

На правах рукописи

БАЖИН ПАВЕЛ МИХАЙЛОВИЧ

**СВС-ЭКСТРУЗИЯ МНОГОФУНКЦИОНАЛЬНЫХ  
ЭЛЕКТРОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ ЭЛЕКТРОИСКРОВОГО  
ЛЕГИРОВАНИЯ**

Специальность 01.04.17 – химическая физика,  
в том числе физика горения и взрыва

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени  
кандидата технических наук

Черноголовка – 2009

Диссертация выполнена в Учреждении российской академии наук  
Институте структурной макрокинетики и проблем  
материаловедения РАН

Научный руководитель	доктор физико-математических наук, профессор Столин Александр Моисеевич
Официальные оппоненты	доктор технических наук, профессор Шерышев Михаил Анатольевич  доктор физико-математических наук Бостанджиян Сейран Арташесович
Ведущая организация	Институт нефтехимического синтеза им. А.В.Топчиева РАН

Защита диссертации состоится «\_\_» \_\_\_\_\_ 2009 г. в \_\_\_\_ на заседании диссертационного совета Д002.092.01 при Учреждении российской академии наук Институте структурной макрокинетики и проблем материаловедения РАН по адресу: 142432, г. Черноголовка Московской обл., ул. Институтская, д.8.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ИСМАН.

Автореферат разослан «\_\_» \_\_\_\_\_ 2009 г.

Ученый секретарь  
диссертационного совета  
к.ф.м.-н.

Гордополова И.С.

## Общая характеристика работы

### Актуальность работы

В ИСМАНе, в лаборатории пластического деформирования, разработан технологический процесс СВС-экструзии, сочетающий горение в режиме СВС (самораспространяющийся высокотемпературный синтез) со сдвиговым деформированием. Перспективность использования этого метода обусловлена возможностью за десятки секунд (вместо часов, как в порошковой металлургии) проводить синтез материала из порошков исходных компонентов и формовать изделие заданного размера и формы в одну технологическую стадию. Метод СВС-экструзии является наукоемким и открывает принципиально новый подход в организации технологического процесса получения длинномерных изделий из хрупких и трудно деформируемых порошков тугоплавких неорганических соединений. В результате разработки технологических основ СВС-экструзии была показана принципиальная возможность получения изделий различного назначения: расходоуемых электродов для наплавки и ЭИЛ, сверл, валков, высокотемпературных нагревательных стержней, камнеобрабатывающего и другого инструмента. Достоинства СВС-экструзии, как метода получения длинномерных изделий из тугоплавких материалов, очевидны.

Примером эффективного практического использования СВС-экструзии являются электроды для электроискрового легирования (ЭИЛ). ЭИЛ применяется для нанесения коррозионно- и жаростойких покрытий, снижения коэффициента трения поверхностей, восстановления изношенных деталей и других целей. В настоящее время распространенные установки для ЭИЛ комплектуются электродами из твердых сплавов на основе карбида вольфрама марок ВК и ТК. Известные способы получения электродных материалов используют традиционные приемы порошковой металлургии: прессование и вакуумное спекание или горячее прессование. Эти технологии включают в себя большое число операций, многие из которых сложны, энергоемки и длительны по времени. Пластифицирующие вещества после использования своих технологических функций полностью не удаляются при спекании и влияют на физико-механические свойства электродных материалов и, как следствие, на работу и долговечность инструмента и деталей машин. Для успешной реализации ЭИЛ необходимо решить проблему с расходоуемыми электродами. В последние годы возрос интерес к применению электродных материалов, полученных с использованием СВС-прессования (Е.А.Левашов с сотрудниками), СВС-литья

(В.И.Юхвид с сотрудниками), сухого изостатического прессования (Богинский Л.С. и др.).

Данная работа посвящена получению электродов из широкой гаммы материалов на основе карбидов и боридов переходных металлов, в том числе наноструктурированных материалов, методом СВС-экструзии и упрочнение поверхности режущего и штампового инструмента методом электроискрового легирования. Отсутствие системных исследований в этом направлении не позволяет в полной мере использовать широкие возможности метода СВС-экструзии. Проведение комплексных исследований по получению электродных материалов методом СВС-экструзии для ЭИЛ, является актуальной и перспективной задачей, до сих пор не реализованной другими авторами в России и за рубежом.

В работе представлены результаты экспериментальных исследований, полученные в течение 2004 – 2009 гг. по заданиям в рамках: координационного плана научно-исследовательских работ ИСМАН; российско-американской программы «Фундаментальные исследования и высшее образование» (BRNE); проекта НОЦ 019 ТамбТУ-ИСМАН «Твердофазные технологии» при финансовой поддержке американского фонда гражданских исследований и развития (CRDF) на 2007-2010 гг. и Министерства образования и науки России в рамках аналитической ведомственной целевой программы «Развитие научного потенциала высшей школы» на 2006-2008 гг., код проекта РНП.2.2.1.1.5355, а также в соответствии с федеральной целевой программой «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России» на 2007-2012 гг. при выполнении госконтракта № 02.513.11.3377 от 26 ноября 2007 г.

**Цель работы** – проведение комплексных фундаментальных и прикладных исследований, связанных с разработкой технологических основ получения и применения многофункциональных электродов для ЭИЛ методом СВС-экструзии.

**Задачи исследования:**

- Изучить реологические свойства порошковых шихтовых материалов при одноосном холодном прессовании. Выявить влияние скорости деформирования и дисперсности исходного порошкового материала на кинетику уплотнения и механические свойства уплотненной заготовки.

- Исследовать технологический процесс СВС-экструзии широкой гаммы электродных материалов. Изучить закономерности формирования электродного материала в условиях механических и тепловых воздействий.

- Исследовать возможность получения электродных материалов с субмикронной и наноразмерной структурой в процессе СВС-экструзии.

- Изучить закономерности формирования легированного слоя процесса ЭИЛ СВС-электродными материалами.

- Определить возможные области применения полученных СВС-электродов и потенциальных потребителей этой продукции. Провести сравнительные лабораторные и промышленные испытания покрытий, нанесенных методом ЭИЛ СВС-электродами и стандартными электродами из твердых сплавов на основе карбида вольфрама (группы ВК, ТК), полученных методом порошковой металлургии.

