Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Самарский государственный технический университет»

На правах рукописи

ЖАДЯЕВ Александр Александрович

ПОВЫШЕНИЕ ТРЕЩИНОСТОЙКОСТИ ТВЕРДЫХ СПЛАВОВ В ПРОИЗВОДСТВЕ БУРОВЫХ ШАРОШЕЧНЫХ ДОЛОТ

Специальность 2.6.17. Материаловедение

Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук

> Научный руководитель Д.ф.-м.н., профессор Амосов Александр Петрович

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	6
ГЛАВА 1. ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР	. 22
1.1. Твердый сплав (ТС) – история его появление	. 22
1.2 Классификация, марки, области применения и характеристики ТС	. 25
1.3. Технология изготовления твердых сплавов	. 30
1.3.1 Приготовление гранулированных смесей	. 30
1.3.2 Формование твердосплавных заготовок	. 32
1.3.3 Спекание твердосплавных изделий	. 33
1.4. ТС в буровом инструменте, как объект исследования и изучения	. 34
1.4.1 Твердосплавное вооружение шарошечных долот	. 37
1.4.2 Виды и причины аварийного разрушения буровых шарошечных долот	. 38
1.4.3 Типичные дефекты структуры сплава WC-Co и их влияние на изделие	. 41
1.4.3.1 Крупные кристаллы карбида вольфрама и их скопления	. 42
1.4.3.2 Компаундирование (Скопление кобальта (β-фазы))	. 43
1.4.3.3 Пористость и свободный углерод	. 44
1.4.3.4 η -фаза (двойной карбид W_3Co_3C)	. 45
1.4.3.5 Сегрегация WC	. 46
1.4.4 Способы изготовления и повышения качества ТС инструмента	. 46
1.5 Трещиностойкость твердых сплавов	. 48
1.6 Патентный обзор по теме диссертации	. 53
1.7 Доля рынка шарошечных долот с твердосплавным вооружением	. 56
1.8 Твердосплавные отходы	. 58
1.9 Заключение по результатам литературного обзора	. 58
ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛЫ, ОБОРУДОВАНИЕ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ .	. 61
2.1 Исходные основные и вспомогательные материалы	. 61
2.1.1 Карбид вольфрама порошкообразный	. 61
2.1.2. Кобальт металлический порошкообразный	. 63
2.1.3 Парафин нефтяной	. 64
2.1.4 Технический углерод	. 65

2.1.5 Карбид хрома порошкообразный
2.1.6 Порошок вольфрама
2.1.7 Гранулированный твердосплавный порошок
2.1.8 Готовая гранулирования смесь импортного производства
2.1.9 Спеченные твердосплавные зубки импортного производства
2.2 Методики исследования сырья и готовых изделий
2.2.1 Метод определения содержания общего и свободного углерода74
2.2.2 Метод определения насыпной плотности и текучести
2.2.3 Метод определения предела прочности на изгиб
2.2.4 Методика определения плотности
2.2.5 Метод определения коэрцитивной силы
2.2.6 Методика изготовления металлографических шлифов
2.2.7 Методика измерения твердости
2.2.8 Методика измерения трещиностойкости
2.2.9 Исследование микроструктуры спеченных образцов и система
компьютерного анализа
2.2.10 Сканирующая электронная микроскопия
2.3 Технологическое оборудование
Выводы по главе 2
ГЛАВА 3. ДЕФЕКТЫ СТРУКТУРЫ ТВЕРДОГО СПЛАВА, ПРИЧИНЫ ИХ
ВОЗНИКНОВЕНИЯ, ВЛИЯНИЕ НА ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА
СПЛАВА
Вывод по главе 3
ГЛАВА 4. ВЛИЯНИЕ УСЛОВИЙ ПРИГОТОВЛЕНИЯ ГРАНУЛИРОВАННОГО
ТВЕРДОСПЛАВНОГО ПОРОШКА И ЕГО ФОРМОВАНИЯ НА СВОЙСТВА
ТВЕРДОСПЛАВНЫХ ИЗДЕЛИЙ
4.1 Влияние режима смешивания сырья
4.2 Влияние содержание пластификатора в гранулированной смеси
4.3 Влияние добавления легирующей добавки в сплав ВК15С

4.3.1 Пример использования легирующей добавки хрома в промышленности, сплав
BK10XOM
4.4 Переход от сплава с содержанием Со 5% к сплаву с содержанием Со 6% 110
4.5 Использование монокарбида WC на примере смеси M2
4.6 Уменьшение диаметра оснастки и плотности прессования твердосплавных
изделий
4.7 Подбор оптимальных параметров прессования гидромониторных насадок 121
4.7 Выводы по главе 4
ГЛАВА 5. ВЛИЯНИЕ УСЛОВИЙ СПЕКАНИЯ НА СВОЙСТВА
ТВЕРДОСПЛАВНЫХ ИЗДЕЛИЙ
5.1 Свойства твердосплавных изделий в стандартных условиях спекания 125
5.2 Влияние температуры спекания
5.3 Влияние давления спекания
5.4 Влияние среды спекания
5.4.1 Спекание с депарафинизацией в среде водорода
5.4.2 Спекание в среде смеси газов
5.4.3 Спекание в нормализующей засыпке с добавлением углерода
5.5 Градиентные сплавы
5.1.1 Стандартные условия спекания
5.5.2 Спекание с депарафинизацией в среде водорода
5.5.3 Спекание в среде смеси газов
5.5.4 Спекание в нормализующей засыпке с добавлением углерода
5.6. Выводы по главе 5
ГЛАВА 6. СРАВНИТЕЛЬНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ СОБСТВЕННЫХ И
ПОКУПНЫХ ПОРОШКОВЫХ СМЕСЕЙ И ЗУБКОВ174
6.1 Твердосплавные смеси
6.2 Твердосплавные зубки
6.3 Сравнений свойств зубков отработанных долот
6.4 Выводы по главе 6
ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

Список сокращений и условных обозначений	196
Список использованных источников	197
ПРИЛОЖЕНИЕ А Акт о внедрении результатов диссертационной работ	ы 217
ПРИЛОЖЕНИЕ Б Типовой технологический 02365.00003 «Изг	отовление
твердосплавной смеси ВК6С и др.»	219
ПРИЛОЖЕНИЕ В Технологическая инструкция 25265.000365 «До	зирование
весовое, обработка порошков измельчением в аттриторах»	220
ПРИЛОЖЕНИЕ Г Технологическая инструкция 25265.00035 «Пр	ессование
твердосплавных изделий»	221
ПРИЛОЖЕНИЕ Д Технологическая инструкция 25265.00034	«Спекание
твердосплавных изделий»	222
ПРИЛОЖЕНИЕ Е Технологические требования № ТС22611281 по	входному
контролю и оценке качества покупных твердосплавных зубков	223

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность темы исследования. В настоящее время трудно представить многие отрасли экономики без применения твердых сплавов (ТС). Уникальные твердости, прочности, износостойкости, окалиностойкости, показатели коррозионной стойкости позволяют использовать твердосплавные изделия в металлообработка, отраслях, горнодобывающая различных таких как промышленность, машиностроение, химическая и атомная отрасли и др. [1]. ТС представляющие собой композиционные материалы особого класса, обладающие высокими эксплуатационными свойствами, которые сохраняются до температур 600...800°С. Их можно определить, как композицию, состоящую из тугоплавкого соединения, как правило карбида вольфрама, и сравнительно «легкоплавкого» связующего металла кобальта [2].

Современные ТС получают методами порошковой металлургии тугоплавких соединений (>50% об.) и металлов группы железа путем жидкофазного спекания. Тугоплавкие соединения в большинстве своем имеют особую кристаллическую структуру, высокую твердость, характерную для фаз внедрения, но в то же время повышенную хрупкость, низкие значения прочности и пластичности. Поэтому при разработке износостойкого материала потребовалось повысить прочность, трещиностойкость, путем введения в качестве связки металла группы железа, в частности кобальта. Созданные около 100 лет назад твердые сплавы на основе карбида вольфрама и кобальта (группы ВК) до настоящего времени остаются уникальными ПО своим свойствам, несмотря продолжающиеся исследования по поиску более эффективных инструментальных материалов. Карбид вольфрама является единственным тугоплавких соединением, имеющим высокую твердость и одновременно обладающий определенной степенью пластической деформации. Кроме того, в большинстве случаев карбид идеальной вольфрама характеризуется смачиваемостью кобальтом. обуславливает возможность достижения уникального сочетания различных свойств (прочности, твердости, износостойкости, трещиностойкости и др.)

материалов системы «карбид вольфрама – кобальт». Возможность варьирования свойств твердых сплавов в широких пределах за счет изменения содержания связки, среднего размера зерна карбидной фазы, использования легирующих добавок, а также некоторых принципиально новых подходов к формированию структуры определяют широкие области применения твердых сплавов [2].

Помимо наиболее распространенного применения ТС для производства, режущего и износостойкого, бурового, штампового инструмента, износостойких деталей различного назначения, все большое значение приобретает имеет использование твердых сплавов для изготовления бурового инструмента. С помощью бурового долота ведется разработка скважин в нефтяной и газовой промышленности, на карьерах по добыче угля и руд черных и цветных металлов, а также в строительстве, работающего при высоких температурах, в агрессивных средах и даже в условиях Крайнего Севера и Арктики [2]. Значительный объем бурения скважин в нефтяной и газовой промышленности, на карьерах по добыче угля и руд черных металлов, а также в строительстве считается определяющим фактором в экономике Российской Федерации.

От работоспособности долота зависят основные технико-экономические показатели бурения. Следовательно, снижение стоимости работы скважин, остается важной проблемой, основными задачами при решении которой являются оптимизация проектирования режима бурения, конструкции буровой колонны и качества породоразрушающего инструмента [2].

В настоящее время наиболее распространены шарошечные долота [3]. Ими осуществляется около 98% всего разведочного и эксплуатационного бурения у нас в стране. Шарошечные долота являются цельной конструкцией, состоящие, чаще, из сваренных между собой отдельных секций (лап), на цапфах которых смонтированы свободно вращающиеся на опорах шарошки с несколькими уровнями породоразрушающих фрезерованных зубьев или впрессованных твердосплавных зубков, представляющих вооружение долота. Также бывают долота, имеющие в своей конструкции одну шарошку. На рисунке 1 представлен типичный вид долота и его строение.



Рисунок 1 - Типичный вид шарошечного долота

Долота с фрезерованными стальными зубьями дешевле и проще в изготовлении, и они применяются для бурения мягких пород. Долота с твердосплавным вооружением — для бурения средних и крепких пород, но включают в процесс изготовления больше производственных операций и затрат различных материалов. Выбор типа и вида вооружения для оснащения вооружения шарошек долота в основном определяется свойствами разбуриваемых пород, представлены на рисунке 2. Параметры элементов вооружения изменяются в зависимости от типа и размеров долот.

Шарошки современных долот выполняются многоконусными. Один из конусов обычно несет вооружение, калибрующее стенки скважины, и называется обратным.

Клиновидный зубок	X Chisel inserts (по классификации IADC)		Твердосплавные зубки клиновидной формы применяются для режущего скалывающего воздействия на породу, обеспечивают высокую скорость проходки
Конический зубок	Y Conical inserts (по классификации IADC)		Твердосплавные зубки конической формы применяются для скалывающего воздействия на породу, обладают большей износостойкостью в среднетвердых, твердых и крепких хрупких породах
Зубок иной формы	Z Other inserts shape (по классификации IADC)	000	Твердосплавные зубки иной формы предназначенных для оснащения породоразрушающего инструмента для бурения магких и средних абразивных пород.

Рисунок 2 - Твердосплавные зубки производства АО «ВБМ» по классификации IADC [4].

В России наиболее крупным предприятием по производству буровых шарошечных долот является АО «Волгабурмаш» (АО «ВБМ) в г. Самара [5]. Изготавливаемая продукция поставляется также в страны ближнего и дальнего

зарубежья. Предприятие занимает достойное место среди ведущих мировых фирм, производящих буровые долота.

Условия рыночной острой конкуренции производстве В породоразрушающего инструмента не только на внешнем, но и на Российском рынке, а также нынешняя политическая обстановка и ограничительные политические, И экономические меры, введённые недружественными государствами и международными организациями в отношении Российской Федерации требуют развивать собственное производство инструмента высокого качества, важнейшим из которых является долговечность буровых долот, их способность эффективно и надежно без аварий работать при бурении, а также соответствие заявленным характеристикам и приемлемой стоимости инструмента. качества долот в АО «Волгабурмаш» является соответствие требованиям СТП к изготавливаемой продукции, отсутствие претензий со стороны потребителей и повторные заказы долот.

В производстве современных буровых долот в АО «Волгабурмаш» изготавливаемые породоразрушающие зубки представлены тремя марками твердых сплавов — ВК6С, ВК10С, ВК15С [6-9]. Практика применения буровых долот показывает, что основным видом повреждения твердосплавных зубков является их разрушение за счёт скола при повышенных или даже нормальных энергиях удара по забою [10]. В результате разрушения зубков шарошки увеличивается удельная нагрузка на оставшиеся соседние зубки в ряду, а также на зубки других шарошек, что приводит к уменьшению проходки и преждевременному выходу из строя долота в целом.

В связи с этим важной задачей в их производстве является повышение вязкости разрушения, то есть трещиностойкости породоразрушающего вооружения долот. Её решение во многом связано с качеством исходного сырья, технологическими условиями, контролем операций на всем производственном процессе, исправностью оборудования, ответственностью и исполнительностью работников, контролем физико-механических свойств готовой продукции, и, при необходимости, их оптимизацией.

С середины XX века проблемам долговечности зубков буровых долот и исследованиям повышения качества твердых сплавов посвящены работы Александровой Л.И., Амосова А.П., Бичурова Г.В., Богомолова Р.М., Бондаренко В.П., Виноградова В.Н., Екобори Т., Ивенсена В.А., Киффера Р., Клячко Л.И., Креймера Г.С., Панин В.Е., Литошенко Н.В., Лошака М.Г., Меерсона Г.А., Москвина С.А., Пашинского В.В., Скаупи Ф., Сорокина Г.М., Третьякова В.И., Трощенко В.Т., Туманова В.И., Чувилина А.М., Фальковского В.А., Фридмана В.М. [11-39].

В Национальном исследовательском технологическом университете «МИСиС» — ведущем научно-исследовательском и образовательном центре страны, входящем в топ-500 вузов мира, Панов В.С., Коняшин И.Ю., Левашов Е.А., Зайцев А.А., Замулаева Е.И., Авдеенко Е.Н., занимаются исследованием, улучшением, созданием нового поколения «улучшенных» твердых сплавов [2, 40-43].

Проведенные в АО "Волгабурмаш" исследования Нассифа С.Н., Сальникова М.А. и Ахметсагирова А.М., Захарова Д.А. [12,13,16, 44-49] с внедрением их результатов в производство в значительной степени позволили повысить уровень и качество твердосплавного производства, за счет применения другого сырья, новых методик контроля, применяемых технологий и прочего.

Для сохранения и укрепления позиций в конкуретной борьбе в АО «Волгабурмаш» ведется постоянная и кропотливая работа по повышению технического уровня и освоению новых конструкций буровых долот, что, например, позволило повысить среднюю проходку на долото с 26,2м в 1965 г. до 198 м в 1999 г., или более чем в 7 раз [3].

Однако стойкость буровых долот, в зависимости от условий работы: типа породы, твердости и глубины бурения определяется не только их конструкцией и формой вооружения, но и подбором оптимальных марок твердого сплава и качеством его изготовления. Такие показатели породоразрушающего инструмента как стойкость, долговечность, механическая скорость, проходка - зависят от качества твердосплавного вооружения.

С участием Нассифа С.Н. [16] на ОАО «Волгабурмаш» были предложены методики испытаний, которые обеспечили возможность количественной оценки эффективности породоразрушающего вооружения буровых долот.

В настоящий момент времени основным фактором, негативно влияющим на рост величину проходки долота, является нестабильное качество твердосплавного вооружения. Причём стандартные методы исследования свойств твёрдого сплава, такие как твёрдость, прочность при поперечном изгибе, плотность, коэрцитивная сила и микроструктура, не выявляли каких-либо отклонений или дефектов. Однако, при работе долота значительное количество зубков подвергалось скалыванию и разрушению в процессе работы инструмента. Всё это снижало позиции в конкуренции с другими производителями и могло привести к вытеснению с рынка.

Большинство научно-исследовательских работ по вольфрамокобальтовым сплавам посвящены исследованию общих характеристик сплава, используемого в режущем инструменте. Однако, твердосплавные зубки работают в условиях экстремального ударного циклического нагружения. Разрушение породы происходит за счёт резания, скалывания или дробления (рисунок 3). При резании осевая нагрузка действует непрерывно и ее можно считать статической. В процессе скалывания и дробления приложенное усилие действует на забой прерывно, что вызывает дополнительные динамические нагрузки на забой (удары) [50].

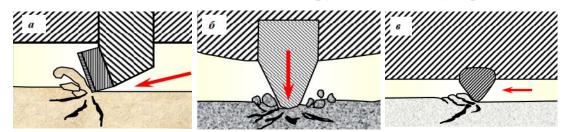


Рисунок 3 - Схемы разрушения горной породы на забое: а – резание, б – дробление, в – микрорезание (истирание)

Их характер работы предъявляет особые требования к физико-механическим свойствам сплавов. Поэтому преимущественное значение приобретают характеристики пластичности и трещиностойкости.

Важнейшим свойством спеченных твердосплавных композиций, определяющим их работоспособность при воздействии внешних нагрузок,

усадочных напряжений, термоциклирования или физически активных сред и излучений, является их трещиностойкость — устойчивость к инициированию и росту трещин и один из важнейших параметров оценки качества твердосплавных изделий. Однако не всегда в условиях производства удается обеспечить необходимую трещиностойкость. Это приводит к преждевременному разрушению долота и аварийным ситуациям при бурении. Поэтому требуется глубокое изучения влияния на трещиностойкость условий производства и микроструктуры вольфрамокобальтовых сплавов. Фундаментальные постулаты механики развития трещин, впервые сформулированные Гриффитсом (1920г.) [51], гласят, что твердые тела всегда имеют дефекты структуры, служащие источниками трещин, и разрушение твердых тел является процессом развития трещин под действием приложенных зависящим состава, фазовой нагрузок, OT структуры деформационных свойств материала [52].

Наряду с этим следует стремиться минимизировать образование вольфрамокобальтовых отходов в производстве твердых сплавов, экономя дорогостоящие материалы, природные запасы которых, в первую очередь, вольфрама, сокращаются с большой скоростью. Следует также учесть, что процесс переработки и восстановления твердосплавных отходов является сложным и затратным.

Всё вышеизложенное обусловило необходимость проведения, на примере применения твердых сплавов ВК в производстве буровых шарошечных долот в АО «Волгабурмаш», комплекса научно-исследовательских работ, направленных на исследование зависимости трещиностойкости твёрдого сплава от микроструктуры сплава и условий синтеза, разработку и внедрение результатов, позволяющих гарантировать повышенную трещиностойкость твердых сплавов и высокую эксплуатационную стойкость твердосплавных зубков буровых шарошечных долот, а также снизить затраты на их производство.

Целью работы является исследование зависимости трещиностойкости твердосплавного вооружения буровых долот от микроструктуры сплава и условий производства; разработка технологических мероприятий по повышению

трещиностойкости твердосплавных зубков; сравнительный анализ порошкового сырья и зубков различных производителей для обеспечения повышенной трещиностойкости твердосплавных зубков при приемлемой стоимости.

Для достижения поставленной цели решались следующие задачи:

- 1) Исследовать зависимость трещиностойкости W_k (по Палмквисту) твердосплавных зубков буровых шарошечных долот от:
 - а) условий приготовления и формования гранулированной смеси;
 - б) условий спекания;
 - в) наличия типичных дефектов микроструктуры сплава;
- 2) Определить фактическую закономерность распространение трещин в твердосплавных зубках:
 - по зернам WC (транскристаллитный характер разрушения);
 - по связующему (межкристаллитный характер разрушения);
- 3) Исследовать процесс регулирования углеродного баланса с целью повышения трещиностойкости твердосплавных изделий за счет нормализующего режима спекания в различных условиях.
- 4) Обобщить результаты исследования и усовершенствовать технологический процесс изготовления твердосплавного вооружения буровых долот с целью повышения трещиностойкости, без ухудшения их физикомеханических свойств и микроструктуры.
- 5) Провести сравнительный анализ физико-механических и технологических свойств покупных готовых смесей и твердосплавных зубков импортного производства и производства АО "Волгабурмаш".

Научная новизна диссертации:

- 1.Исследовано влияния производственных факторов на микроструктуру и трещиностойкость вольфрамокобальтовых твердых сплавов в производстве буровых шарошечных долот.
- 2. Установлены причины и разработаны мероприятия, не допускающие появление в серийных изделиях критических дефектов «η-фазы» и «свободного

углерода». Подобран режим и состав нормализующих составов для исправления «η-фазы» и «свободного углерода»;

- 3. Установлено влияние процесса регулирования углеродного баланса в сплаве за счет нормализующего режима спекания в различных условиях на повышение трещиностойкости твердосплавных зубков;
- 4. Установлены процессы, позволяющие нормализовать микроструктуру серийных твердосплавных смесей, что позволило повысить физико-механические и эксплуатационные свойства зубков.
- 5. Проведен сравнительный анализ физико-механических и технологических свойств покупных гранулированных твердосплавных смесей и зубков импортного производства, и производства АО "Волгабурмаш"", и сделаны выводы по целесообразности их применения для обеспечения повышенной трещиностойкости твердосплавных зубков при приемлемой стоимости.

Практическая значимость работы

По результатам проведённых исследований:

- 1) Внедрен легирующий элемент Cr_3C_2 марки КХНП2 ТУ 14-22-28-90 в рецептуру сплава ВК15С (15% Со масс.).
- 2) ВК6С определен как основной сплав для изготовления зубков применяемых в качестве армирующих элементов долота подверженных сильному истирающему износу (лапы и тыльного конуса шарошки), что позволило повысить эксплуатационные свойства данных зубков и нормализовать микроструктуру.
- 3) Разработана новая конструкция пресс-оснастки, позволившая снизить плотность прессования. Это позволило: снизить нормы расхода дорогостоящих материалов порошков карбида вольфрама и кобальта на 2-3%; повысить ресурс шлифовальных кругов станков на 25%; снизить трудоемкость изготовления продукции.
- 4) Исследована целесообразность применения покупных гранулированных смесей и спечённых зубков в качестве основных материалов для производства твердосплавного вооружения буровых шарошечных долот в АО «Волгабурмаш».

- 5) Разработаны технологические требования № ТС22611281 по входному контролю и оценке качества покупных твердосплавных зубков.
- 6) Установлены и внедрены данные по трещиностойкости твердосплавных изделий в качестве альтернативных арбитражных данных для прогнозирования полученных свойств изделий, а также для принятия решений о пропуске в дальнейшее производство серийной продукции с отклонениями по микроструктуре или физико-механическим свойствам.

Соответствие паспорту заявленной специальности. Содержание диссертационной работы соответствуют паспорту научной специальности 2.6.17. Материаловедение (05.16.09 - Материаловедение (машиностроение)) по пунктам:

1. Теоретические и экспериментальные исследования фундаментальных связей состава и структуры материалов с комплексом физико-механических и эксплуатационных свойств с целью обеспечения надежности и долговечности материалов и изделий. 3. Разработка научных основ выбора материалов с заданными свойствами применительно к конкретным условиям изготовления и эксплуатации изделий и конструкций. 6. Разработка и совершенствование методов исследования и контроля структуры, испытание и определение физико-механических и эксплуатационных свойств материалов на образцах и изделиях.

Достоверность полученных результатов

Достоверность полученных результатов диссертационной работы подтверждается использованием современного оборудования и аттестованных методик исследований, значительным количеством экспериментальных данных и применением статических методов обработки результатов, сопоставлением полученных результатов с результатами других авторов.

Основные положения, выносимые на защиту

1) Результаты исследований дефектов структуры вольфрамокобальтовых твердых сплавов в производстве буровых шарошечных долот, описание, причины возникновения и их влияние на физико-механические свойства и трещиностойкость твердосплавных изделий.

- 2) Результаты комплексных исследований влияния на физико-механические свойства, трещиностойкость и структуру твердого сплава изменений технологических режимов производства.
- 3) Сравнительное исследование покупных гранулированных порошковых смесей и спеченных зубков импортного производства и производства АО «Волгабурмаш», выводы по целесообразности их применения для обеспечения повышенной трещиностойкости твердосплавных зубков при приемлемой стоимости.

Апробация работы

Основные результаты и положения диссертации докладывались, обсуждались и были представлены на следующих конференциях:

- 1) 19-я Международная молодежная научно-практическая конференция, ФУНДАМЕНТАЛЬНЫЕ ОСНОВЫ, ТЕОРИЯ, МЕТОДЫ И СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, КОНТРОЛЯ И ДИАГНОСТИКИ (Россия, Новочеркасск 27-28.02.2018);
- 2) 5-ая Международная научная конференция студентов и молодых ученых "МОЛОДЕЖЬ И СИСТЕМНАЯ МОДЕРНИЗАЦИЯ СТРАНЫ» (Россия, Курск, 19-20.05.2020);
- 3) Всероссийская молодежная научная конференция «ЗА НАМИ БУДУЩЕЕ: взгляд молодых ученых на инновационное развитие общества» (Россия, Курск, 05.06.2020 года);
- 4) 5-ая Международная научная конференция перспективных разработок молодых ученых «Наука молодых будущее России» (Россия, Курск, 10-11.12. 2020);
- 5) III International Scientific Conference "MIP: Engineering-III-2021: Advanced Technologies in Material Science, Mechanical and Automation Engineering" (3-я Международная научная конференция «МІР: Engineering-III-2021: Передовые технологии в материаловедении, машиностроении и автоматике», Россия, Красноярск, 29.04.2021);

- 6) Физическое материаловедение: X Международная школа, посвященная 10летию лаборатории «Физика прочности и интеллектуальные диагностические системы» (Россия, Тольятти, 13–17.09.2021);
- 7) Актуальные проблемы прочности: LXIII Международная конференция, посвященная 70 летию Тольяттинского государственного университета (Россия, Тольятти, 13–17.09.2021);
- 8) II International Scientific Conference "CAMSTech-II- 2021: Advances in Materials, Systems and Technologies" (2-я Международная научная конференция «CAMSTech-II- 2021: достижения в области материалов, систем и технологий», Россия, Красноярск, 29-31.07.2021);
- 9) "Девятая Международная конференция ""КРИСТАЛЛОФИЗИКА И ДЕФОРМАЦИОННОЕ ПОВЕДЕНИЕ ПЕРСПЕКТИВНЫХ МАТЕРИАЛОВ"", посвященная 100-летию со Дня рождения академика Б.К. Вайнштейна и Четвертая Международная Школа Молодых Ученых ""Актуальные проблемы современного материаловедения"", (Россия, Москва, 22-26.11.2021)

Публикации

По материалам диссертации имеется 18 публикаций, в том числе 5 статей в журналах из перечня ВАК и входящих в базы данных Scopus и Web of Science, 14 тезисов и докладов в сборниках трудов конференций:

- Жадяев, А.А. О применении твердых сплавов различных производителей в производстве буровых шарошечных долот / А.А. Жадяев, Д.А. Захаров // Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия.
 2022. №3(16). С. 78-87. (ВАК).
- 2. Жадяев, А. А. Физико-механические свойства твердосплавного вооружения буровых шарошечных долот с типичными для сплава WC-Co неоднородностями структуры / А.А. Жадяев // Наукоёмкие технологии в машиностроении. 2022. № 6. С. 3-11. (ВАК).
- 3. Zhadyaev, A.A. Comparative analysis of the effect of defects in the microstructure of a hard alloy on crack resistance / A.A. Zhadyaev, D.A. Zakharov, A.P. Amosov // AIP Conference Proceedings. − 2022. № 2467. − P. 020063. (Scopus / WoS).

- 4. Zhadyaev, A.A. Comparative analysis of physical and mechanical properties of hard alloy products depending on the synthesis mode / A. A. Zhadyaev, D. A. Zakharov, A. P. Amosov, V.A. Novikov // AIP Conference Proceedings. 2021. № 2402. P. 20056. (Scopus / WoS).
- 5. Захаров, Д.А. Пути повышения качества твердосплавного вооружения буровых долот / Д.А. Захаров, А.А. Жадяев // Металлургия машиностроения. 2020. №5. С. 32-36. (ВАК).
- 6. Жадяев, А.А. Исследование возможности синтеза вольфрамокобальтовых изделий с функциональной градацией свойств / А.А. Жадяев, Д.А. Захаров // Физическое материаловедение: Х Международная школа, посвященная 10-летию лаборатории «Физика прочности и интеллектуальные диагностические системы» (Тольятти, 13-17 сентября 2021 года); Актуальные проблемы прочности: LXIII Международная конференция, посвященная 70-летию Тольяттинского государственного университета (Тольятти, 13-17 сентября 2021 года): сборник материалов / ответственный редактор Д.Л. Мерсон. Тольятти: Изд-во ТГУ. 2021. С. 76-77.
- 7. Жадяев, А.А. Сравнительный анализ физико-механических свойств изделий производства твердосплавных импортного производства AO И «Волгабурмаш» / А.А. Жадяев, Д.А. Захаров // Физическое материаловедение: X Международная школа, посвященная 10-летию лаборатории «Физика прочности и интеллектуальные диагностические системы» (Тольятти, 13-17 сентября 2021 года) ; Актуальные проблемы прочности : LXIII Международная конференция, посвященная 70-летию Тольяттинского государственного университета (Тольятти, 13-17 сентября 2021 года) сборник материалов / ответственный редактор Д.Л. Мерсон. – Тольятти: Изд-во ТГУ. - 2021. - C. 134-135.
- 8. Жадяев, А.А. Определение причины возникновения дефектов микроструктуры твердосплавных изделий WC-Co на производстве / А.А. Жадяев, В.А. Новиков, А.М. Хакимов, А.П. Амосов // СОВРЕМЕННЫЙ МАТЕРИАЛЫ, ТЕХНИКА И ТЕХНОЛОГИИ: научно-практический рецензируемый журнал. Юго-Зап. гос. ун-т., Курск: Юго-Зап. гос. ун-т. 2020. № 6 (33). С. 21-28.

- 9. Жадяев, А.А. Сравнение защитных свойств антицементационных паст, используемых при вакуумном цементировании деталей буровых долот / А.А. Жадяев, А.М. Хакимов // Наука молодых будущее России: сборник научных статей 5-ой Международной научной конференции перспективных разработок молодых ученых (10-11 декабря 2020 года) в 4-х томах, Курск: Юго-Зап. гос. ун-т. 2020. № 4. С. 94-98.
- 10. Жадяев, А.А. Определение причины скола опоры шарошки бурового долота / А.А. Жадяев, А.М. Хакимов // Наука молодых будущее России: сборник научных статей 5-ой Международной научной конференции перспективных разработок молодых ученых (10-11 декабря 2020 года) в 4-х томах, Юго-Зап. гос. ун-т., Курск: Юго-Зап. гос. ун-т. 2020. № 4. С. 91-94.
- 11. Жадяев, А.А. Исследование влияния условий спекания твердого сплава WC-Co на его структуру, трещиностойкость и прочие физико-механические характеристики / А.А. Жадяев, Д.А. Захаров, А.П. Амосов // СОВРЕМЕННЫЙ МАТЕРИАЛЫ, ТЕХНИКА И ТЕХНОЛОГИИ: научно-практический рецензируемый журнал, Курск: Юго-Зап. гос. ун-т. − 2020. № 4 (35). С. 32-41.
- 12. Жадяев, А.А. Зависимость морфологии и размера частиц порошков карбида вольфрама от условий предварительного размола / А.А. Жадяев, Д.А. Захаров, А.П. Амосов, В.А. Новиков // ДГП 2020. Горячее прессование, фундаментальные и прикладные аспекты получения порошковых и композиционных материалов, покрытий: материалы международной научнотехнической конференции, посвященной 85-летию со дня рождения профессора Ю.Г. Дорофеева (Новочеркасск, 22–24 июня 2020 г.) Новочеркасск: Изд-во «НОК». 2020. С. 189 194.
- 13. Жадяев, А.А. Исследование трещиностойкости вольфрамокобальтовых сплавов ВК10С производства АО «Волгабурмаш» и VК10 производства Китай / А.А. Жадяев // ЗА НАМИ БУДУЩЕЕ: взгляд молодых ученых на инновационное развитие общества: Сборник научных статей Всероссийской молодежной научной конференции (05 июня 2020 года), в 4-х томах, Курск: Юго-Зап. гос. ун-т. 2020. № 3. С. 238-242.

- 14. Жадяев, А.А. Сравнительный анализ порошков сплава ВК10С производства АО «Волгабурмаш» и VК10 производства Китай / А.А. Жадяев // МОЛОДЕЖЬ И СИСТЕМНАЯ МОДЕРНИЗАЦИЯ СТРАНЫ: Сборник научных статей 5-й Международной научной конференции студентов и молодых ученых (19-20 мая 2020 года), в 6-х томах, Курск: Юго-Зап. гос. ун-т. − 2020. № 5. С. 246-250.
- 15. Жадяев, А.А. Испытания прочностных характеристик твердого сплава WC-Co при пониженных температурах / А.А. Жадяев, Д.А. Захаров, А.П. Амосов // Девятая Международная конференция "КРИСТАЛЛОФИЗИКА И ДЕФОРМАЦИОННОЕ ПОВЕДЕНИЕ ПЕРСПЕКТИВНЫХ МАТЕРИАЛОВ", посвященная 100-летию со Дня рождения академика Б.К. Вайнштейна и Четвертая Международная Школа Молодых Ученых "Актуальные проблемы современного материаловедения", 22-26 ноября 2021 г., Москва, НИТУ «МИСиС». 2021. С. 68.
- 16. Жадяев, А.А. Исследование оксидных слоев на поверхности твердосплавных зубков буровых долот, образующихся при их изготовлении / А.А. Жадяев // МОЛОДЕЖЬ И СИСТЕМНАЯ МОДЕРНИЗАЦИЯ СТРАНЫ: Сборник научных статей 5-й Международной научной конференции студентов и молодых ученых (19-20 мая 2020 года), в 6-х томах, Курск: Юго-Зап. гос. ун-т. − 2020. № 5. С. 238-241.
- 17. Жадяев, А.А. Структура поверхности сплава WC-Co выявляемая при металлографическом исследовании шлифов, полученных с использованием электроэрозионного и химического травления / А.А. Жадяев // МОЛОДЕЖЬ И СИСТЕМНАЯ МОДЕРНИЗАЦИЯ СТРАНЫ: Сборник научных статей 5-й Международной научной конференции студентов и молодых ученых (19-20 мая 2020 года), в 6-х томах, Курск: Юго-Зап. гос. ун-т. 2020. № 5. С. 242-245.
- 18. Жадяев, А.А. Сравнение физико-механических свойств импортных вольфрамокобальтовых порошковых смесей, применяемых в производстве твердосплавных изделий / А.А. Жадяев, Д.А. Захаров // 19-я Международная молодежная научно-практическая конференция, ФУНДАМЕНТАЛЬНЫЕ

ОСНОВЫ, ТЕОРИЯ, МЕТОДЫ И СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, КОНТРОЛЯ И ДИАГНОСТИКИ, 27-28 февраля 2018 года, - Новочеркасск. – 2018. - С. 366-367.

Структура и объем работы

Диссертационная работа состоит из введения, 6 глав, общих выводов, списка использованных источников и 6 приложений. Диссертация изложена на 223 страницах, содержит 70 таблиц, 102 рисунка, 5 формулы. Список использованной литературы содержит 184 источника.

Слова благодарности

особую благодарность Автор выражает научному руководителю, кафедрой «Металловедение, заведующему порошковая металлургия, наноматериалы» Самарского государственного технического университета, физико-математических профессору Амосову наук, Александру Петровичу, за всестороннее содействие, помощь и курирование в данном диссертационном исследовании.

Отдельную благодарность выражаю:

- Кандидату технических наук, начальнику металлургического цеха 05 АО «Волгабурмаш» г. Самара, Россия, Захарову Дмитрию Александровичу за всестороннее содействие, помощь и курирование проведения исследований в рамках настоящей работы;
- Ведущему инженеру лаборатории твердосплавного производства АО «Волгабурмаш» Неретиной Ю.И. и коллективу лаборатории за помощь в подготовке образцов и проведении анализов и испытаний физико-механических свойств;
- Кандидату технических наук, доценту кафедры «Металловедение, порошковая металлургия, наноматериалы» Новикову В.А. за содействие в проведении исследований микроструктуры сплава с использование растровой электронной микроскопии;
- Коллективу металлургического цеха 05 завода АО «Волгабурмаш» за содействие в проведение производственных испытаний.

ГЛАВА 1. ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР

1.1. Твердый сплав (ТС) – история его появление

Вплоть до первого десятилетия XX в. единственным материалом, пригодным для изготовления металлорежущих инструментов, была углеродистая инструментальная сталь. Из-за низкой температуро- и износостойкости изготовленными из неё инструментами можно было обрабатывать углеродистые стали и чугуны с низкими скоростями резания и невысоким эксплуатационным ресурсом. Обработка металлов была малопроизводительна и неэкономична [53].

Затем после перехода к высоколегированным быстрорежущим сталям исследователи приступили к поискам новых композиций различных химических элементов, с помощью которых можно создать инструментальные материалы с ещё более высокими физико-механическими свойствами. Многочисленные износостойкие литые материалы самого различного химического состава, представляющие собой вязкую металлическую матрицу (кобальт, хром, вольфрам) с включёнными в неё твёрдыми карбидами хрома и вольфрама, получили общее название стеллиты и исторически предшествовали широко известным спечённым твёрдым сплавам. Однако попытки использовать стеллиты для изготовления лезвийных металлорежущих инструментов положительных результатов не дали, так как они не превосходили по режущим свойствам быстрорежущую сталь, поэтому основной областью применения стеллитов осталась износостойкая наплавка на различные детали и инструменты, в том числе и в буровых долотах [53]. В процессе поисковых плавок родились первые прообразы современных материалов, известных под названием твёрдых сплавов. Технология производства первых вольфрамокобальтовых твёрдых сплавов состояла в расплавлении компонентов и отливке пластинок, припаиваемых к корпусу инструмента. Исследования показали, что их режущие свойства ненамного выше, чем у инструментов из быстрорежущих сталей. Дело изменилось, когда исследователи перешли к применению методов порошковой металлургии. Твёрдосплавные

пластинки, изготовленные по этой технологии, имели высокие физикомеханические свойства и оказались весьма эффективным инструментальным материалом [53].

Порошковая металлургия – область техники, включающая совокупность методов изготовления порошков металлов и металлоподобных соединений, полуфабрикатов и изделий из них [54]. Сущность метода порошковой металлургии состоит в применении исходного сырья в виде порошков металлов и неметаллов, которые прессуются или формуются в изделия заданных размеров, а затем подвергаются термической обработке (спеканию) при температуре ниже точки плавления основного компонента. В России наряду с московскими учеными и производственниками большой вклад в развитие порошковой металлургии внесли научные школы академика РАН Анциферова В.Н. (Научный центр порошкового материаловедения Пермского национального исследовательского университета) и профессора Дорофеева Ю.Г. политехнического Российский государственный политехнический университет (Новочеркасский политехнический институт) имени М.И. Платова) [54-58].

Режущие инструменты, оснащённые спеченными пластинами, вытеснять инструменты из быстрорежущих постепенно сталей. Сначала твёрдосплавными пластинками оснащались резцы, несколько позже фрезы, развёртки. В США, Германии и СССР приблизительно в одно и то же время (во второй половине 20-х годов) твёрдые сплавы были выпущены как товарная продукция. Эти сплавы, полученные из карбидов вольфрама и металлического кобальта (группа ВК), в США назывались, как и производящая их фирма, «карболой», в Германии «видиа» (т. е. как алмаз), в СССР они получили название «победит». Все эти твёрдые сплавы оказались превосходным материалом для металлообработки [59]. Это явилось причиной очередного скачка в области обработки повысило станкостроения механической деталей машин, производительность труда и экономичность обработки металлов резанием. С тех пор не было разработано новых композиционных инструментальных материалов на металлической основе, обладающих более высокими физико-механическими

свойствами. Это сподвигло ученых на использование твердого сплава в буровом инструменте, чтобы увеличить его срок службы и характеристики [59].

В середине XX в. получила дальнейшее развитие теория структуры и прочностных свойств многофазных материалов, к которым относятся твердые сплавы. Подробнее стало исследоваться коррозионностойкость, окалиностойкость и трещиностойкость твердых сплавов, с целью улучшения их свойств и, в случае применения их в буровых долотах, увеличения проходки долота [59].

Большой вклад в разработку различных марок твердых сплавов и становление их производства был внесен отечественными учеными. Выдающаяся роль в развитии советской твердосплавной промышленности принадлежит проф. Г.А. Меерсону, основателю кафедры порошковой металлургии и функциональных покрытий в Национальном исследовательском технологическом университете "МИСиС" [2]. Большое значение имеет вклад исследований многих ученых из России и стран СНГ из таких институтов, как Всероссийский научно-исследовательский институт твердых сплавов (г. Москва), Украинский институт материаловедения (г. Киев), Институт сверхтвердых материалов (г. Киев), Уральский филиал РАН (г. Кировоград), Уральский политехнический институт (г. Екатеринбург), Томский политехнический институт (г. Томск), Белорусский институт порошковой металлургии (г. Минск), Институт металлургии и материаловедения (г. Москва), Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения РАН (г. Черноголовка, Московская обл.) [31].

Сегодня трудно назвать отрасль промышленности, в которой в той или иной мере не использовались ТС [31]. Уникальные свойства по твердости, прочности, износостойкости, окалино- и жаропрочности, коррозионной стойкости позволяют применять твердосплавные изделия в качестве режущего инструмента, при бурении нефтяных скважин, в горно-обрабатывающей промышленности, при бесстружковой обработке металлов, в военной, атомной и космической технике, измерительном инструменте, вакуумной и электротехнической технике, для получения синтетических алмазов [3].

1.2 Классификация, марки, области применения и характеристики ТС

Твёрдые сплавы представляют собой особый класс композиционных материалов, микроструктура которых состоит из зерен карбида вольфрама и металлической связки на основе Со или других металлов группы железа в количестве 3...30% масс. [2]. Варьируя содержание связующего и величину зерна частиц карбида вольфрама в сплаве от <1 и до 20 мкм, можно изменять свойства сплава для применения его в широком диапазоне сфер — от вставок для горнобурового инструмента до режущих пластин для механической обработки стали, чугуна и цветных металлов.

Спеченные ТС могут быть разделены на следующие группы [36]:

- WC-Co твердые сплавы;
- WC-(Ті, Та, Nb)С-Со твердые сплавы;
- керметы (твердые сплавы с высоким содержанием TiC);
- специальные твердые сплавы.

WC-Co твердые сплавы. Сплавы данной группы называются двухфазными, они имеют наибольшее распространение. В сравнении с другими сплавами они обладают высокой прочностью в сочетании с низким абразивным износом вплоть до температуры резания 650 °C.

Согласно стандарту ИСО (ISO 4499-2:2010) ТС подразделяются на следующие группы в соответствии со средним размером зерна фазы WC, представлены на рисунке 4 [36]:

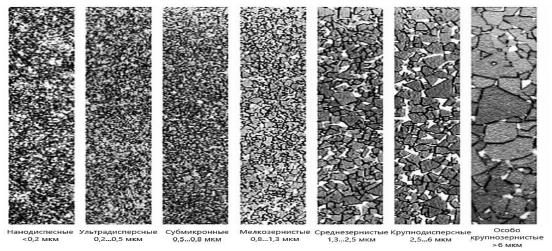


Рисунок 4 – группы и соответствующие им размеры зерен WC

Около 10% фирм в мире обладают современной технологией получения субмикронных твердых сплавов. К ним относятся в первую очередь Krupp Widia (Германия), основное зерно 0,5–0,6 мкм, и ряд фирм, где основное зерно 0,6–0,7 мкм: Kennametal Inc. (США), Hertel Kennametal AG (Германия), Sandvik Hard Materials (Швеция), Tizit AG (Австрия), Mitsubishi Metal Corp. (Япония), Hard Metal (Великобритания) и другие — около 30 фирм (отечественных названий в этом списке нет) [36].

Основными физико-механическими свойствами твердых сплавов группы WC-Co, влияющими на их эксплуатационные свойства, являются твердость, ударная вязкость, вязкость разрушения (трещиностойкость), прочность на сжатие и прочность на поперечный изгиб, которые, в свою очередь, определяются содержанием связующего и средним размером зерна WC. С увеличением содержания карбида вольфрама и уменьшением размеров его зерен возрастает твердость материала. С увеличением содержания связующего (кобальта) и размера зерен WC предел прочности при изгибе повышается. При увеличении содержания Со возрастает сопротивление сплава сжатию, максимум достигается при содержании масс. 6%, затем плавно снижается. Мелкозернистые твердые сплавы обладают более высокой прочностью на сжатие, чем крупнозернистые [36]. Трещиностойкость сплава растет с повышением содержания кобальта и увеличением зернистости. В процессе работы сплава его нагрев приводит к уменьшению твердости, пределу прочности на изгиб и сжатие. В интервале температур 20-200°С прочность твердого сплава на изгиб увеличивается, а с ростом температуры до 850-1000°С - активно снижается в 2-2,5 раза. С увеличением содержания связующего (Со) плотность ТС уменьшается, причем плотность мелкозернистых сплавов выше, чем крупнозернистых, за счет большего межзернового пространства, занимаемого кобальтом, который имеет меньшую плотность. Уменьшению износа твердосплавного инструмента способствует быстрый отвод тепла за счет хорошей теплопроводности [36]. Однако для стандартных, сплавов WC-Co, как правило, значение твердости и износостойкости могут быть повышены только за счет снижения трещиностойкости [36].

В настоящее время во всем мире производится порядка 50000...60000 тонн твердых сплавов [2]. Доля рынка твердых сплавов составляет:

- Европа 28%;
- Kитай − 39%;
- Страны БРИКС 13%;
- Япония 10% и 10%;
- Остальной рынок 10%.

Объем продаж на мировом рынке твердых сплавов по данным на 2020 г. превысил 26 млрд евро. По оценкам авторов работы [60] доля твердых сплавов для различных областей применения (по массе) составляет:

- металлообработка -22%;
- обработка дерева и пластмасс 26%;
- производство износостойких деталей 17%;
- горнодобывающая промышленность 26%;
- бесстружковая обработка металлов 9%,

Сплавы WC-Co получают методом порошковой металлургии, спеканием, а не плавлением. Отсюда и их название — металлокерамика, из-за сходства условий спекания с керамическими изделиями. Жидкофазное спекание твердых сплавов даёт основание рассматривать их как равновесную или приближающуюся к равновесной систему из трёх компонентов — вольфрама, кобальта и углерода [60].

Диаграммы состояния тройной системы W – Co – C позволяет понять процессы спекания и формирования структуры сплавов на их основе и объяснить их свойства. Наиболее подробный анализ исследований разных авторов, посвящённых построению диаграммы состояния тройной системы W-C-Co, выполнен Третьяковым В.И. [36]. На рисунке 5 показан концентрационный треугольник диаграммы состояния системы W – Co – C [1].

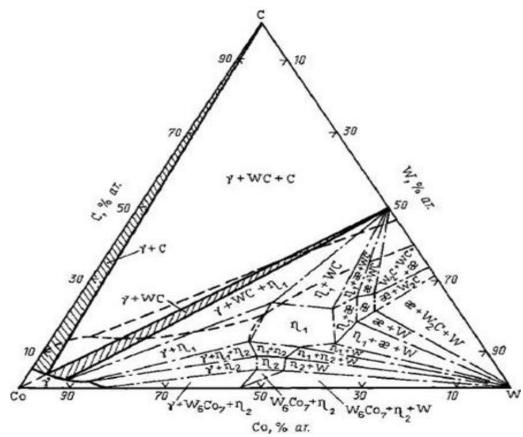


Рисунок 5 – диаграмма состояния системы W-Co-C

Согласно этой диаграмме, в тройной системе W – Co – C наличие эвтектик различного состава возникает в зависимости от содержания компонентов, а также твёрдого раствора на основе кобальта и различных карбидов, на основе недостатка углерода – W_2C , W_3Co_3C и др. [37]. Исследования реальных сплавов подтвердило наличие только двойного карбида W_3Co_3C и отсутствие других карбидов. В то же время это не говорит о теоретической невозможности их существования, так как практически сплавы получают, не достигая максимальных температур плавления [39]. Кроме двойной эвтектики γ +WC, в системе имеются тройные эвтектики γ +WC + C и γ +WC + η , где γ - твёрдый раствор вольфрама и углерода в кобальте, η – двойной карбид W_3Co_3C , η_1 , η_2 , η_3 – метастабильные двойные карбиды, не существующие при комнатной температуре [39].

