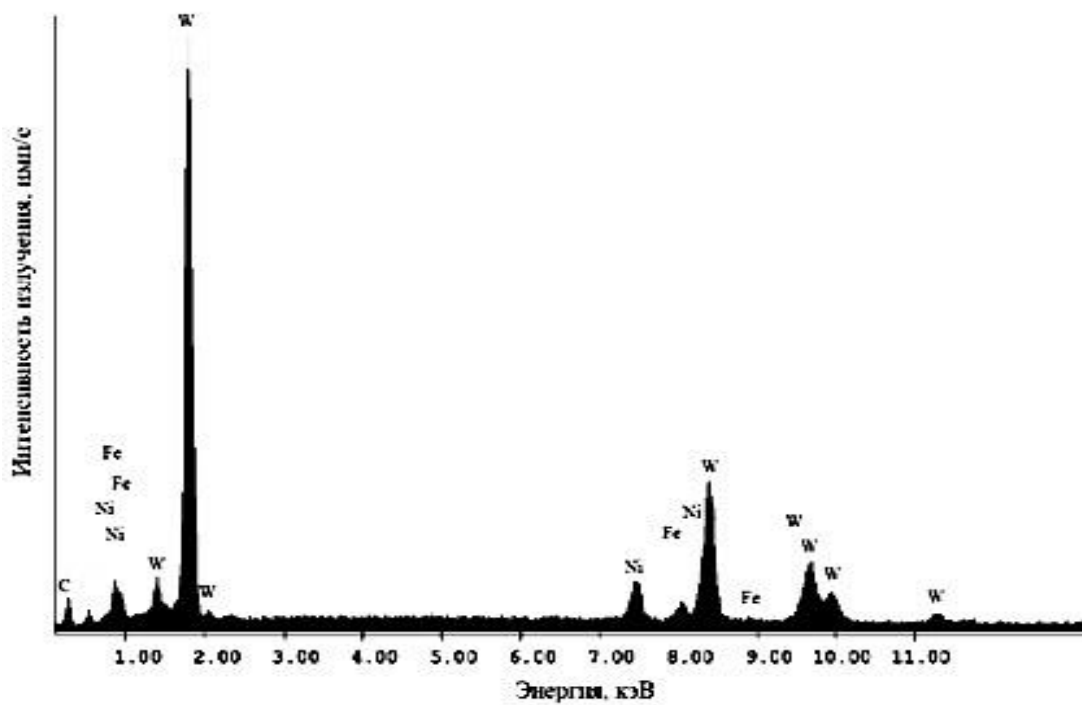
б)

Рисунок 3 – Диспергированные электроэрозией в воде дистиллированной частицы сплава ВНЖ 95: а) морфология; б) элементный состав



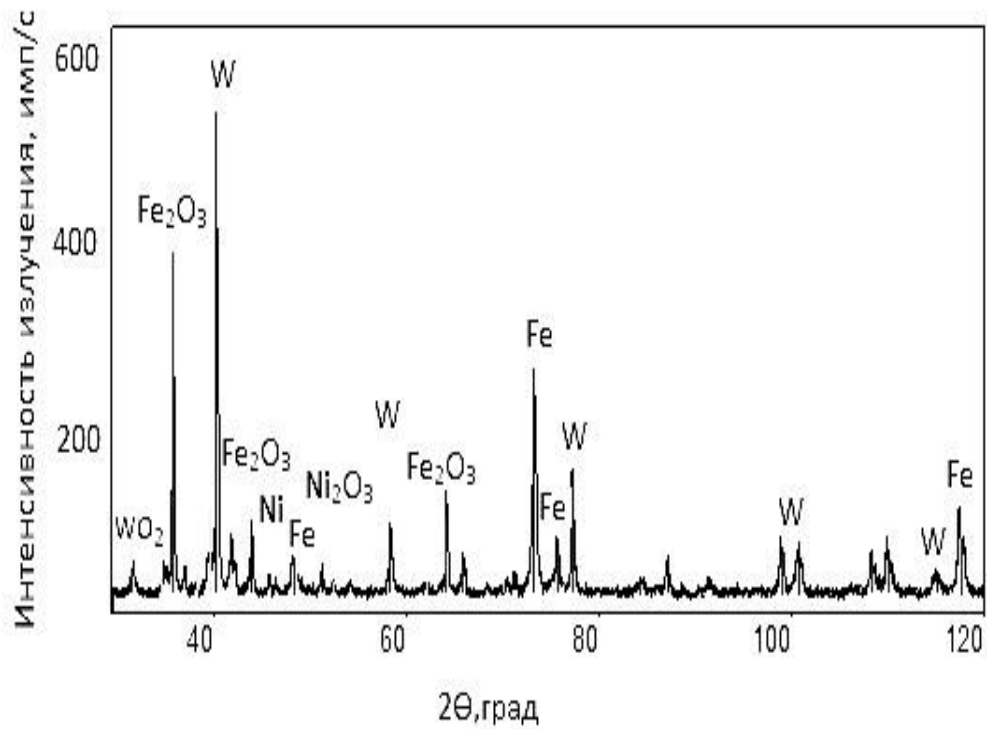


а)

