

Минобрнауки России  
федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение  
высшего образования  
«Санкт-Петербургский государственный технологический институт  
(технический университет)»

Направление подготовки – 22.03.01 – Материаловедение и технологии материалов

Направленность – Материаловедение и технологии конструкционных и функциональных материалов

УДК 621.762.2

Факультет Химии веществ и материалов

Кафедра Химической технологии тугоплавких неметаллических и силикатных материалов

**ВЫПУСКНАЯ КВАЛИФИКАЦИОННАЯ РАБОТА БАКАЛАВРА**  
**Тема «Оценка качества твёрдосплавных гранулированных пресс-порошков»**

Обучающаяся \_\_\_\_\_  \_\_\_\_\_ 22.06.2020 Ю.А. Алхимова  
(подпись, дата)

Заведующий кафедрой \_\_\_\_\_ 22.06.2020 И.Б. Пантелеев  
(подпись, дата)

Руководитель, доцент \_\_\_\_\_ 22.06.2020 В.Н. Фищев  
(подпись, дата)

Нормоконтролер, доцент \_\_\_\_\_ 22.06.2020 Н.О. Тагильцева  
(подпись, дата)

Санкт-Петербург  
2020

Минобрнауки России  
федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение  
высшего образования  
«Санкт-Петербургский государственный технологический институт  
(технический университет)»

ЗАДАНИЕ НА ВЫПУСКНУЮ КВАЛИФИКАЦИОННУЮ РАБОТУ  
БАКАЛАВРА

Направление подготовки – 22.03.01 – Материаловедение и технологии материалов

Направленность – Материаловедение и технологии конструкционных и функциональных материалов

УДК 621.762.2

Факультет Химии веществ и материалов

Кафедра Химической технологии тугоплавких неметаллических и силикатных материалов

Обучающаяся Алхимова Юлия Алексеевна

Тема «Оценка качества твёрдосплавных гранулированных пресс-порошков»

Утверждена приказом по институту от 23.03.2020 № 324–032

Срок сдачи работы 22 июня 2020 г.

Цель работы: определение влияния режима распылительной сушки в условиях ООО «Вириал» на свойства твёрдосплавного пресс-порошка и характеристики прессовых заготовок и спеченных образцов.

Исходные данные:

1. Панов, В.С. Технология и свойства спеченных твердых сплавов и изделий из них: учебное пособие для вузов / В.С. Панов, А.М. Чувиллин – Москва : МИСИС, 2001. – 428 с. – ISBN 5-87623-076-6.
2. Третьяков, В.И. Основы металловедения и технологии производства спеченных твердых сплавов / В.И. Третьяков – Москва : Изд-во «Металлургия», 1976. – 528 с.
3. Фальковский, В.А. Твердые сплавы / В.А. Фальковский, Л.И. Клячко – Москва : Издательский дом «Руда и металлы», 2005. – 399 с. – ISBN 5-8216-0067-7.

Основные задачи ВКР бакалавра:

1. Провести анализ литературы;
2. Определить характеристики отечественного и коммерческих пресс-порошков;
3. Определить оптимальный режим распылительной сушки;
4. Провести прессование и спекание заготовок, оценить их качество;
5. Сравнить характеристики полученных образцов с показателями коммерческих аналогов.

Перечень графического материала:

Микрофотографии зерен исследуемых пресс-порошков;

Гистограммы распределения частиц исследуемых пресс-порошков по числу частиц и по объему;

Мультимедийная презентация

Иллюстративный материал к докладу

Заведующий кафедрой \_\_\_\_\_ 23.03.2020 И.Б. Пантелеев  
(подпись, дата)

Руководитель, профессор \_\_\_\_\_ 23.03.2020 Ф.Н. Фищев  
(подпись, дата)

Задание приняла к \_\_\_\_\_  \_\_\_\_\_ 23.03.2020 Ю.А. Алхимова  
выполнению (подпись, дата)

## РЕФЕРАТ

Отчет 56 с., 12 рис., 10 табл., 33 источника, 2 прил.

ТВЕРДЫЕ СПЛАВЫ, ГРАНУЛЯЦИЯ, РАСПЫЛИТЕЛЬНАЯ СУШКА,  
ГРАНУЛОМЕТРИЧЕСКИЙ СОСТАВ, ПОКАЗАТЕЛИ СПЕКАНИЯ,  
КОЭФФИЦИЕНТ УСАДКИ

Данная дипломная работа посвящена определению качества твердосплавных пресс-порошков.

В ходе работы были проведены исследования коммерческих пресс-порошков сторонних производителей, на основе полученных данных на базе ООО «Вириал» получен конкурентоспособный твердосплавный пресс-порошок. Проведена оценка показателей качества пресс-порошков после прессования и спекания.

При производстве пресс-порошка была установлена связь между режимами распылительной сушки и конечными свойствами пресс-порошка. Получен режим сушки, находящий применение в производстве на предприятии.

Получено достаточное количество образцов, полученных при различных давлениях прессования, демонстрирующих высокое качество полученного пресс-порошка, не уступающего импортным аналогам.

## Содержание

ВВЕДЕНИЕ .....	7
1 АНАЛИТИЧЕСКИЙ ОБЗОР .....	8
1.1 Твердые сплавы. Роль в технике .....	8
1.2 Классификация твердых сплавов .....	9
1.2.1 Классификация по составу .....	9
1.2.2 Классификация по размеру зерна карбида .....	10
1.2.3. Международные классификации твердых сплавов .....	11
1.3 Производство спечённых твёрдых сплавов .....	13
1.4 Способы грануляции твёрдосплавных пресс-порошков. ....	18
1.5 Оценка качества твёрдосплавных пресс-порошков.....	23
и прессовых заготовок .....	23
1.5.1 Методы определения гранулометрического состава .....	25
1.5.2 Удельная поверхность .....	25
1.5.3 Определение насыпной плотности .....	26
1.5.4 Показатели спекания .....	26
Выводы по аналитическому обзору .....	28
2 ЦЕЛЬ И ЗАДАЧИ РАБОТЫ .....	29
3 ОСНОВНАЯ ЧАСТЬ. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ .....	30
3.1 Методы исследования .....	30
3.1.1 Определение насыпной плотности .....	30
3.1.2 Определение влажности порошков .....	30
3.1.3 Определение текучести пресс-порошка .....	31
3.1.4 Определение усадки при спекании .....	31

3.1.5	Определение размеров частиц .....	31
3.1.6	Рентгенофлуоресцентный анализ .....	32
3.1.7	Гранулометрический анализ .....	32
3.1.8	Измерение плотности прессовок и спеченных образцов .....	33
3.2	Объекты исследования .....	34
3.3	Приготовление образцов .....	37
3.3.1	Приготовление пресс-порошка методом распылительной сушки ..	37
3.3.2	Прессование заготовок .....	39
3.3.3	Спекание заготовок .....	40
3.4	Результаты и обсуждение.....	40
ВЫВОДЫ.....		47
Список использованных источников .....		49
Приложение А .....		53
Приложение Б.....		55

## **ВВЕДЕНИЕ**

Уровень требований, предъявляемых к инструментальным материалам, постоянно возрастает. Это связано с рядом процессов, происходящих в последние годы в сфере механической обработки. Таким образом, требуются инструменты все более и более высокой надежности, с повышенным сроком службы, которые могут использоваться для высокоскоростной и высокоэффективной резки. Одним из материалов для таких инструментов являются разнообразные твердые сплавы.

Твердые сплавы (ТС) представляют собой двухфазные спеченные композиционные материалы особого класса, обладающие высокой твердостью, износостойкостью и прочностью, которые сохраняются при высоких температурах [1]. Это уникальный класс материалов с точки зрения возможности регулирования свойств за счет изменения состава и микроструктуры.

Получение инструмента или детали высокого качества без дефектов и производственного брака – важнейшая задача каждого добросовестного производителя, нацеленного на достойный результат. Таким образом, поэтапный контроль качества пресс-порошков – ответственная часть рабочего процесса. Производится как входной контроль используемого сырья, так и проверка на промежуточных стадиях производства. В подавляющем большинстве случаев производственный брак можно предотвратить при тщательной проверке стадий процесса.

Данная работа посвящена производству пресс-порошка высокого качества с осуществлением технологического контроля на каждой стадии и отработкой режима производства.

# 1 АНАЛИТИЧЕСКИЙ ОБЗОР

## 1.1 Твердые сплавы. Роль в технике

Твердые сплавы – это композиции из карбида (реже – карбонитрида, бориды, нитрида или силицида) тугоплавкого металла (более 50% по объему) и сравнительно «легкоплавкого» связующего металла группы железа [2]. Поэтому их также называют «цементированными карбидами». Содержание металлической связки колеблется в пределах – от 3 до 15% [1].

Спектр применений твердых сплавов и керметов нового поколения широк. Режущие инструменты – это одна из самых емких областей применения твердых сплавов. Они используются в качестве износостойких элементов в инструментах для резки, шлифовки, сверления, таких, например, как пилы, резак, сверла, буры. Износостойкие элементы могут встраиваться в инструмент в виде сменных вставок внутрь подложки из другого материала, например, стали. Инструмент может иметь множественные вставки из твердосплавного материала, интегрированные в одну подложку, как например, в некоторых буровых коронках. Твердосплавные элементы также могут также образовывать всю головку (наконечник) инструмента. Режущие инструменты могут включать поворотные резцы для операций точения, фрезеровки, сверления и бурения, а также торцевые, расточные, червячные и другие фрезы, метчики, буры, различные сверла и пр. для механической обработки металлов, композитов, пластиков и древесины. Твердосплавные композиции, используемые в операциях механической обработки, имеют особые преимущества по сравнению с быстрорежущими сталями, такие как увеличенный срок службы и повышенная производительность инструментов за счет возможности увеличения скорости резки. Доля режущих инструментов из твердых сплавов весьма значительна среди других производимых режущих материалов [3].

Твердые сплавы могут также использоваться для изготовления корпусов и внешних поверхностей различных устройств, износостойких деталей и пар трения, обеспечивая им требуемую работоспособность в определенных рабочих условиях, например, для применений в буровом и горнодобывающем оборудовании.

Помимо режущих инструментов, конструкционных и износостойких деталей твердые сплавы используются в огромном разнообразии пресс-форм и пуансонов для порошковой металлургии, матриц для синтеза алмазов, инструмента для волочения проволоки, экструзии,ковки и холодной высадки.

## **1.2 Классификация твердых сплавов**

Вследствие многообразия составов и свойств твердых сплавов существует множество различных классификационных признаков: состав, размер зерна карбида, метод покрытия, тип покрытия, вид обработки, область применения.

### **1.2.1 Классификация по составу**

По составу современные спеченные твердые сплавы классифицируют на 4 основные группы:

1. Сплавы на основе сочетаний карбида вольфрама и кобальта (с учетом добавок других карбидов). Обозначаются буквами ВК с добавлением цифры, указывающей содержание кобальта в сплаве. Наиболее распространенные и прочные, но имеют относительно низкую износостойкость.

2. Сплавы на основе  $WC - TiC - Co$ . Обозначаются буквами ТК с добавлением после каждой буквы числа, соответствующего содержанию карбида титана и кобальта. По сравнению со сплавами группы ВК обладают

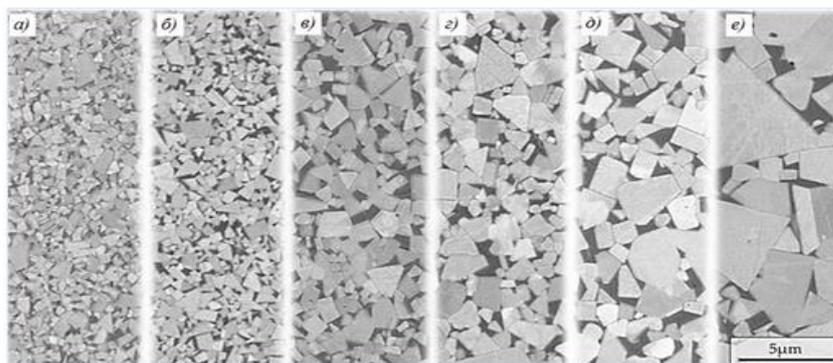
большой стойкостью к окислению, твердостью и жаропрочностью и в то же время меньшими теплопроводностью и электропроводностью, а также модулем упругости.