Расположение двухфазной области WC $+ \gamma$ в концентрационном треугольнике относительно линии разреза Co - WC и её ширина имеют важное практическое значение, так как определяют допустимое колебание содержания углерода в технических сплавах без опасности появления в ней третьей фазы -

углерода или η₁-фазы [61]. На приведённой диаграмме эта область показана весьма условно. Ряд авторов проводили специальные исследования по определению границ двухфазной области. Результаты исследований весьма различаются, но можно отметить некоторые общие моменты: ширина области увеличивается при повышении содержания в сплаве кобальта. Поэтому для разных по содержанию кобальта марок сплава она будет различна [61].

По результатам исследований [44-47] для сплава ВК10 (10% Со масс.) ширина двухфазной области по углероду указывает значение 0,18% (6,04 – 6,22%)

Тщательное изучение допустимой границы содержания углерода в вольфрамокобальтовых сплавах, используемых для вооружения буровых долот, проводится в работе Сальникова М.А. [14]. Анализируя диаграмму на рисунке 5, можно сделать вывод об имеющейся существенной растворимости вольфрама и углерода в кобальте (однофазная область твёрдого раствора γ на диаграмме). Выше линии Со – WC располагается трёхфазная область γ + WC + C, и вдоль линии – узкая двухфазная область γ + WC. Ниже линии Со – WC предполагается наличие различных тройных соединений вольфрама, кобальта и углерода, существование которых при пониженных температурах не подтверждается [62].

Формирование структуры вольфрамокобальтового сплава происходит при высокотемпературном спекании прессованных изделий, то есть при нагреве до необходимой для этого температуры, выдержке при ней и последующем охлаждении, в вакууме. Температура спекания при изготовлении основных марок сплава находится в диапазоне 1340 - 1470°С, что обеспечивает условия для появления жидкой фазы Со, придания ей достаточной текучести и, с помощью давления, протекания процессов формирования почти беспористого сплава [63].

В начале нагрева происходит предварительное спекание без образования жидкой фазы, поскольку точка плавления чистого кобальта составляет примерно 1490°С. С ростом температуры вольфрам растворяется в твёрдом кобальте по линии аа' за счёт диффузии [64]. Когда состав твёрдого раствора γ достигнет точки а', начинается плавление и в спекаемом изделии появляется жидкость эвтектического состава, дальнейший подъём температуры и выдержка спекаемого

изделия при температуре 1400°C приведут к дополнительному растворению частиц карбида вольфрама в жидкой фазе, пока состав её не достигнет точки b (примерно 36% WC) и установится равновесие между жидкой и твёрдой фазой [64].

При спекании в жидком кобальте растворяется в зависимости от соотношения WC – Со до 30-35% карбида вольфрама. Затем при кристаллизации растворённый карбид выделяется из раствора, а часть его остаётся растворённой в кобальте и при комнатной температуре. Количество оставшегося в кобальте вольфрама определяется содержанием углерода в сплаве, так как выделение карбида из раствора происходит строго в стехиометрическом соотношении W – С [64]. Однако реальная структура состоит из двух составляющих – твёрдого раствора γ и зёрен карбидной фазы. Это объясняется тем, что выпадающие из жидкой фазы при охлаждении частицы карбида вольфрама и частицы карбида эвтектики оседают на первичных избыточных карбидах. Опыты, проводимые с высококобальтовыми сплавами (порядка 45% WC + 55% Co) показывают наличие в структуре и эвтектической фазы и вторичных карбидов [39].

1.3. Технология изготовления твердых сплавов

В данном разделе рассмотрены основные этапы приготовления твердосплавных изделий, от момента приготовления гранулированных смесей до спекания заготовок. Отклонения, возникшие на этих этапах, могут вызвать появления различных дефектов и брака в спеченных изделиях.

1.3.1 Приготовление гранулированных смесей

Приготовление порошковых смесей из компонентов, входящих в состав соответствующей марки твердого сплава - одна из основных операций в твердосплавном производстве. Практика показывает, что от качества операции смешения в значительной степени зависят свойства конечного продукта.

Основным способом приготовления твердосплавных смесей является смешивание и измельчение порошкообразных WC и Со в течение определенного

времени в шаровых мельницах или в аттриторах, в среде жидкого изогексана «мокрый размол») с добавлением пластификатора. (операция назначением этой операции является получение однородной смеси порошков в пределах микрообъемов за счет тесного смешивания компонентов и измельчения составляющих [5, 36]. Это достигается не ударным, когда требуется измельчение, а скорее истирающим действием твердосплавных шаров различного размера при их движении внутри вращающегося барабана. Режимы размола (перемешивания) подбираются эмпирическим путем. Для получения вольфрамокобальтовой смеси требуемых свойств в шаровых мельницах необходимо производить обработку шихты в течение 12-48 часов, а аттриторах 7-12 часов за счет более агрессивного режима размола. Это объясняется тем, что в их конструкции имеется вал с твердосплавными лопастями, который приводит в движение массу шаров и пульпы, а также пульпа с помощью насоса постоянно циркулирует по объему аттритора. Размол достаточно сильно влияет на формирование карбидного скелета. Время размола способствует подстройке кристаллических решеток, а это в свою очередь способствует развитию и упрочнению карбидного скелета WC. Каркас будет тем прочнее, чем однороднее по размерам частицы карбида вольфрама [31].

Процессы, происходящие при размоле компонентов смесей, сводятся в основном к разрушению конгломератов и дроблению зерен карбидов, разрушению конгломератов и измельчению частиц кобальта, и смешиванию частиц карбидов и кобальта между собой. Низкая прочность частиц порошка карбида вольфрама приводит к тому, что зерна сильно измельчаются при размоле и смешивании. Это, в свою очередь, приводит к увеличению значения коэрцитивной силы, т.е. уменьшению толщины кобальтовой прослойки [36].

Следующим этапом, является сушка методом распыления - это процесс удаления растворителя из продукта путем испарения находящейся в нем жидкости через форсуночную сушилку под действием температуры. Установка имеет камеру цилиндрической или цилиндроконической формы. Распыленные в камеру форсуночной сушилки эмульсии, суспензии или пастообразные материалы контактируют с горячим сушильным агентом (воздухом или топочным газом) и

вследствие чего обезвоживаются. Такой метод наиболее эффективен для получения мелкодисперсного сыпучего порошка или гранул. Также с помощью такой сушилки можно восстановить слежавшийся продукт, превратив его в качественный порошок. Готовые гранулы просеиваются через несколько сит для получения смеси однородной дисперсности (отделения мелких и крупных гранул) [36].

Далее твердосплавная гранулированная смесь обрабатывается в галтовочном барабане с целью придания гранулам округлой формы, для хорошей текучести и насыпной плотности на операции «прессование».

1.3.2 Формование твердосплавных заготовок

Не менее важной операцией твердосплавного производства, до процесса спекания, является операция формования (уплотнение гранулированного порошка) путем прессования [2]. У некоторых металлических порошков таких, как: вольфрам, молибден, порошки карбидов, частицы настолько твердые и прочные, что трудно поддаются деформации и формованию.

При формовании изделий из измельченных при размоле частиц порошка уплотнение достигается не за счет излома частиц, а за счет вдавливания более мелких частиц между крупными и уменьшения общей пористости заготовки по сравнению с исходной смесью (шихтой) [65]. Чтобы облегчить этот процесс в порошки добавляют смазывающее вещество — пластификатор, который как бы смазывает поверхность отдельных частиц, облегчая их скольжение друг относительно друга при прессовании, а также придает дополнительную прочность, обеспечивающую сохранность формы, до проведения спекания [66].

В отечественной твердосплавной промышленности в качестве пластифицирующего вещества используют в основном синтетических каучук, растворив который в бензине, вводят в смесь. Зарубежные производители используют такие пластификаторы, как парафин, гликоль в виде спиртового раствора, камфору в виде раствора в бензине, ацетоне или эфире, смолу (глипталь), растворенную в бензине или ацетоне. Широкое распространение в последнее время

получили поливинилацетат, поливинилгликоль, полиэтиленгликоль [66]. Однако в настоящее время не существует пластификатора, который удовлетворил бы всем требования твердосплавной промышленности.

Порошкообразные смеси для ТС разных марок подвергают формованию различными методами, применяемыми в порошковой металлургии, например [2]:

- Мокрое прессование;
- Последовательное циклическое прессование;
- Горячее прессование;
- Импульсное прессование;
- Изостатическое прессование;
- Вибрационное формование;
- Прокатка порошков;
- Мундштучное выдавливание и инжекционное формование;
- Литье под давлением;
- Сварка спеканием;
- Формование смесей методом пластифицированных заготовок.

1.3.3 Спекание твердосплавных изделий

Следующей операцией после формования является спекание — это один из основных процессов в производстве твердосплавных изделий, в результате которого высокопористое изделие превращается в практически беспористое, с требуемой структурой, физическими и механическими свойствами [66].

В порошковой металлургии под спеканием подразумевается процесс увеличения прочности межчастичного (контактного) сцепления, приводящий к увеличению прочности всего брикета под воздействием высоких температур. Для ТС в результате этого процесса появляется некоторое количество жидкой фазы, остающейся до конца спекания и приводящей к дополнительным явлениям по сравнению со спеканием в твердой фазе. Эта жидкость смачивает твердую фазу, в

ней также происходит частичное растворение твердых частиц (фаз) с последующей кристаллизацией [66].

Х.С. Кенон и Ф.В. Ленел сформулировали основные положения, описывающие процессы, происходящие при спекании в присутствии жидкой фазы [67]. Уплотнение при спекании осуществляется в три стадии: первая – жидковязкое течение и перегруппировка зерен твердой фазы в направлении более плотной их упаковки; вторая – растворение мелких зерен и переосаждение материала на более зернах (перекристаллизация через жидкую фазу), дополнительное уплотнение вследствие срастания зерен между собой, которое закономерностям спекания В твердой [67]. фазе сформулированные выше положения, В.Д. Кингери [68] пришел к выводу, что при жидком течении для уплотнения необходимо некоторое минимальное количество жидкой фазы, равное (при шарообразных частицах твердой фазы) ~ 35 % об. При меньшем количестве жидкой фазы уплотнение должно заканчиваться за счет других механизмов. Движущей силой физико-химических процессов, протекающих при спекании, является выравнивание значений химических потенциалов компонентов в объемах фаз, а также исчезновение межфазных поверхностей «твердое тело-газ» и «жидкость-газ» [68].

1.4. ТС в буровом инструменте как объект исследования и изучения

Породоразрушающий инструмент, применяемый для бурения глубоких нефтяных и газовых скважин, работает в сложных условиях, характеризующихся высокими температурами (600 - 900°С) и нагрузками (100 - 200 кгс/мм²) в зоне контакта породоразрушающих элементов с породой. Поэтому материалы, применяемые для изготовления породоразрушающего инструмента, должны обладать высокой твердостью, износостойкостью, трещиностойкостью и прочностью [3].

В СССР производство порошкообразного сплава вокар было начато в 1926 г., кусковых твердых сплавов релит и победит в 1929—1931 гг. [61]. С этого времени

все лопастные долота начали армироваться твердыми сплавами. Сравнение результатов испытаний долот с наплавленными лезвиями и армированных твердосплавными пластинами показало более высокую эффективность последних.

В настоящее время для оснащения долот (определяется в каждом конкретном случае) применяются ТС вольфрамокобальтовой группы (ВК6, ВК10, ВК15) с содержанием кобальта от 6 до 15% [61]. Горные породы, залегающие на большой глубине, под действием всестороннего давления приобретают высокую прочность на сжатие с одновременным повышением пластичности. Все это снижает эффект дробящего действия шарошечных долот, а высокая твердость и абразивность обуславливают быстрый износ твердосплавных лезвий долот, что дает низкие показатели по проходке и механической скорости бурения. Решить это можно наиболее прогрессивным инструментальным материалом, которым является алмаз. Он обладает уникальными физико-механическими свойствами, что обеспечило ему исключительную роль в развитии техники, в том числе глубокого бурения [61]. Однако, несмотря на то, что алмазное бурение в ряде случаев оказалось намного эффективнее шарошечного, широкого распространения оно не получило, так как выпуск этого инструмента лимитировался отсутствие пригодных для оснащения долот высокоскоростных технических алмазов, значительная часть которых приобреталась за границей [61].

Кроме того, алмазные долота имеют ряд недостатков:

- низкая механическая скорость бурения;
- высокая чувствительность к наличию в разбуриваемых толщинах включений крепких пород;
- необходимость больших затрат времени на подготовку скважины при переходе от шарошечного к алмазному бурению;
- наличие эффекта поршневания и связанные с ним осложнения ствола скважины;
 - высокая стоимость долот и большой дефицит алмазного сырья.

Следует отметить, что небольшой удельный вес алмазного бурения в общем объеме буровых работ на нефть и газ характерен не только для России, но и для

зарубежных стран [18]. Несмотря на то, что первые алмазные долота в нефтяном бурении США начали применяться примерно в 1947 г., их использование ограничивается исключительно твердыми, абразивными и другими трудно буримыми породами. К 1970 г. алмазным инструментом в США бурилось около 6% общего объема бурения на нефть и газ, остальное бурение проводилось шарошечными долотами, оснащенными твердосплавным и стальным вооружением [65]. Основные усилия исследователей и буровиков были направлены на повышение производительности и технико-экономических показателей, в первую очередь, при бурении в глубоких интервалах, поэтому долотам, оснащенным твердосплавным вооружением, было уделено большое внимание. Впервые вопросу износа твердых сплавов при бурении горных пород серьезное внимание было уделено Е.Ф. Эпштейном [31] в начале 50-х годов XX века. Дальнейшее развитие эти вопросы получили в работах Р. Шеферда, Л.А. Шрейнера, И.М. Зайцева и др [59]. Эти исследователи разработали существующие в настоящее время схемы испытаний, пригодные как для исследования горных пород на абразивность, так и для испытания инструментальных материалов на изнашивание, стойкость к долговечность. Над вопросами разрушения разрушению, инструментом различной конструкции работали многие исследователи. И.А. Остроушко Л.А. Шрейнер и другие [69], рассмотрели вопросы разрушения горных пород режущим инструментом.

Буровые долота должны обеспечивать надежность и длительность работы в условиях больших глубин при осевых нагрузках в десятки тонн, при высоких числах оборотов привода, скорости подачи, работая в химически активной высокоабразивной среде, где истираются даже природные алмазы [60].

Высокая стоимость буровых долот обусловлена применением для их изготовления дорогих многочисленных (до 300 наименований) исходных основных и вспомогательных материалов, а также строгим соответствием требованиям Международных стандартов к качеству, характеристикам и механическим свойствам изделия. Экономический эффект, получаемый в случаях любого, даже небольшого улучшения показателей работы буровых долот, связанных с

повышением их средней проходки и механической скорости бурения, снижением их количественного расхода на скважину, всегда многократно больше, чем общая стоимость расхода долот на скважину. Внедрение каждого нового, более эффективного бурового долота в масштабах страны обеспечивает значимую экономическую выгоду для страны [60].

1.4.1 Твердосплавное вооружение шарошечных долот

В настоящее время широко используются шарошечные буровые долота с твердосплавным зубчатым вооружением [70]. В каждом типе долота различают два вида вооружения: основное — зубки, расположенные на рабочих венцах шарошек для углубления забоя скважины; калибрующее - зубки, располагаемые на обратном конусе шарошек и калибрующие диаметр скважины. Зубки закрепляются в теле шарошки методом прессования [70].

Режимы работы каждого из этих вооружений различны. Если зубки основных рядов шарошек для разрушения породы должны осуществлять ее раздавливание, дробление, скалывание, то калибрующее вооружение работает только в режиме истирания. Поэтому требования к видам вооружения тоже разные. Калибрующие зубки, в первую очередь должны иметь повышенную износостойкость (стойкость к абразивному износу), они обычно изготавливаются из сплава ВК6С. Зубки основных рядов шарошек должны обладать хорошей стойкостью к ударным нагрузкам и высокой трещиностойкостью в сочетании с высокой износостойкостью, обычно изготавливаются из сплавов ВК10С и ВК15С [48].

Выбор типа вооружения и схемы размещения зубков в долотах определяются схемой поражения забоя, назначением долот и требованиями достижения максимальной эффективности разрушения горных пород в соответствии с их свойствами. Для улучшения основных показателей долот необходимо совершенствовать геометрические параметры твердосплавного вооружения — делать их более производительным по разрушению породы. Применение зубков сложных конструкций по сравнению с традиционными формами позволяет

значительно увеличить механическую скорость бурения, которая является определяющим фактором себестоимости добычи. Но их использование в долотах возможно только в случае, когда твердый сплав обладает максимально высокой пластичностью (трещиностойкостью) [48].

1.4.2 Виды и причины аварийного разрушения буровых шарошечных долот

Неправильный выбор типа долота, сплава вооружения, скорости вращения и подачи при разбуривании твердых, и абразивных пород могут привести к чрезмерному износу, или скалыванию зубьев, когда шарошки становятся совершенно «лысыми», но опора еще работоспособна. Прекращение вращения шарошек (чаще всего в результате заклинивания их опор или при наматывании сальника) приводит к полному износу зубьев шарошек [58].

Усталостное контактное разрушение проявляется после определенного числа циклов нагружений, когда на рабочих поверхностях возникают усталостные трещины, приводящие к хрупкому разрушению. Из всех областей, где износ является проблемой, наиболее агрессивная среда находится в горнодобывающей, минеральной, нефтедобывающей, перерабатывающей и туннельной промышленностях, где возможность повреждения WC-Co компонентов ведет к выходу из строя зубков и самого бурового долота. Из-за недостаточно высокого качества бурового инструмента годовой ущерб составляет десятки миллионов рублей. В машиностроении ежегодно по причине преждевременной поломки выходит из строя свыше 20% твердосплавного инструмента [58].

Под осложнением в скважине следует понимать затруднение ее углубления, вызванное нарушением состояния буровой скважины или бурового инструмента. Поломка долот вызывается нарушением условий бурения для конкретного долота или спуском дефектных долот при отсутствии проверки качества. Для ускорения бурения и минимизации стоимости работы, долота подвергаются увеличению скорости вращения и нагрузке [58]. Основные признаки поломки долота во время бурения - прекращение углубления скважины и сильная вибрация бурильной

колонны. Аварии на буровой скважине могут быть серьезными настолько, что приведут к серьезным поломкам бурового оборудования и вышки, гибели скважины, несчастным случаям с людьми и загрязнению окружающей среды. Как показывает практика, износ в ударных условиях имеет весьма широкое распространение в многочисленных отраслях машиностроения [58].

Основными видами износа долот, вызванными ударом, являются [58]:

- ударно-абразивный, вызванный при ударе по твердым частицам. Проявляется в случае, если твердость абразивных частиц выше твердости металлической или иной поверхности, с которой они взаимодействуют.
- ударно-гидроабразивный. Происходит при соударение металлических поверхностей, когда в зоне контакта находятся одновременно жидкость и твердые частицы, способные поражать поверхность изнашивания.
- ударно-усталостный. Происходит при многократном соударении поверхностей, без твердых частиц в зоне контакта, способных поражать их.
- ударно-тепловое изнашивание. Подвергаются прежде всего поверхности, работающие в условиях трения скольжения при высоких удельных давлениях на контакте. Для долот можно рассматривать как следствие значительной перегрузки, когда удельные давления на сравнительно небольших площадках контакта достигают значительных величин.

Таким образом, долота подвергаются комплексному изнашиванию, включающему многие виды износа, воздействующие на сталь и на твердосплавное вооружение, представленные на рисунках 6-9.

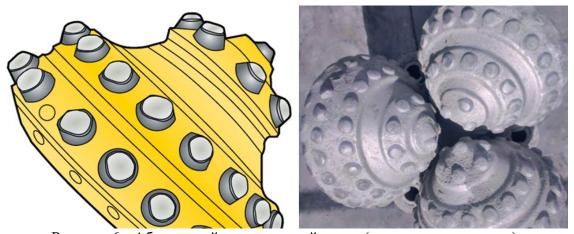


Рисунок 6 - Абразивный и эрозионный износ (истирание по высоте)



Рисунок 7 - Коррозия и выщелачивание вольфрамокобальтовых поверхностей

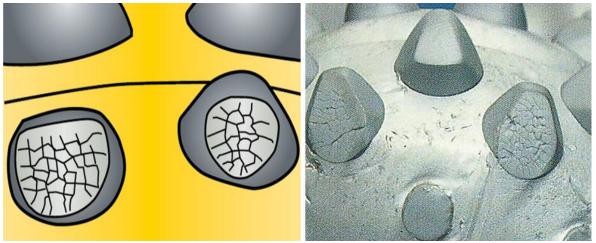


Рисунок 8 - Термическое трещинообразование твердосплавных зубьев

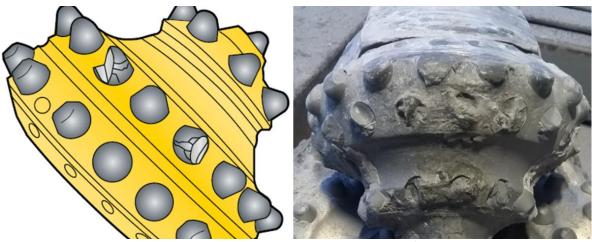


Рисунок 9 – Скол твердосплавных зубьев

Коррозия TC проходит через растворение селективного связующего в кислой среде, тогда как фаза WC не сильно подвержена коррозионному износу в кислой

среде, она проявляет активное растворение в щелочной среде, вызывает пагубное влияние на показатели стойкости. Исследования [71-76] показывают режимы разрушения буровых долот из карбида вольфрама и их прогнозирование в различных условиях работы, и исследование поверхности разрушения. К сожалению, невозможно иметь марку ТС с устойчивостью ко всем видам износа и разрушения.

Выход из строя бурового инструмента за счет разрушения твердосплавных зубков нередко обусловлен составом и свойствами карбидов вольфрама, геометрией (размер, форма и габариты) зубков, наличием дефектов сплава, имеющих различное происхождение и не выявленных своевременно. Основным видом выхода из строя бурового инструмента является скол твердосплавного зубка. Некоторые дефекты могут привести к разрушению зубков даже в процессе запрессовки в тело шарошки. Поэтому важной задачей является тщательный контроль качества изделий в партии в момент лабораторных исследований и производственных испытаний [77].

1.4.3 Типичные дефекты структуры сплава WC-Co и их влияние на изделие

В твердых сплавах с момента их открытия и использования обнаруживались неоднородности и различия по качеству. Продукция, изготовленная из одного и того же сплава, в одинаковых условиях эксплуатации имела различие по стойкости в несколько раз. Это объясняется различием параметров спекания, однородности сплава и размера частиц.

Производство вольфрамокобальтовых изделий - сложный технологический процесс, с большим числом (>20) технологических операций, каждая из которых может влиять на физико-механические свойства и однородность структуры [78-80]. Хранение исходных компонентов, изготовление смесей из них, формование, спекание в вакууме, механообработка - требуют соблюдения чистоты и условий на каждой операции. Даже небольшие отклонения по химическому составу могут привести к резкому снижению прочностных свойств, преждевременным сколам и

разрушению твердосплавного вооружения во время бурения. На протяжении последних 20-25 лет глубокое изучение влияния параметров различных технологических операций и оборудования на свойства твердых сплавов позволили значительно снизить степень неоднородности сплавов, но окончательно избавиться от нее до сих пор не удалось [81]. Основной задачей является соблюдение требуемого состава сплава во время спекания в вакууме.

Одним из возможных дефектов (неоднородностей) структуры вольфрамокобальтовых сплавов в процессе производства могут быть:

- Крупные кристаллы карбида вольфрама и их скопления;
- Компаундирование (скопление кобальта(β-фазы));
- Пористость;
- Свободный углерод;
- η-фаза (двойной карбид W₃Co₃C);
- Сегрегация WC

Повысить однородность и эксплуатационные свойства изделия из одной и той же марки сплава после спекания можно путем устранения неоднородности по содержанию углерода [2]. Основные явления изнашивания и деградации WC-Co сплавов в условиях повышенных нагрузок и температур в момент разрушения горных пород отражены в работе [82]. Анализ причин износа и выхода из строя буровых долот, связанных с дефектами твердосплавного вооружения, показывает, что проблема обеспечения высокой трещиностойкости зубков является одной из наиболее актуальных и требующей изучения [82].

1.4.3.1 Крупные кристаллы карбида вольфрама и их скопления

Крупные зерна карбида вольфрама, размер которых в три и более раз превышает средний размер таковых, должны отсутствовать в микроструктуре WC-Co сплавов [2]. Образование дефекта зависит от двух основных факторов: от выбора порошкового сырья (в основном порошка карбида вольфрама) и режимов

спекания. Присутствие порошка WC, как мелкой фракции, так и крупной фракции одной смеси. Мелкая фракция WC не желательно при перекристаллизовываются на участках с крупными зернами с образованием агломератов кристаллов, размер которых зависит от размера зерен в исходной смеси, температуры, времени выдержки и скорости охлаждения при спекании. В сплавах с более высоким содержанием связующего (Со) происходит не только увеличение средний размер зерна WC, но и количества крупных зерен. Повышенное содержание углерода в исходном карбиде вольфрама вызывает рост зерен WC при спекании. Это объясняется различным содержанием жидкой фазы в условиях спекания. Вышесказанное приводит к снижению механических и эксплуатационных свойств сплава. Испытания зубков в работе [16] выявили снижение числа циклов до разрушения с одним большим кристаллом в среднем от 2% до 7% и со скоплением крупных кристаллов в среднем от 5% до 32%. В научных работах описаны различные подходы, позволяющие не допустить появление крупных кристаллов и их скоплений в структуре вольфрамокобальтовых сплавов. Они заключаются в применение метода многостадийного спекания [83], иной технологии изготовления карбида вольфрама [84], использования в процессе спекания азота [85].

1.4.3.2 Компаундирование (Скопление кобальта (β-фазы))

Основной причиной неравномерного распределения связующего в твердом сплаве является плохое перемешивание компонентов твердосплавной смеси. При появлении «кобальтовых озер», большой концентрации связующего определенной зоне сплава, свидетельствует о том, что где-то имеются места, обедненные кобальтом. Такая неоднородность распределения кобальта приводит к снижению прочностных свойств сплава под нагрузками. По результатам воздействии, исследований при циклическом зубки cнеравномерным кобальта имели распределением низкие показатели, распространяются в основном по связующему, так как это более пластичная среда

по сравнению с карбидом вольфрама, которая тормозит их развитие [16]. Следовательно, в местах, где недостаточное содержание кобальта или он полностью отсутствует с большей вероятностью может произойти зарождение и распространение трещины под нагрузкой [81]. Как показали эксперименты в работе [16] при испытаниях зубков со скоплениями кобальта число циклов до разрушения снижалось, в среднем, от 8% о 2-х раз.

1.4.3.3 Пористость и свободный углерод

Одной из главных задач производстве твердых сплавов является создание спеченных изделий с минимальной пористостью. Любая пористость в структуре WC-Co, особенно углеродная, является концентратором напряжений. Это резко характеристики снижает эксплуатационные инструмента. Поэтому эксплуатационные характеристики буровых долот с таким сплавом резко падают [86]. Концентрация напряжения на границах пор, имеющих малый размер, приравнивает их к микротрещинам, этим обусловлено их основное влияние на снижение прочности сплава. Поры, размер которых 25 мкм, уже считаются крупными [80]. Основными факторами образования пор и неоднородности углерода являются: загрязнение порошков (попадание в смесь пыли, краски, волос, частиц бетона, металла и др.) недостаточный размол зерен, неоднородность материала (неравномерное распределение кобальта вследствие плохого перемешивания), недоспекание и недопрессование заготовок, присутствие избыточного углерода в свободном виде и в атмосфере печи спекания, проникновение углерода с поверхности графитового поддона и др.

Среди многочисленных публикаций по изучению влияния содержания углерода на физико-механические свойства вольфрамокобальтовых сплавов, наиболее важной является работа авторов Suzuki H. и Kubota H. [63]. Анализ результатов данного исследования демонстрирует, что предел прочности при поперечном изгибе снижается за пределами двухфазной области, т.е. в результате появления либо η-фазы, либо свободного углерода в микроструктуре. Спекание под

высоким давлением (газостатирование) позволяет снизить общую пористость сплава в несколько раз и убрать отдельные крупные поры в структуре, так же и горячее изостатическое прессование (газовые включения растворяются в β-фазе при высоких температурах и давлении). При стендовых испытаниях зубков с пористостью снижения числа циклов до разрушения составляло, в среднем, от 31% до 3-х раз [16, 86].

1.4.3.4 η-фаза (двойной карбид W₃Co₃C)

Прочность сплава при поперечном изгибе максимальна в двухфазной области вблизи «низкоуглеродистой» границы. С появлением η_1 – фазы (двойной карбид W₃Co₃C) этот показатель снижается [87]. В момент спекания, из-за высокой скорости нагрева и малым временем выдержки, восстановление оксидов Со газами печи происходит лишь на небольшую глубину сплава. Восстановление оксида во внутренних слоях изделия происходит за счет углерода WC, это приводит к обезуглероживанию сплава и образованию хрупкой фазы, отвечающей формуле Со₃W₃С (η-фазе). Разница по содержанию углерода в поверхностных слоях и в середине изделия зависит от объема изделия и дефицита углерода в исходной смеси [87]. Наличие η-фазы на шлифах сплава может представлять из себя вид «кружев» и «озерков». Образование таких дефектов как двойной карбид Co₃W₃C и свободный углерод, можно избежать путем регулирования содержания общего углерода в исходных порошках WC и Co, а также используя специальные операции нормализующего спекания. Происходит насыщение углеродом до одного уровня всех изделий, в результате этого после окончательного спекания в инертной среде, двухфазные сплавы приобретают износостойкость, близкую к минимальной, а прочность – приближающуюся к максимальной для двухфазных сплавов. Снижение числа циклов до разрушения составляло, в среднем, от 27% до 3-х раз [86]. Произведя науглероживание изделия с помощью газа или спекания в нормализующей засыпке, что требует продолжительной выдержки, можно исправить данный дефект [80].

1.4.3.5 Сегрегация WC

Сегрегации является нежелательным дефектом вольфрамокобальтового сплава и нередко обнаруживается в структуре в виде темных или светлых областей (зон) различной формы и размеров. Данная область имеет отличительную от основной части материала дисперсность зерен, что видно даже при небольших увеличениях. Поэтому правильнее называть сегрегацию - загрязнением другим сортом сплава, который возник в процессе производства. Дефект может возникнуть из-за плохой очистки оборудования после перехода на другой сорт сырья, например, аттриторов, промежуточных ёмкостей, а также самой установки сушки распылением и её рабочей зоны. Зоны сегрегации отличаются по физикомеханическим свойствам от структуры основного изделия, поэтому её наличие нежелательно в сплаве. Испытания зубков с дефектом сегрегации выявили среднее снижение числа циклов до разрушения от небольшого до значительного — от 2 до 24% [85-87].

1.4.4 Способы изготовления и повышения качества ТС инструмента

Функционально-градиентные сплавы

Одновременно повысить твердость и трещиностойкость вольфрамокобальтовых изделий позволяет создание функционально-градиентных сплавов (ФГС). Впервые получение ФГС производилось с помощью прессования изделий из двух разных сплавов WC-Co и последующего спекания [88]. Также существуют способы, основанные на процессах миграции жидкой связки во время жидкофазного спекания [89-95].

Градиент содержание кобальта в WC-Co может быть достигнут путем создания градиента содержания углерода, благодаря науглероживаю поверхностного слоя изделия, одной из первых это внедрила и запатентовала фирма Sandvik, Щвеция (торговая марка «DP grades»). В работах [96-102] описывается более совершенная промышленная технология, позволяющая

получать сплавы с различным профилем распределения кобальта и разной толщиной поверхностного слоя (от 1...2 до 5мм). Благодаря этому получается более высокая комбинация трещиностойкости и твердости в поверхностной зоне в сравнении с традиционными ТС, имеющими равномерное содержание связующего и средний размер зерна карбидной фазы. Это обеспечивает значительное повышение эксплуатационной стойкости инструментов для вращательного и перфораторного бурения [96]. Однако данная технология требует наличие специального оборудования и технологического процесса.

Алмазосодержащие твердые сплавы

Широкое распространение в настоящее время получает инструмент для бурения нефтегазовых скважин с ТС пластинами, на которые при сверхвысоком давлении напрессован слой поликристаллического алмаза толщиной 1...3мм. Этот слой представляет собой алмазные зерна, сцементированные кобальтовой связкой, что является аналогом WC-Co сплава, в котором зерна карбида вольфрама заменены на алмазные зерна. Относительно высокая себестоимость и хрупкость налагают ограниченность на области применения [103].

Твердые сплавы, изготовленные методом SPS

За прошедшее десятилетие было написано много работ, посвященных спеканию ТС методом искрового плазменного спекания (Spark Plasma Sintering(SPS)), где спекание происходит за счет пропускания через графитовую пресс-форму с порошковой массой компонентов твердого сплава больших токов под давлением [104-106]. Однако данный метод не позволяет добиться высоких значений предела прочности при изгибе и эксплуатационных свойств изделий, изза наличия высокой остаточной пористости. Проведя жидкофазное спекание методом SPS, можно достичь 100 %-ной плотности, однако при этом

микростростуктура твердосплавных изделий мало отличается от твердых сплавов, полученных обычным спеканием, а стоимость гораздо выше.

Получение твердых сплавов с помощью аддитивных технологий

При производстве изделий сложной формы из металлов, сплавов и композиционных материалов, актуальным на данный момент является использование аддитивных технологий (АТ) [107]. Однако данные о применении аддитивных технологий для получения ТС весьма ограниченны [108-110]. Имеется несколько патентов [108, 109], суть которых заключается в получении гранулированных порошков твердых сплавов, используемых для получения изделий с помощью аддитивных технологий. Невысокое качество поверхности твердосплавных изделий, полученных методами АТ, является существенным фактором, сдерживающим их широкое применение в промышленности. Кроме того, себестоимость твердосплавных изделий, полученных методами аддитивных технологий сравнительно высока, что тоже ограничивает их широкое применение [110].

1.5 Трещиностойкость твердых сплавов

Имеется значительный объем опубликованной информации об испытаниях на вязкость разрушения (трещиностойкость) по Палмквисту для твердых сплавов, которые представляют собой разновидность композита со сложным составом и микроструктурой [111-142].

Одним из внутренних недостатком данных материалов является относительно низкие прочность на изгиб и трещиностойкость, что обычно делает их более восприимчивыми к чрезмерному выкрашиванию или в результате скола при работе [111, 112]. Таким образом, это представляет собой исследовательскую проблему и практическую трудность. Однако не существует единого уравнения

определения трещиностойкости, обеспечивающего хорошую точность при всех нагрузках вдавливания или для всех типов профилей подповерхностных трещин [113].

Для традиционных твердых сплавов заявлена хорошая корреляция между коэффициентом интенсивности напряжения (K_{Ic}) и вязкостью разрушения по Палмквисту (W_k) [114, 115]. Это подтверждается сравнением исследований трещиностойкости по методу Палмквиста с валидированными стандартными испытаниями линейно-упругой механики разрушения твердых тел [116-120].

Основной целью работы [121] является получение достоверного значения вязкости разрушения одиночных зерен карбида вольфрама (WC). Образцы, сформированы с помощью фрезерования сфокусированным ионным пучком из отдельных частиц WC, внедренных в цементированный карбид марки WC-Co. В связи с этим установлено, что среднее значение вязкости разрушения для одиночных зерен WC в пределах двухфазной взаимопроникающей сетки, существующей в цементированных карбидах, составляет 5,6 ± 0,8 МН*м^{-3/2} [121].

Проводилось сравнение спеченного однофазного карбида WC (bWc) со средним размером зерна 0,4 мкм и спечённого WC–10Co со средним размером зерна 0,75 мкм, которые были изготовлены методами искрового плазменного спекания и классического вакуумного спекания. Исследована коррозионная стойкость и остаточная трещиностойкость этих материалов после погружения и выдержки в растворе NaOH. Оба материала продемонстрировали снижение прочностных свойств после погружения W_k (bWC) = 7.75 MH* $M^{-3/2}$, M_k (WC-10CO) = 12.9 MH* $M^{-3/2}$ [122].

С использованием остаточной прочности в качестве критического параметра оценивалась устойчивость спеченных образцов WC-Co к коррозионным повреждениям путем погружения в раствор шахтной воды на различное время. По мере увеличения выдержки коррозионное повреждение приводит к снижению прочности на основе эффектов повышения напряжений, связанных с образованием поверхностных коррозионных ям [123].

Легирующие добавки

Исследовалось добавки Mo_2C влияние на микроструктуру И антикоррозионные свойства сплавов WC-6%Co, изготовленных по технологии спекания (SPS). электроискрового плазменного C увеличением уменьшился средний размер зерна, антикоррозионная способность к кислотам и щелочам повысилась, трещиностойкость оставалась стабильной $W_k = 9.5...10$ $MH*m^{-3/2}$, однако в образцах с содержанием $Mo_2C = 1...4$ % масс, значительно снижалась $W_k = 8...7 \text{ MH*} \text{м}^{-3/2}$ [124]. При добавлении в сплав NbC от 0 до 2% масс. происходит увеличение твердости и снижение трещиностойкости от 12.1 до 10.3 МН*м-3/2, с достижением максимума при содержании 2%. масс. [125]. Легирование твердого сплава Cu позволяет получить твердость (90,7 HRA) и трещиностойкость (14,3 МН*м^{-3/2}) мелкозернистого карбида WC-10(Co/Cu). [126]. Использование SPS технологии с добавлением Си эффективно повышает твердость и износостойкость твердых сплавов. Однако недостаточная диффузия меди и плохое смачивание зерен WC Cu отрицательно сказывались на плотности и механической прочности, что приводило к снижению трещиностойкости сплава WC-6Co. Содержание добавки меди 1% масс. оказывает наибольшее влияние на плотность и механические свойства твердых сплавов $W_k = 13,36 \text{ MH*}\text{M}^{-3/2}$ [127]. В работе [128] проводилось добавление в вольфрамокобальтовый сплав рутения Ru. С увеличением количества легирующего компонента во всех исследуемых образцах повышается твердость, благодаря сочетанию малого размера зерна и упрочнения ТС. Добавки рутения, как правило, снижали трещиностойкость, хотя для некоторых образцов наблюдались улучшение. В работе [129] исследовались семь композитов с различным связующем с суммарным общим содержанием 8% масс.: WC-Co, WC-Ni, WC-CoNi, WC-CoCr, WCNiCr, WC-CoNiCr и WC-NiCrMo. Наличие добавки Cr в связующем, у некоторых составов, способствует повышению износостойкости к истиранию. Несмотря на разные значения твердости, практически все образцы имели соизмеримую трещиностойкость $W_k = 9,0...9,9 \text{ MH*m}^{-3/2}$.

Градиентные сплавы

Функционально-градиентные сплавы (ФГС) представляют собой особый класс композитов, обладающих хорошими механическими свойствами, которые могут сохраняться даже при воздействии высоких температур [130, 131]. Микротвёрдость снижается от внешнего слоя к промежуточному слою, а затем снова увеличивается во внутренней части, в то время как профиль вязкости разрушения показывает противоположную тенденцию. Внешний слой – 13 МН*м- $^{3/2}$, промежуточный – 18 MH*м $^{-3/2}$, внутренний - 15 MH*м $^{-3/2}$ [132]. ФГС с содержанием Со в поверхностном слое около 7% масс., а в сердцевине около 14% масс. имеют твердый поверхностный слой, с трещиностойкостью внутреннего около 20 МН*м-3/2, таким образом данный образец является одновременно прочным и твердым. [133]. Также сплавы с градиентным расположением зерен WC получают путем послойного прессования и микроволнового спекания. Средний размер зерна WC во внутреннем слое составляет 529 нм, а во внешнем слое всего 274 нм. Из-за разницы в содержании Со и размере зерна WC, ФГС имеют твердость по 90,8 HRA на поверхности, которая снижается до 86,8 HRA в сердцевине, однако трещиностойкость увеличивается от 11,53 на поверхности до 18,12 МН*м^{-3/2} в центральной зоне [134].

Использование других технологий получения твердых сплавов

В работе [135] авторами описана технология электроискрового плазменного спекания (SPS), которая позволяет обеспечить лучшую химическую совместимость твердого сплава с различными компонентами по сравнению с традиционным методом спекания, что должно положительно сказаться на трещиностойкости. Для сплава ВК8С, изготовленного методом SPS, трещиностойкость $W_k = 12,27 \text{ MH*m}^{-3/2}$ [136]. Использование связующих на основе Cr в производстве твердых сплавов, изготовленных методом SPS в качестве альтернативы связующим на основе кобальта, перспективно в тех случаях, когда требуется высокая износостойкость.

Дополнительное добавление углерода от 5,59...6,96% масс. к таким сплавам снижает трещиностойкость сплава от 8,2 до 7,1 МН*м^{-3/2} [137].

При струйной 3D-печати композитов из порошка WC-Co исследовалось влияние насыщения связующего (60-250 %) и времени высыхания (30-45 с). Часть образцов получилась со средним размером зерна WC $1,6\pm0,7$ мкм, средней твердостью по Виккерсу 1270-1320 HV60 и трещиностойкостью порядка 17-22 МН*м $^{-3/2}$, что соответствует традиционно производимым WC-Co со средним размером зерна [138].

Исследованы две марки сплава WC-6Co, WC-10Co, изготовленные с помощью процесса спекания с электрическим сопротивлением (ERS), который заключается в пропускании электрического тока через порошковую массу, формуемую под давлением. Использовалась разная сила тока и время его прохождения. Физические и механические свойства изготовленных материалов зависят от энергии (сила тока и время спекания, материал пресс-формы, приложенное давление и т. д.), подведенной при электрическом спекании. Трещиностойкость образцов составила W_k (WC-6Co) = 9,4...13,7 MH*м^{-3/2} и W_k (WC-10Co) = 11,1... 19,2 MH*м^{-3/2} [139].

Аддитивные технологии с помощью селективного электронно-лучевого плавления металлов позволяют получать беспористые твердосплавные изделия. Исследования показали возможность изготовления изделий сложной формы из сплава WC-13Co, однако при аддитивной технологии идет сильный рост зерен WC и получается слоистая структура. В итоге такой сплав в зависимости от слоя имеет трещиностойкость по методике Палмквиста от 13 до 20 МН*м-3/2 [140].

Влияние агрессивных сред и износа

Обнаружено, что несущая способность и трещиностойкость исследуемой марки твердого сплава (WC-6%Co) значительно снижается после воздействия агрессивных сред. Это связано с изменениями поверхности материала, превращаемой в пористый слой, состоящий из карбидного скелета без связующего

вещества поверх нетронутой твердосплавной подложки [141]. Исследуемый корродированный твердый сплав демонстрирует более низкую несущую способность и сопротивление распространению трещин, чем исходный. Твердость по Виккерсу сильно корродированных образцов снижается до 11–12 ГПа, т. е. примерно на 60 % от эталонной, определенной для некорродированных образцов. Трещины от индентирования алмазной пирамиды имели множество разветвлений, что, в конечном итоге, приводит к образованию макроскопических разрушений по краям отпечатков вмятин [141].

В качестве макроскопических показателей износа ТС исследовались потеря объема материала и изменение формы. Использовалось девять марок твердых сплавов с различным содержанием связующего, составом связующего, средним размером зерен WC и диапазоном распределения зерен WC по размерам. Средние потери объема при полномасштабном бурении показывают заметную разницу между марками ТС [142]. Наименьшие объемные потери наблюдались для долота, оснащенного маркой с узким гранулометрическим составом зерен WC и чистой кобальтовой связкой. Более высокие скорости износа наблюдались для марок ТС с нормальным распределением зерен WC и чистым кобальтовым связующим, тогда как самые низкие характеристики или самые высокие скорости износа наблюдались для марок с другими связующими на основе никеля. Использование более узкого гранулометрического состава WC приводит к меньшим потерям объема при бурении и испытаниях [142].

1.6 Патентный обзор по теме диссертации

1) Hans-Wilm Heinrich Manfred Wolf Dieter Schmidt Uwe Schleinkofer. Cermet having a binder with improved plasticity US Patent US6024776A (2000) [143]. Патентообладатель: Kennametal Inc.

Говорится, что связующее, имеющее ГПУ структуру в твердом сплаве, может приводить к охрупчиванию связующей фазы. Решение проблемы включает использование связующего, обладающего более высокой пластичностью.

Настоящее изобретение направлено твердый сплав, содержащий на предпочтительно связующее, имеющее структуру ГЦК, с улучшенной пластичностью, которое является стабильным даже в условиях высоких напряжений и/или деформаций [143]. Твердый сплав, содержащий связующие с улучшенной пластичностью, имеет выше трещиностойкость. Хотя по сравнению с «обычное» сопоставимым металлокерамическим материалом, имеющим связующее, металлокерамика, имеющая пластичное связующее, может иметь более низкую твердость, что можно регулировать путем изменения распределения зерен по размерам и/или количеству WC без ущерба для прочности трещиностойкости, и даже приводя к их увеличению [143].

2) I.Konyashin, B.Ries, F.Lachmann, Cemented carbide and process for producing same, WO 2011/058167 (2011) [144]. Патентообладатель: Авторы

Настоящее изобретение относится к спеченному карбиду, содержащему зерна WC, 3-20% масс. связующего, выбранного из Со или Со и Ni, и ингибитора роста зерен, при этом средний размер зерен WC находится в диапазоне от 180 нм до 230 нм, по меньшей мере 10±2% зерен WC имеют размер более 50 нм и 7±2% зерен WC имеют размер от 50 до 100 нм [144]. Изобретение также относится к способу получения цементированного карбида, включающему этапы измельчения порошка WC с удельной поверхностью (ВЕТ) 3,0 м²/г или выше со связующим и ингибиторами роста зерен; прессование заготовок; предварительное спекание заготовок в H₂ при 400°C до 900°C в течение 5-30 мин; спекание в вакууме при температурах от 1340°C до 1410°C от 3 мин до 20 мин; и вакуумно-компрессионном спекании при давлении Аргона от 40 до 100 бар при температуре от 1340°C до 1410°C от 1 до 20 мин [144].

3) U.S. Patent No. 5,325,747 (Santhanam et al.) Entitled "METHOD OF MACHINING USING COATED CUTTING TOOLS" [145].

Патент гласит, что твердосплавный инструмент WC без покрытия (Co = 0.6% масс. Cr_3C_2 - 0.5% масс. WC - 93.5% масс.) является одним из лучших

инструментальных материалов для обработки титана. В патенте упоминается, что инструмент без покрытия ограничен для использования на низких скоростях. Патент также раскрывает использование подложки WC-Co с PVD-покрытием из олова [145]. Содержание кобальта в сплавах, упомянутых в примерах, варьировалось от 6 до 11,5% масс. Подложка представляет собой композит с твердосплавными зернами с добавлением хрома. Покрытие включает в себя, по меньшей мере, один слой CVD, который может иметь растягивающие остаточное напряжение, и, по меньшей мере, один слой, имеющий высокое остаточное сжимающие напряжение. Было обнаружено, что режущий инструмент особенно полезен при обработке титановых сплавов и суперсплавов [145].

4) Pankaj B. Trivedi, Pankaj Kumar Mehrotra. Cemented carbide articles and applications thereof. US20160177426A1, 2016 [146]. Патентообладатель: Kennametal Inc., Latrobe, PA (US).

Описаны изделия из спеченного ТС, которые в некоторых вариантах проявляют повышенную стойкость к износу и термическому разрушению, а также выдерживать изменения в содержании углерода без образования нежелательных фаз, включая η-фазу и/или свободный углерод (пористость С-типа) [146]. Это может облегчить производство и использование марок карбидов, где содержание углерода строго не контролируется. Спеченный вольфрамокобальтовый образец, описанный здесь, содержит фазу твердых частиц, включающую карбид вольфрама, И фазу металлического связующего, содержащую, по меньшей мере, одну из кобальта, никеля и железа и одну или более легирующих добавок, при этом спеченный цементированный карбид имеет магнитное насыщение (MS) в диапазоне от 0% до 73% и не содержит η-фазу [146].

5) Е. А. Левашов, И. Ю. Коняшин, А. А. Зайцев, Е. Н. Авдеенко, Е. И. Замулаева, Способ получения твердых сплавов с округлыми зернами карбида вольфрама для породоразрушающего инструмента. Патент РФ 2687355 от

10.10.2018, по заявке № 2018135769 от 10.10.2018, опубликован 13.05.2019 бюлл. № 14 [147];

Изобретение относится к области порошковой металлургии, в частности, к крупнозернистым твердым сплавам системы WC-Co/Ni/Fe. Может применяться для производства породоразрушающего твердосплавного инструмента. Крупнозернистые узкофракционные порошки WC с зернистостью 5-20 мкм смешивают без размола с порошками кобальта или железа, или никеля в количестве 5,91-9,85% и функциональной добавкой W в количестве 0,5-2% до гомогенного состояния. Изобретение направлено на повышение предела прочности при изгибе, трещиностойкости и твердости крупнозернистых твердых сплавов WC-Co/Ni/Fe [147].

