

Er. 6.7  
417

TALLINNA POLÜTEHNILISE  
INSTITUUDI TOIMETISED

ТРУДЫ ТАЛЛИНСКОГО  
ПОЛИТЕХНИЧЕСКОГО ИНСТИТУТА

№ 417

ПОРОШКОВАЯ МЕТАЛЛУРГИЯ

Сборник статей

II

ТАЛЛИН 1977





Ep. 6. /

TALLINNA POLÜTEHNILISE INSTITUUDI TOIMETISED  
ТРУДЫ ТАЛЛИНСКОГО ПОЛИТЕХНИЧЕСКОГО ИНСТИТУТА

№ 417

1977

УДК 621-762

ПОРОШКОВАЯ МЕТАЛЛУРГИЯ

Сборник статей

II

Т а л л и н 1 9 7 7





Д.С.Аренсбургер, Я.П.Кюбарсепи

### УСЛОВИЯ РАЗМОЛА ПОРОШКОВЫХ СМЕСЕЙ СТАЛЬ- КАРБИД ТИТАНА

Керметы состава сталь - карбид титана, получившие в зарубежной литературе название "Ferro-TiC" [1] нашли применение благодаря свойствам, которые ставят их в промежуточное положение между твердыми сплавами и инструментальными сталями.

При содержании в кермете 30-40% масс. карбида титана и 60-70% масс. стальной связки удается получить материал, который обладает в отожженном состоянии твердостью 30-40 HRC и допускает применение всех видов обработки резанием, что позволяет изготовить из него изделия со сложным профилем. После закалки, кермет приобретает твердость 70-75 HRC и его можно использовать в условиях, близких к тем, когда применяются стандартные твердые сплавы (обработка резанием, износостойкие детали и т.п.) [2].

Подбором соответствующей стальной связки можно добиться в кермете сталь - карбид титана некоторых специальных свойств: коррозионной стойкости, окалино- и термостойкости и некоторых других.

Технология изготовления кермета сталь - карбид титана в качестве первой операции включает размол исходных компонентов, производимый обычно в шаровых мельницах. Несмотря на наличие многочисленных публикаций и патентных источников с описанием технологии и свойств кермета сталь - карбид титана, в них почти полностью отсутствуют сведения об условиях измельчения исходных порошков. Это можно объяснить тем обстоятельством, что обилие жидкой фазы, возникающей при спекании керметов, в отличие от твердых сплавов, вызывает сильный рост карбидных частиц, которые после

спекания, как правило, получают округленную форму.

В технологии твердых сплавов, в том числе и изготовленных на базе карбида титана, стремятся получить при размолу минимальный размер карбидного зерна. При величине карбидных зерен 0,5–1 мкм во время размолу происходит их обволакивание металлической связкой и при правильно проведенном спекании зерна почти не растут, сохраняя размер, полученный при размолу. Например, в исследовании интенсивности размолу твердосплавных смесей TiC-Ni-Mo [3], состоящих из 80 TiC и 20 Ni, установлено, что оптимальными условиями размолу является продолжительность 96 часов и соотношение шары:смесь, равное 10:1.

Попытка использовать такие режимы при размолу смесей сталь - карбид титана, содержащих 30–40% карбида, привела к тому, что прессовки из полученной смеси не спекались вовсе при любых разумных режимах вакуумного спекания.

Исходя из этого в настоящей работе предпринята попытка систематического изучения условий размолу смесей сталь - карбид титана и свойств получаемых из них образцов.

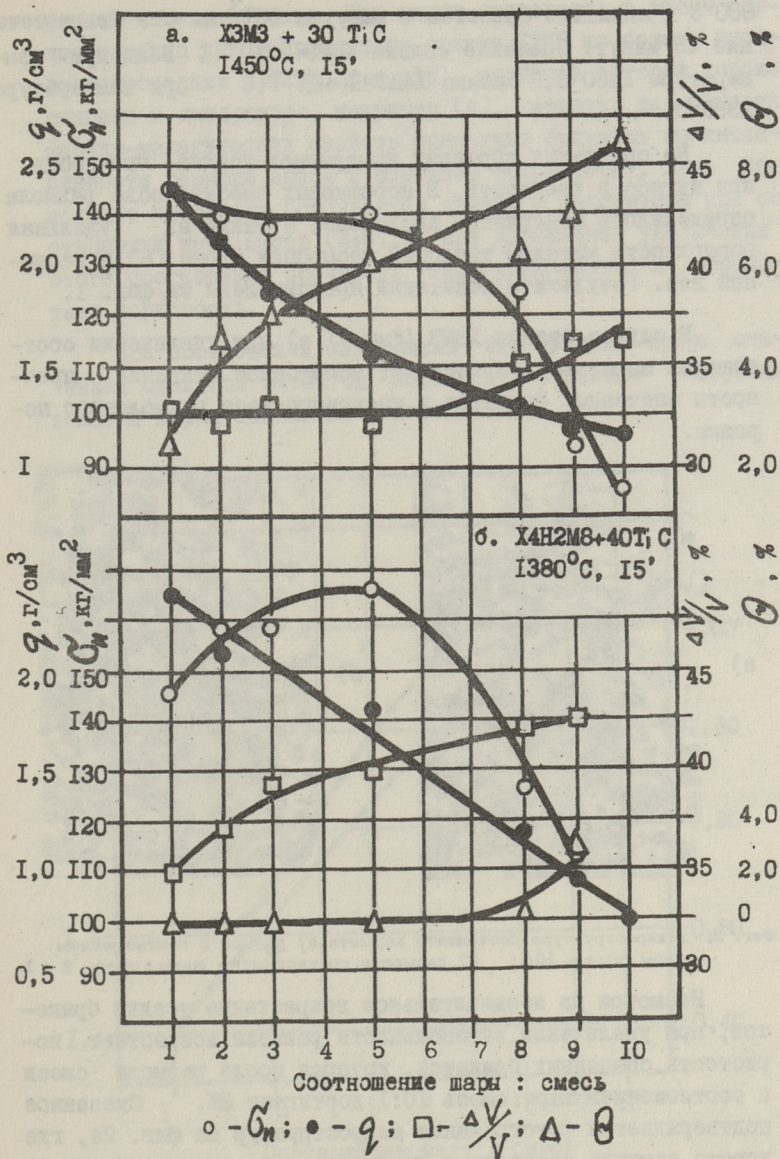
Исследование проводилось на двух группах порошковых смесей: I сталь ХЗМЗ 70% масс., карбид титана 30% масс., II сталь ХАН2МВ, 60% масс., карбид титана 40% масс.

Стальная связка приготавливалась спеканием порошковых компонентов.

В работе применялся железный порошок ПЖК ГОСТ 9849-61 Броварского, ЗПМ, хромовый порошок ПХС, карбонильный Ni (восстановленный) ТУ ВМ4-240-54. Карбид титана, использованный в работе, имел 19,65 общего и 0,95% свободного углерода. Дополнительного введения графита в связку сверх количества, содержащегося в карбиде титана, не производилось. Таким образом, в первом из названных сплавов связка содержала 0,53%, а во втором 0,74% углерода.

Размолу смесей производился в шаровой мельнице с футеровкой и шарами из ВК6 в спирте в течение 48 часов. Соотношение шары:смесь было установлено следующим: 1:1, 2:1, 3:1, 5:1, 7,5:1, 8:1, 9:1, 10:1. После сушки и пластификации смеси каучуком из нее прессовались брикеты 60х6х6мм, затем производилось выжигание пластификатора в водороде при



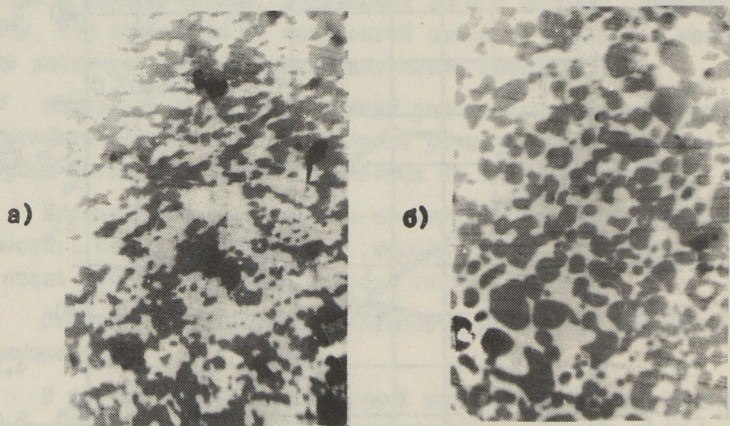


Фиг. 1. Зависимость прочности при изгибе  $\sigma_u$ , насыпного веса  $\rho$ , пористости  $\theta$ , усадки  $\Delta V/V$  кермета от интенсивности.

600°C и спекание брикетов в вакууме  $10^{-3}$  мм рт. ст. в течение 45 минут. Спекание сплава ХЗМЗ+30% TiC вели при температуре 1450°C, сплава Х4Н2М8+40% TiC - при температуре 1390°C.

На спеченных образцах измерялась усадка, прочность при изгибе и твердость. В порошковых смесях после размола определялось содержание кислорода, а также их удельная поверхность методом тепловой десорбции азота [6] и насыпной вес. Результаты испытаний представлены на фиг. 1.

В случае связки ХЗМЗ (фиг. 1 а) при увеличении соотношения шары:смесь происходит монотонное снижение прочности спеченных брикетов и насыпного веса размолотого порошка.



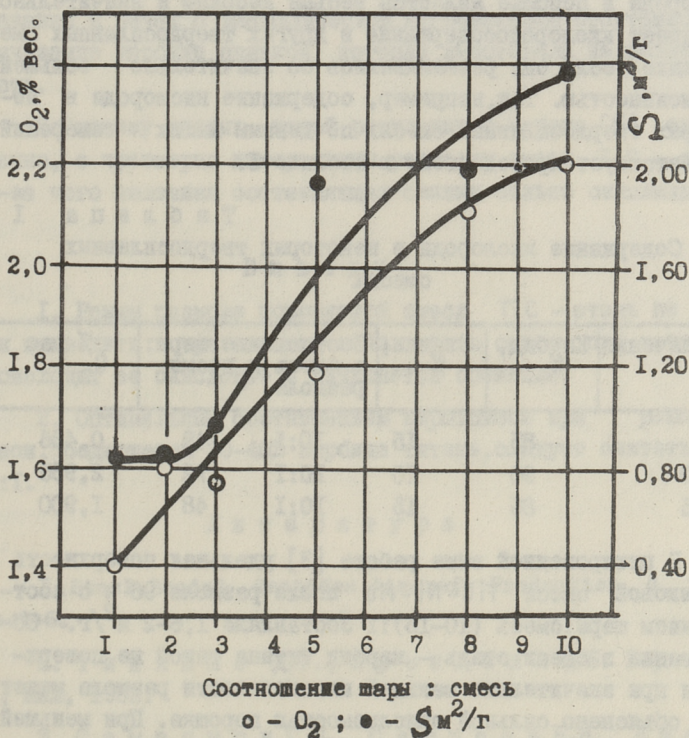
Фиг. 2. Микроструктура спеченного кермета а) размол с соотношением шары:смесь 10:1; б) размол с соотношением шары:смесь 3:1.