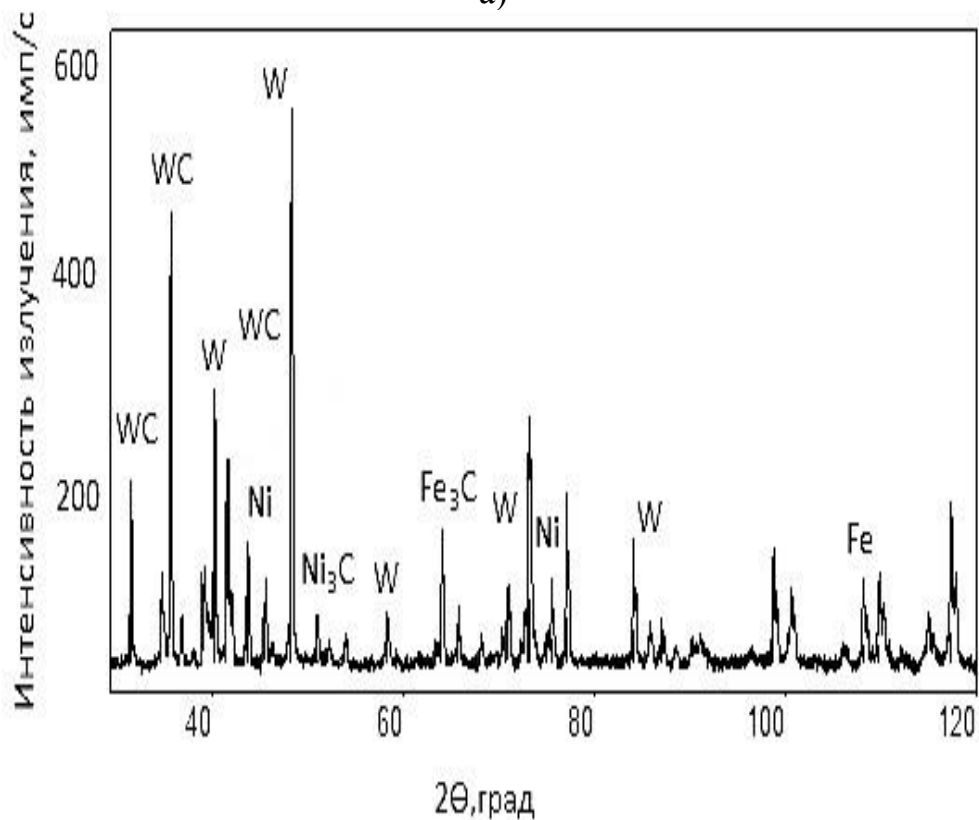


б)

Рисунок 4 – Диспергированные электроэрозией в керосине осветительном частицы сплава ВНЖ 95: а) морфология; б) элементный состав



а)



б)

Рисунок 5 – Дифрактограмма диспергированных электроэрозией частиц сплава ВНЖ 95: а) в воде; б) в керосине

В пятой главе представлены результаты экспериментальных исследований состава, структуры и свойств новых псевдосплавов ВНЖ, полученных искровым плазменным спеканием частиц сплава ВНЖ 95, диспергированных электроэрозией в двух рабочих средах, и оптимизации данного процесса. Результаты предварительных исследований показали влияние технологических параметров прессования и спекания на состав, структуру и свойств полученных сплавов. Из свойств, лимитирующих ресурс изделий, технологически просто и информативно определяется микротвердость, поэтому оптимизацию процесса получения тяжелого вольфрамового сплава искровым плазменным спеканием частиц сплава ВНЖ 95 проводили по микротвердости спеченных образцов путем проведения полного факторного эксперимента типа  $2^3$ . Для оценки влияния указанных факторов и математического описания процесса получения тяжелого вольфрамового псевдосплава искровым плазменным спеканием частиц сплава ВНЖ 95 использована модель первого порядка вида, представленная уравнением (1), в котором  $X_1, X_2, X_3$  – факторы: температура  $T, ^\circ\text{C}$ ; давление  $P, \text{МПа}$  и  $t, \text{мин.}$  время выдержки, мин. Соответственно,  $\hat{y}$  – исследуемая величина (микротвердость).

Значения выбранных уровней варьируемых факторов даны в таблице 2.