3. Сплавы на основе WC – TiC – TaC(NbC) – Co. Обозначаются буквами ТТК, цифра после букв ТТ указывает на суммарное содержание карбидов титана и тантала (или ниобия). Вследствие большого содержания кобальта имеют относительно низкую твердость, но высокую прочность и «пластичность»,

4. Безвольфрамовые твердые сплавы на основе TiC(TiN) – Ni – Mo. Обозначаются сообразно содержащимся веществам (например, ТН-20 и КНТ-20). Обладают высокой твердостью и износостойкостью, но при этом повышенной хрупкостью.

### **1.2.2 Классификация по размеру зерна карбида**

В обзоре [4] предложена классификация твердых сплавов системы WC–Co в зависимости от размера зерен карбидов: ультратонкие (0,2–0,5 мкм), субмикронные (0,5–0,9 мкм), тонкие (1,0–1,3 мкм), средние (1,4–3,4 мкм), крупные (2,5–5,0 мкм) и сверхкрупные (>5 мкм). Зависимости представлены на рисунке 1.



а – ультратонкие; б – субмикронные; в – тонкие; г – средние;  
д – крупные; е – сверхкрупные

Рисунок 1 –Классификация твердых сплавов системы WC–Co в зависимости от размера зерна [5]

Снижение размеров зерен карбида вольфрама приводит к увеличению показателей механических свойств твердых сплавов: твердость и прочность увеличиваются, однако показатели вязкости разрушения снижаются [6]. Сплавы с меньшим размером зерна карбидной фазы позволяют затачивать более острую режущую кромку (допускают получение радиуса закругления режущей кромки до 1,0-2,0 мкм).

Мелкозернистые сплавы изготавливаются с использованием карбида вольфрама со средним размером WC-зерен 9мкм из подвергнутых длительному мокрому размолу твердосплавных смесей [3].

Для инструментальных применений размер зерна составляет обычно от 0,5 до 8 мкм, для металлорежущих – не более 5 мкм. Размер зерна карбида может колебаться в пределах от 0,15 до 150 мкм.

### 1.2.3. Международные классификации твердых сплавов

За рубежом действует классификация по ISO 513, которая в 1994 г. была дополнена стандартом ISO TR 11255 [7], замененного в последствие последней версией основного стандарта [8].

В зависимости от обрабатываемого материала сплавы разбиты на группы, которые в свою очередь подразделяются на подгруппы в зависимости от конкретных условий применения. Так, материалы делятся на дающие дробную, сливную, элементную и сыпучую стружку. В настоящее время классификацию сплавов по ИСО широко используют для характеристики областей применения различных марок твердых сплавов.

В связи с существенными изменениями в технологии резания на многих предприятиях введена новая система обозначения твердых сплавов, не совпадающая с общепринятой. В маркировке новых сплавов принято буквенно-цифровое обозначение [9]:

1-й знак (буква) — группа сплава: Н – ТК-сплавы; Т – ТТК, М –ТС-сплавы; В – ВК-сплавы; А – мелкозернистый ВК-сплав;

2-й знак (буква) — метод покрытия: С — химическое осаждение из газовой фазы (CVD); Р — ионно-плазменное нанесение покрытий (PVD);

3-й и 4-й знаки — основная группа применения по ИСО 513 (Р, М, К, N, S, H) и числовой индекс: 01, 05, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50;

5-й знак — тип покрытия (буква): А, В, Е, К, Н, О, Р, Т — указывают на различную комбинацию химических элементов, входящих в состав покрытия;

6-й знак — вид обработки: Т (Turning) — точение; М (Milling) — фрезерование.

Например, обозначение твердого сплава нового поколения ВС35РТ (аналог сплава ВК8) означает: сменная многогранная пластина, изготовленная из твердого сплава группы ВК, полученная вакуумно-компрессионным спеканием с нанесением покрытия в газовой среде, применяется для точения материалов с образованием сливной стружки.

Классификация сортов «С» по стандартам Объединенного Промышленного Совета США (the Joint Industrial Council of the United States) подобно классификации ISO является попыткой распределения типов твердых сплавов по их конкретному назначению. Различные производители могут

присвоить группу «С» каждому сорту твердого сплава, внося таким образом некоторую упорядоченность в эту область.

Классификация твердых сплавов по областям применения является условной, поскольку области применения твердых сплавов постоянно изменяются и создаются новые марки сплавов.

Выделяются три основные группы:

1. Режущий инструмент различного назначения (резцы, сверла, развертки, фрезы, зенкеры и др.);
2. Буровой инструмент (резцы, зубки, шарошки), для горнодобывающей промышленности, строительный инструмент;
3. Специальный инструмент (деревообработка, бесстружковая обработка, обработка давлением, конструкционные детали и др.).

Если общий выпуск твердых сплавов принять за 100%, то для металлообработки резанием он составляет около 67%; для бурения, на нефть и проходческие работы – 13%; для деревообработки – 11%; для конструкционных материалов – 9%.

Несмотря на то, что твердосплавные изделия в 3–5 раз дороже высоколегированных стальных и чугуновых, они себя оправдывают экономически за счет своих свойств.

### **1.3 Производство спечённых твёрдых сплавов**

Технологии производства разных марок твердых сплавов имеют много общего и различаются лишь по наличию или отсутствию некоторых технологических операций, а также по необходимому оборудованию.

Типовая укрупненная схема производства важнейших твердых сплавов ВК, ТК и ТТК представлена на рисунке 2 [1], она включает в себя стадии получения исходных порошков, приготовление смеси карбидов с кобальтом, прессование, спекание, доводку и конечный контроль.

В настоящее время производители твердосплавного инструмента используют готовые карбиды.

Смешиванию подвергаются порошки карбида вольфрама и, при изготовлении соответствующих марок твердых сплавов, карбиды титана, тантала и ниобия, а также металла-связки с заданным размером зерна. Также добавляются сажа и металлический вольфрам (для корректировки содержания углерода).

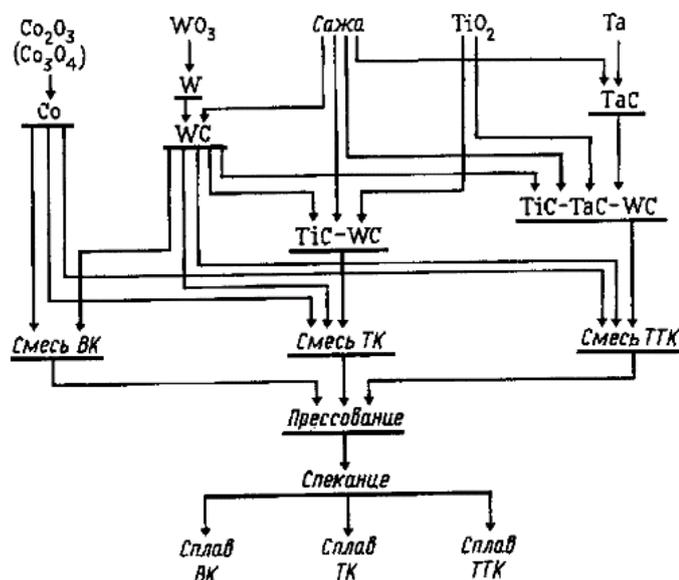


Рисунок 2 – Принципиальная технологическая схема производства твердых сплавов

Для диспергирования компонентов, а также для предотвращения их окисления смешивание производится при добавлении размольной жидкости (спирта, гексана, органических жидкостей). Смешение происходит совместно с размолотом в атриторах или барабанных мельницах. Наиболее важными параметрами являются скорость вращения (оптимально – 70-80% от критической) и степень заполнения барабана размольными телами (30-45%) [10].

Порошки для сухого прессования должны иметь необходимую текучесть и размер гранул. Для этого производится грануляция порошка, которая обычно объединена с этапом сушки. Сушка производится в сушильных/вытяжных шкафах и распылительным способом.

Оптимальной является сушка распылением. При этом способе манипуляциям подвергается пульпа, состоящая из смеси порошков, размольной жидкости и пластификатора. Под давлением пульпа подается в распылительную колонну, в результате чего образуются полые гранулы диаметром 20-200 мкм. Параметрами, влияющими на свойства образующегося пресс-порошка, являются температура, давление распыления, диаметр распылительной форсунки и свойства потока суспензии.

Пластифицирующие вещества, вводимые в смесь перед прессованием, с одной стороны, облегчают скольжение частиц порошка относительно друг друга и стенок пресс-формы, повышая тем самым степень уплотнения смеси, а с другой, придают заготовкам некоторую дополнительную прочность за счет клеящей способности пластификатора. Помимо этого, применяемые в производстве твердых сплавов пластификаторы должны удовлетворять следующим основным требованиям: легко удаляться из заготовок при сушке или низкотемпературной термообработке, не оставляя нежелательных примесей. В отечественной промышленности используют в основном синтетический каучук, который вводят в смеси в виде раствора в бензине. Также можно применять гликоль в виде спиртового раствора, камфару в виде раствора в бензине, ацетоне или эфире, смолу (глиптал), растворенную в бензине или ацетоне. Широкое распространение в последнее время получили: парафин, поливинилацетат, поливинилгликоль, полиэтиленгликоль, поливиниловый спирт [1].

Наиболее распространенным методом формования заготовок изделий является одностороннее прессование (прессование в матрице),

представляющее собой процесс компактирования порошка путем сдавливания его между двумя пуансонами, изготовленными также из твердого сплава.

Матрица может быть как стационарной, так и плавающей. Стационарная матрица позволяет осуществлять также двустороннее прессование, которое имеет неоспоримое преимущество в распределении давления и, как следствие, итоговой плотности изделия. Плавающие матрицы и матрицы с контролируемым движением позволяют распределять давление еще более эффективно. Осуществляется операция прессования на механических и гидравлических прессах. Рабочий диапазон применяемых давлений прессования выбирают обычно в пределах 100-150 МПа [11].

Для изготовления разнообразных сложных деталей в небольших количествах прибегают к методам косвенного формообразования. Исходным материалом для косвенных способов формообразования являются заготовки после предварительного спекания при температуре 700-800°C или изготовленные холодным изостатическим прессованием (СИР). Основной задачей является получение предварительной заготовки, близкой по форме к конечному изделию с учетом усадки. Последующая обработка заготовки может включать в себя обточку, сверление, фрезерование, профильную нарезку, профилирование или разрезку [2].

Также могут использоваться методы экструзии.

В настоящее время происходит непрерывное совершенствование как технологии, так и состава твердых сплавов. Совершенствование составов касается и карбидной, и связующей фаз: их количественных и качественных характеристик.

Что касается химического состава металлической связки, то в последние годы несколько поколебалось утвердившееся лидерство кобальта, в силу как экономических, так и сугубо технических факторов. Одним из таких факторов является невысокая коррозионная стойкость сплавов с кобальтовым связующим. Никель в этом плане рассматривается как наиболее

перспективная альтернатива кобальту. Содержание металла-связки является главным критерием, определяющим соотношение прочности и износостойкости в твердых сплавах. Сплавы с небольшим содержанием связки (2-6%) отличаются высокой износостойкостью при сравнительно низких значениях прочностных характеристик. С увеличением количества связки до 20-25% растет трещиностойкость и прочность, тогда как износостойкость падает, и наоборот. Это противоречие современные разработчики пытаются преодолеть, создавая новые марки с высокими показателями твердости и прочности, например, с твердостью HRA более 90 ед. и с уровнем прочности на изгиб более 2000 МПа. Одним из способов, позволяющих достичь подобного прогресса, является регулирование состава карбидной фазы.