Несмотря на незначительное возрастание усадки брикетов, при увеличении интенсивности размола возрастает пористость спеченных брикетов, которая после размола смеси с соотношением шары:смесь 10:1 достигает 8%. Сказанное подтверждается фотографиями микроструктур на фиг. 2а, где хорошо заметна остаточная пористость образца, особенно в его средней части. По периферии образца можно заметить образование корки расплавленной связки. На фиг. 2б показана микроструктура того же сплава после размола смеси с уме-



ренной интенсивностью. Как видно пористость в этом случае заметно ниже. При замене связки ХЗМЗ на более высоколегированную Х4Н2М8 (фиг. 1б), свойства которой хорошо описаны в литературе, например [4], характер зависимости физико-механических свойств спеченных брикетов от интенсивности размола смеси в основном сохраняется. Лишь изменение прочности описывается кривой с максимумом при соотношении шары:смесь (4+5):1, при дальнейшем увеличении этого соотношения прочность также уменьшается и возрастает пористость.

При соотношении шары:смесь 9:1 средняя часть спеченных брикетов остается пористой и в изломе образца заметна корка связки на поверхности.



Фиг. 3. Зависимость содержания кислорода в порошке и его удельной поверхности от интенсивности размола.

Брикеты из смесей, размолотых с соотношением шары: смесь 10:1, вообще не спекаются, при этом происходит выпотевание связки на поверхность брикета и его сердцевина после спекания имеет черный цвет и практически нулевую прочность. Спекание этих брикетов не происходит и при более высоких температурах вплоть до 1550°C. Ухудшение спекаемости брикетов при увеличении интенсивности размола смесей может быть связано с легкой окисляемостью железной составляющей связки при размоле и хранении смеси.

Если сравнить (фиг. 3) удельную поверхность порошков после размола с содержанием кислорода в них, то видно, что одновременно с увеличением поверхности происходит весьма сильное окисление порошка. Указанное на фиг. 3 содержание кислорода в порошке является весьма высоким и значительно превышает кислородосодержание в других твердосплавных смесях, даже если они размалывались со значительно большей интенсивностью. Так, например, содержание кислорода в некоторых твердосплавных смесях по данным наших измерений соответствует приведенному в таблице I.

Т а б л и ц а    I  
Содержание кислорода в некоторых твердосплавных смесях

Обозначение	Карбид, %	Связка, %	Соотношение шары: : смесь и время размола, ч		% вес O <sub>2</sub>
ВК15	85	15	10:1    48		0,436
КТН10	90	10	10:1    72		2,935
КХН15	85	15	10:1    48		1,900

В цитированной выше работе [3] удельная поверхность порошковой смеси TiC-Ni-Mo после размола 96 ч с соотношением шары: смесь (10-15):1 составляла 1,6-2 м<sup>2</sup>/г. Образование в смеси сталь - карбид титана такой же поверхности при значительно меньшей интенсивности размола может быть объяснено сильной окисляемостью порошка. При меньшей плотности окислов железа, они имеют больший объем и, следовательно, поверхность.



Таким образом, в отличие от размола смесей, компоненты которых мало окисляются на воздухе по сравнению с железом (никель, кобальт, хром), в случае размола смесей сталь - карбид титана необходимо соблюдение некоторого оптимума интенсивности размола, выше которого снижаются механические свойства спеченных брикетов и даже может совсем отсутствовать их спекаемость.

Последний случай отмечен в работе [5], авторы которой хотя и не сообщают о параметрах размола смесей TiC-сталь в шаровой мельнице, но отмечают, что успешное спекание прес-сопок, содержащих 67% вес. карбида титана, возможно лишь в вакуумных печах с графитовыми нагревателями, где спекание облегчается образованием окиси углерода, оказывающей восстановительное действие на стальную связку. При вакуумном спекании в печах с металлическим нагревателем отсутствовало смачивание карбида связкой, которая выпотевала на поверхность.

По нашему мнению, такой результат в работе [5] связан, именно, с чрезмерно интенсивным размолом смеси TiC - сталь, из-за чего железная составляющая связки сильно окислилась.

### В ы в о д ы

1. Режим размола порошковой смеси TiC - сталь не должен приводить к чрезмерному измельчению смеси, при котором происходит ее окисление и ухудшается спекание.

2. Оптимальным соотношением шары:смесь при размоле смеси, содержащей 30-40% карбида титана, следует считать (3-5):1.

### Л и т е р а т у р а

1. Steel-Bonded Carbides Aircraft Production, 4, 1961, 144-146.

2. Тинкпло Д.Р., Крендалл Ц.Б. Керметы. М., ИИЛ, 1962.

3. Самсонов Г.В., Сергеев Н.Н., Дзодзиев Г.Б., Витрянюк В.К., Латыева Л.В. Металлокерамические твердые сплавы на основе карбида титана. "Порошковая металлургия", № 9, 1971, с. 42-45.

4. Кириков С.С., Нарва В.К. Получение и свойства материалов TiC-сталь. Сборник трудов IV международной конференции по порошковой металлургии. ЧССР, 1971, с. 39-53.

5. Ковальченко М.С., Середан Н.Н. Магнитометрическое определение цементита в спеченных композициях TiC-Fe и TiC-сталь. № 9, 1967, с. 42-45.

6. Паничкина В.В., Уварова И.В. Методы контроля дисперсности и удельной поверхности металлических порошков. Киев, "Наукова Думка", 1973, с. 60-73.

D. Arensburger, J. Kübarsepp

Grinding Conditions of Steel Bonded Titanium  
Carbide Powder Compositions

Summary

The influence of the grinding rate of a steel bonded titanium carbide powder compositions on the physico-mechanical properties of sintered cermets has been investigated. The necessity of keeping an optimal weight ratio of grinding balls and composition has been ascertained. An excessive grinding intensity will cause deterioration in the strength of cermets and their sinterability may be lost. A light oxidizing tendency of the steel bond will be the reason of the above-mentioned phenomenon.



УДК 621.762

Л.Э.Вальдма, В.А.Кудрявцев

ВОПРОСЫ ТЕРМОСТОЙКОСТИ КАРБИДО-ТИТАНОВЫХ  
СПЕЧЕННЫХ ТВЕРДЫХ СПЛАВОВ

Одной из важнейших характеристик, используемых для обоснования работоспособности материалов в различного рода высокотемпературных конструкциях, является термостойкость. Она определяет способность тела выдерживать без разрушения термические напряжения, возникающие при неравномерном нагреве или охлаждении вследствие несвободного расширения отдельных зон тела.

Несмотря на довольно значительное число работ о различных аспектах разрушения термически нагруженных тел, многие вопросы разрешены далеко не полностью. В частности, отсутствие установившихся стандартизированных методов испытаний и критериев, затрудняет сравнительную оценку термopочности материалов и расчет несущей способности конструкций по данным испытаний на термopочность образцов простой формы [1]. Учитывая это, в данной статье дан краткий обзор методик испытаний, критериев термopочности и на примере спеченного твердого сплава на основе карбида титана с никель-кобальт-хромовой связкой выявлено влияние технологических факторов при изготовлении на термopочность сплава.

Количественная оценка термopочности, также как оценка прочности при силовом нагружении, требует определения сначала напряженного и деформированного состояния, а затем установления степени опасности этого состояния для несущей способности тела.

В случае оценки термостойкости конструктивных элементов выбор метода испытания и формы образца, по которым мож-

но определенно судить о несущей способности конструкции, становится решающим. К сожалению, методы оценки термостойкости по сравнению с простыми методами при силовом нагружении недостаточно унифицированы, хотя попытки их систематизации и классификации неоднократно предпринимались [2-4].

Сложившиеся методы испытаний термостойкости можно разделить на три основные группы:

1. Качественные методы, позволяющие проводить сравнительную оценку термостойкости материалов при однократном или циклическом тепловом воздействии без оценки возникающих при испытании напряжений.

2. Методы натуральных испытаний, проводимые либо в эксплуатационных условиях, либо на реальных объектах с имитацией рабочих условий. Результаты сложных и дорогостоящих натуральных испытаний служат показателем работоспособности только данной конструкции, и едва ли могут быть распространены на другие условия работы или иные конструктивные формы изделий.

3. Количественные методы с определением температурных полей и напряжений преимущественно на образцах простой формы и небольших размеров.

Существующие критерии оценки сопротивляемости материала термическим напряжениям можно разделить на три основные группы: критерии максимальных напряжений, энергетические критерии и статистические критерии.

К первой группе относятся критерии [2], в соответствии с которыми разрушение тела наступает тогда, когда термические напряжения достигают предела прочности. Ко второй группе следует отнести критерии термостойкости [5], основанные на энергетических представлениях о процессе разрушения, впервые использованных для оценки прочности тел при силовом нагружении Гриффитсом. Третья группа рассматривает термостойкость материалов со статистических позиций, согласно которым разрушение дефектных материалов наступает в момент наибольшего риска, определяемого как величиной нагруженного объема тела, так и характером распределения в нем растягивающих напряжений.



Можно выделить два основных подхода к оценке термостойкости [1]. Первый в принципе направлен на совершенствование материалов. Используемые для этого критерии позволяют сравнить термостойкость различных материалов, оценить влияние и роль различных входящих в эти критерии физико-механических характеристик. Второй подход связан с оценкой термостойкости образца, детали, изделия из определенного материала. Здесь главенствующим является определение предельного состояния тела при определенных условиях теплового воздействия.

При разработке материалов, перспективных для работы в нестационарном тепловом режиме, при резких теплосменах, например: материалы распылителей жидкого топлива, более удобным для исследования является первый подход для оценки термостойкости.

Термостойкость при нестационарном тепловом режиме, или термостойкость, так же как и прочность при силовом нагружении не представляет из себя константу, а является сложной характеристикой, зависящей, по крайней мере, от трех групп факторов:

- природы материала (ее структуры, состава и т.п.);
- размера и формы испытуемого тела;
- условий внешнего воздействия (температуры, нагрузки, среды).

Для исследования влияния технологических факторов на термостойкость спеченного сплава на основе карбида титана влияние второй и третьей групп факторов было устранено.

Испытуемые образцы были одинаковой формы и имели размеры 5x5x20 мм. Все образцы одновременно нагревались в муфельной печи до определенной температуры и охлаждались в воде при 20°C. Определялся перепад температур, при котором на образцах появлялись трещины.

Ввиду большого количества факторов, влияющих на формирование структуры и для возможности их одновременного варьирования применялось математическое планирование эксперимента. Была реализована дважды 1/16 реплика полного факторного эксперимента при числе переменных, равном 7.