#### **Научная новизна:**

- Впервые предложен реологический подход для изучения порошковых шихтовых материалов  $Ti+C+Ni$ ,  $Ti+V$ ,  $Ti+2V$ ,  $TiO_2+C+V+Al+Zr$  при одноосном холодном прессовании, основанный на исследовании кинетики уплотнения материала в режиме постоянной скорости. Получены данные о влиянии скорости деформирования и дисперсности порошка на реологические характеристики шихтовых заготовок.

- Исследованы технологические режимы СВС-экструзии получения электродов  $TiC-Ni$ ,  $TiV$ ,  $TiB_2$ ,  $(TiC-TiB_2)-(Al_2O_3-ZrO_2)$  и найдены оптимальные параметры экструзии (время задержки, давление, скорость выдавливания, степень деформирования, оптимальные значения геометрических параметров отдельных частей пресс-формы и матрицы). Впервые выявлено влияние длины формирующего пояска матрицы и установлено ее оптимальное значение в диапазоне 10...15 мм. Впервые показана возможность получения электродов с субмикронной и наноразмерной структурой. Исследованы микроструктура и свойства электродных материалов, полученных методом СВС-экструзии.

- Определены зависимости массопереноса, формирования структуры легированного слоя и его свойств СВС-электродными материалами от суммарной величины энергии искровых разрядов, позволяющие установить границы окончания процесса ЭИЛ и его оптимальные технологические параметры. Исследованы свойства и микроструктура легированных слоев.

- Впервые предложена и обоснована методика проведения прочностных испытаний на растяжения образцов в виде пластин, упрочненных в месте захвата СВС-электродами.

#### **Практическая ценность:**

- Разработанный в настоящей работе экспериментальный подход для изучения реологического поведения порошковых

шихтовых материалов при их уплотнении может быть использован для определения из одного опыта интервалов давлений, обеспечивающие необходимые значения плотности заготовок.

- Модернизирована установка, пресс-оснастка, конструкция иницирующего устройства и матрицы, позволяющая нарабатывать опытные партии СВС-электродов. Получены опытные партии СВС-электродов с составом исходной шихты Ti+C+Ni, Ti+V, Ti+2V, TiO<sub>2</sub>+C+V+Al+Zr. Показано, что эти электроды могут быть использованы для нанесения износостойких тонких покрытий (10...50 мкм) на металлическую поверхность деталей и инструментов различного назначения.

- Проведены испытания служебных характеристик покрытий, в том числе производственные испытания упрочненного инструмента, показавшие увеличение стойкости инструмента в 2-4 раза. Акты испытаний на различных заводах прилагаются.

Выполненные исследования обладают инновационной перспективностью и привлекательностью, что было отмечено Государственным фондом содействия развитию малых форм предприятий в научно-технической сфере в виде финансовой поддержки на создание малого инновационного предприятия по разработке и получению многофункциональных электродных материалов (Государственный контракт № 4147р/6488 от 26 июня 2006 г.).

Инновационные исследования и результаты, полученные в данной диссертации, были неоднократно отмечены дипломами и грамотами на различных конкурсах и инновационных салонах:

- Диплом победителя конкурса молодых ученых и специалистов имени члена-корреспондента РАН Кривошеева Н.А. - 2006г., ФГУП «Федеральный центр двойных технологий «СОЮЗ».

- Золотая медаль и диплом за разработку «Новые СВС-электродные материалы» на VI Московском международном салоне инноваций и инвестиций - 2006 г.

- Диплом победителя программы «УМНИК-2007» Фонд содействия развитию малых форм предприятий в научно-технической сфере.

- Диплом победителя конкурса «Молодые таланты» проводимого в рамках III инновационного форума Росатома – 2008г. и др.

#### **Реализация результатов работы:**

- В ГНУ ВНИИТиН (г.Тамбов) организован участок упрочнения режущего инструмента и различных деталей машин, подвергающихся интенсивному износу.

- На предприятии ОАО «АВТОВАЗ» (г.Тольятти) были испытаны сверла из стали 11М5Ф на автоматической линии обработки картера сцепления автомобиля ВА3-2110, изготавливаемого из АК12М. Нормативная стойкость сверл составляла 1000 деталей при износе по задней поверхности 0,3...0,4 мм. Опытные упрочненные сверла имели стойкость 4000 деталей при износе 0,3...0,4 мм по задней поверхности, при этом качество поверхности и разброс размеров были в пределах требования чертежа.

- На предприятии ООО «Фотон» (г.Воронеж) были апробированы метчики прошедшие электроискровое легирование СВС-электродами. Апробирование производилось на блоках ТВД из сплава ЖС-6УВИ и показало увеличение стойкости метчиков М6х1 примерно в 4 раза.

- На предприятии ООО «Тамбовский ИТЦ Машиностроение» (г.Тамбов) была испытана опытная партия шнеков и гильз из стали 12Х18Н10Т сушильных машин ЛК4, ЛК8 и КТЛК4, упрочненная СВС-электродами. Сравнительные испытания на износостойкость упрочненных деталей СВС-электродами показали большую стойкость в 2,5...3,3 раза, чем деталей наплавленных материалом ВЗК.

#### **На защиту выносятся следующие основные положения:**

- Методика проведения исследований реологических свойств порошковых шихтовых материалов при одноосном холодном прессовании и определения необходимого давления прессования порошковых шихтовых заготовок.

- Результаты исследований технологического процесса СВС-экструзии, физико-механических свойств и микроструктуры полученных электродов.

- Результаты исследований влияния технологических режимов нанесения покрытий методом ЭИЛ СВС-электродами на физико-механические, эксплуатационные свойства и микроструктуру легированных слоев.

- Результаты сравнительных испытаний покрытий, легированных стандартными карбидовольфрамовыми и СВС-электродными материалами.

- Методика проведения прочностных испытаний образцов в виде пластин, упрочненных СВС-электродами в местах захвата.