Одним из направлений развития стала замена мелкозернистых твердых сплавов на наноструктурированные (с размером зерна карбида от 50 до 500 нм), которые позволяют производить буровой, штамповой и другой инструмент высокого качества. Помимо расширения возможностей для использования данного инструмента открываются возможности для более экономного, разумного использования дорогостоящих вольфрамовых и титановых сплавов. В настоящее время нанопорошки карбида вольфрама с дисперсностью менее 200 нм уже стали коммерчески доступными [12].

Для изготовления ультрадисперсных твердых сплавов используются современные технологии, позволяющие проводить быстрое спекание при более низких температурах. Например, компанией Boride Products была разработана технология «быстрого всестороннего уплотнения» (Rapid Omni – Directional Compaction, ROC), которая обеспечивает изготовление твердых сплавов с ультрадисперсным размером зерна практически со 100%-ной плотностью [13].

Путем добавления в твердосплавную смесь субмикронного порошка карбида вольфрама (60 нм) создаются субмикронные твердые сплавы, успешно используемые для производства твердосплавных стержней.

Одновременно с развитием ультрадисперсных и наноразмерных твердых сплавов совершенствуются крупнозернистые твердые сплавы с размером зерна 10-50 мкм, широко используемые для изготовления буров и других инструментов для горнодобывающей и дорожно-строительной техники. Расширяется применение бимодальных твердых сплавов, в которых карбидная фаза представляет собой смесь зерен двух размеров, сильно различающихся между собой. В бимодальных материалах крупные зерна обеспечивают высокую трещиностойкость, а мелкие частицы (возможно – наночастицы), равномерно распределенные в металлической связке, способствуют повышенному уровню твердости и износостойкости.

Другим примером нестандартной микроструктуры могут служить двойные цементированные карбиды, получаемые при спекании порошков WC-Co, и демонстрирующие двухуровневую спеченную микроструктуру [1].

Совершенствуются также и технологические процессы, используемые в производстве твердых сплавов. Освоено использование распылительной сушки, вакуумно-компрессионного спекания, позволяющего получить сплав с рекордно низкой пористостью, которая в свою очередь увеличивает эксплуатационную стойкость на 10-20%, нанесения покрытий, которые значительно увеличивают срок службы твердосплавных деталей [14,15].

#### **1.4 Способы грануляции твёрдосплавных пресс-порошков.**

Прессование негранулированного порошка, полученного высушиванием твердосплавной суспензии, крайне затруднено, поскольку частицы имеют маленькие размеры, неправильную угловатую форму и, как следствие, плохую сыпучесть. Порошок, прошедший стадию грануляции, имеет хорошую сыпучесть, низкое трение между частицами и склонность к заполнению форм.

Методы гранулирования можно разделить на методы активации, давления, или распыления [16]. В методах активации влажные частицы вводятся в контакт путем смешивания или центрифугирования так, чтобы силы связывания частиц вызывали агломерацию. В методах давления с помощью компактирования или экструдирования из порошков получают мелкие гранулы/окатыши. В методах распыления могут использоваться суспензии, которые распыляются на капли и высушиваются (метод распылительной сушки), либо гранулы получают путем напыления жидкости на псевдосжиженный слой частиц порошка (распылительное гранулирование в псевдосжиженном слое). Соединение частиц (адгезия) достигается с помощью капельных жидкостей или связующих. Капельные жидкости вызывают капиллярное стягивание, а связующее образует перемычки между частицами.

Гранулирование методом активации осуществляется в барабанах или смесителях; методы активации и давления обычно позволяют получать крупные гранулы, непригодные для сухого прессования, но годные в качестве исходного материала для операций прокаливания или литья под давлением. Грануляты для сухого прессования керамики обычно получают распылительными методами.

Обычно при изготовлении пресс-порошков твёрдосплавный порошок смешивают с раствором воска в ацетоне, гексане или спирте, затем высушивают в закрытой камере. Растворитель испаряется вследствие высоких температур, а полученный порошок подвергается классификации на грохоте или просеиванию через сито с нужным диаметром отверстий. Этот метод подразумевает высокую вовлеченность персонала и разделение стадий на грануляцию и сушку.

Для упрощения данной технологии используется наклонный стол-гранулятор. Регуляция подачи порошка, времени выдержки и угла наклона

стола позволяет варьировать размер частиц. При частичной автоматизации процесса сушка остается обязательной отдельной операцией.

Более удобным и производительным способом грануляции является распылительная сушка. Поток твердосплавной суспензии вертикально впрыскивается в атмосферу инертного газа под давлением 6-15 кг/см<sup>2</sup> и высушивается при температуре от 170 до 210°С. При этом силы поверхностного натяжения формируют сферические гранулы достаточно однородных размеров. Частицы мелкой фракции, унесенные вместе с газом в циклон, собираются в отдельной камере, а газ после удаления паров растворителя направляется в нагреватель, а затем – обратно в сушильную камеру. Размеры частиц могут регулироваться в зависимости от нужд производства в пределах от 20 до 200 мкм.

Очевидно преимущество распылительной сушки над классическими методами грануляции. В данном случае сушка не является отдельной стадией, что сокращает финансовые и временные затраты. Качество порошка значительно выше – сокращается количество примесей, частицы почти одинаковы по размеру и форме, что улучшает сыпучесть. Прессуемость порошка также значительно улучшается: хорошая заполняемость и сыпучесть позволяют варьировать пресс-формы, однородность размера частиц позволяет контролировать качество изделий, а усадка носит однородный характер. К недостаткам данного метода можно отнести дороговизну оборудования и сложность его эксплуатации.

Также известно о «методе грануляции перепадом давления» (pressure swing granulation, PSG) [17]. Он основан на склонности частиц самостоятельно образовывать агломераты без применения связующего. Исходный порошок продувается потоком газа, который активизирует образование агломератов. Гранулы, полученные этим методом, имеют сферическую форму и размер до 1 мм, что обеспечивает хорошую сыпучесть.

Известна разновидность распылительной сушки под названием «криогенная распылительная сушка» (англ.: freeze spray drying) [18,19], при которой водные суспензии подвергаются разбрызгиванию, а полученные капли распыляются в емкость с жидким азотом, где они мгновенно замерзают. Затем такие замороженные гранулы подвергают криогенной сушке, когда замороженная жидкость удаляется возгонкой. При сушке структура упаковки частиц остается неизменной, что позволяет получить сферические и однородные гранулы с неплотной упаковкой первичных частиц и непрочными связями между ними. Гранулы отличаются большой мягкостью, а связующее в них распределено однородно. Хотя такая криогенная распылительная сушка остается лабораторной технологией, уникальные свойства гранул делают ее перспективной для управляемой агломерации нанопорошков.

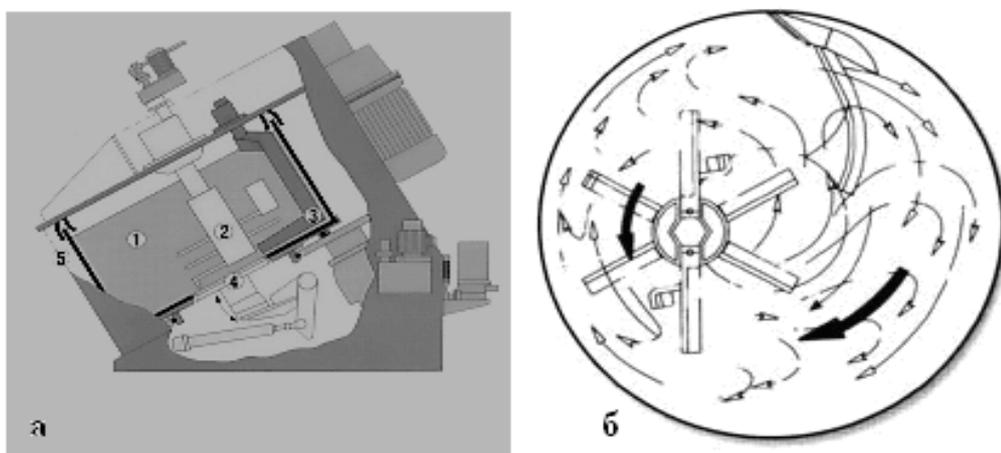
Распылительное гранулирование в псевдосжиженном слое (англ.: fluidized bed spray granulation) [20] отличается от обычной распылительной сушки тем, что капли суспензии наносятся на зародыши гранул, которые образуют псевдоожиженный слой, где сушка происходит за счет теплосодержания горячего газа. Многократное нанесение капель суспензии позволяет вырастить гранулы за счет послойной агломерации; гранулы, достигшие нужного размера, выгружаются из псевдосжиженного слоя. Данный метод позволяет получить сферические, плотные и однородные гранулы с разбросом размеров от 100 нм до нескольких мм.

В технологии получения твердосплавных пресс-порошков в ООО «Вириал» для грануляции используется распылительная сушка. В качестве пластификатора применяют полиэтиленгликоль [21].

Как правило, в производстве пресс-порошков в качестве пластификатора используют раствор синтетического каучука (СК) в бензине в количестве 8 масс. % пластификатора по отношению к массе сухой смеси твердого сплава. В качестве оборудования для смешения выступают интенсивные смесители

фирмы Айрих, способные работать при атмосферном давлении и под разряжением в широком диапазоне температур (представлен на рисунке 3).

Смеситель характеризуется основными признаками: вращающийся резервуар, непрерывно подающий смесь в зону вращающегося со скоростью от 500 до 3000 оборотов в минуту сменного керамического смесительного инструмента; скребковый сбрасыватель смеси со стен и днища предотвращает налипание материала и ускоряет разгрузку смесителя по окончании процесса смешения.



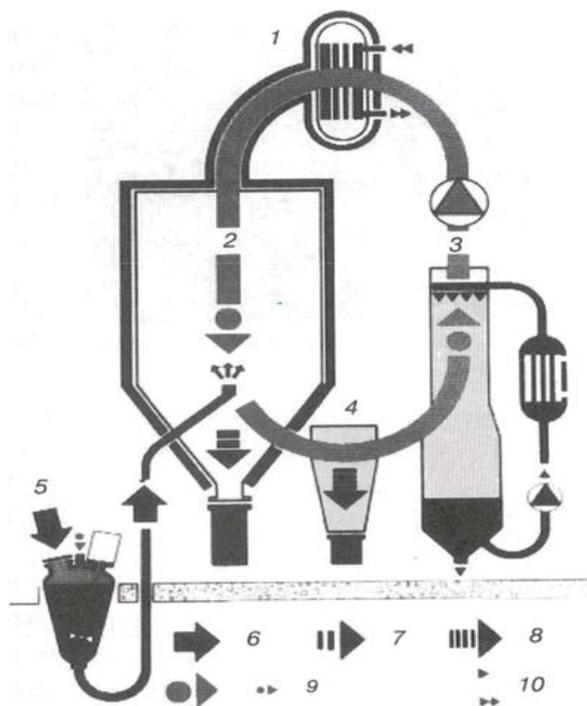
1 –резервуар, 2 – смесительный инструмент, 3 – скребок,  
4 –люк для выгрузки, 5 – корпус

Рисунок 3 – Схема интенсивного смесителя типа «Айрих» (а),  
схема потоков в смесителе (б)

В промышленных условиях применяется два типа сушилок – с верхней и нижней подачей суспензии. В сушильную камеру с помощью форсунок или распылительных дисков под давлением до 40 атм. подается суспензия влажностью до 45%. Поток суспензии (пульпы) распыляется и, достигнув верха камеры, падает вниз. Восходящий поток суспензии встречает поток воздуха, нагретого в калорифере. Воздух в калорифер нагнетается вентилятором, нагревается и затем по трубопроводу поступает в верхнюю часть сушильной камеры. При падении частиц суспензии вниз направление их

движения совпадает с направлением движения потока нагретого воздуха. Для подачи суспензии в сушилку применяются мембранные насосы высокого давления с бесступенчатой регулировкой давления.