Таблица 2 – Уровни и интервалы варьирования

Уровень варьируемых факторов	Обозначение кодовое	Т, $^\circ\text{C}$		Р, МПа		t, мин.	
		$X_1$		$X_2$		$X_3$	
		вода	керосин	вода	керосин	вода	керосин
Основной уровень	0	625	700	30	30	6	3,5
Интервал варьирования	$\Delta x_i$	400	500	10	10	4	1,5
Верхний уровень	+1	1050	1200	40	40	10	5
Нижний уровень	-1	200	200	20	20	2	2

После расчета всех коэффициентов уравнение (1) принимает вид (вода и керосин соответственно):

$$\hat{y} = 348,75 + 23X_1 + 24,76X_2 + 40X_3 - 13X_1X_2 + 2,15X_1X_3 + 2,5X_2X_3 + 1,73X_1X_2X_3 \quad (4)$$

$$\hat{y} = 251,5 + 18X_1 + 17,51X_2 + 32,97X_3 - 11,5X_1X_2 + 1,1X_1X_3 -$$



$$-1X_2X_3 - 3,62X_1X_2X_3 \quad (5)$$

Все коэффициенты уравнений (4) и (5), моделирующих полный факторный эксперимент, являются статистически значимыми.

Полученные уравнения были использованы для крутого восхождения по поверхности отклика. Крутое восхождение шихты, полученной в воде, начинали из нулевой точки (основные уровни):  $X_1=625$  °С,  $X_2=30$  МПа,  $X_3=6$  мин. Крутое восхождение шихты, полученной в керосине, начинали из нулевой точки (основные уровни):  $X_1=700$  °С,  $X_2=30$  МПа,  $X_3=3,5$  мин

Согласно проведенной серии опытов определены предельные значения параметра оптимизации  $Y$  (микротвердость), которые составили: для образцов, полученных из частиц, диспергированных в воде – 3498,6 МПа при температуре  $T = 1050$ °С, давлении  $P = 40$  МПа и времени выдержки  $t = 10$  мин.; для образцов, полученных из частиц, диспергированных в керосине – 2449,2 МПа при температуре  $T = 1200$  °С, давлении  $P = 40$  МПа и времени выдержки  $t = 5$  мин. Далее представлены результаты экспериментальных исследований состава, структуры и свойств тяжелых вольфрамовых сплавов из диспергированных электроэрозией частиц сплава ВНЖ 95, полученные при оптимальных режимах.

Обобщенные данные по результатам исследования микроструктуры и рентгеноспектрального микроанализа тяжелых вольфрамовых сплавов из диспергированных электроэрозией частиц сплава ВНЖ 95 в воде дистиллированной и керосине осветительном представлены в таблице 3 и на рисунках 6 и 7. Точкам 1 и 2 на рисунках соответствуют спектры характеристического рентгеновского излучения. На спектрах каждому химическому элементу соответствует пик определенной высоты.

Таблица 3 – Результаты рентгеноспектрального микроанализа тяжелых вольфрамовых псевдосплавов из диспергированных электроэрозией частиц сплава ВНЖ 95 в воде дистиллированной и керосине осветительном

Точка	Содержание элемента, %				
	W	Ni	Fe	C	O
1	<u>88,65</u>	<u>4,62</u>	<u>3,80</u>	<u>0</u>	<u>2,93</u>
	24,56	71,48	1,4	0	2,56
2	<u>72,12</u>	<u>5,61</u>	<u>6,32</u>	<u>15,95</u>	<u>0</u>
	66,48	9,46	7,5	16,56	0

*Примечание:* приведены значения массовых долей элементов в точках в последовательности в соответствии с рис. 6 и 7.

Экспериментально установлено, что в тяжелых вольфрамовых сплавах из диспергированных электроэрозией частиц сплава ВНЖ 95 в кислородсодержащей жидкости (воде дистиллированной) присутствует часть кислорода, а в тяжелых вольфрамовых сплавах из диспергированных электроэрозией частиц сплава ВНЖ 95 в углеродсодержащей жидкости (керосине осветительном) –

углерода, а все остальные элементы распределены по объему относительно равномерно. Показано, что основными элементами в тяжелых вольфрамовых сплавах из диспергированных электроэрозией частиц сплава ВНЖ, как в керосине осветительном, так и в воде дистиллированной, являются W, Ni и Fe.

Отмечено, что состав, структура и свойства диспергированных электроэрозией частиц сплава ВНЖ 95, зависящие в основном от рабочей среды (при прочих равных условиях) влияют на пористость и размер зерна спеченных заготовок, а они в свою очередь на механические свойства изделий.