#### **Апробация работы**

Результаты работы были доложены на: «2-6 Всероссийская школа-конференция для молодых ученых» (2004-2008г.), г.Черноголовка; «I Всероссийская школа-конференция Молодые ученые-новой России. Фундаментальные исследования в области

химии и инновационная деятельность» (2005г.), г.Иваново; «Молодежная международная школа-конференция по инновационному развитию науки и техники» (2005г.), г.Черноголовка; «Всероссийская конференция инновационных проектов аспирантов и студентов. Индустрия наносистем и материалы» (2006г.), г.Зеленоград; «Конференция молодых ученых «Реология и физико-химическая механика гетерофазных систем» (2007г.), г.Карачарово; «Международная научно-практическая конференция «Теоретические и экспериментальные достижения в технологиях современного материаловедения в машиностроении» (2007г.), Украина, г.Луцк; «Международная конференция по химической технологии» (2007г.), г.Москва; «IX International Symposium on Self-Propagating High – temperature Synthesis» (2007г.), Dijon, France (стендовый доклад); «Всероссийская конференция молодых ученых «Неравновесные процессы в сплошных средах» (2007г.), г.Пермь; «Международная конференция «Прикладные аспекты финансирования трансфера технологий в современной России. Навыки общения с инвесторами» (2008г.), г.Казань; «Международная конференция «Прикладные аспекты финансирования трансфера технологий в современной России. Навыки общения с инвесторами» (2008г.), г.Казань; I Международная конференция «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества», (2008г.), Суздаль; «XIV Симпозиум по горению и взрыву» (2008г.), Черноголовка; I Международный форум по нанотехнологиям (2008г.), г.Москва и другие.

### **Публикации**

По теме диссертации опубликованы 3 статьи в рецензируемых журналах, 1 патент РФ, 1 статья в специализированном журнале, 26 тезисов в сборниках трудов на перечисленных выше конференциях.

### **Личный вклад автора**

Вклад автора состоит в совместных с научным руководителем постановке задач диссертации, личном проведении экспериментов, количественной обработке полученных экспериментальных данных, формулировке выводов и положений, выносимых на защиту, написании статей по теме диссертации.

### **Обоснованность и достоверность результатов**

Достоверность результатов работы обусловлена тем, что проведено всестороннее экспериментальное исследование процесса СВС-экструзии: изучено влияние комплекса основных технологических параметров (времени задержки, давления, скорости перемещения плунжера пресса, угла матрицы и др.) на интегральные характеристики процесса, такие как длина



выдавленной части образца, коэффициент шероховатости поверхности образца и др. При исследовании свойств, микроструктуры электродов и покрытий были использованы современные взаимодополняющие аттестованные физико-химические методы и методики: растровая электронная микроскопия, рентгеновский спектральный микроанализ и др. исследования с использованием современного оборудования: Инстрон, Axiovert 200 MAT, микроскоп LEO-1450 в комбинации с энергодисперсионным микроанализатором INCA Energy, ПМТ-3, ДРОН-3, машина трения Einhell SB 701 и др.

### **Структура и объем работы**

Диссертационная работа содержит введение, 6 глав, выводы, список литературы и приложения. Общий объем работы составляет 135 страниц, включая 50 рисунков, 14 таблиц и библиографию из 131 наименования.

Автор выражает огромную благодарность научному руководителю, профессору, д.ф.-м.н. Столину Александру Моисеевичу за оказанную помощь в постановке задач, проведении исследований и экспериментов, тщательное обсуждение полученных результатов, полезные замечания, исправления и ценные советы.

Автор выражает особую благодарность Стельмах Любовь Семеновне за ценные и полезные замечания и советы.

Автор выражает благодарность Бокову А.В., Казаковой Т.П., Мухиной Н.И., Беликовой А.Ф., Ковалеву Д.Ю., Кобзеву Д.Е., Пугачеву Д.В., Ярочкину В.С. за помощь в исследовании микроструктуры, свойств электродов и легированных слоев и обсуждении полученных результатов.

## **ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ**

Во **введении** обосновывается актуальность, научная новизна и практическая ценность работы. Сформулированы цели исследований, дана краткая аннотация содержанию работы.

**В первой главе** анализируется современное состояние проблемы. Представлен литературный обзор технической и патентной документации о современных способах получения электродных материалов, методах упрочнения и увеличения работоспособности инструмента, деталей машин и механизмов, подвергающихся интенсивному износу. Показана перспективность получения и использования СВС-электродных материалов. Рассмотрены электрофизические методы обработки инструмента и

деталей машин и механизмов и выявлены основные преимущества и недостатки этих методов.

На основании проведенного обзора сформулированы основные направления и задачи исследований данной работы.

**Во второй главе** описывается оборудование, объекты, методы и методики исследований.

Объектами исследований являются порошки на основе карбидов и боридов титана, а так же многокомпонентная оксидная система, состав которых приведен в таблице 1.

Таблица 1

Состав исследуемых шихтовых составов

Марка твердого сплава	Содержание исходных компонентов в шихте, %масс.	Износостойкая составляющая
СТИМ-2/30Н	56 Ti + 14 C + 30 Ni	TiC
СТИМ-4	81,6 Ti + 18,4 В	TiВ
СТИМ-4Б	68,6 Ti + 31,4 В	TiВ <sub>2</sub>
СТИМ-6Н	53,5 TiO <sub>2</sub> + 3,8 C + 7,7 В + 16,9 Al + 18,1 Zr	TiВ <sub>2</sub> + TiC

Для приготовления исходных шихтовых заготовок были применены методики приготовления шихты, исходных образцов, а так же была впервые предложена и применена методика определения давления прессования порошковых шихтовых заготовок с заданной плотностью и сохранением их целостности при дальнейшей транспортировке.

Методом СВС-экструзии были получены электродные материалы исследуемых составов. Принципиальная схема приведена на рис. 1.

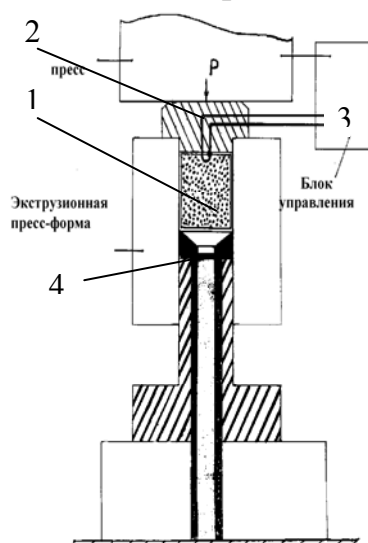


Рис.1. Схема СВС-экструзии.

Сущность метода заключается в следующем: предварительно спрессованную шихтовую заготовку 1 помещают в экструзионную пресс-форму, после иницирования вольфрамовой спиралью посредством иницирующего устройства 2 и определенного времени задержки, выставляемом на блоке автоматического управления 3, происходит продавливание синтезированного материала через калибрующую матрицу 4. Полученные электродные материалы представляют стержни длиной 40...45 мм и диаметром 2, 3, 5 мм.