Исследуемые факторы, их интервалы варьирования, матрица планирования и параметр оптимизации приведены в табл. I.

После математической обработки результатов получено регрессионное уравнение, описывающее адекватно связь между исследуемыми факторами и максимальным перепадом температур, вызывающим трещины на образце, в котором представлены только значимые факторы.

$$\Delta T_{\max} = 478 + 12,5X_1 + 28,0X_2 + 28,0X_4 - 22,0X_6 \quad (\text{град}). \quad (I)$$

Из уравнения (I) видно, что длительный размол  $X_1$ , большое количество связки  $X_2$  и высокотемпературное спекание  $X_4$  повышают термостойкость, а медленное охлаждение  $X_6$  снижает ее. Уравнение указывает на то, что варьированием технологических факторов можно изменять термостойкость сплава в довольно широких пределах.

Рассматривая наиболее распространенный критерий максимальных напряжений

$$R_1 = \frac{\sigma_B(1-\mu)}{\alpha_t \cdot E} \quad (2)$$

и энергетический критерий

$$R_2 = \frac{E}{\sigma_B^2(1-\mu)}, \quad (3)$$

видно, что для спеченного твердого сплава на основе карбида титана коэффициент Пуассона  $\mu$  будет иметь малую величину и технологические факторы будут влиять на нее еще незначительней. Условно можно принять  $(1-\mu) = \text{const}$ . На величину коэффициента термического расширения  $\alpha_t$  значимо может влиять только количество связки в сплаве, поэтому для сплавов с одинаковым количеством связки условно можно принять  $\alpha_t = \text{const}$ .

Учитывая перечисленные допущения, формулы (2) и (3) примут вид:

$$R_1 = A \cdot \frac{\sigma_B}{E} \quad (4)$$

$$R_2 = B \cdot \left( \frac{\sigma_B^2}{E} \right)^{-1}, \quad (5)$$

где  $A$  и  $B$  - константы.



Таблица I

Матрица планирования эксперимента

Факторы	Время равновесия, ч	Количество во связки, %	Содержание графита в засыпке, %	Температура спекания, °С		Скорость нагрева, °/мин	Скорость охлаждения, °/мин	Время изотермической выдержки	Максимальный температурный перепад, °С	Прочность при изгибе, $\sigma_{\text{и}}$ кгс/мм <sup>2</sup>	Модуль упругости, E кгс/мм <sup>2</sup>
				30% связки	40% связки						
Интервал варьирования	48	10	2	100	100	50	50	40			
Нижний уровень (-)	72	30	1	1350	1300	10	10	10			
Основной уровень (0)	96	35	2	1400	1350	35	35	30			
Верхний уровень (+)	120	40	3	1450	1400	60	60	50			
# серии	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	X <sub>3</sub>	X <sub>4</sub>	X <sub>5</sub>	X <sub>6</sub>	X <sub>7</sub>				
I	-	-	-	-	-	-	-	450	130,7	50200	
2	+	-	+	-	+	-	+	500	115,0	52400	
3	-	+	+	-	-	+	+	450	149,8	56300	
4	+	+	-	-	+	+	-	450	175,3	30900	
5	-	-	-	+	+	+	-	450	102,0	64100	
6	+	-	+	+	-	+	+	450	123,1	60800	
7	-	+	+	+	+	-	-	550	157,2	36000	
8	+	+	-	+	-	-	+	650	141,5	30400	
9	0	0	0	0	0	0	0	450	147,5	67200	
10	0	0	0	0	0	0	0	500	143,0	52000	
II	+	+	+	+	+	+	+	500	150,2	38100	
I2	-	+	-	+	-	+	-	500	152,1	63600	
I3	+	-	-	+	+	-	-	500	133,5	38900	
I4	-	-	+	+	-	-	+	450	97,2	59000	
I5	+	+	+	-	-	-	+	500	170,8	46800	
I6	-	+	-	-	+	-	-	450	151,6	70300	
I7	+	-	-	-	-	+	+	400	115,5	56400	
I8	-	-	+	-	+	+	-	400	125,5	59800	

Учитывая, что между  $\sigma_B$  и  $\sigma_u$  существует соотношение  $\sigma_B = c \cdot \sigma_u$ , где  $c$  - коэффициент пропорциональности, была проверена теснота линейной связи между перепадом температуры, вызывающим трещины на образце и критериями термостойкости  $R_1$  и  $R_2$ .

Коэффициенты парной корреляции между  $\Delta T_{\max}$  и  $R_1; R_2$  представлены в табл. 2.

Т а б л и ц а 2

Коэффициенты парной корреляции

	$\Delta T_{\max}$	$R_1$	$R_2$
$\Delta T_{\max}$	I	$\frac{0,48}{0,74}$	$\frac{-0,25}{-0,37}$
$R_1$	$\frac{0,48}{0,74}$	I	
$R_2$	$\frac{-0,25}{-0,37}$		I

Примечание: данные в числителе относятся к сплаву с 30% связки, данные в знаменателе - к сплаву с 40% связки.

Анализируя коэффициенты корреляции между максимальным температурным перепадом, вызывающим трещины на образцах, и критериями термостойкости, видно, что для спеченного твердого сплава на основе карбида титана оценка термостойкости по критериям максимальных напряжений более справедлива (коэффициенты корреляции имеют большую величину), чем по энергетическим критериям.

### В ы в о д ы

1. В исследованных пределах варьирования технологических факторов сплав с большим содержанием связки, т.е. 40% обладает большей термостойкостью, чем сплав с 30% связки.

2. При постоянном количестве связки варьированием технологических параметров при изготовлении сплава, максимальный температурный перепад можно увеличить с 400 до 550° С.



3. Термостойкость карбидтитанового спеченного твердого сплава можно оценивать по критериям максимальных напряжений, в которых основную роль играет отношение предела прочности на растяжение к модулю упругости.

### Л и т е р а т у р а

1. Андриевский Р.А., Ланин А.Г., Рымашевский Г.А. Прочность тугоплавких соединений. М., "Металлургия", 1974, 232 с.

2. Кинджери В.Д. Измерение при высоких температурах. Перев. с англ. М., "Металлургия", 1963, 465 с.

3. Тихонов Н.И., Данилов Ю.И., Янченко В.И. "Заводская лаборатория", 1963, т.29, 735 с.

4. Ланин А.Г., Федоров В.Б., Егоров В.С. ТВТ, 1966, т.4, 865 с.

5. Naszelsman, D. Journal of the American Ceramic Society, 1963, v. 46, p. 229, p. 535.

L. Valdma, V. Kudrjavev

### Über Wärmebeständigkeit der Titan-Sinterhartmetalle

#### Zusammenfassung

Im vorliegenden Beitrag wird ein kurzes Überblick der Versuchsmethodik, des Kriteriums der Wärmebeständigkeit dargestellt und an dem Beispiel des Einflusses der Herstellungsfaktoren des Titankarbid-Sinterhartmetalls mit Ni-Co-Cr Bindemetall auf Wärmebeständigkeit aufgeklärt. Es ist festgestellt, daß die optimierte Auswahl der Herstellungsfaktoren bei stabiler Bindemittelmenge die Wärmebeständigkeit erhöhen kann.





УДК 621.762

Ю.Ю.Пирсо, Л.Э.Вальдма

ВЛИЯНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ФАКТОРОВ И СОСТАВА  
НА СВОЙСТВА КАРБИДОХРОМОВЫХ СПЕЧЕННЫХ  
ТВЕРДЫХ СПЛАВОВ

Карбидохромовые спеченные твердые сплавы с никелевой связкой считаются перспективными материалами для работы в агрессивных и абразивных средах [1...3]. Существенным недостатком этих сплавов, препятствующим их широкому применению, является относительно низкая прочность и высокая хрупкость. Поэтому изучение возможностей повышения прочности и пластичности карбидохромовых сплавов представляет большой интерес.

Известно, что свойства стандартных спеченных твердых сплавов сильно зависят от состава и технологии изготовления сплава [4, 5]. Поэтому на основе литературных сведений и предварительных опытов были выбраны для исследования 7 факторов, которые влияют или могут повлиять на свойства карбидохромовых спеченных сплавов. Целью исследования являлось определение как и сколько изменение одного или другого фактора оказывает влияние на различные свойства сплава, чтобы на основе их выбрать режимы, которые позволяют получить лучшие эксплуатационные свойства. Так как карбидохромовый спеченный сплав в первую очередь является конструкционным материалом, то исследовали не отдельные свойства, обычно приводимые в литературе, а комплексные свойства сплава. Такие задачи обычно решают методом математического планирования эксперимента [6,7]. Матрица планирования, исследуемые факторы и их интервалы варьирования и свойства приведены в табл. I.

Чтобы сократить объем экспериментальных работ, сначала сделана дробная реплика факторного плана типа  $2^{7-4}$

(партии № I...8) с двумя контрольными точками в центре факторного пространства для проверки адекватности линейной модели (партии № 9...10). Для уточнения математической модели дополнительно была проведена серия опытов по тому же плану с обратными знаками (партии № II...18). Такой прием позволяет исключить возможные влияния взаимодействий и тем повысить точность модели.

При изготовлении, испытании и исследовании образцов использовались известные методики. Каждое свойство определяли по среднему значению 3 - 20 измерений в каждой партии (табл. I).

Экспериментальные данные обрабатывали на ЭВМ "Минск-22". При этом определялись все статистические параметры, проверялись однородность дисперсии, нормального закона распределения результатов, адекватность модели, значимость коэффициентов регрессии и т.д. Коэффициенты регрессии линейного уравнения вида  $y = b_0 X_0 + b_1 X_1 + \dots + b_7 X_7$  характеризующие зависимости между свойствами и технологическими факторами приведены в табл. 2. Там же указана дисперсия воспроизводимости  $S_y$ , дисперсия коэффициентов регрессии  $S_{b_i}$  и критическое значение коэффициента регрессии, начиная с которого он является значимым при 95% вероятности ( $b_{кр}$ ).

Согласно регрессионному уравнению наибольшее влияние на среднюю величину карбидных зерен ( $d_{ср}$ ) оказывает продолжительность спекания ( $X_2$ ). Средняя скорость роста карбидных зерен зависит от содержания никеля в сплаве ( $X_1$ ) и составляет 0,1 мкм/мин для малоникелевых и 0,02 мкм/мин для многоникелевых сплавов. По-видимому, это связано с тем, что карбидные зерна в малоникелевых сплавах могут срастаться по механизму коалесценции [8]. В многоникелевых сплавах вероятность соприкосновения карбидных зерен меньше и их рост в основном происходит при помощи перекристаллизации через жидкую фазу [9]. Этот процесс происходит значительно медленнее, чем процессе коалесценции и поэтому скорость роста карбидных зерен в многоникелевых сплавах менее интенсивна.

