

УДК 621.762.27

А.Ю. Алтухов, канд. техн. наук, доцент, ФГБОУ ВО «Юго-Западный государственный университет» (Курск, Россия) (e-mail: alt@yandex.ru)

Е.В. Агеева, канд. техн. наук, доцент, ФГБОУ ВО «Юго-Западный государственный университет» (Курск, Россия) (e-mail: ageeva-ev@yandex.ru)

О.В. Кругляков, аспирант, ФГБОУ ВО «Юго-Западный государственный университет» (Курск, Россия) (e-mail: krug-ov@mail.ru)

А.С. Осьминина, студент, ФГБОУ ВО «Юго-Западный государственный университет» (Курск, Россия) (e-mail: osminina-as@yandex.ru)

РЕНТГЕНОСТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ СПЕЧЕННЫХ ВОЛЬФРАМСОДЕРЖАЩИХ ИЗДЕЛИЙ, ПОЛУЧЕННЫХ ИСКРОВОМ ПЛАЗМЕННЫМ СПЕКАНИЕМ ЭЛЕКТРО-ЭРОЗИОННЫХ ПОРОШКОВ

Одним из перспективных методов получения порошка, из вольфрамсодержащих отходов, отличающихся относительно невысокими энергетическими затратами и экологической чистотой процесса, является метод электроэрозионного диспергирования.

Для разработки технологии получения спеченных изделий из электроэрозионных порошков методом искрового плазменного спекания требуется проведение комплексных исследований состава, структуры и свойств спеченных материалов.

Целью настоящей работы являлось проведение рентгеноструктурного анализа спеченных вольфрамсодержащих изделий, полученных искровым плазменным спеканием электроэрозионных порошков.

При постановке экспериментов по получению вольфрамсодержащих нанокomпозиционных спеченных изделий в качестве порошковых материалов использовалась порошковая композиция, представляющая собой смесь порошков, полученных электроэрозионным диспергированием отходов стали Р6М5, твердого сплава ВК8 в соотношении 30% на 70 %, полученных в керосине осветительном. Консолидация порошков проведена методом искрового плазменного спекания с использованием системы искрового плазменного спекания SPS 25-10. Преимущества технологии искрового плазменного спекания: равномерное распределение тепла по образцу; высокая плотность или контролируемая пористость; связующие материалы не требуются; равномерное спекание однородных и разнородных материалов; короткое время рабочего цикла; изготовление детали сразу в окончательной форме и получение профиля, близкого к заданному.

Исследование фазового состава образца проводили методом рентгеновской дифракции на дифрактометре Rigaku Ultima IV в излучении Cu-K α (длина волны $\lambda = 0,154178$ нм) с использованием щелей Соллера.

На основании выполненного рентгеноструктурного анализа образца, полученного методом искрового плазменного спекания, было установлено, что основными фазами спеченного изделия являются WC, WC₃, Co₃Fe₇ и C.

Ключевые слова: вольфрамсодержащие материалы, электроэрозионное диспергирование, порошок, искровое плазменное спекание, рентгеноструктурный анализ.

DOI: 10.21869/2223-1560-2018-22-1-118-124

Ссылка для цитирования: Рентгеноструктурный анализ спеченных вольфрамсодержащих изделий, полученных искровым плазменным спеканием электро-эрозионных порошков / А.Ю. Алтухов, Е.В. Агеева, О.В. Кругляков, А.С. Осьминина // Известия Юго-Западного государственного университета. 2018. Т. 22, № 1(76). С. 118-124.

Введение

При большом многообразии видов и механизмов изнашивания в машиностроении одной из актуальных проблем является повышение качества деталей, рабо-

тающих в условиях абразивного и коррозионно-абразивного изнашивания, характерных для сельхозмашин, автомобилей, дорожно-строительных, пищеперерабатывающих машин, горнодобывающего оборудования и т.д. Эта проблема может

быть решена за счет применения эффективных методов изготовления спеченных изделий путем применения специальных материалов, обеспечивающих получение деталей с заданными физико-механическими свойствами. Такими материалами, с точки зрения цены и качества, являются, прежде всего, порошковые материалы, полученные из отходов вольфрамсодержащих сплавов [1-10].

