

На правах рукописи

Сабельников Борис Николаевич

**Разработка и исследование безвольфрамовых твердых сплавов
на основе диспергированных электроэрозией частиц сплава
КНТ16**

Специальность 05.16.01 – Metalловедение и термическая
обработка металлов и сплавов

Автореферат
диссертации на соискание учёной степени
кандидата технических наук

Курск – 2021

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

Научный

руководитель:

кандидат технических наук, доцент
Агеева Екатерина Владимировна.

Официальные

оппоненты:

Еремеева Жанна Владимировна
доктор технических наук, профессор, ФГАОУ ВО
«Национальный исследовательский технологический
университет «МИСиС»», профессор кафедры
порошковой металлургии и функциональных
покрытий, 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 «Московский политехнический
университет», г. Москва.

Защита состоится «11» июня 2021 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 «__» _____ 2021 г.

Учёный секретарь
диссертационного совета

Алтухов Александр Юрьевич

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования. В настоящее время безвольфрамовые твердые сплавы (БВТС) нашли широкое распространение для изготовления режущего инструмента, самым распространенным из них является сплав КНТ16. Данный сплав обладает очень высокой твердостью и износостойкостью, что затрудняет процесс его переработки и повторного использования. Актуальность рециклинга данного сплава связана с наличием в его составе дорогостоящих компонентов, таких как Ti, Ni и Mo.

Одним из наиболее перспективных и промышленно не применяемых методов измельчения любого токопроводящего материала вне зависимости от его твердости и других свойств является метод электроэрозионного диспергирования (ЭЭД). Однако состав, структура и свойства диспергированных электроэрозией частиц сплава КНТ16, а также безвольфрамовых твердых сплавов, полученных на их основе, практически не изучены.

Актуальность работы подтверждается ее выполнением в рамках гранта Президента РФ (НШ-2564.2020.8).

Степень разработанности темы. Работы в области исследования новых безвольфрамовых твердых сплавов ведутся в научных и высших образовательных учреждениях, таких как: ЧГУ, НГТУ, Белорусско-Российский университет, БГАА, ТГАСУ, НИТУ МИСиС, ДГТУ, ЮЗГУ и других организациях. Этим направлением занимались такие ученые как: А.С. Янюшкин, Х.М. Рахимьянов, Б.А. Красильников, Ф.Г. Ловшенко, Г.Ф. Ловшенко, П.В. Бурков, В.С. Панов, Ж.В. Еремеева, В.И. Шумейко, Е.В. Агеев и др. Однако в трудах этих ученых не рассматриваются вопросы, касающиеся использования диспергированных электроэрозионным способом частиц сплава КНТ16 для производства. Целесообразность решения этих вопросов определила выбор темы, формулировку цели, постановку задач и основные направления исследования.

Целью работы являлось исследование состава, структуры и свойств новых безвольфрамовых твердых сплавов для промышленного применения на основе диспергированных электроэрозией частиц сплава КНТ16, полученных в воде дистиллированной и в спирте этиловом.

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

1. Разработать малотоннажный и безотходный способ получения шихты для изготовления безвольфрамового твердого сплава.

2. Получить шихту для производства новых безвольфрамовых твердых сплавов путем измельчения сплава КНТ16 электроэрозией в двух рабочих средах (воде дистиллированной и спирте этиловом) 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 безвольфрамовых твердых сплавов.

4. Получить безвольфрамовый твердый сплав из шихты, полученной электродиспергированием сплава КНТ16 в двух рабочих средах, и оптимизировать данный процесс.

5. Провести исследования состава, структуры и свойств безвольфрамовых твердых сплавов на основе диспергированных электроэрозией частиц сплава КНТ16:

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

6. Исследовать влияние рабочих жидкостей на свойства диспергированных электроэрозией частиц сплава КНТ16.

7. Исследовать влияние состава, структуры и свойств шихты из диспергированных электроэрозией частиц сплава КНТ16 на состав, структуру и свойства безвольфрамового твердого сплава.

8. Выполнить апробацию и патентование полученных результатов.

Научная новизна

1. Установлены зависимости состава, структуры и свойств шихты от состава и свойств рабочих жидкостей при электродиспергировании отходов сплава КНТ16, позволяющие управлять их дисперсностью, элементным и фазовым составами.

В частности, анализ гранулометрического состава показал, что диспергированные электроэрозией частицы сплава КНТ16 имеют средний размер 41,63 мкм и 51,94 мкм в воде дистиллированной и спирте этиловом, соответственно, что связано с большими потерями энергии электрического разряда на пробой рабочей жидкости ввиду разности диэлектрической проницаемости воды и спирта, а также различием в охлаждающей способности жидкостей. Рентгено-спектральный микроанализ показал, что на поверхности частиц, полученных в воде дистиллированной, присутствует часть кислорода, а в спирте этиловом – углерода. Отмечено, что диспергирование электроэрозией сплава КНТ16 в воде дистиллированной приводит к образованию в частицах фаз TiC, MoNi₃, Ni₂O₃, Ni и Mo, а диспергирование в спирте этиловом способствует образованию фаз TiC, MoNi₃, Ni и Mo что связано с различием химического состава рабочих жидкостей.

2. Установлены оптимальные режимы консолидации диспергированных частиц безвольфрамового твердого сплава при искровом плазменном спекании, позволяющие подавить рост зерна и получить равновесное состояние спеченного безвольфрамового твердого сплава.

Отмечено, что такими условиями являются температура 1200 °С, давление 40 МПа и время выдержки 5 мин. как для частиц полученных в воде дистиллированной, так и в спирте этиловом.

3. Установлена зависимость состава, структуры и свойств спеченного безвольфрамового твердого сплава от состава, структуры и свойств шихты из диспергированных электроэрозией частиц сплава КНТ16, позволяющая оказывать влияние на его физико-механические свойства.

Отмечено, что физико-механические свойства безвольфрамового твердого сплава из диспергированных электроэрозией частиц сплава КНТ16, такие как пористость, размер зерна и микротвердость, зависят от формы и дисперсности шихты, ее фазового и элементного составов.

Теоретическая и практическая значимость работы состоит в исследовании, разработке и апробации новых безвольфрамовых твердых сплавов на основе диспергированных частиц сплава КНТ16, пригодных к промышленному применению, включая:

- разработку и патентование шихты для производства безвольфрамовых твердых сплавов, содержащую частицы титана, никеля и молибдена,

- отличающуюся тем, что она содержит упомянутые частицы, полученные электроэрозией отходов сплава КНТ16 в дистиллированной воде (приоритет по заявке на изобретение РФ №2020138423);

- разработку шихты для производства безвольфрамовых твердых сплавов, содержащую частицы титана, никеля и молибдена, отличающуюся тем, что она содержит упомянутые частицы, полученные электроэрозией отходов сплава КНТ16 в этиловом спирте (приоритет по заявке на изобретение РФ №2019137722);

- разработку и патентование способа получения безвольфрамового твердого сплава, отличающегося тем, что он получен искровым плазменным спеканием шихты из диспергированных электроэрозией частиц сплава КНТ16 в воде дистиллированной (приоритет по заявке на изобретение РФ №2020138425);

- разработку способа получения безвольфрамового твердого сплава, отличающегося тем, что он получен искровым плазменным спеканием шихты из диспергированных электроэрозией частиц сплава КНТ16 в спирте этиловом (приоритет по заявке на изобретение РФ №2020138435).