Полученными СВС-электродными материалами были нанесены упрочняющие износостойкие покрытия методом ЭИЛ на установке SE-5.01.

Изучения физико-механических и эксплуатационных свойств полученных электродов и упрочненных покрытий проводились при помощи стандартных взаимодополняющих аттестованных физико-химических методов и методик: растовая электронная микроскопия, рентгеновский спектральный микроанализ и др.

Эксперименты по исследованию износостойкости легированных слоев и коэффициентов трения в паре покрытие – сталь проводились на универсальной испытательной машине трения Einhell SB 701 с подключенной тензометрической державкой и регистрирующей аппаратурой с программным обеспечением ZetLab.

В третьей главе рассматривается проблема выбора необходимого давления для технологической операции предварительного прессования порошковых шихтовых заготовок с нужной плотностью и сохранением формы при извлечении из пресс-формы и дальнейшей транспортировке.

Был предложен реологический подход к нахождению оптимальных условий прессования порошковых шихтовых материалов. В рамках этого подхода уплотнение порошков и их формуемость рассматриваются как нестационарные процессы деформирования, которые зависят от реологических факторов. Он позволяет установить механизмы деформирования порошковых материалов, определить их реологические свойства. Суть подхода состоит в экспериментальном изучении кривых «напряжение прессования-деформация» (рис. 2) в режиме постоянства скорости деформирования (а не постоянства давления, как принято в традиционных методиках). Эти кривые инвариантны к оборудованию и к форме заготовки. Важно отметить, что кривые получаются непрерывно из одного опыта, а не дискретно из многих опытов, как в традиционном подходе.

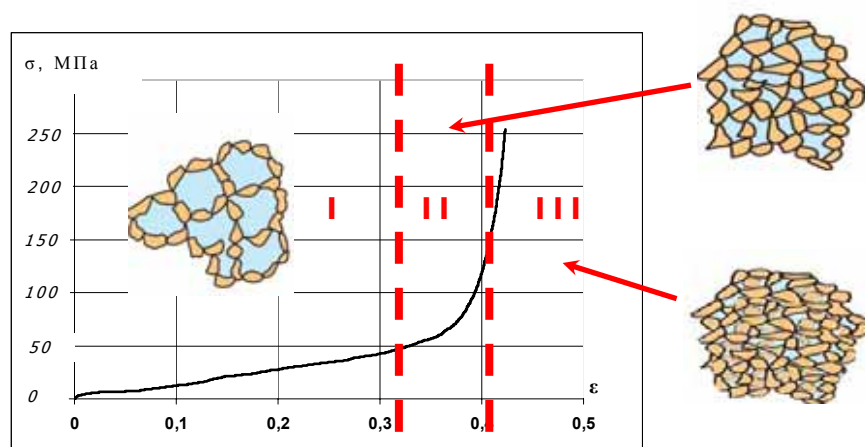


Рис. 2. Зависимость «напряжение прессования-деформация».

На реологической кривой «напряжение прессования-деформация» условно можно выделить 3 стадии деформирования. Первая стадия ограничена значениями деформаций до 20-30% в зависимости от состава шихты и сопровождается линейным ростом напряжений при увеличении деформаций. На этой стадии увеличение деформации происходит за счет перемещения частиц порошка в поры. Вторая стадия соответствует деформациям от 20-30% до 40-45% и очень крутому нелинейному подъему напряжения при увеличении деформации. На этой стадии перемещение частиц происходит за счет аккомодации (приспособления) их между собой и частично за счет деформации объема частиц. Именно эта стадия представляет наибольший технологический интерес, так как в материале накапливается определенная доля пластической деформации. На третьей стадии процесс уплотнения происходит, в основном, за счет роста контактной поверхности при деформации частиц.

На основании полученных реологических кривых для каждого исследуемого состава были определены их реологические характеристики: модуль сжимаемости, конечное значение деформации линейного участка кривой «напряжение-деформация», коэффициент сжимаемости, которые в дальнейшем будут использоваться при математическом моделировании.

Далее реологическая кривая перестраивалась в кривую «давление прессования-относительная плотность» (рис. 3).

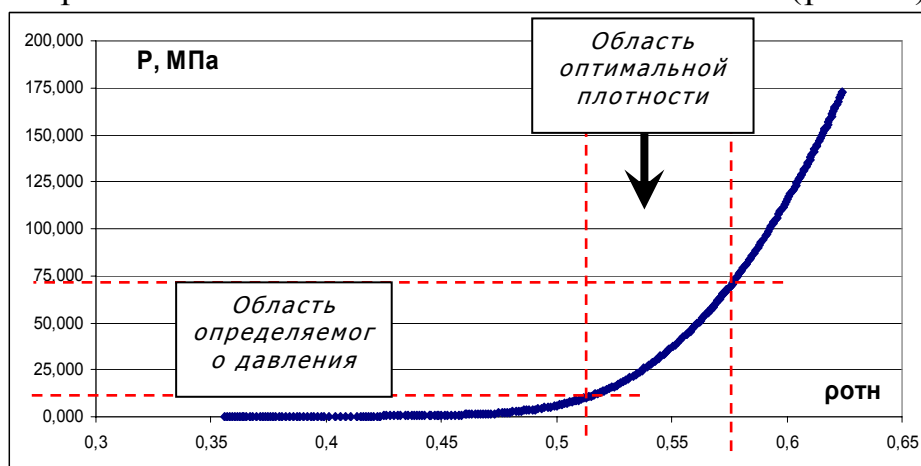
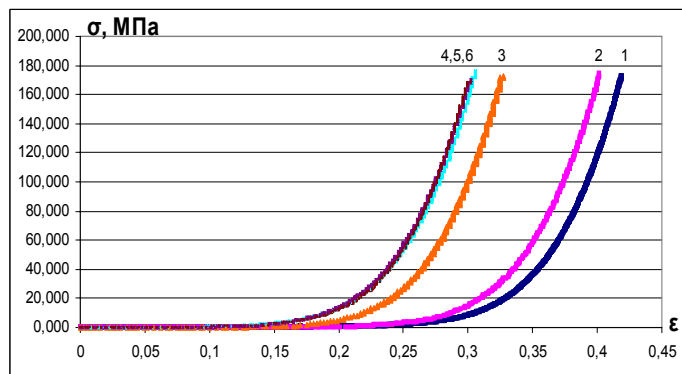


Рис. 3. Зависимость «давление прессования – относительная плотность» СТИМ-4.