1.7 Доля рынка шарошечных долот с твердосплавным вооружением

По области применения можно выделить два крупных направления долот: для нефтегазовой отрасли и для горнорудной и прочих отраслей. Рынок горнорудных и нефтяных долот составит оценочно 12 млрд. евро в 2020, ожидаемый ежегодный рост до 2024 ~ 3% [148].

Основные тренды и тенденции по рынкам:

Нефтегазовая отрасль

- Мировой рынок нефтегазовых долот составил 921 млн. евро; прогнозируется рост мирового рыка на 3 % ежегодно до 2024;
- Примерно 80% рынка разделено между крупнейшими игроками Schlumberger, Halliburton, NOV, Baker Hughes;
- Мировой рынок комплектующих к нефтегазовым долотам превышает рынок самих долот на 4.5%;
- Около 88% мирового потребления нефтегазовых долот и комплектующих занимают Северная Америка, Азия и бывший СССР [148].

Горнорудная и прочие отрасли

- Мировой рынок горнорудных долот составил 11 млрд. евро в 2020; ожидаемый ежегодный рост на 4% ежегодно до 2024;
 - Sandvik и Atlas Copco занимают 62% рынка;
- Мировое потребление всех типов долот более чем на 50% сосредоточено в Китае; шарошечные долота в основном потребляются в Южной Америке и Азии [148].

Доля АО «Волгабурмаш» на внутреннем рынке буровых долот для нефтегазовой промышленности оценивается на уровне 83%. ООО НПП «Буринтех» - порядка 3%. ОАО «Уралбурмаш» занимает порядка 82% рынка буровых долот для горнорудной промышленности. Примерно 12% и 14% российского рынка буровые нефтегазовой занимают импортные долота ДЛЯ отрасли горнодобывающей промышленности, соответственно. Присутствие китайских производителей последнее время становится все более заметным. Недостаточный уровень качества и ограниченная номенклатура выпускаемых долот позволяет им конкурировать лишь на ограниченном сегменте рынка. Существенное влияние на рынки, в первую очередь на российский, в будущем может оказать высокая скорость развития китайского производства [148].

В таблице 1 представлены крупнейшие потребители буровых долот производства АО «Волгабурмаш» и ОАО «Уралбурмаш.

Таблица 1 - потребители долот на Российском рынке.

По нефтегазовым долотам:	По горнорудным долотам:
Сургутнефтегаз	Норильский Никель
Газпром	Лебединский ГОК
Лукойл	АЛРОСА
Татнефть	Карельский окатыш
Роснефть	Апатит
Руснефть	Южный Кузбасс
Славнефть	Михайловский ГОК

Примечательно, что зарубежные буровые долота не превосходят отечественные по качеству, однако существенно выше по цене (от 30% до 3 раз).

Иностранные компанию считают российский рынок одним из самых перспективных [148].

1.8 Твердосплавные отходы

Сохранение высокого уровня добычи вольфрама в скором времени приведет к истощению запасов крупнейших российских месторождений, содержащих наиболее качественные руды.

В производстве твердых сплавов и при их использовании в промышленности образуются отходы, которые являются весьма ценным вторичным сырьем, сбор и переработка которого позволит восполнить сокращение добычи вольфрама и кобальта. Это также позволит снизить материальные и энергетические затраты по сравнению с добычей, и переработкой природного сырья, а также сохранить природный ландшафт, и уменьшить негативное воздействие на окружающую среду. Ученые активные разработки области ведут утилизации вольфрамосодержащих отходов, совершенствуя технику и технологию процесса [149-151]. Однако утилизация до сих пор остается весьма низкопроизводительным процессом, который состоит из множества этапов с задействованием различного оборудования, операций и химикатов, высокотемпературной карбидизации, что делает его энергозатратным, трудоемким и дорогостоящим, а в итоге повышает стоимость вторичного твердосплавного порошка [152].

Исходя из вышесказанного, актуальным является работа не только по улучшению технологии по сбору и переработки TC, но и работа по снижению образования вольфрамокобальтовых отходов в промышленности.

1.9 Заключение по результатам литературного обзора

Сегодня, в резко обострившейся рыночной конкурентной борьбе, а также политической обстановке, особое значение перед учеными, изобретателями, инженерами, машиностроителями и буровиками нашей страны приобретает задача

сохранения и совершенствования отечественного долотного производства путем создания высокоэффективных буровых долот, жизненно и экономически необходимых для дальнейшего развития добывающих отраслей промышленности нашей страны.

В настоящем разделе выполнен литературный обзор по исследуемой теме: описана история возникновения твердого сплава, области его применения, описаны классификация, марки и структура вольфрамокобальтовых сплавов, приведен пример основных технологических операций производства ТС. Описаны виды разрушения буровых долот, типичные дефекты микроструктуры WC-Co сплавов и их влияние на эксплуатационные свойства. Перечислены иные способы изготовления ТС, их преимущества и недостатки, последние из которых заключаются в дороговизне и наличии сложного оборудования. Представлен анализ современных мировых источников и патентный обзор по теме диссертации. буровых Проведенное Произведен обзор рынка долота. исследование литературных данных показало наличие проблем В производстве породоразрушающий инструментов:

- Одной из причин аварийного прекращения работы долота является скол твердосплавного вооружения, вызванный неправильным выбором или недостаточной трещиностойкостью сплава.
- Наличием в структуре сплава дефектов, снижающих его физикомеханические свойства и трещиностойкость.
- Отсутствием глубокого исследования влияния производственных факторов на свойства сплава.

Из представленных выше проблем формируются следующие задачи для диссертационного исследования:

- 1) Провести анализ трещиностойкости серийных твердосплавных зубков.
- 2) Провести исследование влияния различных технологических факторов на физико-механические свойства, трещиностойкость и микроструктуру.
- 3) Исследовать влияние типичных дефектов WC-Co сплава на физикомеханические свойства и трещиностойкость.

- 4) Улучшить технологию производства твердосплавного вооружения с целью повышения физико-механических и эксплуатационных свойств.
- 5) Провести сравнение свойств изделий собственного производства и импортного.
- 6) Рассмотреть возможность экономии дорогостоящих материалов при производстве твердосплавного вооружения буровых шарошечных долот.

ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛЫ, ОБОРУДОВАНИЕ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

2.1 Исходные основные и вспомогательные материалы

В твердосплавном производстве помимо основных материалов также применяется большое количество вспомогательных материалов, обеспечивающих проведение технологического процесса изготовление твёрдосплавного вооружения. К ним относятся жидкость для проведения размола — изогексан; технологическая оснастка — графитовые поддоны; газы для создания среды спекания в печах — водород, аргон, смесь природного газа.

В данной главе будут рассмотрены только основные материалы, используемые в производстве твердосплавных зубков в АО «Волгабурмаш» и в настоящей работе.

2.1.1 Карбид вольфрама порошкообразный

Карбид вольфрама порошкообразный – один из двух основных компонентов для производства большого количества материалов из вольфрамокобальтовых сплавов благодаря тому, что он обладает уникальными физико-химическими свойствами, твердость, износоустойчивость, такими как высокая стойкость теплопроводность, окислению, хорошая сопротивляемость К термическому удару и высокая температура плавления.

Карбид вольфрама порошкообразный марки WC7 (средний размер частиц 7 мкм), применяемый в данной работе, должен соответствовать требованиям технических условий. Карбид вольфрама образован наиболее тугоплавким металлом — вольфрамом и наиболее тугоплавким неметаллом — углеродом, и это выделяет его среди других металлоподобных карбидов [153].

Для изготовления WC7, применяемого в AO «Волгабурмаш», используется следующее исходное сырье: вольфрам по CTO 00196144-0713-2004 и углерод технический марки П803 по ТУ 2166-001-00149707-98 или Т900-Т по ТУ 412-853-

91. Карбидизацию данного сырья производят свыше 1800 °C в водородной атмосфере. Готовый карбид вольфрама должен отвечать следующим требованиям. Массовая доля основного компонента — вольфрама, должна быть не менее 99,90%. Её определяют по разности между 100% вещества и суммой массовых долей примесей, приведённых в таблице 2, при этом массовая доля кислорода не учитывается.

Таблица 2 - Содержание примесей в WC7

Вещество	Fe	Al	Si	Ca	Ni	Nb	S	Mo
Содержание не более, %(масс.)	0,020	0,002	0,005	0,010	0,010	0,025	0,010	0,045
Вещество	С	K	Na	Cr	Cu	Mn	Mg	Sn
Содержание не более, %(масс.)	0,010	0,010	0,010	0,010	0,005	0,002	0,002	0,002

Примечание: Стехиометрическое содержание общего углерода 6,08-6,16%.

Дисперсность (средний размер частиц по Фишеру) и насыпная плотность порошков вольфрама должны соответствовать для WC7 - 6.0...8.0 мкм. По ГОСТ 6613-86 порошок карбида вольфрама должен проходить через сито с ячейкой сетки N = 0.18 (80×80 mesh -0.132 мм ASTM E2016-06).

Порошок WC7 имеет высокую удельную площадь поверхности, обладает повышенной активностью и способствует абсорбции кислорода из окружающего воздуха. Поэтому с целью предотвращения окисления порошков вольфрама необходимо их упаковывать и хранить в герметически закрытых полиэтиленовых пакетах в условиях вакуума или инертного газа, при температуре окружающей среды не выше 20°С. На рисунке 10 представлен полученный с помощью РЭМ снимок микроструктуры карбид вольфрама порошкообразного марки WC7.

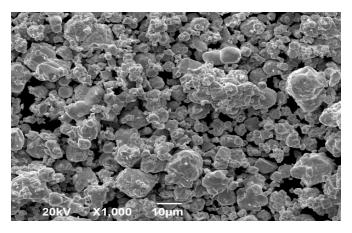


Рисунок 10 – структура порошка WC7, увеличение x1000

2.1.2. Кобальт металлический порошкообразный

Кобальт (Co) — твердый, серебристо-белый металл (с желтоватым оттенком из-за тонкого слоя оксидов), в периодической системе находится в одной группе с такими элементами как Fe и Ni. Значение плотности составляет примерно 8,9 г/см³. Существует в двух кристаллических модификациях:

- α-Со (ГПУ решетка) при температурах от 20 до 427°С;
- β-Со (ГЦК решетка) при температурах от 427 до 1494°С (температура плавления кобальта) [153].

Материал имеет высокие значения коэрцитивной силы, остаточной индукции и магнитной энергии. Температура, при которой кобальт теряет свои ферромагнитные свойства и становится парамагнетиком, - (точка Кюри) 1121°С. Кобальт является одним из основных компонентов в твердых сплавах, выступая в роли металла-связки, цементируя частицы карбидов тугоплавких металлов. Являясь более пластичным чем прочие вещества и основной металл – вольфрам, кобальт улучшает вязкость сплава и уменьшает его чувствительность к ударам и трещинообразованию. Обладает наименьшим углом смачивания с карбидом вольфрама, что обеспечивает наиболее плотную структуру и высокую прочность. Кобальт порошкообразный получают путем восстановления в потоке водорода оксида кобальта Со₃О₄ (Со не менее 71% масс.) при температуре 470 - 540°С [154]. Технические требования, предъявляемые к порошку мелкодисперсного кобальта, поставляемого в АО «Волгабурмаш», указаны в таблице 3.

Таблица 3 – Технические требования к порошку кобальта

Проверяемый параметр	Требования
Содержание кобальта, %	≥ 99
Содержание кислорода, %	≤ 0,5
Содержание никеля, %	≤ 0,1
Содержание железа, %	≤ 0,1
Содержание углерода, %	≤ 0,05
Содержание кальция, %	≤ 0,05
Содержание кремния, %	≤ 0,03
Содержание серы, %	≤ 0,02
Содержание ост. примесей, %	≤ 0,01
Средний размер частиц по Фишеру, мкм	1,01,5

На рисунке 11, представлен полученный с помощью РЭМ снимок микроструктуры кобальта порошкообразного.

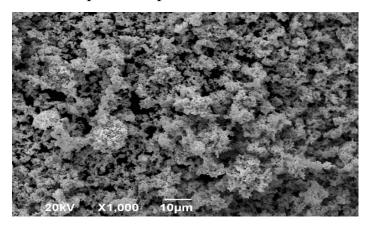


Рисунок 11 – структура Со, увеличение х1000

2.1.3 Парафин нефтяной

В металлургическом цехе АО «Волгабурмаш» при производстве гранулированной твердосплавной смеси опытным путем был выбран в качестве пластификатора парафин нефтяной твердый П-2 (высокоочищенный). Твердые парафины должны изготавливаться в соответствии с ГОСТ 23683-89. Представляет из себя кристаллическую массу белого цвета, получается из дистиллятного сырья.

По степени очистки твердые нефтяные парафины подразделяются на высокоочищенные и очищенные. Физико-химические показатели парафина П-2 должны соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице 4.

Таблица 4 - Свойства парафина марки П-2

Наименование показателей	П-2
Внешний вид	Кристаллическая масса белого цвета
Температура плавления, °С	не ниже 52°С
Массовая доля масла, %, не более	0,80
Цвет, условная марка, не более	4
Запах	Отсутствие
Содержание бенз-α-пирена	Отсутствие
Пенетрация иглой при 25°C, единицы, не более	-

На рисунке 12 представлен сделанный с помощью РЭМ снимок микроструктуры парафина нефтяного.

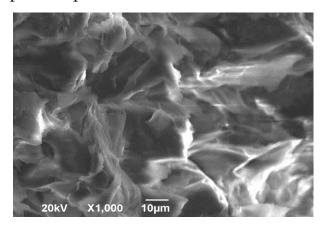


Рисунок 12 – структура парафина, увеличение х1000

2.1.4 Технический углерод

Технический углерод марки Т-900, применяемый в твердосплавном производстве АО «Волгабурмаш», используется в качестве компонента смеси исходных материалов (шихты) на операции «дозирование весовое» (взвешивание) при изготовлении твердого сплава с целью корректировки углеродного баланса.

Технический углерод Т-900 — малоактивный, получаемый термическим разложением природного газа, с низким показателем дисперсности и низким показателем структурности. Изготавливается негранулированным. Имеет плотность 1,8 — 2,2 г/см³. Основные характеристики технического углерода определяются качеством сырья и способом получения: размер частиц, удельная абсорбционная поверхность, структурность. Ниже в таблице 5 представлен химический состав технического углерода.

Таблица 5 – Химический состав технического углерода

Химический	Углерод, С	Водород, Н	Кислород, О	Cepa, S	Минеральные
состав, %					вещества
Значение	89-99	0,3-0,5	0,1-10	0,1-1,1	0,5

По физико-химическим показателям технический углерод марки Т-900 должен соответствовать требованиям ГОСТ 7885-86, представленным в таблице 6.

Таблица 6 - Физико-химические показателям углерода марки Т-900

Наименование г	Норма для марки Т-900	
Удельная условная по	12-16	
Массовая доля потерь при	0,4	
Зольность, %,	0,15	
Массовая доля остатка, % не	0045	0,08
более, при просеве через сито с	005	0,001
сеткой	014	0,02

На рисунке 13 представлен сделанный с помощью РЭМ снимок микроструктуры углерода технического.

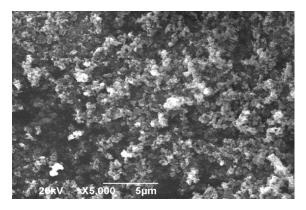


Рисунок 13 – структура углерода технического Т900, увеличение х5000

2.1.5 Карбид хрома порошкообразный

В результате опытной работы в качестве легирующей добавки для улучшения микроструктуры бурового твердого сплава в металлургическом цехе АО «Волгабурмаш» был выбран карбид хрома Cr_3C_2 наплавочный порошкообразный ТУ 14-22-28-90 КХНП-2, предназначенный для использования в качестве шихтового компонента сердечников порошковых электродных материалов, легирующих покрытий, штучных наплавочных смесей и сплавов. Его также используется в качестве добавки к карбиду вольфрама при изготовлении режущего инструмента, так как он препятствует росту зерен WC при спекании, что увеличивает эксплуатационные свойства и качество инструмента [155].

Высший карбид Cr_3C_2 обладает высокими показателями твердости (и вследствие этого –износостойкости) и жаростойкости [156]. Получение высшего КХНП-2 в виде порошка обычно проводят простым путем карботермического восстановления оксида хрома (III) в печи по реакции [156, 157]:

$$3Cr_2O_3 + 13C = 2Cr_3C_2 + 9CO (1)$$

В качестве углеродного материала (являющегося в данном случае как восстановителем, так и карбидообразующим элементом) используется ламповая сажа с удельной поверхностью Syд = 14...18 м²/г [158]. Химический состав карбида хрома наплавочного порошкообразного марки КХНП-2 и его технологические свойства должны соответствовать нормам, указанным в таблицах 7 и 8, соответственно.

Таблица 7 – химический состав КХНП-2

	Массовая доля элементов, %				
Марка	**	Углерод	Примес	и не более	
	Хром, не менее связанный, не менее	Общие	В т.ч. углерод, свободный		
КХНП-2	85,0	12,5	2,5	0,4	

Таблица 8 – технологически свойства карбида хрома

Наименование показателя	Значение показателя
Внешний вид	Порошкообразный серого цвета с
	характерным металлическим блеском
Насыпная плотность порошка, $(\Gamma/\text{см}^3)$, не	2,8
менее	
Текучесть порошка, не более, сек	60
Влажность порошка (%), не более	0,25

На рисунке 14 представлен сделанный с помощью РЭМ снимок микроструктуры карбида хрома.

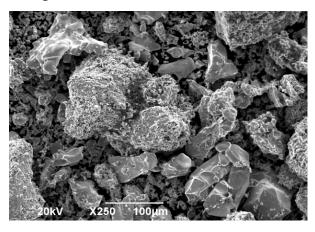


Рисунок 14 – структура порошка КХНП-2, увеличение х250

2.1.6 Порошок вольфрама

Порошок вольфрама, восстановленный ПВВ (W 1.35) ТУ 174246-00196150-001-2006 применяется в качестве легирующей добавки к серийным твердосплавным смесям, производимым в АО «Волгабурмаш». Порошок вольфрама, предназначенный для производства твёрдых сплавов, представляет

собой металлический порошок различных оттенков — от серого до тёмно-серого или даже чёрного цвета, полученный восстановлением оксида вольфрама WO_3 водородом при температурах порядка 800 - 1200°C. Температура восстановления влияет на зернистость вольфрамового порошка. Порошок вольфрама W 1,35 должен иметь дисперсность (средний размер частиц по Фишеру) = 1,25 ...1,45 мкм и насыпную плотность = 1,85 ... 2,21 г/см³.

Содержание основного компонента и доля примесей в порошке вольфрама, без учета кислорода, должны соответствовать таблице 2. На рисунке 15 представлен сделанный с помощью РЭМ снимок микроструктуры порошка вольфрама восстановленного.

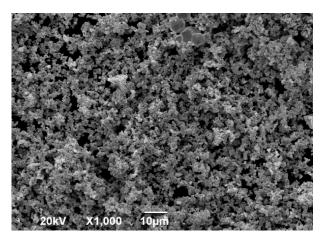


Рисунок 15 – структура ПВВ, увеличение х1000

2.1.7 Гранулированный твердосплавный порошок

Порошки вольфрамокобальтовых смесей предназначены для прессования твердосплавных заготовок комплектующих буровых долот (зубки, гидромониторные насадки, пяты и др.) и изготавливаются в соответствии с требованиями Стандарта Предприятия (СТП) 582 АО «Волгабурмаш» [5].

Химический состав и технологические свойства твердосплавных гранулированных смесей должны соответствовать требованиям, представленным в таблицах 9 и 10, соответственно.

Таблица 9 – химический состав смесей

Марка сплава	Содержание общего углерода, %*	Содержание свободного углерода, %	Кобальт, Со %	Парафин, %	
ВК6С	5,725,80		6± 0,5		
BK10C	5,505,58	не более 0,05	$10,0 \pm 0,5$	$2,0 \pm 0,25$	
BK15C	5,175,25		$15,0 \pm 0,5$		
*- является факультативным значением					

Таблица 10 – технологические свойства смесей

Марка сплава Насыпная плотность, г/см 3		Текучесть, сек
ВК6С	3,653,85	
ВК10С	3,453,65	не более 30
ВК15С	3,203,40	

Обозначение твердосплавных смесей ведется следующим образом, например, наименование марки твердого сплава:

- ВК вольфрамокобальтовый твердый сплав;
- Цифра 6, 10 и 15. обозначает содержание кобальта в сплаве в % масс;
- С обозначает зернистость сплава, среднезернистый.

Физико-механические свойства сплавов должны соответствовать требованиям таблицы 11. Определяются на спеченных образцах, изготовленных из твердосплавной смеси соответствующей марки сплава.

Таблица 11 – физико-механические свойства твердосплавных смесей

Марка сплава	Плотность, г/см ³	Твердость, HRA	Коэрцитивная сила, Э	Магнитное насыщение, Гаусс∙см ³ /г	Предел прочности при попер. изгибе, кгс/мм ²
ВК6С	14,8515,05	89,690,6	110145	8,79,6	не менее 230
ВК10С	14,4314,63	87,688,4	7595	14,516,0	не менее 245
BK15C	13,9014,10	86,087,0	7090	21,024,0	не менее 270

Пористость и микроструктура сплавов должны соответствовать нормам, указанным в таблице 12.

Таблица 12 – Пористость и микроструктура зубков твердосплавных

	Пористость по шкалам, максимум			WC-фаза	
Марка сплава	А (<10 мкм)	В (<30 мкм)	С (свободный углерод)	Средний размер зерна, мкм	Отдельные крупные зерна, мкм, не более
ВК6С				2,02,5	
ВК10С	A1	В0	C1	2,53,0	35
BK15C				2,53,5	

В структуре твердого сплава не допускается:

• Наличие η-фазы (двойного карбида вольфрама и кобальта «кружевной» и «озерковой» форм) для всех марок сплавов.

В структуре сплава допускается, но с ограничениями:

- участки скопления β-фазы (компаундирование кобальта) не более трех участков в сечении исследуемого шлифа, с размером одного участка не более 15 мкм для сплавов ВК9С, ВК10С, ВК15С и не более 10 мкм для сплава ВК6С;
- участки неравномерного распределения α-фазы скоплений кристаллов WC;
- участки примесей другого сорта (сегрегации), с размером одного участка не более 80 мкм и общим линейным размером всех участков не более 250 мкм на всем сечении исследуемого шлифа для всех марок сплавов.

На рисунке 16 представлены фотографии гранул и поверхности готовых смесей.

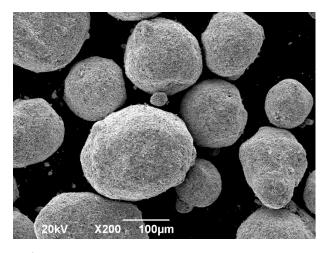


Рисунок 16- фотографии порошковых гранулированных смесей, увеличение х250

2.1.8 Готовая гранулирования смесь импортного производства

В данной работе рассматриваются покупные готовые гранулированные вольфрамокобальтовые порошковые смеси различных производителей. Покупные гранулированные вольфрамокобальтовые порошковые смеси с содержанием 90% - WC и $10 \pm 0.2\%$ Co, масс., размер зерен WC до 3 мкм, с использованием пластификатора на основе парафина, представлены в таблице 13:

Таблица 13 – покупные твердосплавные смеси

Производитель	Страна
AO «Волгабурмаш»	Россия
Поставщик 1.1	Германия
Поставщик 1.2	Китай
Поставщик 1.3	Россия
Поставщик 1.4	Россия

На рисунке 17 представлен сделанный с помощью РЭМ снимок микроструктуры гранул и поверхности готовых смесей

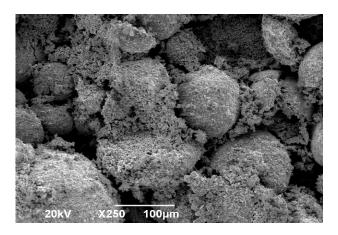


Рисунок 17 – структура покупных твердосплавных порошков, увеличение х250

2.1.9 Спеченные твердосплавные зубки импортного производства

Спечённые твердосплавные зубки разных производителей и сплавов, соответствующих стандарту предприятия АО «Волгабурмаш» СТП 582, представлены в таблице 14:

Таблица 14 – покупные твердосплавные зубки

Производитель	Содержание кобальта, % масс.	Страна
	6	
AO «Волгабурмаш»	10	Россия
	15	
	6	
Поставщик 2.1	10	Россия
	13	
Поставщик 2.2	10	Германия
Поставщик 2.3	10	Китай
Поставщик 2.4	6	Швеция
Поставщик 2.5	10	Германия

2.2 Методики исследования сырья и готовых изделий

В настоящей работе использовались общепринятые для твердосплавного производства методики контроля химического состава, физико-механических и

технологических свойств сплава, изложенные в ГОСТ 3882-74 (ISO 513-75) и специальной литературе [158].

Качество твердосплавного вооружения буровых долот, прежде всего, зависит от свойств вольфрамокобальтовых сплавов, из которых они изготовлены. Общепринятые методы анализа твердосплавных материалов, в ходе которых можно определить соответствие полученных характеристик спеченных сплавов принятым нормам, существенно отличаются от условий износа зубков при работе долота на забое [158].

Таким образом анализ стандартных характеристик вольфрамокобальтовых сплавов является необходимым, но не достаточным для полноценного контроля качества. Одним из направлений повышения информативности лабораторной оценки является применение дополнительных методик и испытаний. В практике для определения большинства прочностных свойств и упрощения проб подготовки применяется определение физико-механических свойств на специальных образцах-свидетелях, изготовленных из смеси данной партии сплава [158].

2.2.1 Метод определения содержания общего и свободного углерода

Содержание углерода — основной параметр при производстве твёрдого сплава контролируется на протяжении всего цикла производства твёрдого сплава — от входного контроля исходных порошков карбида вольфрама и кобальта до анализа гранулированных смесей и спеченных изделий. Определение содержания углерода в твёрдом сплаве производится в соответствии с ГОСТ 25599.1-83 (ISO 3907:2009) [158].

В АО «Волгабурмаш» анализ содержания общего углерода проводят на анализаторе углерода СS-444 фирмы LECO, укомплектованном индукционной печью HF-400 под управлением компьютера. Сущность метода заключается в сжигании в потоке кислорода навесок образца (порошка) с добавлением флюса, помещенных в керамические тигли. Все содержимые данной пробы элементы окисляются. В результате в каталитическом нагреватели получается двуокись

углерода. Измерение содержания углерода происходит за счет спектра поглощения при абсорбции инфракрасного излучения, проходящего через измерительные ячейки и последующего его детектирования. Результат замера выдаётся с точностью и повторяемостью до 0,0001%.

2.2.2 Метод определения насыпной плотности и текучести

Насыпная плотность — это масса свободно насыпанного порошка в единице объема. Она зависит от плотности порошка, размера и формы его частиц, плотности их укладки и состояния поверхности. Более высокую насыпную плотность обеспечивают сферические частицы однородного гранулометрического состава. От массы порошка, засыпанного в объем пресс-формы, зависят производительность прессов и усадка при спекании.

ГОСТ 19440-94 (ISO 3923) устанавливают два способа определения насыпной плотности:

- Часть 1 описывает метод определения насыпной плотности с помощью воронки;
 - Часть 2 метод определения с помощью волюмометра Скотта [159].

Сущность метода в обоих случаях состоит в измерении массы определенного количества порошка, заполняющего целиком в свободно насыпанном состоянии емкость известного объема. В АО «Волгабурмаш» используется Часть 1 (метод воронки).

Текучесть порошка — его способность перемещаться под действием силы тяжести, зависит от плотности материала, грансостава, формы и состояния поверхности частиц и т.д. Она определяет время заполнения смесью пресс-формы и учитывается для определения скорости работы пресса. Форма пресс-оснастки также определяется текучестью порошка. Текучесть ухудшается при увеличении влажности порошка, его удельной поверхности и доли мелкой фракции. Метод определения текучести порошков твердых сплавов с помощью калиброванной воронки устанавливает ГОСТ 20899-98 (ISO 4490-78) [160].

2.2.3 Метод определения предела прочности на изгиб

Для оценки прочностных характеристик вольфрамокобальтовых сплавов, имеющих незначительную пластичность, используют измерение прочности при поперечном изгибе в соответствии с ГОСТ 20019-74 (ISO 3327:2009). Сущность метода состоит в разрушении испытуемого образца (типа «В»), прямоугольного сечения [61], с соответствующими стандартам размерами, свободно лежащего двух цилиндрических на опорах, при непродолжительной равномерно возрастающей нагрузки к середине образца цилиндром с погрешностью не более 1%. Все три цилиндра должны быть одного диаметра из диапазона 3,3...6,0мм. Шероховатость поверхности шлифованного образца должна быть RA≤0.63 мкм по ГОСТ 2789-73. Оценку полученных в результате испытаний свойств проводили в соответствии с ГОСТ 20019-74 [161].

2.2.4 Методика определения плотности

Плотность образцов измеряли по ГОСТ 20018-74 (ASTM B311-58, ISO 3369). Метод заключается в результатах двух измерений массы исследуемого предмета. Методом гидростатического взвешивания на электронных аналитических весах с точностью измерения 10^{-4} г измерялась плотность спеченных образцов твердых сплавов. Сущность метода заключается в измерении массы образца на воздухе и в дистиллированной воде. Гидростатическую плотность рассчитывали по формуле:

$$\rho_{\Gamma} = \rho_{\rm B} \times \frac{M_1}{M_2 - M_3} \tag{2}$$

где ρ_{Γ} – гидростатическая плотность образца, г/см³;

 $ho_{\scriptscriptstyle \rm B}$ — плотность воды при температуре испытания, г/см³;

 M_1 – масса образца на воздухе, г;

 M_2 – масса образца на воздухе, покрытого защитной пленкой, г;

 M_3 – масса образца, покрытого защитной пленкой в воде, г.

2.2.5 Метод определения коэрцитивной силы

Метод определения коэрцитивной силы по намагниченности для твердых сплавов, содержащих не менее 3 % (по массе) ферромагнитной связки, устанавливает международный стандарт ГОСТ 24916-81 (ISO 3326:1975). Сущность метода заключается в намагничивании образца в постоянном магнитном поле постоянным током до степени технического насыщения в постоянном магнитном поле и определения коэрцитивной силы по намагниченности как напряженности магнитного поля обратного направления, необходимого для полного размагничивания образца в соответствии с рисунком 18.

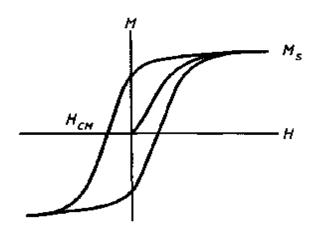


Рисунок 18 - Кривая коэрцитивности

H - напряженность магнитного поля, $\kappa A/M$ (Э); M- намагниченность испытуемого образца, $\kappa A/M$ (Э);

Ms - намагниченность при техническом насыщении, кА/м (Э);

Нсм - коэрцитивная сила по намагниченности, кАм (Э) [159]

Для испытания используют прибор, обеспечивающий намагничивание образца постоянным током до состояния технического насыщения в постоянном магнитном поле и обеспечивающий его размагничивание [160]. В АО «Волгабурмаш» для определения коэрцитивности твердосплавных зубков применяют магнитометр фирмы LDJ COERCIMETER cm-8000.

2.2.6 Методика изготовления металлографических шлифов

Для необходимо исследования микроструктуры твердых сплавов приготовить микрошлифы. Шлифовку образцов проводят на алмазных кругах зернистостью 100 мкм и 40 мкм, полируют на кругах с применением алмазных паст [161]. Техническим результатом является получение высокой степени наглядности кобальтовой [162]. фазы твердого сплава Объемная структуры картина распределения дефектов кобальтовой фазы существенно дополняет применяемые металлографические методы контроля качества твердых сплавов [163].

Шлифование образцов для дальнейших исследований производились на глубину 2,5 мм от поверхности рабочей части зубка, что является средним значением от максимальной глубины износа твердого сплава («рабочей зоной зубка») до момента непригодного для работы состояния долота.

2.2.7 Методика измерения твердости

Измерение твердости по Роквеллу HR60 проводили на механическом твердомере «Louis Small 8U» в соответствии с ГОСТ 25172-82 (ISO 3878-83) при нагрузке на образец 60 кг*с. Индентор, применяемый в тестах по Роквеллу, - алмазный наконечник НК-1 изготовленный по ГОСТ 9377-81. Время вдавиливания — 4 сек. Единицы измерения — HRA [164,165].

2.2.8 Методика измерения трещиностойкости

Исследования трещиностойкости твердосплавных заготовок производили на универсальном твердомере ROCKWELL® HARDNESS TESTER 600MRD-600MRD/S по методу Палмквиста в соответствии со стандартом ISO 28079:2009. Для проведения исследования можно использовать образец любой формы, главное, чтобы сохранялась плоскопараллельность исследуемой и противоположной поверхности. Испытуемая поверхность должна быть отполированная и очищена от загрязнений.

Анализ проводится с переменной нагрузкой на образец от 580 до 1471 Н (от 60 до 150 кг*с), так как для более пластичных сплавов, необходимо использовать нагрузки в 100 кг и выше для получения трещин в углах отпечатка [1]. Сущность этого метода заключается в индентировании шлифованной поверхности образца алмазной четырехгранной пирамидой (наконечник НП-2) и последующем анализе поверхности. Время вдавливания индентора — 15 секунд.

Отпечатки индентора исследуются с использование оптического микроскопа марки «Carl Zeiss Axiotech 100 HD». По методике теста на вязкость по Палмквисту проводится измерение длин диагоналей отпечатка и следов трещин, расходящихся от углов отпечатка индентора, в соответствии со стандартом ИСО 28079:2009. Часто такие трещины называют — «Трещины Палмквиста». Схематическое изображение характеристик вмятины для измерения (A) и фотография отпечатка при увеличении х320 (B) представлены на рисунке 19.

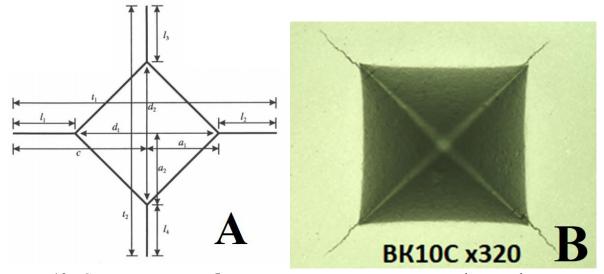


Рисунок 19 - Схематическое изображение характеристик вмятины и фотография отпечатка индентора при увеличении x320

Метод 1. Отношение нагрузки на вдавливание к длине трещины.

 W_G рассчитывается по отношению нагрузки на вдавливание P к общей длине трещины T, где T измеряется одним из показанных методов на рисунке 19.

$$W_G = \frac{P}{(t_1 - d_1) + (t_1 - d_2)} \tag{3}$$

 W_G выражается в единицах H^*mm^{-1} , что эквивалентно Дж $^*m^{-2}$ (т.е. выделение энергии деформации показатель).

Метод 2 - Расчетное значение вязкости разрушения (трещиностойкости)

 W_K получают из W_G по следующей формуле [166 – 168]:

$$W_k = A\sqrt{HV} \cdot \sqrt{W_G} \tag{4}$$

где

$$HV = \frac{1,8544 \times P}{\left[(d_1 + d_2) \times \frac{1}{2} \right]^2}$$
 (5)

HV - твердость сплава по Виккерсу (H^*mm^{-2}); A -эмпирическая константа со значением 0,0028. WK выражается в $MH^*m^{-3/2}$.

Для традиционных твердых сплавов заявлена хорошая корреляция между K_{Ic} и W_K [114-115]. Это подтверждено сравнением с валидированными испытаниями по согласованному стандартному методу [114, 115, 169].

2.2.9 Исследование микроструктуры спеченных образцов и система компьютерного анализа

Металлографический метод исследования микроструктуры твердых сплавов проводили в соответствии с ISO 4499:2020. Для анализа микроструктуры используют металлографический микроскоп с увеличением до х1600 и раствор Мураками для травления поверхности [170].

Основными контролируемыми параметрами микроструктуры вольфрамокобальтовых сплавов являются остаточная пористость и свободный углерод, размер зерна, наличие дефекта η-фазы (двойной карбид W₃Co₃C), анализ однородности микроструктуры (большие кристаллы, скопления кристаллов, скопления Со – компаундирование, сегрегация WC – участки примесей другого сорта) [170]. Традиционными методами оценки микроструктуры являются сравнения с эталонными фотографиями. Эталонные шкалы для оценки остаточной пористости заложены в стандартах ГОСТ 9391-80 (ISO 4505-1978). Также в стандарте предприятия СТП 582 АО «Волгабурмаш» имеется своя шкала для оценки остаточной пористости. Во всех этих стандартах остаточная пористость разделяется на четыре группы: 1) пористость типа А; 2) пористость типа В; 3) пористость типа С (свободный углерод) 4) отдельные крупные поры. (пористость

типа В размером свыше 30 мкм) [170]. Однако есть небольшие расхождения в пределах разделения. Так для всех стандартов пористостью типа А являются поры до 10 мкм, а для пористости типа В, например, в ISO заложены пределы 10-25 мкм, в то время как в СТП – меньше 30 мкм.

Также для анализа микроструктуры в АО «Волгабурмаш» применяется аппаратный комплекс системы, состоящий из металлографического микроскопа, цифровой камеры и компьютера, оснащенного специальным программным обеспечением SIAMS 700 [170]. Принцип работы программного обеспечения основан на измерении объектов изображения структуры, приведенного к бинарному виду. Средний размер зерна WC определяют по ASTM E112-12 методом линейных секущих.

2.2.10 Сканирующая электронная микроскопия

Сканирующий растровый электронный микроскоп (РЭМ) является одним из наиболее универсальных методов для исследования и анализа микроструктуры твердых тел [159, 171].

Основными причинами его широкого использования является высокая разрешающая способность, возможность исследования материалов без дополнительной подготовки, диапазон фокусного расстояния, что придает объемность изображению и, наконец, применение множества приставок, позволяющих более подробно изучить материал. Для формирования изображения в РЭМ используют вторичные и отраженные электроны. Колонна микроскопа состоит из электронной пушки, формирующей ускоренный пучок электронов, направленный вдоль оптической оси. На сегодняшний день разрешающая способность РЭМ зависит от чувствительности детектора вторичных электронов.

Анализ морфологии поверхности частиц порошков проводился на сканирующем растровом электронном микроскопе фирмы «Jeol JSM-6390A», обладающем высокой разрешающей способностью. Рентгеноструктурный фазовый анализ (РФА) используют с целью определения фаз в исследуемом образце -

идентификацию (качественный анализ) и определение относительного количества фаз (полупроколичественный анализ) на основе анализа дифракционной картины при облучении образца [159, 171, 172].

Съемку спектров рентгеновской дифрактограммы проводили посредством автоматизированного дифрактометра марки ARL X'trA (Thermo Scientific) при непрерывном сканировании с использованием монохроматического $Cu_{K_{\alpha}}$ излучения. Съемка велась в интервале углов $2\theta = 25 \div 100^{\circ}$, шаг съемки составлял 2 град/мин. Количественное содержание фаз определялось в автоматическом режиме методом корундовых чисел (RIR) [172].

2.3 Технологическое оборудование

В начале 2000-х годов в АО «Волгабурмаш» шаровые мельницы были заменены на **Аттриторы типа RMK 250 фирмы "Тізота"** для смешивания и мокрого размола исходной шихты. Это связано с достаточно существенным различием принципа их работы. Они служат для измельчения и равномерного распределения исходных компонентов (карбида вольфрама, кобальта, парафина и пчелиного воска). Смешивание проходит в среде жидкого изогексана, в качестве размольных тел используются износостойкие твердосплавные шары диаметром 8-9 мм. Объем 250 литров, масса засыпаемых размольных тел 850±50 кг. Время обработки шихты в аттриторах подбирается в зависимости от свойств исходного карбида и требуемых технологических свойств готовой смеси [46].

Аттритор - вертикальная неподвижная ёмкость (барабан) цилиндрической формы с лопастной мешалкой из износостойкого твердого сплава. Камера аттритора состоит из двух стенок. Внутренняя часть имеет небольшую коническую форму и изготовлена из высоколегированной стали. Днище резервуара является сферическим. Наружная поверхность изготовлена из стали. Быстрый процесс обеспечивается размалывания за счет высокой кинетической энергии, поступающей мощного электродвигателя, передается OT которая через мешательные гребни к размольным телам и шихте, находящимся в камере. В

процессе размола происходит интенсивная вертикальная циркуляция содержимого аттритора. Рабочий режим вращения мешалки 70 об/мин [46].

Установка сушки распылением ЕН-250 фирмы "Bohlerit"

Технология сушки распылением применяется в производстве сухого гранулированного порошкового материала из жидкостей и суспензий. При использовании этой технологии суспензия (пульпа) под давлением распыляется в сушильной камере при помощи форсунки. Так как растворитель (изогексан) является горючим, применяется система закрытого типа. Испарение растворителя и формирование гранул сухого материала, в процессе распыления, происходит в непрерывном потоке защитного газа — азота. Гранулы имеют высокую дисперсность и правильную сферическую форму, что обуславливает их высокие технологические свойства, такие как текучесть и насыпную плотность. Эти параметры смеси важны на этапе прессования продукции. После процесса сушки сформированные гранулы оседают в накопительном бункере, откуда поступают в зону выгрузки устройства. Далее через транспортную систему, охлаждаясь, смесь поступает в сборочную емкость.

Установка ЕН-250 фирмы "Bohlerit" цилиндиреской формы с высотой 5,5 м и диметром 4 м, угол выпускного конуса 30°. Она предназначена для любых мелкоизмельченных суспензий керамических материалов, твердая фаза которых состоит из любых количеств комбинаций карбидов WC/TiC/TaC и кобальта. В качестве связки для гранулирования используется парафин с небольшой добавкой пчелиного воска [47-49]. В процессе сушки испарившийся растворитель и небольшой остаток мелких частиц пульпы уносится из камеры установки и попадает в циклон (сухой фильтр). В циклоне с помощью конденсатора и газоочистителя отделяются газ и мелкие частицы порошка.

После процесса сушки распылением происходит очистка стенок камеры, где также остается порошок с пластификатором, который в последующем поступает в технологическую емкость. В данной емкости за счет процесса расслоения происходит отделение твердой фазы от остатков изогексана.

Прессы ТРА-15, ТРА-35, ТРА-50 фирмы «Dorst» — механические автоматические прессы с максимальными усилиями прессования 15, 35 и 50 тонн, соответственно. Служат для изготовления заготовок изделий (зубков, гидромониторных насадок, пят и др.) путем объемного формообразования из массы гранулированного порошка. Операция прессования представляет из себя сжатие порошка смеси карбида вольфрама и кобальта в матрице верхним и нижним пуансонами требуемой формы, до нужной конфигурации заготовки.

Комплект прессовой оснастки состоит из трех составных частей: верхнего пуансона, нижнего пуансона и матрицы. Нижний и верхний пуансоны представляют собой твердосплавные изделия цилиндрической формы с внутренним углублением, которые отвечают за габариты зубка, а также рабочую часть и дно зубка, соответственно. Применяется схема двустороннего прессования с неподвижным нижним пуансоном и плавающей матрицей, аналогичная схеме прессования изделий средней сложности. Такая схема прессования позволяет получать достаточно равномерную плотность по всему объему изделия, что очень важно для конечного качества детали [48].

Вакуумно - компрессионная печь модель VKPg 50/50/150 фирмы ALD представляет собой горизонтальную камерную печь периодического действия с электросопротивлением \mathbf{c} тремя независимо регулируемыми нагревательными контурами из графитового материала для обеспечения высокой равномерности температуры. В установке посредством удаления пластификатора при пониженном давлении аргона или при избыточном давлении водорода в едином цикле проводят удаление парафина и пчелиного воска из твердосплавных изделий, спекание в вакууме и окончательное уплотнение (газостатическую обработку высоким давлением) в присутствии жидкой фазы кобальта. Процесс спекания автоматизирован управлением персонального полностью ПОД компьютера [48].

Максимально достижимая температура спекания - 1500°С. Максимальная масса загрузки твердого сплава составляет: для печи VKPgr 50/50/90 – 750 кг,

VKPgr 50/50/150 —1500 кг. Цифры в наименовании печи обозначают размеры камеры в дециметрах. В режиме спекания с газостатированием рабочее давление составляет до 5,8 МПа аргона. Установка оснащена блоком вакуумных насосов — форвакуумного и насоса Рута, создающих минимальный уровень вакуума порядка 3 Па. Изготовитель печи - фирма ALD, по заданию АО «Волгабурмаш», произвела модернизацию печи по подаче в рабочее пространство во время цикла спекания смеси газов — водорода и метана, для корректировки углеродного баланса твёрдого сплава.

Выводы по главе 2

- 1. Приведены характеристики основных и вспомогательных материалов, используемых для изготовления твердосплавного вооружения буровых шарошечных долот.
- 2. Выбраны методики и оборудование для проведения исследования твердосплавного производства, методики контроля химического состав, физикомеханических и технологических свойств вольфрамокобальтового сплава.
- 3. Выбрана методика и оборудование для проведения оценки основной исследуемой характеристики твердого сплава трещиностойкости по Палмквисту.

ГЛАВА 3. ДЕФЕКТЫ СТРУКТУРЫ ТВЕРДОГО СПЛАВА, ПРИЧИНЫ ИХ ВОЗНИКНОВЕНИЯ, ВЛИЯНИЕ НА ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СПЛАВА

В данной главе выполнена работа по исследованию влияния типичных дефектов структуры на физико-механические свойства и трещиностойкость твердого сплава WC-Co, используемого в производстве твердосплавного вооружения буровых шарошечных долот. Проблемой является то, что неоднородность структуры твердых сплавов внутри одной партии вызывает резкое снижение прочностных свойств инструмента. Отклонение может возникнуть на любом этапе производства.

Для исследования были отобраны твердосплавные спеченные образцы сплавов ВК6С, ВК10С и ВК15С с содержанием 6%, 10% и 15% Со соответственно (здесь и далее приводятся % масс.), имеющие дефекты микроструктуры в процессе производства.

Крупные кристаллы карбида вольфрама и их скопления

Результаты исследования свойств твердосплавных зубков с крупными кристаллами карбида вольфрама и их скоплениями представлены в таблице 15.

Таблица 15 — Физико-механические свойства сплава с дефектами «крупный кристалл» и «скопление кристаллов»

Образец	Плотность, г/см³	Твердость, НКА	Коэрцитивная сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм ²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения W _K МН·м ^{-3/2}	Средняя длина трещины, мкм
Серийный ВК10С	14,51	88,3	77	296	2,6	17,1	82
Большой кристалл	14,53	87,4	80	251	3,0	16,5	82
Скопление кристаллов	14,51	<u>87,2</u>	85	247	2,9	16,9	85

По результатам, представленным в таблице 15, видно снижение трещиностойкости и твердости у образцов с дефектом до значений ниже требований предприятия. Дефекты «крупный кристалл» и «скопления кристаллов» и распространение трещины при анализе трещиностойкости представлены на рисунке 20.

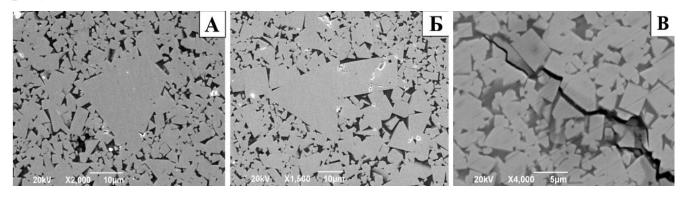


Рисунок 20 – Дефекты «крупный кристалл» (A) и «скопления кристаллов» (Б), увеличение x1.500, трещина от индентора (В) при x4.000

Микроструктура образца с большими кристаллами имеет пористость А1 и отдельные большие кристаллы размером до 95 мкм. Структура образца со скоплением кристаллов имеет семь участков скопления кристаллов с суммарным размером 455 мкм и размером наибольшего 65 мкм. Технические требования СТП 582 АО «Волгабурмаш» регламентируют не допускать в работу изделия, имеющие отдельные кристаллы размером более 35 мкм и скопления кристаллов общим размером зоны больше 250 мкм.

При анализе распространения трещин выявлено, что крупные зерна разрушаются быстрее чем мелкие, из этого следует, что наличие крупных зерен WC и их скоплений в изделиях снижает их эксплуатационные характеристики. Оба описанных выше дефекта являются нежелательными, так как вызывают неравномерное распределение свойств в объеме сплава.

Спекание следует проводить при оптимальной температуре, с соблюдением скорости нагрева, чтобы не допустить неравномерный рост и образование крупных кристаллов и их скоплений. Также особое внимание следует уделять операциям входного контроля и мокрого размола.

Компаундирование (Скопление кобальта (β-фазы))

Исследуемые характеристики образца с дефектом «компаундирование» представлены в таблице 16.