Увеличение продолжительности размола ( $X_3$ ) незначительно влияет на структуру сплава. При этом в малоникеле-



ных сплавах увеличение продолжительности размола даже приводит к увеличению средней величины карбидных зерен. Очевидно, мелкие карбидные частицы за счет их повышенной активности имеют большую склонность к орастанию. В результате малоникелевые сплавы, изготовленные из высокодисперсной смеси, могут оказаться после спекания более крупнозернистыми, чем сплавы, изготовленные из малоразмолотой смеси. В многоникелевых сплавах увеличение продолжительности размола от 24 до 72 часов приводит к постепенному уменьшению средней величины карбидных зерен. В результате коэффициент регрессии перед продолжительностью размола ( $b_3$ ) оказался незначительным.

Понижение скорости охлаждения ( $\chi_5$ ) и нагрева ( $\chi_6$ ) приводит к некоторому увеличению средней величины карбидных зерен, что очевидно связано с удлинением времени нахождения сплава при высокой температуре. Хотя средняя величина карбидных зерен увеличивается незначительно, наблюдается аномальный рост отдельных зерен, что увеличивает неоднородность их структуры.

Плотность ( $\gamma$ ) карбидохромовых сплавов зависит только от состава и не зависит от технологических факторов. Пористость сплава 0,4...1,0%.

Прочность при изгибе ( $\sigma_{u_{32}}$ ) является одной из важнейших характеристик сплава. Наибольший вклад в изменение прочности вносит содержание никеля в сплаве ( $\chi_4$ ). По коэффициенту регрессии  $b_4$  видно, что увеличением никеля в сплаве на один процент повышает прочность сплава в среднем на 2,7 кгс/мм<sup>2</sup>. Такая зависимость согласуется с уравнением Гриффитса-Орована для квазихрупких материалов [10].

$$\sigma = (E_p / \pi l)^{1/2}, \quad (I)$$

где  $E$  — модуль упругости;  
 $p$  — работа пластической деформации;  
 $l$  — длина плоской трещины.

Согласно уравнению (I), напряжение, необходимое для распространения хрупкой трещины, пропорционально работе пластической деформации. В карбидохромовом сплаве пластически деформируются только участки связующей фазы, приле-

гающие к поверхности разрушения. А эти участки в свою очередь пропорциональны объему никеля в сплаве.

Вторым сильно влияющим фактором на прочность сплава является продолжительность спекания ( $\chi_2$ ). С увеличением продолжительности спекания прочность сплава понижается. Это объясняется укрупнением структуры при длительном спекании. Прочность крупнозернистых сплавов зависит от величины карбидных зерен, поскольку разрушающая трещина распространяется по ним. Последняя определяется по известной формуле Кнудсена [III]

$$\sigma = k d_{\text{ср}}^{-1/2}, \quad (2)$$

где  $\sigma$  — прочность зерна;

$d_{\text{ср}}$  — средний линейный размер зерна;

$k$  — постоянная.

Металлографические исследования подтвердили, что крупные карбидные зерна растрескиваются при напряжениях, составляющих 15...20% от разрушающего. Обычно микротрещина, которая проходит через всё зерно, останавливается на межзеренной или межфазной границе. При увеличении напряжения такая микротрещина, отвечающая условию Гриффитеа, может проходить межзеренную границу или тонкую никелевую прослойку и, превысив критическую длину, катастрофически развивается.

Увеличение скорости нагрева ( $\chi_6$ ) и охлаждения ( $\chi_5$ ) приводит к некоторому увеличению прочности. Такие сплавы более однородны по структуре, и отсутствуют крупные карбидные зерна, которые являются очагами разрушения.

Ударная вязкость, определяемая на гладких образцах с размерами 5x5x23 мм, с расстоянием между опорами 20 мм является комплексной характеристикой, связывающей прочность и пластичность сплава. Поэтому уравнение регрессии ударной вязкости похоже на уравнение регрессии прочности сплава и может быть интерпретировано таким же образом.

Твердость сплава (HV) зависит от содержания связки ( $\chi_1$ ), а также температуры ( $\chi_4$ ) и продолжительности ( $\chi_2$ ) спекания, т.е. от структуры. С увеличением содержания никеля, и укрупнением структуры увеличивается толщина никелевых





Таблица 2

## Коэффициенты регрессии уравнения

$$y = b_0x_0 + b_1x_1 + \dots + b_7x_7$$

Свой- ство	Коэффициенты регрессии ( $b_i$ )							$S_y$	$S_{b_i}$	$b_{кр}$	
	$b_0$	$b_1$	$b_2$	$b_3$	$b_4$	$b_5$	$b_6$				$b_7$
$d_{cp}$	9,94	-2,60	3,30	-0,66	2,08	-1,04	-0,98	0,14	1,95	0,48	0,95
$\chi$	6,96	0,18	0	0,02	-0,01	0	0	0	0,04	0,01	0,02
$\sigma_{u_{32}}$	64	27	-12	1	-3	6	5	-1	7,4	1,8	3,7
$d_H$	13,5	6,4	-2,0	0,1	-0,1	1,6	1,4	-0,1	2,6	0,6	1,2
$HV$	915	-175	-71	-14	-28	2	15	-20	47	12	24
$T$	6,5	1,5	1,3	-0,3	0,3	0	0,6	0	1,8	0,4	0,9
$E$	33,1	-1,3	-1,6	-1,1	0	0,2	0,4	-0,2	1,9	0,5	1,0
$\Pi$	27,5	-6,1	1,8	0,7	2,6	-4,6	1,0	0,5	3,8	0,9	1,8
$U^{30}$	1,84	0,05	0,39	0,11	0,15	-0,39	-0,24	0,11	0,48	0,12	0,25
$U^{60}$	3,07	0,49	0,98	-0,21	0,58	-0,33	-0,18	0,29	0,60	0,15	0,32
$U^{90}$	3,18	1,04	0,50	-0,14	0,53	-0,36	-0,21	0,31	0,70	0,17	0,35



прослойка между карбидными зёрнами и ослабляется карбидный каркас, т.е. понижается сопротивление никелевых прослоек пластической деформации. Это приводит к линейному понижению твердости сплава.

Микротвердость карбидных зёрен не зависит от технологических факторов и от их величины, составляя  $2200 \frac{\text{кгс}}{\text{мм}^2}$ . Измерения вели при нагрузке 50 г.

Модуль упругости ( $E$ ) зависит только от состава ( $X_1$ ) и продолжительности спекания ( $X_2$ ), т.е. от структуры.

Термостойкость ( $T$ ) сплава, определяемая по количеству циклов нагрева до  $800^\circ\text{C}$  и охлаждение в горячей воде при  $96^\circ\text{C}$  до момента появления первой трещины зависит от состава и структуры сплава. Термические трещины начинаются, как правило, от края образца, где в результате резкого охлаждения возникают наиболее высокие растягивающие напряжения. Подробно термостойкость карбидохромовых спеченных сплавов рассмотрена в работе [12].

На окисление ( $\Pi$ ) карбидохромового сплава в воздухе при температуре  $900^\circ\text{C}$  оказывает влияние состав сплава ( $X_1$ ), температура ( $X_4$ ) и продолжительность ( $X_4$ ) спекания, а также скорость охлаждения ( $X_5$ ). Это обусловлено взаимодействием различных процессов во время спекания, включающих изменение растворимости компонентов в связке, структурой и составом сплава. Окисление всех сплавов происходит интенсивно в первые 12 часов. После образования на поверхности окисной пленки, окисление почти прекращается.

Интенсивность изнашивания в струе частиц окиси железа ( $u$ ) фракции 0,1...0,2 мм при скорости встречи  $80 \text{ м/с}$  при всех исследуемых углах атаки  $30$ ,  $60$  и  $90^\circ$  зависит от состава ( $X_1$ ) и структуры сплава. Износостойкость сплава уменьшается с увеличением содержания никеля в сплаве и укрупнением структуры. Это объясняется избирательным характером изнашивания сплава в таких условиях. В первую очередь удаляется никелевая фаза, как наиболее мягкая структурная составляющая. Карбидные зёрна оголяются и, оставаясь без защиты связки, выкрашиваются [13].

Интенсивность изнашивания в струе частиц песка фракции 0,4...0,63 мм не описывается адекватно линейной мо-

делю. Корреляционный анализ между свойствами показал, что интенсивность изнашивания в струе частиц песка в малоникелевых сплавах хорошо коррелируется величиной карбидных зерен ( $r^{30^\circ} = 0,98$ ;  $r^{60^\circ} = 0,95$ ;  $r^{90^\circ} = 0,97$ ). Следовательно, те же технологические факторы, которые влияли на рост карбидных зерен, приблизительно таким же образом влияют на интенсивность изнашивания.

В многоникелевых сплавах, которые по твердости меньше абразива, наибольшие значения коэффициентов корреляции  $r$  имеют с твердостью сплава ( $r^{30^\circ} = -0,58$ ;  $r^{60^\circ} = -0,63$ ;  $r^{90^\circ} = -0,85$ ).

Последний, как было показано выше, зависит от структуры сплава, т.е. от продолжительности и температуры спекания. Подробно о характере изнашивания карбидохромовых сплавов в струе абразивных частиц сообщено в работе [13].

## В ы в о д ы

1. С использованием математических методов планирования эксперимента, изучено влияние основных технологических факторов и состава на эксплуатационные свойства карбидохромовых спеченных твердых сплавов.

2. Установлено, что существенное влияние на свойства данных сплавов оказывают количество никеля в сплаве ( $X_1$ ) и продолжительность спекания ( $X_2$ ). Некоторое влияние оказывает температура спекания ( $X_4$ ), скорость нагрева ( $X_6$ ) и охлаждение ( $X_5$ ). Практически не влияет в данном интервале варьирования факторов содержание графита в засыпке ( $X_7$ ). Продолжительность размола ( $X_3$ ) оказывает сложное влияние на структуру и свойства сплава и зависит от состава смеси.

3. Наилучшими эксплуатационными свойствами обладают мелкозернистые сплавы с однородной структурой, которые получают при кратковременном спекании с быстрым нагревом и охлаждением.

## Л и т е р а т у р а

1. Григорьева В.В., Клименко В.Н. "Цветные металлы", № 1, 1960, с. 67-70.

2. Владимиров Л.П. и др. "Порошковая металлургия", № 6, 1969, с. 68-70.