Из диаграммы «давление прессования-относительная плотность», учитывая, что для успешного осуществления процессов синтеза в процессах СВС относительная плотность шихтовой заготовки должна составлять 0,5...0,7, определялось давление прессования для каждого исследуемого шихтового состава.

Было исследовано влияние скорости деформирования и дисперсности порошка на влияние реологических свойств исследуемых шихтовых составов.



1 –  $V = 0,5$  мм/мин; 2 –  $V = 5$  мм/мин, 3 –  $V = 10$  мм/мин;  
4 -  $V = 20$  мм/мин; 5 -  $V = 30$  мм/мин; 6 -  $V = 50$  мм/мин.

Рис. 4. Влияние скорости деформирования СТИМ-4.

Из рис. 4 видно, что с увеличением скорости деформирования для достижения необходимой степени деформации нужно приложить большее усилие, т.е. материал хуже прессуется. Было установлено, что при скорости деформирования больше 20 мм/мин реологические свойства порошкового материала не изменяются.

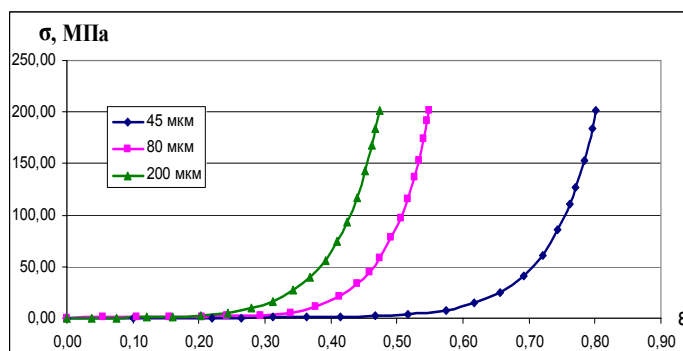


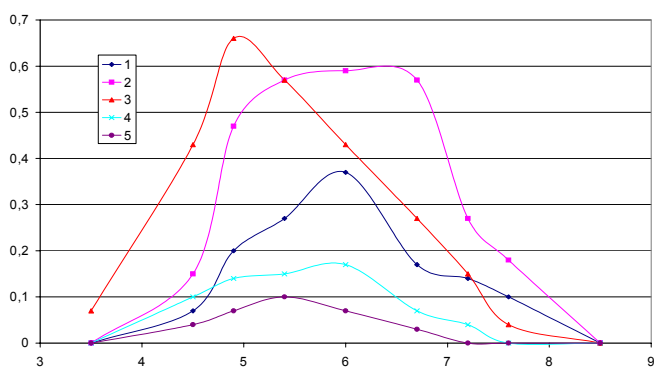
Рис. 5. Влияние дисперсности порошка СТИМ-4.

На рис. 5. приведена реологическая кривая для различной дисперсности порошка. Из рисунка видно, что с уменьшением дисперсности деформируемого порошка уменьшается и давление прессования.

**В четвертой главе** были исследованы технологические параметры получения электродов методом СВС-экструзии.

Одним из важнейших технологических параметров СВС-экструзии является время задержки прессования  $\tau_3$  - время выхода реологических свойств материала на оптимальный уровень для сдвигового деформирования при уплотнении и выдавливании. При

малых временах задержки (рис.6) выдавливание практически не наблюдается, материал не успевает полностью синтезироваться и выдавливается через матрицу в виде непрореагированного порошка. При больших временах задержки материал теряет свои пластические свойства и происходит закупорка матрицы. Оптимальный интервал времени задержки составляет 4,5...6,5с, который зависит и от других технологических параметров процесса СВС-экструзии.



1 -  $\varphi = 180^{\circ}$ ; 2 -  $\varphi = 150^{\circ}$ ; 3 -  $\varphi = 120^{\circ}$ ; 4 -  $\varphi = 90^{\circ}$ ; 5 -  $\varphi = 60^{\circ}$

Рис. 6. Зависимость полноты выдавливания от времени задержки для матриц с различными углами конусной части.

Как показали эксперименты, длина формирующего пояса матрицы  $L$  оказывает сильное влияние на механическую устойчивость течения материала при выдавливании и формообразовании изделия. При  $L \sim 0...10$  мм течение материала через матрицу носит неустойчивый характер, материал не формуется и выдавливается в виде прореагировавшего порошка. Увеличение длины формирующего пояса приводит к потере неустойчивого режима выдавливания, улучшаются качество поверхности и прямолинейность СВС-электродов. По достижении некоторого оптимального значения (различного для каждого материала) дальнейшее увеличение  $L$  перестает оказывать заметное влияние на длину экструдированных стержней (рис. 7).

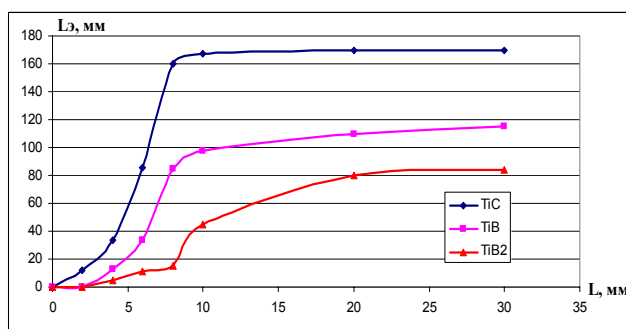


Рис. 7. Зависимость длины стержней от длины формирующего пояса.

На основе полученных результатов была выбрана геометрические параметры формующей матрицы, с которыми нарабатывались опытные партии СВС-электродов.

Одним из технологических параметров, существенно влияющим на процесс, является скорость выдавливания. Ранее было установлено, что с увеличением скорости растет полнота выдавливания материала и, как следствие, длина экструдированных стержней. В данной работе показано существование предельного значения скорости, а при превышении некоторой критической скорости нарушается нормальный режим экструзии, и продукт выдавливается в виде отдельных, плохо скомпактированных кусков или порошка. Величина этой критической скорости зависит от состава материала и других технологических параметров процесса. На рис. (рис. 8) приведены данные зависимости длины выдавленной части от скорости для разных материалов и соответствующих им оптимальной времени задержки. На основе этих результатов видно, что диапазон величины критической скорости находится в интервале 45...60 мм/с.