Схема распылительной сушилки изображена на рисунке 4.



1 — нагреватель газа; 2 — распылительная колонка; 3 — водяной коллектор; 4 — циклон; 5 — подача пульпы под давлением в контейнер, 6 — суспензия; 7 — гранулят, порошок; 8 — гранулы порошка твердого сплава, тонкая фракция; 9 — передача объемов, защитный газ; 10 — размольная жидкость, охлаждающая вода, нагретое масло

Рисунок 4 – Схема распылительной сушилки

### 1.5 Оценка качества твёрдосплавных пресс-порошков и прессовых заготовок

Под качеством промышленной продукции понимают степень соответствия присущих ей характеристик запросам потребителей [22].

Характеристики готовых изделий, получаемых методами керамической технологии, в значительной степени определяются методами изготовления и

свойствами исходных порошков. При выборе метода решающую роль играют два основных фактора: минимальная стоимость получения порошка и его влияние на свойства порошка [23]. По этой причине контроль пресс-порошков на разных стадиях производства очень важен.

К заготовкам твердосплавного инструмента предъявляются следующие требования:

- поверхности, используемые как базовые на первой операции обработки, должны быть чистыми, без дефектов, чтобы избежать значительных погрешностей установки при дальнейшей обработке или сборке;

- механические и физические свойства материала заготовки, его химический состав, структура и зернистость должны быть стабильными по всему объему;

- все поверхности заготовки не должны иметь механических повреждений;

- геометрические размеры заготовок должны приближаться к геометрическим размерам готовой детали, что позволит увеличить коэффициент использования материала и уменьшить трудоемкость дальнейшей обработки;

- качество поверхности обрабатываемой детали (по размерам и шероховатости) должно после механической обработки соответствовать чертежу;

- все внутренние напряжения должны быть сняты [24].

Важнейшими характеристиками порошков, которые оказывают решающее влияние на показатели спекания заготовок, являются: гранулометрический состав, удельная поверхность, насыпная масса.

### **1.5.1 Методы определения гранулометрического состава**

Дисперсность (зернистость) порошков является ключевым свойством, подлежащим тщательному контролю. Следует учитывать, что наиболее простой метод анализа – ситовый метод – невозможен ввиду высокой дисперсности пресс-порошков и малого размера частиц. Возможно использовать статический микроскопический метод, седиментационный (в том числе и метод рассеяния лазерного излучения), методы, основанные на адсорбции порошком красящего вещества из раствора, на адсорбции метанола (по способу ВНИИТС), на измерении скорости растворения вольфрама в щелочном растворе с добавкой окислителя (например,  $\text{NaOH} + \text{H}_2\text{O}_2$ ), на измерении скорости фильтрации воздуха через слой порошка определенной плотности [25].

### **1.5.2 Удельная поверхность**

Измерение удельной поверхности пресс-порошков проводится двумя способами: методом фильтрация газа через проницаемый слой и сорбционными методами.

Для определения удельной поверхности крупнозернистых порошков (10-100 мкм) применяется режим фильтрации газа при большой разнице давлений с обеих сторон слоя порошка – метод Коцени-Кармана. Для широкого диапазона размеров частиц (0,001 мкм – 100 мкм) применяют метод Дерягина [26] – при молекулярном режиме сильно разреженного воздуха. Измеряется внешняя поверхность, что затрудняет исследование порошков с развитой внутренней поверхностью частиц. Основной недостаток – зависимость определяемой величины от пористости слоя порошка.

Среди сорбционных методов, основанных на определении емкости монослоя молекул химически инертного газа, адсорбированных на

поверхности частиц порошка, наиболее распространены метод низкотемпературной адсорбции азота (метод БЭТ) и метод тепловой десорбции аргона [27]. Указанные методы основаны на измерении количества газа, поглощенного порошком при определенных условиях адсорбции, что позволяет оценивать удельную поверхность исследуемых порошков.

В упрощенном варианте метода БЭТ используются пары метанола, предварительная десорбция сокращена до 10 минут, а определение ведется при постоянном начальном давлении паров метанола. В современном производстве используются пары аргона.

### **1.5.3 Определение насыпной плотности**

Для крупнозернистых порошков (например, порошков вольфрама размерами 5-20 мкм) может быть использован метод определения насыпной плотности свободно насыпанного порошка и плотности утряски. Недостаток этого метода заключается в том, что насыпная плотность неточно отражает относительную дисперсность и больше зависит от формы частиц и развитости их поверхности. Но простота и доступность этого метода позволяет применять его на производстве в качестве одного из методов контроля. Особенно важна данная характеристика для расчета размеров пресс-форм и навесок.

### **1.5.4 Показатели спекания**

В процессе спекания заготовка или свободно насыпанный порошок превращаются в прочное порошковое тело со свойствами, приближающимися к свойствам компактного (беспористого) материала. Спекание в решающей степени определяет конечные свойства порошковых материалов и изделий. К показателям спекания относятся: усадка, кажущиеся пористость и плотность, общая пористость.

Усадка – это изменение размеров нагреваемого порошкового тела при спекании. Процесс усадки при спекании характеризуется стремлением системы к уменьшению запаса поверхностной энергии, что возможно только за счет сокращения суммарной поверхности порошковых частиц. Поэтому порошки с сильно развитой поверхностью уплотняются при спекании с наибольшей скоростью, как обладающие большим запасом поверхностной энергии. Усадка характеризуется коэффициентом усадки, вычисляемым по формуле:

$$K = \frac{l_1}{l_2} \quad (1)$$

где  $l_1$  – линейный размер образца до спекания, г;

$l_2$  – линейный размер образца после спекания, г;

Коэффициенты усадок в соответствии с принятой в настоящее время технологией имеют различные значения для разных марок сплавов и представлены на рисунке 5 [28].

Марка сплава	Коэффициент усадки
ВК4В, ВК6В, ВК11В	1,18
ВК2, ВК3, ВК4, ВК8, Т15К6, Т14К8, Т5К10, ТТ7К12, Т30К4	1,2
ВК15	1,23
ВК20, ВК25	1,25
ВК3М, ВК6М, ВК10М, ВК15М, ВК20М	1,27

Рисунок 5 – Коэффициенты усадок различных твердых сплавов

Кажущаяся (объемная) плотность – отношение массы высушенного образца пористого изделия к его общему объему. [29]. Согласно данным ООО «Вириал», плотность изделий, соответствующих составу VHS10, должна составлять 14,4 г/см<sup>3</sup> [30].

Кажущаяся или открытая пористость—это отношение объема всех открытых пор тела ко всему объему материала, включая объем всех пор. Величину обозначают через  $P_k$  ( $P_o$ ) и выражают в %.

Общая (истинная) пористость ( $P_{общ.}$ ), выраженная в процентах, – отношение объема пор образца (открытых и закрытых) к общему объему образца, включая объем всех пор[31].

Плотность и пористость связаны между собой и оказывают решающее влияние на эксплуатационные свойства продукции (например, режущего инструмента).

### **Выводы по аналитическому обзору**

1. Обеспечение высокого уровня характеристик и качества твердосплавного режущего инструмента, оказывающего значительное влияние на эффективность промышленности, зависит, в частности, от качества твердосплавных пресс-порошков.
2. Основными показателями качества твердосплавных пресс-порошков, подлежащими технологическому контролю, являются: гранулометрический состав, насыпная плотность, значение усадки после спекания и плотность спеченных заготовок.
3. Из всех существующих и доступных на данный момент методов грануляции пресс-порошков преимущество имеет метод распылительной сушки. Он обеспечивает правильную форму гранул, необходимую насыпную плотность, позволяет легко регулировать технологические свойства пресс-порошков.
4. В связи со спецификой конкретных производств данные о режимах распылительной сушки твердосплавных порошков в литературе отсутствуют.

## 2 ЦЕЛЬ И ЗАДАЧИ РАБОТЫ

Цель данной выпускной квалификационной работы: определение влияния режима распылительной сушки в условиях ООО «Вириал» на свойства твердосплавного пресс-порошка и характеристики прессовых заготовок и спеченных образцов.

Для достижения поставленной цели решались следующие задачи:

1. Проведен анализ литературных данных по теме ВКР;
2. Определены характеристики коммерческих пресс-порошков, произведен выбор образца сравнения;
3. Определен режим распылительной сушки, в наибольшей степени обеспечивающий соответствие показателей получаемого пресс-порошка характеристикам коммерческого образца сравнения;
4. Исследована прессуемость отобранных пресс-порошков, определены характеристики прессовых заготовок;
5. Проведено спекание заготовок, определены показатели спекания, произведена оценка качества спеченных образцов;
6. Произведено сравнение характеристик полученных прессовых заготовок и спеченных образцов с показателями выбранного коммерческого аналога.

## **3 ОСНОВНАЯ ЧАСТЬ. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ**

### **3.1 Методы исследования**

#### **3.1.1 Определение насыпной плотности**

Определение насыпной плотности осуществляли согласно ГОСТ 19440-94 «Порошки металлические. Определение насыпной плотности» методом с использованием воронки. ГОСТ соответствует международному стандарту ИСО 3923-1-79 "Порошки металлические. Определение насыпной плотности. Часть 1. Метод с использованием воронки"[32].

Метод предназначен для металлических порошков, свободно протекающих через отверстие диаметром 2,5 мм. Сущность метода состоит в измерении массы определенного количества порошка, который в свободно насыпанном состоянии полностью заполняет емкость (стакан) известного объема. Насыпную плотность  $\rho_{\text{нас}}$ , г/см<sup>3</sup>, вычисляют по формуле:

$$\rho_{\text{ас}} = \frac{m}{V} = \frac{m}{25}, \quad (2)$$

где  $m$  — масса испытуемого порошка в емкости (стакане), г;

$V$ —вместимость емкости, см<sup>3</sup> ( $V= 25 \text{ см}^3$ ).

#### **3.1.2 Определение влажности порошков**

Определение производили согласно «Инструкции по рабочему месту шихтовщика при приготовлении пресс-порошка твердого сплава» №ВРЛ 0081 РИ. Оборудование: анализатор влажности ANDML-50. Параметры режима: температура сушки – 60°С, длительность сушки – 3 минуты. Масса анализируемой пробы - от 3 до 4 грамм.

### 3.1.3 Определение текучести пресс-порошка

Определение производили согласно ГОСТ 20899-98 «Порошки металлические. Определение текучести с помощью калиброванной воронки (прибора Холла)», содержащему полный аутентичный текст международного стандарта ИСО 4490-78 [33].

Стандарт устанавливает метод определения текучести металлических порошков, включая порошки твердых сплавов, с помощью калиброванной воронки (прибора Холла). Метод распространяется только на порошки, которые свободно протекают при испытании через установленное отверстие.

Сущность метода заключается в измерении времени, необходимого для истечения 50 г порошка через отверстие калиброванной воронки стандартизированных размеров.

### 3.1.4 Определение усадки при спекании

Определение усадки спеченных заготовок (в %) осуществляли замером высот образцов, и рассчитывали по формуле:

$$U_{Н} = \frac{(H_{сыр} - H_{спеч})}{H_{спеч}} * 100 \quad (3)$$

где  $U_{Н}$  – усадка по высоте, %;  $H_{сыр}$  – высота «сырой» заготовки, мм;  $H_{спеч}$  – высота спеченной заготовки, мм.