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 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, выполняли рентгеноспектральный микроанализ, исследовали элементный состав; на рентгеновском дифрактометре «Rigaku Ultima IV» проводили рентгеноструктурный (фазовый) анализ; микровтердость определяли с помощью автоматической системы анализа микротвердости DM-8; 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; с помощью оптического инвертированного микроскопа «OLYMPUS GX51», оснащенного системой автоматизированного анализа изображений «SIAMS 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 безвольфрамовых твердых сплавов путем измельчения сплава КНТ16 электроэрозией в двух рабочих средах (воде дистиллированной и спирте этиловом).

2. Совокупность результатов экспериментальных исследований состава, структуры и свойств шихты для производства новых безвольфрамовых твердых сплавов.

3. Совокупность результатов экспериментальных исследований состава, структуры и свойств новых безвольфрамовых твердых сплавов, полученных искровым плазменным спеканием на основе диспергированных электроэрозией частиц сплава КНТ16 в воде дистиллированной и спирте этиловом.

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 безвольфрамовые твердые 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 безвольфрамовых твердых сплавов. Автор принимал участие в методике проведения эксперимента.

Апробация результатов

Основные положения диссертационной работы доложены, обсуждены и одобрены на конференциях в Москве, Севастополе, Ялте и Курске: Инновационные технологии реновации в машиностроении; XLV Гагаринские чтения; International Scientific Practical Conference «Materials science, shape-generating technologies and equipment 2020» (ICMSSTE 2020); International Conference on Modern Trends in Manufacturing Technologies and Equipment: Mechanical Engineering and Materials Science (ICMTMTE 2020); Наука молодых - будущее России; Современные автомобильные материалы и технологии (САМИТ - 2020); Молодежь и XXI век – 2020; Перспективы развития технологий обработки и оборудования в машиностроении; Современные автомобильные материалы и технологии (САМИТ - 2019); Современные материалы, техника и технология; Современные проблемы и направления развития металловедения и термической обработки металлов и сплавов.

Публикации. Основные научные результаты, изложенные в диссертации, опубликованы в 23 работах, в том числе: 1 монография, 4 заявки на изобретение РФ, 5 публикаций в изданиях, рекомендованных ВАК РФ, 2 статьи в рецензируемом научном издании, входящем в международные реферативные базы данных и системы цитирования Scopus и WoS, и 11 статей в сборниках конференций.

Структура и объем работы. Диссертация состоит из введения, пяти глав, общих выводов, списка литературы и приложений. Общий объем работы составляет 134 страницы, в том числе 27 таблиц, 44 рисунков, 6 страниц приложений. Список литературы включает в себя 121 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 безвольфрамовых твердых сплавов. Установлено, что в настоящее время промышленно применяемые технологии переработки отходов БВТС отличаются крупнотоннажностью, энергоёмкостью, многооперационностью, большими производственными площадями, а также, зачастую, экологическими проблемами (загрязнение окружающей среды). Отмечено также, что одним из наиболее перспективных способов переработки любого электропроводного материала, в том числе и безвольфрамового твердого сплава, является электроэрозионный способ, который отличается относительно невысокими энергетическими затратами, безвредностью и экологической чистотой процесса, отсутствием механического износа оборудования, получением шихты непосредственно из отходов безвольфрамового твердого сплава различной формы за одну операцию, получением частиц преимущественно сферической и эллиптической 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.

Во второй главе обоснована возможность применения метода электроэрозии для измельчения отходов безвольфрамового твердого сплава марки КНТ16, описаны металлургические особенности процесса, показаны его преимущества, обоснован выбор рабочих жидкостей (воды дистиллированной и спирта этилового), основных технологических параметров и исходных материалов.

В третьей главе описаны используемые материалы и методики исследований. Для выполнения намеченных исследований выбраны отходы безвольфрамового твердого сплава марки КНТ16. В качестве рабочих жидкостей – вода дистиллированная и спирт этиловый. При решении поставленных задач использовали современные методы испытаний и исследований, перечисленные в подразделе «Методология и методы исследования».

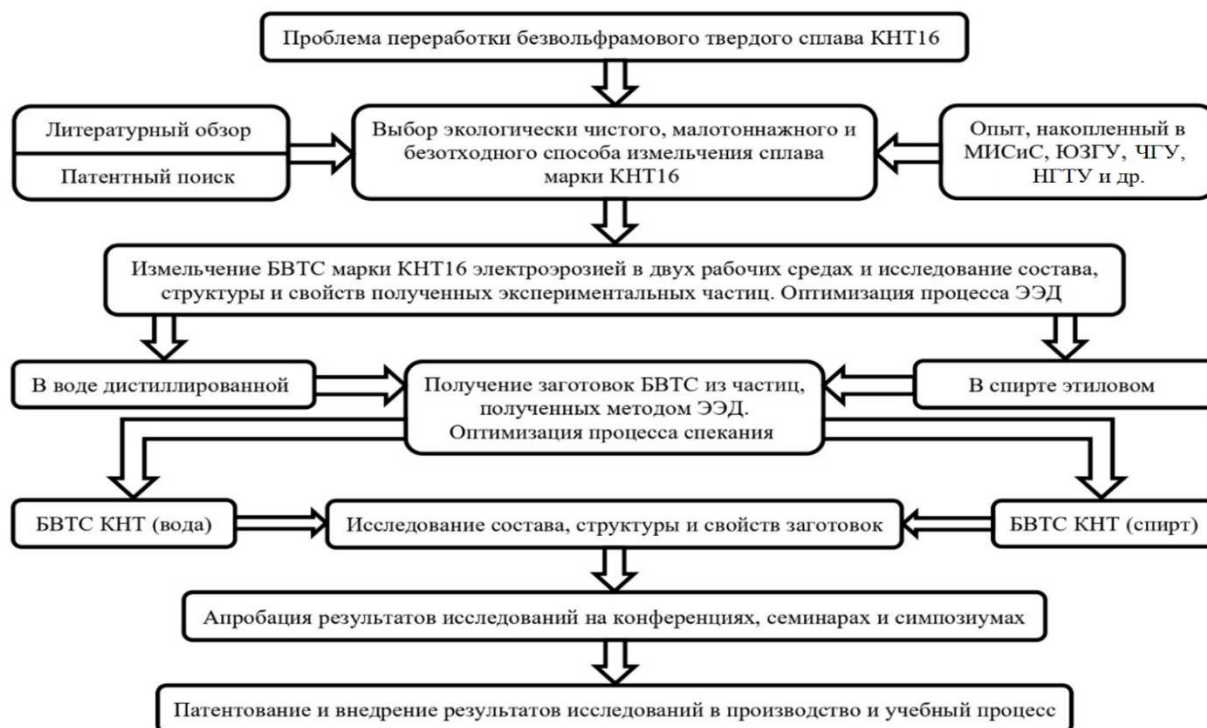


Рисунок 1 – Блок-схема научных исследований

В четвертой главе представлены результаты экспериментальных исследований диспергированных электроэрозией частиц сплава КНТ16. Результаты предварительных исследований показали влияние технологических параметров электродиспергирования на состав, структуру и свойства полученной шихты. Поскольку для шихты одним из основных технологических свойств является оптимальная дисперсность, оптимизацию процесса получения шихты для производства безвольфрамовых твердых сплавов 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).