T () 1 () A	U	1	
Таблица 16 – Физико-механически	е своиства сппава	с пефектом	«компаунпи п ование»
таолица то — Физико-механически	іс свойства сплава	с дефектом	мкомпа упдирование//

Образец	Плотность, г/см³	Твердость, НКА	Коэрцитивная сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения W _K МН·м ^{-3/2}	Средняя длина трещины, мкм		
Серийный ВК10С	14,51	88,3	77	296	2,6	17,1	82		
Компаундирование ВК10С	14,53	<u>86,8</u>	87	250	2,6	16,3	95		
Применание, рилелен	Применание: рыпеленное значение имеет отключение от требораний СТП 582 AO «REM»								

Примечание: выделенное значение имеет отклонение от требований СТП 582 AO «ВБМ»

По результатам, представленным в таблице 16, видно, что происходит снижение трещиностойкости и твердости у образцов с компаундированием—до значений ниже требований предприятия. На рисунке 21 представлено изображение дефекта скопления кобальта сплава ВК10С (WC-10%Co) и распространения трещины в образце после исследования трещиностойкости.

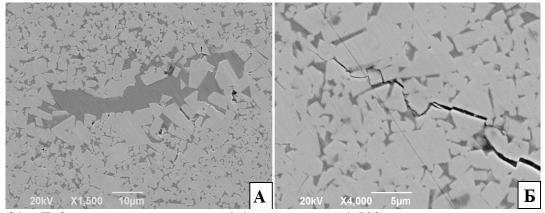


Рисунок 21 — Дефект компаундирование (A) увеличение x1.500, распространение трещины при исследовании на трещиностойкость (Б) при x4.000

Микроструктура имеет пористость типа A3 - поры до 35 мкм, четыре участка компаундирования суммарным размером 383 мкм, размер наибольшего 57 мкм. По СТП 582 АО «Волгабурмаш» такие отклонения не допускаются.

Появление кобальтовых озер в сплаве говорит о том, что в структуре присутствуют участки, обедненные кобальтом, или с его отсутствием. Это приводит к плохим показателям прочностных свойств при нагрузках, может являться концентратором напряжения и зоной зарождения трещины. Также отсутствие кобальта ослабляет связку зерен и не создает преград для распространения трещины.

Следует усилить контроль на операции мокрого размола с соблюдением массы размольных тел и времени смешивания. Также особое внимание уделить процессу спекания и соблюдения давления и температуры, чтобы обеспечить качественное жидкофазное спекание.

Пористость и свободный углерод

Исследуемые характеристики образца с дефектом «поры и свободный углерод» представлены в таблице 17.

Таблица 17 – Физико-механические свойства сплава с дефектом «поры и свободный углерод»

				, ,	1	1 '	<u>, , , , , , , , , , , , , , , , , , , </u>
Образец	Плотность, г/см ³	Твердость, НКА	Коэрцитивная сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения W _K МН·м ^{-3/2}	Средняя длина трещины, мкм
Серийный ВК10С	14,51	88,3	77	296	2,6	17,1	82
Поры и свободный углерод ВК10С	14,41	87,8	87	251	2,7	17,5	88

Примечание: выделенное значение имеет отклонение от требований СТП 582 AO «ВБМ»

По результатам, представленным в таблице 17, видно снижение плотности, что означает наличие пор, а также снижение твердости ниже требований предприятия. Значение трещиностойкости оказалось выше по причине того, что крупные поры препятствуют проведению измерения и продвижению трещины. Микроструктура имеет пористость типа С3 и отдельные большие поры размером до 105 мкм. По СТП 582 АО «Волгабурмаш» такие отклонения не допускаются.

На рисунке 22 изображена микроструктура поверхности сплавов ВК10С с порами (увеличение х1.000) и свободным углеродом (увеличение х4.000), а также соответствующие им фотографии распространения трещины при исследовании трещиностойкости при увеличении х4.000. Пористость образца классифицируется как С3.

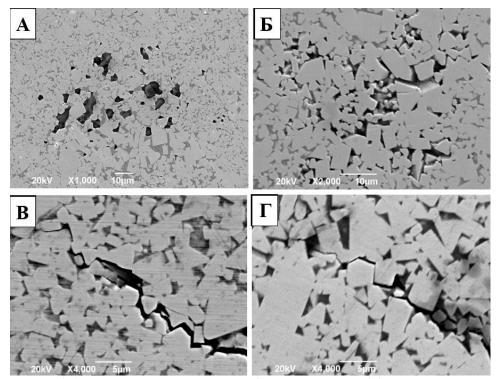


Рисунок 22 — поры (A) увеличение x1.000 и свободный углерод (Б) увеличение x4.000, а также соответствующие им фотографии распространения трещины при исследовании трещиностойкости (В и Г, соответственно) при увеличении x4.000

Любая пористость представляет из себя участки сплава с отсутствующим связующим, что делает их крайне хрупкими. Под нагрузкой зерна WC без связующей фазы могут выкрашиваться, а также это является концентратором напряжения и возможным очагом зарождения трещины.

Углеродная пористость может образовываться из-за превышения содержания общего и свободного углерода в смеси, также проникновения его из графитовой оснастки в объем изделия, или некачественного процесса спекания. Для избавления от данных дефектов необходимо соблюдать технологический процесс. Следить за чистотой оборудования и помещений цеха на всех этапах производственного процесса, до операции спекания, чтобы избежать попадания нежелательных веществ в порошковую смесь. При операции спекания требуется соблюдать рабочие параметры процесса — температура, давление, время, чтобы исключить недоспекание изделий. Возможно использование высокого давлением — газостатирование.

η-фаза (двойной карбид W₃Co₃C)

Исследуемые характеристики образца с дефектом «η-фаза» представлены в таблице 18.

Таблица 18 - Физико-механические свойства образцов с дефектом η-фаза

Образец	Плотность, г/см ³	Твердость, НRA	Коэрцитивная сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения W _K МН·м ^{-3/2}	Средняя длина трещины, мкм
Серийный ВК6С	14,91	90,3	132	242	2,2	13,1	99
η-фаза	14,92	<u>91,2</u>	<u>81</u>	258	2,7	10,9	141

Примечание: выделенное значение имеет отклонение от требований СТП 582 AO «ВБМ»

По результатам, представленным в таблице 18, видно повышение твердости образцов, имеющих η-фазу, что делает образец хрупким, данное значение твердости выше требования предприятия. На рисунке 23 представлено изображение η-фазы сплава ВК6С после травления при увеличении х1.000, а также распространение трещины при анализе трещиностойкости, при увеличении х4.000.

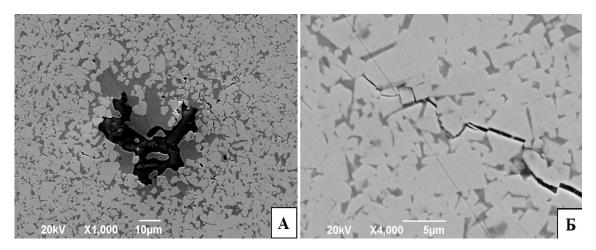


Рисунок 23 – η-фаза ВК6С (A) увеличение x1000, распространение трещины (Б)

Микроструктура имеет пористость типа C2 и η -фазу в трех участках суммарным размером 48 мкм. По СТП 582 АО «Волгабурмаш» такие отклонения не допускаются. С появлением дефекта η -фаза прочностные свойства сплава резко снижаются в виду образования двойного карбида W_3Co_3C , соответствующего «низкоуглеродистому» элементу.

В АО «Волгабурмаш» применяется полной цикл спекания зубков, который включает предварительное спекание, спекание в вакууме и спекание с подачей газостатического давления, что позволяет практически полностью исключить образование η-фазы. В случае возникновения данного дефекта в твердосплавных изделиях его можно исправить путем науглероживания изделия с помощью газа (на основе водорода, метана или других углеводородов) или спекания в нормализующей засыпке, состоящей из электрокорунда белого марки 25A (ГОСТ 28818-90) с добавлением углерода марки Т900, вплоть до максимального насыщения жидкой фазы углеродом, однако это требует продолжительной выдержки [81].

Сегрегация WC

Исследуемые характеристики образца с дефектом «сегрегация WC» представлены в таблице 19.

Таолиг	таолица 19 - Физико-механические своиства образцов с дефектом «сегрегация We».								
Образец	Плотность, г/см³	Твердость, НRA	Коэрцитивна я сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения W _K МН·м ^{-3/2}	Средняя длина трещины, мкм		
Серийный ВК10С	14,51	88,3	77	296	2,6	17,1	82		
Сегрегация WC	Сегрегация 14.52 80.3 74 236 2.3 15.4 74								
Примечани	Примечание: выделенное значение имеет отклонение от требований СТП 582 AO «ВБМ»								

Таблица 19 - Физико-механические свойства образцов с дефектом «сегрегация WC».

По результатам, представленным в таблице 19, видно, что образцы, имеющие в своей структуре сегрегацию WC, имеют высокое значение твердости выше требования предприятия, низкие значения предела прочности при поперечном изгибе и трещиностойкости. На рисунке 24 представлено изображение дефекта «сегрегация WC» в сплаве ВК10С, а также распространение трещины при исследовании трещиностойкости.

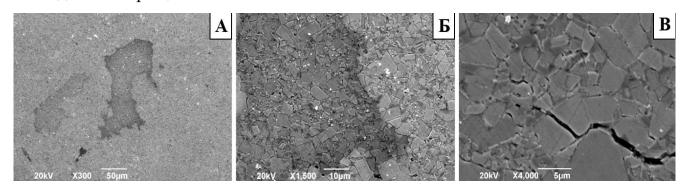


Рисунок 24 - Дефект сегрегации WC сплав ВК10С при увеличении х300 (A) и х1500 (Б), распространение трещины (В) при увеличении х4.000

Микроструктура имеет пористость типа C1 и зону сегрегации размером 91 мкм. СТП 582 АО «Волгабурмаш» не допускают наличие сегрегации в микроструктуре вольфрамокобальтовых сплавов.

Зоны сегрегации отличаются по физико-механическим свойствам от основной структуры изделий, поэтому появление данного дефекта нежелательно. Это приводит к снижению прочности на поперечный изгиб и трещиностойкости,

так как такие зоны имеют низкие прослойки кобальта, что в меньшей степени замедляет распространение трещины.

Дефект может возникнуть из-за плохой очистки оборудования, после перехода на другой сорт сырья, например, аттриторов, промежуточных ёмкостей, а также самой установки сушки распылением и её рабочей зоны. Необходим более строгий контроль качества на производственных операциях, использование для каждого сорта карбида своей оснастки при операции «сушки-распылением».

В таблице 20 представлено обобщенное сравнение физико-механических свойств спеченных твердосплавных образцов с содержанием Со = 10%, как годного сплава, так и сплавов, имеющих дефекты микроструктуры.

Таблица 20 – Сравнение физико-механических свойств образцов с содержанием Со = 10%.

Тислица	20 срави	оппе физик	- 101 0 21 0 1111	TOCKIIA CBUIICIE	ооризцов с	- содержание	1070.
Образец	Плотность, г/см ³	Твердость, НКА	Коэрцитивная сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм ²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения W _K МН·м ^{-3/2}	Длина трещины, мкм
Серийный ВК10С	14,51	88,3	77	296	2,6	17,1	82
Большой кристалл	14,53	<u>87,4</u>	80	251	3,0	16,5	82
Скопление кристаллов	14,51	<u>87,2</u>	85	247	2,9	16,9	85
Компаундиро вание ВК10С	14,53	<u>86,8</u>	87	250	2,6	16,3	95
Поры и свободный углерод ВК10С	14,41	<u>87,8</u>	87	251	2,7	17,5	88
Сегрегация WC	14,52	<u>89,3</u>	<u>74</u>	<u>236</u>	2,3	18,4	74

Примечание: выделенное значение имеет отклонение от требований СТП 582 AO «ВБМ»

В таблице 21 представлено сравнение физико-механических свойств, спеченных твердосплавных образцов с содержанием Co = 6%, как годного сплава, так и сплава, имеющего дефект микроструктуры.

T C 01 0	1	_		CO/
Таблица 21 - Сравнение	физико-механических	своиств зуок	ков с солержанием (50 = 6%

Образец	Плотность, г/см ³	Твердость, НКА	Коэрцитивная сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения W _K МН·м· ^{3/2}	Длина трещины, мкм
Серийный ВК6С	14,91	90,3	132	242	2,2	13,1	99
η-фаза	14,92	91,2	<u>81</u>	258	2,7	10,9	141
Примечание	—————————————————————————————————————						

На рисунке 25 и 26 приведены диаграммы сравнения свойств физикомеханических свойств образцов с дефектами с серийными образцами.

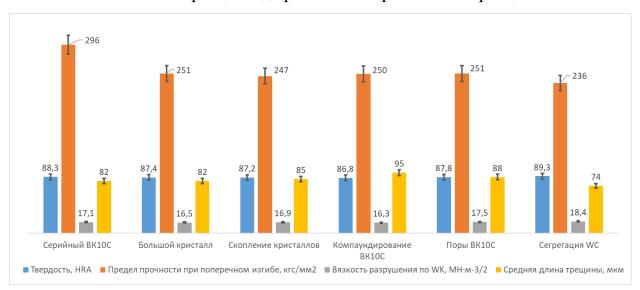


Рисунок 25 – гистограмма свойств образов из сплава ВК10С

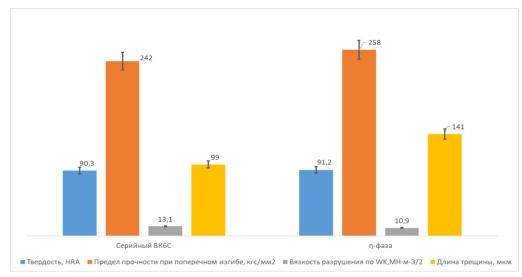


Рисунок 26 – гистограмма свойств образов из сплава ВК6С

По результатам исследований, представленных в таблицах 20 и 21, можно сделать вывод, что наличие данных дефектов микроструктуры сплава ухудшает физико-механические свойства, такие как прочность на поперечный изгиб, твердость и трещиностойкость. Характеристики образцов не соответствуют требованиям годной продукции предприятия, что требует их отбраковки или проведение мероприятий по устранению.

Распространение трещины происходило в основном по межфазной области, по связке. Распространение трещины по межфазной области считается более предпочтительной моделью разрушения, так как когда трещина распространяется по границам зерен WC или через зерна WC, раскалывая их, то реализуется неполный ресурс работы разрушения сплава [173]. Поэтому такие дефекты как «компаундирование» «крупный кристалл» И имеют низкий трещиностойкости, так как в случае первого большой кристалл является концентратором напряжения в структуре, что облегчает процесс распространения трещины. Во втором случае, скопление кобальта в одной области обедняет соседние области сплава, что ослабляет связку между зерен и соответственно не препятствует дальнейшему образованию трещины.

Выводы по главе 3

Микроструктура твердосплавных зубков шарошечных долот играет важную роль в качестве производимой продукции. Наработанные на предприятии АО «Волгабурмаш» знания и результаты представленных в настоящей главе научных исследований [12, 13, 44, 47, 174] позволили минимизировать появление данных дефектов в твердом сплаве и улучшить качество вооружения долот.

Основными результатами главы являются:

- 1. Получены данные о физико-механических свойствах и структуре образцов твердосплавных изделий, имеющих дефекты микроструктуры сплава.
- 2. Проведено сравнение физико-механических свойств сплавов с дефектом и со сплавом без отклонений (серийный годный сплав).

- 3. Получены изображения микроструктуры поверхности образцов сплава WC-Co с дефектами.
- 4. Установлен средний параметр вязкости разрушения (трещиностойкости) твердого сплава по Палмквисту для каждого образца с дефектом.
 - 5. Исследован и описан характер распространения трещин в сплаве.

Следует больше внимания уделять контролю качества на производственных операциях, входному контролю материалов и работоспособности оборудования. Работа над качеством продукции влияет на проблему долговечности и конкурентоспособности на рынке долот. Актуальным является совершенствование состава, структуры и технологии производства твердых сплавов, а также повышение их стойкости и трещиностойкости.

По результатам данного исследования разработана и внедрена в техническую документацию АО «Волгабурмаш» методика исправления дефекта η-фаза путем нормализующего спекания в засыпке с добавлением углерода (Приложение А, п. 4).

ГЛАВА 4. ВЛИЯНИЕ УСЛОВИЙ ПРИГОТОВЛЕНИЯ ГРАНУЛИРОВАННОГО ТВЕРДОСПЛАВНОГО ПОРОШКА И ЕГО ФОРМОВАНИЯ НА СВОЙСТВА ТВЕРДОСПЛАВНЫХ ИЗДЕЛИЙ

На каждой операции производства есть параметры, изменение которых может в той или иной степени повлиять на процесс изготовления твердосплавного вооружения, например:

- влиять на однородность микроструктуры сплава;
- влиять на физико-механические свойства сплава;
- уменьшить потери сырья;
- ускорить процесс производства [175].

Проблема установления оптимальных параметров производства с технической и экономической точки зрения, без снижения физико-механических свойств сплава является актуальной на рынке.

4.1 Влияние режима смешивания сырья

Для буровых сплавов очень важно сохранить однородный набор зерен карбидной фазы при достаточной толщине кобальтовой прослойки, так как толщина прослойки в основном определяет трещиностойкость сплава. Увеличение времени размола благоприятно влияет на однородность структуры, но при этом физико-механических свойств, возможно изменение влияющих эксплуатационную стойкость твердосплавного вооружения. Было решено провести исследование по анализу влияния времени размола на физико-механические свойства и трещиностойкость сплава, чтобы определить оптимальное значение. Из сплава ВК10С производится основной объем твердосплавного вооружения буровых долот. Поэтому из него изготовлено 5 опытных партий №1, 2, 3, 4, 5 с различным временем размола: 8, 9, 10, 11, 12 часов, соответственно. Состав и некоторые технологические свойства твердосплавных гранулированных смесей представлены в таблице 21.

Таблица 21 - Состав и свойства твердосплавных смесей

№ образца	Время размола, час	Насыпная плотность, г/см ³	Текучесть, сек			
Тех. требования	-	$3,45 \pm 3,65$	≤ 30			
1	8	3,57	26			
2	9	3,62	27			
3	10	3,65	28			
4	11	3,68	<u>31</u>			
5	12	3,72	<u>33</u>			

Из этих смесей прессовались и спекались в вакуумно-компрессионных печах опытные образцы зубков в стандартных производственных режимах спекания. Прессование образцов 4 и 5 вызвало небольшие затруднения и потребовало дополнительную настройку пресса, так как насыпная плотность выше, чем у серийных сплавов. Результаты определения физико-механических свойств, спеченных образцов представлены в таблице 22.

Таблица 22 - Физико-механические свойства спеченных твердосплавных образцов смесей

с разным временем размола

pastibilit bpeni	enem pasme						
№ образца	Время размола, час	Твердость, НКА	Коэрцитивная сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном разрыве, кгс/мм²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения W _K МН·м ^{-3/2}	Средняя длина трещины, мкм
1	8	88,3	83	296	2,6	17,6	86
2	9	88,1	85	284	2,6	18,3	69
3	10	88,0	82	275	2,7	18,1	73
4	11	88,1	92	256	2,6	17,8	78
5	12	<u>87,8</u>	91	258	2,6	17,8	79
		•					

Примечание: выделенное значение имеет отклонение от требований СТП 582 AO BБМ»

На рисунке 27 представлены фотографии структуры сплавов, спеченных из гранулированных твердосплавных смесей с разным временем размола, а также фотографии распространения трещин Палмквиста, при увеличении х4.000.

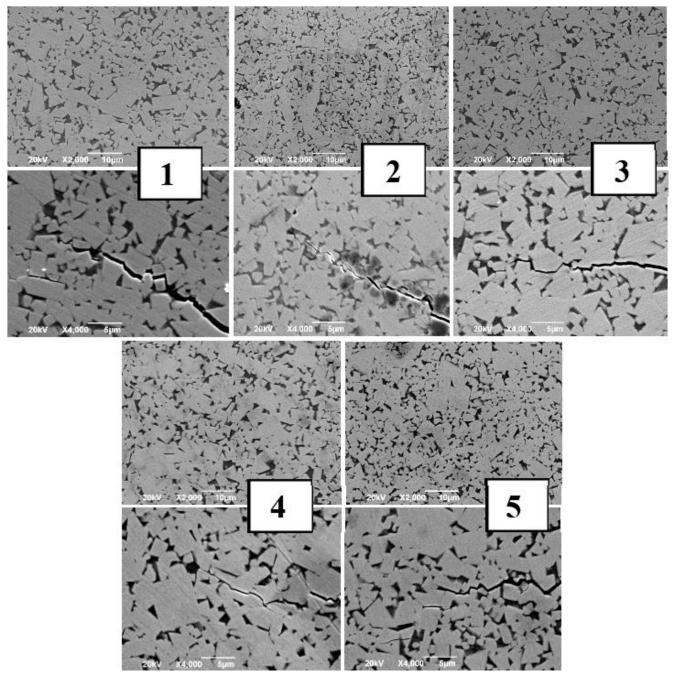


Рисунок 27 - Фотографии структуры сплавов и трещин при увеличении x2.000 и x4.000, соответственно

Макро- и микроструктура сплавов годная. Однако образец 1 и 2 имеют один большой кристалл размером 27 мкм и скопление кристаллов размером до 135 мкм. Образец 3 имеет скопление кристаллов, с суммарным размером 89 мкм и один участок компаундирования с размером 10 мкм. Образец 4 имеет один большой

кристалл размером 28 мкм и один участок скопления кристаллов размером 58 мкм. Образец 5 имеет один участок компаундирования размером 10 мкм, скопление кристаллов до 50 мкм. Данные отклонения находится в допуске согласно СТП 582 АО «Волгабурмаш». На рисунке 28 представлена диаграмма зависимости трещиностойкости от времени размола.

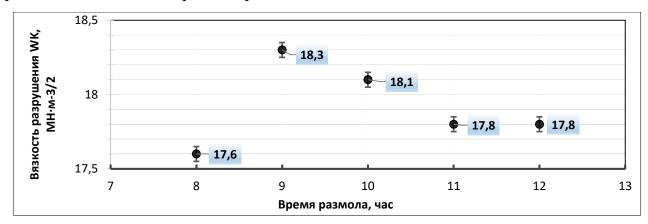


Рисунок 28 – диаграмма зависимости трещиностойкости от времени размола

По результатам анализа физико-механических свойств и трещиностойкости (таблица 22), установлено, что оптимальное время размола для твердых сплавов марки ВК10С из карбидов вольфрама марки WC7, с целью увеличения трещиностойкости должно составлять 9 часов. Это можно объяснить тем, что в процессе размола в аттриторах зерна карбида вольфрама до определенного момента измельчаются, а в последующем происходит в основном смешивание шихты. Качественное смешивание в сочетании со спеканием в вакуумно-компрессионных печах приводит в конечном итоге к получению практически беспористого и однородного сплава [36, 176].

4.2 Влияние содержание пластификатора в гранулированной смеси

Содержание пластификатора в серийных твердых сплавах применяемых на производстве АО «Волгабурмаш», исходя из технологического оборудования и процесса производства, составляет 2,0±0,25%. Была проведена работа с целью исследования влияния содержания пластификатора на технологические и физикомеханические свойства гранулированном порошка и спеченного изделия,

соответственно. Для данной работы использовались твердосплавная смесь состава ВК10С. В таблице 23 представлены образцы и их химические и технологические свойства.

Таблица 23 – химические и технологические свойства образцов

Образец №	Содержание парафина, %	С общ. *, %	С св., %	Насыпная плотность, г/см ³	Текучесть, сек
Тех. Требования	$2,0 \pm 0,25$	5,485,56	≤0,05	3,453,65	≤30
1	1,75	5,56	0,02	3,50	30
2	1,88	5,54	0,02	3,62	28
3	1,99	5,57	0,04	3,64	26
4	2,09	5,56	0,02	<u>3,83</u>	28
5	2,25	5,55	0,02	<u>3,67</u>	28

Примечание: выделенное значение имеет отклонение от требований СТП 582 AO «ВБМ»

В таблице 24 представлены физико-механические свойства образцов с разным содержанием пластификатора в исходной смеси.

Таблица 24 - Физико-механические свойств образцов с разным содержанием парафина

	шца 2 : т	HOINE MEHEN		опеть сорыздев	1 / 1	1	арафіна
№ образца	Плотность, г/см³	Твердость, НКА	Коэрцитивная сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения W _K МН·м ^{-3/2}	Средняя длина трещины, мкм
1	14,55	88,0	86	264	2,7	16,7	82
2	14,49	88,1	86	249	2,6	16,5	85
3	14,51	88,3	77	296	2,6	17,1	82
4	14,53	88,4	86	287	2,5	16,1	84
5	14,50	87,8	85	265	2,7	16,8	86
		·	·	·	·		

Примечание: выделенное значение имеет отклонение от требований СТП 582 AO «ВБМ»

^{*} Фактическое значение, является факультативным, не регламентируется, служит для дополнительной информации.

Из результатов, представленных в таблице 24, следует, что с оптимальным содержанием парафина, является образец №3, с содержанием пластификатора 2%. Макро- и микроструктура образцов годная. Образец №1 имеет один участок скопления кристаллов размером 60 мкм. Образец №2 имеет большие кристаллы до 32 мкм и четыре участка скопления кристаллов общим размером 193 мкм. Образец № 4 имеет большой кристалл 28 мкм. Образец №5 имеет два участка скопления кристаллов общим размером 123 мкм. Представленные отклонения находится в допуске СТП 582 АО «Волгабурмаш». На рисунке 29 представлена диаграмма зависимости трещиностойкости от содержания пластификатора в смеси ВК10С.

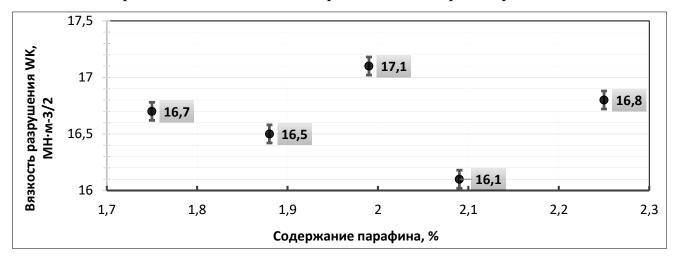


Рисунок 29 – диаграмма зависимости трещиностойкости от содержания пластификатора

Различное содержание парафина при недостаточной отгонке пластификатора или некорректном процессе депарафинизации может приводить к неравномерному распределению углерода. Однако содержание пластификатора важно на этапе формования изделий, так как гранулированная смесь имеет разный параметр текучести, и гранулы с меньшим содержанием пластификатора хуже поддаются прессуемости, требующие увеличение усилия прессования. Увеличенное содержание пластификатора, в составе которого имеется углерод, может приводить повышению содержания углерода в спеченном образце. Также разное содержание пластификатор будет влиять на линейную усадку сплава в процессе спекания, что может привести к отклонениям по геометрическим параметрам изделий. Поэтому

следует придерживаться установленных рамок по содержанию пластификатора в гранулированной смеси.

4.3 Влияние добавления легирующей добавки в сплав ВК15С

С целью повышения однородности и улучшения микроструктуры спеченных твердосплавных изделий, изготавливаемых из сплава ВК15С, содержание WC-15%Co, операция «Дозирование компонентов весовое» компонентов твердосплавной смеси, производилось с добавлением легирующего компонента порошка карбида хрома КНХП2 ТУ 14-22-28-90. Количество легирующей добавки было подобрано опытным путем, анализируя физико-механические эксплуатационные свойства, структуру и экономические расчеты. Спекание изделий проводить по стандартному циклу для серийных партий смесей. В таблице 24 представлены данные анализа физико-механических свойств образцов, изготовленных из серийной смеси ВК15С.

Таблица 24 - Физико-механические свойств образцов из серийной партии ВК15С

Номер партии смеси	Плотность, г/см³	Твердость, НКА	Коэрцитивная сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения W _K МН·м ^{-3/2}	Средняя длина трещины, мкм
Тех. требования	$14,0 \pm 0,1$	$86,5 \pm 0,5$	7090	≥270	2,53,5	Факт.*	Факт.*
1	13,99	86,0	<u>69</u>	284	2,5	22,4	59
2	14,00	86,3	73	<u>256</u>	2,5	22,6	55
3	14,00	86,2	<u>64</u>	281	2,5	21,9	61

Примечание: выделенное значение имеет отклонение от требований СТП 582 AO «ВБМ»

По результатам, представленным в таблице 24, видно, что из-за неоднородной микроструктуры сплава происходит снижение прочностных

^{*} Фактическое значение, является факультативным, не регламентируется, служит для дополнительной информации.

свойств. На рисунке 30 представлена фотография структуры образца серийной смеси ВК15С и распространение трещины при исследовании на трещиностойкость.

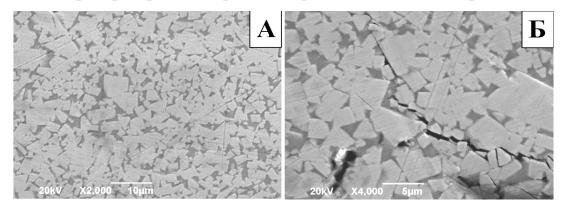


Рисунок 30 - Фотографии структуры образца ВК15С (A) увеличение x2.000, и распространение трещины (Б) при увеличении x4.000

Макро- и микроструктура сплавов годная. Однако смесь партии 1 имеет крупный кристалл 43 мкм, скопление кристаллов суммой 152 мкм. Смесь партии 2 имеет участок сегрегации WC размером 211 мкм и крупный кристалл размером 45 мкм. Смесь партии 3 имеет в структуре крупные кристаллы, размер наибольшего 43 мкм и компаундирование Со пять участков суммарным размером 720 мкм. Не все из представленных отклонений находится в допуске согласно СТП 582 АО «Волгабурмаш».

На рисунке 31 представлена фотография структуры образца смеси ВК15С с добавлением Cr_3C_2 и распространение трещины в этом сплаве.

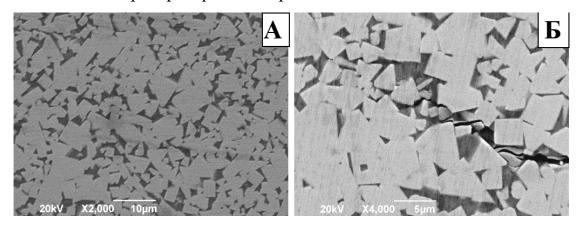


Рисунок 31 - Фотография структуры образца ВК15С с добавлением Cr₃C₂, увеличение х2000 (A) и распространение трещины при анализе на трещиностойкость (Б) при увеличении х4.000

В таблице 25 представлены данные анализа физико-механических свойств образцов изготовленных из смеси ВК15С с добавлением Cr_3C_2 .

Таблица 25 - Физико-механические свойств образцов из серийной партии ВК15С с

добавлением Ст₃С₂.

Номер		b, HRA	ъя сила Нс,	ности при м изгибе, гм²	мер зерна,	зрушения < ₁ -3/2	длина ы, мкм
партии смеси	Плотность, г/см ³	Твердость, НКА	Коэрцитивная сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения W _K МН·м ^{-3/2}	Средняя длина трещины, мкм
Тех. требования	$14,0 \\ \pm 0,1$	$86,5 \pm 0,5$	70- 90	≥ 270	2,5- 3,5	Факт.*	Факт.*
4	14,09	<u>87,3</u>	77	290	2,6	22,5	57
5	14,03	86,9	80	300	2,5	23,6	50
6	14,02	86,8	76	285	2,7	22,7	53
7	14,00	87,2	77	295	2,5	23,3	49
8	14,01	86,7	75	302	2,8	23,6	55
9	14,02	86,4	72	287	2,5	22,5	54

Примечание: выделенное значение имеет отклонение от требований СТП 582 АО «ВБМ» * Фактическое значение, является факультативным, не регламентируется, служит для дополнительной информации

Макро- и микроструктура сплавов годная. Однако партия 4 имеет крупный кристалл 28 мкм, и два скопления кристаллов суммарным размером 105 мкм. Партия 5 имеет компаундирование кобальта один участок размером 14 мкм. Образец партии 6 имеет крупный кристалл размером 35 мкм и один участок скопления кристаллов размером 64 мкм. Образец партии 7 имеет крупный кристалл размером 35 мкм и компанудирование Со размером 12 мкм. Образец партии 8 имеет скопление кристаллов WC на двух участках суммой 78 мкм. Данные отклонения находится в допуске согласно СТП 582 АО «Волгабурмаш». На рисунке 32 представлена диаграмма трещиностойкости сплавов ВК15С с легирующей добавкой и без нее.

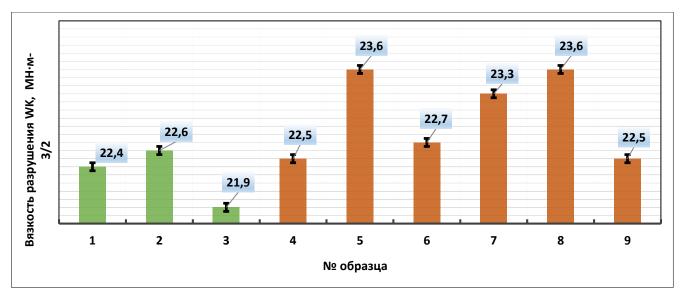


Рисунок 32 – диаграмма трещиностойкости сплава ВК15С с легирующей добавкой и без нее

По результатам исследования можно сделать вывод, что после добавления в состав сплава ВК15С легирующей добавки КХНП-2 (Cr_3C_2) в микроструктуре исследуемых образцов не выявлено серьезных отклонений. Также по результатам, представленным в таблице 25, видно, за счет нормализации микроструктуры произошло небольшое увеличение физико-механических свойств и трещиностойкости.

На основании полученных данных было решено внести карбид хрома марки КХНП-2 в Типовой технологический процесс на изготовление гранулированных смесей, а также в нормы расхода основных материалов для сплава ВК15С, с целью повышения однородности микроструктуры (Приложение А п.1, Приложение В).

4.3.1 Пример использования легирующей добавки хрома в промышленности, сплав ВК10ХОМ

ВНИИТС были созданы сплавы, легированные карбидом хрома, с особо мелким зерном карбида вольфрама ВК10ХОМ и ВК15ХОМ, производственники дали высокую оценку этим сплавам при обработке труднообрабатываемых и жаропрочных сталей [177]. ВК10ХОМ - вольфрамокобальтовый сплав с добавлением хрома (0,5...2,5% масс.) на основе особо мелкого карбида, содержание Co=10% масс., относится к группе сплавов с улучшенной структурой.

Целью данного исследования является анализ физико-механических свойств гранулированной смеси ВК10ХОМ и возможность применения сплава в качестве сырья для изготовления твердосплавного вооружения буровых шарошечных долот.

О морфологии и размерах частиц гранулированной смеси, а также размеру карбида можно судить по полученным на PЭM Jeol JSM 6390A изображениям с увеличением x50 и x10000, соответственно, на рисунке 33.

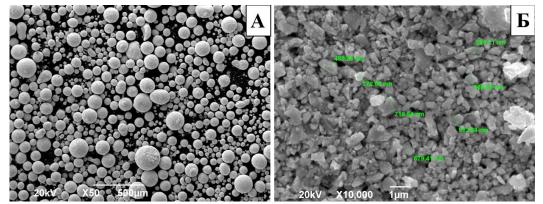


Рисунок 33 - Микрофотографии смеси ВК10ХОМ, увеличение х50 (А) и х10.000 (Б)

Размеры основной массы гранул смеси варьируются в пределах от 50 до 100 мкм. Размер частиц карбида меньше 1 мкм. На рисунке 34 представлен количественный анализ смеси ВК10ХОМ.

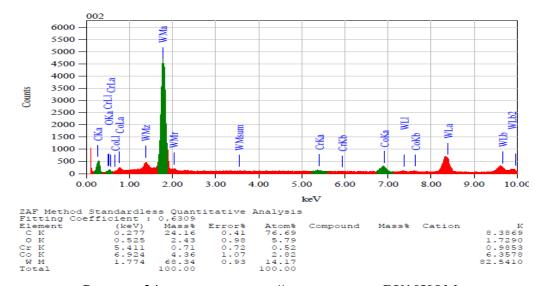


Рисунок 34 - количественный анализ смеси ВК10ХОМ

По результатам количественного анализа данная смесь содержит 0,72% масс. хрома. Из данной смеси были спрессованы опытные образцы зубков и спечены в

стандартных условиях спекания в АО «Волгабурмаш». Результаты определения физико-механических свойств, спеченных образцов сплава ВК10ХОМ в сравнении со стандартным сплавом ВК10С представлены в таблице 26.

№ образца	Плотность, г/см ³	Твердость, НВА	Коэрцитивная сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения W _K МН·м ^{-3/2}	Средняя длина трещины, мкм
BK10XOM	14,44	<u>90,6</u>	<u>127</u>	251	2.5	12,6	173
BK10C	14,53	88,3	83	296	2,6	17,1	82
ВК6С	14,91	90,3	132	242	2,2	13,1	99

Таблица 26 – Физико-механические свойства сплава ВК10ХОМ

На рисунке 35 представлены фотографии структуры образца сплава ВК10XOM и распространение трещины при исследовании трещиностойкости.

Примечание: выделенное значение имеет отклонение от требований СТП 582 AO «ВБМ»

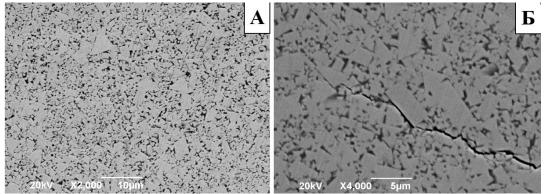


Рисунок 35 — Структура сплава ВК10XOM (A) увеличение x2000, распространение трещины (Б) увеличение x4.000

Макро- и микроструктура сплава годная. Образец имеет много крупных зерен WC размером до 35 мкм, два участка скопления кристаллов суммой 103 мкм, компаундирование, один участок 10 мкм. Данные отклонения допускаются СТП 582 AO «Волгабурмаш».

По результатам исследований, представленных в таблице 26, сплав ВК10ХОМ имеет высокие показатели твердости, что несомненно является преимуществом. Он, как и другие сплавы с особомелким зерном разрабатывались для обработки резанием особо твердых и абразивных материалов [2]. Если рассматривать данный сплав в качестве аналога ВК10С, то он непригоден для использования в производстве твердосплавных зубков основного конуса шарошки, по причине его хрупкости и низкой трещиностойкости (твердость 90,6 HRA, Wk = 12,6 MH·м^{-3/2}). Однако сравнивая его с серийным сплавом ВК6С, используемым для узлов, работающих при абразивном износе, то он пригоден, но имеет выше себестоимость. Также, возможно, следует провести работу по рассмотрению возможности применения данного сплава в качестве наплавочного материала для армирования лап и шарошек долота, потому что эти узлы также работают в режиме трения.

4.4 Переход от сплава с содержанием Со 5% к сплаву с содержанием Со 6%

В целях нормализации микроструктуры сплава ВК5С и избавления от пористости В1 и прочих дефектов микроструктуры в серийных изделиях была проведена работа по увеличению содержания кобальта и переходу на сплав ВК6С (6% Со масс.). Изготовлена опытную партию твердосплавной смеси с содержанием 6% Со масс. с целью сравнения физико-механических свойств и качества микроструктуры.

На рисунке 36 представлена фотография структуры образца ВК5С и распространение трещины при исследовании трещиностойкости.

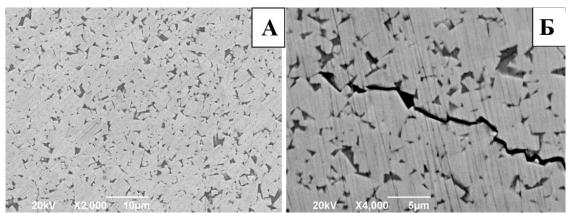


Рисунок 36 - Структура образца ВК5С (A), увеличение x2.000, распространение трещины в сплаве ВК5С (Б), увеличение x4.000

В таблице 27 представлены данные анализа физико-механических свойств образцов изготовленных из смеси ВК5С.

Таблица 27 - Физико-механические свойств образцов из смеси ВК5С

Номер партии смеси	Плотность, г/см ³	Твердость, НКА	Коэрцитивная сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения W _K МН·м ^{-3/2}	Средняя длина трещины, мкм
Тех. требова ния	$15,06 \pm 0,1$	$90,2 \pm 0,4$	115145	≥200	2,02,5	Факт.*	Факт.*
5.1	15,02	90,3	132	245	2,3	12,3	132
5.2	15,04	90,6	137	262	2,2	12,5	129
5.3	15,04	90,3	141	272	2,2	12,8	123
5.4	15,02	90,3	156	273	2,4	12,8	125
5.5	14,97	90,2	127	284	2,2	13,0	141
5.6	14,96	90,3	119	263	2,5	12,3	130

Примечание: выделенное значение имеет отклонение от требований СТП 582 AO «ВБМ»

Макроструктуры сплавов ВК5С имеют крупные поры размером до 42 мкм, что соответствует пористости А1В1, образец 5.3 имеет трещину. Микроструктура образца 5.1 имеет крупные кристаллы размером до 58 мкм, и скопления кристаллов WC до восьми участков суммарным размером 710 мкм. Образец 5.2 имеет компаундирование до пяти участков суммарным размером 12 мкм, крупные кристаллы до 28 мкм и скопление кристаллов один участок до 125 мкм. Образец 5.3 и 5.4 имеют крупные кристаллы до 40 мкм и скопление кристаллов суммарного размера 152 мкм. Образцы 5.5 и 5.6 имеют крупные кристаллы до 42 мкм, и скопление кристаллов до двух участков с суммой не более 48 мкм. Согласно СТП 582 АО «Волгабурмаш» сплав с пористостью В1 и наличием трещин не допускается в производство.

^{*} Фактическое значение, является факультативным, не регламентируется, служит для дополнительной информации.

В таблице 28 представлены данные анализа физико-механических свойств образцов, изготовленных из смеси ВК6С.

Таблица 28 - Физико-механические свойств образцов из смеси ВК6С

Номер партии смеси	Плотность, г/см³	Твердость, НКА	Коэрцитивная сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения W _K МН·м ^{-3/2}	Средняя длина трещины, мкм
Тех. требовани я	$14,95 \pm 0,1$	90,1 ± 0,5	110145	≥230	2,02,5	Факт.*	Факт.*
6.1	14,85	90,6	119	292	2,1	12,7	117
6.2	14,91	90,5	113	287	2,3	12,9	119
6.3	14,91	90,3	108	288	2,5	13,2	110
6.4	14,90	90,2	123	290	2,4	13,0	116
6.5	14,91	90,3	110	279	2,5	13,1	119
6.6	14,91	90,3	112	269	2,3	12,6	121

Примечание: выделенное значение имеет отклонение от требований СТП 582 AO «ВБМ»

На рисунке 37 представлена фотография структуры образца смеси ВК6С и распространение в трещины после внедрения индентора.

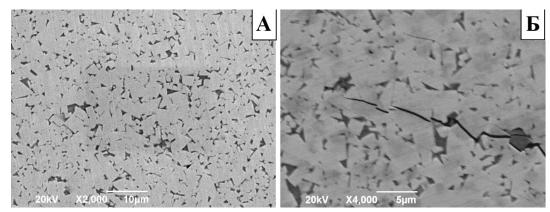


Рисунок 37 - Структура образца ВК6С (A), увеличение x2.000, распространение трещины (Б), увеличение x4.000

^{*} Фактическое значение, является факультативным, не регламентируется, служит для дополнительной информации.

Макроструктуры сплавов годная, пористость А1. Микроструктура образов 6.1 и 6.2 имеет крупные кристаллы до 31 мкм и два участка скопления кристаллов суммарного размера до 125 мкм. Образец 6.3 имеет крупные кристаллы размером до 34 мкм. Образец 6.4, 6.5 и 6.6 не имеют отклонений по микроструктуре. Данные отклонения находится в допуске согласно СТП 582 АО «Волгабурмаш». На рисунке 38 представлена диаграмма трещиностойкости сплавов ВК5С и ВК6С.

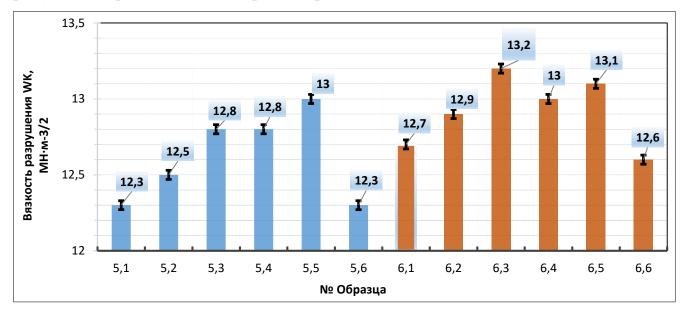


Рисунок 38 – диаграмма трещиностойкости образцов сплава ВК5С и ВК6С

Из полученных результатов можно сделать вывод, что микроструктура изделий из смеси ВК6С годная, пористость В1, образованная в результате вакуумного спекания сплава ВК5С, отсутствует. Наиболее вероятной причиной этого дефекта являлось низкое содержание Со в сплаве, который в результате жидкофазного спекания не успевал равномерно распределиться по объему изделия, либо требуется изготавливать изделия данного сплава с использованием карбида другой марки.

Таким образом, испытания по производству зубков из сплава ВК6С привели к желаемому результату и позволили снизить количество изделий с отклонениями по микроструктуре. По результатам, представленным в таблице 28, видно, что нормализация микроструктуры за счет увеличения содержания связующего повлияло на повышение трещиностойкости сплава на 2% ($W_k = 12.9 \text{ MH} \cdot \text{m}^{-3/2}$), без снижения твердости (90.4 HRA), таблица 28.

Комиссией по качеству согласовано внесение сплава ВК6С в СТП 582 АО «Волгабурмаш» для изготовления изделий, армирующих часть деталей, подверженных сильному истирающему износу (лапу и тыльный конус шарошки) (Приложение А п.2; Приложение Б, В).

4.5 Использование монокарбида WC на примере смеси M2

Еще одной частью работы, посвященной улучшению качества вольфрамокобальтого сплава для производства вооружения буровых шарошечных долот и нормализации микроструктуры сплава, является использование монокарбида WC на примере покупной импортный смеси M2 производства Швеция с содержанием Co = 9% масс.

О морфологии и размерах частиц гранулированной смеси, а также размеру карбида можно судить по полученным на Jeol JSM 6390A изображениям с увеличением x50 и x5000, соответственно, на рисунке 39.

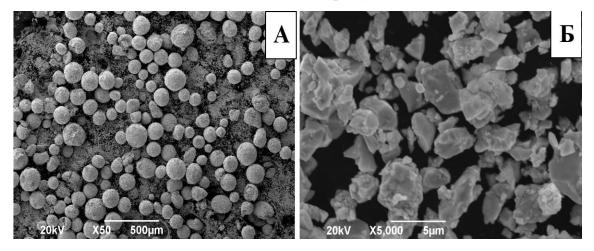


Рисунок 39 - Микрофотографии смеси M2, увеличение x50 (A) и x5.000 (Б)

Размеры основной массы гранул смеси варьируются в пределах от 100 до 200 мкм. Размер частиц карбида меньше 2,2 мкм. В процессе транспортировки смеси гранулы порошка разрушились, что требует операции просева и галтования. На рисунке 40 представлен количественный анализ смеси М2.

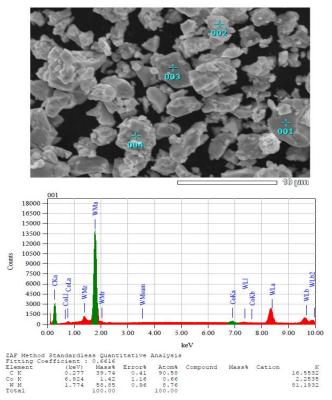


Рисунок 40 - количественный анализ смеси М2

По результатам количественного анализа видно, что в смеси M2 отсутствуют примеси и легирующие добавки. Из данной смеси были спрессованы опытные образцы зубков и спечены в стандартных условиях спекания в АО «Волгабурмаш». Результаты определения физико-механических свойств, спеченных образцов сплава M2 в сравнении со стандартным сплавом ВК10С представлены в таблице 4.

Таблица 29 – Физико-механические свойства сплава М2

№ образца	∏лотность, г/см³	Твердость, НRА	Коэрцитивна я сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения W _K МН·м- ^{3/2}	Средняя длина трещины, мкм
Серийный ВК10С	14,53	88,3	83	296	2,6	17,1	82
M2	14,60	88.3	85	282	2.7	18.2	63

На рисунке 41 представлены фотографии структуры образца, спеченного из импортной смеси M2 и распространение трещины при исследованиях на трещиностойкость.

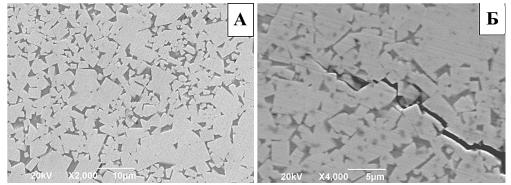


Рисунок 41 — Структура спеченного образца из смеси M2 (A), увеличение x2000

Макро- и микроструктура сплава годная. Образец имеет компаундирование один участок размером 12 мкм. Данные отклонения допускаются СТП 582 АО «Волгабурмаш».