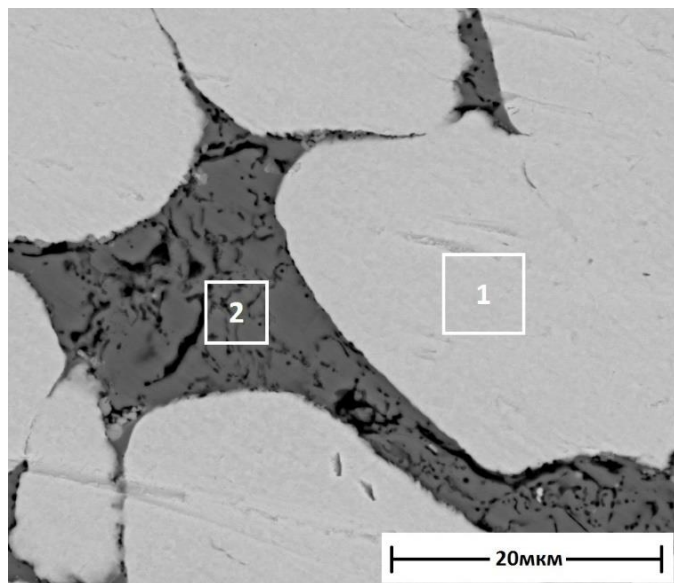
Показано, что микротвердость тяжелых вольфрамовых сплавов из диспергированных электроэрозией частиц сплава ВНЖ 95 понижаются с увеличением пористости. Такое снижение объясняется концентрацией напряжений в порах, являющихся местами зарождения и распространения трещины при нагружении. Отмечено также, что с уменьшением размера зерна тяжелых вольфрамовых сплавов из диспергированных электроэрозией частиц сплава ВНЖ 95 микротвердость возрастает.

Обобщенные данные по результатам исследования физико-механических свойств тяжелых вольфрамовых сплавов представлены в таблице 4.

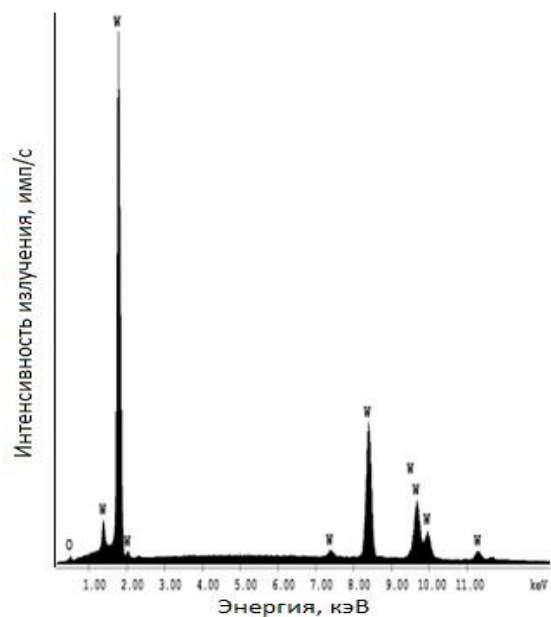
Таблица 4 – Обобщенные данные по результатам исследования физико-механических свойств тяжелых вольфрамовых сплавов из диспергированных электроэрозией частиц в воде дистиллированной и керосине осветительном

Исследуемый параметр	Тяжелые вольфрамовые сплавы ВНЖ		
	из диспергированных электроэрозией частиц сплава ВНЖ 95		из промышленно применяемой шихты
	в воде дистиллированной	в керосине осветительном	
	полученные искровым плазменным спеканием		полученные гидростатическим прессованием и спеканием в водороде
Пористость, %	0,43	0,85	1,0
Размер зерна, мкм	0,96	1,22	2,1
Плотность, г/с м <sup>3</sup>	19,1	18,6	18,0
Микротвердость, МПа	3498,6	2449,2	2400,0
Рекомендуемая область применения	детали с высокой плотностью и температурой плавления: емкости и контейнеры для хранения радиоактивных веществ; дозиметрическое оборудование и радиационный контроль; коллиматоры; защитные экраны; роторы гироскопов; эрозионно-стойкие электроды; сердечники бронебойных снарядов и др.		