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

$$\hat{y} = 27,07 + 10,83X_1 + 3,14X_2 + 5,46X_3 - 1,02X_1X_2 - 2,92X_1X_3 + 0,56 X_2X_3 - 0,38X_1X_2X_3, \quad (2)$$

$$\hat{y} = 33,64 + 13,92X_1 + 4,16X_2 + 6,64X_3 - 2,22X_1X_2 - 3,57X_1X_3 + 0,95 X_2X_3 - 1,58X_1X_2X_3. \quad (3)$$

Значения выбранных уровней варьируемых факторов даны в таблице 1.

Таблица 1 – Уровни и интервалы варьирования

Уровень варьируемых факторов	Обозначение кодированное	U, В		v, Гц		C, мкФ	
		X ₁		X ₂		X ₃	
		Вода	Спирт	Вода	Спирт	Вода	Спирт
Основной уровень	0	150	150	150	150	45,5	45,5
Интервал варьирования	Δx_i	50	50	50	50	20	20
Верхний уровень	+1	200	200	200	200	65,5	65,5
Нижний уровень	-1	100	100	100	100	25,5	25,5

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): $X_1=150$ В, $X_2=150$ Гц, $X_3=45,5$ мкФ. Согласно проведенной серии опытов определены предельные значения параметра оптимизации Y (средний размер электроэрозионных частиц), которые составили: для воды – 41,62 мкм при ёмкости разрядных конденсаторов 65,5 мкФ, напряжении на электродах 200 В, частоте следования импульсов 200 Гц; для спирта – 51,94 мкм при ёмкости разрядных конденсаторов 65,5 мкФ, напряжении на электродах 200 В и частоте следования импульсов 200 Гц.

Далее представлены результаты экспериментальных исследований состава, структуры и свойств диспергированных электроэрозией частиц сплава КНТ16 в воде дистиллированной и спирте этиловом, полученных при оптимальных режимах. Результаты исследования гранулометрического состава, морфологии, элементного и фазового составов шихты, полученной в среде воды дистиллированной и спирта этилового, представлены на рисунке 2 и рисунке 3, соответственно. Экспериментально установлено, что частицы, полученные из отходов сплава КНТ16, имеют размер частиц от 0,372 до 65,5 мкм. Отмечено, что на гранулометрический состав частиц существенное влияние оказывают свойства рабочей жидкости. Показано, что средний размер частиц, полученных в спирте этиловом, в 1,2 раза больше среднего размера частиц, полученных в воде дистиллированной, и составляет 51,94 мкм и 41,63 мкм соответственно. Видно, что в диспергированных электроэрозией частицах БВТС КНТ16, как в воде, так и в спирте, 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 спирте этиловом – углерода.

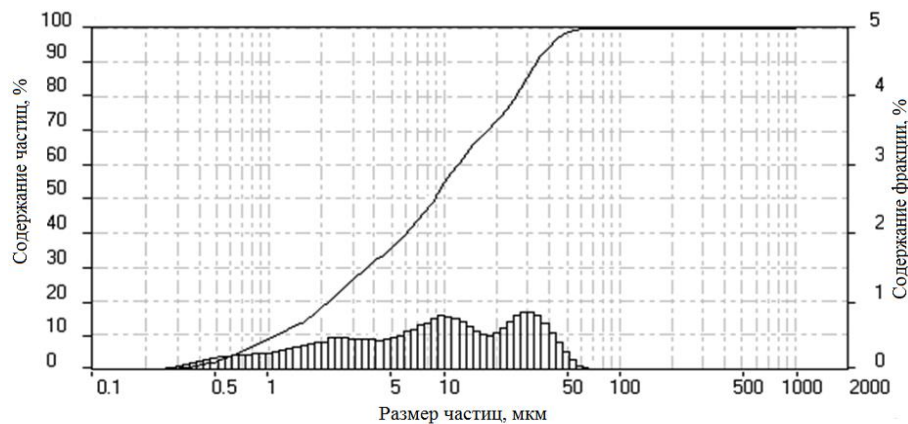
Установлено, что основными элементами в диспергированных электроэрозией частицах сплава КНТ16, как в спирте этиловом, так и в воде дистиллированной, являются Ti, Ni и Mo. Отмечено, что диспергирование электроэрозией сплава КНТ16 в воде дистиллированной приводит к образованию фаз TiC, MoNi₃, Ni₂O₃, Ni и Mo, а диспергирование в спирте этиловом способствует образованию фаз TiC, MoNi₃, Ni и Mo, что связано с различием химического состава рабочих жидкостей.

В пятой главе представлены результаты экспериментальных исследований состава, структуры и свойств новых безвольфрамовых твердых сплавов КНТ, полученных искровым плазменным спеканием частиц сплава КНТ16, диспергированных электроэрозией в двух рабочих средах, и оптимизации данного процесса. Результаты предварительных исследований показали влияние технологических параметров прессования и спекания на состав, структуру и свойства полученных сплавов. Из свойств, лимитирующих ресурс изделий, технологически просто и информативно определяется микротвердость, поэтому оптимизацию процесса получения безвольфрамового твердого сплава искровым плазменным спеканием частиц сплава КНТ16 проводили по микротвердости спеченных образцов путем проведения полного факторного эксперимента типа 2³. Для оценки влияния указанных факторов и математического описания процесса получения БВТС искровым плазменным спеканием частиц сплава КНТ16 использована модель первого порядка вида, представленная уравнением (1), в котором X₁, X₂, X₃ – факторы: температура T, °С; давление P, МПа и время выдержки t, мин. Соответственно, \hat{y} – исследуемая величина (микротвердость).

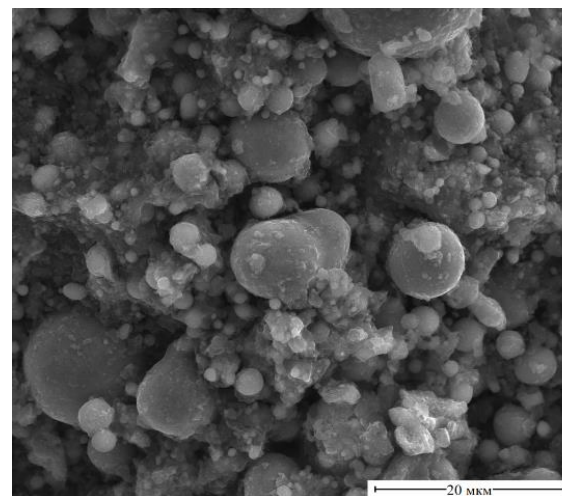
Значения выбранных уровней варьируемых факторов даны в таблице 2.