### 3.1.5 Определение размеров частиц

Определение размеров частиц проводилось согласно ГОСТ 23402-78 «Порошки металлические. Микроскопический метод определения размеров частиц». Оборудование: прямой материаловедческий микроскоп «Leica DM2500 M». Препарат из сухого порошка, смешанный с диспергирующей

жидкостью, наблюдают в проходящем свете или при прямом наблюдении. Измерение размеров частиц проводят при непосредственном наблюдении микроскопического изображения, по микроскопическим снимкам, по изображению на экране проектора

Окончательная проба после усреднения должна составлять 0,5-1 г. Для измерения частиц размером 1 мкм требуется увеличение  $1400^{\times}$ .

### **3.1.6 Рентгенофлуоресцентный анализ**

Рентгенофлуоресцентный анализ проводился согласно ГОСТ 28817-90 «Сплавы твердые спеченные. Рентгенофлуоресцентный метод определения металлов».

Настоящий стандарт устанавливает рентгенофлуоресцентный метод определения титана, тантала, кобальта, ниобия, вольфрама и железа в сложных карбидах, твердосплавных карбидных смесях и предварительно спеченных твердых сплавах (далее твердые сплавы) при массовой доле: титана от 1,0 до 40,0%, кобальта от 1,0 до 60,0%, тантала от 0,1 до 35,0%, железа от 0,01 до 3,0%, ниобия от 0,05 до 15,0%, вольфрама от 45,0 до 95,0%.

Метод основан на возбуждении характеристического вторичного рентгеновского излучения определяемого компонента и регистрации этого излучения спектрометрической аппаратурой.

### **3.1.7 Гранулометрический анализ**

Для проведения гранулометрического анализа были использованы: металлографический инвертированный микроскоп «Альтами МЕТ 1С», автоматический анализатор изображения «AltamiStudio 3.4x64», автоматический анализатор изображения «ВидеоТест – Структура 5.2» в

соответствии с «Методикой измерения распределения по размерам частиц тугоплавких порошков №ВРЛ 0041 М».

### **3.1.8 Измерение плотности прессовок и спеченных образцов**

Определение плотности прессовок и спеченных образцов производили по результатам деления массы образца на его объем, рассчитанный из обмеров.

Выборочно измерение плотности проводилось гидростатическим методом согласно ГОСТ 20018-74 "Сплавы твердые спеченные. Метод определения плотности". Оборудование: Весы лабораторные аналитические электронные «СЕ224-С».

Плотность образца  $\rho_{об} \times 10^3$  кг/м<sup>3</sup> (г/см<sup>3</sup>) – масса, отнесенная к единице объема вещества, вычисляется по формуле:

$$\rho_{об} = \frac{m_1 \cdot \rho_{в}}{m_1 - m_2}, (4)$$

где  $m_1$  – масса образца, взвешенного в воздухе, г;

$m_2$  – масса образца, взвешенного в воде, г;

$\rho_{в}$  – плотность воды,  $\times 10^3$  кг/м<sup>3</sup> (г/см<sup>3</sup>).

### **3.1.9 Обработка результатов эксперимента**

Обработку результатов эксперимента проводили в соответствии с ГОСТ 8.207-76 ГСИ. Расчеты производили с использованием персонального компьютера по стандартным программам.

Погрешности результатов измерений оценивали путем расчета средних значений и определением границ доверительного интервала. При

исследовании свойств материалов определения производили не менее чем на трех образцах.

Среднее значение ( $\bar{x}$ ) определяли как среднеарифметическое по формуле 5:

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n x_i, \quad (5)$$

где  $x_i$  - измеренное значение,  $n$  - число измерений.

Среднее квадратичное отклонение вычисляется по формуле 6:

$$S_x = \sqrt{\frac{1}{n \cdot (n-1)} \cdot \left[ \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 \right]}, \quad (6)$$

Для выбранного коэффициента надежности ( $\alpha=0,95$ ) вычисляли абсолютную погрешность результата измерений по формуле 7:

$$\Delta x = t_\alpha \cdot \Delta S_x \quad (7),$$

где  $t_\alpha$  - коэффициент Стьюдента.

Результат представляли в виде формулы 8:

$$x = \bar{x} \pm \Delta x \quad (8).$$

Точность результатов оценивали с помощью коэффициента вариации (формула 9):

$$K_v = \frac{S_x}{\bar{x}} \cdot 100 \quad (9).$$

В большинстве случаев  $K_v$  составляет от 8,0 до 15,0%.

### 3.2 Объекты исследования

Для проведения исследования были отобраны твердосплавные пресс-порошки:

- VHS10/52 – производства ООО «Вириал»;
- К-15 – Швеция;

- ZK30UF – Китай.

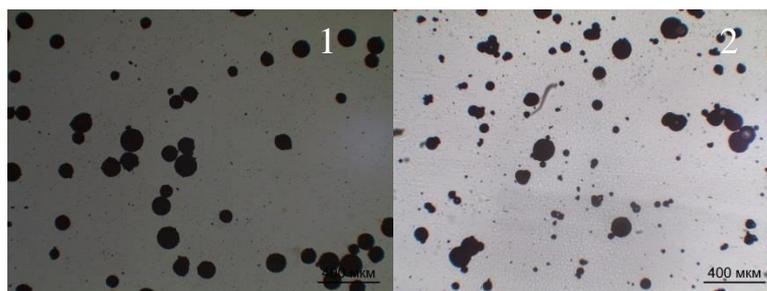
### 3.2.1 Твердосплавный порошок марки VHS10/52ПЭГ

В результате проведения спектрального рентгенофлуоресцентного анализа установлено, что в твердосплавном порошке марки VHS10/52ПЭГ содержится: Co –  $10,1 \pm 0,1$  масс. %, Cr –  $0,61 \pm 0,01$  масс. %, содержание Ni, Ti, Fe, Ta, Cu и Zn не превышает 0,05% масс. Остальное - вольфрам и углерод.

### 3.2.2 Коммерческие твердосплавные пресс-порошки

Проведенное обследование коммерческих пресс-порошков марок К-15 и ZK30UF, показало, что в их состав входят: WC – 90% масс., Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>/VC – 1% масс., Co – 9% масс..

На рисунке 6 приведены микрофотографии исследуемых коммерческих пресс-порошков с одинаковым увеличением.



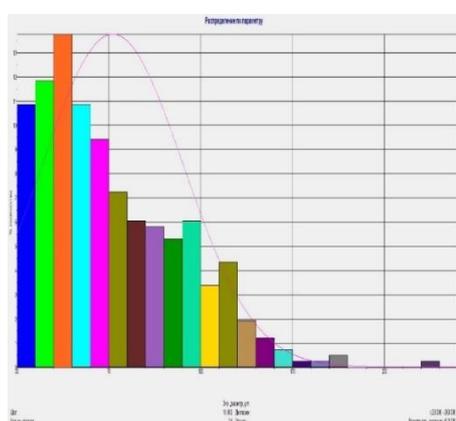
1 – К-15; 2 – ZK30UF

Рисунок 6 – Микрофотографии коммерческих пресс-порошков

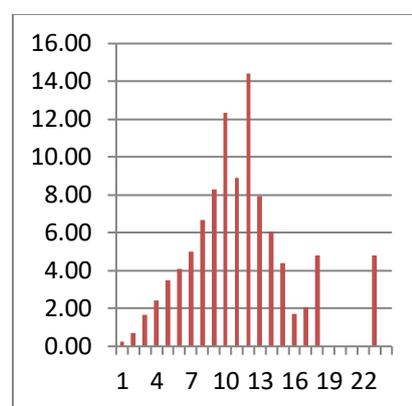
Данные гранулометрического анализа отобранных проб коммерческих пресс-порошков К-15 и ZK30UF приведены в таблице 1. Гистограммы распределения частиц порошков представлены на рисунках 7, 8.

Таблица 1 – Гранулометрический анализ коммерческих пресс-порошков

Параметр	Значение для пресс-порошков марок	
	<b>К-15</b>	<b>ZK30UF</b>
Минимальный размер, мкм	20	20
D[4;3], мкм	<b>128</b>	<b>145</b>
D[1;0], мкм	<b>72</b>	<b>61</b>
Максимальный размер, мкм	248	258



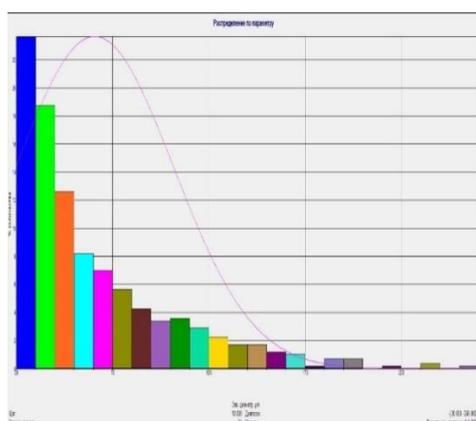
А



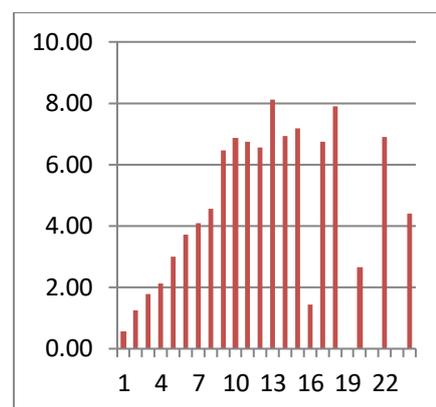
Б

А – по числу частиц (D[1;0]); Б – по объему (D[4;3])

Рисунок 7 – Гистограмма распределения частиц порошка К-15



А



Б

А – по числу частиц (D[1;0]); Б – по объему (D[4;3])

Рисунок 8 – Гистограмма распределения частиц порошка ZK30UF

Пресс-порошок ZK30UF имеет больший разброс частиц по размерам и более высокое содержание пылевидной фракции как по числу частиц, так и по объему порошка.

Таким образом, из имеющихся двух порошков в качестве образца сравнения был выбран пресс-порошок К-15 производства Швеции, имеющий средний размер частиц по объему меньше, а по числу частиц – больше, чем у пресс-порошка ZK30UF.

В таблице 2 представлены характеристики коммерческих пресс-порошков.

Таблица 2 – Характеристики коммерческих пресс-порошков

	Средний размер частиц D[4;3], мкм	Средний размер частиц D[1;0], мкм	Насыпная масса, г.	Насыпная плотность, г/см <sup>3</sup>	Влажность, %	Текучесть, с.
К-15	128	72	85,18	3,4	0,2	24,6
ZK30UF	145	61	90,36	3,6	0,2	25,6

Исходя из полученных данных, было принято решение, что выбор оптимального режима распылительной сушки будет производиться на основе приближения показателя насыпной плотности пресс-порошка к величине 3,4 г/см<sup>3</sup>.

### **3.3 Приготовление образцов**

#### **3.3.1 Приготовление пресс-порошка методом распылительной сушки**

Распылительную сушку твердосплавных порошков производили на установке ВР-25 с замкнутым контуром, системой охлаждения и распылителем высокого давления. Мощность насоса подачи – 1,5 кВт,

мощность нагнетательного и вытяжного вентиляторов – 3 кВт, мощность взрывобезопасного электронагревателя – 50 кВт, объем емкости распылительной сушилки – 300 л, производительность генератора азота – 59 куб. в час.