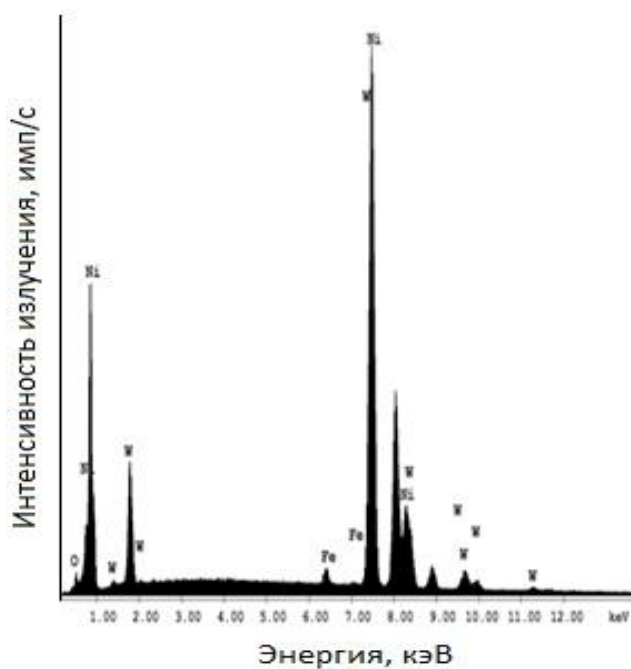
Отмечено, что тяжелые вольфрамовые сплавы из диспергированных электроэрозией частиц сплава ВНЖ, полученные искровым плазменным спеканием в условиях быстрого нагрева и малой продолжительности рабочего цикла обладают более высокими физико-механическими свойствами по сравнению со сплавами, полученными из промышленной шихты по заводской технологии. Это достигается за счет подавления роста зерна и получения равновесного состояния с субмикронным и наномасштабным зерном.



а)

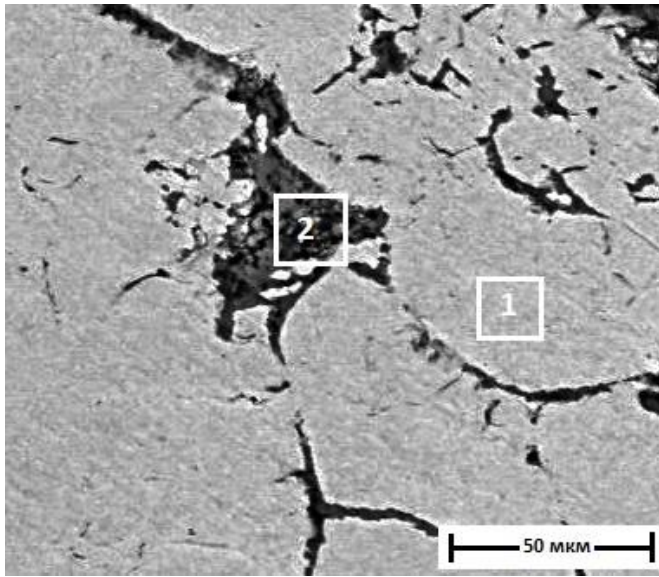


б)

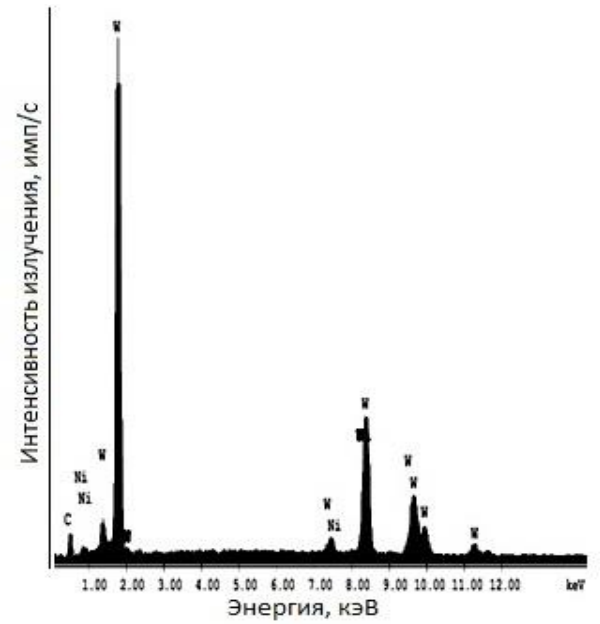


в)

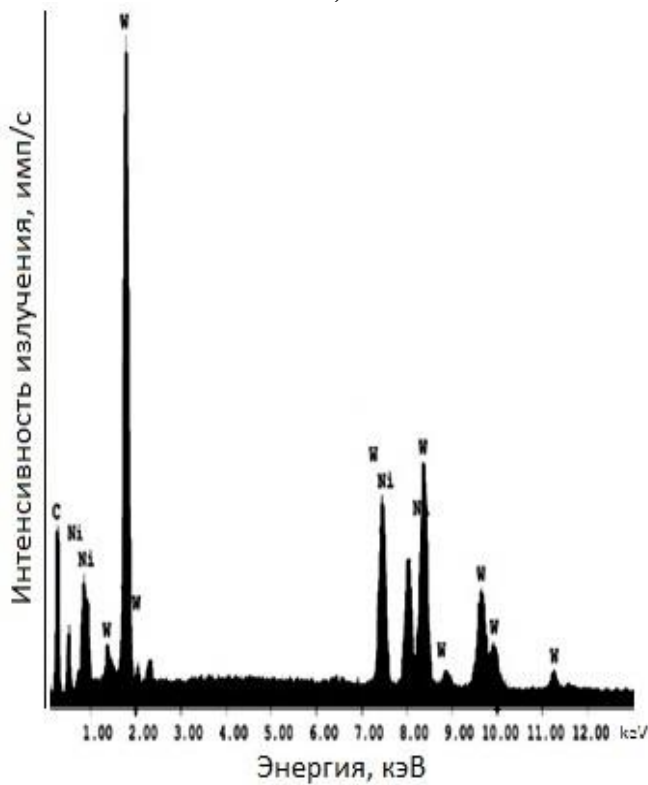
Рисунок 6 – Тяжелые вольфрамовые псевдосплавы из диспергированных электроэрозией частиц в воде дистиллированной: а) микроструктура; б) элементный состав в точке 1; в) элементный состав в точке 2