3. Клименко В.Н., Маслюк В.А. "Технология и организация производства", № 3, 1970, с. 82-85.
4. Третьяков В.И. Основы металлостроения и технологии производства спеченных твердых сплавов. М., "Металлургия", 1976. с. 528.
5. Чапорова И.Н., Чернявский К.С. Структура спеченных твердых сплавов. М., "Металлургия", 1975, с. 248.
6. Налимов В., Чернова В.Н. Статистические методы планирования экстремальных экспериментов. М., "Наука", 1965.
7. Адлер Ю.П., Маркова Е.В., Грановский Ю.В. Планирование эксперимента при поиске оптимальных условий. М., "Наука", 1976. с. 279.
8. Parikh, P., Nisengick, M. - J. Amer. Ceram. Soc. No 40, 1957, 301-320.
9. Kingery, W.D. - J. Appl. Phys. No 3, 1959, 301-306.
10. Орован Е. - В кн. "Атомный механизм разрушения", М., "Мир", 1963, с. 170-184.
11. Финкель В.М. Физика разрушения. М., "Металлургия", 1970, с. 247.
12. Пирсо Ю.Ю., Вальдма Л.Э., Мазинг Ю.К. - "Тр. Таллинск. политехн. ин-та", № 381, 1975, с.39-45.
13. Вальдма Л.Э., Пирсо Ю.Ю. "Порошковая металлургия", 1975, № 8, с. 83-88.

The Influence of Production Parametres and Content  
on the Properties of Sintered Chrome-carbide Hard

Metal Alloys

Summary

With the aid of mathematical methods of test planning the dependency of chrome-carbide hard metal properties on the composition, milling time, sintering time and temperature, heating and cooling rate and graphite content in the charge are represented. The influence of these variables on hardness, flexural strength, modulus of elasticity, impact strength, thermal shock resistance, oxidation, wear resistance and particle size of the carbide were studied. With the electronic computer "Minsk 22" regression equation of mathematical models were solved.



УДК 621.762

П.А.Кулу, Б.И.Яковлев,  
Э.И.МильманУПЛОТНЕНИЕ СПЕЧЕННЫХ МАТЕРИАЛОВ ПРИ ГОРЯЧЕЙ  
КОВКЕ

Дальнейшее расширение применения методов порошковой металлургии неразрывно связано с повышением механических свойств спеченных материалов. Основным фактором, обуславливающим сравнительно низкие механические свойства рассматриваемых материалов, является остаточная пористость. Так, в пределах плотностей  $7,35-7,55 \text{ г/см}^3$ , изменение последней на  $0,1 \text{ г/см}^3$  приводит к изменению прочности при растяжении на  $3-4 \text{ кг/см}^2$  и прочности при изгибе на  $6-7 \text{ кг/см}^2$ .

Наиболее распространенным способом уменьшения остаточной пористости спеченных материалов является их пропитка легкоплавкими материалами и композициями. Способ позволяет значительно повысить прочность материала (в случае пропитки железуграфитной матрицы медью и ее сплавами повышается  $\sigma_b$  до  $70 \text{ кг/см}^2$  при разрыве и  $\sigma_u$  до 120 при изгибе), но не является технологичным. Очень часто при пропитке на поверхности изделий в местах, где располагается пропитывающий брикет, образуются эрозионные каверны, которые резко снижают качество поверхности.

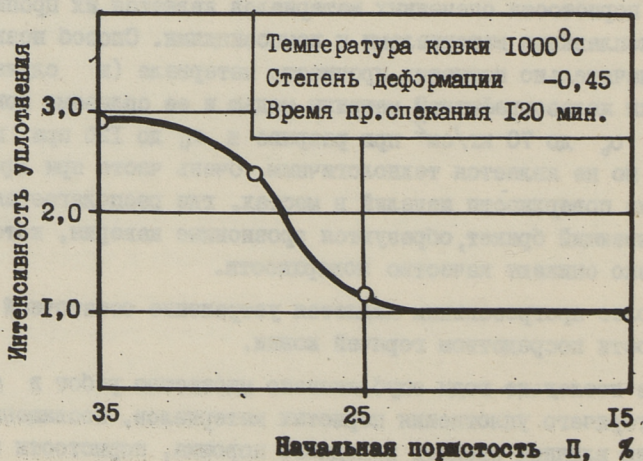
Более прогрессивным является устранение остаточной пористости посредством горячейковки.

За последние годы опубликовано множество работ в области горячейуплотнения пористых материалов, посвященных изучению влияния свойств исходного порошка, пористости заготовки, температурыковки и др. факторов на процессы деформации, плотность и прочностные характеристики кованных порошковых материалов [1-3]. Однако большинство работ но-

сит технологический характер и относится к каким-либо конкретным материалам и условиям.

В настоящей работе рассмотрены вопросы уплотняемости пористого материала в зависимости от пористости, температуры и длительности спекания при различных степенях линейной деформации; определены силовые характеристики процесса уплотнения при сборной ковке.

В качестве исходных материалов применялись железоуглеродистые композиции состава ЖГр-I и чистое железо. Исходная пористость заготовок была в пределах 15-35%. Ковка производилась на эксцентриковом прессе со скоростью (средняя) движения бойка 20 м/с. Для регистрации усилий деформации применялись упругая подставка, снабженная тензометрическими сопротивлениями, измерительный мост и быстродействующий самописец. Спекание и предварительный нагрев заготовок под ковку производился в защитной атмосфере водорода. Ковке подвергались заготовки как предварительно спеченные в течение 30, 60 и 120 минут, так и неспеченные заготовки. Степень деформации изменялась от 0,1 до 0,45.



Фиг. 1. Влияние начальной пористости заготовки на уплотняемость материала.



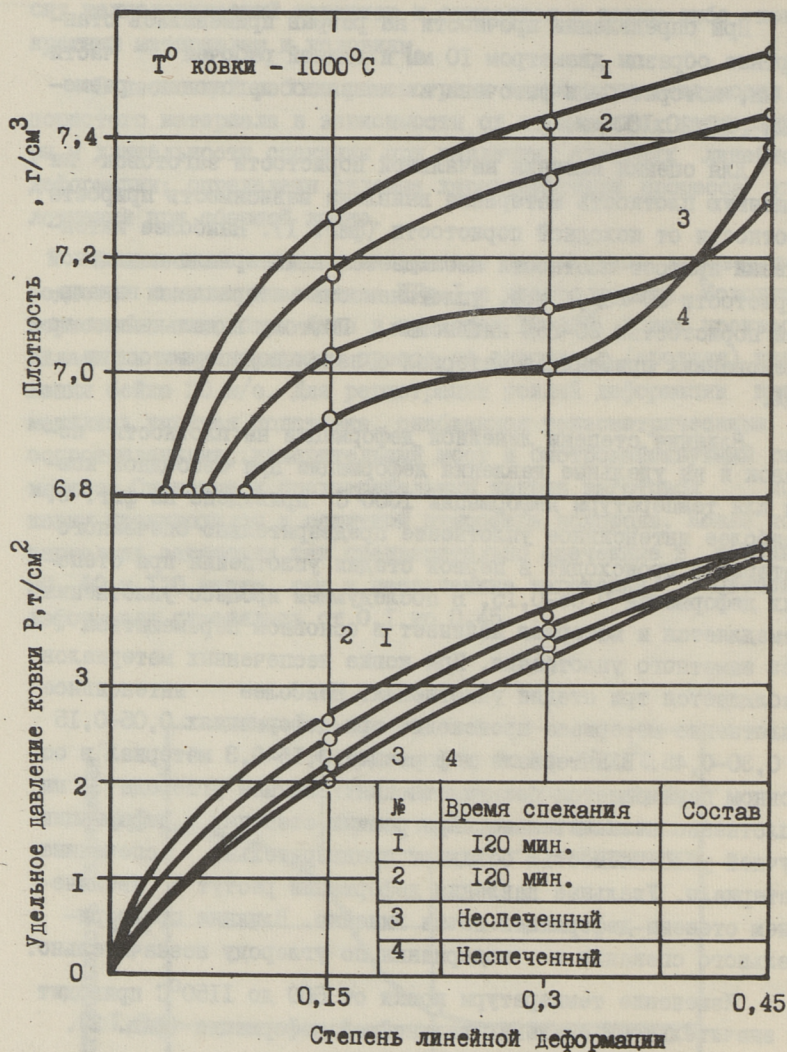
При определении прочности на разрыв применялись стандартные образцы диаметром 10 мм и длиной рабочей части 80 мм, которые были выточены из кованых заготовок размерами 20x20x100 мм.

Для оценки влияния начальной пористости заготовок на конечную плотность материала выявлена зависимость прироста плотности от исходной пористости (фиг. 1). Наиболее интенсивный прирост плотности наблюдается в интервале начальной пористости 20–25%, т.е. уплотняемость материала с начальной пористостью 20–25% наивысшая. Поэтому в дальнейших исследованиях применялся материал с начальной пористостью 20%.

Влияние степени линейной деформации на плотность поковок и на удельные давления деформации при свободной ковке для температуры деформации 1000°C приведено на фиг. 2. Наиболее интенсивное уплотнение предварительно спеченного материала происходит в первой стадии уплотнения при степенях деформации 0,05–0,15. В последующем процесс уплотнения замедляется и материал начинает в основном перемещаться без заметного уплотнения. При ковке неспеченных материалов наблюдается три стадии уплотнения. Наиболее интенсивное уплотнение материала происходит при деформациях 0,05–0,15 и 0,30–0,45. В интервале деформации 0,15–0,3 материал в основном перемещается без уплотнения. Влияние углерода на уплотнение незначительно. При равных степенях деформации лучшей уплотняемостью обладают предварительно спеченные материалы. Удельные давления деформации растут с увеличением степени деформации почти линейно. Влияние предварительного спекания и содержания по углероду незначительно.

Изменение температурыковки от 500 до 1150°C приводит к значительному снижению дальнейшей деформации (фиг. 3).

Таким образом, применение высоких температурковки (в пределах 1100–1150°C) можно считать целесообразным, так как позволяет повысить стойкость прессинструмента и позволяет производить ковку непосредственно после спекания. Влияния продолжительности предварительного спекания пористых заготовок на удельные давления деформации при ковке безуглеродистого спеченного материала не обнаружено. Введение

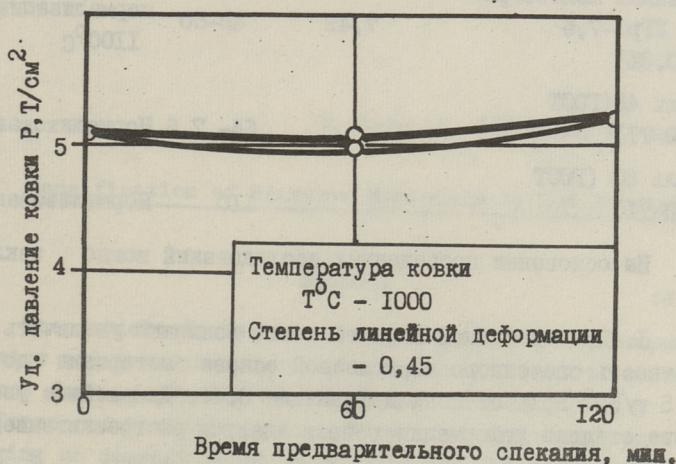
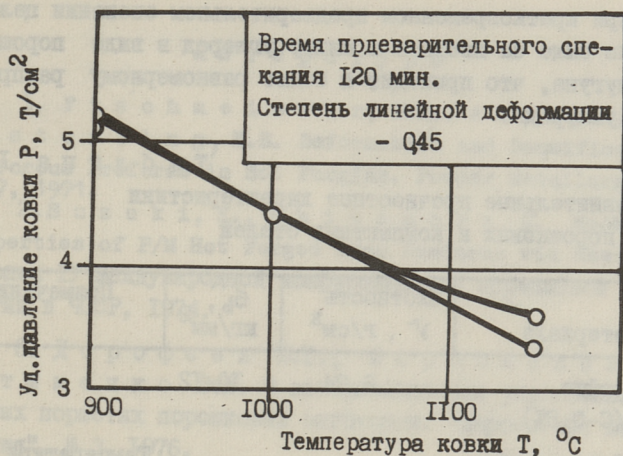


Фиг. 2. Влияние степени линейной деформации на плотность поковок и на удельные давления ковки.