Процесс распылительной сушки включает следующие операции:

1. Подготовка установки, включающая в себя: запуск системы охлаждения, проверку затяжки гаек на всех люках, закрытие запорных кранов слива конденсата, принудительного сброса азота и подачи азота в колонну.
2. Проверка исправности механических редукторов подачи азота и продувка рукавного фильтра.
3. Тестирование колонны распылительной сушилки на герметичность. Тест проводится следующим образом: после нагнетания автоматическим клапаном подачи азота давления в колонне 2.42 МПа он закрывается. Давление в колонне начинает постепенно падать. Программа измеряет падение давления за определенный промежуток времени.
4. Вытеснение кислорода из колонны до содержания, не превышающего 3%.
5. Измерение процентного содержания спирта в пульпе и подключение емкости с пульпой к насосу подачи пульпы.
6. Сборка головки распылительной штанги, установка форсунки и завихрителя, установка распылительной штанги в люк распылительной сушилки.
7. Установка давления в насосе подачи пульпы 1200 кПа.
8. Контроль процесса распыления, включающий в себя контроль рабочих и заданных параметров в программе, контроль аварийных сообщений, заполнение рабочего журнала, контроль за выгрузкой пресс-порошка, проверка насыпной плотности пресс-порошка.

9. По окончании распыления промывка колонны распылительной штанги, разборка и чистка виброплиты охлаждения, насоса подачи и циклона.

Постоянному контролю во время работы подлежат: давление насоса подачи, мощность насоса подачи, температура на выходе из колонны, давление в колонне при распылении пульпы, температура нагревателя, содержание кислорода, частота нагнетательного вентилятора, частота вытяжного вентилятора, температура теплоносителя на выходе конденсационной колонны спирта, температура охлаждающей воды, разность давлений в циклоне.

### 3.3.2 Прессование заготовок

Одноосное прессование проводили на гидравлическом прессе при скорости нагружения 0,25-19 кН/с. Используемая пресс-форма представлена на рисунке 9.

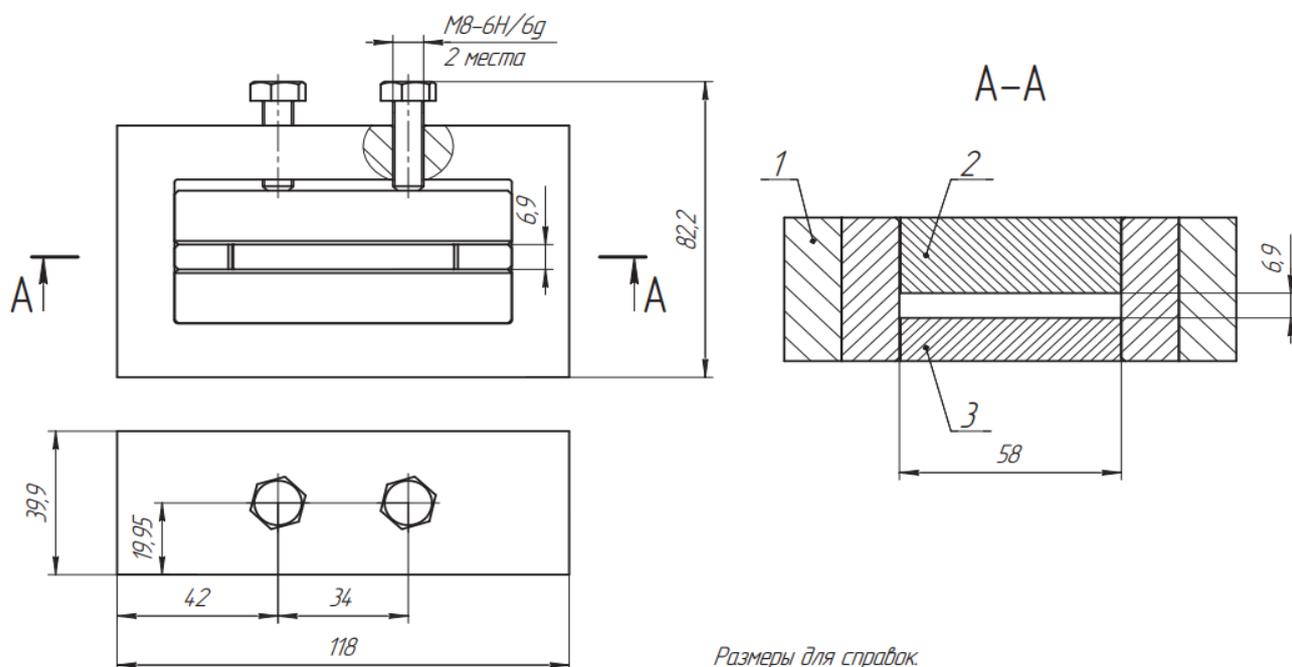


Рисунок 9 – Чертеж пресс-формы

Рассчитанная навеска составила 23,8 г. для VHS10/52, 23,5 г. для K-15 и 24,1 г. для ZK30UF с погрешностью до  $\pm 0,05$  г.

Прессование каждого порошка производили при прессовой нагрузке от 20 до 50 кН с шагом 5 кН, что соответствует давлению прессования 50; 62,5; 75; 87,5; 100; 112,5 и 125 МПа.

### 3.3.3 Спекание заготовок

Спекание испытуемых образцов проводили в вакуумной печи по режиму, представленному в таблице 3.

Таблица 3 – Режим спекания мелкозернистых сплавов

№ п/п	Технологический этап	Т нач., °С	Т кон., °С	Среда	Время, мин
1	Нагрев	25	1000	Вакуум	240
2	Выдержка	1000	1000	Вакуум	40
3	Нагрев	1000	1180	Вакуум	40
4	Выдержка	1180	1180	Вакуум	90
5	Нагрев	1180	1300	Вакуум	40
6	Выдержка	1300	1300	Вакуум	60
7	Нагрев	1300	1400	Вакуум	60
8	Выдержка	1400	1400	Вакуум	15
9	Выдержка под давлением аргона	1400	1400	Аргон 60 бар	5
10	Остывание	1400	100	Аргон	300

### 3.4 Результаты и обсуждение

В рамках работы по усовершенствованию имеющейся технологии была проведена отработка режимов распыления. После распыления пресс-порошка VHS10/52 по каждому режиму была измерена его насыпная плотность.

Режимы распыления и характеристики пресс-порошка представлены в таблице 4.

Таблица 4 – Режимы распылительной сушки

№ режима	Диаметр форсунки, мм	Высота завихрителя, мм	Температура на выходе, °С	Разность давлений в циклоне, кПа	Влажность пульпы, %	Влажность пресс-порошка, %	Насыпная масса, г	Насыпная плотность, г/см <sup>3</sup>
1	1,1	2,5	185	1,3	35,1	0,3	95	3,8
2	1,2	4	190	1,28	25,2	0,2	90	3,6
3	1,1	4	190	1,39	20,4	0,2	86	3,4
4	1,5	4	200	1,45	15,6	0,2	72,5	2,9
5	0,9	3	195	1,4	12,3	0,2	67,5	2,7
6	1,1	4	185	1,36	22,8	0,2	82,5	3,3

По результатам распылительной сушки был выбран режим №3, обеспечивший насыпную плотность порошка 3,4 г/см<sup>3</sup> и влажность 0,2%. Результаты анализа гранулометрического состава пресс-порошка VHS10/52 представлены в таблице 5. Гистограммы распределения частиц порошка показаны на рисунках 10 и 11. На рисунке 12 изображена микрофотография частиц пресс-порошка VHS10/52.

Таблица 5 – Результаты гранулометрического анализ пресс-порошка VHS10/52

Параметр	Значение
Минимальный размер, мкм	20
D[4;3], мкм	<b>97</b>
D[1;0], мкм	<b>44</b>
Максимальный размер, мкм	202

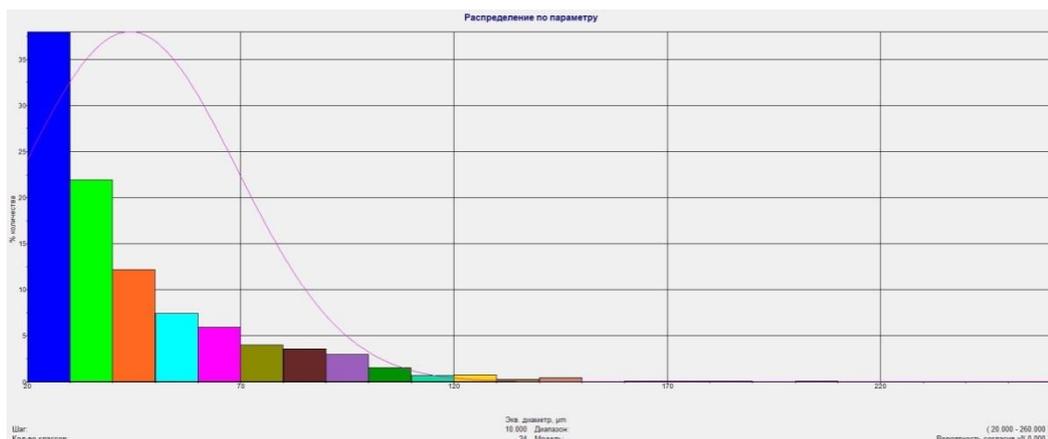


Рисунок 10 – Гистограмма распределения частиц порошка VHS10/52 по числу частиц (D[1;0])

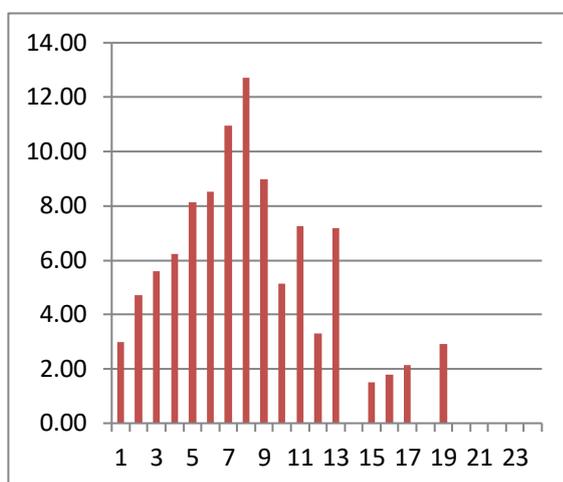


Рисунок 11 – Гистограмма распределения частиц порошка VHS10/52 по объему (D[4;3])

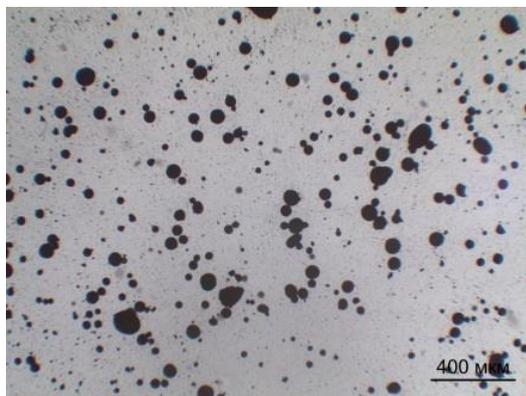


Рисунок 12 – Микрофотография пресс-порошка VHS10/52

В таблице 6 дано сравнение характеристик исследованных гранулированных пресс-порошков.

Таблица 6 – Свойства гранулированных пресс-порошков

Марка сплава	Средний размер частиц D[4;3], мкм	Насыпная масса, г.	Насыпная плотность, г/см <sup>3</sup>	Влажность, %	Текучесть, с.
К-15	128	85,18	3,4	0,2	24,6
ZK30UF	145	90,36	3,6	0,2	25,6
VHS10/52	97	86	3,4	0,2	23,3

Из таблицы 6 следует, что при одинаковых показателях насыпной плотности и влажности у эталонного порошка К-15 и порошка VHS10/52 последний характеризуется более мелкими частицами и более высокой текучестью. При этом произведенный пресс-порошок превосходит по своим параметрам коммерческий порошок ZK30UF.