Одним из перспективных методов получения порошка из вольфрамсодержащих отходов, отличающихся относительно невысокими энергетическими затратами и экологической чистотой процесса, является метод электроэрозионного диспергирования (ЭЭД) [11-18].

Для разработки технологии получения спеченных изделий из электроэрозионных порошков методом искрового плазменного спекания требуется проведение комплексных исследований состава, структуры и свойств спеченных материалов.

Целью настоящей работы являлось проведение рентгеноструктурного анализа спеченных вольфрамсодержащих изделий, полученных искровым плазмен-

ным спеканием электроэрозионных порошков.

Материалы и методы исследования

При постановке экспериментов по получению вольфрамсодержащих нанокomпозиционных спеченных изделий в качестве порошковых материалов использовалась порошковая композиция, представляющая собой смесь порошков, полученных электроэрозионным диспергированием отходов стали Р6М5, твердого сплава ВК8 в соотношении 30% на 70%, полученных в керосине осветительном.

Консолидация порошков проведена методом искрового плазменного спекания с использованием системы искрового плазменного спекания SPS 25-10. Исходный материал размещали в матрице из графита, помещаемой под пресс в вакуумной камере. Электроды, интегрированные в механическую часть пресса, подводят электрический ток к матрице и создают искровые разряды между спекаемыми частицами материала, обеспечивая интенсивное взаимодействие.

Процесс консолидации порошков схематически приведен на рисунках 1 и 2.



Рис. 1. Принципиальная схема SPS синтеза

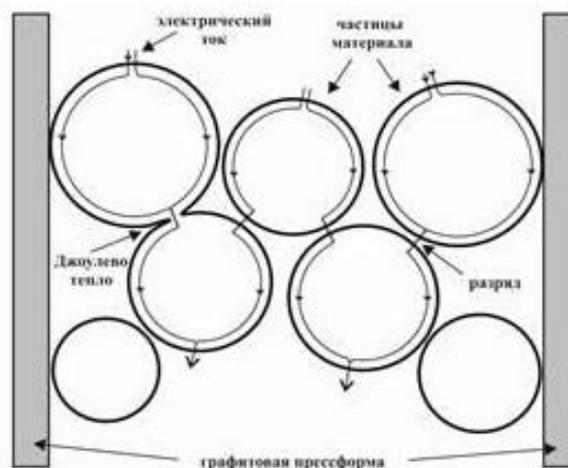


Рис. 2. Общая схема нагрева по методу SPS

Преимущества технологии искрового плазменного спекания: равномерное распределение тепла по образцу; высокая плотность или контролируемая пористость; связующие материалы не требуются; равномерное спекание однородных и разнородных материалов; короткое время рабочего цикла; изготовление детали сразу в окончательной форме и получение профиля, близкого к заданному.

Результаты и их обсуждение

Результаты рентгеноспектрального микроанализа спеченного образца (Р6М5 30 %, ВК8 70%) по поверхности приведены на рисунке 2 и в таблице.

Исследование фазового состава образца проводили методом рентгеновской дифракции на дифрактометре Rigaku Ultima IV в излучении Cu-K_α (длина волны $\lambda = 0,154178$ нм) с использованием щелей Соллера. Съемку дифракционного спектра для фазового анализа проводят по схеме θ - 2θ сканирования с фокусировкой по Брегу-Брентано в интервале углов $5 \dots 100$ град. 2θ . Съемку осу-

ществляют в поточечном режиме с шагом сканирования $\Delta(2\theta) = 0,02$ град, скоростью $0,6$ град/мин, рабочее напряжение 45 кВ, ток 200 мА. Для уточнения профиля экспериментальных рентгенограмм использовали программный пакет PDXL RIGAKU. Вычитание фона проводили методом Сонневельда-Виссера, сглаживание экспериментального профиля – методом Савицкого-Голая, разделение компонент $k_{\alpha 1}$ и $k_{\alpha 2}$ – методом Рачингера. Для описания дифракционных максимумов использовали суперпозицию функции Гаусса и функции Лоренца. Аппроксимация каждого из рефлексов на дифрактограммах исследуемых образцов функцией псевдо – Войгта позволила точно определить положение рефлексов с учетом смещения, вызванного перекрытием рефлексов, на половине максимума интенсивности (FWHM) и интенсивность. Фазовый состав покрытий определяли с помощью БД ICDD PDF-2 (2014).