Таблица 2 – Уровни и интервалы варьирования

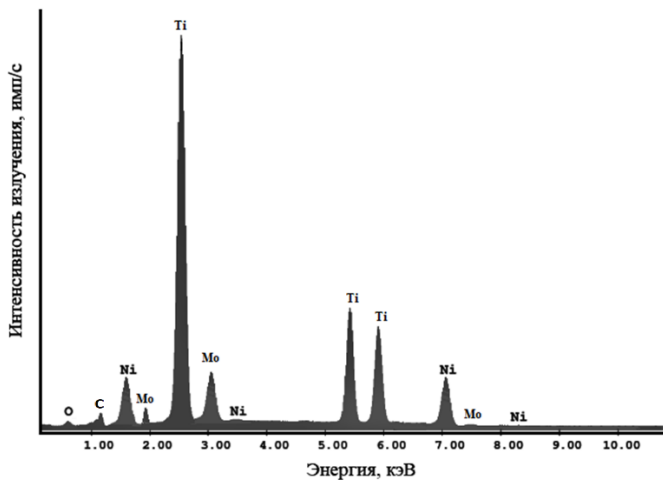
Уровень варьируемых факторов	Обозначение кодовое	Т, °С		P, МПа		t, мин.	
		X ₁		X ₂		X ₃	
		вода	спирт	вода	спирт	вода	спирт
Основной уровень	0	1050	1100	30	30	4	4
Интервал варьирования	Δx_i	150	100	10	10	1	1
Верхний уровень	+1	1200	1200	40	40	5	5
Нижний уровень	-1	900	100	20	20	3	3



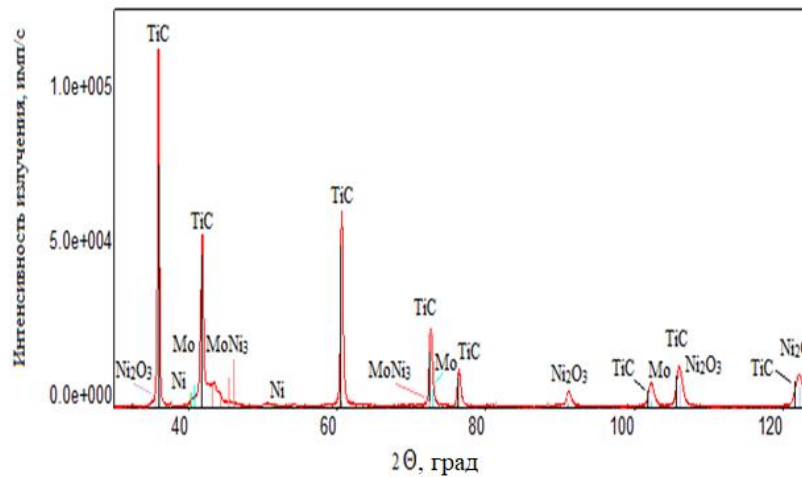
а)



б)

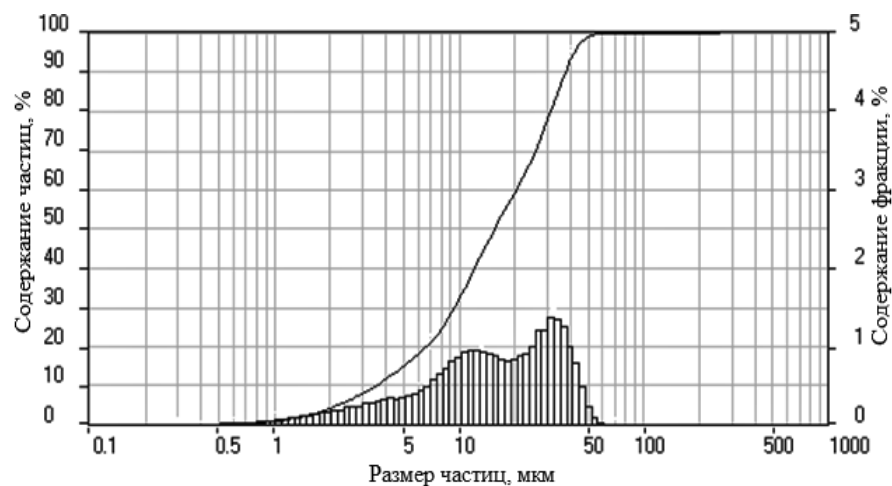


в)

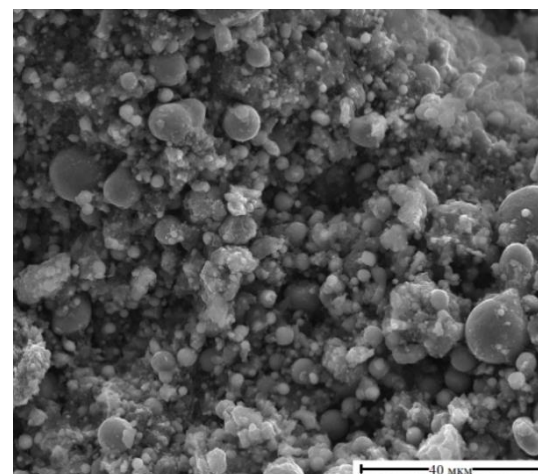


г)

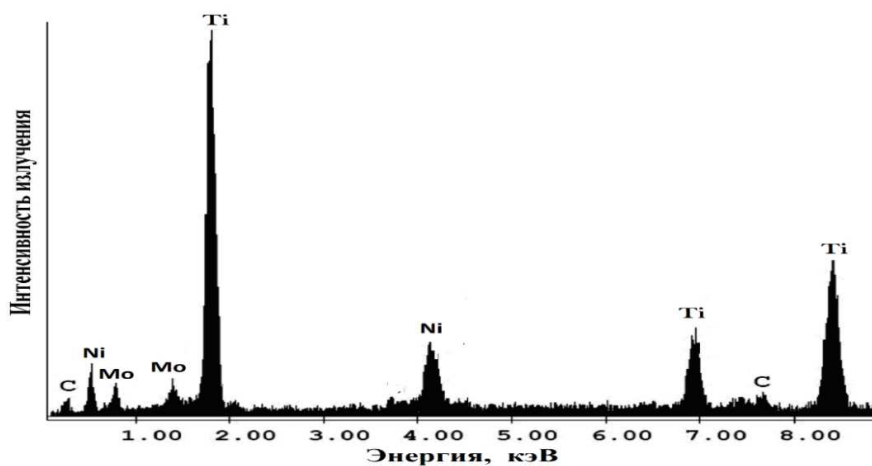
Рисунок 2 – Результаты металлографических исследований шихты, полученной методом ЭЭД в воде дистиллированной: а) интегральная кривая и гистограмма распределения частиц по размерам; б) морфология; в) элементный состав; г) дифрактограмма



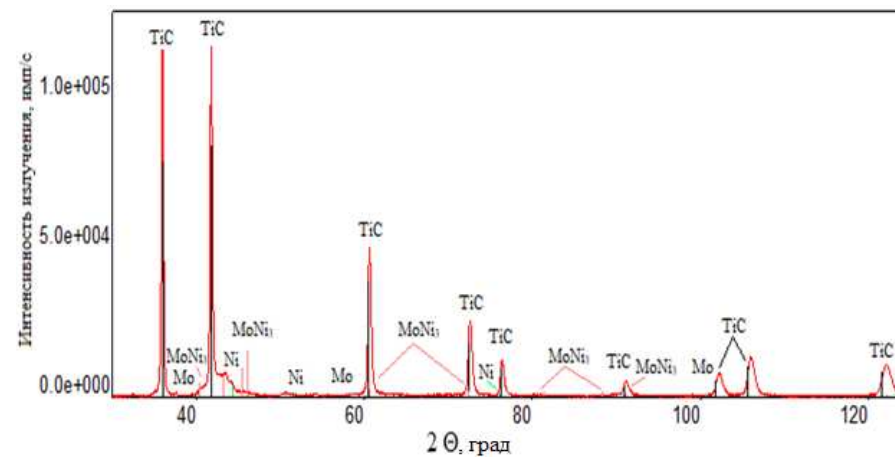
а)