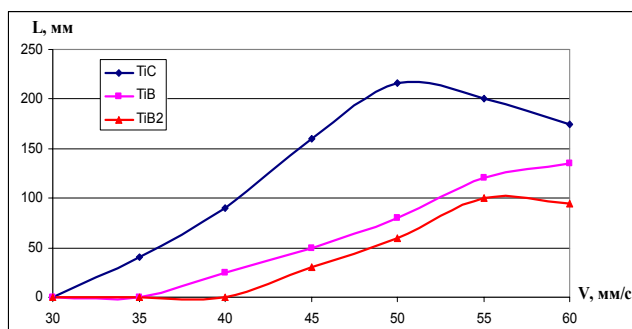


Рис. 8. Зависимость длины электродов от скорости плунжера пресса при  $\tau_3$ : СТИМ-2/30 – 4,5с; СТИМ-4 – 6,5с; СТИМ-4Б – 8,5с.

На рис. 9 представлены зависимости длины выдавленной части от величины задаваемого давления. На этих кривых можно выделить предельное значение давления, дальнейшее увеличение которого уже перестает влиять на длину выдавленной части электродов. Величина давления, соответствующая насыщению и являющаяся оптимальной, составляет 100...120 МПа.

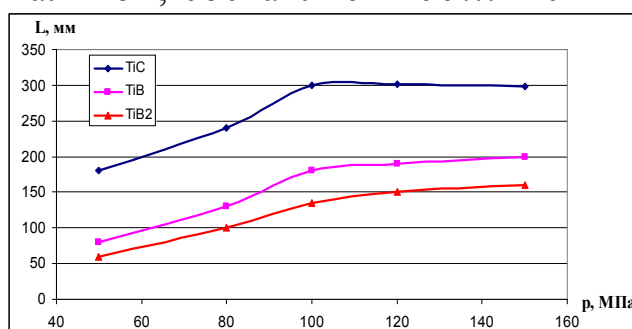


Рис. 9. Зависимость длины стержней от давления при  $\tau_3$ : СТИМ-2/30 – 5с; СТИМ-4 – 7с; СТИМ-4Б – 9 с.

Была исследована микроструктура полученных электродов. Для проведения исследований по стандартной методике изготавливались шлифы из СВС-электродов. Свойства полученных электродных материалов приведены в таблице 2.

Таблица 2

Свойства СВС-электродов

Марка электрода	Твердая основа	Плотность, г/см <sup>3</sup>	Ср.размер зерна, мкм	Твердость, НРА
СТИМ-2/30	TiC	5,8	1...5	79
СТИМ-4	TiB	5,4	2...4	88
СТИМ-4Б	TiB <sub>2</sub>	4,2	1...3	86

В пятой главе показана возможность получения электродов с субмикронной и наноразмерной структурой.

Была предложена следующая исходная смесь: TiO<sub>2</sub>+C+V+Al+Zr. Выбран такой состав из соображений, что в результате синтеза и протекания последовательных реакций металлотермического восстановления титана алюминием и цирконием и его взаимодействия с сажей и аморфным бором, образуется однородная смесь из двух эвтектик (TiC-TiB<sub>2</sub>)эвт и (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub>)эвт. при затвердевании которые будут препятствовать росту зерен.

Были исследованы и найдены оптимальные значения основных технологических параметров СВС-экструзии.

По данным рентгенофазового анализа (рис. 10) образуется, 5 фаз: TiC, TiB<sub>2</sub>, ZrO<sub>2</sub> (две модификации), Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Оксид циркония модифицируется в моноклинный и тетрагональный.

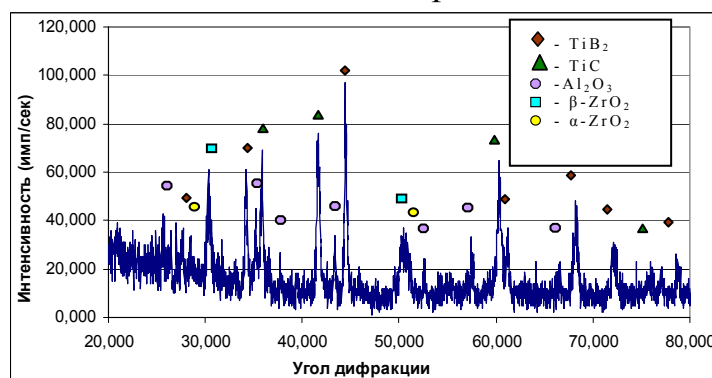


Рис. 10. Рентгенограмма экструдированных электродов.

На рис. 11 приведена микроструктура электродов. Более светлыми фазами являются ZrO<sub>2</sub> и Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, серые и темные - TiC и TiB<sub>2</sub> (рис. 11 а). Фазы ZrO<sub>2</sub> и Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> образуют между собой эвтектику, представляющую вытянутые жгутики толщиной менее 100 нм. Они окружены зернами, TiC и TiB<sub>2</sub>, размерами порядка 1-2 мкм. Также встречаются зерна ZrO<sub>2</sub> размерами менее 5 мкм,



которые распределены по поверхности электрода. Следует отметить, что остаточная пористость не превышает 5% (рис. 11 б).

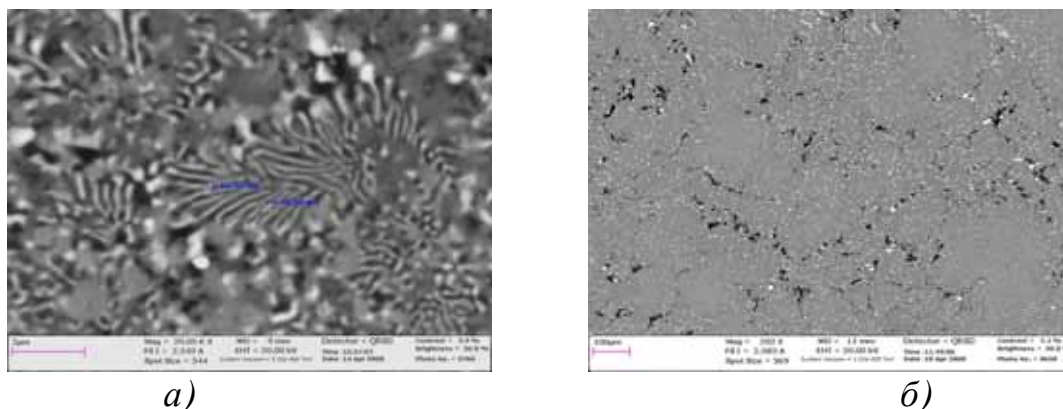


Рис. 11. Микроструктура электродов.