По результатам, представленным в таблице 29, видно, что спеченный образец импортной готовой смеси на примере М2 (Швеция), с содержанием Со = 9%, имеет показатели твердости, схожие с серийной смесью ВК10С, но более высокий параметр трещиностойкости (18,2 МН·м-3/2), что обеспечивается более ровной структурой И размером зерна И несомненно является преимуществом использования её в качестве исходного сырья на производстве. Однако стоимость данного карбида кратно выше за счет более сложной процедуры восстановления вольфрама и самого изготовления смеси. В условиях жесткой рыночной конкуренции увеличение себестоимости долота может отрицательно сказаться на работе предприятия и объеме выпуска продукции.

4.6 Уменьшение диаметра оснастки и плотности прессования твердосплавных изделий

Пуансоны, применяемые для прессования твердосплавных зубков, изготавливаются из сплава ВК15С. Благодаря проведенной в разделе 4.3 работе получилось нормализовать структуру и повысить физико-механические свойства и трещиностойкость изделий из данного сплава. Это дало возможность провести опытную работу по изготовлению новой пресс-формы с уменьшенным диаметром, а также произвести снижение плотности прессования заготовок. Уменьшение

диаметра пресс-формы производится за счет изменения толщины стенок пуансонов, формирующих переход от рабочей части и дна зубка к цилиндрической, ранее это не производилось по причине скалыванию во время работы, рисунок 42.



Рисунок 42 – чертеж пресс-оснастки (1) и фотография скола стенки пуансона (2)

Данное исследование проводилось с целью снижения норм расходов вольфрамокобальтовых дорогостоящих сплавов И повышения pecypca шлифовальных кругов на операции чернового (предварительного) шлифования спеченных зубков. В соответствии с техническими рекомендациями изготовителя станков и шлифовальных кругов, а также технологии механической обработки на бесцентрово-шлифовальных станках для черновой обработки за один проход допускается съем твердосплавных изделий не более 0.3 мм по диаметру, после чего требуется оставить для чистового шлифования 0.1 мм. Это вынуждает обрабатывать изделия в несколько проходов во избежание нагрузки на станок, приводит к износу круга и возникновению внутренних напряжений в твердосплавных зубках.

Для трех типов зубка, изготавливаемых из смеси ВК10С разных габаритов, была произведена новая пресс-оснастка с уменьшенным диаметром. В таблицах 30-33 представлена статистика, полученная по результатам замеров изделий на операции прессования, в сравнении с действующей оснасткой и плотностью прессования (ρ =8.62 г/мм³). Также выдвинуто предложение по уменьшению плотности прессования (ρ =8.52г/см³), в случае использования уменьшенного диаметра оснастки, что еще больше позволяет экономить порошок.

Таблица 30 – Сравнение данных по диаметру и съему при шлифовании зубка **R0073**

П	араметры	Действующая Оснастка, ρ =8.62 г/мм ³	Уменьшенная оснастка, ρ =8.62 г/см ³	Уменьшенная оснастка, ρ =8.52 г/см ³	
До спекания	Диаметр заготовки, мм	17,913	17,670	17,670	
до спекиния	Вес заготовки, г	40,472	39,366	39,231	
После спекания	Диаметр спечённой заготовки, мм	14,976	14,772	14,726	
	Вес спечённой заготовки, г	39,474	38,533	38,409	
Шлифование	Требуемый диаметр чистовой обработки зубка, мм	14,390 -0,013			
	Вес зубка после шлифовки, г	37,817	37,531	37,540	
Съем по	Линейный, мм	0,586	0,381	0,336	
диаметру	Относительный, %	3,913	2,583	2,282	
Потери по	Количественный, г	1,657	1,002	0,869	
весу	Относительный, %	4,198	2,60	2,263	

Таблица 31 — Сравнение данных по диаметру и съему при шлифовании зубка **R8937**

		Действующая	Уменьшенная	Уменьшенная
П	араметры	оснастка, ρ =8.62 г/мм ³	оснастка, р=8.62 г/см ³	оснастка, р=8.52 г/см ³
До спекания	Диаметр заготовки, мм	15,900	15,770	15,770
до спекания	Вес заготовки, г	25,847	25,270	25,248
После	Диаметр спечённой заготовки, мм	13,367	13,164	13,126
спекания	Вес спечённой заготовки, г	26,508	24,7325	24,705
Шлифование	Требуемый диаметр чистовой обработки зубка, мм		12,770 - 0,013	
	Вес зубка после шлифовки, г	25,207	23,921	23,971
Съем по	Линейный, мм	0,597	0,394	0,356
диаметру	Относительный, %	4,46	3	2,71
Потери по	Количественный, г	1,301	0,814	0,734
весу	Относительный, %	4,91	3,29	2,97

Таблица 32 – Сравнение данных по диаметру и съему при шлифовании зубка **R9601**

		Действующая	Уменьшенная	Уменьшенная	
	араметры	оснастка, ρ=8.62 г/мм ³	оснастка, ρ =8.62 г/см ³	оснастка, р=8.52 г/см ³	
До спекания	Диаметр заготовки, мм	19,8	19,59	19,59	
	Вес заготовки, г	51,608	51,4	51,091	
После	Диаметр спечённой заготовки, мм	16,585	16,373	16,3	
спекания	Вес спечённой заготовки, г	50,554	50,344	50,053	
Шлифование	Требуемый диаметр чистовой обработки зубка, мм	15,979 - 0,013			
	Вес зубка после шлифовки, г	48,727	49,043	48,987	
Съем по	Линейный, мм	0,606	0,394	0,321	
диаметру	Относительный, %	3,65	2,41	1,97	
Потери по	Количественный, г	1,831	1,301	1,066	
весу	Относительный, %	3,61	2,58	2,13	

Таблица 33 — сравнение экономических показателей с применением уменьшенной оснастки и плотности прессования на партию изделий из **100.000шт**

Параметр	Требуемый вес порошка, кг	Экономия смеси, кг	Потери материала при шлифовании, кг	Затраченное время на операцию черновое шлифование (операция №150), мин
R0073 Действующая оснастка, ρ =8.62 г/мм ³	4047,2	124,1	165,7	6700 мин (2 прохода)
R0073 Уменьшенная оснастка, ρ=8.52 г/см ³	3923,1	124,1	86,7	3350 мин (1 проход)
R8937 Действующая оснастка, ρ=8.62 г/мм ³	2584,7	59,9	130,1	6700 мин (2 прохода)
R8937 Уменьшенная оснастка, ρ=8.52 г/см ³	2524,8	39,9	73,4	3350 мин (1 проход)
R9601 Действующая оснастка, ρ =8.62 г/мм ³	5160,8	51,7	183,1	6700 мин (2 прохода)
$R9601$ Уменьшенная оснастка, $\rho = 8.52$ г/см ³	5109 1		106,6	3350 мин (1 проход)

Образцы трех типов изделий пронумерованы таким образом: образец №1.2, 1.2, 1.3 и 2.1, 2.2, 2.3 соответствуют действующей оснастке (плотность прессования

8.62 г/см³) и уменьшенной оснастке (плотность 8.52 г/см³), соответственно. Их физико-механические свойства представлены в таблице 34.

TD C 2.4	1	U	_
Таблица 34 —	физико-механические	своиства	OUDASTIOR
т иолици э т	with the meaning technic	Chonciba	оораздов

№ образца	Зубок	Плотность, г/см³	Твердость, НКА	Коэрцитивная сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения W _K МН·м- ^{3/2}	Средняя длина трещины, мкм
	Серийный ВК10С	14,51	88,3	77	296	2,6	17,1	82
1.1	R0073 Действующая оснастка ρ=8.62 г/мм ³	14,56	88,4	90	262	2,7	17,1	76
2.1	R0073 Уменьшенная оснастка ρ=8.52 г/см ³	14,55	88,3	93	270	2,7	17,0	77
1.2	R8937 Действующая оснастка ρ =8.62 г/мм ³	14,55	88,1	98	279	2,8	18,2	52
2.2	R8937 Уменьшенная оснастка р=8.52 г/см ³	14,54	88,1	100	285	2,8	18,4	50
1.3	R9601 Действующая оснастка ρ=8.62 г/мм ³	14,55	87,7	81	281	2,6	17,4	69
2.3	R9601 Уменьшенная оснастка ρ =8.52 г/см ³	14,54	87,7	82	278	2,7	17,2	72

На рисунке 43 представлены фотографии структуры образцов, спрессованных на действующая оснастке (ρ =8.62 г/мм³) и уменьшенной оснастке (ρ =8.52 г/см³).

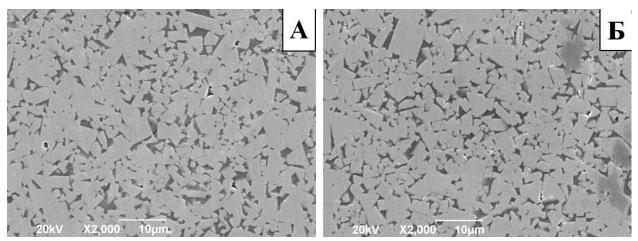


Рисунок 43 - Структуры образцов ρ =8.62 г/мм 3 (A) и ρ =8.52 г/см 3 (Б), увеличение х2000

Макроструктуры сплавов годная. Микроструктура образца №1.1 имеет крупный кристалл размером 35 мкм и два участка скопления кристаллов суммарного размера 112 мкм. Микроструктура образца №2.1 имеет два крупных кристалла размерами до 35 мкм. Микроструктура образа №1.2 имеет крупный кристалл размером 30 мкм. У образца №2.2 имеется один участок скопления кристаллов размером 39 мкм. Образец №1.3 имеет крупный кристалл размером 27 мкм. Образец №2.3 не имеет отклонений. Данные отклонения находятся в допуске согласно СТП 582 АО «Волгабурмаш».

Из полученных результатов, представленных в таблицах 30-34, видно, что проведенная работа по изготовлению уменьшенного диаметра оснастки и снижению плотности прессования заготовок позволяет изготавливать продукцию, соответствующую требованиям АО «Волгабурмаш», увеличить экономию дорогостоящих материалов на 2-3%, повысить ресурс алмазных шлифовальных кругов на 25%, снизить отходы материала на этапе шлифования. Также снижение диаметра заготовки позволило сократить время на шлифование в требуемый диаметр в виду уменьшения количества проходов на операции чернового шлифования вдвое. К тому же, это не снизило трещиностойкость изделий.

На основании полученных результатов проведено внедрение данной оснастки в перечень оснастки, изготавливаемой для производства, а плотности прессования - в технологическую инструкцию (Приложение А п.3, Приложение Г). В данный момент ведется работа с остальными типами изделий, с дальнейшим полным обновлением парка оснастки и пересчетом общецеховых норм расходов сырья.

4.7 Подбор оптимальных параметров прессования гидромониторных насадок

С целью ускорения производственного процесса была проведена опытная работа по изучению возможности изготовления гидромониторных насадок, без прессования опытных образцов, за счет настройки параметров заготовок по усилию прессования.

Произведен статистический анализ данных по прессованию гидромониторных насадок. На основании этого определены параметры усилия прессования для каждого типа. Спрессованы и спечены образцы гидромониторных насадок трех типов, с последующим анализом их геометрических параметров и физико-механических свойств. В таблице 35 представлены физико-механические свойства гидромониторных насадок, изготовление которых происходило по усилию прессования без опытных образцов.

Таблица 35 – свойства опытных гидромониторных насадок

Гидромониторная насадка	Плотность, г/см ³	Твердость, НКА	Коэрцитивная сила Нс, Э	Соответствие геометрическим
Тех. требования	$14,53 \pm 0,1$	$88,0 \pm 0,4$	75- 95	размерам по чертежу
Тип 1	14,50	88,1	83	Соответствует
Тип 2	14,51	87,7	86	Соответствует
Тип 3	14,51	88,1	80	Соответствует

Из полученных результатов, представленных в таблице 35 видно, что изготовление гидромониторных насадок, настроенных по усилию прессования без опытных образцов, является допустимым. Геометрические параметры, структура и физико-механические свойства соответствуют СТП 582 AO «Волгабурмаш» и технологической документации. Испытания привели к желаемому результату и позволили ускорить процесс производства гидромониторных насадок. Установлены параметры для изготовления гидромониторных насадок без прессования опытных образцов, за счет настройки оборудования по предложенной рабочей таблице прессования. Данное мероприятие позволило сократить длительность производственного процесса на данное изделие (Приложение А п.5). Параметры внесены в Технологическую инструкцию №25265.00035 «Прессование твердосплавных изделий» (Приложение Г), «рабочая карта наладки прессования твердосплавных гидромониторных насадок».

4.7 Выводы по главе 4

На этапе приготовления порошка путем изменения состава, времени размола, добавления легирующих добавок можно влиять на физико-механические свойства и структуру сплава. Благодаря изменению условий можно ускорить технологический процесс и сократить потери сырья, без ухудшения свойств изделия. В результате исследований, приведенных в данной главе, можно сделать следующие выводы:

- 1. Установлено оптимальное время размола и смешения исходного сырья для твердых сплавов марки ВК10С из карбидов вольфрама марки WC7 9 часов, твердость = 88,1 HRA, трещиностойкость $W_k = 17,9 \text{ MH} \cdot \text{m}^{-3/2}$.
- 2. Определено оптимальное содержание пластификатора, равное 2%, твердость = 87,8 HRA, трещиностойкость $W_k = 17,1 \text{ MH} \cdot \text{м}^{-3/2}$.
- 3. Исследована возможность нормализации микроструктуры твердосплавных изделий путем избавления от критических дефектов, с добавлением этих изменений в Типовой технологический процесс:
- Установлен состав для сплава BK15C использование легирующий добавки Cr_3C_2 , что привело к увеличению твердости (86,2 HRA \rightarrow 86,9 HRA) и трещиностойкости (22,3 MH·м^{-3/2} \rightarrow 23,0 MH·м^{-3/2}).
- Сплав ВК6С определен как основной вместо сплава ВК5С для изготовления зубков, применяемых в качестве армирующих элементов долота, подверженных сильному истирающему износу (лапы и тыльного конуса шарошки), твердость = 90,4 HRA, трещиностойкость $W_k = 12,9$ MH·м^{-3/2}.
- 4. Определены пути по улучшению технологии формования твердосплавных изделий, с изменениями, внесенными в Технологическую инструкцию:
- Благодаря нормализации структуры сплава ВК15С и увеличению его трещиностойкости, произведено уменьшение диаметра оснастки и плотности прессования заготовки, что привело к снижению нормы расходов дорогостоящих материалов на 2-3%, повышение ресурса алмазных шлифовальных кругов на 25% и снижения затрат времени на изготовление продукции.

• Произведен подбор оптимальных параметров прессования гидромониторных насадок за счет настройки пресса по усилию прессования. Это позволило отказаться от промежуточного изготовления опытных образцов, за счет чего сокращен производственный цикл.

ГЛАВА 5. ВЛИЯНИЕ УСЛОВИЙ СПЕКАНИЯ НА СВОЙСТВА ТВЕРДОСПЛАВНЫХ ИЗДЕЛИЙ

Многие исследования были посвящены модификации фазы Со и размера зерна WC путем регулирования параметров спекания [178-180]. Несмотря на то, что механические свойства могут быть изменены таким образом, данные улучшения имеют ряд ограничений. Кроме того, часто возникают конфликты между разными свойствами, например, твердостью и вязкостью разрушения.

Целью данной главы является исследование влияния условий спекания на физико-механические свойства и трещиностойкость вольфрамокобальтового сплава.

5.1 Свойства твердосплавных изделий в стандартных условиях спекания

В данном разделе проводилось исследование серийных вольфрамокобальтовых сплавов, применяемых в производстве твердосплавного вооружения буровых шарошечных долот в АО «Волгабурмаш», а также влияния процесса формования порошковой смеси для определения среднестатистических параметров физико-механических свойств и трещиностойкости, и микроструктуры сплава. Использовались образцы состава ВК15С, ВК10С, ВК6С с содержанием кобальта, равным 15, 10 и 6 % масс, соответственно. Спекание производилось в стандартных условиях по полному циклу совместно с депарафинизацией в среде аргона. Температура спекания в вакууме Т_{спекания} = 1400±20 °С, график представлен на рисунке 44.

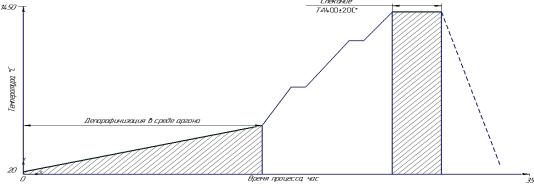


Рисунок 44 — Диаграмма спекания по полному циклу совместно с депарафинизацией в среде аргона

Были отпрессованы два комплекта образцов - 10 серийных зубков и 10 штапиков (образцов свидетелей) из представленных смесей, в следующих условиях:

- Зубок Применяется схема двустороннего прессования с неподвижным нижним пуансоном и плавающей матрицей. Среднее усилие прессования 39-59 кН.
- Штапик Применяется одностороннее прессование изделий. Среднее усилие прессования 68-75кH.

В таблице 36 и 37 представлены физико-механические свойства зубков и штапиков с содержанием Со = 15% масс., соответственно.

Таблица 36 - Физико-механические свойства зубков с содержанием Со = 15%

№ образца	Плотность, г/см³	Твердость, НКА	Коэрцитивная сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения W _K МН·м· ^{3/2}	Средняя длина трещины, мкм
Тех. требования	$14,0 \pm 0,1$	$86,5 \pm 0,5$	7090	≥270	2,53,5	Факт.*	Факт.*
Зубок 1	14,03	86,9	81		2,5	20,5	60
Зубок 2	13,96	86,9	77		2,6	19,6	66
Зубок 3	13,98	<u>87,4</u>	79		2,5	18,9	67
Зубок 4	13,97	87,0	83		2,7	19,9	62
Зубок 5	13,99	87,0	77	212	2,5	21,1	58
Зубок 6	13,96	87,0	75	313	2,6	21,2	57
Зубок 7	14,02	<u>87,1</u>	79		2,5	19,3	61
Зубок 8	13,97	86,9	79		2,4	21,6	54
Зубок 9	14,01	86,8	78		2,5	21,2	55
Зубок 10	13,97	87,2	77		2,4	19,3	61
Среднее	13,99	87,1	79	313	2,5	20,3	60

Примечание: выделенное значение имеет отклонение от требований СТП 582 AO «ВБМ»

^{*} Фактическое значение, является факультативным, не регламентируется, служит для дополнительной информации.

	•		O 1.5	Ω
Таблица 37 - Физико-механические	своиства штапикої	в с солержанием	$C_0 = 15$. _V /\(\cdot\)
Taominga 57 This mexamin teckne	obonorba mranniko	о с содержинием	\sim 13	70

№ образца	Плотность, г/см ³	Твердость, НВА	Коэрцитивная сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм ²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения W _K МН·м ^{-3/2}	Средняя длина трещины, мкм
Тех. требования	$14,0 \pm 0,1$	$86,5 \pm 0,5$	7090	≥270	2,53,5	Факт.*	Факт.*
Штапик 1	13,94	87,0	80		2,8	22,1	69
Штапик 2	13,96	86,7	75		2,9	20,5	61
Штапик 3	13,98	86,9	74		2,8	20,3	62
Штапик 4	13,97	87,0	74		2,7	20,2	62
Штапик 5	13,92	87,0	75	295	2,6	20,9	57
Штапик 6	13,96	87,2	73	293	2,6	21,8	53
Штапик 7	13,94	<u>87,1</u>	74		2,5	20,2	60
Штапик 8	13,94	86,9	73		2,8	20,3	60
Штапик 9	13,91	86,9	75		2,9	20,3	59
Штапик 10	13,94	86,8	73		2,8	19,7	49
Среднее	13,95	87,0	75	295	2,7	20,6	59

Примечание: выделенное значение имеет отклонение от требований СТП 582 АО «ВБМ» * Фактическое значение, является факультативным, не регламентируется, служит для дополнительной информации.

На рисунке 45 представлены фотографии структуры образцов с содержанием Со = 15% масс и распространение трещины при исследовании трещиностойкости.

Макро- и микроструктура образцов с содержанием Со = 15% годная. Спечённые зубки имели такие отклонения микроструктуры как большие кристаллы – до 35 мкм, компаундирование, не превышающее суммарный размер 15 мкм, и небольшие скопления кристаллов до 121 мкм. Спеченные штапики имели сегрегацию суммарным размером до 159 мкм, компаундирование до 15 мкм и скопления кристаллов до 213 мкм. По СТП 582 АО «ВБМ» такие отклонения допускаются.

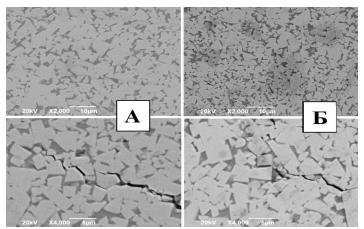


Рисунок 45 — Микроструктура ВК15С зубка (A) и штапика (Б) при увеличении x2.000 и соответствующие им фотографии распространения трещины при увеличении x4.000

В таблице 38 и 39 представлены физико-механические свойства образцов с содержанием Co = 10% масс.

Таблица 38 - Физико-механические свойства зубков с содержанием Со = 10%

№ образца	Плогность, г/см³	Твердость, HRA	Коэрцитивная сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения W _K МН·м- ^{3/2}	Средняя длина трещины, мкм
Тех. требования	$14,53 \pm 0,1$	$88,0 \pm 0,4$	7595	≥245 2,53,0		Факт.*	Факт.*
Зубок 11	14,49	88,3	80		2,8	17,3	79
Зубок 12	14,51	88,3	76		2,7	17,1	83
Зубок 13	14,49	88,3	78		2,5	16,5	87
Зубок 14	14,50	88,3	77		2,6	16,9	86
Зубок 15	14,52	88,4	75	206	2,6	17,6	77
Зубок 16	14,51	88,3	76	296	2,7	17,4	75
Зубок 17	14,51	88,3	76		2,5	16,9	87
Зубок 18	14,50	88,3	75		2,5	17	82
Зубок 19	14,51	88,3	75		2,6	17,1	83
Зубок 20	14,51	88,3	82		2,7	17,2	78
Среднее	14,51	88,3	77	296	2,6	17,1	82

^{*} Фактическое значение, является факультативным, не регламентируется, служит для дополнительной информации.

Таблица 39 - Физико-механические свойства штапиков с содержанием Со = 10%

№ образца	∏лотность, г/см³	Твердость, НКА	Коэрцитивная сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения W _K МН·м ^{-3/2}	Средняя длина трещины, мкм
Тех. требования	$14,53 \pm 0,1$	88,0 ± 0,4	7595	≥245	2,53,0	Факт.*	Факт.*
Штапик 11	14,48	88,0	82		2,7	15,2	85
Штапик 12	14,51	87,9	81		2,6	15,6	78
Штапик 13	14,50	88,3	80		2,9	16,3	75
Штапик 14	14,49	88,1	77		2,9	15,3	85
Штапик 15	14,48	88,0	79	207	2,8	15,6	80
Штапик 16	14,5	88,2	81	297	2,7	16,3	79
Штапик 17	14,5	88,1	81		2,5	16,2	78
Штапик 18	14,46	88,2	81		2,7	15,5	80
Штапик 19	14,51	88,2	81		2,6	15,4	81
Штапик 20	14,51	88,3	81		2,8	14,8	89
Среднее	14,49	88,1	81	297	2,7	15,6	81

^{*} Фактическое значение, является факультативным, не регламентируется, служит для дополнительной информации.

На рисунке 46 представлены фотографии структуры образцов с содержанием Co = 10% масс. и распространение трещины при исследовании трещиностойкости. Макро- и микроструктура образцов, спеченных с содержанием Co = 10%, годная. Спеченные зубки имеют годную структуру, за исключением зубка 13 и зубка 16, которые имеют несколько больших кристаллов размером не более 32 мкм. Штапики имеют небольшие участки скопления кристаллов, суммарный размер которых не превышает 125 мкм, и штапик 15 имеет один участок компаундирования размером 13 мкм. По СТП 582 АО «ВБМ» такие отклонения допускаются.

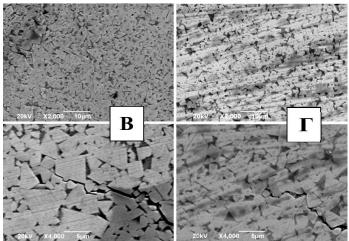


Рисунок 46 — Микроструктура ВК10С зубка (В) и штапика (Г) при увеличении x2.000 и соответствующие им фотографии распространения трещины при увеличении x4.000

В таблице 40 и 41 представлены физико-механические свойства образцов с содержанием Co = 10% масс., зубков и штапиков, соответственно.

Таблица 40 - Физико-механические свойства зубков с содержанием Со = 6%

№ образца	Плотность, г/см ³	Твердость, НКА	Коэрцитивная сила Нс, Э	Коэрцитивная сила Нс, Э Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм²		Вязкость разрушения Wk, МН ·м- ^{3/2}	Средняя длина трещины, мкм
Тех. требования	$14,95 \pm 0,1$	90,1 ± 0,5	110145	≥230	2,02,5	Факт.*	Факт.*
Зубок 21	14,93	90,1	138		2,2	13,5	90
Зубок 22	14,9	90,3	124		2,3	13,1	95
Зубок 23	14,89	90,2	138		2,1	13,6	90
Зубок 24	14,92	90,4	120		2,3	12,7	109
Зубок 25	14,91	90,2	134	242	2,2	12,8	105
Зубок 26	14,93	90,2	142	∠ 4 ∠	2,2	13,1	98
Зубок 27	14,89	90,2	133		2,3	12,7	106
Зубок 28	14,92	90,4	140		2,0	13,2	98
Зубок 29	14,89	90,3	135		2,3	12,9	109
Зубок 30	14,91	90,3	120		2,1	13,5	92
Среднее	14,91	90,3	132	242	2,2	13,1	99

^{*} Фактическое значение, является факультативным, не регламентируется, служит для дополнительной информации.

Таблица 41 - Физико-механические свойства штапиков с содержанием Со = 6%

№ образца	Плотность, г/см³	Твердость, НКА	Коэрцитивная сила Нс, Э Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм²		Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения W _K , МН·м ^{-3/2}	Средняя длина трещины, мкм
Тех. требования	$14,95 \pm 0,1$	$90,1 \pm 0,5$	110145	≥230	2,02,5	Факт.*	Факт.*
Штапик 21	14,93	901	118		2,3	12,9	94
Штапик 22	14,92	90,2	124		2,4	12,0	104
Штапик 23	14,91	90,2	116		2,3	12,2	100
Штапик 24	14,92	90,4	115		2,2	12,5	111
Штапик 25	14,92	90,2	112	274	2,5	12,2	110
Штапик 26	14,92	90,1	109	274	2,1	12,5	103
Штапик 27	14,92	90,2	120		2,1	12,9	104
Штапик 28	14,92	90,2	116		2,2	12,9	100
Штапик 29	14,91	89,8	115	115 114		12,8	110
Штапик 30	14,90	90,3	114			12,6	99
Среднее	14,92	90,2	116	274	2,3	12,6	104

^{*} Фактическое значение, является факультативным, не регламентируется, служит для дополнительной информации.

На рисунке 47 представлены фотографии структуры образцов с содержанием Co = 6% масс. и распространение трещины при исследовании трещиностойкости.

Макро- и микроструктура образцов, спеченных с содержанием Со = 6%, годная. Микроструктура зубков однородная, зубки 23 и 27 имеют несколько участков скопления кристаллов WC, суммарный размер которых не более 64 мкм. Спеченные штапики также имеют однородную микроструктуру с небольшим количеством крупных кристаллов, размер которых не превышает 35 мкм. По СТП 582 АО «ВБМ» такие отклонения допускаются.

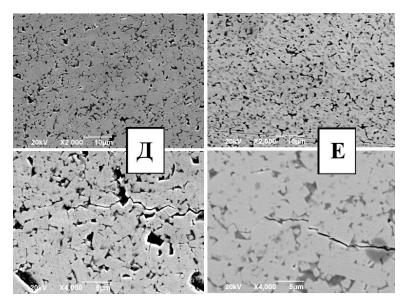


Рисунок 47 — Микроструктура ВК6С зубка (Д) и штапика (E) при увеличении x2.000 и соответствующие им фотографии распространения трещины при увеличении x4.000

Анализ следов трещин, распространяющихся от углов отпечатков индентора, показал, что для образцов характер прохождения трещины в основном является межзеренным [72].

По результатам, представленным в таблицах 36-41, физико-механические свойства зубков и штапиков различаются в связи с разными условиями прессования, объемом и формой изделия. Значение трещиностойкости у зубков выше по причине лучшего уплотнения порошка в изделии при формовании. По фотографиям видно, что распространение трещины происходило в основном по межфазной области, по связке. Распространение трещины по межфазной области считается более предпочтительной моделью разрушения, так как когда трещина распространяется по границам зерен WC или через зерна WC, раскалывая их, то реализуется неполный ресурс работы разрушения сплава. Распространение трещины в стандартных серийных сплавах имеет межкристаллитный характер

Средние показатели физико-механический свойств зубков выбраны как основные данные, используемые в дальнейшей работе для сравнения, так как это является максимально приближенной моделью к твердосплавному вооружению буровых долот.

5.2 Влияние температуры спекания

Была проведена опытная работа с целью рассмотреть влияние температуры спекания вольфрамокобальтового сплава на физико-механические и эксплуатационные свойства спеченных зубков, оценить рост зерен и характер распространения трещины в сплаве после внедрения индентора. Использовались серийные сплавы для производства твердосплавных зубков в АО «Волгабурмаш», ВК15С, ВК10С, ВК6С с содержанием кобальта равным 15, 10 и 6 %масс, соответственно. Применялись следующие режимы спекания:

- Режим №1 Т_{спекания} = 1450±20 °C;
- Режим N_{2} $T_{\text{спекания}} = 1370 \pm 20$ °C.

В таблице 42 представлены физико-механические свойства образцов с содержанием Со = 15% масс.

Таблица 42 - Сравнение свойств зубков с содержанием Со = 15% масс спеченных в разных

режимах

NUMBA									
№ образца	Плотность, г/см ³	Твердость, НКА	Коэрцитивная сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм ²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения W _K МН·м ^{-3/2}	Средняя длина трещины, мкм		
Серийный ВК15С	13,99	87,1	79	313	2,5	20,3	60		
Режим №1	13,98	<u>87,2</u>	76	316	2,5	23	50		
Режим №2	13,96	<u>87,3</u>	79	313	2,4	20,3	60		

На рисунке 48 представлены фотографии влияния температуры спекания на структуру образцов с содержанием Co = 15% масс и распространение трещины при исследовании трещиностойкости.

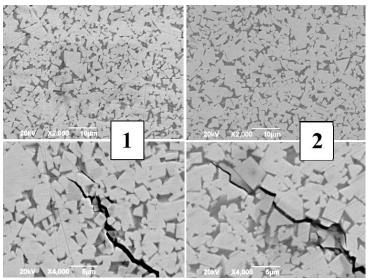


Рисунок 48 — Влияние температуры спекания на структуру зубков ВК15С, 1 — Режим №1, 2 — режим №2, увеличение х2.000 и соответствующие им фотографии распространения трещины при увеличении х4.000

Макро- и микроструктура образцов, спеченных с разной температурой с содержанием Co = 15%, годная. Зубок, спеченный в режиме №1, имеет несколько больших кристаллов размером не более 30 мкм, два участка скопления кристаллов общим размером 127 мкм и один участок компаундирования размером 7 мкм. Образец, спеченный в режиме №2, имеет большие кристаллы до 23 мкм и одно скопление кристаллов размером 38 мкм. По СТП 582 АО «ВБМ» такие отклонения допускаются.

В таблице 43 представлены физико-механические свойства образцов с содержанием Co = 10% масс. и распространение трещины при исследовании трещиностойкости.

Таблица 43 - Сравнение физико-механических свойств зубков с содержанием Со = 10%

спеченных в разных режимах

№ образца	Плотность, г/см ³ ь	Твердость, НКА	Коэрцитивная сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения W _K МН·м ^{-3/2}	Средняя длина трещины, мкм
Серийный ВК10С	14,53	88,3	83	296	2,6	17,1	82
Режим №1	14,51	88,6	88	280	2,6	19,6	72
Режим №2	14,51	88,6	88	260	2,5	17,1	99

На рисунке 49 представлены фотографии структуры образцов с содержанием Co = 10% масс. и распространение трещины при исследовании трещиностойкости.

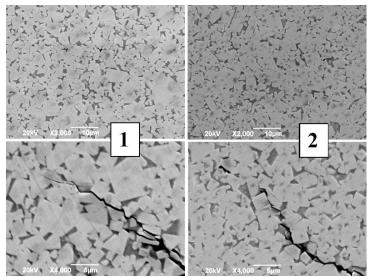


Рисунок 49 — Влияние температуры спекания на структуру зубков ВК10С, 1 — Режим №1, 2 — режим №2, увеличение х2.000 и соответствующие им фотографии распространения трещины при увеличении х4.000

Макро- и микроструктура образцов, спеченных с разной температурой с содержанием Со = 10%, годная. Зубок, спеченный в режиме №1, имеет несколько больших кристаллов размером не более 27 мкм и четыре участка скопления кристаллов общим размером 123 мкм. Образец, спеченный в режиме №2, имеет одно скопление кристаллов размером 74 мкм и одну зону компаундирования размером 15 мкм. По СТП 582 АО «ВБМ» такие отклонения допускаются.

В таблице 44 представлены физико-механические свойства образцов с содержанием Co = 10% масс.

Таблица 44 - Сравнение физико-механических свойств зубков с содержанием Со = 6%

спеченных в разных режимах

№ образца	Плотность, г/см ³	Твердость, НВА	Коэрцитивная сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения Wк МН·м ^{-3/2}	Средняя длина трещины, мкм
Серийный ВК6С	14,91	90,3	132	242	2,2	13,1	99
Режим №1	14,92	90,2	132	294	2,3	12,6	106
Режим №2	14,91	90,6	132	242	2,2	13,1	99

На рисунке 50 представлены фотографии структуры образцов с содержанием Со = 6% масс. и распространение трещины при исследовании трещиностойкости.

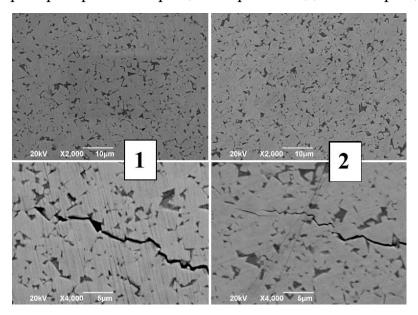


Рисунок 50 — Влияние температуры спекания на структуру зубков ВК6С, 1 — Режим №1, 2 — режим №2, увеличение х2.000 и соответствующие им фотографии распространения трещины при увеличении х4.000

Макро- и микроструктура образцов, спеченных с разной температурой с содержанием Со = 6%, годная. Зубок, спеченный в режиме №1, имеет три участка скопления кристаллов общим размером 210 мкм. Образец, спеченный в режиме №2, имеет одно скопление кристаллов размером 112 мкм и большой кристалл размером 34 мкм. По СТП 582 АО «ВБМ» такие отклонения допускаются. На рисунках 51 и 52 приведены диаграммы сравнения физико-механических свойств сплавов, спеченных в режиме №1 и режиме №2, соответственно.

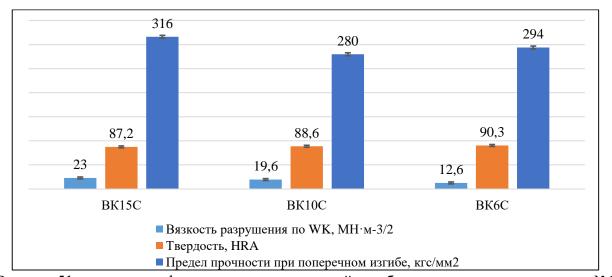


Рисунок 51 – диаграмма физико-механических свойств образцов, спеченных в режиме №1



Рисунок 52 – диаграмма физико-механических свойств образцов, спеченных в режиме №2

Для образцов, спеченных в режиме №1, распространение трещины, происходило в основном по межфазной области, по связке. Для образцов, спеченных в режиме №2, характерен другой характер распространения трещин — транскристаллитный. Принимая во внимания длину и характер распространения трещин после анализа на трещиностойкость, есть основания полагать, что существует связь между температурой спекания, влияющей на размер зерна WC, и способностью сплава сопротивляться распространению трещин в результате нагрузки.

По результатам, представленным в таблицах 42-44, можно сделать вывод, что в случае с зубками из сплава ВК15С и ВК10С спекание при температуре выше, чем в стандартном режиме (режим №1) привело к увеличению твердости и трещиностойкости (23 МН·м-3/2 и 19,6 $MH \cdot M^{-3/2}$, соответственно). Однако негативным фактором такого режима является частичное ухудшение микроструктуры изделий, появлению скоплений кристаллов. Зубок ВК6С, спеченный при режиме №2, имеет выше показатели трещиностойкости (13,1 MH·м⁻ ^{3/2}) и твердости (90,6 HRA), что может быть связано с лучшим смачиванием зерен карбида вольфрама кобальтом, которое сделало сплав пластичнее. Так как зубки из данного сплава используются для армирования калибрующего конуса шарошки и лапы, то для них основным показателем является твердость, так как они работают в абразивно-истирающих нагрузках.

5.3 Влияние давления спекания

<u>Спекание с пониженным давлением</u> проводилось при давлении 0,2±0,1 МПа и высокой температурой 1450±20 °C.

В таблице 45 представлены физико-механические свойства образцов сплава ВК15С, спеченных при пониженном давлении.

Таблица 45 — физико-механические свойства образцов, спеченных при пониженном давлении из сплава BK15C

Lapricilli 113 clista	ba Bitie e	*					
№ образца	Плотность, г/см ³	Твердость, НRA	Коэрцитивная сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения W _K МН·м ^{-3/2}	Средняя длина трещины, мкм
Серийный ВК15С	13,99	87,1	79	313	2,5	20,3	60
1	<u>13,57</u>	86,7	68		3,4	18,9	67
2	13,52	86,7	74	<u>221</u>	<u>3,6</u>	18,3	63
3	13,62	86,7	76		3,3	18,4	65
	•	•	-				

Примечание: выделенное значение имеет отклонение от требований СТП 582 AO «ВБМ»

Образцы пористые, о чем свидетельствует значение плотности, это влияет на предел прочности при поперечном изгибе и трещиностойкость, делая сплав хрупким. На рисунке 53 представлена фотография структуры и распространения трещины образца с содержанием Со = 15% масс., спеченного при пониженном давлении.

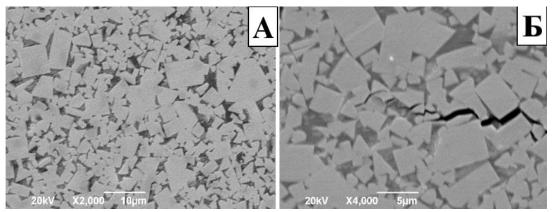


Рисунок 53 - Структура ВК15С (A) увеличение x2.000 и распространение трещины (Б) увеличение x4.000 образца, спеченного при пониженном давлении

Макроструктура образцов, спеченных с пониженным давлением с содержанием Со = 15%, имеет пористость В4 и трещины, этим объясняется отклонение по плотности. Поверхность образца потрескалась и «шелушится». Образец 1 и 2 имеют множество крупных кристаллов размером до 61 мкм, а также скоплений кристаллов, суммарный размер которых достигает 321 мкм. По СТП582 АО «Волгабурмаш» такие отклонения не допускаются в производство и является окончательным, неисправимым браком.

В таблице 46 представлены физико-механические свойства образцов сплава ВК10С, спеченных при пониженном давлении.

Таблица 46 — физико-механические свойства образцов, спеченных при пониженном давлении из сплава BK10C

давлении из ен	BIGBG BICTO						
№ образца	Плотность, г/см³	Твердость, НRA	Коэрцитивная сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения W _K МН·м ^{-3/2}	Средняя длина трещины, мкм
Серийный ВК10С	14,53	88,3	83	296	2,6	17,1	82
4	<u>14,37</u>	88,2	82		2,7	14,2	92
5	<u>14.41</u>	88.0	77	<u>200</u>	2,6	15,6	82
6	<u>14.41</u>	88.1	83		2,8	15,0	83
	•	•	•		•		

Низкие значения предела прочности при поперечном изгибе и трещиностойкости являются следствием низкой плотности, то есть повышенной пористости. На рисунке 54 представлена фотография структуры и распространения трещины образца с содержанием Co = 10% масс., спеченного при пониженном давлении.

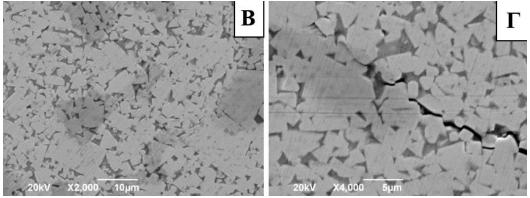


Рисунок 54 - Структура ВК10С (В) увеличение x2.000 и распространение трещины (Г) увеличение x4.000 образца, спеченного при пониженном давлении

Макроструктура образцов спеченных с пониженным давлением с содержанием Со = 10%, имеет пористость ВЗ. Поверхность образца потрескалась и «шелушится», но в меньшей степени, чем у образца сплава ВК15С. Образец 4 и 6 имеют множество крупных кристаллов размером до 85 мкм, а также скоплений кристаллов, суммарный размер которых достигает 267 мкм, и компаундирование, несколько участков суммарно до 21 мкм. По СТП 582 АО «Волгабурмаш» такие отклонения не допускаются в производство и является окончательным, неисправимым браком.

В таблице 47 представлены физико-механические свойства образцов сплава ВК6С, спеченных при пониженном давлении.

Таблица 47 — физико-механические свойства образцов спеченных при пониженном давлении из сплава BK6C

abitemini no eninab							
№ образца	Плотность, г/см ³	Твердость, НКА	Коэрцитивная сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения W _K МН·м ^{-3/2}	Средняя длина трещины, мкм
Серийный ВК6С	14,91	90,3	132	242	2,2	13,1	99
7	<u>14,78</u>	89,7	111		2,5	12,5	100
8	<u>14,78</u>	89,8	117	<u>180</u>	2,5	12,4	105
9	<u>14,79</u>	89,8	126		<u>2,6</u>	12,2	107

Примечание: выделенное значение имеет отклонение от требований СТП 582 AO «ВБМ»

Аналогично с двумя предыдущими сплавами, спекание ВК6С при пониженном давление не дало полноценного уплотнения ТС. На рисунке 55 представлена фотография структуры и распространения трещины образца с содержанием Со = 6% масс. спеченного при пониженном давлении.

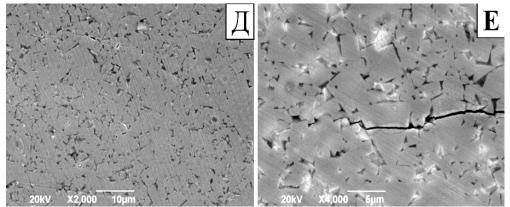


Рисунок 55 - Структура ВК6С (Д) увеличение x2.000 и распространение трещины (E) увеличение x4.000 образца, спеченного при пониженном давлении

Макроструктура образцов, спеченных с пониженным давлением с содержанием Со = 10%, имеет пористость В1. Поверхность образца имеет мелкие трещины. Шлиф образца 7 имеет трещину, и крупные кристаллы до 48 мкм. Образец 8 имет множество (семь) участков скоплений кристаллов, суммарный размер которых достигает 301 мкм. По СТП 582 АО «Волгабурмаш» такие отклонения не допускаются в производство и является окончательным, неисправимым браком. На рисунке 56 представлена диаграмма свойств сплавов, спеченных при пониженном давлении.

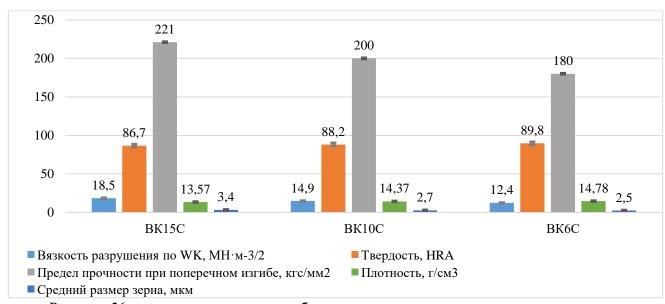


Рисунок 56 – диаграмма состояния образцов, спеченных при пониженном давлении

На рисунке 57 представлены фотографии твердосплавных зубков, после данного режима спекания, где видны дефект «шелушения» и отслаивание поверхности сплава и трещины.



На рисунок 57 – фотография поверхности образцов, спеченных при пониженном давлении

Спекание образцов с пониженным давлением 0,2±0,1 МПа привело к появлению большого количества и разного размер пор. Это обусловлено особенностями плохого уплотнения пористых твердосплавных заготовок в процессе спекания при пониженном давлении. Исследование механических свойств сплавов, такие как предел прочности при поперечном изгибе и трещиностойкость, представленных в таблицах 45-47, резко снижаются с увеличением пористости. Поверхность образцов покрыта трещинами, скалывается, и отлетает, по причине высокого поверхностного натяжения материала из-за достаточно быстрого уменьшения профиля поперечного сечения пор у поверхности сплава. Распространение трещины в сплаве, спеченным при пониженном давлении, имеет, в основном, транскристаллитный характер.

Спекать зубки в таких условиях недопустимо. Однако данные условия применяются при спекания зернового твердого сплава, используемого как наплавочный материал.

Спекание с повышенным давлением проводилось при давлении 4±0,5МПа, (выше стандартного режима) и температуре 1400±20 °C, с временными интервалами согласно производственному процессу.

В таблице 48 представлены физико-механические свойства образцов сплава ВК15С, спеченных при повышенном давлении.

Таблица 48 –	физико-механические	свойства	образцов,	спеченных	при	пониженном
давлении из сплава В	K15C					

№ образца	Плотность, г/см ³	Твердость, НКА	Коэрцитивная сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения Wк МН·м ^{-3/2}	Средняя длина трещины, мкм
Серийный ВК15С	13,99	87,1	79	313	2,5	20,3	60
10	14,05	86,9	75		2,5	21,2	55
11	14,06	86,6	81	292	2,7	20,7	62
12	14,03	86,6	79		2,7	20,8	60

Повышенное давление благоприятно влияет на процесс жидкофазного спекания и уплотнения сплава ВК15С, о чем свидетельствуют прочностные характеристики, представленные в таблице 48. На рисунке 58 представлена фотография структуры и распространения трещины образца с содержанием Co = 15% масс., спеченного при высоком давлении.

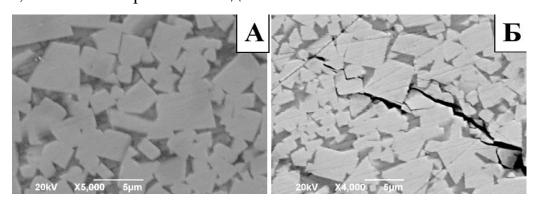


Рисунок 58 - Структура ВК15С (A) увеличение x2.000 и распространение трещины (Б) увеличение x4.000, образца, спеченного при высоком давлении

Макро- и микроструктура образцов, спеченных с повышенным давлением с содержанием Со = 15%, годная. Зубок №10 имеет два участка скопления кристаллов общим размером 61 мкм. Образец 12 имеет большой кристалл 21 мкм. По СТП 582 АО «Волгабурмаш» такие отклонения допускаются.

В таблице 49 представлены физико-механические свойства образцов сплава ВК10С, спеченных при высоком давлении.

' ' 1				F			
№ образца	Плотность, г/см ³	Твердость, НКА	Коэрцитивная сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения W _K МН·м ^{-3/2}	Средняя длина трещины, мкм
Серийный ВК10С	14,53	88,3	83	296	2,6	17,1	82
13	14,58	88,3	88		2,6	17,1	83
14	14,58	88,2	76	274	2,5	17,2	80
15	14,60	88,0	74		2,7	17,4	77

Таблица 49 – физико-механические свойства образцов ВК10С

Спекание ВК10С при повышенном давлении показало схожие со стандартным режимом спекания прочностные характеристики сплава. На рисунке 59 представлена фотография структуры и распространения трещины образца с содержанием Co = 10% масс., спеченного при высоком давлении.

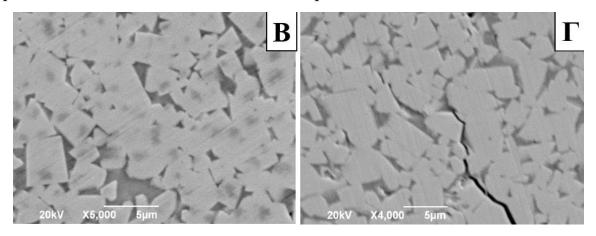


Рисунок 59 - Структура ВК10С (В) увеличение x2.000 и распространение трещины (Γ) увеличение x4.000, образца, спеченного при высоком давлении

Макро- и микроструктура образцов, спеченных с повышенным давлением с содержанием Co = 10%, годная.