б)



в)



г)

Рисунок 3 – Результаты металлографических исследований шихты, полученной методом ЭЭД в спирте этиловом: а) интегральная кривая и гистограмма распределения частиц по размерам; б) морфология; в) элементный состав; г) дифрактограмма

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

$$\hat{y} = 1041,04 + 213,79X_1 + 53,46X_2 + 106,87X_3 - 0,12X_1X_2 - 0,21X_1X_3 - 0,37X_2X_3 + 0,21X_1X_2X_3, \quad (4)$$

$$\hat{y} = 1037,58 + 221,416X_1 + 55,666X_2 + 110,916X_3 + 0,164X_1X_2 + 1,084X_1X_3 - 0,166X_2X_3 - 0,334X_1X_2X_3. \quad (5)$$

Все коэффициенты уравнения (4), кроме b_{12} , b_{13} , b_{23} , b_{123} , моделирующего полный факторный эксперимент, являются статистически значимыми.

Все коэффициенты уравнения (5), кроме b_{12} , b_{23} , b_{123} , моделирующего полный факторный эксперимент, являются статистически значимыми.

После исключения статистически незначимых коэффициентов уравнения регрессии принимают вид (вода и спирт соответственно):

$$\hat{y} = 1041,04 + 213,79X_1 + 53,46X_2 + 106,87X_3, \quad (6)$$

$$\hat{y} = 1037,58 + 221,416X_1 + 55,666X_2 + 110,916X_3 + 1,084X_1X_3. \quad (7)$$

Полученные уравнения были использованы для расчета крутого восхождения по поверхности отклика. По результатам расчетов процесса оптимизации спекания шихты, полученной в воде и спирте этиловом, крутое восхождение начинали из нулевых точек (основных уровней): $X_1=1050^\circ\text{C}$, $X_2=30$ МПа, $X_3=4$ мин и $X_1=1100^\circ\text{C}$, $X_2=30$ МПа, $X_3=4$ мин, соответственно.

Согласно проведенной серии опытов определены предельные значения параметра оптимизации Y (микротвердость), которые составили: для образцов, полученных из частиц, диспергированных в воде – 1415 HV при температуре $T=1200^\circ\text{C}$, давлении $P=40$ МПа и времени выдержки $t=5$ мин.; для образцов, полученных из частиц, диспергированных в спирте – 1427 HV при температуре $T=1200^\circ\text{C}$, давлении $P=40$ МПа и времени выдержки $t=5$ мин. Далее представлены результаты экспериментальных исследований состава, структуры и свойств безвольфрамовых твердых сплавов из диспергированных электроэрозией частиц сплава КНТ16, полученные при оптимальных режимах.

Обобщенные данные по результатам исследования микроструктуры и рентгеноспектрального микроанализа безвольфрамовых твердых сплавов из диспергированных электроэрозией частиц сплава КНТ16 в воде дистиллированной и спирте этиловом представлены в таблице 3, таблице 4 и на рисунках 4 и 5. 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 безвольфрамовых твердых сплавов из диспергированных электроэрозией частиц сплава КНТ16 в воде дистиллированной и в спирте этиловом

Среда	Точка	Содержание элемента (массовая доля), %				
		Ti	Ni	Mo	C	O
Вода	1	67,75	19,74	6,03	5,13	1,35
	2	68,03	19,84	6,59	5,09	0,92
Спирт	1	67,07	19,43	6,49	6,80	–
	2	64,43	20,92	6,56	8,09	–

Примечание: приведены значения массовых долей элементов в точках в последовательности в соответствие с рис. 4 и 5.

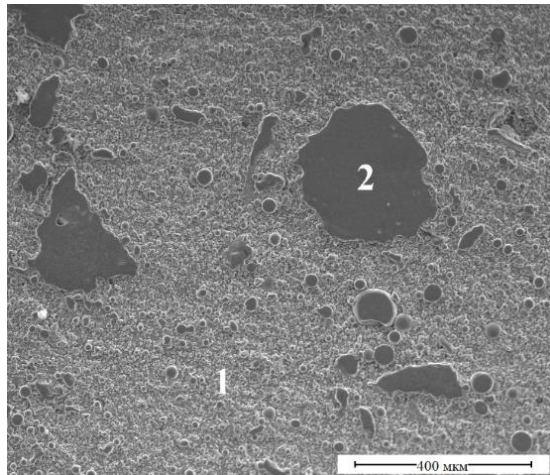
Экспериментально установлено, что в безвольфрамовых твердых сплавах из диспергированных электроэрозией частиц сплава КНТ16 в кислородсодержащей жидкости (воде дистиллированной) присутствует часть кислорода, а в безвольфрамовых твердых сплавах из диспергированных электроэрозией частиц сплава КНТ16 в углеродсодержащей жидкости (спирте этиловом) – углерода, а все остальные элементы распределены по объему относительно равномерно. Показано, что основными элементами в безвольфрамовых твердых сплавах из диспергированных электроэрозией частиц сплава КНТ16, как в спирте этиловом, так и в воде дистиллированной, являются Ti, Ni и Mo.

Отмечено, что состав, структура и свойства диспергированных электроэрозией частиц сплава КНТ16, 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.

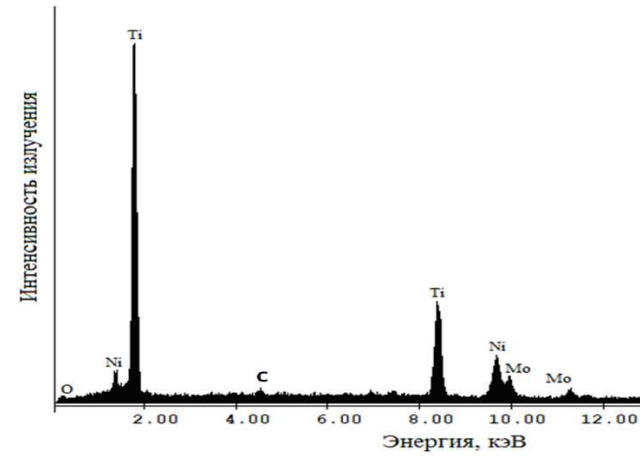
Показано, что микротвердость безвольфрамовых твердых сплавов из диспергированных электроэрозией частиц сплава КНТ16 понижается с увеличением пористости. Такое снижение объясняется концентрацией напряжений в порах, являющихся местами зарождения и распространения трещины при нагружении. Отмечено также, что с уменьшением размера зерна безвольфрамовых твердых сплавов из диспергированных электроэрозией частиц сплава КНТ16 микротвердость возрастает.