углерода на взаимосвязь усилий деформации и длительности предварительного спекания влияет практически только при длительностях предварительного спекания от 0 до I часа.

В табл. I приведены значения разрывной прочности горячекованной композиции ЖГрI. Содержание углерода после





Фиг. 3. Влияние температуры на силовую характеристикуковки.

спекания и нагрева подковку в образцах составляло 0,8%.

Как видно из приведенного, увеличение плотности материала от 6,24 до 7,49 г/см<sup>3</sup> приводит к увеличению разрывной прочности до 48-50 кг/мм<sup>2</sup>. Очевидно, это не является пределом, так как ввиду кратковременности режима предварительного спекания (30 мин.) в структуре при микроскопическом анализе образцов обнаружен остаточный графит, играющий роль концентраторов напряжений. Исходя из

этого, при кратковременном предварительном спекании целесообразно было бы вводить в шихту углерод в виде порошка белого чугуна, что приводит к более равномерному распределению углерода.

Т а б л и ц а I  
Сравнительные прочностные характеристики  
порошковых и компактных сталей

Марка материала	Плотность $\gamma$ , г/см <sup>3</sup>	$\sigma_b$ , кг/мм <sup>2</sup>	Примечание
Железографит ЖГрI-6,3(C-0,8%)	6,24	10-12	
Кованный железографит ЖГрI-7,5 (C-0,8%)	7,49	48-50	Температура нормализации 1100°С
Сталь 45(ГОСТ 1050-71)		64- 7,6	Нормализованная
Сталь 80 (ГОСТ 1050-71)		110	Нормализованная

На основании проведенных исследований можно заключить:

1. При свободной горячей ковке возможно увеличить плотность спекенного на железной основе материала до 7,3-7,5 г/см<sup>3</sup> при степени деформации 0,45. Дальнейшее увеличение степени деформации сопровождается растрескиванием материала.

2. Оптимальными режимамиковки, с точки зрения получения максимальной плотности и снижения удельных давленийковки, следует считать предварительное спекание в течение 2 часов и непосредственно температуры спекания.

3. Уплотнение материала до плотности 7,5 г/см<sup>3</sup> приводит к увеличению прочности на разрыв до 48-50 кг/мм<sup>2</sup>.



## Л и т е р а т у р а

- I. F i s c h m e i s t e r, H.F., A g e n, B.,  
E a s t e r l i n g, K.E. Deformation and Densification  
of Porous Preforms in Hot Forging. Powder Metallurgy, v.14,  
N 27, 1971.
2. S u z u k i, K., S h i m a m u r a, K. Mechanical  
Properties of P/M Hot Forged Iron Preforms via Heat Process.  
Сборник IV Международной конференции по порошковой метал-  
лургии в ЧССР, 1974.
3. Д о р о ф е е в Ю.Г., М и р о ш н и к о в В.И.,  
У с т и м е н к о В.И. О закономерностях уплотнения на-  
гретых пористых порошковых заготовок. "Порошковая метал-  
лургия", № 3, 1976.

P. Kulu, B. Yakovlev, E. Myhlman

### Densification of Sintered Materials by Hot Forging

#### Summary

The article deals with the possibility to increase the density and mechanical properties of iron sintered materials by hot forging. The influence of the initial porosity of preforms and technological regimes of presintering and hot forging on densification as well as the force characteristics and mechanical strength of material have been studied.

It is shown that the initial porosity of the preforms has no influence on the densification and force characteristics in forging. It is possible to get materials with density  $7,4 - 7,5 \text{ g/cm}^3$  and tensile strength about  $48-50 \text{ kgf/mm}^2$ .





УДК 621.726:621.318.1

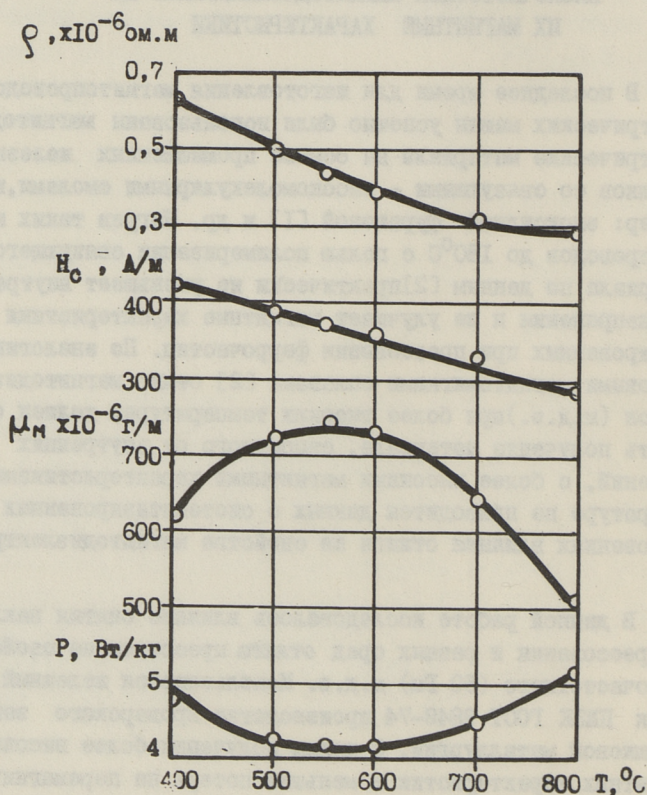
А.А.Лаансоо, А.Э.Ритсо,  
П.И.Ожегов

О ВЛИЯНИИ ТЕМПЕРАТУРЫ И СРЕДЫ ОТЖИГА  
НИЗКОЧАСТОТНЫХ МАГНИТОДИЭЛЕКТРИКОВ НА  
ИХ МАГНИТНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

В последнее время для изготовления магнитопроводов электрических машин успешно были использованы магнито-диэлектрические материалы на основе промышленных железных порошков со связующими - высокомолекулярными смолами, например: эпоксидной фурановой [1] и др. Нагрев таких магнитопроводов до 180°C с целью полимеризации связующего материала по данным [2] практически не уменьшает внутренние напряжения и не улучшает магнитные характеристики деформированных при прессовании феррочастиц. По аналогии с листовыми магнитомягкими сплавами [2] отжиг магнито-диэлектриков (м.д.э.) при более высоких температурах должен обеспечить получение материала, свободного от внутренних напряжений, с более высокими магнитными характеристиками. В литературе не приводится данных о систематизированных исследованиях влияния отжига на свойства магнито-диэлектриков.

В данной работе исследовалось влияние снятия наклепа от прессования и разных сред отжига прессовок на свойства низкочастотного (50 Гц) м.д.э. Использовался железный порошок ПЖК ГОСТ 9849-74 производства Броварского завода порошковой металлургии. С целью получения более высоких магнитных характеристик и меньших потерь на перемагничивание холодной прокаткой на вальцах частицам порошка была придана форма чешуек толщиной 50-60 мкм. После прокатки порошок отжигали в водороде при 800°C. В качестве связующего материала применяли гидролизированный раствор этил-силиката марки 40 в количестве 0,5% масс. кремнезема.

Кольцевые образцы для магнитных измерений и призматические для механических испытаний были прессованы при давлении  $7 \text{ тс/см}^2$  ( $700 \text{ МН/м}^2$ ). Для увеличения прочности и снятия внутренних напряжений после прессования образцы подвергали нагреву. Исследовали влияние температуры отжига на магнитные и прочностные характеристики магнито-диэлектрического материала в диапазоне температур  $400 - 800^\circ\text{C}$  в среде воздуха, водорода и в вакууме. При изучении влияния температуры отжига на магнитные характеристики материала нагрев образцов производили в электропечи с вы-



Фиг. 1. Влияние температуры нагрева образцов из чешуек порошка ПЖЗК с 0,5 % масс. кремнезема на удельные потери (P), максимальную магнитную проницаемость ( $\mu_m$ ) и удельное электросопротивление ( $\rho$ ).



держкой при окончательной температуре в течение 1,5 часа с последующим охлаждением со скоростью 150 град-ч. Часть образцов отжигали в водороде с точкой росы  $-50^{\circ}\text{C}$  и в вакууме  $10^{-4}$  мм рт.ст.

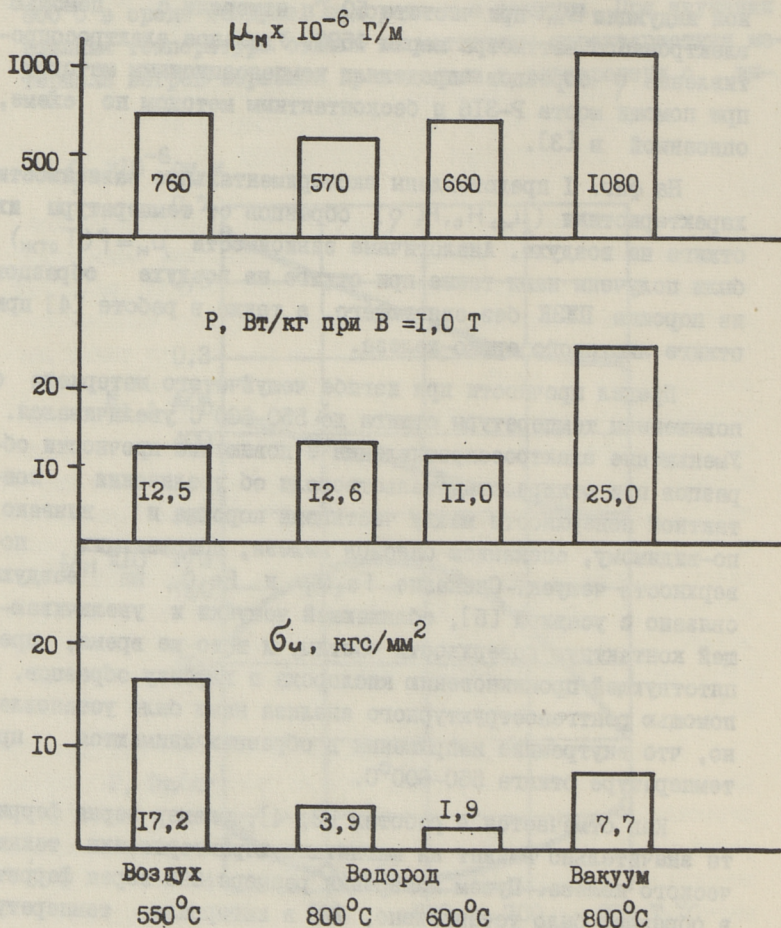
Магнитную индукцию  $B$  и коэрцитивную силу  $H_c$  определяли в постоянном поле баллистическим методом. Полные потери  $P$  при перемагничивании в зависимости от максимальной индукции  $B_m$  при частоте 50 Гц измеряли с помощью электронного ваттметра марки Ф530. Удельное электросопротивление  $\rho$  образцов определяли компенсационным методом при помощи моста Р-316 и бесконтактным методом по схеме, описанной в [3].