Характеристики образцов после прессования представлены в приложении А. Усредненные характеристики представлены в таблицах 7 и 8. Из полученных данных можно сделать вывод, что при увеличении давления прессования уменьшается высота заготовки, в то время как ширина и длина остаются неизменными. Сообразно с уменьшением высоты увеличивается плотность заготовок.

Прессовые заготовки представляют собой бруски длиной 58 мм, шириной 7 мм, высотой от 7,7 до 9,2 мм в зависимости от давления прессования.

Среднее значение высоты заготовок после прессования представлено в таблице 7.

Таблица 7 – Среднее значение высоты прессовых заготовок

Давление прессования, МПа	Среднее значение высоты заготовки, мм для марки		
	VHS10/52	K-15	ZK30UF
50	9,22	8,47	8,62
62,5	8,59	8,33	8,56
75	8,43	8,15	8,33
87,5	8,20	8,04	8,21
100	8,04	7,81	8,01
112,5	7,89	7,85	8,03
125	7,76	7,82	8,00

Таблица 8 – Усредненные характеристики прессовых заготовок

Давление прессования, МПа	VHS10/52		K-15		ZK30UF	
	Среднее значение высоты заготовки, мм	Средняя расчетная плотность, г/см <sup>3</sup>	Среднее значение высоты заготовки, мм	Средняя расчетная плотность, г/см <sup>3</sup>	Среднее значение высоты заготовки, мм	Средняя расчетная плотность, г/см <sup>3</sup>
50	9,22	6,40	8,47	6,83	8,62	6,56
62,5	8,59	6,84	8,33	6,98	8,56	6,60
75	8,43	6,98	8,15	7,15	8,33	6,78
87,5	8,20	7,15	8,04	7,23	8,21	6,87
100	8,04	7,27	7,81	7,44	8,01	7,06
112,5	7,89	7,32	7,85	7,39	8,03	7,06
125	7,76	7,45	7,82	7,42	8,00	7,07

Характеристики образцов после спекания представлены в приложении Б.

Усредненные характеристики представлены в таблице 9.

Таблица 9 – Усредненные характеристики спеченных заготовок

Давление прессования, МПа	VHS10/52			K-15			ZK30UF		
	Средняя усадка по высоте, %	Коэфф-т усадки	Средняя расчетная плотность, г/см <sup>3</sup>	Средняя усадка по высоте, %	Коэфф-т усадки	Средняя расчетная плотность, г/см <sup>3</sup>	Средняя усадка по высоте, %	Коэфф-т усадки	Средняя расчетная плотность, г/см <sup>3</sup>
50	24,30	1,32	14,46	22,43	1,29	14,46	22,97	1,30	13,62
62,5	22,35	1,29	14,47	22,33	1,29	14,45	23,13	1,30	13,74
75	22,30	1,29	14,45	21,47	1,27	14,47	23,77	1,31	14,22
87,5	20,24	1,25	14,45	21,39	1,27	14,46	24,48	1,32	14,55
100	20,90	1,26	14,45	20,10	1,25	14,46	24,72	1,33	15,00
112,5	20,53	1,26	14,45	20,25	1,25	14,46	24,28	1,32	14,91
125	20,23	1,25	14,45	20,20	1,25	14,45	24,75	1,33	15,02

За счет усадки по всем линейным размерам значительно увеличивается плотность заготовки. При этом сохраняется тенденция к уменьшению высоты заготовки при увеличении давления прессования.

Средний показатель коэффициента усадки по высоте для каждого из порошков составляет: VHS10/52 – 1,28, K-15 – 1,27, ZK30UF– 1,32.

Выборочные измерения плотности гидростатическим методом нескольких заготовок из каждой партии дали результаты, представленные в таблице 10.

Таблица 10 – Результаты измерения плотности спеченных образцов гидростатическим методом

Марка сплава	№ образца	Плотность, г/см <sup>3</sup>	Среднее значение, г/см <sup>3</sup>
K-15	1	14,459	14,458±0,009
	2	14,447	
	3	14,472	
	4	14,463	
	5	14,457	
	6	14,464	
	7	14,446	
ZK30UF	1	15,663	15,660±0,008
	2	15,677	

Продолжение таблицы 10

Марка сплава	№ образца	Плотность, г/см <sup>3</sup>	Среднее значение, г/см <sup>3</sup>
ZK30UF	3	15,655	15,660±0,008
	4	15,654	
	5	15,654	
	6	15,662	
	7	15,656	
VHS10/52	1	14,455	14,452±0,008
	2	14,469	
	3	14,447	
	4	14,446	
	5	14,446	
	6	14,454	
	7	14,448	

Сопоставление данных таблиц 9 и 10 показывает, что плотность и коэффициент усадки спеченного порошка марки VHS10/52 соответствует плотности и коэффициенту усадки образца сравнения шведского производства.

## ВЫВОДЫ

1. В результате проведенной работы определены параметры технологии, позволяющие получать гранулированный пресс-порошок твердого сплава VHS10/52, сопоставимый по свойствам с лучшими коммерческими аналогами.
2. На основании исследования коммерческих пресс-порошков выбран в качестве образца сравнения гранулированный пресс-порошок твердого сплава K-15 производства Швеции и установлены предпочтительные характеристики пресс-порошка: насыпная плотность  $3,4 \text{ г/см}^3$  и влажность  $0,2\%$ .
3. В ходе производственных испытаний отработан режим распылительной сушки, обеспечивающий получение гранулированного пресс-порошка твердого сплава VHS10/52 с заданными характеристиками: диаметр форсунки  $1,1 \text{ мм}$ , высота завихрителя  $4 \text{ мм}$ , температура на выходе  $190^\circ\text{C}$ , разность давлений в циклоне  $1,3 \text{ кПа}$ , влажность пульпы  $20,4\%$ .
4. Установлено, что плотность прессовых заготовок, полученных одноосным прессованием гранулированного пресс-порошка твердого сплава VHS10/52 под давлением  $125 \text{ МПа}$ , составляет  $7,45 \text{ г/см}^3$ , плотность образцов, полученных спеканием указанных заготовок при  $1400^\circ\text{C}$ ,  $- 14,452 \pm 0,008 \text{ г/см}^3$  при коэффициенте усадки  $1,28$ .
5. Показано, что по насыпной плотности, влажности, прессуемости и спекаемости полученный порошок не уступает твердосплавному пресс-порошку марки K-15 производства Швеции, превосходя его по текучести при меньшем среднем размере частиц. Одновременно он превосходит по всем указанным показателям пресс-порошок марки ZK30UF производства Китая.

6. Результаты исследования представлены на X научно-технической конференции студентов, аспирантов и молодых ученых «Неделя науки-2020».

## Список использованных источников

1. **Панов, В.С.** Технология и свойства спеченных твердых сплавов и изделий из них : учебное пособие для вузов / Панов В.С., Чувиллин А.М. – Москва: МИСИС–2001.– 428 с. – ISBN 5-87623-076-6.
2. **Киффер, Р.** Твердые сплавы/ Р. Киффер, Ф. Бенезовский – Москва: Изд-во «Металлургия». – 1971. – 196 с.
3. **Клячко, Л.И.** Твердые сплавы на основе карбида вольфрама с тонкодисперсной структурой: обзор / Л.И. Клячко, В.А. Фальковский. – Санкт-Петербург: издательский дом «Руда и металлы». – 1999.– 49 с. –ISBN 5-8216-0009-X.
4. **García, J.** Cemented carbide micro structures: a review / J. García, V.C. Ciprés, A. Blomqvist, B. Kaplan. –International Journal of Refractory Metals & Hard Materials. –2019. –Vol. 80. –P. 40–68.
5. **Креймер, Г.С.** Прочность твердых сплавов: Москва : Metallurgiya–1971. –247 с.
6. **Современные проблемы инструментального обеспечения машиностроительных производств/ С.В. Кирсанов//Томский политехнический университет. –URL: [http://portal.tpu.ru/SHARED/k/KIRSSANOV/met\\_work/Tab2/Tab2/Sovrprobl.pdf](http://portal.tpu.ru/SHARED/k/KIRSSANOV/met_work/Tab2/Tab2/Sovrprobl.pdf) (дата обращения: 20.05.2020).**
7. **ГОСТ 3882-74 (ИСО 513-75).** Сплавы твердые спеченные. Марки. – Москва : ИПК издательство стандартов, 2018. – 9 с.
8. **ГОСТ Р ИСО 513-2019** Материалы твердые режущие. Классификация и применение. Обозначение групп применения. – Москва : Стандартинформ, 2019. –5 с.
9. **Современные технологии производства : сайт. – Москва, 2020 –.–URL: <https://extxe.com/13703/tverdye-splavy-i-mineralokeramicheskie-materialy/> (дата обращения: 02.04.2020)**

10. **Куатбеков, М.К.** О времени пребывания зернистых материалов в барабанном агрегате. В кн.: Современные машины и аппараты химических производств. / М.К. Куатбеков, В.Е. Куцакова, Е.А. Альпеисов, С.В. Петров.–Чимкент.: Химтехника 88. – 1988. –с. 84-87.
11. **Логинов, Ю.Н.** Технология производства заготовок из твердых сплавов: Учебное пособие / Ю.Н. Логинов. – Свердловск: Издание УПИ им. С.М. Кирова. – 1984. – с. 53.
12. **Berg, V.** Hardmetals: trends in development and application/ Н. van der Berg // Powder metallurgy. – 2007. – V.50(1). –Р. 7-10.
13. **Pyzik, A. J.** Rapid Omnidirectional Compaction of Ceramic-Metal Composites: In book: Proceedings of the 12th Annual Conference on Composites and Advanced Ceramic Materials, Part 1 of 2: Ceramic Engineering and Science Proceedings /Pyzik A. J., Nchenik A. – V. 9(7/8). –Р.965 – 974.
14. **Патент №2597453.** Вакуумно-компрессионная печь : **2015122172/02** : заявл. **06.10.2015** : опубл. **09.10.2016** / Шляхин А. П. [и др.] ; заявитель, патентообладатель АО Акционерная холдинговая компания "Всероссийский научно-исследовательский и проектно-конструкторский институт металлургического машиностроения имени академика Целикова" (АО АХК "ВНИИМЕТМАШ"). –7 с.
15. **Патент № 2304185.** Способ нанесения упрочняющего покрытия с армирующим эффектом : **2005134450/02** : заявл. **11.07. 2005** : опубл. **08.10.2007** / Смирнов В.Г. [и др.] ; заявитель, патентообладатель ОАО "Верхнесалдинское металлургическое производственное объединение" (ВСМПО). – 6 с.
16. **Косинцев, В.И.** Основы проектирования химических производств: учебник для вузов/ В.И. Косинцев, А. И. Михайличенко, Н. С. Крашенинникова, В. М. Миронов, В. М. Сутягин. – Москва : ИКЦ «Академкнига». – 2010. – 371 с. – ISBN 5-94628-131-3.