В таблице 50 представлены физико-механические свойства образцов сплава ВК6С, спеченных при повышенном давлении.

Тиотпіди г	1	promise mentaling resembles a copusides since					
№ образца	Плотность, г/см³	Твердость, НКА	Коэрцитивная сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения W _K МН·м ^{-3/2}	Средняя длина трещины, мкм
Серийный ВК6С	14,91	90,3	132	242	2,2	13,1	99
16	14,94	90,3	132		2,3	13,1	98
17	14,92	90,1	129	277	2,1	13,5	91
18	14,94	90,4	127		2,2	13,4	94

Таблица 50 – физико-механические свойства образцов ВК6С

Повышенное давление благоприятно влияет на процесс жидкофазного спекания и уплотнения низкокобальтового сплава ВК6С, о чем свидетельствуют прочностные характеристики, представленные в таблице 50. На рисунке 60 представлена фотография структуры и распространения трещины образца с содержанием Co = 6% масс., спеченного при высоком давлении.

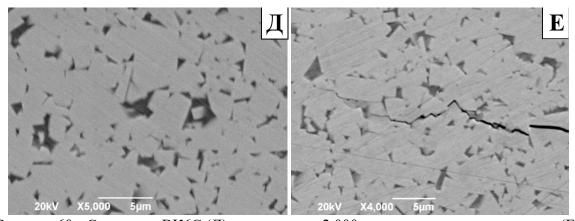


Рисунок 60 - Структура ВК6С (Д) увеличение x2.000 и распространение трещины (Е) увеличение x4.000, образца, спеченного при высоком давлении

Макро- и микроструктура образцов, спеченных с повышенным давлением с содержанием Со = 6%, годная. Зубок №17 имеет крупный кристалл 27 мкм и один участок сегрегации 8 мкм. Образец, спеченный в режиме №18, имеет одно скопление кристаллов размером 112 мкм. По СТП 582 АО «ВБМ» такие отклонения допускаются. На рисунке 61 представлена диаграмма физико-механических свойств образцов, спеченных при высоком давлении.

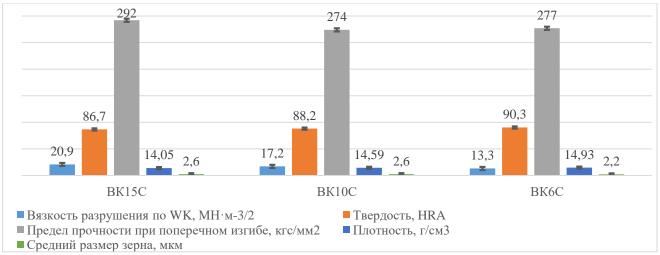


Рисунок 61 - диаграмма физико-механических свойств образцов, спеченных при высоком давлении

По результатам, представленным в таблицах 48-50, можно сделать вывод, что спекание при повышенном давления (до 4±0,5МПа и выше) благоприятно влияет на процесс уплотнения сплава и смачивание зерен карбидов кобальтовым связующем в процессе жидкофазного спекания, и повышение трещиностойкости, в среднем на 2%. Однако негативным фактором является то, что это увеличивает нагрузку на вакуумные узлы, приводит к более быстрому износу и/или разрушению графитового муфеля печи, что в рамках использования данного оборудования не является экономически выгодным. Распространение трещины в сплаве имеет межкристаллитный характер.

5.4 Влияние среды спекания

Данная работа проводилась с целью изучения влияния среды спекания на физико-механические свойства и микроструктуру твердосплавного вооружения буровых шарошечных долот за счет регулирования углеродного баланса и миграции кобальта.

5.4.1 Спекание с депарафинизацией в среде водорода

С целью снижения содержания углерода в поверхностном слое изделия и создания более вязкого поверхностного слоя, было проведено спекание образцов по полному циклу совместно с депарафинизацией в среде водорода технического

марки A (ГОСТ 3022-80) при избыточном давлении. После данного цикла обязательно происходит продувка печи инертным газом аргоном. Спекания производилась при $T_{выдержки} = 1000\pm20$ °C, $T_{спекания} = 1420\pm20$ °C, расходе H_2 - 2000π /час. График процесса представлен на рисунке 62.

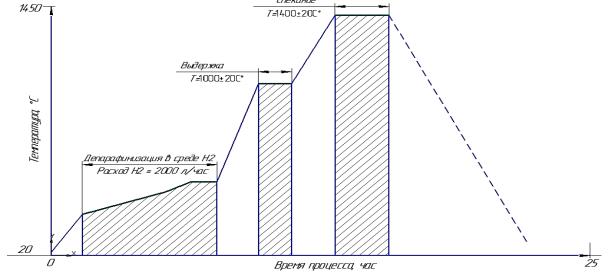


Рисунок 62 – Диаграмма спекания по полному циклу совместно с депарафинизацией в среде водорода

Образцы пронумерованы как B1, B2, B3 – сплав BК15С; B4, B5, B6 – сплав BК10С; B7, B8, B9 – сплав BК6С.

В таблице 49 представлены физико-механические свойства сплава ВК15С, спеченного с депарафинизацией в среде водорода.

Таблица 49 – физико-механические свойства образцов из сплава ВК15С, спеченных с

депарафинизацией в среде водорода

Образец	Плотность, г/см³	Твердость, НКА	Коэрцитивная сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения W _K МН·м ^{-3/2}	Средняя длина трещины, мкм
Серийный ВК15С	13,99	87,1	79	313	2,5	20,3	60
B1	13,96	<u>86,4</u>	89		3,5	18,9	89
B2	14,02	86,5	83	<u>259</u>	3,6	18,7	87
В3	14,00	86,9	87		3,5	18,6	86
			•				

Примечание: выделенное значение имеет отклонение от требований СТП 582 AO «ВБМ»

Для сплава ВК15С данный режим привел к снижению прочностных свойств. На рисунке 63 представлена фотография структуры и распространения трещины образца с содержанием Co = 15% масс. спеченного с депарафинизацией в среде водорода.

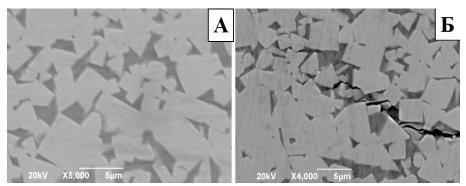


Рисунок 63 - Структура образца ВК15С (A), увеличение x5.000 и распространение трещины (Б), увеличение x4.000, спеченного с депарафинизацией в среде водорода

Макроструктура спеченных образцов в смеси газов содержанием Co = 15% годная. Зубок В1 имеет большой кристалл размером 74 мкм и один участок скопления кристаллов размером 247 мкм. Зубки В2 имеет шесть участков скопления кристаллов, суммарным размером 321 мкм. По СТП 582 АО «ВБМ» такие отклонения не допускаются.

В таблице 50 представлены физико-механические свойства сплава ВК10С, спеченного с депарафинизацией в среде водорода.

Таблица 50 — физико-механические свойства образцов из сплава BK10C, спеченных с депарафинизацией в среде водорода

' · 1 1	<u>, 1 , </u>	, ,, <u>,</u> , ,					
№ образца	Плотность, г/см³	Твердость, НКА	Коэрцитивная сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения W _K МН·м ^{-3/2}	Средняя длина трещины, мкм
Серийный ВК10С	14,53	88,3	83	296	2,6	17,1	82
B4	14,52	88,4	95		<u>3,2</u>	15,5	97
В5	14.51	88,2	80	252	2,9	15,9	93
В6	14.50	88,3	78		2,8	16,8	89

Примечание: выделенное значение имеет отклонение от требований СТП 582 AO «ВБМ»

При данном режиме спекания идет рост размера зерна, в результате чего предел прочности при поперечном изгибе и трещиностойкость снижаются. На рисунке 64 представлена фотография структуры и распространения трещины образца с содержанием Co = 10% масс., спеченного с депарафинизацией в среде водорода.

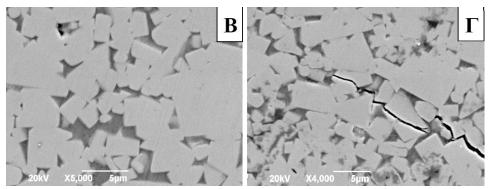


Рисунок 64 - Структура образца ВК10С (В), увеличение x5.000 и распространение трещины (Γ), увеличение x4.000, спеченного с депарафинизацией в среде водорода

Макроструктура спеченных образцов с депарафинизации в среде водорода с содержанием Co = 10% годная. Зубок B4 имеет большой кристалл размером 43 мкм и один участок скопления кристаллов размером 251 мкм. Зубки B5 и B6 имеют крупные кристаллы размером до 52 мкм и множественные участки скопления кристаллов суммарным размером до 200 мкм. Такие отклонения микроструктуры зубков не допускаются в производство, в соответствии с СТП 582 АО «Волгабурмаш».

На рисунке 65 представлена фотография структуры и распространения трещины образца с содержанием Co = 6% масс., спеченного с депарафинизацией в среде водорода.

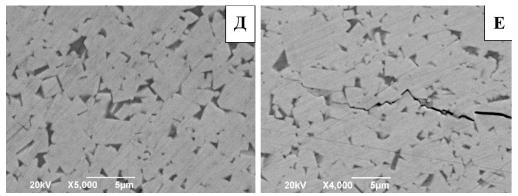


Рисунок 65 - Структура образца ВК6С (Д), увеличение x5.000 и распространение трещины (Е), увеличение x4.000, спеченного с депарафинизацией в среде водорода

В таблице 51 представлены физико-механические свойства сплава ВК6С, спеченного с депарафинизацией в среде водорода.

Таблица 51 – физико-механические свойства образцов из сплава ВК6С, спеченных с

1			
пепапад	ринизацией в	CHATE	ропорода
дспарач	липизациси в	Среде	водорода

№ образца	Плотность, г/см³	Твердость, HRA	Коэрцитивная сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения W _K МН·м ^{-3/2}	Средняя длина трещины, мкм
Серийный ВК6С	14,91	90,3	132	242	2,2	13,1	99
В7	14,93	90,2	113		2,4	12,1	114
В8	14,96	90,3	122	<u>229</u>	2,4	11,9	119
В9	14,94	89,9	138		<u>2,6</u>	11,8	120
		•					

Примечание: выделенное значение имеет отклонение от требований СТП 582 AO «ВБМ»

Увеличение размера зерна приводит к снижению прочностных характеристик. Макро- и микроструктура спеченных образцов в смеси газов при содержании Со = 6% годная. Однако зубок В9 имеет большой кристалл размером 35 мкм и один участок скопления кристаллов размером 224 мкм. По СТП 582 АО «ВБМ» такие отклонения допускаются. Распространение трещины в сплаве имеет межкристаллитный характер. На рисунке 66 представлена диаграмма физикомеханических свойств образцов, спеченных с депарафинизацией в среде водорода.

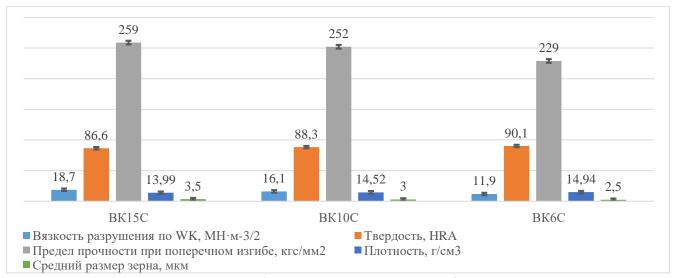


Рисунок 66 – диаграмма свойств образцов спеченных с депарафинизацией в среде водорода

По результатам исследований, представленным в таблицах 49-51, можно сделать вывод, что при спекании с депарафинизации в среде водорода идет неконтролируемый рост зерен и обезуглероживание, что приводит к снижению предела прочности при поперечном изгибе, а также снижению трещиностойкости, в среднем на 7,5%.

5.4.2 Спекание в среде смеси газов

С целью корректировки углеродного баланса проводилось спекание по полному циклу совместно с депарафинизацией в среде смеси газов водорода и природного газ $CH_4 + H_2$ (ГОСТ 5542-2014) во время процесса нормализации при 1000 ± 20 °C. Образцы пронумерованы как $\Gamma1$, $\Gamma2$, $\Gamma3$ – сплав BK15C; $\Gamma4$, $\Gamma5$, $\Gamma6$ – сплав BK10C; $\Gamma7$, $\Gamma8$, $\Gamma9$ – сплав BK6C. Процесс спекания проходил по графику, представленному на рисунке 67.

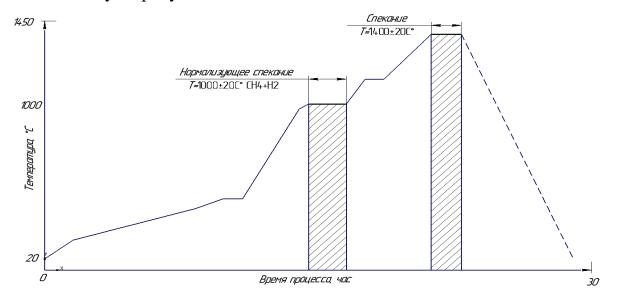


Рисунок 67 — Диаграмма спекания по полному циклу совместно с депарафинизацией в среде смеси газов водорода и природного газа

В таблице 52 представлены физико-механические свойства сплава ВК15С, спеченного в смеси газов с соблюдением других этапов синтеза в соответствии с технологическим процессом АО «Волгабурмаш».

Таблица 52 — физико-механические свойства образцов из сплава BK15C, спеченных в смеси газов

№ образца	Плотность, г/см³	Твердость, НКА	Коэрцитивная сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения W _K МН·м ^{-3/2}	Средняя длина трещины, мкм
Серийный ВК15С	13,99	87,1	79	313	2,5	20,3	60
Γ1	14,0	86,9	<u>63</u>		2,8	21,6	59
Γ2	14,0	87,0	74	289	2,9	21,9	55
Г3	14,0	87,0	<u>67</u>		3,1	21,4	34
Примечание:	Примечание: вылеленное значение имеет отклонение от требований СТП 582 АО «ВБМ»						

Значения трещиностойкости для данного сплава увеличились на 6%. На рисунке 68 представлена фотография структуры и распространения трещины образца с содержанием Co = 15% масс., спеченного в смеси газов.

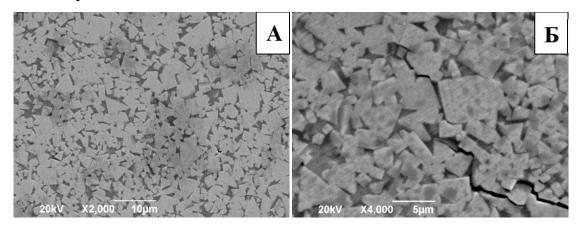


Рисунок 68 - Структура образца ВК15С (A), увеличение x2.000 и распространение трещины (Б), увеличение x4.000, спеченного в смеси газов

Макро- и микроструктура спеченных образцов в смеси газов с содержанием Co = 15% годная. Зубок $\Gamma 1$ имеет большой кристалл размером 34 мкм и один участок скопления кристаллов размером 47 мкм. Зубки $\Gamma 2$ и $\Gamma 3$ имеют однородную микроструктуру. По СТП 582 AO «ВБМ» такие отклонения допускаются.

В таблице 53 представлены физико-механические свойства сплава ВК10С, спеченного в смеси газов, с соблюдением других этапов синтеза в соответствии с технологическим процессом АО «Волгабурмаш».

Таблица 53 — физико-механические свойства образцов из сплава BK10C, спеченных в смеси газов

№ образца	Плотность, г/см ³	Твердость, НRA	Коэрцитивная сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения W _K МН·м ^{-3/2}	Средняя длина трещины, мкм
Серийный ВК10С	14,53	88,3	83	296	2,6	17,1	82
Г4	14,50	88,2	74		2,5	15,7	97
Г5	14,51	88,3	<u>69</u>	279	2,6	15,8	93
Г6	14,53	88,2	85		2,5	17,3	79
 Примечани	Примечание: выделенное значение имеет отклонение от требований СТП 582 AO «ВБМ»						

Для сплава ВК10С данный режим спекания продемонстрировал снижение трещиностойкости на 5%. На рисунке 69 представлена фотография структуры и распространения трещины образца с содержанием Co = 10% масс., спеченного в смеси газов.

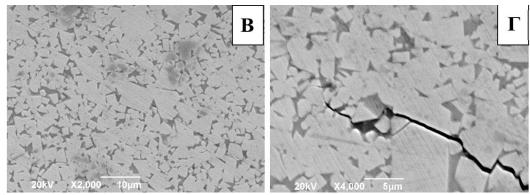


Рисунок 69 - Структура образца ВК10С (В), увеличение x2.000 и распространение трещины (Γ), увеличение x4.000, спеченного в смеси газов

Макро- и микроструктура образцов, спеченных образцов в смеси газов при содержании Co = 10% годная. Зубок $\Gamma6$ имеет один участок компаундирования 13 мкм и большой кристалл 25 мкм. По СТП 582 AO «ВБМ» такие отклонения допускаются.

В таблице 54 представлены физико-механические свойства сплава ВК6С, спеченного в среде природного газа и водорода, с соблюдением других этапов синтеза в соответствии с технологическим процессом АО «Волгабурмаш».

Таблица 54 – физико-механические свойства образцов из сплава BK6C, спеченных в смеси газов

№ образца	Плотность, г/см³	Твердость, НКА	Коэрцитивная сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения Wк МН·м ^{-3/2}	Средняя длина трещины, мкм
Тех. требования	14,91	90,3	132	242	2,2	13,1	99
Γ7	14,8	89,9	<u>95</u>		2,4	11,8	116
Г8	14,9	90	120	266	2,3	12,1	111
Г9	14,9	89,9	113		2,5	11,8	115
	1		1				

Примечание: выделенное значение имеет отклонение от требований СТП 582 AO «ВБМ»

Для сплава ВК6С данный режим спекания привел к снижению значения твердости и трещиностойкости. На рисунке 70 представлена фотография структуры и распространения трещины образца с содержанием Co = 6% масс., спеченного в смеси газов.

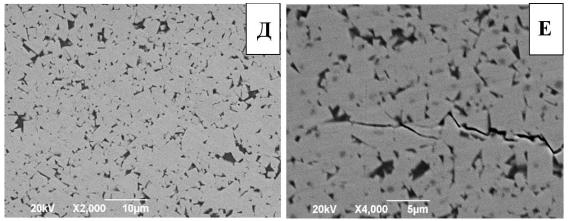


Рисунок 70 - Структура образца ВК6С (Д), увеличение x2.000 и распространение трещины (E), увеличение x4.000, спеченного в смеси газов

Макро- и микроструктура образцов спеченных образцов в смеси газов с содержанием Со = 6% годная. Зубки Г7 и Г9 имеют большие кристаллы до 30 мкм и несколько участков скопления кристаллов общим размером не более 140 мкм. По СТП 582 АО «ВБМ» такие отклонения допускаются. На рисунке 71 представлена диаграмма физико-механических свойств образцов, спеченных в среде смеси газов.

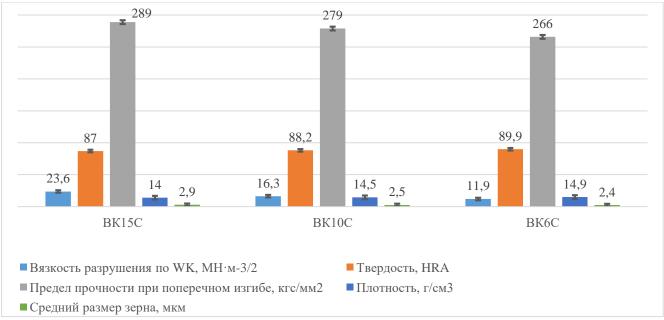


Рисунок 71 – диаграмма свойств образцов спеченных в среде смеси газов

По результатам исследований, представленных в таблицах 52-54, можно сделать вывод, что спекание в смеси газов привело к повышению трещиностойкости у сплава ВК15С на 6%, а у сплавов ВК10С и ВК6С к снижению на 6-10%. Возможно, это связано с тем, что не до конца отработан режим подачи газов в зону спекания печи. Распространение трещины в образцах имеет транскристаллитный характер.

5.4.3 Спекание в нормализующей засыпке с добавлением углерода

С целью выравнивания углеродного баланса сплава или в случае возникновения дефекта η-фазы проводится спекание в нормализующей смеси, состоящей из электрокорунда белого марки 25А (ГОСТ 28818-90) с добавлением углерода марки Т900. Спекание происходит в соответствии с условиями из раздела 5.1. Содержание углерода в данной смеси 2% масс. Смесь с большим содержанием углерода может привести к дефекту свободного углерода и пористости типа С, что недопустимо в соответствии с СТП 582 АО «Волгабурмаш». Образцы пронумерованы как У1, У2, У3 – сплав ВК15С; У4, У5, У6 – сплав ВК10С; У7, У8, У9 – сплав ВК6С.

В таблице 55 представлены физико-механические свойства сплава ВК15С, спеченного в нормализующей засыпке с добавлением углерода, по стандартному циклу на предприятии.

Таблица 55 – физико-механические свойства образцов из сплава ВК15С, спеченных в

нормализующей засыпке

№ образца	Плотность, г/см³	Твердость, НКА	Коэрцитивная сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения W _K МН·м ^{-3/2}	Средняя длина трещины, мкм
Серийный ВК15С	13,99	87,1	79	313	2,5	20,3	60
У1	14,03	87,3	<u>93</u>		2,9	21,6	53
У2	13,98	87,2	90	321	3,0	21,5	52
У3	13,99	87,0	<u>91</u>		2,8	21,8	49

Примечание: выделенное значение имеет отклонение от требований СТП 582 АО «ВБМ»

Данные условия спекания приводят к повышению трещиностойкости сплава ВК15С. На рисунке 72 представлена фотография структуры и распространения трещины образца с содержанием Co = 15% масс., спеченного в нормализующей засыпке.

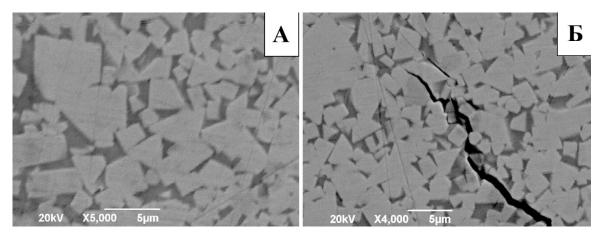


Рисунок 72 - Структура образца ВК15С (A), увеличение x2.000 и распространение трещины (Б), увеличение x4.000, спеченного в нормализующей засыпке

Макро- и микроструктура образцов, спеченных в засыпке с содержанием Со = 15%, годная. Однако образец У1 имеет несколько больших кристаллов размером

не более 35 мкм. Образец У2 имеет компаундирование до 32 мкм. По СТП 582 АО «ВБМ» такие отклонения допускаются.

В таблице 56 представлены физико-механические свойства сплава ВК10С, спеченного в нормализующей засыпке с добавлением углерода, по стандартному циклу в АО «Волгабурмаш».

Таблица 56 – физико-механические свойства образцов из сплава ВК10С, спеченных в

нормализующей засыпке

порманнауюн				,			,
№ образца	Плотность, г/см³	Твердость, НКА	Коэрцитивная сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения W _K МН·м ^{-3/2}	Средняя длина трещины, мкм
Серийный ВК10С	14,53	88,3	83	296	2,6	17,1	82
У4	14,51	87,9	68		2,8	18,2	85
У5	14,51	87,8	72	258	2,6	17,7	91
У6	14,50	87,8	93		2,6	18,3	82

На рисунке 73 представлена фотография структуры и распространения трещины образца с содержанием Co = 10% масс., спеченного в нормализующей засыпке.

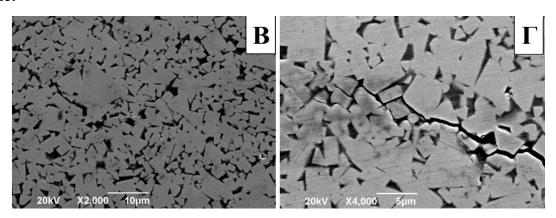


Рисунок 73 - Структура образца ВК10С (В), увеличение x2.000 и распространение трещины (Г), увеличение x4.000, спеченного в нормализующей засыпке

Макро- и микроструктура спеченных в нормализующей засыпке образцов с содержанием Со = 10% годная. По СТП 582 АО «ВБМ» такие отклонения допускаются.

В таблице 57 представлены физико-механические свойства сплава ВК06С, спеченного в нормализующей засыпке с добавлением углерода, по стандартному циклу в АО «Волгабурмаш».

Таблица 57 – физико-механические свойства образцов из сплава ВК6С, спеченных в

нормализующей засыпке

пормализующей	Jaconnike						
№ образца	Плотность, г/см³	Твердость, НКА	Коэрцитивная сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения W _K МН·м ^{-3/2}	Средняя длина трещины, мкм
Серийный ВК6С	14,91	90,3	132	242	2,2	13,1	99
У7	14,92	90,1	139		2,3	14,0	84
У8	14,89	90,4	132	269	2,3	13,9	87
У9	14,91	90,6	<u>148</u>		2,5	13,6	90
						W CETT #00 1	

Примечание: выделенное значение имеет отклонение от требований СТП 582 AO «ВБМ»

На рисунке 74 представлена фотография структуры и распространения трещины образца с содержанием Co = 6% масс., спеченного в нормализующей засыпке.

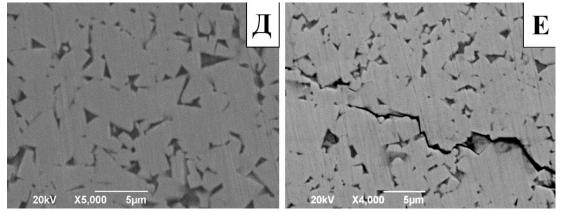


Рисунок 74 - Структура образца ВК6С (Д), увеличение x2.000 и распространение трещины (Е), увеличение x4.000, спеченного в нормализующей засыпке

Макро- и микроструктура образцов сплава ВК6С, спеченных в нормализующей засыпке, годная. Зубок У7 имеет большие кристаллы до 30 мкм и несколько участков скопления кристаллов общим размером не более 42 мкм. Зубок У9 имеет сегрегацию WC размером 24 мкм. По СТП 582 AO «ВБМ» такие

отклонения допускаются. На рисунке 75 представлена диаграмма физикомеханических свойств образцов, спечённых в нормализующей засыпке.

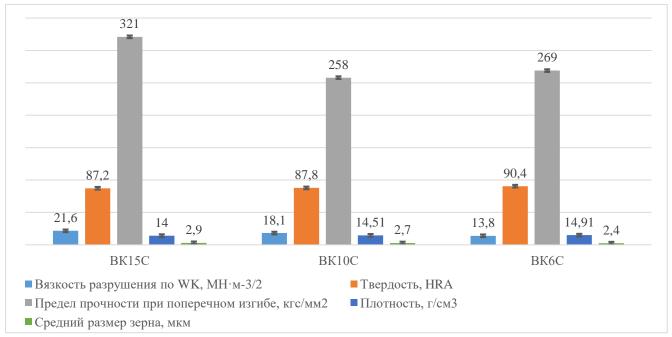


Рисунок 75 – диаграмма свойств образцов, спеченных в нормализующей засыпке

По результатам, представленным в таблицах 55-57, можно сделать вывод, что спекание в нормализующей засыпке с добавлением технического углерода в стандартном цикле спекания позволило увеличить показатели трещиностойкости в среднем на 6%. Распространение трещины в сплаве имеет межкристаллитный характер. На основании полученных данных было решено внести данный метод спекания в технологическую инструкцию (Приложение А п.4).

5.5 Градиентные сплавы

В процессе написания представленных выше разделов по исследованию влияния условий спекания на свойства твердосплавных изделий, было решено провести работу по возможности формирования функционально-градиентных сплавов в АО «Волгабурмаш».

Исследование заключалось в анализе физико-механических свойств и микроструктуры твердосплавных образцов на различной глубине по объему сплава

в соответствии с рисунком 76, изготовленных в различных условиях спекания. Номер образца указан в соответствии с глубиной исследования.

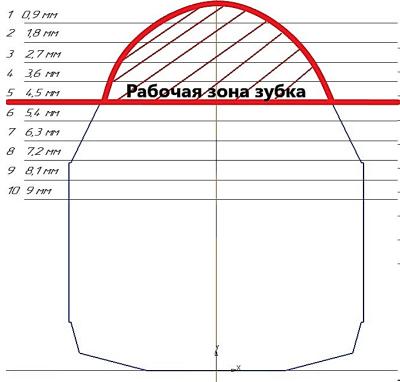


Рисунок 76 – Схема глубины исследования образцов

Особо важными являются показатели физико-механических свойств сплава на глубине до 4,5мм (от образца №1 (0,9мм) до образца № 5(4,5мм)), так как это является «рабочей зоной зубка», до которой он стирается на забое до момента износа самого долота. В таблице 58 указаны наименования образцов и условий спекания. Для каждой глубины исследования бралось по 5 образцов для минимизации возможных погрешностей.

Таблица 58 – Наименование и условия спекания образцов

		1 '
Образец	Условия	Параметры
CT	Стандартные условия спекания	Стандартный режим спекания твердосплавных изделий в АО «Волгабурмаш»
ОУ	Депарафинизация в среде водорода	Температура спекания 1420±20 °C Выдержка при 1000±20 °C Расход Н₂-2000л/час
ГР	Спекание в среде водорода и природного газа	Температура нормализации 1000±20 °C градусов Природный газ CH ₄ + H ₂ Температура спекания 1400±20 °C
УГ	Спекание в нормализующей засыпке с добавлением технического углерода	Спечены в засыпке коркса с содержанием углерода 2%. Стандартный режим спекания.

5.1.1 Стандартные условия спекания

Первостепенной задачей данного исследования было проверить теорию о гомогенности вольфрамокобальтового сплава при стандартном жидкофазном спекании по полному циклу совместно с депарафинизацией в среде аргона высшего сорта (ГОСТ 10157-79), а также изучить физико-механические свойства серийного сплава по объему.

В таблице 59 представлены физико-механические свойства сплава ВК10С, спеченного в стандартных условиях технологического процесса АО «Волгабурмаш» (к номеру образца добавлено обозначение Ст).

Таблица 59 – Свойства сплава, спечённого в стандартных условиях, на разных глубинах

Таоли	1ца 39 — Свої	иства сплава	, спечен	ного в стандартны	х условия	х, на разных	тлуоинах
№ зубка	Плотность, кг/см3	Твердость НRА	Коэрцетивная сила, Э	Предел прочности при поперечном разрыве, кгс/мм²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения, W _K МН′м- ^{3/2}	Средняя длина трещины, мкм
Серийный ВК10С	14,53	88,3	83	296	2,6	17,1	82
Ст 1		88,4			2,7	17,1	52
Ст 2		88,3			2,7	17,2	46
Ст 3		88,1			2,6	16,8	40
Ст 4		88,1	94	275	2,7	17,2	39
Ст 5	14,45	88,1			2,6	17,3	43
Ст 6	14,43	87,7			2,7	17,8	68
Ст 7		87,8			2,8	17,5	62
Ст 8		87,9			2,6	17,2	47
Ст 9		87,9			2,7	17,8	34
Ст 10		88			2,6	16,5	33

Данные образцы демонстрируют увеличение значения трещиностойкости при приближении к ядру зубка. На рисунке 77 показана микроструктура сплава и распространение трещины на глубине 0.9 и 4.5мм от вершины зубка при увеличении x2.000 и x4.000, соответственно.

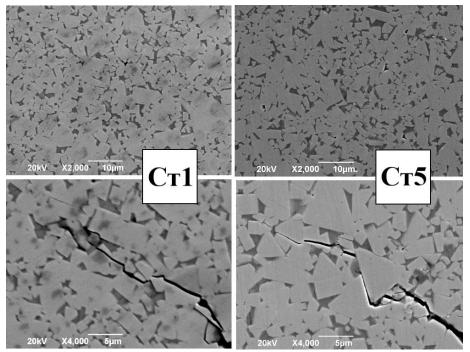


Рисунок 77 — Структура поверхности Ст1 и Ст5, увеличение x2.000 и соответствующие им фотографии распространения трещины при увеличении x4.000

Макро- и микроструктура образцов годная. Поверхность образца СТ1 имеет большой кристалл 33 мкм, и один участок компаундирования 14 мкм. Образец СТ5 имеет большой кристалл 30 мкм, один участок скопления кристаллов размером 89 мкм, один участок компаундирования 11 мкм. Данные отклонения находятся в допуске согласно СТП 582 АО «Волгабурмаш».

5.5.2 Спекание с депарафинизацией в среде водорода

Спекание образцов производилось в условиях, описанных в пункте 5.4.1. В таблице 60 представлены физико-механические свойства сплава ВК10С, спеченного в среде водорода, соблюдая этапы синтеза в соответствии с технологическим процессом АО «Волгабурмаш» (к номеру образца добавлено Оу).

Данные образцы демонстрируют неравномерную трещиностойкость во всем диапазоне исследований, в сравнении с серийным сплавом. На рисунке 78 показана микроструктура сплава и распространение трещины на глубине 0.9 и 4.5мм от вершины зубка при увеличении х2.000 и х4.000, соответственно.

T (0 0 V		_
Таблица 60 – Свойства сплава,	спеченного в среде водорода н	ія пазных глубинах

№ зубка	Плотность, кг/см3	Твердость НRA	Коэрцетивная сила, Э	Предел прочности при поперечном разрыве, кгс/мм ²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения, W _K МН′м- ^{3/2}	Средняя длина трещины, мкм
Серийный ВК10С	14,53	88,3	83	296	2,6	17,1	82
Oy 1		88,1			2,7	15,2	95
Oy 2		87,9			2,7	14,5	109
Oy 3		88			2,7	11,7	172
Oy 4		88	72	294	2,6	18,2	81
Oy 5	14,5	87,9			2,5	17,6	78
Оу б	11,5	87,9		251	2,5	15,6	99
Oy 7		87,7			2,6	15,9	88
Oy 8		87,8			2,7	20,7	52
Oy 9		87,9			2,5	20,5	89
Oy 10		87,8			2,6	15,9	53

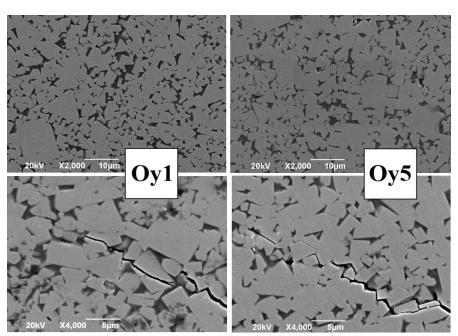


Рисунок 78 — Структура поверхности Oy1 и Oy5, увеличение x2.000 и соответствующие им фотографии распространения трещины при увеличении x4.000

Макро- и микроструктура сплава годная. Однако поверхность образца Oy1 имеет большой кристалл размером 27 мкм и четыре участка компаундирования,

сумма которых ровна 15 мкм. Образец Оу5 имеет большой кристалл размером 32 мкм, четыре участка скопления кристаллов WC, наибольший из которых 43 мкм (сумма участков 154 мкм), четыре участка компаундирования. сумма которых ровна 15 мкм. Данные отклонения находится в допуске согласно СТП 582 АО «Волгабурмаш».

При прямом и двухстадийном спекании, в связи с большой скоростью нагрева и короткой выдержкой, восстановление оксидов кобальта газами печи происходит лишь на небольшую глубину изделий, а во внутренних слоях восстановление идет за счет углерода карбида вольфрама, что приводит к обезуглероживанию (влияние водородной атмосферы при депарафинизации) сплава и образованию хрупкой η -фазы Co_3W_3C и также нежелательной фазы W_2C на основе недостатка углерода. На рисунке 79 представлен фазовый анализ образца Оу 1 для определения возможного появления нежелательных η — фазы (двойной карбид W_3Co_3C) и W_2C .

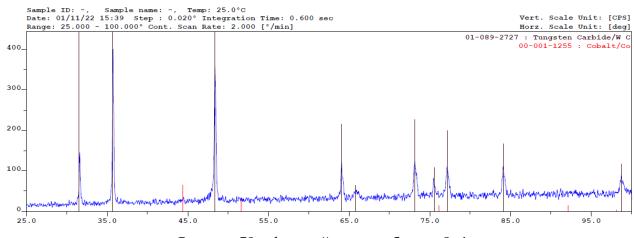


Рисунок 79 – фазовый анализ образца Оу1

Результаты рентгенофазового анализа образца ОУ1 свидетельствуют об отсутствии нежелательных фаз W_2C и Co_3W_3C .

5.5.3 Спекание в среде смеси газов

Коняшин И.Ю. и другие авторы писали о перераспределении связующей фазы из-за науглероживания предварительно спеченных изделий, в процессе синтеза, заключительным этапом которого является спекание под давлением

метана, до полного уплотнения сплава. В результате данного процесса образуется градиент содержания углерода по объему сплава, что влияет на прочностные характеристики изделия от поверхности к сердцевине [181-184].

Спекание образцов в данном случае производилось в условиях, описанных в пункте 5.4.2. В таблице 61 представлены физико-механические свойства сплава ВК10С, спеченного в среде природного газа, с соблюдением других этапов синтеза в соответствии с технологическим процессом АО «Волгабурмаш» (к номерам образцов добавлено Гр).

Таблица 61 – Свойства сплава, спеченного в среде природного газа, на разных глубинах

№ зубка	Плотность, кг/см3	Твердость НRA	Коэрцетивная сила, Э	Предел прочности при поперечном разрыве, кгс/мм²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения, W _K МН′м ^{-3/2}	Средняя длина трещины, мкм
Серийный ВК10С	14,53	88,3	83	296	2,6	17,1	82
Гр 1		87,8		298	2,7	10,4	42
Гр 2		87,7			2,7	12,3	214
Гр 3		87,8			2,6	12,6	169
Гр 4		87,7	78		2,7	16,9	82
Гр 5	14,5	87,8			2,6	15,8	259
Гр 6	14,5	87,8	76		2,6	18,1	67
Гр 7		<u>87,4</u>			2,8	14,3	106
Гр 8		<u>87,5</u>			2,7	14,9	108
Гр 9		<u>87,5</u>			2,9	13,5	138
Гр 10		87,8			2,9	18,8	62

Данные образцы демонстрируют низкие значения трещиностойкости ближе к поверхности зубка, в сравнении с серийным сплавом. На рисунке 80 показана микроструктура сплава и распространение трещины на глубине 0.9 и 4.5мм от поверхности при увеличении x2.000 и x4.000, соответственно.

Примечание: выделенное значение имеет отклонение от требований СТП 582 AO «ВБМ»

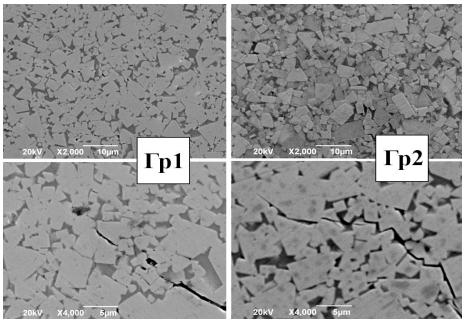
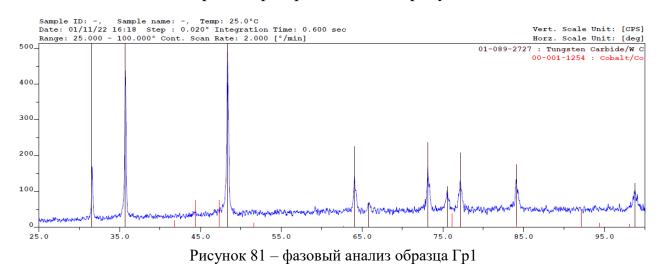


Рисунок 80 — Структура поверхности Гр1 и Гр5, увеличение x2.000 и соответствующие им фотографии распространения трещины при увеличении x4.000

Макро- и микроструктура сплавов годная. Однако поверхность образца Гр1 имеет большой кристалл размером 61 мкм, что является отклонением от требований, и один участок скопления кристаллов размером 53 мкм. Образец Гр5 имеет большой кристалл размером 35 мкм и один участок скопления кристаллов размером 44 мкм. Данные отклонения находится в допуске согласно СТП 582 АО «Волгабурмаш».

Фазовый анализ образца Гр1 представлен на рисунке 81.



Результаты рентгенофазового анализа образца Γ р1 свидетельствуют о отсутствии нежелательных фаз W_2C и Co_3W_3C .

5.5.4 Спекание в нормализующей засыпке с добавлением углерода

Для возможного создания функционально градиентного сплава проводилось спекание в нормализующей смеси (марки 25а) из электрокорунда белого марки 25А (ГОСТ 28818-90) с добавление углерода марки Т900. Для проведения исследования использовались изделия из серийного сплава ВК10С помещенные в нормализующую смесь с расчётным содержанием углерода С = 2%. Смесь с большим содержанием углерода приводит к дефекту свободного углерода и пористости типа С, что недопустимо в соответствии с СТП АО «Волгабурмаш». Данные физико-механических свойств образцов представлены в таблице 62 (к номерам образцов добавлено Уг).

Таблица 62 – Свойства сплава, спеченного в нормализующей засыпке, на разной глубине

№ зубка	Плотность, кг/см3	Твердость HRA	Коэрцетивная сила, Э	Предел прочности при поперечном разрыве, кгс/мм²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения, W _K МН′м ^{-3/2}	Средняя длина трещины, мкм
Серийный ВК10С	14,53	88,3	83	296	2,6	17,1	82
Уг 1		88,2			2,6	18,8	71
Уг 2		88			2,6	18,9	66
Уг 3		88			2,6	19,2	59
Уг 4		88,1			2,5	18,7	71
Уг 5	145	88,5	72	260	2,4	18,2	65
Уг 6	14,5	88	73	269	2,4	17,3	72
Уг 7		88,1			2,4	18,2	69
Уг 8		87,9			2,5	18,4	71
Уг 9		88,1			2,5	18,5	71
Уг 10		88,4			2,8	18,5	70

Данные образцы демонстрируют высокие значения трещиностойкости на всем диапазоне исследований при приближении к ядру зубка, в сравнении с серийным сплавом. На рисунке 82 показана микроструктура сплава и

распространение трещины на глубине 0.9 и 4.5мм от поверхности при увеличении x2.000 и x4.000, соответственно.

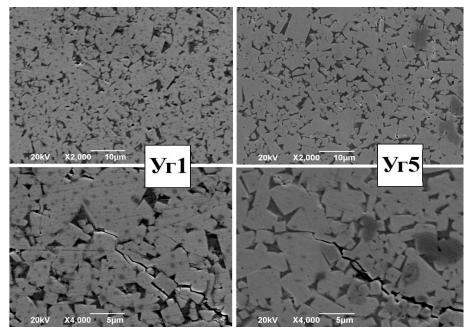


Рисунок 82 — Структура поверхности Уг1 и Уг5, увеличение x2.000 и соответствующие им фотографии распространения трещины при увеличении x4.000

Макро- и микроструктура сплавов годная. Поверхность образца УГ1 имеет большой кристалл размером 66 мкм. Образец УГ5 имеет большой кристалл размером 41 мкм. Данные отклонения не соответствуют требованиям СТП 582 АО «Волгабурмаш», но не являются критическими и могут быть пропущены в производство с согласованием комиссии по качеству. Фазовый анализ образца УГ1 представлен на рисунке 83.

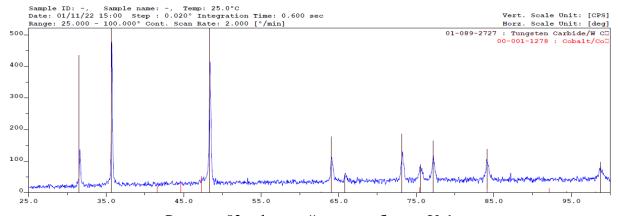


Рисунок 83 – фазовый анализ образца Уг1

Результаты рентгенофазового анализа образца Уг1 свидетельствуют о отсутствии нежелательных фаз W_2C и Co_3W_3C .

На рисунке 84 представлен количественный анализ содержания элементов в твердом сплаве, около поверхности и в центре, соответственно. На рисунке 85 представлено распределение элементов по объему образца от поверхности к центру.

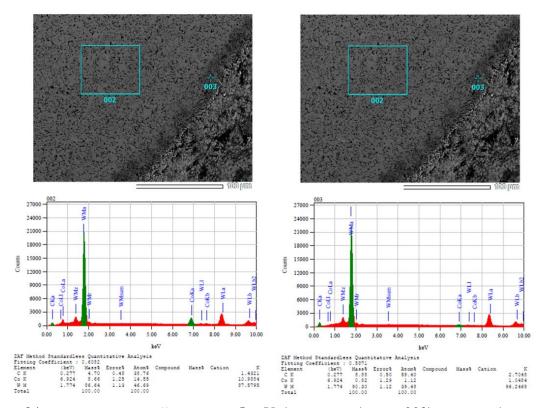


Рисунок 84 – количественный анализ зубка Уг1 в центре (замер 002) и у края (замер 003)

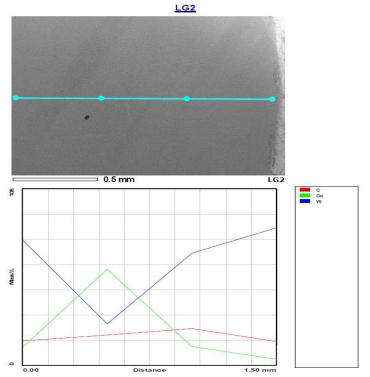


Рисунок 85 - распределение элементов по объему сплава

Детальный анализ участков трещин представленных выше образцов показал, в основном, происходит межзеренное разрушение - трещины распространяются по кобальтовой связке, по границе зерен WC. Однако для образцов ОУ1 раскол имеет транскристаллитный характер, вероятно всего это вызвано обезуглероживанием и охрупчиванием зерен WC.

Сравнение твердости и трещиностойкости градиентных сплавов в зависимости от глубины анализа представлены на рисунках 86 и 87, соответственно.

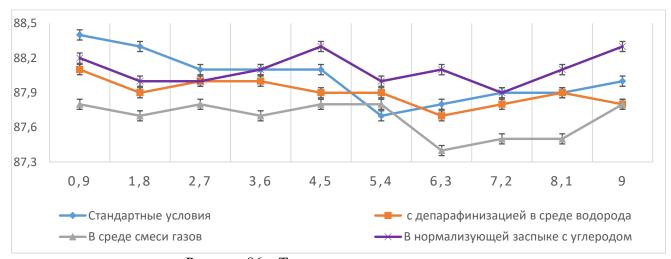


Рисунок 86 – Твердость градиентных сплавов

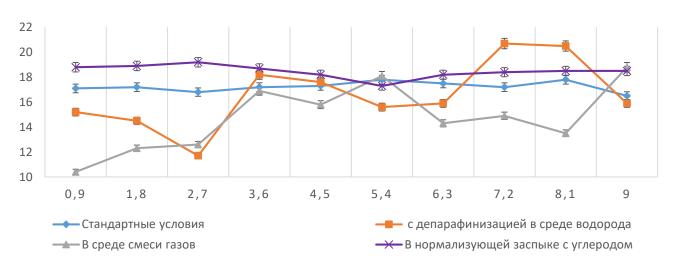


Рисунок 87 – Трещиностойкость градиентных сплавов

По результатам проведенных исследований и данным, представленным в таблицах 59-62, можно сделать следующие выводы о возможном изготовлении градиентных вольфрамокобальтовых сплавов в серийном производстве твердосплавных зубков АО «Волгабурмаш»:

- 1. При спекании с депарафинизацией в среде водорода идет неконтролируемый рост зерен и обезуглероживание, что приводит к снижению трещиностойкости в рабочей зоне зубка (до 4,5 мм в глубину).
- 2. Спекание в смеси газов не дало хороших результатов, возможно в связи с тем, что не до конца отработан режим парциальной подачи газов в зону спекания.
- 3. Спекание в нормализующей засыпке с добавлением технического углерода в стандартном цикле спекания, позволило увеличить показания трещиностойкости в рабочей зоне зубка (до 4,5 мм в глубину). Однако негативным фактором спекания с использованием нормализующей засыпки в вакуумно-компрессионных печах является абразивный износ вакуумного оборудования.
- 4. Изготовление функционально градиентных сплавов достаточно сложный процесс, требующей наличия специального оборудования и включающий в себя дополнительные этапы и операции, что удлиняет и усложняет процесс производства твердосплавного вооружения, а также себестоимость самого долота.

В связи с этим на сегодняшний момент в условиях производства АО «Волгабурмаш» промышленное производство градиентных твердых сплавов не является целесообразным.

5.6. Выводы по главе 5

Изменение условий спекания позволяет в полной мере и в большом диапазоне параметров воздействовать на формирование микроструктуры, физикомеханические свойства, в том числе и трещиностойкость, твердосплавных изделий.