Обобщенные данные по результатам исследования физико-механических свойств безвольфрамовых твердых сплавов представлены в таблице 4.

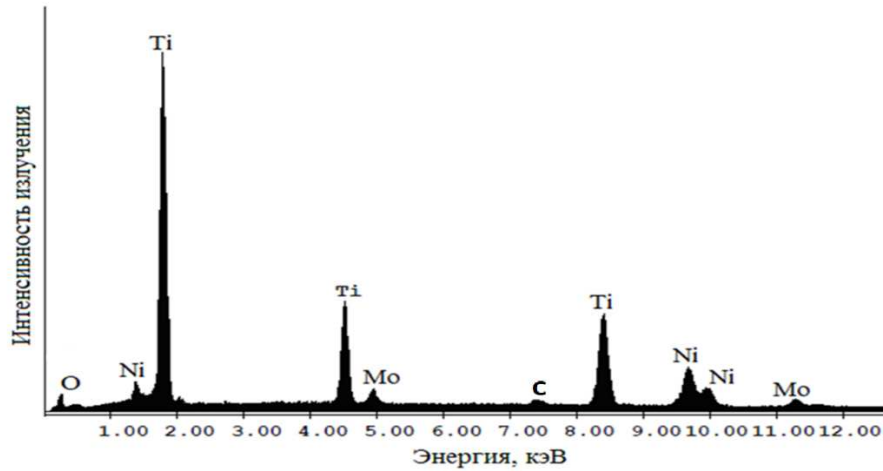
Отмечено, что безвольфрамовые твердые сплавы из диспергированных электроэрозией частиц сплава КНТ16, полученные искровым плазменным спеканием в условиях быстрого нагрева и малой продолжительности рабочего цикла, обладают лучшими физико-механическими свойствами по сравнению со сплавами, полученными из промышленной шихты по заводской технологии. Это достигается за счет подавления роста зерна и получения равновесного состояния с субмикронным и наномасштабным зерном.



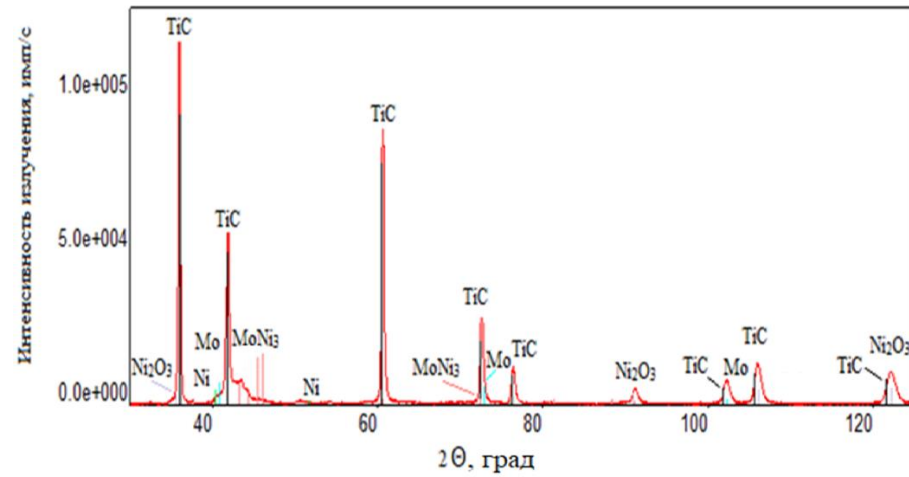
а)



б)

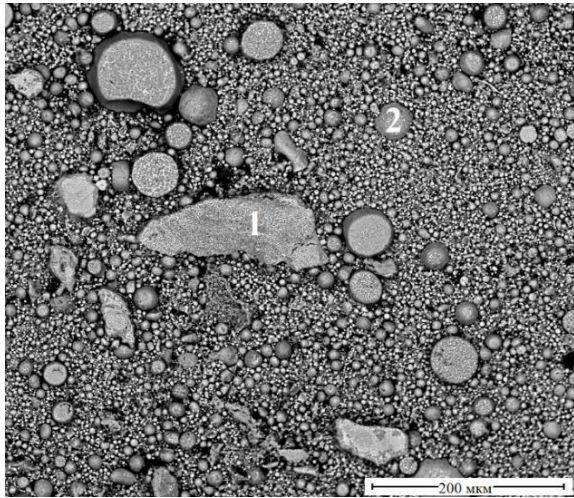


в)

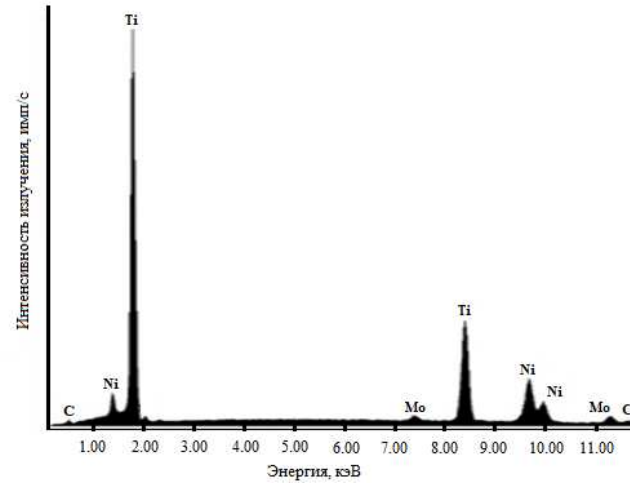


г)

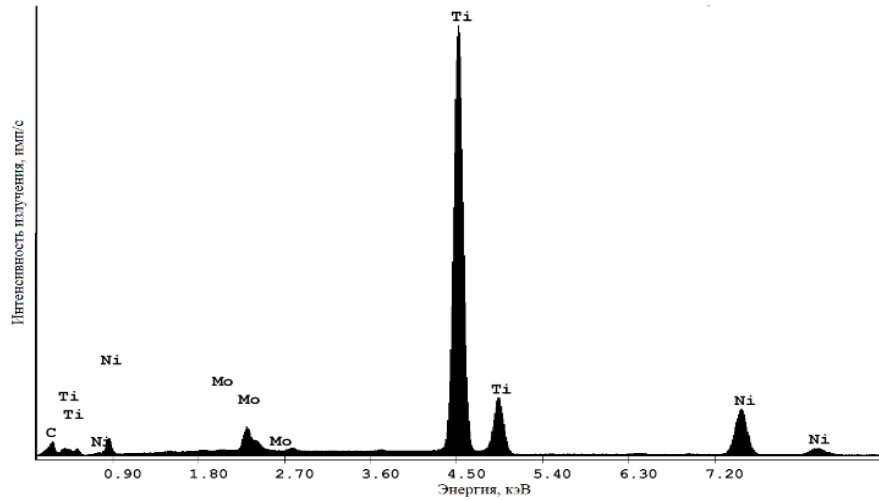
Рисунок 4 – Безвольфрамовые твердые сплавы из диспергированных электроэрозией частиц в воде дистиллированной: а) микроструктура; б) элементный состав в точке 1; в) элементный состав в точке 2; г) дифрактограмма