Полученные электроды имеют высокую твердость и хрупкую структуру. Эксперименты показали, что с уменьшением степени деформации материала дефектность поверхности растет. При этом дефектность составляет не более 5..20% от всего объема полученных экструдированных изделий.

**В шестой главе** рассматриваются возможные практические приложения, полученных СВС-электродных материалов.

Были исследованы технологические режимы ЭИЛ СВС-электродами на установке SE-5.01. В качестве подложки были использованы образцы размерами 20x8x2 из стали 3 и стали 45. Для сравнительных анализов проводилось легирование промышленными электродами марки Т15К6.

Были изучены кинетические зависимости эрозии анода ( $m_a$ ) и привеса катода ( $m_k$ ) при различных режимах ЭИЛ, которые позволяют определить интенсивность переноса материала анода на катод во времени, толщину формируемого слоя, определить оптимальные режимы легирования.

Был исследован коэффициент  $k_э$ , который характеризует количество эродируемого электродного материала перенесенного на подложку (рис. 12).

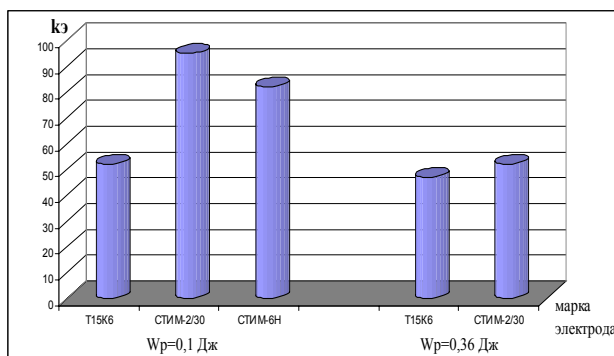


Рис. 12. Коэффициент переноса электродов.

Наиболее эффективно использовать для ЭИЛ электроды марки СТИМ, коэффициент переноса материала для СВС-электродов составляет до 90%.

Была изучена микроструктура легированного слоя. На поверхности подложки возникает “белый слой” толщиной 10...50 мкм, который не поддается травлению реактивами, применяемыми для материала основы (рис. 13). Под белым слоем расположена переходная зона – подслой, представляющая собой область термического воздействия импульсных разрядов и диффузионного взаимопроникновения элементов анода в катод.

Было измерено распределение микротвердости от поверхности легированного слоя к сердцевине подложки на стали 45 (рис. 13), которое показывает, что микротвердость уменьшается от поверхности к сердцевине.

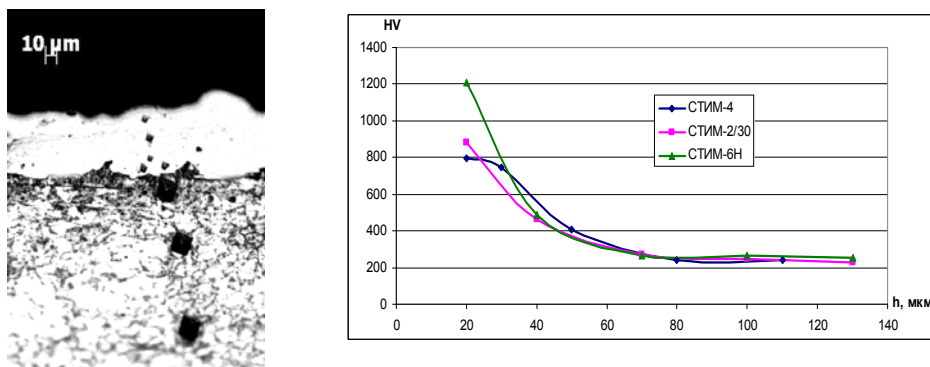


Рис. 13. Следы индентора и микротвердость легированных слоев.

В работе проводилось исследование кинетики износа упрочненных образцов при частоте оборотов 1000 об/мин. В качестве подложки были использованы образцы диаметром 45 мм из стали 45. Эксперименты проводились без использования СОЖ.

Из рис. 14 а видно, что более интенсивный износ имеют образцы, легированные электродами Т15К6. Наименьшим износом обладают покрытия легированные электродами марки СТИМ, которые превосходят промышленных аналогов в ~ 1,5...3,5 раза.

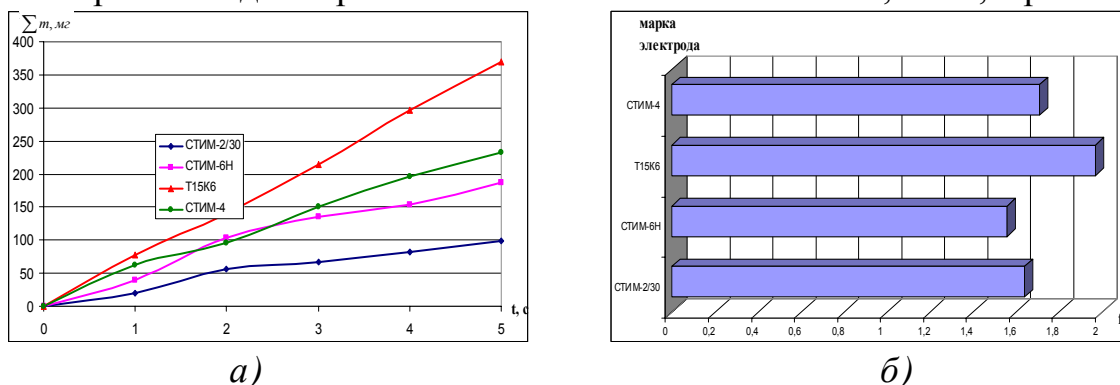


Рис. 14. а) Зависимость износа покрытий; б) Зависимость коэффициента трения от состава электрода.

Были исследованы коэффициенты трения в паре покрытие – сталь 45. Для покрытий СВС-электродами коэффициент трения уменьшился до 25% (рис. 14 б) по сравнению со стандартными электродами на основе карбида вольфрама (группы ВК, ТК).