Результаты рентгеноструктурного анализа приведены на рисунке 3 и в таблице.

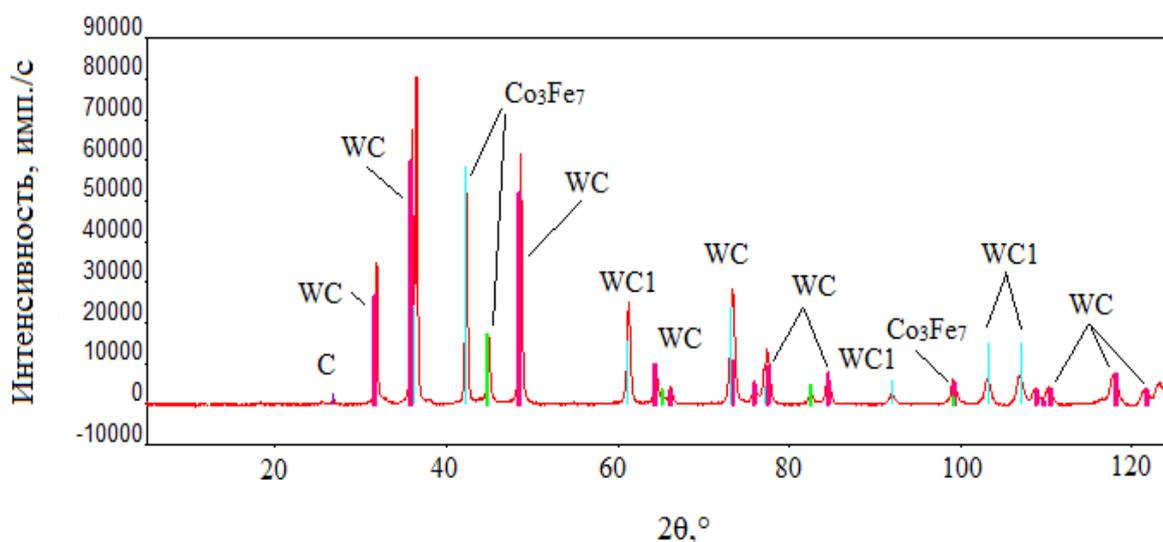


Рис. 3. Дифрактограмма образца

Фазовый состав спеченного изделия

Название	Химическая формула	Тип решетки	Параметры решетки
Высший карбид вольфрама	WC	Гексагональная кристаллическая решётка	a = 2,893784 Å b = 2,893784 Å c = 2,82710 Å
Кубический карбид вольфрама	WC ₃	Кубическая кристаллическая решётка	a = 4,247907 Å b = 4,247907 Å c = 4,247907 Å
Железо кобальтовое	Co ₃ Fe ₇	Кубическая кристаллическая решётка	a = 2,862786 Å b = 2,862786 Å c = 2,862786 Å
Углерод	C	Гексагональная кристаллическая решётка	a = 2,507336 Å b = 2,507336 Å c = 13,352335 Å

На основании проведенных исследований, направленных на изучение рентгеноструктурного анализа спеченных вольфрамсодержащих изделий, полученных искровым плазменным спеканием электроэрозионных порошковэкспериментально установлено, что основными фазами в спеченных изделиях являются WC, WC₃, Co₃Fe₇ и C.

Работа выполнена поддержке гранта РФФИ (договор № 31 16-38-60064\15 от 02.12.2015 г.).

Список литературы

1. Попова М.В., Моисеенко Д.В., Мансуров Ю.Н. Исследование влияния гомогенизирующего отжига на структуру никелида титана, спеченного методом искрового плазменного спекания // Современные материалы, техника и технологии. 2017. № 3 (11). С. 97-103.
2. Сивков А.А., Герасимов Д.Ю., Евдокимов А.А. Зависимость физико-механических и структурных свойств титанкерамики от температуры искрового плазменного спекания // Российские нанотехнологии. 2015. Т. 10. № 9-10. С. 88-93.
3. Федосова Н.А., Варданян А.Э., Кольцова Э.М. Численное моделирование процесса искрового плазменного спекания керамического композита // Успехи в химии и химической технологии. 2015. Т. 29. № 4 (163). С. 33-35.
4. Моделирование физических процессов при искровом плазменном спекании наноструктурированных порошковых материалов / А.В. Смирнов, Д.И. Юшин, Н. Солис Пинарготе, П.Ю. Перетягин, Р. Торресильяс // СТИН. 2015. № 8. С. 34-40.
5. Конечно-элементное моделирование процесса искрового плазменного спекания режущих пластин / Кочергин С.А., Моргунов Ю.А., Саушкин Б.П. // СТИН. 2015. № 10. С. 28-32.
6. Колпаков М.Е., Дресвянников А.Ф., Доронин В.Н. Искровое плазменное спекание прекурсора на основе элементов Fe, Co, Al // Вестник Казанского технологического университета. 2011. № 12. С. 16-20.