По результатам исследований, приведенным в данном разделе, можно сделать следующие выводы:

- 1. Определено влияние изменения температуры спекания на твердый сплав:
- Спекание при температуре 1450±20 °С (Режим №1) приводит к увеличению значения трещиностойкости сплавов ВК15С и ВК10С ($W_k = 23 \text{ MH·m}^{-3/2}$ и 19 МН·м^{-3/2}, соответственно), относительно свойств серийной продукции,

однако влечет за собой значительный рост зерен WC и образование дефектов микроструктуры.

• Спекание при температуре 1370±20 °С (Режим №2) позволяет уменьшить агломерацию и рост зерна WC, сократить расходы энергии и время необходимое на остывание печи.

На основании этих исследований установлены оптимальные температурные режимы для спекания зубков из сплава ВК15С и ВК10С при температурах выше стандартного режима, так как это позволяет повысить трещиностойкость данных сплавов (23 МН·м^{-3/2} и 19,6 МН·м^{-3/2}, соответственно), работающих при ударных нагрузках. Сплав ВК6С лучше спекать при температурах ниже стандартного режима, так как это увеличивает твердость (90,6 HRA), что необходимо для данного сплава, работающего при абразивном истирании.

2. Исследовано влияние давления спекания:

- Спекание твердосплавных зубков при пониженном давлении 0,2±0,5 МПа и температуре 1450±20 °C не позволяет обеспечить полное уплотнение пористых твердосплавных заготовок за счет недостаточного смачивания кобальтом зерен WC. Данное условие спекания не подходит для изготовления твердосплавных зубков, отвечающих требованиям СТП.
- Повышенное давления до $4\pm0,5$ МПа и выше благоприятно влияет на процесс уплотнения сплава и смачивание зерен карбидов кобальтовым связующем в процессе жидкофазного спекания, увеличивает физико-механические свойства. Однако это увеличивает нагрузку на вакуумные узлы, приводит к быстрому износу и/или разрушению графитового муфеля печи, что в рамках используемого оборудования не является экономически выгодным.
 - 3. Определено влияние среды спекания:
- При спекании с депарафинизацией в среде водорода идет неконтролируемый рост зерен и обезуглероживание, что приводит к снижению трещиностойкости в среднем на 7,5%;
- спекание по полному циклу совместно с депарафинизацией в среде смеси газов водорода и природного газ CH₄ + H₂ во время процесса нормализации

приводит к повышению трещиностойкости у сплава ВК15С на 6%, а у сплавов ВК10С и ВК6С к снижению на 6-10%. Возможно, это связано с тем, что не до конца отработан режим подачи газов в зону спекания печи;

- спекание в нормализующей засыпке с добавлением технического углерода позволяет повысить значение трещиностойкости сплава в среднем на 6%.
- 4. Анализ возможности создания функционально градиентного сплава на производстве АО «Волгабурмаш» показал, что это требует проведение расширенной работы. По результатам представленных данных видно, что физикомеханические свойства сплава ВК10С меняются по глубине, но не значительно (твердость 87,7...88,5 HRA, трещиностойкость 15,8...18,8 МН·м^{-3/2}) Оптимальные результаты по градиенту параметров трещиностойкости и твердости получены при спекании в нормализующей засыпке с добавлением углерода. Однако негативным фактором спекания с использованием нормализующей засыпки в вакуумно-компрессионных печах является абразивный износ вакуумного оборудования. В связи с этим на сегодняшний момент в АО «Волгабурмаш» промышленное производство градиентных твердых сплавов не осуществляется.

ГЛАВА 6. СРАВНИТЕЛЬНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ СОБСТВЕННЫХ И ПОКУПНЫХ ПОРОШКОВЫХ СМЕСЕЙ И ЗУБКОВ

На предприятии АО «Волгабурмаш», г. Самара, Россия, проводились мероприятия по испытанию покупных твердосплавных порошковых смесей состава 90%WC-10%Со и спеченных твердосплавных зубков различных производителей. Данное направление работ по товарозамещению (аутсорсингу) проводится с целью рассмотрения возможности применения покупных изделий в качестве исходных материалов на предприятии для сокращения производственного цикла изготовления твердосплавного вооружения буровых шарошечных долота также снижения себестоимости шарошечного долота и функционирования предприятия в условиях острой рыночной конкуренции на внешнем и внутреннем Глава посвящена анализу и подробному сравнению рынке. макроструктуры, физико-механических, химических и технологических свойств покупных твердосплавных смесей и спеченных зубков различных производителей между собой и с характеристиками твердосплавных смесей и спеченных зубков собственного «Волгабурмаш». производства AO Представлены целесообразности использовании покупных твердосплавных материалов.

Также проводилась работа по исследованию физико-механических свойств зубков отработанных долот производства АО «Волгабурмаш» и зубков долота импортного производства, чтобы установить, ухудшаются ли свойства твердосплавного вооружения долот в процессе бурения.

6.1 Твердосплавные смеси

Использование покупных готовых гранулированных вольфрамокобальтовых порошковых смесей должно позволить производить формование изделий на прессах в полуавтоматическом режиме для дальнейшего спекания в вакууме, минуя участок собственного производства смеси. Использовались порошковые вольфрамокобальтовые смеси с содержанием 90% - WC и $10 \pm 0.2\%$ Co, масс.,

размер зерен WC до 3 мкм, с использованием пластификатора на основе парафина, которые представлены в таблице 63. Гранулы твердосплавных смесей имеют сферическую форму.

Таблица 63 - Гранулированные твердосплавные смеси

	1 ' '	
№ образца	Производитель	Страна
1.1	AO «Волгабурмаш»	Россия
1.2	Поставщик 1.1	Германия
1.3	Поставщик 1.2	Китай
1.4	Поставщик 1.3	Россия
1.5	Поставщик 1.4	Россия

На рисунке 88 представлена фотография гранулированных твердосплавных смесей, в соответствии с обозначением в таблице 63.

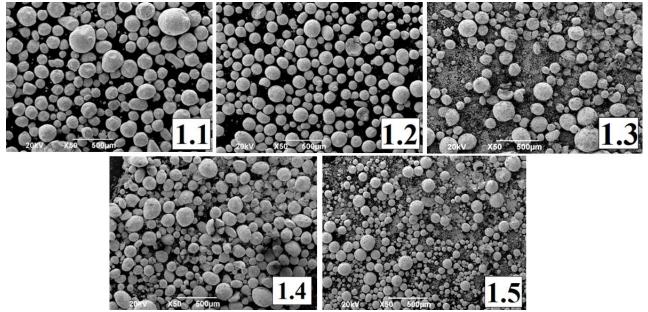


Рисунок 88 – Поверхность гранулированных твердосплавных смесей, увеличение х50

Размеры основной массы гранул смеси варьируются в пределах от 50 до 200 мкм. Смеси 1.1 и 1.2 имеют четкую выраженную сферическую форму гранул и однородный дисперсионный состав. Гранулы смесей 1.3, 1.4 и 1.5 частично разрушены и загрязнены более мелкой фракцией, что обусловлено измельчением порошка в результате его транспортировки, когда верхние слои порошка, имея большой удельный вес, разрушают нижние гранулы. Смесь 1.5 имеет

неоднородный размер частиц. Для избавления от этого потребуется применение дополнительных операций «классифицирование (просеивание)» и «галтование» (для придания сферической формы), что замедлит и усложнит процесс производства годной смеси и увеличит себестоимость продукции, так как присутствуют технологические потери в виде отсевов порошка. Отсюда следует, что полная остановка собственного производства смесей в АО «Волгабурмаш» приведет к невозможности возврата данных отсевов в производство, что ведет к росту себестоимости продукции.

Химический состав и некоторые технологические свойства твердосплавных гранулированных смесей представлены в таблице 64.

Таблица 64 - Состав и свойства твердосплавных смесей (обозначения в таблице 63)

			177			1 /
Образец	С _{общ} , % масс.	С _{св} ., %	Co, %	Парафин, %	Насыпная плотность, $\Gamma/\text{см}^3$	Текучесть, сек
1.1 AO «ВБМ»	5,56	0,02	9,9	2,25	3,57	28
1.2	5,56	0,03	9,9	1,92	<u>4,07</u>	<u>34,5</u>
1.3	5,59	0,04	10,3	2,06	3,22	<u>35</u>
1.4	5,61	0,02	10,0	2,33	3,49	<u>32</u>
1.5	5,68	0,04	9,9	2,03	3,59	30

Примечание: выделенное значение имеет отклонение от требований СТП 582 AO «ВБМ»

По технологическим свойствам смеси 1.2, 1.3, 1,4 имеют отклонения по насыпной плотности и текучести, что впоследствии подтвердилось затруднением при прессовании изделий на полуавтоматических прессах. Это вызвано неоднородностью гранул порошка. Также в смеси 1.4 превышено содержание парафина, что приведет к непрогнозируемой усадке изделия в процессе спекания и может влиять на содержания углерода в структуре.

На рисунке 89 представлены фотографии структуры сплавов, спеченных из гранулированных твердосплавных смесей, представленных в таблице 63.

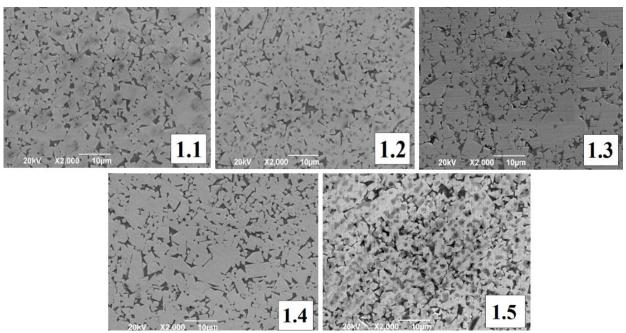


Рисунок 89 - Фотографии структуры сплавов (обозначения в таблице 63), увеличение х2000

Макро- и микроструктура сплавов годная. Однако сплав 1.3 имеет один участок сегрегации размером 27 мкм и два участка компаундирования, сумма которых достигает 10 мкм. Сплав 1.5 имеет скопление кристаллов с суммарным размером 175 мкм и один участок компаундирования с размером 13 мкм. Данные отклонения находится в допуске согласно СТП 582 АО «Волгабурмаш».

Результаты определения физико-механических свойств, спеченных образцов (обозначения в таблице 63) представлены в таблице 65.

Таблица 65 - Физико-механические свойства спеченных твердосплавных образцов

					1		
Образец	Плотность, г/см³	Твердость, НRA	Коэрцитивная сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном разрыве, кгс/мм²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения W _K МН·м ^{-3/2}	Средняя длина трещины, мкм
1.1 AO «ВБМ»	14,53	88,3	83	296	2,6	17,6	86
1.2	14,51	88,4	87	315	2,5	17,5	89
1.3	14,47	88,3	<u>97</u>	267	2,6	15,9	107
1.4	14,51	88,3	79	290	2,6	16,8	97
1.5	14,53	88,3	83	296	2,6	17,3	82
				•	•		•

Примечание: выделенное значение имеет отклонение от требований СТП 582 AO «ВБМ»

По результатам исследований твердосплавных смесей, представленным в таблице 65, можно сделать вывод, что все образцы имеют схожие физикомеханические свойства, соответствующие требованиям АО «Волгабурмаш» к готовой продукции. Однако трещиностойкость образца 1.3 ниже, вероятно, по причине большего содержания углерода и наличия дефектов в структуре.

На рисунке 90 представлена диаграмма физико-механических свойств образцов, спеченных из импортных смесей.

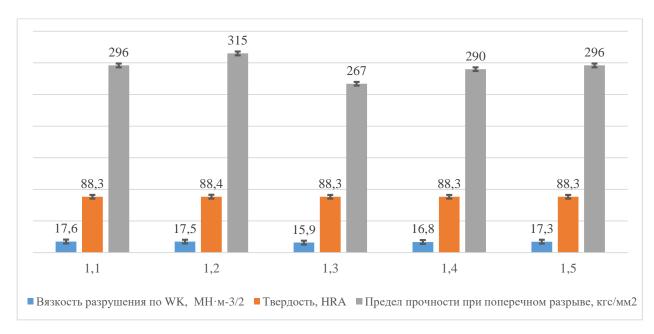


Рисунок 90 – физико-механические свойства гранулированных порошкообразных смесей

6.2 Твердосплавные зубки

Такой полуфабрикат, как покупные спеченные твердосплавные зубки, позволяет максимально сократить работу с твердосплавными изделиями, оставив только механообработку, минуя операции по собственному изготовлению смеси, ее формование (прессование) и спекание в вакууме. Заранее с поставщиком согласуется форма и геометрические параметры изделия, заложенные конструкторами в долото.

Спеченные твердосплавные зубки разных производителей и сплавов, соответствующих стандарту предприятия АО «Волгабурмаш», представлены в

таблице 66. Далее будут проводиться результаты сравнительных исследований этих образцов.

Таблица 66 - Спеченные твердосплавные зубки

№ образца	Содержание кобальта, % масс.	Производитель	Страна	
2.1 Серийный сплав ВК6С	6			
2.2 Серийный сплав ВК10С	10	AO «Волгабурмаш»	Россия	
2.3 Серийный сплав ВК15С	15	31		
2.4	6			
2.5	10	Поставщик 2.1	Россия	
2.6	13			
2.7	10 (Функционально- градиентный сплав)	Поставщик 2.2	Германия	
2.8	10	Поставщик 2.3	Китай	
2.9	6	Поставщик 2.4	Швеция	
2.10	10	Поставщик 2.5	Германия	

В таблице 67 представлено сравнение физико-механических свойств твердосплавных зубков с содержанием Со = 10% масс.

Таблица 67 - Сравнение физико-механических свойств зубков с содержанием Co = 10% (обозначения в таблице 66)

(ооозначения в таолице оо)								
№ образца	Плотность, г/см³	Твердость, НRА	Коэрцитивная сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения W _K МН·м ^{-3/2}	Средняя длина трещины, мкм	
2.2 Серийный ВК10С	14,53	88,3	83	296	2,6	17,1	82	
2.5	14,53	88,3	84	290	2,5	17,2	81	
2.7	14,55	88,8	90	295	2,7	16,2	90	
2.8	14,56	88,4	91	291	2,4	17,0	69	
2.10	14,53	88,0	87	285	2,5	16,8	87	
			•				•	

Примечание: выделенное значение имеет отклонение от требований СТП 582 AO «ВБМ»

Сплав образца 2.7 по запатентованной производителем технологии является функционально-градиентным, что говорит о различном содержании Со по объему изделия и влияет на физико-механические свойства зубка. Образец имеет высокие показатели твердости, однако низкую трещиностойкость. Образец 2.8 имеет размер зерна меньше, чем другие образцы.

На рисунке 91 представлены фотографии структуры образцов с содержанием Co = 10% масс., представленных в таблице 66.

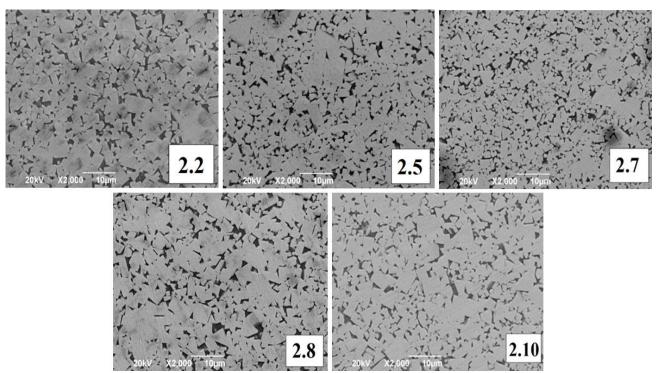


Рисунок 91 - Фотографии структуры зубков (обозначения в таблице 66), увеличение х2000

Макро- и микроструктура спеченных зубков с содержанием Co = 10% годная. Зубок 2.8 имеет сегрегацию размером 57 мкм. Образец 2.5 и 2.10 имеют по 2 участка компаундирования размером 11 и 7 мкм, соответственно. Зубок 2.2 имеет скопление кристаллов общей суммой 124 мкм. Всё описанное выше находится в допуске согласно СТП 582 АО «Волгабурмаш». На рисунке 92 представлена диаграмма свойств зубков с содержанием связующего 10% масс.

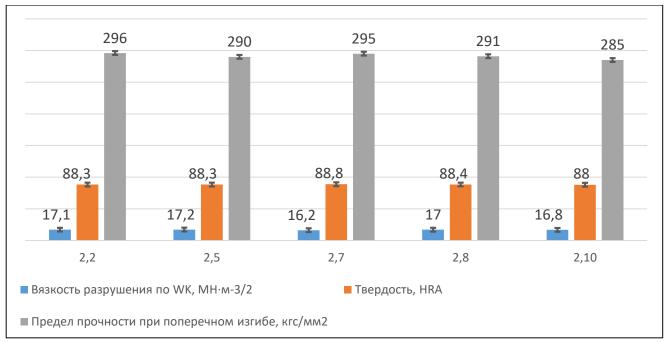


Рисунок 92 – диаграмма свойств зубков состава WC-10Co

В таблице 68 представлено сравнение физико-механических свойств твердосплавных зубков с содержанием Со = 13 и 15% масс.

Таблица 68 - Сравнение физико-механических свойств зубков с содержанием Со = 13 и

15% масс (обозначения в таблице 66)

1370 масс (ооозначения в таолице оо)							
№ образца	Плотность, г/см³	Твердость, НКА	Коэрцитивная сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения W _K МН·м ^{-3/2}	Средняя длина трещины, мкм
2.1 Серийный ВК15С	13,99	87,1	79	313	2,5	20,3	60
2.6	14,25	86,6	75	275	2,8	20,5	56

На рисунке 93 представлены фотографии структуры образцов с содержанием Co = 13 и 15% масс., представленных в таблице 66.

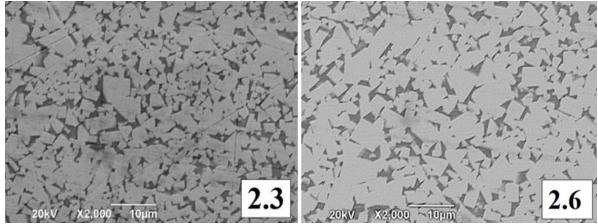


Рисунок 93 - Фотографии структуры зубков (обозначения в табл. 66), увеличение х2000.

Макро- и микроструктура спеченных зубков с содержанием Co = 13 и 15% годная. Зубок 2.6 имеет дефект сегрегации, два участка с суммой 51 мкм. По СТП 582 AO «ВБМ» такие отклонения допускаются. На рисунке 94 представлена диаграмма свойств зубков с содержанием связующего 13 и 15% масс.

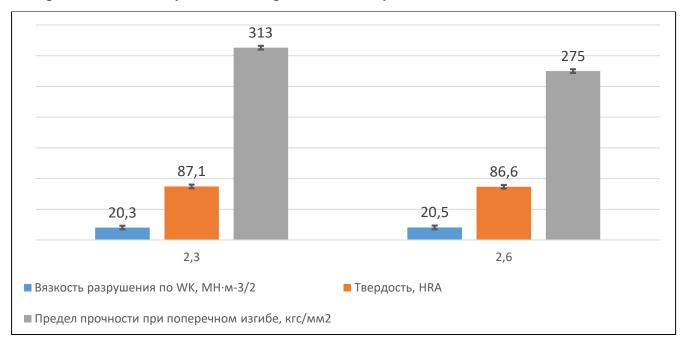


Рисунок 94 – диаграмма свойств зубков состава WC-13Co и WC-15Co

В таблице 69 представлено сравнение физико-механических свойств твердосплавных зубков с содержанием Co = 6% масс.

Таблица 69 - Сравнение физико-механических свойств зубков с содержанием Со = 6%

(обозначения в таблице 66)

(o o o o o o o o o o o o o o o o o o o							
№ образца	Плотность, г/см³	Твердость, НКА	Коэрцитивная сила Нс, Э	Предел прочности при поперечном изгибе, кгс/мм²	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения W _K МН·м ^{-3/2}	Средняя длина трещины, мкм
2.3 Серийный ВК6С	14,91	90,3	132	242	2,2	13,1	99
2.4	14,86	90,5	<u>107</u>	267	2,5	13,0	96
2.9	14,98	90,4	130	275	2,7	12,6	103

Примечание: выделенное значение имеет отклонение от требований СТП 582 AO «ВБМ»

Образец 2.9 имеет наименьший показатель трещиностойкости из представленных образцов сплава с содержанием Co = 6% масс. На рисунке 95 представлены фотографии структуры образцов с содержанием Co = 6% масс. представленных в таблице 66.

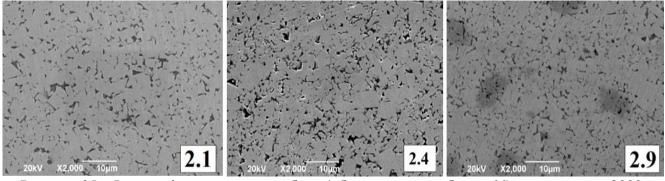


Рисунок 95 - Фотографии структуры зубков (обозначения в таблице 66), увеличение х2000.

Макро- и микроструктура спеченных зубков с содержанием Co = 6% масс. годная. Образец 2.1 имеет скопление кристаллов, два участка суммой 103 мкм. Зубок 2.9 имеет компаундирование, один участок 8 мкм, сегрегацию, три участка суммой 72 мкм. Данные отклонения допускаются СТП 582 АО «Волгабурмаш». На рисунке 96 представлена диаграмма свойств зубков с содержанием связующего 6% масс.

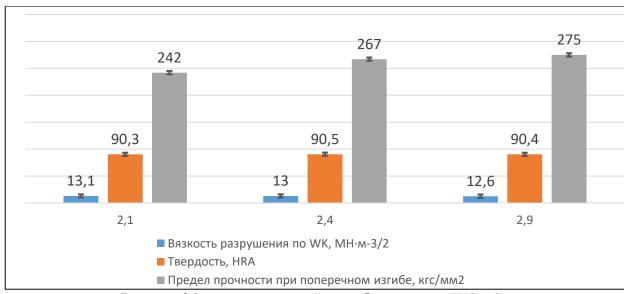


Рисунок 96 – диаграмма свойств зубков состава WC-6Co

На рисунке 97 представлены фотографии распространения трещины в образцах, представленных в таблице 66.

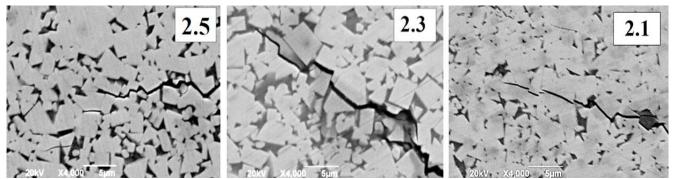


Рисунок 97 - Распространение трещины в зубках (обозначения в таблице 66), увеличение х4000.

Детальный анализ участков трещины показал, что в исследуемых образцах, в основном, происходит межзеренное разрушение - трещины распространяются по кобальтовой связке, по границе зерен WC [20]. Транскристаллитный раскол для сплавов с содержанием Со = 10% масс. редок, в основном встречается у более пластичных сплавов с большим содержанием кобальта. Для сплавов с содержанием Со = 13 и 15% масс. разрушение происходит по зернам WC, что видно на рисунке 97, образец 2.3.

Полученные результаты сравнительных исследований структуры и свойств гранулированных твердосплавных смесей (см. табл. 63) и спеченных твердосплавных зубков различных производителей (см. табл. 66) с учетом стоимости и сроков поставки позволяют сделать следующие выводы о

целесообразности их применения для изготовления твердосплавного вооружения буровых шарошечных долот в АО «Волгабурмаш» (Приложение А п.6).

1. Готовые гранулированные смеси в большой степени соответствуют требованиям СТП 582 АО «Волгабурмаш» к изготавливаемой продукции.

Их можно использовать в качестве основного сырья для производства твердосплавных изделий, но с учетом следующих условий:

- требуется проведение дополнительных операций доработки смеси;
- в момент доработки присутствуют технологические потери смеси, которые могут составлять до 20 % от массы партии;
- при доработке смеси получается мелкая фракция порошка (меньше 80 мкм), не пригодная для работы;
- себестоимость продукции, изготовленной из данных смесей, будет выше, чем из смеси собственного производства;
 - средний срок поставки смесей 1–2 мес;
- при отклонении параметров на входном контроле потребуется переработка всей партии.

Сравнивая физико-механические свойства образцов из всех смесей, можно сделать вывод, о том, что они соответствуют требованиям СТП 582 АО «Волгабурмаш» и имеют практически схожие характеристики. Однако трещиностойкость спеченного образца из образца сплава 1.3 ниже ($W_k = 15,9$ МН·м^{-3/2}) по сравнению с другими (среднее значение $W_k = 17,4$ МН·м⁻²) за счет большего содержания свободного углерода.

2. По результатам, представленным в таблицах 67-69, можно сделать вывод, что все исследованные твердосплавные зубки по физико-механическим свойствам соответствуют стандарту предприятия и могут быть использованы для комплектования буровых шарошечных долот.

Зубок 2.9, содержащий Со 6% масс., имеет однородную структуру и высокие физико-механические свойства, превосходящие другие образцы благодаря условиям синтеза сплава при производстве.

Среди зубков с содержанием Со 10% масс., образец 2.7 является градиентным, имеющим разное содержание кобальта от поверхности сплава к сердцевине. В исследуемой в рабочей зоне зубка (до 4,5 мм в глубину от поверхности) твердость 89 HRA, что превышает требуемые значения СТП. Этим и обусловлен низкий коэффициент трещиностойкости $W_k = 16,1 \text{ MH} \cdot \text{m}^{-3/2}$. Зубки из этого сплава не используются в АО «Волгабурмаш» из-за худших показателей стойкости по отработке долот, чем у зубков собственного производства.

Образцы 2.4, 2.5 и 2.6 соответствуют требованиям к физико-механическим свойствам, предъявляемым к такому типу изделий на предприятии. Они имеют однородную структуру без наличия критических дефектов. На данный момент времени (1-й квартал 2022 г.) зубки данного производителя поставляются в АО «Волгабурмаш» по разработанным техническим требованиям (Приложение А п.7) и ими частично или полностью укомплектовываются долота по желанию потребителей.

Зубок 2.8 имеет средние показатели твердости (88,4 HRA) и трещиностойкости (17 MH·м^{-3/2}), а также однородную структуру. Из-за худших показателей по отработке долот, чем у зубков производства АО «Волгабурмаш», их поставка нецелесообразна.

Зубки, соответствующие образцу 2.10, по физико-механическим свойствам и структуре соответствуют СТП АО «Волгабурмаш». Данный производитель поставляет в АО «Волгабурмаш» два типа таких зубков по желанию потребителя.

Недостатками покупных твердосплавных зубков являются:

- повышенная себестоимость изготовления долота;
- средний срок поставки зубков ~ 2 мес;
- каждый новый тип зубка (форма) требует согласования с конструкторской документацией, а также затрат средств и времени на изготовление пресс-форм;
- во избежание проблемы при запрессовке зубка в тело шарошки часто возникает необходимость проведения дополнительной операции по шлифованию

заходной фаски на цилиндрической части (около дна) зубка с целью увеличения ее высоты, что усложняет производственный процесс;

• отсутствие возможности в короткие сроки доукомплектовать заказ в случае изменения производственного плана предприятия.

Таким образом, в варианте с собственным производством твердосплавных зубков в АО «Волгабурмаш» указанные недостатки минимальны.

6.3 Сравнение свойств зубков отработанных долот

Для анализа остаточной прочности твердосплавного вооружения отработанных выбраны были производства AO ДОЛОТ две шарошки «Волгабурмаш» и импортного производства, представленные на рисунке 98 и 99, соответственно. Оба долота эксплуатировались на одном и том же месте с одинаковыми условиями бурения на нефтегазоконденсатном месторождении: механическая скорость 110 м/ч, нагрузка 12 т, вращение 180 об/мин, промывка 38 л/с, давление 130 атм.



Рисунок 98 – Шарошка отработанного долота производства АО «Волгабурмаш»

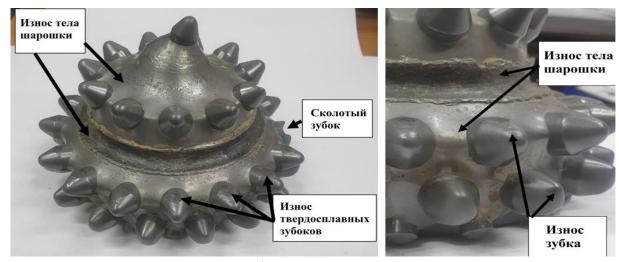


Рисунок 99 – шарошка отработанного долота импортного производства.

Для исследования физико-механических свойств и структуры твердосплавного вооружения были отобраны образцы зубков сплава WC-10%Co с разных рядов конуса каждой шарошки. Усредненные данные исследования образцов представлены в таблице 70, где: образцы №1.1, 1.2, 1.3— зубки первого, второго и третьего ряда шарошки АО «Волгабурмаш», соответственно. Образец №2.1, 2.2, 2.3 зубки первого, второго и третьего ряда шарошки импортного производства, соответственно.

Таблица 70 – физико-механические свойства зубков отработанных долот

Тиолици то	физико	Menuilli leckii	e belief bu sy	enes erpace	таппыл долот	
№ образца	Плотность, г/см ³	Твердость, НКА	Коэрцитивная сила Нс, Э	Средний размер зерна, мкм	Вязкость разрушения W _K МН·м ^{-3/2}	Средняя длина трещины, мкм
Серийный ВК10С	14,53	88,3	83	2,6	17,1	82
1.1	14,49	88,4	73	2,6	15,8	97
1.2	14,48	<u>88,5</u>	75	2,8	16,0	93
1.3	14,51	<u>89,1</u>	88	2,6	14,8	110
2.1	14,46	88,3	75	2,7	15,9	97
2.2	14,48	88,4	80	2,6	15,4	96
2.3	14,52	88,8	83	2,7	15,3	108
	1	ı	I.	1		

Примечание: выделенное значение имеет отклонение от требований СТП 582 AO «ВБМ»

Физико-механические свойства образцов отработанных долот ниже, чем у серийного сплава. На рисунке 100 представлены фотографии микроструктуры зубка долота АО «Волгабурмаш» и распространение трещины при исследовании трещиностойкости.

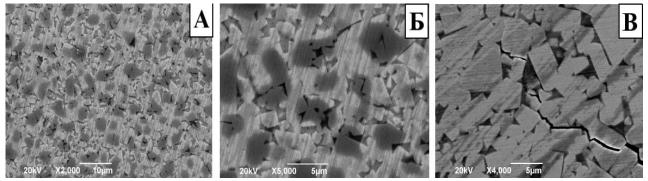


Рисунок 100 - Фотографии структуры зубка долота АО «Волгабурмаш», увеличение х2000 (A) и х5000 (Б), распространение трещины (В) увеличение х4000

Макро- и микроструктура спеченных зубков долота АО «Волгабурмаш» годная. Образец 1.1 имеет скопление кристаллов, два участка суммой 97 мкм. Зубок 1.2 имеет компаундирование, один участок 8 мкм. Все образцы имеют в структуре поры до 20 мкм. Данные отклонения допускаются СТП 582 АО «Волгабурмаш».

На рисунке 101 представлены фотографии микроструктуры зубка долота импортного производства и распространение трещины при исследовании трещиностойкости.

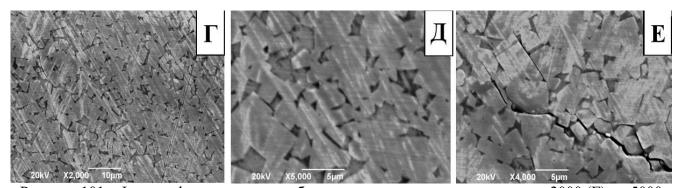
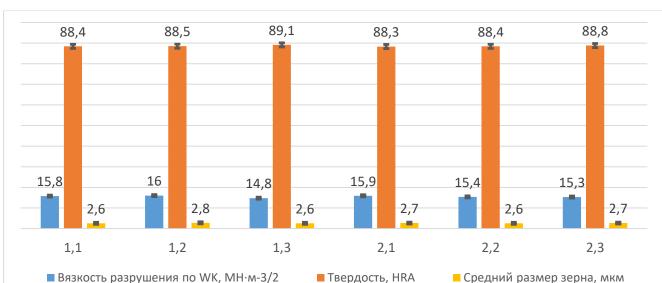


Рисунок 101 - Фотографии структуры зубка импортного долота увеличение х2000 (Г) и х5000 (Д), распространение трещины (Е) увеличение х4000

Макро- и микроструктура спеченных зубков долота импортного производства годная. Образец 2.3 имеет три участка скопления кристаллов суммой 172 мкм. Зубок 2.9 имеет крупные кристаллы до 34 мкм. Все образцы имеют в

структуре поры до 27 мкм. Данные отклонения допускаются СТП 582 AO «Волгабурмаш».



На рисунке 102 представлена диаграмма свойств зубков отработанных долот.

Рисунок 102 – диаграмма свойств зубков отработанных долот обозначение (табл. 70)

По результатам исследований, представленных в таблице 70, можно сделать вывод, что прочностные характеристики сплава обоих долот ниже параметров серийного сплава. Это подтверждается фотографии РЭМ, где видны поры и оголение зерен WC. Это может быть вызвано выщелачиванием связующей фазы твердого сплава в результате работы под ударной и истирающей нагрузкой, повышенной температуре, и давлении, на забое, с поверхности зубков. Все это делает сплав хрупким [123].

6.4 Выводы по главе 6

Полученные в данной главе результаты сравнительных исследований структур и свойств гранулированных твердосплавных смесей и спеченных твердосплавных зубков различных производителей с учетом стоимости, и сроков поставки позволяют сделать следующие выводы о целесообразности их применения для изготовления твердосплавного вооружения буровых шарошечных долот в АО «Волгабурмаш».

1. Готовые твердосплавные смеси соответствуют требованиям АО «Волгабурмаш» к изготавливаемой продукции по технологическим и физикомеханическим свойствам.

Трещиностойкость изделий из смесей сплава WC-10%Co производства AO «Волгабурмаш» Wk = 17,6 MH·м $^{-3/2}$, а покупных смесей Wk = 15,9...17,5 MH·м $^{-3/2}$.

Однако работа с готовыми твердосплавными смесями имеет следующие недостатки:

- требуется проведение дополнительных операций доработки смеси;
- в момент доработки присутствуют технологические потери смеси, а также мелкая фракция порошка (меньше 80 мкм) непригодная для работы, это может составлять до 20 % от массы партии;
- себестоимость продукции, изготовленной из данных смесей, будет выше, чем из смеси собственного производства;
 - средний срок поставки смесей 1–2 мес;

В варианте с собственным производством гранулированных твердосплавных смесей эти минусы практически отсутствуют.

2. Все исследованные покупные твердосплавные зубки по физикомеханическим свойствам соответствуют стандарту предприятия СТП 582 АО «Волгабурмаш» и могут быть использованы для комплектования буровых шарошечных долот.

Трещиностойкость зубков собственного производства WC-6%Co ($W_k = 13,1$ MH·м^{-3/2}), WC-10%Co ($W_k = 17,1$ MH·м^{-3/2}), WC-15%Co ($W_k = 20,3$ MH·м^{-3/2}), a импортных зубков того же состава , WC-6%Co ($W_k = 12,6...13,0$ MH·м^{-3/2}), WC-10%Co ($W_k = 16,2...17,2$ MH·м^{-3/2}), WC-15%Co ($W_k = 20,5$ MH·м^{-3/2}).

Однако недостатками покупных твердосплавных зубков являются:

- повышенная себестоимость изготовления долота;
- средний срок поставки зубков ~ 2 мес;
- каждый новый тип зубка (форма) требует согласования с конструкторской документацией, а также затрат средств и времени на изготовление пресс-форм;

• отсутствие возможности в короткие сроки доукомплектовать заказ в случае изменения производственного плана предприятия.

Таким образом, в варианте с собственным производством твердосплавных зубков указанные недостатки минимальны.

3. Исследованы микроструктура и физико-механические свойства зубков сплава WC-10%Co с отработанного долота АО «Волгабурмаш» и долота импортного производства. Результаты анализа зубков обоих долот показали схожее снижение остаточной прочности и характеристик сплава, вызванных выщелачиванием (удалением) из структуры сплава связующего, в результате воздействия высоких ударных и абразивных нагрузок, высоких температур и влияния агрессивных сред при работе долота, а также возникновением внутренних напряжений.

ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

- 1. Показано, что при работе буровых шарошечных долот основным видом повреждения твердосплавных зубков является их разрушение за счёт скола при повышенных или даже нормальных энергиях удара по забою. В связи с этим преимущественное значение приобретает обеспечение вязкости разрушения (трещиностойкости) твердых сплавов и необходимость глубокого изучения влияния на трещиностойкость условий производства и микроструктуры вольфрамокобальтовых сплавов, используемых в буровых шарошечных долотах.
- 2. Установлено влияние типичных дефектов вольфрамокобальтовых твердых сплавов, применяемых в производстве буровых шарошечных долот, на трещиностойкость и другие физико-механические и эксплуатационные свойства твердых сплавов. Предложены мероприятия по исправлению некоторых из рассмотренных дефектов. Указаны условия, позволяющие не допускать данных видов отклонений. Подобран режим и состав нормализующей смеси для исправления критических дефектов «η-фазы» и «свободного углерода».
- 3. Исследовано влияние режимов приготовления гранулированного твердосплавного порошка с целью получения высоких показателей трещиностойкости и микроструктуры сплава ВК10С, определено оптимальное время операции смешивания-размола исходных компонентов 9 часов. Достигнуто значение трещиностойкости $W_k = 18,3 \text{ MH} \cdot \text{m}^{-3/2}$, в то время как у изделий, изготовленных по стандартному режиму, $W_k = 17.1 \text{ MH} \cdot \text{m}^{-3/2}$.
- 4. Исследована возможность нормализации микроструктуры твердосплавных изделий и повышение трещиностойкости:

Установлен состав для сплава ВК15С с добавлением ингибитора роста зерна твердого сплава КХНП-2 (Cr_3C_2) (ТУ 14-22-28-90), что позволило увеличить трещиностойкость и нормализовать микроструктуру. Серийный сплав ВК15С имеет $W_k = 22,3 \, \text{МH} \cdot \text{м}^{-3/2}$, а сплав с добавлением Cr_3C_2 имеет $W_k = 23 \, \text{MH} \cdot \text{м}^{-3/2}$. Легирующий компонент КХНП-2 добавлен в технологический процесс производства.

Сплав ВК6С определен как основной для изготовления зубков, применяемых в качестве армирующих элементов долота, подверженных сильному истирающему износу (лапы и тыльного конуса шарошки). Трещиностойкость и твердость сплава ВК5С составляют - 12,6 МН·м^{-3/2} и 90,4 HRA, соответственно, а сплава ВК6С - 13,0 МН·м^{-3/2} и 90,4 HRA, соответственно.

- 5. Предложена конструкция пресс-оснастки и подобран режим прессования с изменением плотности заготовки. Это позволило: снизить нормы расхода дорогостоящих материалов порошков карбида вольфрама и кобальта на 2-3%; повысить ресурс алмазных шлифовальных кругов станков на 25%; снизить трудоемкость изготовления твердосплавных зубков.
- 6. Установлены оптимальные температурные режимы для спекания зубков из сплава ВК15С и ВК10С при температурах выше стандартного режима, так как это позволяет повысить трещиностойкость данных сплавов ($W_k = 23 \text{ MH} \cdot \text{M}^{-3/2}$ и 19 МН·м^{-3/2}, соответственно), работающих при ударных нагрузках. Сплав ВК6С лучше спекать при температурах ниже стандартного режима, так как это увеличивает твердость (90,6 HRA), что необходимо для данного сплава, работающего при абразивном истирании.

Показано, что повышение давления спекания до $4\pm0,5$ МПа и выше благоприятно влияет на процесс уплотнения сплава и смачивание зерен карбидов кобальтовым связующем в процессе жидкофазного спекания, и повышение трещиностойкости, в среднем на 2%. Однако негативным фактором является то, что это увеличивает нагрузку на вакуумные узлы, приводит к ускоренному износу и/или разрушению графитового муфеля печи.

Рассмотрено влияние среды спекания твердосплавные на изделия, способа. Показана установлены достоинства И недостатки каждого нецелесообразность создания функционально-градиентных твердых сплавов на производстве АО «Волгабурмаш» с целью повышения трещиностойкости в поверхностном слое.

7. Проведен сравнительный анализ свойств покупных гранулированных твердосплавных смесей и спеченных зубков импортного производства. Сделаны

выводы по целесообразности их применения в АО «Волгабурмаш» в качестве материалов с повышенной трещиностойкостью при производстве буровых долот. Также произведено исследование микроструктуры и физико-механических свойств зубков отработанного долота АО «Волгабурмаш» и долота импортного производства, по результатам которых показано, что твердосплавное вооружение собственного производства не уступает импортному по трещиностойкости.

Список сокращений и условных обозначений

ВК6С, ВК10С, ВК15С – Вольфрамокобальтовый твердый сплав среднезернистый, с содержанием кобальта 6, 10, 15% масс., соответственно;

С – среднезернистый сплав;

ОМ – особомелкозернистый твердый сплав;

КХНП - карбид хрома наплавочный порошкообразный;

ПВВ – порошок вольфрама восстановленный;

Собщ - содержание общего углерода, %;

С_{св} – содержание свободного углерода, %;

 η -фаза - дефект структуры, двойной карбид W_3Co_3C

ГПУ – гексагональная плотноупакованная решетка;

ГЦК - гранецентрированная кубическая решетка;

СТП – Стандарт предприятия;

РЭМ – Растрово-электронная микроскопия;

РФА - Рентгеноструктурный фазовый анализ;

МИСИС - Национальный исследовательский технологический университет, Россия, Москва;

ВНИИТС - Всероссийский научно-исследовательский и проектный институт тугоплавких металлов и твёрдых сплавов, Россия, Москва;

 W_k — коэффициент трещиностойкости, МН• м-3/2, МПа • м^{1/2} или кгс•мм-3/2 (кгс•мм-3/2 $\sim 0.316~\text{МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$)

Трещины Палмквиста — следы трещин, расходящихся от углов отпечатка индентора при анализе на трещиностойкость

Список использованных источников

- Левашов, Е.А. ИСТОРИЯ ОТЕЧЕСТВЕННЫХ ТВЕРДЫХ СПЛАВОВ
 / Е.А. Левашов, В.С. Панов, И.Ю. Коняшин // Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. 2017. №3. С. 14-21.
- 2. Панов, В.С. Твердые сплавы: учебник / В.С. Панов, И.Ю. Коняшин, Е.А. Левашов, А.А. Зайцев. 3-е изд., доп. и перераб. М.: Изд. Дом НИТУ «МИСиС», 2019. —398с.
- 3. Амосов, А.П. Долотная сталь / А.П. Амосов, Т.М. Пугачева, А.Г. Ищук. М.: Машиностроение, 2008. -309 с.
- 4. Справочник бурового мастера /Под общей редакцией В.П. Овчинникова, С.И. Грачева, А.А. Фролова. М.: «Инфра-Инженерия», 2006.-608 с.
- 5. Третьяков, В.И. Твердые сплавы, тугоплавкие металлы, сверхтвердые материалы: уч. пособие / В.И. Третьяков, Л.И. Клячко. М.: Руда и металлы, 1999.- 264 с.
- 6. Панов, В.С. Технология и свойства спечённых твёрдых сплавов и изделий из них: уч. пособие, 2-е изд. доп. и перераб. / В.С. Панов, А.М. Чувилин, В.А. Фальковский. М.: МИСИС, 2004. –432с.
- 7. Волкогон, Г.М. Современные процессы порошковой металлургии: учебное пособие / Г.М, Волкогон, Ж.В. Еремеева, Д.А. Дедовской. Москва, Вологда: Инфра-Инженерия, 2020. —206 с.
- 8. Либенсон, Г.А. Процессы порошковой металлургии, т.2. Формование и спекание: уч. Пособие / Г.А. Либерсон, В.Ю. Лопатин, Г.В. Комарницкий. Москва: МИСИС, 2001. -320с.
- 9. Богомолов Р.М., Торгашов А.В. Сопоставительный анализ показателей работы буровых долот ОАО «Волгабурмаш» и долот американских фирм/ Р.М. Богомолов, А.В. Торгашов // Химическое и нефтяное машиностроение. 1966. №4. С. 26-30.
- 10. Ахметсагиров, С.М. Исследование влияния физико-механических свойств твердосплавных зубков на циклическую стойкость: Материалы научно-

- техн. межд. интернет-конференции «Высокие технологии в машиностроении» / С.М. Ахметсагиров, Г.В. Бичуров, А.Г. Ищук, С.А. Сальников // Самара: СамГТУ. 2006. С. 298-303.
- 11. Александрова, Л.И. Долговечность твердых сплавов при циклическом контактном сжатии / Л.И. Александрова, В.П. Бондаренко, М.Г. Лошак // Сверхтвердые материалы. 1997. №2. С.27.
- 12. Амосов, А.П. О влиянии неоднородности распределения кобальтовой связки на циклическую прочность твердосплавных зубков буровых долот / А.П. Амосов, С.М. Ахметсагиров, Г.В. Бичуров, А.Г. Ищук, М.А. Сальников // Сб. тезисов XVI Мжд. Конф. «Физика прочности и пластичности материалов», Самара, СамГТУ. 2006. С. 104.
- 13. Амосов, А.П. О влиянии углеродного баланса на циклическую прочность твердосплавных зубков буровых долот / А.П. Амосов, С.М. Ахметсагиров, Г.В. Бичуров, А.Г. Ищук, М.А. Сальников // Сб. тезисов XVI Мжд. Конф. «Физика прочности и пластичности материалов», Самара, СамГТУ. 2006. С. 104.
- 14. Бичуров, Г.В. О Связи механических свойств твёрдых сплавов с их магнитными характеристиками / Г.В. Бичуров, М.А. Сальников, А.Г. Ищук, С.М. Ахметсагиров // Сб. тезисов XVI Мжд. Конф. «Физика прочности и пластичности материалов», Самара, СамГТУ. 2006. С. 201.
- 15. Богомолов, Р.М. Методы повышения эффективности разрушения горных пород при бурении шарошечными долотами: дис. ...докт. техн. наук. 25.00.15 / Богомолов Родион Михайлович. М., 2001. 434 с.
- 16. Богомолов, Р.М. Новый метод испытаний зубков буровых долот / Р.М. Богомолов, Н.С. Нассиф, Д.Г. Громаковский, И.Д. Ибатуллин, В.И. Кремлев // «Химическое и нефтегазовое машиностроение». 2005. № 11. С. 21-23.
- 17. Бондаренко, В.П. Сравнительная оценка механических свойств твердых сплавов по кинетике проникновения в них жесткого штампа при циклическом контактном нагружении / В.П. Бондаренко, М.Г. Лошак, С.И. Шестаков, Л.И. Александрова // Проблемы прочности. 1998. №3. С. 28.

- 18. Виноградов, В.Н. Износ и разрушение зубьев шарошечных буровых долот / В.Н. Виноградов, Г.М. Сорокин // Нефтяная и газовая промышленность. 1964. №7. С. 10.
- 19. Виноградов, В.Н. Долговечность буровых долот / В.Н. Виноградов, Г.М. Сорокин, А.Н. Пашков, В.М. Рубарх. М.: Недра, 1977. 256 с.
- 20. Виноградов, В.Н. О природе разрушения зубьев шарошечных буровых долот / В.Н. Виноградов, Г.К. Шрейберг, Г.М. Сорокин. // Технология и техника бурения скважин: сб. науч. тр. 1965. № 53. С. 21.
- 21. Виноградов, В.Н. Механизм разрушения зубьев шарошек буровых долот / В.Н. Виноградов, Г.М. Сорокин, К.В. Грачев // Нефтяное хозяйство. 1966. №3. С. 211-231.
- 22. Виноградов, В.Н. Анализ геометрии и прочности зубьев шарошечных долот / В.Н. Виноградов, Г.М. Сорокин, В.М. Рубарх // Нефть и газ. 1968. №2. С. 124 131.
- 23. Виноградов, В.Н. Анализ напряжений в зубьях шарошечных долот / В.Н. Виноградов, Г.М. Сорокин, В.М. Рубарх // Технология и техника бурения скважин: сб. науч. тр. ; Труды МИНХ и ГП. изд-во Недра, 1968. № 81. С. 37 42.
- 24. Виноградов, В.Н. О критерии усталостной прочности зубьев шарошек / В.Н. Виноградов, Г.М. Сорокин, В.М. Рубарх // Технология и техника бурения скважин: сб. науч. тр. ; Труды МИНХ и ГП. изд-во Недра. 1968. № 81. С. 42 49.
- 25. Екобори, Т. Научные основы прочности и разрушения материалов / Т. Екобори. Киев: Наукова думка, 1978.-352с.
- 26. Киффер, Р. Твердые сплавы / Р. Киффер, Ф. Бенезовский. Москва: Металлургия, 1971.-392с.
- 27. Клячко, Л.И. Обзор свойств и способов производства твердых сплавов и направления их совершенствования / Л.И. Клячко // Цветные металлы. 2006. N_2 3. C.61-67.