Была предложена методика проведения испытаний на растяжение образцов в виде пластин, упрочненных в месте захвата. Исследования проводились на испытательной машине INSTRON.

Место зажимов державкой образцов при растяжении является концентратором напряжений, поэтому по стандартной методике его усиливают увеличением ширины зоны захвата. Образцы в виде пластин не рекомендуются для таких испытаний, т.к. при растяжении область захвата является наиболее ослабленной, где и происходит разрыв. В результате возникает неточность определения прочностных характеристик исследуемых материалов.

Было решено усилить место захвата путем нанесения покрытий со всех сторон методом ЭИЛ СВС-электродами. При растяжении таких образцов местом разрыва стал неупрочненный участок, а диаграммы растяжения совпали с «традиционными». Проведенные эксперименты дают основания использовать такие образцы для проведения исследований материалов на растяжение.

Результаты сравнительных лабораторных испытаний покрытий, нанесенных ЭИЛ СВС-электродами, показали увеличение износостойкости в 2...4 раза и уменьшение коэффициента трения до 25%. Окончательную оценку работоспособности легированного слоя установили промышленные испытания упрочненных деталей и инструмента на различных предприятиях страны, которые показали перспективность и преимущества применения СВС-электродов, что подтверждается актами испытаний.

### **Выводы по работе:**

✓ Предложен реологический подход для изучения реологических свойств порошковых шихтовых материалов при одноосном холодном прессовании. Изучены и определены реологические характеристики шихтовых заготовок, позволяющие выбрать необходимый интервал давлений, обеспечивающий целостность таблетки и нужную плотность на стадии предварительного прессования. Выявлено влияние скорости уплотнения и дисперсности порошка на реологические характеристики шихтовых заготовок.

✓ Исследован технологический процесс СВС-экструзии получения электродных материалов. Определены основные технологические параметры СВС-экструзии и найдены интервалы их оптимальных значений. Исследованы микроструктура и свойства электродных материалов, полученных методом СВС-экструзии.

Показана возможность получения электродов с субмикронной и наноразмерной структурой.

✓ Отработаны технологические режимы нанесения покрытий СВС-электродами методом ЭИЛ и определены их оптимальные значения. Проведенные исследования микроструктуры и физико-механических свойств легированных поверхностей показали, что на поверхности подложки образуются покрытия с высокой твердостью, адгезионной прочностью, сплошность которых достигает 100%.

✓ Проведены сравнительные лабораторные и промышленные испытания покрытий нанесенных методом ЭИЛ, которые показали повышение износостойкости упрочненных деталей СВС-электродами в 2...4 раза и уменьшение коэффициента трения до 25% по сравнению со стандартными электродами из твердых сплавов на основе карбида вольфрама (группы ВК, ТК), полученных методом порошковой металлургии.

✓ Предложена методика проведения прочностных испытаний на растяжения, которая позволяет использовать образцы в виде пластин, упрочненных СВС-электродами в месте захвата. Показано, что легирование поверхности образцов позволяет увеличить предел их прочности в 1,5 раза.

#### **Основные результаты работы опубликованы:**

1. Патент РФ № 56236 от 10.05.2006г. Столин А.М., Стельмах Л.С., Бажин П.М., Пономарев Р.Н. Установка для получения твердосплавных электродов для электроискрового легирования.
2. Столин А.М., Бажин П.М., Пугачев Д.В. Реологическое поведение порошковых шихтовых материалов при холодном одноосном прессовании. // Изв. вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. 2008г. - №4. - С. 28-31.
3. A.M. Stolin, P.M. Bazhin and D. V. Pugachev. Cold uniaxial compaction of Ti-containing powders: Rheological aspects. SHS, 2008. - V.17. -N.2. - p. 154-155.
4. Бажин П.М., Столин А.М. Метод электроискрового легирования для упрочнения стали 12Х18Н10Т. // Станочный парк. 2008г. - №10(55). - С. 26-27.
5. Столин А.М., Бажин П.М. Получение твердосплавных материалов с субмикронной и наноразмерной структурой. Перспективные материалы, Специальный выпуск, декабрь 2008. - С. 106-112.
6. Бажин П.М., Столин А.М. Производство СВС-электродов. Международная конференция «Прикладные аспекты финансирования трансфера технологий в современной России. Навыки общения с инвесторами», г.Казань, 27-28 марта 2008г. - С. 79-80.

7. I Международный форум по нанотехнологиям, г.Москва, 3-5 декабря 2008г. Бажин П.М. Перспективы получения и пути коммерциализации СВС-электродов с субмикронной и наноразмерной структурой. С.688-689.
8. А.М.Столин, П.М.Бажин, Р.Н.Пономарев. Физико-химические особенности структурообразования в продуктах горения при воздействии на них давления и сдвига. Труды международного симпозиума "Физика и химия процессов, ориентированных на создание новых наукоемких технологий, материалов и оборудования", Черногоровка, 2007г. - С. 275-280.
9. Бажин П.М., Пономарев Р.Н. Столин А.М, Стельмах Л.С. Опыт применения СВС-экструзии для получения новых элетродных материалов. Международная научно-практическая конференция «Теоретические и экспериментальные достижения в технологиях современного материаловедения в машиностроении», Украина, г.Луцк, 28-31 мая 2007г. - С.74-76.
10. Бажин П.М., Пономарев Р.Н., Столин А.М., Стельмах Л.С. Теория и практика СВС-экструзии для получения длиномерных изделий из неорганических материалов. Международная конференция по химической технологии, Москва, 17-23 июня 2007г. - Т.1. - С.52-53.
11. P.M. Vazhin, R.N. Ponomarev, D.V. Pugachev, A.M. Stolin "Rheological Behaviour of Powder Materials on the Basis of the Titan at Cold Uniaxial Pressing", Abstract book, IX International Symposium on Self-Propagating High – temperature Synthesis. Dijon, France 1-5 July, 2007. Pp. T2\_P04.
12. Бажин П.М., Пономарев Р.Н. СВС-электродные материалы марки СТИМ. Всероссийская конференция инновационных проектов аспирантов и студентов. Индустрия наносистем и материалы. г.Зеленоград, 26-29 сентября 2006г. - С.56-57.

Представленные публикации в полной мере отражают содержание диссертационной работы.