а)



б)



в)

Рисунок 7 – Тяжелые вольфрамовые псевдосплавы из диспергированных электроэрозией частиц в керосине осветительном: а) микроструктура; б) элементный состав в точке 1; в) элементный состав в точке 2

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В диссертационной работе решена важная научно-практическая задача, направленная на исследование, разработку и апробацию новых тяжелых вольфрамовых сплавов, полученных искровым плазменным спеканием электроэрозионных частиц сплава ВНЖ 95.

1. Разработана шихта для производства тяжелых вольфрамовых сплавов, содержащая частицы вольфрама, никеля и железа, отличающаяся тем, что она содержит упомянутые частицы, полученные электроэрозией стружки сплава ВНЖ 95 в дистиллированной воде при напряжении 210 В, частоте следования импульсов 230 Гц и емкости разрядных конденсаторов 65,5 мкФ со средним размером частиц 51,38 мкм (патент на изобретение РФ № 2 683 162).

2. Разработана шихта для производства тяжелых вольфрамовых сплавов, содержащая частицы вольфрама, никеля и железа, отличающаяся тем, что она содержит упомянутые частицы, полученные электроэрозией стружки сплава ВНЖ 95 в осветительном керосине при напряжении 160 В, частоте следования импульсов 205 Гц и емкости разрядных конденсаторов 65,5 мкФ со средним размером частиц 61,73 мкм.

3. Разработан способ получения тяжелого вольфрамового сплава ВНЖ отличающийся тем, что он получен искровым плазменным спеканием шихты из диспергированных электроэрозией частиц сплава ВНЖ 95 в воде дистиллированной при температуре  $T = 1050^{\circ}\text{C}$ , давлении  $P = 40$  МПа и времени выдержки  $t = 10$  мин. (приоритет по заявке на изобретение РФ №2019130304).

4. Разработан способ получения тяжелого вольфрамового сплава ВНЖ отличающийся тем, что он получен искровым плазменным спеканием шихты из диспергированных электроэрозией частиц сплава ВНЖ 95 в керосине осветительном при температуре  $T = 1200^{\circ}\text{C}$ , давлении  $P = 40$  МПа и времени выдержки  $t = 5$  мин.

5. Установлено, что в тяжелом вольфрамовом сплаве из диспергированных электроэрозией частиц сплава ВНЖ 95 в воде дистиллированной присутствует часть кислорода, а в тяжелом вольфрамовом сплаве из диспергированных электроэрозией частиц сплава керосине осветительном – углерода, а все остальные элементы распределены по объему частиц относительно равномерно. Показано, что основными элементами в тяжелом вольфрамовом сплаве из диспергированных электроэрозией частиц сплава ВНЖ 95, как в керосине осветительном, так и в воде дистиллированной, являются W, Ni и Fe.

6. Установлены сравнительные характеристики физико-механических свойств между псевдосплавом ВНЖ из диспергированных электроэрозией частиц в воде дистиллированной, изготовленным искровым плазменным спеканием при температуре  $T = 1050^{\circ}\text{C}$ , давлении  $P = 40$  МПа и времени выдержки  $t = 10$  мин., и сплавом ВНЖ 95, изготовленным из промышленно применяемой шихты по заводской технологии, показавшие:

- меньшую в 2,3 раза пористость;
- меньший в 2,2 раза размер зерна;

- большую в 1,1 раза плотность;
- большую в 1,5 раза микротвердость.

7. Установлены сравнительные характеристики физико-механических свойств между псевдосплавом ВНЖ из диспергированных электроэрозией частиц в керосине осветительном, изготовленным искровым плазменным спеканием при температуре  $T = 1200$  °С, давлении  $P = 40$  МПа и времени выдержки  $t = 5$  мин., и сплавом ВНЖ 95, изготовленным из промышленно применяемой шихты по заводской технологии, показавшие:

- меньшую в 1,2 раза пористость;
- меньший в 1,7 раза размер зерна;
- большую в 1,03 раза плотность;
- большую в 1,02 раза микротвердость.