17. **Nishii, K.** Application of Pressure Swing Granulation to Hard metal Granulation Process / K. Nishii, H. Sonoda, H. Kamiya, M. Horio. – Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy. – V. 41(10). – P.1288-1293.
18. **Uchida, N.** Spray-freeze-dried granules for ceramic fabrication./ N. Uchida, T. Hiranami, S. Tanaka, K. Uematsu. – American Ceramic Society Bulletin. – V. 81(2). – P.57-60.
19. **Lyckfeldt, O.** Freeze granulation for the processing of silicon nitride ceramics./ O. Lyckfeldt, K. Rundgren, M. Sjöstedt. – Key Engineering Materials. – V. 264. – P. 281-284.
20. **Mörl, L.** Fluidized bed spray granulation / L. Mörl, S. Heinrich, M. Peglow. – Handbook of Powder Technology. – V. 11. – P. 21-188.
21. **ВРЛ 0122 ИОТ.** Инструкция по охране труда при работе на распылительной сушилке с замкнутым контуром и распылителем высокого давления модели ВР-25. – 36 с.
22. **ГОСТ ISO 9000-2011.** Системы менеджмента качества. Основные положения и словарь. – Москва : Стандартинформ, 2012. – 28 с.
23. **Барышев, Е.Е.** Изучение свойств металлических порошков: методические указания к лабораторной работе №4 по курсу «Материаловедение и технология материалов» / сост. Е.Е. Барышев. – Екатеринбург: ГОУВПО УГТУ-УПИ. – 2006. – с. 26.
24. **Килов, А.С.** Производство заготовок. Объемная штамповка: Серия учебных пособий из шести книг. Книга 1. Проектирование и производство поковок (штампованных заготовок) / А.С. Килов, С.В. Вольнов, К.А. Килов. – Оренбург: ГОУ ОГУ. – 2004. – 155 с.
25. Методы контроля гранулометрического состава (зернистости) порошка вольфрама: сайт. – Москва, 2020. – URL: <http://metal-archive.ru/redkie-metally/4234-metody-kontrolya-granulometricheskogo-sostava-zernistosti-poroshka-volframa.html> (дата обращения 27.04.2020).

26. **Третьяков, В.И.** Основы металловедения и технологии производства спеченных твердых сплавов / В.И. Третьяков.– Москва: изд-во «Металлургия». – 1976.– с. 528.
27. **Рябина, А.В.** Удельная поверхность дисперсных материалов на основе алюминия / А.В. Рябина, В.И. Кононенко.– Москва: Калвис – 2014. – №2.– с. 3-7.
28. Стройте вместе с нами: сайт. – Москва, 2020. –URL: <http://fccland.ru/metallokeramicheskie-tverdye-splavy/6324-osnovy-rascheta-i-konstruirovaniya-pressform.html> (дата обращения: 17.05.2020)
29. **ГОСТ ISO 5017-2014.** Изделия огнеупорные плотные. Определение кажущейся плотности, открытой и общей пористости. – Москва: Стандартиформ, 2015. –6 с.
30. Вириал : сайт. – Санкт-Петербург, 2020. – URL:<http://www.virial.ru/materials/instrument/97/> (дата обращения: 17.05.2020)
31. **Иванова, А.В.** Технологические испытания глин/ А.В. Иванова, Н.А. Михайлова. – Екатеринбург: ГОУ ВПО «Уральский государственный технический университет – УПИ». – 2005. – 41 с.
32. **ГОСТ 19440-94.** Порошки металлические. Определение насыпной плотности. – Минск: Межгосударственный совет по стандартизации, метрологии и сертификации. – 12 с.
33. **ГОСТ 20899-98.** Порошки металлические. Определение текучести с помощью калиброванной воронки (прибора Холла). – Минск: Межгосударственный совет по стандартизации, метрологии и сертификации. – 5 с.

## Приложение А

### Таблица А.1 – Характеристики прессовых заготовок

Марка п/п	№ заготовки	Высота, мм	Ширина, мм	Длина, мм	Масса нагружения, кН	Давление прессования, Мпа	Масса навески, г.	Масса заготовки, г.	Расчетная плотность, г/см <sup>3</sup>
VHS10/52	1	9,22	6,94	58,05	20	49,98	23,820	23,770	6,40
	2	9,25	6,94	58,02			23,800	23,745	6,38
	3	9,19	6,94	58,00			23,820	23,730	6,41
	4	8,56	6,96	58,02	25	62,47	23,815	23,745	6,87
	5	8,62	6,96	58,04			23,810	23,720	6,81
	6	8,60	6,97	58,00			23,815	23,730	6,83
	7	8,45	6,96	58,00	30	74,96	23,815	23,740	6,96
	8	8,45	6,96	57,98			23,815	23,760	6,97
	9	8,39	6,97	58,00			23,805	23,755	7,00
	10	8,14	6,96	58,03	35	87,46	23,805	23,740	7,22
	11	8,24	6,97	58,02			23,800	23,735	7,12
	12	8,23	7,01	57,99			23,815	23,730	7,09
	13	8,00	6,98	58,09	40	99,95	23,800	23,700	7,31
	14	8,07	7,01	57,99			23,810	23,735	7,24
	15	8,06	6,97	58,03			23,820	23,720	7,28
	16	7,87	7,07	57,98	45	112,44	23,820	23,730	7,36
	17	7,97	6,99	58,02			23,815	23,000	7,12
	18	7,84	6,98	58,04			23,800	23,745	7,48
	19	7,74	7,06	58,13	50	124,94	23,815	23,670	7,46
	20	7,77	7,05	58,06			23,815	23,720	7,46
	21	7,78	7,07	58,04			23,810	23,715	7,43
K-15	1	8,49	6,98	58,03	20	49,98	23,505	23,445	6,82
	2	8,45	6,99	58,04			23,500	23,430	6,83
	3	8,47	6,97	58,07			23,510	23,400	6,83
	4	8,33	6,94	58,19	25	62,47	23,515	23,460	6,97
	5	8,25	6,95	58,12			23,520	23,475	7,04
	6	8,40	6,95	58,11			23,525	23,475	6,92
	7	8,12	6,94	58,10	30	74,96	23,510	23,430	7,16
	8	8,16	6,91	58,09			23,515	23,455	7,16
	9	8,17	6,93	58,12			23,520	23,445	7,12
	10	7,98	6,95	58,17	35	87,46	23,505	23,430	7,26
	11	8,03	6,92	58,16			23,500	23,435	7,25
	12	8,11	6,94	58,13			23,510	23,455	7,17
	13	7,76	6,95	58,09	40	99,95	23,520	23,450	7,49
	14	7,90	6,95	58,12			23,500	23,475	7,36
	15	7,76	6,95	58,06			23,515	23,455	7,49
	16	7,79	6,95	58,00	45	112,44	23,505	23,475	7,48

	17	7,89	6,98	58,03			23,520	23,430	7,33
	18	7,87	6,97	58,10			23,515	23,470	7,36
	19	7,77	6,94	58,15	50	124,94	23,505	23,440	7,48
	20	7,85	6,96	58,16			23,515	23,430	7,37
	21	7,84	6,95	58,04			23,515	23,445	7,41
	1	8,66	6,98	58,03			20	49,98	24,120
	2	8,60	6,95	58,09	24,125	22,795			6,57
	3	8,59	6,91	58,13	24,115	22,785			6,60
	4	8,56	6,94	58,19	25	62,47	24,110	22,810	6,60
	5	8,50	6,92	58,10			24,123	22,815	6,68
	6	8,61	6,97	58,07			24,115	22,790	6,54
	7	8,35	6,94	58,10	30	74,96	24,125	22,800	6,77
	8	8,33	6,95	58,00			24,110	22,790	6,79
	9	8,31	6,97	58,03			24,120	22,810	6,79
	10	8,33	6,95	58,17	35	87,46	24,125	22,805	6,77
	11	8,18	6,95	58,06			24,120	22,785	6,90
	12	8,13	6,95	58,12			24,115	22,800	6,94
	13	8,01	6,95	58,09	40	99,95	24,105	22,810	7,05
	14	8,06	6,94	58,17			24,115	22,795	7,01
	15	7,95	6,94	58,13			24,000	22,790	7,11
	16	8,05	6,95	58,00	45	112,44	24,115	22,810	7,03
	17	7,99	6,93	58,10			24,120	22,800	7,09
	18	8,06	6,91	58,04			24,095	22,785	7,05
	19	8,02	6,94	58,15	50	124,94	24,110	22,805	7,05
	20	8,00	6,93	58,13			24,005	22,810	7,08
	21	7,98	6,95	58,08			24,105	22,795	7,08
ZK30UF									

## Приложение Б

### Таблица Б.1 –Характеристики спеченных заготовок

Используемый п/п	№ заготовки	Высота, мм	Ширина, мм	Длина, мм	Прессовая нагрузка, кН	Масса заготовки, г.	Расчетная плотность, г/см <sup>3</sup>
VHS10/52	1	6,97	5,29	43,91	20	23,403	14,46
	2	7,01	5,25	44,00		23,407	14,46
	3	6,95	5,25	44,76		23,608	14,46
	4	6,62	5,34	44,76	25	22,894	14,47
	5	6,72	5,37	44,89		23,439	14,47
	6	6,68	5,34	44,80		23,122	14,47
	7	6,50	5,41	45,21	30	22,968	14,45
	8	6,58	5,41	45,24		23,266	14,45
	9	6,57	5,39	45,23		23,140	14,45
	10	6,43	5,46	45,52	35	23,086	14,45
	11	6,50	5,48	45,63		23,480	14,45
	12	6,68	5,48	45,58		24,103	14,45
	13	6,31	5,53	45,83	40	23,102	14,45
	14	6,39	5,50	45,90		23,304	14,45
	15	6,39	5,46	45,85		23,109	14,45
	16	6,20	5,51	46,07	45	22,748	14,45
	17	6,30	5,54	46,14		23,276	14,45
	18	6,31	5,54	46,09		23,288	14,45
	19	6,15	5,59	46,23	50	22,962	14,45
	20	6,21	5,58	46,26		23,160	14,45
	21	6,20	5,60	46,24		23,196	14,45
K-15	1	6,48	5,44	45,11	20	22,992	14,46
	2	6,62	5,36	45,03		23,103	14,46
	3	6,60	5,42	45,07		23,311	14,46
	4	6,50	5,38	45,41	25	22,942	14,45
	5	6,42	5,39	45,48		22,736	14,45
	6	6,48	5,45	45,39		23,158	14,45
	7	6,33	5,45	45,70	30	22,816	14,47
	8	6,42	5,45	45,80		23,191	14,47
	9	6,45	5,49	45,75		23,445	14,47
	10	6,20	5,48	45,92	35	22,565	14,46
	11	6,35	5,47	45,98		23,099	14,46
	12	6,40	5,49	45,93		23,340	14,46
	13	6,15	5,53	46,19	40	22,710	14,46
	14	6,30	5,52	46,26		23,258	14,46

	15	6,28	5,53	46,21		23,201	14,46
	16	6,23	5,55	46,38	45	23,195	14,46
	17	6,31	5,56	46,49		23,591	14,46
	18	6,23	5,51	46,42		23,048	14,46
	19	6,28	5,53	46,40		50	23,278
	20	6,27	5,54	46,56	23,363		14,45
	21	6,16	5,58	46,50	23,090		14,45
ZK30UF	1	6,68	5,44	45,26	20	22,180	13,49
	2	6,62	5,42	45,31		22,169	13,64
	3	6,61	5,39	45,34		22,173	13,73
	4	6,58	5,41	45,39	25	22,189	13,73
	5	6,52	5,40	45,32		22,190	13,91
	6	6,63	5,44	45,29		22,181	13,58
	7	6,37	5,41	45,32	30	22,170	14,20
	8	6,35	5,42	45,24		22,165	14,24
	9	6,33	5,44	45,26		22,190	14,24
	10	6,20	5,42	45,37	35	22,180	14,55
	11	6,20	5,42	45,29		22,175	14,57
	12	6,21	5,42	45,33		22,168	14,53
	13	6,03	5,42	45,31	40	22,186	14,98
	14	6,08	5,41	45,37		22,183	14,86
	15	5,97	5,41	45,34		22,173	15,14
	16	6,07	5,42	45,24	45	22,186	14,91
	17	6,08	5,41	45,32		22,169	14,87
	18	6,08	5,39	45,27		22,168	14,94
	19	6,04	5,41	45,36	50	22,184	14,97
	20	6,02	5,41	45,34		22,183	15,02
	21	6,00	5,42	45,30		22,187	15,06