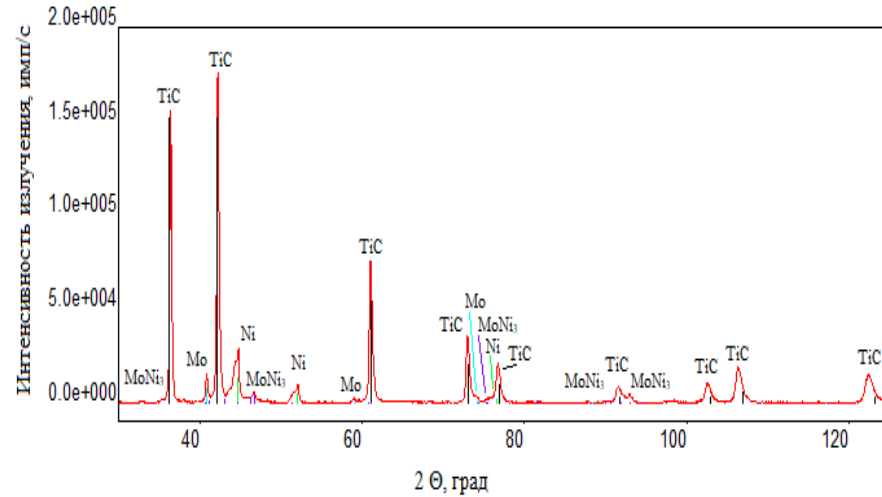
а)



б)



в)



г)

Рисунок 5 – Безвольфрамовые твердые сплавы из диспергированных электроэрозией частиц в спирте этиловом: а) микроструктура; б) элементный состав в точке 1; в) элементный состав в точке 2; г) дифрактограмма

Таблица 4 – Обобщенные данные по результатам исследования физико-механических свойств безвольфрамовых твердых сплавов из диспергированных электроэрозией частиц в воде дистиллированной и спирте этиловом

Исследуемый параметр	Безвольфрамовые твердые сплавы		
	из диспергированных электроэрозией частиц сплава КНТ16		из промышленно применяемой шихты
	в воде дистиллированной	в спирте этиловом	
	полученные искровым плазменным спеканием		полученные прессованием и спеканием в вакууме
Пористость, %	0,11	0,14	0,2
Размер зерна, мкм	1,76	1,70	2
Плотность, г/см ³	6,3	6,2	6,0
Микротвердость, HV	1415	1427	1220
Рекомендуемая область применения	для чистового и получернового точения при непрерывном резании углеродистых, низколегированных и конструкционных сталей, цветных металлов на основе меди, низколегированных сплавов никеля, в том числе при неравномерном сечении среза, чистовое и получерновое фрезерование деталей из серого и ковкого чугуна, чистовое фрезерование углеродистых, низколегированных и конструкционных легированных сталей и др.		

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В диссертационной работе решена важная научно-практическая задача, направленная на исследование, разработку и апробацию новых безвольфрамовых твердых сплавов, полученных искровым плазменным спеканием электроэрозионных частиц сплава КНТ16.

1. Разработана шихта для производства безвольфрамовых твердых сплавов, содержащая частицы титана, никеля и молибдена, отличающаяся тем, что она содержит упомянутые частицы, полученные электроэрозией отходов сплава КНТ16 в дистиллированной воде (приоритет по заявке на изобретение РФ № 2020138423) и в этиловом спирте (приоритет по заявке на изобретение РФ №2019137722).

2. Разработан способ получения безвольфрамового твердого сплава, отличающийся тем, что он получен искровым плазменным спеканием шихты при температуре 1200 °С, давлении 40 МПа и времени выдержки 5 мин. из диспергированных электроэрозией частиц сплава КНТ16 в воде дистиллированной (приоритет по заявке на изобретение РФ № 2020138425) и в спирте этиловом (приоритет по заявке на изобретение РФ № 2020138435).

3. Установлены сравнительные характеристики физико-механических свойств между БВТС из диспергированных электроэрозией частиц в воде дистиллированной, изготовленным искровым плазменным спеканием при температуре 1200 °С, давлении 40 МПа и времени выдержки 5 мин., и сплавом КНТ16, изготовленным из промышленно применяемой шихты по заводской технологии, показавшие:

- меньшую в 1,8 раза пористость;
- меньший на 12% размер зерна;
- большую на 15% плотность;
- большую на 16% микротвердость.

4. Установлены сравнительные характеристики физико-механических свойств между БВТС из диспергированных электроэрозией частиц в спирте этиловом, изготовленным искровым плазменным спеканием при температуре 1200 °С, давлении 40 МПа и времени выдержки 5 мин., и сплавом КНТ16, изготовленным из промышленно применяемой шихты по заводской технологии, показавшие:

- меньшую в 1,4 раза пористость;
- меньший на 15 % размер зерна;
- большую на 13% плотность;
- большую на 17% микротвердость.

5. Разработанные технологии и безвольфрамовые твердые сплавы апробированы и внедрены в ООО «РосУтилизация 46» г. Курск. Ожидаемый экономический эффект от внедрения составит более 1,5 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»).

6. Перспективами дальнейшего использования полученных результатов является широкое применение в промышленности новых безвольфрамовых твердых сплавов, полученных искровым плазменным спеканием электроэрозийных частиц сплава КНТ16, при изготовлении для получистового и получернового точения при непрерывном резании углеродистых, низколегированных и конструкционных сталей, цветных металлов на основе меди, низколегированных сплавов никеля, в том числе при неравномерном сечении среза, чистовое и получерновое фрезерование деталей из серого и ковкого чугуна, чистовое фре-

зерование углеродистых, низколегированных и конструкционных легированных сталей и др.

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

1. Агеева, Е.В. Безвольфрамовые твердые сплавы на основе электроэрозионных порошков карбонитрида титана: монография [Текст] / Е.В. Агеева, Е.В. Агеев, Н.М. Хорьякова, Б.Н. Сабельников. – Курск: Университетская книга, 2021. – 212 с.

Статья в рецензируемых научных изданиях, входящих в международные реферативные базы данных и системы цитирования WoS и Scopus

2. Serebrovsky, V. X-ray diffraction analysis of electroerosive powder materials, obtained from waste of tungsten-free hard alloy grade KNT16 [Text] / Vladimir Serebrovsky, Boris Sabel'nikov // MATEC Web of Conferences. – 2020. – Vol. 315. – P. 01002.

3. Sabel'nikov, B.N. Investigation of the microstructure and X-ray spectral microanalysis of powder material obtained from waste of the KNT16 brand tungsten-free hard alloy [Text] / B.N. Sabel'nikov, A.E. Ageeva, V.O. Podanov, M.S. Korolev // MATEC Web of Conferences. – 2020. – Vol. 329. – P. 02011.

Статьи в изданиях, входящих в перечень ВАК

4. Агеева, Е.В. Материальный баланс процесса электроэрозионного диспергирования отходов безвольфрамовых твердых сплавов марки КНТ16 в воде дистиллированной [Текст] / Е.В. Агеева, Б.Н. Сабельников // Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии. – 2020. – Т. 10. – № 3. – С. 8-19.