- 28. Креймер, Г.С. Прочность твердых сплавов / Г.С. Креймер. Москва: Металлургия, 1966.-248с.
- 29. Панин, В.Е. Современные проблемы пластичные и прочности твердых тел / В.Е. Панин // Известия вузов физическая механика. 1998. № 1. С. 7-34.
- 30. Литошенко, Н.В. Оценка условного предела упругости твердого сплава WC-Co при растяжении / Н.В. Литошенко // Проблемы прочности. 1999. № 6. C. 116 122.
- 31. Лошак, М.Г. Прочность и долговечность твердых сплавов / М.Г. Лошак Киев: Наукова думка, 1984. 328с.
- 32. Лошак, М.Г. Универсальное приспособление для испытания материалов на усталость при ударном нагружении на установке ДСО / М.Г. Лошак, В.М. Фридман, А.П. Козлов // 1982. №9. С. 122-123.
- 33. Москвин, С.А. Исследование колебаний бурильной колонны на промысле / С.А. Москвин // Научные проблемы в олго-Уральского нефтегазового региона. Технические и естественные аспекты. Уфа. 2000. № 1. С. 102-107.
- 34. Пашинский, В.В. Исследование влияния режима изготовления на структуру твердых сплавов на основе WC методами количественной металлографии / В.В. Пашинский, О.С. Кузьменко // Металловедение черных и цветных сплавов: сб. науч. тр. Донецкий нац. техн. ин-т. 2005. С.315-325.
- 35. Сорокин, Г.М. О методике экспериментального исследования механизма разрушения зубьев шарошек буровых долот / Г.М. Сорокин // Бурение скважин малого диаметра: сб. науч. тр. Труды МИНХ и ГП. Вып.35. Издательство Недра. 1961. С. 213.
- 36. Третьяков, В.И. Основы металловедения и технологии производства спеченных твердых сплавов 2-е изд. / В.И. Третьяков М: Металлургия, 1976. 528 с.
- 37. Третьяков, В.И. Металлокерамические твердые сплавы / В.И. Третьяков. Москва: Металлургиздат, 1962. 592с.

- 38. Трощенко, В.Т. О соотношении долговечностей твердых сплавов при исптыании в условиях ударного и гармонического повторного нагружений / В.Т. Трощенко, В.Н. Бакуль, М.Г. Лошак // 1971. №1. С. 41-44.
- 39. Туманов, В.И. Свойства сплавов системы карбид вольфрама кобальт / В.И. Туманов. Москва: Металлургия, 1971, 92 с.
- 40. Панов, В.С. Твердые сплавы WC-Co, легированные карбидом тантала / В.С. Панов, А.А. Зайцев // Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. 2015. № 2. С. 44-48.
- 41. Авдеенко, Е. Н. Исследование процессов размола и классификации крупнозернистого порошка карбида вольфрама / Е.Н. Авдеенко, Е.И. Замулаева, А.А. Зайцев // Цветные металлы. 2018. № 8. С. 90-96.
- 42. Авдеенко, Е.Н. Твердые сплавы с иерархической и особо однородной структурой для нового поколения породоразрушающего инструмента, работающего в условиях Арктики / Е. Н. Авдеенко, А. А. Зайцев, Д. А. Сидоренко, И. Ю. Коняшин, Е. А. Левашов // Сборник тезисов VII Международной конференции с элементами научной школы для молодежи «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества». г. Суздаль, Россия. 2018. С. 136-139.
- 43. Зайцев, А.А. Структура и магнитные свойства модельных сплавов WC-50%Co, содержащих добавка ТаС / А. А. Зайцев, И. Ю. Коняшин, Е. Н. Авдеенко, Н. В. Швындина, Е. А. Левашов // Известия вузов. Цветная металлургия. − 2018. №3. С. 49-58.
- 44. Ахметсагиров, С.М. Влияние химической неоднородности и химического состава на циклическую ударную прочность твердосплавных зубков буровых долот на основе карбида вольфрама / С.М. Ахметсагиров, А.Г. Ищук, М.А. Сальников, Г.В. Бичуров // Вестник СамГТУ. 2008. №2. С.119-125.
- 45. Бичуров, Г.В. О связи механических свойств твердых сплавов с их магнитными характеристиками / Г.В. Бичуров, М.А. Сальников, С.М. Ахметсагиров // Физика прочности и пластичности материалов: сб.тезисов. 2006. С. 201.

- 46. Захаров, Д.А. Исследование зависимости физико-химических свойств порошка карбида вольфрама от температуры карбидизации / Д.А. Захаров, А.Р. Самборук // Наука. Технологии. Инновации: материалы всерос. науч. конф. молодых ученых в 7-ти частях Новосибирск: Изд-во НГТУ. 2008. № 2. С. 65-67.
- 47. Захаров, Д.А. Влияние условий спекания твердого сплава ВК10-ОМ на его структуру и свойства / Д.А. Захаров, А.П. Амосов // Вестник СамГТУ. 2011. №3. С. 110-115.
- 48. Захаров, Д.А. Исследование опытного твердого сплава с повышенной трещиностойкостью для оснащения буровых шарошечных долот / Д.А. Захаров, А.П. Амосов, А.В. Сальников // Высокие технологии в машиностроении. СамГТУ. 2010. С. 199-201.
- 49. Захаров, Д.А. Исследование возможностей увеличения механической скорости шарошечных долот за счет изменения структуры твердого сплава / Д.А. Захаров, А.В. Сальников // Металлургия и новые материалы: мат-лы Всероссийской (инновационной) молодежной научной конф. СГАУ. 2010. С. 30-33.
- 50. Басарыгин, Ю.М. Технология бурения нефтяных и газовых скважин / Ю.М. Басарыгин, А.И. Булатов, Ю.М. Проселков. «Недра-Бизнесцентр»: Москва, 2002. 632 с.
- 51. Селиванов, В. В. Механика разрушения деформируемого тела: учебник для вузов / В.В. Селиванов. М.: Изд-во МГТУ им. Н. Э. Баумана. 1999. 418 с.
- 52. Бабаевский, П. Г. Трещиностойкость отверждённых полимерных композиций / П.Г. Бабаевский, С.Г. Кулик. Москва: Химия, 1991. 334 с.
- 53. Лошак, М.Г. Упрочнение твердых сплавов / М.Г. Лошак, Л.И. Александров. под ред. В.Н. Бакуля. АН УССР, Институт сверхтвердых материалов. Киев: Наукова думка, 1977. 147 с.
- 54. Савич, В.В. Порошковая металлургия: современное состояние и перспективы развития: монография / В.В. Савич, С.А. Оглезнева. Пермь: Изд-во Перм. нац. исслед. политехн. ун-та, 2021. 695 с.

- 55. Оглезнева, С.А. Школа академика Анциферова / С.А. Оглезнева, А.М. Ханов // Изв. вузов. Порошковая металлургия и функциональная покрытия. 2016. № 4. С. 4–10.
- 56. Дорофеев, Ю. Г. Промышленная технология горячего прессования порошковых изделий / Ю.Г. Дорофеев, Б.Г. Гасанов, В.Ю. Дорофеев, В.Н. Мищенко, В.И. Мирошников. М.: Металлургия, 1990. 206с.
- 57. Памяти выдающегося ученого Юрия Григорьевича Дорофеева // Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. 2016. № 2. С. 71-72.
- 58. Дорофеев, В.Ю. Формирование структуры и свойств горячедеформированных порошковых сталей, микролегированных натрием и кальцием, при термической и термомеханической обработках / В.Ю. Дорофеев, А.Н. Свиридова, В.А. Самойлов // Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. 2021. № 3. С. 22-33.
- 59. Зайцев, А.К. Методика лабораторного испытания материалов на износ (методы и машины) / А.К. Зайцев. Трение и износ в машинах. Труды Всесоюзной конференции по трению и износу в машинах. Т.1. М.: Издательство АН СССР. 1939. С. 76-81.
- 60. Либенсон, Г.А. Процессы порошковой металлургии, т.1. Производство металлических порошков: уч. Пособие. / Г.А. Либенсон, В.Ю. Лопатин, Г.В. Комарницкий. Москва: МИСИС, 2001. 368 с.
- 61. Бабич, Н.Б. Металлические порошки и порошковые материалы: справочник / Н.Б. Бабич, Е.В. Вершинина, В.А. Глебов: под ред. Ю.В. Левинского. Москва: ЭКОМЕТ, 2005. 520с.
- 62. Williams, B. Powder Metallurgy: A global market review / B. Williams. In International Powder Metallurgy (15th ed.) UK: Innovar Communications Ltd., 2012. 122 p.
- 63. Suzuki, H. The influence of binder phase composition on the properties of tungsten carbide-cobalt cemented carbides / H. Suzuki, H. Kubota // Planseeberichte fuer Pulvermetallurgie. 1966. № 14(2). P. 96-109.

- 64. Креймер, Г.С. Твёрдые сплавы / Г.С. Креймер, О.С. Сафонова, Э.М. Богино. Москва: Металлургиздат, 1959. 324 с.
- 65. Бондаренко, В.П. Перспективы управления процессом формирования карбидного скелета в спеченных твердых сплавах системы WC-Co / В.П. Бондаренко // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент техника и технология его изготовления и применения: сб. науч. тр. К.: НАН Украины. 2011. №13. С. 423-437.
- 66. Цукерман, С.А. Порошковая металлургия / С.А. Цукерман. М.: Академия наук СССР, 1958. 159 с.
- 67. Canon, H.S. Pulvermetallurgie / H.S. Canon, F.V. Lenel // I Plansee-Seminar, Reutte/Tirol. 1953. P. 106-115.
- 68. Kingery, W.D. Densification during Sintering in the Presence of a Liquid Phase. II. Experimental / W.D. Kingery // J. Appl. Phys. V. 30. 1959. № 3. P. 301-306.
- 69. Трошин, А.К. История нефтяной техники в России (XVII в. вторая половина XIX в.) / А.К. Трошин М.: Гостоптехиздат, 1958. 114с.
- 70. Сериков, Д.Ю. Исследование проскальзывания вооружения шарошечных буровых долот / Д.Ю. Сериков, А.М. Гринев // Территория «НЕФТЕГАЗ». 2016. №7-8. С. 20-27.
- 71. Beste, U. Surface damage on cemented carbide rock-drill buttons / U. Beste, T. Hartzell, H. Engqvist, N. Axén // Wear. 2001. № 249. P. 324–329.
- 72. Beste, U. Wear induced material modifications of cemented carbide rock drill buttons / U. Beste, E. Coronel, S. Jacobson // Int. J. Refract. Met. Hard Mater. -2006. N 24. P. 168–176.
- 73. Lu, R. Failuremechanism of cemented tungsten carbide dies in wet drawing process of steel cord filament / R. Lu, L.Minarro, Y.-Y. Su, R.M. Shemenski // Int. J. Refract. Met. Hard Mater. 2008. № 26. P. 589–600.
- 74. Gant, A.J. The evaluation of tribo-corrosion synergy for WC/Co hard metals in low stress abrasion / A.J. Gant, M.G. Gee, A.T. May // Wear. 2004. № 256. P. 500–516.

- 75. Thakare, M.R. Exposure effects of alkaline drilling fluid on the microscale abrasion corrosion of WC based hard metals / M.R. Thakare, J.A. Wharton, R.K.J. Wood, C. Menger // Wear. 2007. № 263. P. 125–136.
- 76. Gant, A.J. Use of FIB/SEM to assess the tribo-corrosion of WC/Co hardmetals in model single point abrasion experiments / A.J. Gant, M.G. Gee, D.D. Gohil, H.G. Jones, L.P. Orkney // Tribol. Int. 2013. № 68. P. 56–66.
- 77. Силаев, Б.М. О структуре расчетной модели изнашивания при трении качения в активных средах / Б.М. Силаев // Машиноведение. 1981. №1. С. 89-97.
- 78. Norgren, S. Trends in the P/M hard metal industry / S. Norgren, J. García, A. Blomqvist, L. Yin // Int. J. Refract. Met. Hard Mater. 2015. №48. P. 31–45.
 - 79. Encyclopedia Comprehensive Hard Materials, 2014. № 1. P. 29–90.
- 80. García, J. Chapter 9: Process Development and scale up of cemented carbide production in Scale-up in Metallurgy / J. García, W. Strelsky, M. Lackner // Verlag ProcessEng Eng GmbH, 2010. P. 235–265.
- 81. Zhadyaev, A. Comparative analysis of physical and mechanical properties of hard alloy products depending on the synthesis mode / A. Zhadyaev, D. Zakharov, A. Amosov, V. Novikov // AIP Conference Proceedings, Krasnoyarsk, 29–30 апреля 2021 года / Krasnoyarsk Scientific Centre of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences. Melville, New York, United States of America: AIP Publishing. 2021. P. 20056.
- 82. Beste, U. A new view of the deterioration and wear of WC/Co rock drill carbide buttons / U. Beste, S. Jacobson // Wear. 2008. № 264. P. 1129-1141.
- 83. Yang, D.Y. Suooresion of abnormal grain growth in WC-Co via presintering treatment / D. Y. Yang, S.J. Kang // Int. J. Refract. Met. Hard Mater. 2009. №27. P. 90-94.
- 84. Konyashin, I. Cemented Carbides with Uniform Microstructure / I. Konyashin, T. Eschner, F. Aldinger, V. Senchihin // Z. Metallkd. 1999. № 90. P. 403-406.

- 85. Ибатуллин, И.Д. Кинетика усталостного разрушения твердых сплавов / И.Д. Ибатуллин, Н.С. Нассиф // Самара: Вестник СГАУ. 2006. № 2(10). С. 228-234.
- 86. Нассиф, Н.С., Громаковский Д.Г., Богомолов Р.М., Ибатуллин И.Д. Стенд и методика испытания зубков буровых долот / Н.С. Нассиф, Д.Г. Громаковский, Р.М Богомолов, И.Д. Ибатуллин // Славянтрибо-7а. Теоретические инновации прикладные новшества И обеспечения качества сквозной конкурентоспособности инфраструктуры логической поддержки трибообъектов и их производства. Материалы международ. Науч.-практич. Школы-конференции. В 3 т. / Под общ. Ред. В.Ф. Безьязычного, В.Ю. Замятина. – Рыбинск: РГАТА. - 2006. - № 2. - С.142-143.
- 87. Решетняк, Х.Д. Структура и свойства твердых сплавов, спеченных в вакууме. Порошковая металлургия и области её применения. Тезисы докладов к зональному семинару. Ред Г.В. Семенова / Х.Д. Решетняк // Пенза. 1990. С. 62-63.
- 88. Colin, C. Processing of functional-gradient WC-Co cermets by powder metallurgy / C. Colin, L. Durant, N. Favrot, J. Besson, G. Barbier, F. Delannay // Int. J. Refractory Met. Hard Mater. 1994. № 12. P. 145-152.
- 89. Pat. 5856626 US. Cemented carbide body within creased wear resistance / Fischer U., Waldenstrom M., Hartzell T.; publ. 01.05.1999.
- 90. Pat. 4743515 US. Cemented carbide body used preferably for rock drilling and mineral cutting / Fischer U., Hartzell E., Akerman J.; publ. 10.02.1988.
- 91. Zhang, L. Crack progataion characteristics and toughness of functionally graded WC-Co demented carbides / L. Zhang, Y. Wang, X. Yu, S. Chen, X. Xiong // Int. J. Refract. Met. Hard Mater. 2008. № 26. P. 295-300.
- 92. Guo, J. A new method for making graded WC-Co by carburizing heat treatment of fully dandified WC-Co. / J. Guo, P. Fan, Z. Fang // Proc. 17th Int. Plansee Seminar, L. Sigl, P.Rodhammer, H. Wildner (eds.), Reutte. 2009. № 2. P. 50/1 50/6.

- 93. Konyashin, I. Novel industrial hardmetals for mining, construction and wear applications / I. Konyashin, B. Ries, S. Hlawatschek, A. Mazilkin // Int. J. Refractory Met. Hard Mater. 2018. № 71. P. 357-365.
- 94. Pat. US20110116963. Functionally graded cemented carbide with engineered hard surface and the method for making the same / Z. Fang, P. Fan, J. Guo; publ. 05.11.2008.
- 95. Konyasin, I. Wettability of tungsten carbide by liquid binders in WC–Co cemented carbides: Is it complete for all carbon contents? / I. Konyasin, A.A. Zaitsev, D. Sidorenko, E.A. Levashov, B. Ries, S.N. Konischev, M. Sorokin, A.A. Mazilkin, M. Herrmann, A. Kaiser // International Journal of Refractory Metals and Hard Materials. 2017. № 62(B). P. 134-148.
- 96. Konyashin, I. Engineered Surfaces on Cemented Carbides Obtained by Tailored Sintering Techniques / I. Konyashin, S. Hlawatschek, B. Ries // Surf. Coat. Technol. 2014. № 258. P. 300-309.
- 97. Konyashin, I. Gradient Hardmetals: Theory and Practice / I. Konyashin, B. Ries, F. Lachmann, A.T. Fry // International Journal of Refractory Metals and Hard Materials. 2013. № 36. P. 10-21.
- 98. Konyashin, I. Co Drifts between cemented carbides paving marious WC grain sizes / I. Konyashin, S. Hlawatschek, B. Ries, A. Mazilkin // Mat. Let. 2016. № 167. P. 270-273.
- 99. Pat. WO2010/097784A1. A hard-metal body / I. Konyashin, B. Ries, F. Lachmann; publ. jan 2010.
- 100. Pat. WO2010/103418A1. A novel sintering technique for fabrication of functionally gradient WC–Co cemented carbides / I. Konyashin, B. Ries, F. Lachmann, A.T. Fry; publ. 11.05.2012.
- 101. Bellin, F. The current state of PDC technology / F. Bellin, A. Dourface, W. King, M. Thigpen // World Oil, Nov. 2010. P. 67-71.
- 102. Griffo, A. Oil and gas drilling materials / A. Griffo, R. Brown, L. Keshvan // Advanced Mat. Proc. 2003. № 17. P. 59-60.

- 103. Gant, A.J. Wear mechanisms of diamond-containing hardmetals in comparison with diamond-based materials / A.J. Gant, I. Konyashin, B. Ries, A. McKie, R.W.N. Nilen, J. Pickles // Int. J, Refract. Met. Hard Mater. 2018. №. 71. P. 106-114.
- 104. Husang, S.G. Influence of starting powder on the microstructure of WC-Co hardmetals obtained by spark plasma sintering / S.G. Husang, K. Vanmeensel, L. Li, O. Van der Biest, J. Vleugels // Mat. Sci. Engin., A. 2008. № 475 (1-2). P. 87-91.
- 105. Raihanuzzaman, R. Md. Effect of spark plasma sintering pressure on mechanical properties of WC-7.5 wt % Nano Composite / R. Md. Raihanuzzaman, Z. Xie, S. Hong, R. Ghomashichi // Mater. Design. 2015. № 68. P.221-227.
- 106. Tan, X. Functionally graded nano hardmetal materials made by spark plasma sintering technology / X. Tan, S. Qiu, W. He, D. Lei // J. Metastable Nanocryst. Mat. 2005. № 23. P. 179-182.
- 107. Gu, D.D. Laser additive manufacturing of metallic components: materials, processes and mechanisms / D.D. Gu, W. Meiners, K. Wissenbach, R. Poprawe // Int. Mat. Rev. 2012. № 57. P. 133-164.
- 108. Pat. GB2015-2250A. Production of cemented carbide materials for additive manufacturing / I. Konyashin, B. Ries, H. Hinners; publ. 2015.
- 109. Pat. WO2015/1663306A2. A method for making cermet or cemented carbide powder / C. J. Maderud, J. Sundstrrom, M. Ekelund ;publ. 2015.
- 110. Chao, G. Fabrication of WC/Co Hard Alloy using Electron Beam Selective Melting / G. Chao, M. Xulong, L. Feng, W. Xingang, Z. Pingping, L. Yukun // Book of Abstracts of the 2nd International Conference on Electron Beam Additive Manufacturing (EBAM 2018), Nurnberger Akademie, Nurenberg, Germany. 2018. P. 36.
- 111. Zheng, G.M. Fabrication and characterization of Sialon-Si3N4 graded nanocomposite ceramic tool materials / G.M. Zheng, J. Zhao, Y.H. Zhou, Z.J. Gao, X.B. Cui, A.H. Li // Compos. 2011. № 42 (B). P. 1813–1820.
- 112. Antonov, M. Effect of erodent particle impact energy on wear of cemented carbides / M. Antonov, D.-L. Yung, D. Goljandin, V. Mikli, I. Hussainova // Wear. 2017. № 376-377. P. 507-515.

- 113. Sikder, B. Role of Crack Profile in the Calculation of Indentation Fracture Toughness for Highly Brittle Ceramics / B. Sikder, S. Mukherjee, A. Chanda // Materials Today: Proceedings. 2017. № 4. P. 9622–9626.
- 114. Roebuck, B. Deformation and fracture processes and the physical metallurgy of WC/Co hardmetal / B. Roebuck, E.A. Almond // Int. Mater. Rev. 1988. № 33(2). P. 90-110.
- 115. Gant, A.J. Edge toughness of tungsten carbide based hardmetals / A.J. Gant, R. Morrell, A.S. Wronski // International Journal of Refractory Metals and Hard Materials. 2018. № 75. P. 262-278.
- 116. Jindal, PC. A New Method for Evaluating the Indentation Toughness of Hardmetals / PC. Jindal // Crystals. 2018. № 8(5). P.197.
- 117. Sheikh, S. Fracture toughness of cemented carbides: Testing method and microstructural effects / S. Sheikh, R. M'Saoubi, P. Flasar, M. Schwind, T. Persson, J. Yang, L. Llanes // Int J Refract Met Hard Mater. 2015. № 49. P. 153-60.
- 118. Wang, D. Finite element simulation of Vickers micro-indentation test of micro-nano-composite ceramic tool materials based on microstructure model / D. Wang, J. Zhao, C. Xue, Y. Cao // Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials. 2016. № 58. P. 34–41.
- 119. Guo, Y. A detailed analysis of the determination of fracture toughness by nanoindentation induced radial cracks / Y. Guo, T. Staedler, J. Muller, S. Heuser, B. Butz, X. Jiang // Journal of the European Ceramic Society. 2020. № 40-2. P. 276-289.
- 120. Acchar, W. Mechanical properties of hot-pressed ZrO2 reinforced with (W, Ti)C and Al2O3 additions / W. Acchar, Y.B.F. Silva, C.A. Cairo // Mater. Sci. Eng. 2010. № A 527. P. 480–484.
- 121. Ortiz-Membrado, L. Measuring the fracture toughness of single WC grains of cemented carbides by means of microcantilever bending and micropillar splitting / L.Ortiz-Membrado, N. Cuadrado, D. Casellas, J.J. Roa, L. Llanes // Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials. 2021. № 98. P. 105529.
- 122. Tang, W. Corrosion and strength degradation behaviors of binderless WC material and WC–Co hardmetal in alkaline solution: A comparative investigation / W.

- Tang, L. Zhang, Y. Chen, H. Zhang, L. Zhou // Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials. 2017. № 68. P. 1-8.
- 123. Tarrago, J.M. Microstructural influence on tolerance to corrosion-induced damage in hardmetals / J.M. Tarrago, G. Fargas, L. Isern, S. Dorvlo, E. Tarres, C.M. Muller, E. Jumenez-Pique, L. Llanes // Materials and Design. 2016. № 111. P. 36-43.
- 124. Guo, S. The optimization of mechanical property and corrosion resistance of WC-6Co cemented carbide by Mo2C content / S. Guo, W. Yan, J. Yi, S. Wang, X. Huang, S. Yang, M. Zhang, Y. Ye // Ceramics International. 2020. № 46. P. 17243–17251.
- 125. Gao, Y. Effects of NbC additions on the microstructure and properties of non-uniform structure WC-Co cemented carbides / Y. Gao, M. Yan, B. Luo, S. Ouyang, W. Chen, Z. Bai, H. Jing, W. Zhang // Materials Science and Engineering. 2017. № A 687. P. 259 -268.
- 126. Li, J. Effects of partial substitution of copper for cobalt on the microstructure and properties of ultrafine-grained WC-Co cemented carbides / J. Li, J. Cheng, P. Chen, W. Chen, B. Wei, J. Liu // Journal of Alloys and Compounds. 2018. № 735. P. 43-50.
- 127. Huang, Z. Effect of Cu on the microstructures and properties of WC-6Co cemented carbides fabricated by SPS / Z. Huang, X. Ren, M. Liu, C. Xu, X. Zhang, S. Guo, H. Chen // Int. Journal of Refractory Metals & Hard Materials. 2017. № 62 (B). P. 155-160.
- 128. Chipise, L. Influence of Ru on the hardness and fracture toughness of WC-VC-Co alloys / L. Chipise, P.K. Jain, L.A. Cornish // International Journal of Refractory Metals & Hard Materials. 2018. № 77. P. 54–60.
- 129. Pereira, P. Abrasive wear resistance of WC-based composites, produced with Co or Ni-rich binders / P. Pereira, L.M. Vihena, J. Sacramento, A.M.R. Senos, L.F. Malherios, A. Ramalho // Wear. 2021. № 482-483. P.203924.
- 130. Li, X. Effects of submicron WC addition on structures, kinetics and mechanical properties of functionally graded cemented carbides with coarse grains / X. Li, Y. Liu, B. Liu, J. Zhou // Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials. 2016. № 56. P. 132–138.

- 131. Tang, J. Microstructure and properties of CVD coated on gradient cemented carbide with different WC grain size / J. Tang, J. Xiong, Z. Guo, T. Yang, M. Liang, W. Yang, J. Liu, Q. Zheng // Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials. 2016. № 61. P. 128–135.
- 132. Chen, J. Role of Co content on the gradient microstructure evolution and mechanical properties of bilayer functionally graded cemented carbides / J. Chen, L. Zhou, X. Deng, W. Liu, J. Liu, H. Ji, S. Wu, J. Liang, J. Ou, B. Liu // Materials Chemistry and Physics. 2020. № 248. P. 122910.
- 133. Konyashin, I. On the mechanism of obtaining functionally graded hardmetals / I. Konyashin, A.A. Zaitsev, D. Sidorenko, E.A. Levashov, S.N. Konichev, M. Sorokin, S. Hlawatschek, B. Ries, A.A. Mazilkin, S. Lauterbach, H.-J. Kleebe // Materials Letters. 2017. № 186. P. 142-145.
- 134. Li, J. Fabrication of WC-Co cemented carbides with gradient distribution of WC grain size and Co composition by lamination pressing and microwave sintering / J. Li, J. Cheng, P. Chen, W. Chen, C. Wei // Ceramics International. 2018. № 44(10) P. 11225-11232.
- 135. Garcia, J. Cemented carbide microstructures: a review / J. Garcia, V. C. Cipres, A. Blomqvist, B. Kaplan // Int. J. Refract. Met. Hard Mater. 2019. № 80. P. 40-68.
- 136. Liu, K. Effect of Co content on microstructure and mechanical properties of ultrafine grained WC-Co cemented carbide sintered by spark plasma sintering / K. Liu, Z. Wang, Z. Yin, L. Cao, J.Yan // Ceramics International. 2018. № 44. P. 18711–18718.
- 137. Deng, X. Wear resistance of nanostructured Cr-based WC hardmetals sintered by spark plasma sintering / X. Deng, N. Cinca, D. Garbiec, J. M. Torralba, A. Gracia-Junceda // Int. Journal of Refractory Metals & Hard Materials. 2020. № 86. P.105092.
- 138. Mostafaei, A. Effect of binder saturation and drying time on microstructure and resulting properties of sinter-HIP binder-jet 3D-printed WC-Co composites / A.

- Mostafaei, P. Rodriguez De Vecchis, K.A. Kimes, D. Elhassid, M. Chmielus // Additive Manufacturing. 2021. № 46. P. 102128.
- 139. Astacio, R. Fracture toughness of cemented carbides obtained by electrical resistance sintering / R. Astacio, J. M. Gallardo, J. Cintas, J. M. Montes, F. G. Guevas, L. Prakash, Y. Torres // Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials. 2019. № 80. P. 259-269.
- 140. Konyashin, I. Additive manufacturing of WC-13%Co by selective electron beam melting: Achievements and challenges / I. Konyashin, H. Hinners, B. Ries, A. Kirchner, B. Klode n, B. Kieback, R.W.N. Nilen, D. Sidorenko // Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials. 2004. № 84. P. 105028.
- 141. Zheng, Y.F. Indentation and scratch testing of a WC-6%wtCo cemented carbide: Corrosion effects on load-bearing capability and induced damage / Y.F. Zheng, G. Fargas, O. Lavigne, L. Llanes // Ceramics International. 2020. № 46. P. 17591–17598.
- 142. Tkalich, D. Wear of cemented tungsten carbide percussive drill—bit inserts: Laboratory and field study / D. Tkalich, A. Kane, A.Saai, V. A. Yastebov, M. Hokka, V.-T. Kuokkala, M. Bengtsson, A. From, C. Oelgardt, C. C. Li // Wear. 2017. № 386-387. P. 106-117.
- 143. Pat. US6024776A. Cermet having a binder with improved plasticity / H.-W. Heinrich, M. Wolf, D. Schmidt, U. Schleinkofer; publ. 2000.
- 144. Pat. WO 2011/058167. Cemented carbide and process for producing same / I.Konyashin, B.Ries, F.Lachmann; publ. 2011.
- 145. Pat. US5325747A. Method of machining using coated cutting tools / A. T, Santhaman, R.V. Godse, D.T. Quinto, K.E. Undercoffer, P.C. Jindal, R.A. Baillargeon, W.D. Ewald; publ. 1992.
- 146. Pat. US20160177426A1. Cemented carbide articles and applications thereof / P. B. Trivedi, P. Kumar; publ. 2016.
- 147. Пат. РФ 2687355. Способ получения твердых сплавов с округлыми зернами карбида вольфрама для породоразрушающего инструмента / Е. А.

- Левашов, И. Ю. Коняшин, А. А. Зайцев, Е. Н. Авдеенко, Е. И. Замулаева; опуб. 13.05.2019.
- 148. Стратегия развития ВБМ. Внутренняя версия. АО «Волгабурмаш», Самара. Санкт-Петербург, февраль, 2020. 198с.
- 149. Пат. РФ 2443507. Способ переработки отходов твёрдого сплава ВК8 электроэрозионным диспергированием / М.И. Дворник, Т.Б. Ершова ; опуб. 27.02.2012.
- 150. Malyshev, V.V. Resource-saving methods for recycling waste tungsten carbide-cobalt cermets and extraction of tungsten from tungsten / V.V. Malyshev, A.I. Gab // Theoretical Foundations of Chemical Engineering. 2007. № 41 (4). P. 436-441.
- 151. Колобов, Г.А. Новые технологии переработки отходов вольфрама и твёрдых сплавов / Г.А. Колобов, В.С. Панов // Запорожская государственная инженерная академия (Запорізька державна інженерна академія). Металлургия (Металургія). 2013. № 1. С. 65-73.
- 152. Малышев, В.В. Экологически безопасные и ресурсосберегающие способы переработки отходов твёрдых сплавов WC-Co и экстракции вольфрама из вольфрамовых концентратов (Ecologically sate and resource-saving methods of tungsten carbide-cobalt hard alloys waste processing extraction from tungsten concentrates) / В.В. Малышев, В.В. Соловьев, Т.Ф. Лукашенко // II Вестник КрНУ им. М. Остроградского. 2011. № 4(69). С. 155-159.
- 153. Самсонов, Г. В. Карбиды вольфрама / Г.В. Самсонов, В.К. Витрянюк, Ф.И. Чаплыгин. Киев: Наук.думка, 1974. 176 с.
- 154. Венецкий, С. И. Рассказы о металлах / С.И. Венецкий. М.: МИСИС; Руда и Металлы, 2005. 432 с.
- 155. Pat. 5580833 (US). High Performance Ceramic Composites Containing Tungsten Carbide Reinforced Chromium Carbide Matrix / C. T. Eu, A. K. Li, C. P. Lai, J. R. Duann; publ. 1994.
- 156. Свойства, получение и применение тугоплавких соединений: Справ. изд. / Под ред. Т. Я. Косолаповой. М.: Металлургия, 1986. 928с.

- 157. Тугоплавкие соединения: Справочник / Г. В. Самсонов, И.М. Виницкий. М.: Металлургия, 1976. 560 с.
- 158. Фомина, О.Н. Порошковая металлургия: Энциклопедия международных стандартов: справ. / О.Н. Фомина, С.Н.Суворова, Я.М.Турецкий. М.: ИПК Изд. стандартов, 1999. 312с.
- 159. Батаев, А.А. Физические методы контроля качества материалов: Учеб. Пособие / А.А. Батаев, В.А. Батаев, Л.И. Тушинский, С.А. Которов, Д.Е. Буторин, Д.А. Суханов, З.Б. Батаева, А.И. Смирнов, А.В. Плохов А. В; Под. ред. А.А. Батаева. Новосибирск: НГТУ, 2000. 342 с.
- 160. Stjernberg, K.G. Some relations between the structure and mechanical properties of WC-TiC–Co alloys / K.G. Stjernberg // Powder Metall. 1970. № 13(25). P. 1–12.
- 161. Богодухов, С.И. Материаловедение и технологические процессы машиностроительного производства: Лабораторный практикум / С.И. Богодухов, Е.В. Бондаренко, А.Д. Проскурин, В.А. Недыхалов, А.Г. Схиртладзе, Р.М. Сулейманов, В.И. Юршев, А.С. Килов, Е.В. Калмыков ; Под общей редакцией Заслуженного деятеля науки РФ, член-корреспондента Академии инженерных наук РФ, доктора технических наук, профессора, заведующего кафедрой материаловедения и технологии материалов Богодухова С.И. Оренбург: ГОУ ОГУ, 2004. 409с.
- 162. Olovsjo, S. Surface failure and wear of cemented carbide rock drill buttons—The importance of sample preparation and optimized microscopy settings / S. Olovsjo, J. Richard, F. Flor, B. Ulf, O. Mikael // Wear. 2013. № 302. P. 1546–1554.
- 163. Пат. РФ 2006132557/28. Способ контроля качества твердосплавных зубков для буровых долот / В.А. Волков, Р.М. Богомолов, Н.В. Филатов, А.Г. Ищук, М.В. Гавриленко, С.Н. Нассиф; опубл. 27.01.2008.
- 164. ГОСТ 2999-75 СТ СЭВ 470-77 Металлы и сплавы. Метод измерения твердости по Виккерсу. Москва: Издательство стандартов, 1987. 31 с.
- 165. Weidow, J. Binder phase grain size in WC-Co-Based cemented carbide / J. Weidow, H.-O. Andren // Scripta Materialia. 2010. № 63 (12). P. 1165-1168.

- 166. Warren, R. Indentation testing of a broad range of cemented carbides / R. Warren, H.J. Matzke // Proc 1st Int. Conf. on Science of Hard Materials, edited by Viswanadham, Rowcliffe and Gurland, Plenum Press, New York. 1981. P. 563-582.
- 167. Shetty, D.K. Indentation fracture toughness of WC-Co composites / D.K. Shetty, I.G. Wright, P.N. Mincer, A.H. Clauer // J. Mater. Sci. 1985. № 20. P. 1873-1882.
- 168. Almond, E.A. Extending the use of indentation tests / E.A. Almond, B. Roebuck // Int. Conf. on Science of Hard Materials, Jackson, Wyoming, USA, Plenum, New York. 1983. P. 597-614.
- 169. Almond, E.A. Some observations on indentation tests for hardmetals / E.A. Almond, B. Roebuck // Conf. on Recent Advances in Hardmetal Production, Loughborough, England. 1979. P. 31-51.
- 170. Hosokawa, H. Effects of the WC grain size on the surface roughness of WC–10%Co cemented carbide micro-die machined by FIB / H. Hosokawa, K. Shimojima, M. Mabuchi, M. Kawakami, S. Sano, O. Terada // Mater. Trans. 2002. № 43 (12). P. 3273–3275.
- 171. Чистяков, Ю.Д. Методы исследования структуры материалов: конспект лекций / Ю.Д. Чистяков, А.И. Пекарев. Москва: МИЭТ, 1971. 142 с.
- 172. Васильев, Е.К. Качественный рентгенофазовый анализ / Е.К. Васильев, М.М. Нахмансон. Новосибирск: Наука, 1986. 199 с.
- 173. O'Quigley, D.G.F. New results on the relationship between hardness and fracture toughness of WC–Co hardmetal / D.G.F. O'Quigley, S. Luyckx, M.N. James // Mater. Sci. Eng. 1996. № A 209(1) P. 228–230.
- 174. Захаров, Д.А. Влияние режимов смешивания порошков на структуру и физико-механические свойства твердого сплава ВК10С / Д.А. Захаров, А.В. Сальников // Вестник СамГТУ. 2013. №2. С. 79-83.
- 175. Александров, В.М. Материаловедение и технология конструкционных материалов // Учебное пособие. Часть 1. Материаловедение. Стандарт третьего поколения / В.М. Александров. Архангельск: Северный (Арктический) федеральный университет, 2015. 327 с.

- 176. Jonsson, H. Studis of the blinder phase in WC-Co cemented carbides heat-treated at 950°C / H. Jonsson // Planseeberichte für Pulvermetallurgie. 1975. № 23. P. 37-55.
- 177. Шарапова В.А. Композиционные материалы специального назначения: учебное пособие / В.А. Шарапова. Мин-во науки и высшего образования РФ. Екатеринбург: Изд-во Урал. ун-та, 2020. 147 с.
- 178. Konyashin, I. Near-nano WC–Co hardmetals: will they substitute conventional coarse-grained mining grades? / I. Konyashin, B. Ries, F. Lachmann // Int. J. Refract. Met. Hard Mater. 2010. № 28(4). P. 489–497.
- 179. Marshall, J.M. Near-nano structure in fine and coarse WC–Co hard metals with Cr and V carbide additions / J.M. Marshall, A. Kusoffsky // Int. J. Refract. Met. Hard Mater. 2013. № 40. P. 27–35.
- 180. Borgh, I. Effect of carbon activity and powder particle size on WC grain coarsening during / I. Borgh, P. Hedström, A. Borgenstam, J. Ågren, J. Odqvist // Int. J. Refract Met. Hard Mater. 2014. № 42. P. 30-35.
- 181. Konyashin, I. Gradient WC-Co hardmetals: theory and practice / I. Konyashin, B. Ries, AT. Fry // Int J Refact Met Hard Mater. 2013. № 36. P. 10-21.
- 182. Zak Fang, Z. Synthesis, sintering, and mechanical properties of nanocrystalline cemented tungsten carbide A review / Z. Zak Fang, X. Wang, T. Ryu, K. S. Hwang, H.Y. Sohn // Int. Journal of Refractory Metals & Hard Materials. 2009. № 27. P. 288–299.
- 183. Raihanuzzaman, R.M. Powder refinement, consolidation and mechanical properties of cemented carbides—an overview / R.M. Raihanuzzaman, Z. Xie, S.J. Hong, R. Ghomashchi // Powder Technol. 2014. № 261. P. 1–13.
- 184. Sommer, M. On the formation of very large WC crystals during sintering of submicron WC–Co alloys / M. Sommer, W.-D. Schubert, E. Zobetz, P.Warbichler // Int. J. Refract. Met. Hard Mater. 2002. № 20(1). P. 41–50.

ПРИЛОЖЕНИЕ А Акт о внедрении результатов диссертационной работы

«УТВЕРЖДАЮ»

Внешний управляющий АО «Волгабурмаш» Драгомир С.И. 2022г.

AKT

Внедрения результатов диссертационной работы Жадяева А.А.

Настоящий акт составлен в том, что результаты разработки и исследований, включенные в диссертацию Жадяева Александра Александровича «Повышение трещиностойкости твердых сплавов в производстве буровых шарошечных долот» на соискание ученой степени кандидата технических наук, были использованы и внедрены в производстве твердых сплавов АО «Волгабурмаш» для изготовления твердосплавного вооружения буровых долот, а именно:

- Внедрен в рецептуру сплава ВК15С (15% Со масс.) легирующий элемент карбид хрома Сг₃С₂ марки КХНП2 ТУ 14-22-28-90, внесено соответствующее изменение в Технологический процесс №02365.00003 «Изготовление твердосплавной смеси ВК6С и др.» и Технологическую инструкцию №25265.00036 «Дозирование весовое, обработка порошков измельчением в аттриторах», с целью улучшения однородности микроструктуры сплава. В том числе произведено изменение норм расхода основных материалов для металлургического производства твердосплавных изделий.
- 2) В целях нормализации микроструктуры сплава ВК5С (5% Со масс.) и избавления от пористости типа В1-В2 (содержание углерода 0.08 0.2% масс. ГОСТ 9391-80 «Сплавы твердые спеченные. Методы определения пористости и микроструктуры») была проведена работа по переходу изготовления изделий из смеси ВК6С (6% Со масс.). Сплав ВК6С внесен в стандарт предприятия СТП ВБМ 582-17 «Твердосплавные изделия. Технические требования» и Технологическую инструкцию №25265.00036 «Дозирование весовое, обработка порошков измельчением в аттриторах». В том числе произведено изменение норм расхода основных материалов для металлургического производства твердосплавных изделий.
- Разработаны новые пресс-формы и внесены изменения по параметру «плотность прессования» в Технологическую инструкцию №25265.00035 «Прессование твердосплавных изделий» с целью уменьшения диаметра спекаемой заготовки изделия. Внедрение позволило;
- снизить нормы расхода дорогостоящих материалов порошков карбида вольфрама и кобальта на 2-3%;
 - повысить ресурс шлифовальных кругов станков на 25%;
 - снизить трудоемкость изготовления продукции.
- 4) Разработаны мероприятия по контролю изготовления порошка и корректировке условий спекания, позволяющие устранить в спеченных серийных изделиях критические дефекты «η-фазы» и «свободного углерода». Подобран режим и состав нормализующих составов для исправления «η-фазы» и «свободного углерода». Данное мероприятие включено в Технологическую инструкцию №25265.00034 «Спекание твердосплавных изделий».

- 5) Установлены параметры для изготовления гидромониторных насадок, без прессования опытных образцов, за счет настройки оборудования по предложенной рабочей таблице прессования. Данное мероприятие позволило сократить длительность производственного процесса на данное изделие с получением требуемых физикомеханических свойств и микроструктуры. Параметры внесены в Технологическую инструкцию №25265.00035 «Прессование твердосплавных изделий», Приложение Г, «рабочая карта наладки прессования твердосплавных гидромониторных насадок».
- Проведена работа и составлен акт по исследованию возможности применения покупных твердосплавных смесей в качестве основных материалов для производства твердосплавных изделий в металлургическом цехе №05.
- Разработаны технологические требования № ТС22611281 по входному контролю и оценке качества покупных твердосплавных зубков.
- Разработаны и внедрены данные по трещиностойкости твердосплавных изделий в качестве альтернативных арбитражных данных для прогнозирования полученных свойств изделий, а также для принятия решений о пропуске в дальнейшее производство серийной продукции с отклонениями по микроструктуре или физико-механическим свойствам.

Директор по качеству
Панин С.В.

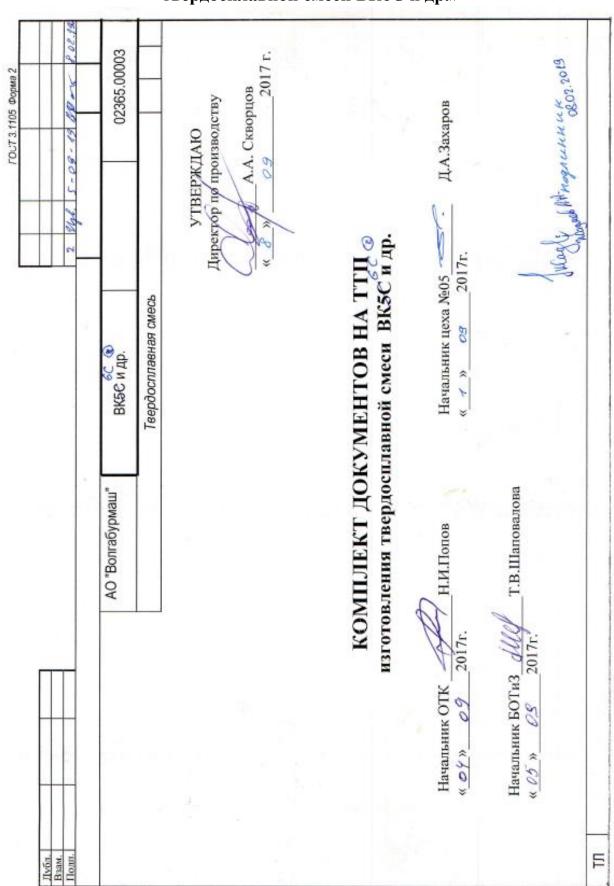
Главный металлург
Главный конструктор
Подкатов А.В.

Гринев А.М.

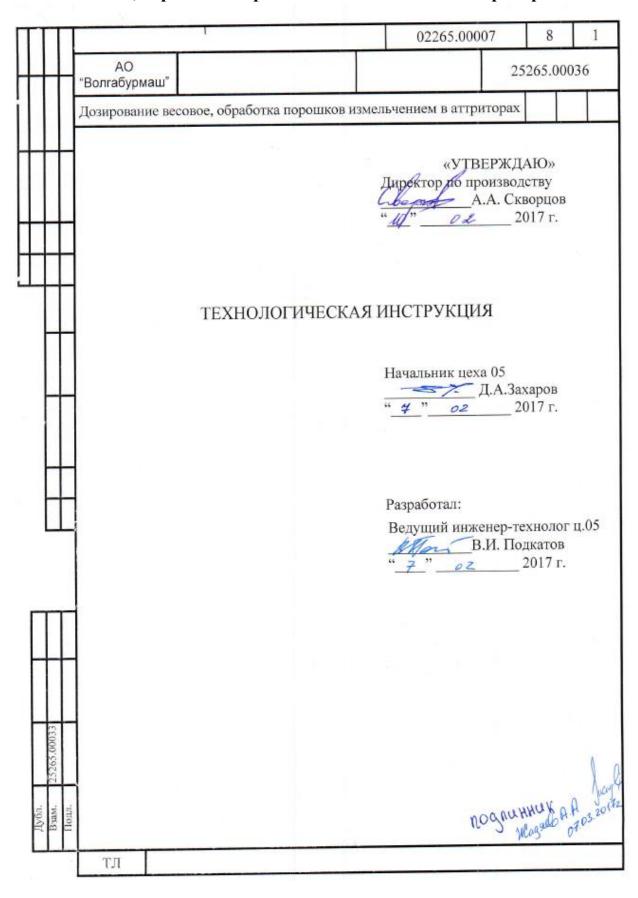
Начальник технического отдела

— главный технолог
Поляков А.В.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б Типовой технологический 02365.00003 «Изготовление твердосплавной смеси ВК6С и др.»



ПРИЛОЖЕНИЕ В Технологическая инструкция 25265.000365 «Дозирование весовое, обработка порошков измельчением в аттриторах»



ПРИЛОЖЕНИЕ Г Технологическая инструкция 25265.00035 «Прессование твердосплавных изделий»

				ОСТ3.1105 Форма 1
			02365.00002	1
HH	АО "Волгабурмаш"			25265.00035
1111	Прессо	вание твердосплавных	изделий	
	T	ЕХНОЛОГИЧЕСКА	« <u>07</u> » 0	2000 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0
			Началь	ник цеха №05
				Захаров Д.А.
H			« <u>20</u> » <u>01</u>	202 <u>2</u> r.
				Разработал:
			Ведущий инже	
				Жадяев А.А.
			«20» 01	
Дуби Взам Педит			Opunac	1 Julight
	ТЛ			

ПРИЛОЖЕНИЕ Д Технологическая инструкция 25265.00034 «Спекание твердосплавных изделий»

	ГОСТЗ.1105 Форма
	02365.00002
АО "Волгабурмаш"	25265.00034
Спекание твердоспла	вных изделий
	«УТВЕРЖДАЮ» Директор по производству ———————————————————————————————————
ТЕХНОЛОГИЧЕ	ЕСКАЯ ИНСТРУКЦИЯ
	Начальник цеха №05 Захаров Д.А. « 26 » 01 202 2 г.
	Разработал: Ведущий инженер-технолог
Braw 25265 00032	Opanucd Jungli 01.02.2022.2

ПРИЛОЖЕНИЕ Е Технологические требования № TC22611281 по входному контролю и оценке качества покупных твердосплавных зубков

Приложение №4 Договор № ТС22611281(3) от 01.07.16 Дополнительные технические требования для сплава ТС С13 1. Данные требования дополняют требования ТУ 1.18 сплава TC C13. 2. Макроструктура: 2.1 Не допускаются посторонние включения, избыток свободного углерода и η- фазы (двойного карбида вольфрама и кобальта) 2.2 Поверхность изделия должна быть без трещин, вспучиваний и расслоя. 3. Микроструктура: 4. Остальные технические требования согласно ТУ Начальник ОМТС Генеральный директор АО «Волгабурмаш» АО «Твердосплав» Росинский А.Г. Векшин М.А. 2021г. «09»/февраль 2021г.