7. Керамоматричные композиты, модифицированные углеродными нанотрубками: искровое плазменное спекание, моделирование, оптимизация / Н.А. Федосова, Э.М. Кольцова, Н.А. Попова, Е.В. Жариков, Е.С. Лукин // Новые огнеупоры. 2015. № 12. С. 13-17.

8. Искровое плазменное спекание изделий сложной формы с использованием квазиизостатического прессования / В.Ю. Баринов, А.С. Рогачев, С.Г. Вадченко, Д.О. Московских, Ю.Р. Колобов // Международный журнал прикладных и фундаментальных исследований. 2016. № 1-3. С. 312-315.

9. Маслов А.Р., Никитин А.А., Оганян Г.В. Исследование режущих свойств твердого сплава, изготовленного искровым плазменным спеканием // Вестник МГТУ Станкин. 2017. № 3 (42). С. 52-55.

10. Перетягин П.Ю., Кузнецова Е.В., Торресильяс Р.С.М. Получение изделий сложной геометрической формы методом искрового плазменного спекания // Инновации. 2016. № 8 (214). С. 92-98.

11. Получение заготовок твердого сплава из порошков, полученных электроэрозионным диспергированием вольфрамсодержащих отходов / Е.В. Агеев, Е.В. Агеева, В.Ю. Карпенко, А.С. Осьминина // Упрочняющие технологии и покрытия. 2014. № 4 (112). С. 24-27.

12. Ageeva E.V., Ageev E.V., Noryakova N.M., Malukhov V.S. Production of copper electroerosion nanopowders from wastes in kerosene medium // Журнал нано- и электронной физики. 2014. Т. 6. № 3. С. 03011-1-03011-3.

13. Ageev E.V., Latypov R.A. Fabrication and investigation of carbide billets from powders prepared by electroerosive disper-

sion of tungsten-containing wastes // Russian Journal of Non-Ferrous Metals, 2014, vol. 55, no. 6, pp. 577-580.

14. Агеев Е.В., Агеева Е.В., Хорьякова Н.М. Состав и свойства медных порошков, полученных электроэрозионным диспергированием: монография. Курск, 2014. 144 с.

15. Рентгеноспектральный микроанализ частиц порошков, полученных электроэрозионным диспергированием твердого сплава / Е.В. Агеев, В.Н. Гадалов, Б.А. Семенихин, Е.В. Агеева, Р.А. Латыпов // Упрочняющие технологии и покрытия. 2011. № 2. С. 13-16.

16. Агеев Е.В., Латыпов Р.А. Восстановление и упрочнение деталей автотракторной техники порошками, полученными электроэрозионным диспергированием отходов твердых сплавов // Международный научный журнал. 2011. № 5. С. 103-106.

17. Определение основных закономерностей процесса получения порошков методом электроэрозионного диспергирования / Е.В. Агеев, Е.В. Агеева, А.С. Чернов, Г.С. Маслов, Е.И. Паршина // Известия Юго-Западного государственного университета. 2013. № 1 (46). С. 85-90.

18. Агеев Е.В., Семенихин Б.А., Латыпов Р.А. Исследование микротвердости порошков, полученных электроэрозионным диспергированием твердого сплава // Вестник Федерального государственного образовательного учреждения высшего профессионального образования Московский государственный агроинженерный университет им. В.П. Горячкина. 2011. № 1 (46). С. 78-80.