5. Агеева, Е.В. Рентгеноспектральный микроанализ электроэрозионного порошкового материала, полученного в среде этилового спирта из отходов безвольфрамового твердого сплава марки КНТ16 [Текст] / Е.В. Агеева, Б.Н. Сабельников / Известия Волгоградского государственного технического университета. – 2020. – № 7 (242). – С. 33-36.

6. Локтионова, О.Г. Результаты рентгеновских исследований спеченных образцов, полученных из электроэрозионного порошкового материала сплава КНТ16 [Текст] / О.Г. Локтионова, Е.В. Агеева, Б.Н. Сабельников // Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии. – 2020. – Т. 10. – № 4. – С. 22-34.

7. Агеева, Е.В. Структура и свойства безвольфрамового твердого сплава на основе карбонитрида титана, спеченного из электроэрозионных порошков, полученных в углеродсодержащей среде [Текст] / Е.В. Агеева, Б.Н. Сабельников // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2021. – № 4. – С. 158-162.

8. Агеева, Е.В. Оценка энергозатрат при получении шихты для производства безвольфрамового твердого сплава электродиспергированием [Текст] / Е.В.

Агеева, О.Г. Локтионова, Б.Н. Сабельников // Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии. – 2021. – Т. 11. – № 1. – С. 21-34.

Прочие публикации

9. Агеев, Е.В. Износостойкие безвольфрамовые твердосплавные порошковые материалы для восстановления изношенных деталей автомобилей [Текст] / Е.В. Агеев, Б.Н. Сабельников // Мир транспорта и технологических машин. – 2020. – № 1 (68). – С. 11-17.

10. Сабельников, Б.Н. Исследование зависимости затрат электроэнергии процесса электроэрозионного диспергирования спирте этиловом сплава КНТ16 от рабочих параметров установки [Текст] / Б.Н. Сабельников, Е.В. Агеева // Современные материалы, техника и технология: сб. науч. ст. 10-й Междунар. науч.-практ. конф. – Курск, 2020. – С. 315-318.

11. Сабельников, Б.Н. Исследование зависимости затрат электроэнергии процесса электроэрозионного диспергирования сплава КНТ16 от рабочих параметров установки [Текст] / Б.Н. Сабельников, А.С. Бурка, Ю.С. Воробьев // Наука молодых - будущее России: сб. науч. ст. 5-й Междунар. науч. конф. – Курск, 2020. – Т. 4. – С. 162-165.

12. Сабельников Б.Н. Применение твердосплавных порошковых материалов для восстановления деталей машин [Текст] / Б.Н. Сабельников, Е.В. Агеев // Современные автомобильные материалы и технологии (САМИТ - 2020): сб. ст. XII Междунар. науч.-техн. конф. – Курск, 2020. – С. 299-303.

13. Сабельников, Б.Н. Сравнительный анализ массовой производительности процесса электроэрозионного диспергирования отходов безвольфрамового твердого сплава в кислород- и углеродсодержащих средах [Текст] / Б.Н. Сабельников, Е.В. Агеев / Современные проблемы и направления развития металлургии и термической обработки металлов и сплавов: сб. науч. ст. Междунар. науч.-техн. конф. – Курск, 2020. – С. 158-162.

14. Сабельников, Б.Н. Исследование влияния емкости разрядных конденсаторов на производительность процесса электроэрозионного диспергирования отходов твердого сплава КНТ16 в спирте этиловом [Текст] / Б.Н. Сабельников, Д.А. Улитин, А.И. Юдин // Молодежь и XXI век – 2020: матер. X Междунар. молод. науч. конф. – Курск, 2020. – С. 220-223.

15. Сабельников, Б.Н. Исследование влияния напряжения и емкости разрядных конденсаторов на производительность процесса электроэрозионного диспергирования отходов твердого сплава КНТ16 в спирте этиловом [Текст] / Б.Н. Сабельников, Е.В. Агеева, Д.А. Улитин, А.И. Юдин // Перспективы развития технологий обработки и оборудования в машиностроении: сб. науч. ст. 5-й Всерос. науч.-техн. конф. с междунар. уч. – Курск, 2020. – С. 253-256.

16. Сабельников, Б.Н. Материальный баланс процесса электроэрозионного диспергирования отходов твердого сплава марки КНТ16 в спирте этиловом

[Текст] / Б.Н. Сабельников, Е.В. Агеев // Современные автомобильные материалы и технологии (САМИТ - 2019): сб. ст. XI Междунар. науч.-техн. конф. – Курск, 2019. – С. 294-298.

17. Агеев, Е.В. Исследование влияния напряжения и емкости разрядных конденсаторов на производительность процесса электроэрозионного диспергирования отходов твердого сплава КНТ16 в воде дистиллированной [Текст] / Е.В. Агеев, Б.Н. Сабельников // XLV Гагаринские чтения: сб. тр. Междунар. молод. науч. конф. – Москва, 2019. – С. 146-148.

18. Агеев, Е.В. Применение порошка твердого сплава КНТ16 полученного электроэрозионным диспергированием для восстановления и упрочнения деталей в машиностроении [Текст] / Е.В. Агеев, Б.Н. Сабельников // Инновационные технологии реновации в машиностроении: сб. тр. Междунар. науч.-техн. конф. – Москва, 2019. – С. 292-296.

19. Агеев, Е.В. Материальный баланс процесса электроэрозионного диспергирования отходов твердого сплава КНТ16 в дистиллированной воде [Текст] / Е.В. Агеев, Б.Н. Сабельников // Прогрессивные материалы и технологии изготовления заготовок: матер. Всерос. науч.-техн. конф. – Рыбинск: РГАТУ им. П.А. Соловьева, 2019. – С. 8-11.

Патентные документы и заявки на изобретения

20. Заявка на изобретение 2019137722 Российская Федерация, МПК51 С2. Способ получения безвольфрамовых твердосплавных порошков из отходов сплава марки КНТ16 в спирте этиловом [Текст] / Е.В. Агеев, Е.В. Агеева, Б.Н. Сабельников; заявитель Юго-Западный гос. ун-т; заявл. 22.11.2019.

21. Заявка на изобретение 2020138423 Российская Федерация, МПК51 С2. Способ получения безвольфрамовых твердосплавных порошковых материалов в воде дистиллированной [Текст] / Е.В. Агеев, Е.В. Агеева, Б.Н. Сабельников; заявитель Юго-Западный гос. ун-т; заявл. 24.11.2020.

22. Заявка на изобретение 2020138425 Российская Федерация, МПК51 С2. Способ получения безвольфрамового твердого сплава КНТ из порошковых материалов, полученных в воде дистиллированной [Текст] / Е.В. Агеев, Е.В. Агеева, Б.Н. Сабельников; заявитель Юго-Западный гос. ун-т; заявл. 24.11.2020.

23. Заявка на изобретение 2020138435 Российская Федерация, МПК51 С2. Способ получения безвольфрамового твердого сплава КНТ из порошковых материалов, полученных в спирте [Текст] / Е.В. Агеев, Е.В. Агеева, Б.Н. Сабельников; заявитель Юго-Западный гос. ун-т; заявл. 24.11.2020.

Подписано в печать 15.04.2021 г. Формат 60x84 1/16.
Печ. л. _____. Тираж 100 экз. Заказ _____.
Юго-Западный государственный университет
305040, Курск, ул. 50 лет Октября, 94.