8. Разработанные технологии и тяжелые вольфрамовые сплавы апробированы и внедрены в ООО «РосУтилизация 46» г. Курск. Ожидаемый экономический эффект от внедрения составит более 1 млн. руб. в год. Материалы исследований используются в учебном процессе ФГБОУ ВО «Юго-Западный государственный университет» при изучении дисциплины «Теория и технологии новых материалов» (3 курс направления подготовки аспирантов 22.06.01 «Технологии материалов» направленность «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов»).

9. Перспективами дальнейшего использования полученных результатов является широкое применение в промышленности новых тяжелых вольфрамовых сплавов, полученных искровым плазменным спеканием электроэрозионных частиц сплава ВНЖ 95, при изготовлении деталей с высокой плотностью и температурой плавления, таких как: емкости и контейнеры для хранения радиоактивных веществ; дозиметрическое оборудование и радиационный контроль; коллиматоры; защитные экраны; роторы гироскопов; эрозионностойкие электроды; сердечники бронебойных снарядов и др.

#### **Основные положения и результаты диссертации опубликованы в следующих работах**

1. Агеев, Е.В. Спеченные изделия из электроэрозионных порошков, полученных из отходов сплава ВНЖ / Е.В. Агеев, Р.А. Латыпов, В.Л. Селютин. – Курск: Университетская книга, 2019. – 164 с.

2. Агеева, Е.В. Рентгеноструктурный анализ порошков, полученных электроэрозионным диспергированием сплава ВНЖ / Е.В. Агеева, В.Л. Селютин, А.А. Горохов, В.В. Куц // Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии. – 2017. – № 3 (24). – С. 60-68.

3. Агеева, Е.В. Размерный анализ порошков, полученных электроэрозионным диспергированием сплава ВНЖ / Е.В. Агеева, В.Л. Селютин, Г.Р. Латыпова, А.С. Осьминина // Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии. – 2018. – Т. 8. – № 2 (27). – С. 20-31.

4. Агеева, Е.В. Исследование влияния параметров электроэрозионного диспергирования сплава ВНЖ на средний размер получаемых частиц / Е.В. Агеева, В.Л. Селютин, Л.П. Андреева // *Электрометаллургия*. – 2020. – № 6. – С. 32-40.

5. Агеева, Е.В. Рентгеноспектральный микроанализ электроэрозионных порошков, полученных из отходов сплава ВНЖ в воде дистиллированной / Е.В. Агеева, Е.В. Агеев, В.Л. Селютин // *Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии*. 2020. – Т. 9. – № 1. – С. 8-18.

6. Агеева, Е.В. Фазовый состав электроэрозионных материалов, полученных из отходов сплава ВНЖ в воде дистиллированной / Е.В. Агеева, Е.В. Агеев, В.Л. Селютин // *Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии*. – 2020. – Т. 9. – № 2. – С. 32-45.

7. Ageev, E.V. X-ray microanalysis of electro-erosive powder materials, obtained from tungsten-nickel-iron (W-Ni-Fe) alloy wastes in water / E.V. Ageev, V.L. Selyutin, S.V. Pikalov // *MATEC Web of Conferences* 315. – 2020. – P. 1004.

8. Агеева, Е.В. Гранулометрический анализ порошков, полученных электроэрозионным диспергированием сплава W-Ni-Fe / Е.В. Агеева, В.Л. Селютин // *Современные автомобильные материалы и технологии (САМИТ-2017): сб. ст. IX Междунар. науч.-техн. конф.* – Курск, 2017. – С. 11-15.

9. Селютин, В.Л. Материальный баланс процесса электроэрозионного диспергирования стружки сплава ВНЖ в дистиллированной воде / В.Л. Селютин, Е.П. Новиков, Е.В. Агеева, М.А. Зубарев // *Альтернативные источники энергии в транспортно-технологическом комплексе: проблемы и перспективы рационального использования*. – Воронеж, 2017. – Т. 4. – № 1 (7). – С. 373-377.

10. Агеев, Е.В. Микроскопия электроэрозионных порошков, полученных из отходов сплава ВНЖ в воде / Е.В. Агеев, В.Л. Селютин, Б.Н. Сабельников, А.С. Переверзев, А.А. Сысоев // *Перспективы развития технологий обработки и оборудования в машиностроении: сб. науч. ст. 5-й Всерос. науч.-техн. конф.* – Курск, 2020. – С.17-19.