Поступила в редакцию 04.12.17

UDC 621.762.27

A. Yu. Altukhov, Candidate of Engineering Sciences, Associate Professor, Southwest State University (Kursk, Russia) (e-mail: alt997@yandex.ru)

E. V. Ageeva, Candidate of Engineering Sciences, Associate Professor, Southwest State University (Kursk, Russia) (e-mail: ageeva-ev@yandex.ru)

O. V. Kruglyakov, Post-Graduate Student, Southwest State University (Kursk, Russia) (e-mail: krug-ov@mail.ru)

A. S. Osminina, Student, Southwest State University (Kursk, Russia) (e-mail: osminina-as@yandex.ru)

X-RAY CRYSTALLOGRAPHY OF SINTERED TUNGSTEN-CONTAINING PRODUCTS OBTAINED BY SPARK PLASMA SINTERING OF ELECTROSPARK POWDERS

One of the promising methods for obtaining powder from tungsten-containing waste, characterized by relatively low energy costs and ecological purity of the process, is the method of electrospark dispergation. To develop a technology for obtaining sintered products from electrospark powders produced using the method of spark plasma sintering, complex investigations of the composition, structure and properties of sintered materials are required.

The purpose of this work was to perform X-ray analysis of sintered tungsten-containing items obtained by spark plasma sintering of electrospark powders.

In the experiments on the production of tungsten-containing nanocomposite sintered products, composition of powders which is a mixture of powders obtained by electrospark dispergation of R6M5 steel waste, hard alloy VK8 in a ratio of 30% to 70% obtained in illuminating kerosene was used as powder material. The powders are consolidated by the method of spark plasma sintering using the system of spark plasma sintering SPS 25-10. The advantages of the technology of spark plasma sintering are: uniform distribution of heat over the sample; high density or controlled porosity; bonding materials are not required; uniform sintering of homogeneous and heterogeneous materials; short cycle time; the production of a part immediately in the final form and the obtaining of a profile close to the set one.

The phase composition of the sample was studied by X-ray diffraction using a Rigaku Ultima IV diffractometer in Cu-K α radiation (wavelength $\lambda = 0.154178$ nm) using Soller slits.

Based on the performed X-ray diffraction analysis of the sample obtained by spark plasma sintering, it was found that the main phases of the sintered item are WC, WC₃, Co₃Fe₇, and C.

Key words: tungsten-containing materials, electrospark dispergation, powder, spark plasma sintering, X-ray diffraction analysis.

DOI: 10.21869/2223-1560-2018-22-1-118-124

For citation: Altukhov A. Yu., E Ageeva. V., Kruglyakov O. V., Osminina A. S. X-Ray Crystallography of Sintered Tungsten-Containing Products Obtained by Spark Plasma Sintering Of Electrospark Powders. Proceedings of the Southwest State University, 2018, vol. 22, no. 1(76), pp. 118-124 (in Russ.).

Reference

1. Popova M.V., Moiseenko D.V., Mansurov Yu.N. Issledovanie vliyaniya gomogeniziruyushhego otzhiga na strukturu nikelida titana, spechennogo metodom iskrovogo plazmennogo spekaniya. *Sovremennye materialy, tekhnika i tekhnologii*, 2017, no. 3 (11), pp. 97-103.

2. Sivkov A.A., Gerasimov D.Yu., Evdokimov A.A. Zavisimost fiziko-mehaničeskix i strukturnyx svojstv tin-keramiki ot temperatury iskrovogo plazmennogo spekaniya. *Rossijskie nanotekhnologii*, 2015, vol. 10, no. 9-10, pp. 88-93.

3. Fedosova N.A., Vardanyan A.E., Kolcova E.M. Chislennoe modelirovanie processa iskrovogo plazmennogo spekaniya keramičeskogo kompozita. *Uspexi v ximii i ximičeskoj tehnologii*, 2015, vol. 29, no. 4 (163), pp. 33-35.

4. Smirnov A.V., Yushin D.I., Solis Pinargote N., Peretyagin P.Yu., Torresilyas R. Modelirovanie fizičeskix processov pri iskrovom plazmennom spekanii nanostrukturirovannyx poroshkovyx materialov. *STIN*, 2015, no. 8, pp. 34-40.

5. Kochergin S.A., Morgunov Yu.A., Saushkin B.P. Konečno-elementnoe mod-

elirovanie processa iskrovogo plazmennogo spekaniya rezhushhix plastin. STIN, 2015, no. 10, pp. 28-32.