На фиг. I представлены экспериментальные зависимости характеристики ( $\mu_m, H_c, P, \rho$ ) образцов от температуры их отжига на воздухе. Аналогичные зависимости  $\mu_m = f(T_{\text{отж}})$  были получены нами также при отжиге на воздухе образцов из порошка ПЖЗК без связующего, а также в работе [4] при отжиге листового армко-железа.

Предел прочности при изгибе чешуйчатого материала с повышением температуры отжига до  $550-600^{\circ}\text{C}$  увеличивался. Уменьшение электросопротивления и повышение прочности образцов при отжиге свидетельствовали об увеличении контактной поверхности между частицами порошка и вызвано, по-видимому, спеканием окислов железа, покрывающих поверхность чешуек. Спекание  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  и  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  на воздухе связано с усадкой [5], сближающей чешуйки и увеличивающей контактную поверхность частиц, и в то же время, препятствующей проникновению кислорода в глубину образцов. С помощью рентгеноструктурного анализа нами было установлено, что внутренние напряжения в образцах снимаются при температуре отжига  $550-600^{\circ}\text{C}$ .

Как отмечается в работах [2, 4], размер зерна феррита значительно влияет на магнитные характеристики технического железа. Путем измерения размера 800 зерен феррита в образцах было установлено, что в интервале температур отжига  $150-500^{\circ}\text{C}$  кривые распределения размера зерен в образцах отличаются незначительно. После нагрева при температурах  $550-800^{\circ}\text{C}$  наблюдались крупные зерна размером 20-40 мкм, число которых составляло 4% от числа исследуемых

зерен. В данном случае аномальный рост малого числа зерен приводит к увеличению разнотерности материала и, очевидно, мало влияет на магнитную индукцию порошкового материала. Заметных изменений плотности образцов (менее 1%) при их отжиге не было обнаружено.

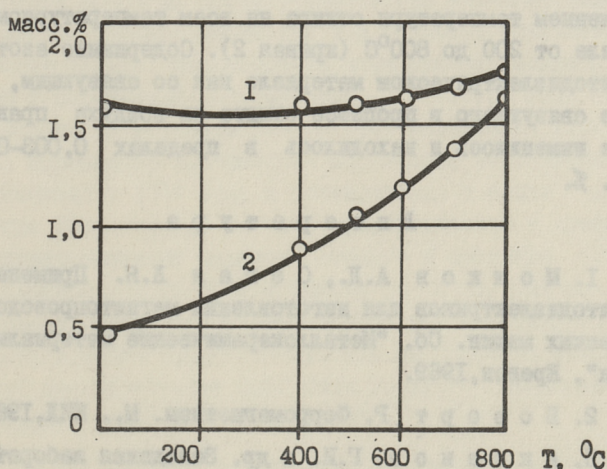


Фиг. 2. Влияние среды отжига магнитопроводов на магнитные характеристики и предел прочности при изгибе ( $\sigma_u$ ).



Сопоставляя магнитные характеристики и результаты микроструктурного и рентгеноструктурного анализов, можно заключить, что повышение магнитной проницаемости магнетодиэлектрического материала на 15–20% после отжига при 550–600°C по сравнению с низкотемпературным нагревом (70–150°C) обусловлено главным образом снятием внутренних напряжений и в некоторой степени спеканием частиц.

Данные о магнитной проницаемости, прочности при изгибе и удельных потерях чешуйчатого материала после отжига в разных средах приведены на фиг. 2. Опыты показали, что отжиг в вакууме при 800°C повышает магнитные характеристики материала по сравнению с максимально достигнутыми при отжиге в атмосфере воздуха. При отжиге в водороде проницаемость снижалась на 10–20%, а механическая прочность падала в 2–3 раза, что делает отжиг в водородной среде непригодным для практического использования. В случае отжига в вакууме механическая прочность значительно выше, нежели при отжиге в водороде, но при этом существенно увеличиваются удельные потери на перемагничивание. Из использованных сред отжига по всем по-



Фиг. 3. Содержание кислорода в материале на основе чешуек железного порошка ПЖЗК при разных температурах отжига.

- 1 – образцы со связующим (этилсиликат с 0,5 % кремнезема),
- 2 – образцы без связующего.

казателям наиболее приемлемой для чешуйчатого материала является воздух.

Сопоставляя данные магнитных измерений, приведенных на фиг. 1 и 2, можно заключить, что уменьшение магнитной проницаемости в случае отжига на воздухе при температуре  $600^{\circ}\text{C}$  и выше по всей вероятности, вызвано влиянием этой среды. Для выяснения этого явления методом восстановительного плавления в ЦНИИЧМ им. И.П.Бардина (г. Москва) было определено содержание кислорода и азота в исходных порошках и в образцах после отжига в атмосфере воздуха (фиг. 3). Было установлено, что после покрытия частиц порошка пленкой кремнезема и последующего прессования полученные образцы до отжига содержали значительное количество (1,2-1,7 масс.%) кислорода. Пленка кремнезема на чешуйках порошка, очевидно, защищает образцы от чрезмерного окисления и поэтому с повышением температуры отжига до  $600^{\circ}\text{C}$  содержание кислорода в образцах с этилсиликатом практически не увеличивается (кривая 1). При дальнейшем повышении температуры отжига содержание кислорода в образцах постепенно возрастает. В образцах без связующего, содержание кислорода резко увеличивается с повышением температуры отжига на всем температурном интервале от  $200$  до  $800^{\circ}\text{C}$  (кривая 2). Содержание азота в магнитодиэлектрическом материале как со связующим, так и без связующего в процессе отжига на воздухе практически не изменилось и находилось в пределах  $0,003-0,004$  масс. %.

#### Л и т е р а т у р а

1. Мошков А.Д., Сегал А.Я. Применение магнитодиэлектриков для изготовления магнитопроводов электрических машин. Сб. "Металлокерамические материалы и изделия", Ереван, 1969.

2. Бозорт Р. Ферромагнетизм. М., ИИЛ, 1965.

3. Аксенов Г.И. и др. Заводская лаборатория. ХХУШ, № 12, 1962.

4. Займовский А.С., Чудновская Л.А. Магнитные материалы. М.-Л., Госэнергоиздат, 1957.

5. Soble, R.L. J. Am. Cer. Soc. 41, 1958, 55-62.



On Effect of Annealing Temperature and Atmosphere on  
the Magnetic Characteristics of Low-frequency Magneto-  
dielectric Materials

Summary

This paper deals with investigations in the magnetic characteristics of flake-iron magnetodielectric material with reference to the annealing temperature and atmosphere. The optimal annealing conditions of the material and the main factors influencing the magnetic properties have been determined.





УДК 621.762

П.А. Кулу

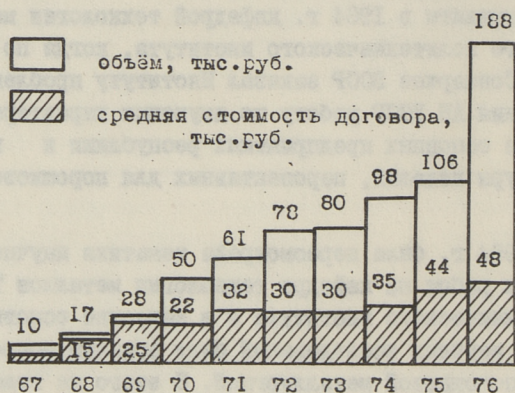
## 10 ЛЕТ ОТРАСЛЕВОЙ ЛАБОРАТОРИИ ПОРОШКОВОЙ МЕТАЛЛУРГИИ ТПИ

Первые шаги в области порошковой металлургии в ЭССР были предприняты в 1964 г. кафедрой технологии металлов Таллинского политехнического института, когда по ее рекомендации Совнархоз ЭССР заказал Институту проблем материаловедения АН УССР работу по изучению характера производства на основных предприятиях республики и выявлению номенклатуры изделий, перспективных для порошкового исполнения.

С 1964 г. была пересмотрена тематика научно-исследовательских работ на кафедре технологии металлов Таллинского политехнического института и в качестве основного направления научных исследований были приняты вопросы, связанные с порошковой металлургией. С этого же года была начата работа по созданию лаборатории порошковой металлургии в ТПИ. Отраслевая лаборатория порошковой металлургии была организована в 1967 году в соответствии с общим приказом министра Министерства местной промышленности и председателя Государственного комитета высшего и среднего специального образования СМ ЭССР № 76/140 от 06.05.1967 г. Для проведения научно-исследовательских работ в 1970 г. отделом капитального строительства ТПИ на средства Министерства местной промышленности ЭССР было построено помещение для лаборатории общей площадью 350 м<sup>2</sup>.

Первые работы, выполненные в лаборатории в период с 1967 по 1968 гг. носили в основном поисковый характер с целью выявления деталей, перспективных для порошкового исполнения в системе предприятий Министерства местной промышленности. Отсутствие опыта и надлежащих знаний в облас-

ти порошковой металлургии были причиной, что первые исполняемые работы велись на невысоком научном уровне. Однако по мере разворачивания научных работ повышался уровень знаний работников и научная значимость деятельности лаборатории. Начиная с 1968 г по настоящее время основными заказчиками лаборатории становятся завод "Ильмарине" и крупные тепло-электростанции СССР. Работы по этим заказам имеют большое научное и народно-хозяйственное значение и преследуют цель разработки высококачественных спеченных твердосплавных распылителей мазутных форсунок разного типа и производительностей. Наряду с этим выполняются и другие работы.



Фиг. 1. Динамика роста объема и средней стоимости хозяйственных работ за 1967-76 гг.