11. Агеев, Е.В. Микроскопия электроэрозионных порошков, полученных из отходов сплава ВНЖ в керосине / Е.В. Агеев, В.Л. Селютин, Б.Н. Сабельников, А.С. Переверзев, А.А. Сысоев // *Молодежь и наука: шаг к успеху: сб. науч. ст. Всерос. науч. конф. в 5-х томах*. – Курск, 2020. – Т. 3. – С. 8-10.

12. Агеев, Е.В. Фазовый состав электроэрозионных порошков, полученных из отходов сплава ВНЖ в керосине / Е.В. Агеев, С.В. Пикалов, В.Л. Селютин // *Современные инновации в науке и технике: сб. ст. 10-й Всерос. науч.-техн. конф.* – Курск, 2020. – С. 9-10.

13. Селютин В.Л. Гранулометрический состав электроэрозионных порошков, полученных из отходов сплава ВНЖ в керосине / В.Л. Селютин, Е.В. Агеев, С.В. Пикалов // *Качество в производственных и социально-экономических системах: сб. ст. VIII -ой Междунар. науч.-техн. конф.* – Курск, 2020. – С. 177-178.

14. Агеев, Е.В. Фракционный состав электроэрозионных порошков, полученных из отходов сплава ВНЖ в керосине / Е.В. Агеев, В.Л. Селютин, Б.Н.

Сабельников, А.С. Переверзев, А.А. Сысоев // Будущее науки – 2020: сб. ст. 8-я Междунар. молодеж. науч. конф. в 5 т. – Курск, 2020. –Т. 5. – С. 51-53.

15. Агеев, Е.В. Рентгеноструктурный анализ электроэрозионных порошков, полученных из отходов сплава ВНЖ в керосине / Е.В. Агеев, В.Л. Селютин, А.С. Переверзев, Б.Н. Сабельников, А.В. Бридский // Молодежь и системная модернизация страны: сб. науч. ст. 5-й Междунар. науч. конф. в 6 т. – Курск, 2020. –Т. 5. – С. 200-202.

16. Агеев, Е.В. Размерные характеристики электроэрозионных порошков, полученных из отходов сплава ВНЖ в воде / Е.В. Агеев, В.Л. Селютин, А.С. Переверзев, Б.Н. Сабельников, А.В. Бридский // Школа молодых новаторов: сб. науч. ст. Всерос. молодеж. науч. конф. в 2 томах. – Курск, 2020. –Т. 2. – С. 207-210.

17. Агеев, Е.В. Рентгеноструктурный анализ электроэрозионных порошков, полученных из отходов сплава ВНЖ в керосине / Е.В. Агеев, В.Л. Селютин, А.С. Переверзев, Б.Н. Сабельников, А.В. Бридский // Техника и технологии: пути инновационного развития: сб. науч. тр. 9-й Междунар. науч.-практ. конф. в 2 т. – Курск, 2020. – Т. 1. – С. 7-9.

18. Новиков, А.Н. Исследование порошка, получаемого для аддитивных технологий электроэрозионным диспергированием отходов сплава ВНЖ / А.Н. Новиков, Е.В. Агеев, В.Л. Селютин // Инновационные технологии машиностроения в транспортном комплексе: матер. XI Междунар. науч.-техн. конф. ассоциации технологов-машиностроителей. – Калининград, 2020. – С. 240-244.

19. Агеев, Е.В. Рентгеноспектральный микроанализ электроэрозионных порошков, полученных из отходов сплава ВНЖ в керосине / Е.В. Агеев, Н.М. Хорьякова, В.Л. Селютин, А.В. Бридский // Современные проблемы и направления развития металловедения и термической обработки металлов и сплавов: сб. науч. тр. Междунар. науч.-практ. конф. – Курск, 2020. – С. 7-10.

20. Пат. 2683162 Российская Федерация, МПК51 С2. Способ получения порошка псевдосплава W-Ni-Fe методом электроэрозионного диспергирования в дистиллированной воде / В.Л. Селютин, Е.В. Агеев, Е.В. Агеева, Е.П. Новиков; заявитель и патентообладатель Юго-Западный гос. ун-т. – №2017131573; заявл. 09.09.2017; опубл. 26.03.2019. Бюл. № 9.

21. Заявка на изобретение 2019130304 Российская Федерация, МПК51 С2.. Способ получения спеченных изделий из электроэрозионного порошка сплава ВНЖ / Е.В. Агеева, Е.В. Агеев, С.В. Хардилов, В.Л. Селютин; заявитель Юго-Западный гос. ун-т; заявл. 26.09.2019.

Подписано в печать \_\_\_\_ 2020 г. Формат 60x84 1/16.

Печ. л. \_\_\_\_\_. Тираж 100 экз. Заказ \_\_\_\_.

Юго-Западный государственный университет  
305040, Курск, ул. 50 лет Октября, 94.