6. Kolpakov M.E., Dresvyannikov A.F., Doronin V.N. Iskrovoe plazmennoe spekanie prekursora na osnove elementnyx Fe, Co, Al. Vestnik Kazanskogo tekhnologicheskogo universiteta, 2011, no. 12, pp. 16-20.

7. Fedosova N.A., Kolcova E.M., Popova N.A., Zharikov E.V., Lukin E.S. Keramomatrichniye kompozity, modifitsirovannyye uglerodnymi nanotrubkami: iskrovoe plazmennoe spekanie, modelirovanie, optimizatsiya. Novyye ogneupory, 2015, no. 12, pp. 13-17.

8. Barinov V.Yu., Rogachev A.S., Vadchenko S.G., Moskovskikh D.O., Kolobov Yu.R. Iskrovoe plazmennoe spekanie izdeliy slozhnoy formy s ispolzovaniem kva-ziizostaticheskogo pressovaniya. Mezhdunarodnyy zhurnal prikladnyx i fundamentalnyx issledovaniy, 2016, no. 1-3, pp. 312-315.

9. Maslov A.R., Nikitin A.A., Oganyan G.V. Issledovanie rezhushhix svoystv tverdogo splava, izgotovlennogo iskrovym plazmennym spekaniem. Vestnik MGTU Stankin, 2017, no. 3 (42), pp. 52-55.

10. Peretyagin P.Yu., Kuznecova E.V., Torresilyas R.S.M. Poluchenie izdeliy slozhnoy geometricheskoy formy metodom iskrovogo plazmennogo spekaniya. Innovatsii, 2016, no. 8 (214), pp. 92-98.

11. Ageev E.V., Ageeva E.V., Karpenko V.Yu., Osminina A.S. Poluchenie zagotovok tverdogo splava iz poroshkov, poluchennyx elektroerozionnym dispergirovaniem volframsoderzhashhix otkhodov. Uprochnyayushhie tekhnologii i pokrytiya, 2014, no. 4 (112), pp. 24-27.

12. Ageeva E.V., Ageev E.V., Horyakova N.M., Malukhov V.S. Production of copper electroerosion nanopowders from

wastes in kerosene medium. Zhurnal nano- i elektronnoy fiziki, 2014, vol. 6, no. 3, pp. 03011-1-03011-3.

13. Ageev E.V., Latypov R.A. Fabrication and investigation of carbide billets from powders prepared by electroerosive dispersion of tungsten-containing wastes. Russian Journal of Non-Ferrous Metals, 2014, vol. 55, no. 6, pp. 577-580.

14. Ageev E.V., Ageeva E.V., Horyakova N.M. Sostav i svoystva mednyx poroshkov, poluchennyx elektroerozionnym dispergirovaniem. Kursk, 2014, 144 p.

15. Ageev E.V., Gadalov V.N., Semenixin B.A., Ageeva E.V., Latypov R.A. Rentgenospektralnyy mikroanaliz chastich poroshkov, poluchennyx elektroerozionnym dispergirovaniem tverdogo splava. Uprochnyayushhie tekhnologii i pokrytiya, 2011, no. 2, pp. 13-16.

16. Ageev E.V., Latypov R.A. Vostanovlenie i uprochnenie detalej avto-traktornoj tekhniki poroshkami, poluchennyymi elektroerozionnym dispergirovaniem otkhodov tverdyx splavov. Mezhdunarodnyy nauchnyy zhurnal, 2011, no. 5, pp. 103-106.

17. Ageev E.V., Ageeva E.V., Chernov A.S., Maslov G.S., Parshina E.I. Opredelenie osnovnyx zakonomernostey processa polucheniya poroshkov metodom elektroerozionnogo dispergirovaniya. Izvestiya Jugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta, 2013, no. 1 (46), pp. 85-90.

18. Ageev E.V., Semenixin B.A., Latypov R.A. Issledovanie mikrotverdosti poroshkov, poluchennyx elektroerozionnym dispergirovaniem tverdogo splava. Vestnik Federalnogo gosudarstvennogo obrazovatel'nogo uchrezhdeniya vysshego professional'nogo obrazovaniya Moskovskij gosudarstvennyy agroinzhenernyy universitet im. V.P. Goryachkina, 2011, no. 1 (46), pp. 78-80.