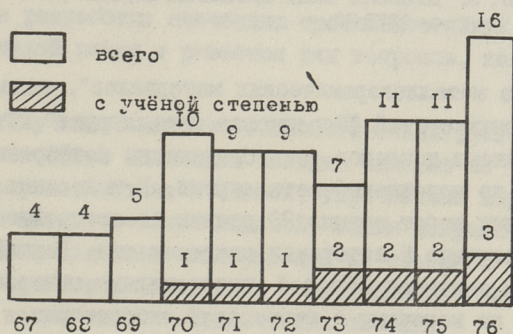
Динамика развития объема хозяйственных работ отраслевой лаборатории порошковой металлургии за 1967-1976 годы приведена на фиг. 1.

В 1968 г. лаборатория порошковой металлургии совместно с Министерством местной промышленности ЭССР организовала участок порошковой металлургии на опытном заводе оснастки "Пионер". В результате совместных работ с Объединением "Эстсельхозтехника" СМ ЭССР в 1974 г. был пущен в эксплуатацию цех порошковой металлургии в Козеском отделении "Эстсельхозтехника".



Для подготовки кадров работниками отраслевой лаборатории порошковой металлургии и кафедрой технологии металлов проводится производственная и дипломная практика и руководство курсовым и дипломным проектированием определенного количества студентов специальности технологии машиностроения. Почти весь инженерно-технический персонал лаборатории порошковой металлургии получил такую подготовку. В целях подготовки научных работников высокой квалификации по специальности "Порошковая металлургия и машиностроительные материалы" на технической базе лаборатории при кафедре технологии металлов существует аспирантура.

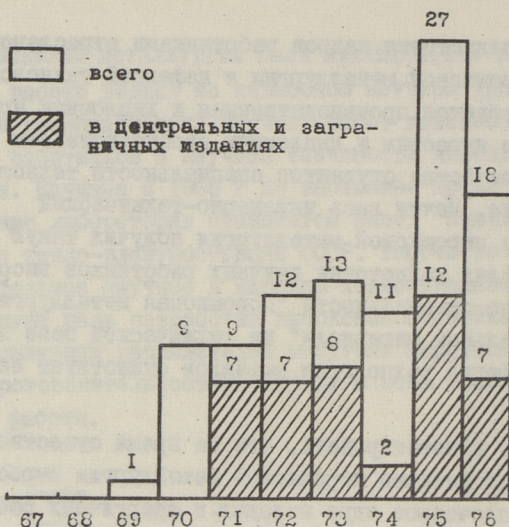
Можно констатировать, что за время существования отраслевой лаборатории порошковой металлургии выросло достаточно сплоченное ядро молодых и энергичных работников, которые в настоящее время в состоянии разрабатывать довольно крупные научные проблемы.



Фиг. 2. Динамика роста штата лаборатории за 1967-76 гг.

На фиг. 2 приведена динамика роста штата и повышения квалификации научных работников лаборатории порошковой металлургии.

По результатам научно-исследовательских работ опубликовано всего около 100 статей, из них в центральных изданиях - 37, в зарубежных изданиях - 6. Динамика числа публикаций научных работ за 1967-1976 гг. приведена на фиг. 3. Было составлено справочное пособие "Свойства и



Фиг. 3. Динамика числа публикаций научных работ за 1967-76 гг.

обработка металлокерамических материалов", издан в трудах ТПИ сборник статей "Порошковая металлургия" и три сборника тезисов докладов республиканских конференций и семинаров по порошковой металлургии. В ходе выполнения хозяйственных работ подано 20 заявок на авторские свидетельства, получено 5 авторских свидетельств. Важнейшим изобретением является "Способ изготовления центробежной форсунки", по которому в отраслевой лаборатории порошковой металлургии организовано опытное производство спеченных распылителей мазутных форсунок.

Характерной особенностью всех работ, ведущихся в лаборатории, является непосредственное внедрение их результатов в производство, для чего в лаборатории имеется соответствующая техническая база.

Важнейшими темами научно-исследовательских работ, проводимых отраслевой лабораторией порошковой металлургии и кафедрой технологии металлов ТПИ, являются:

I. Исследование спеченных материалов и изделий, работающих в условиях абразивного изнашивания.



## 2. Разработка спеченных изделий машин и механизмов.

При решении вопросов первой темы основное внимание уделено разработке безвольфрамовых твердых сплавов, а также спеченных сталей, упроченных тугоплавкими соединениями, в частности, карбидами хрома, титана, а также железа, которые являются основными структурными составляющими противобразивного действия. Для выяснения возможности перехода на спеченные материалы быстрознашиваемых деталей, нами в начальной стадии разработки были предложены стандартные твердые сплавы типа ВК (карбид вольфрама с кобальтом), технология которых лучше управляема. Но во многих случаях, кроме износостойкости, от этих деталей требуются еще другие специальные свойства (как, например, термостойкость и коррозионностойкость), и стандартные ВК сплавы себя не оправдывают. Здесь большое значение имеет экономическая сторона и дефицитность вольфрама.

При разработке спеченных износостойких материалов и изделий решен и решается ряд вопросов, как, например:

1. Изучение влияния технологических факторов и состава на свойства спеченных твердых сплавов на основе карбидов хрома, титана и сталей, упроченных карбидами, с созданием математических моделей. Новым направлением в этой области являются эксперименты по объемной штамповке и ковке порошковых материалов и исследование влияния этих способов на улучшение механических свойств.

2. Исследование закономерностей физического механизма абразивного износа спеченных твердых сплавов и сталей.

3. Исследование работоспособности спеченных твердосплавных и стальных элементов, работающих в агрессивных, абразивных средах при повышенных температурах. Например, в энергетике - распилители топочного мазута, в химической промышленности - размольные агрегаты.

4. Исследование и разработка технологии нанесения прочных карбидных покрытий на сталь.

Для оптимизации составов материалов и технологических режимов применяется математическое планирование

эксперимента с использованием ЭЦВМ при переработке экспериментальных данных и составлении математических моделей.

В результате работ по разработке эрозионностойких спеченных материалов разработаны износостойкие распыливающие элементы мазутных форсунок для мощных тепло-электростанций СССР, что дает ощутимый экономический эффект (20000 руб. в год на энергоблок мощностью 300 МВт) за счет повышения ресурса работы распылителей в 10 раз. Такие распылители работают уже на 7 электростанциях.

По второй теме разрабатывались спеченные конструкционные материалы и происходила лабораторная подготовка производства ряда деталей для "Этсельхозтехники". В настоящее время занимаются исследованием возможности изготовления магнитопроводов плоских асинхронных электродвигателей из магнитодиэлектриков на базе чистых чешуйчатых железных порошков с эпоксидной смолой. Целью данной работы является уменьшение трудоемкости изготовления магнитных проводов в 2-3 раза при значительной экономии электротехнической стали.

При создавшихся обстоятельствах следует продолжать работы в следующих направлениях:

1. В соответствии с основными направлениями развития народного хозяйства СССР на 1976-80 гг. в энергомашиностроении задачей лаборатории на этот период является продолжение работ, имеющих большое народно-хозяйственное значение, по исследованию и разработке распыливающих устройств для энергоблоков 500 и 800 МВт, а также для энергетических газотурбинных установок мощностью до 100 МВт для решения пиковых нагрузок.

2. Продолжение работ по безвольфрамовым твердым сплавам. Помимо прикладного значения, исследования в этом направлении представляют большой интерес, поскольку изучение абразивной и гидроабразивной эрозии позволяет выработать новый подход к вопросам подбора материала и конструкции распыливающих устройств.

3. Дальнейшее развитие производственной базы порошковой металлургии республики, продолжение и расширение работ по выявлению номенклатуры изделий, отработке техноло-



гии и передаче на внедрение в производство спеченных деталей для "Эстсельхозтехники" и Министерства местной промышленности ЭССР, что дает возможность значительного увеличения производительности труда, сокращение расхода металлов и обеспечение сельскохозяйственных машин запчастями.

P. Kulu

10 Years of Powder Metallurgy Research  
Laboratory of the Tallinn Technical University

Summary

Information on the development of powder metallurgy in Estonia and powder metallurgy research laboratory of the Tallinn Technical University is given. Some scientific and technical results obtained and the basic areas and future direction of research work in the field of powder metallurgy are presented.

## С о д е р ж а н и е

I.	Д.С. Аренсбургер, Я.П.Кюбарсепш. Условия размола порошковых смесей сталь - карбид титана. . . . .	3
2.	Л.Э. Вальдма, В.А.Кудрявцев. Вопросы термостойкости карбидо-титановых спеченных твердых сплавов. . . . .	II
3.	Ю.Ю.Пирсо, Л.Э.Вальдма. Влияние технологических факторов и состава на свойства карбидохромовых спеченных твердых сплавов . .	19
4.	П.А.Кулу, Б.И.Яковлев, Э.И.Мюльман. Уплотнение спеченных материалов при горячей ковке. . . . .	29
5.	А.А.Лаансо, А.Э.Ритсо, П.И.Ожегов. О влиянии температуры и среды отжига низкочастотных магнитодиэлектриков на их магнитные характеристики. . . . .	37
6.	П.А.Кулу. 10 лет отраслевой лаборатории порошковой металлургии ТПИ. . . . .	45

© ТПИ, Таллин, 1977

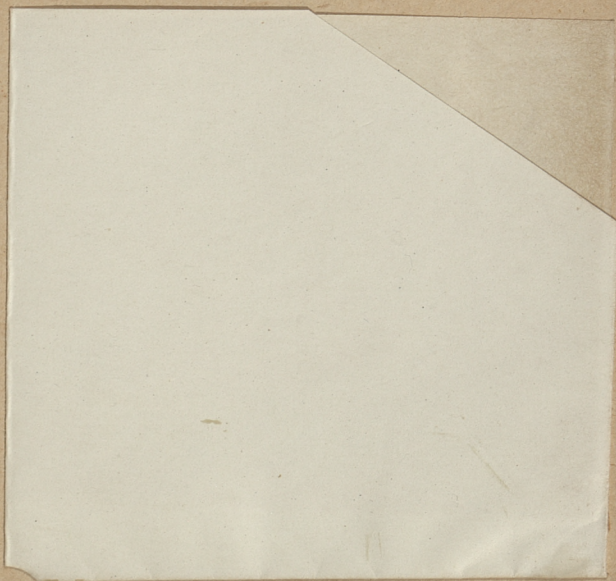
Таллинский политехнический институт  
Труды ТПИ № 417  
ПОРОШКОВАЯ МЕТАЛЛУРГИЯ  
Сборник статей II

Редактор М.Нанитс  
Техн. редактор В.Ранник  
Сборник утвержден коллегией Трудов ТПИ 5 мая 1977 г.  
Подписано к печати 19 мая 1977 г.

Бумага 60x90/16  
Печ.л. 3,25+0,25 приложение  
Уч.-изд.л. 2,5  
Тираж 300  
МВ-00685

Ротапринт ТПИ, Таллин, ул. Коскла, 2/9  
Зак. № 593  
Цена 38 коп.





Цена 38 коп.