

Е. В. Агеева, Н. М. Хорьякова, Б. Н. Сабельников, А. Е. Агеева

**ОПТИМИЗАЦИЯ ПРОЦЕССА ИЗГОТОВЛЕНИЯ БЕЗВОЛЬФРАМОВОГО
ТВЕРДОГО СПЛАВА ПУТЕМ ИСКРОВОГО ПЛАЗМЕННОГО
СПЕКАНИЯ ПОРОШКОВ, ПОЛУЧЕННЫХ ЭЛЕКТРОЭРОЗИОННЫМ
ДИСПЕРГИРОВАНИЕМ ОТХОДОВ СПЛАВА TN20 В ВОДЕ***

Юго-Западный государственный университет

e-mail: ageeva-ev@yandex.ru

Представлены результаты проведенных экспериментальных исследований, направленных на оптимизацию процесса искрового плазменного спекания порошков, полученных электроэрозионным диспергированием отходов безвольфрамового твердого сплава TN20 в воде. Установлены оптимальные значения давления, температуры и времени выдержки искрового плазменного спекания электроэрозионных твердосплавных порошков, обеспечивающих беспористую структуру сплава с максимальной твердостью. Проведение намеченных мероприятий позволит решить проблему рециклинга отходов сплава TN20 и дальнейшее его применение и, тем самым, снизить себестоимость производства конечного продукта.

Ключевые слова: отходы безвольфрамового твердого сплава, электроэрозионное диспергирование, вода, твердосплавный порошок, искровое плазменное спекание, оптимизация процесса, твердость

E. V. Ageeva, N. M. Khoryakova, B. N. Sabelnikov, A. E. Ageeva

**OPTIMIZATION OF THE MANUFACTURING PROCESS OF A TUNGSTEN-FREE
HARD ALLOY BY SPARK PLASMA SINTERING OF POWDERS OBTAINED
BY ELECTROEROSION DISPERSION OF TN20 ALLOY WASTE IN WATER***

Southwestern State University

The results of the conducted experimental studies aimed at optimizing the process of spark plasma sintering of powders obtained by electroerosion dispersion of waste from a non-tungsten hard alloy TN20 in water are presented. Optimal values of pressure, temperature, and holding time of spark plasma sintering of electroerosive carbide powders, providing a nonporous alloy structure with maximum hardness, have been established. The implementation of the planned measures will solve the problem of waste recycling of TN20 alloy and its further application and, thereby, reduce the cost of production of the final product.

Keywords: tungsten-free hard alloy waste, electroerosion dispersion, water, carbide powder, spark plasma sintering, process optimization, hardness

Введение

В настоящее время безвольфрамовые твердые сплавы (БВТС) группы ТН на основе карбида титана нашли широкое применение для обработки металлов резанием как альтернатива более дорогостоящим вольфрамсодержащим твердым

сплавом [1–4]. Тем не менее в их составе присутствуют другие дорогостоящие компоненты такие, как Ti, Mo и Ni [5–8]. Поэтому в настоящее время актуальной проблемой является сбор отходов данных сплавов, их переработка и дальнейшее повторное использование.

© Агеева Е. В., Хорьякова Н. М., Сабельников Б. Н., Агеева А. Е., 2025.

* Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 24-29-00316, <https://rscf.ru/project/24-29-00316/>

К числу наиболее перспективных и промышленно не применяемых технологий относят технологию разрушения токопроводящих материалов за счет электрической эрозии. Причем процесс электроэрозионного диспергирования (ЭЭД) протекает в жидких рабочих средах, которые влияют на состав, структуру и свойства образующихся металлопорошков [9, 10].

Традиционные методы спекания порошков не способствуют образованию беспористой структуры сплавов и стабильно высоким физико-механическим свойствам.

Современной альтернативой традиционному спеканию является искровое плазменное спекание (ИПС), при котором используются импульсы постоянного электрического тока, проходящего через графитовую матрицу, в которой находится образец [11–13]. Процесс состоит из совместного воздействия температуры, осевого давления и электрического тока в присутствии электромагнитного поля (плазмы). Высокие локальные температуры между частицами испаряют загрязняющие вещества и оксиды на поверхности частиц до образования перемычки. Именно этот эффект с одновременным приложением осевого давления позволяет значительно снизить температуру спекания и продолжительность процесса, что в свою очередь способствует значительному уменьшению скорости роста зерна, в отличие от спекания без нагрузки или горячего прессования. Искровое плазменное спекание позволяет получать спеченные сплавы с повышенными физико-механическими свойствами.

Решение вопросов, связанных с улучшением качества БВТС, изготовленных ИПС порошков, полученных из отходов, требует проведения комплексных исследований [14].

Целью настоящей работы являлось определение оптимальных значений температуры, давления и времени выдержки искрового плаз-

менного спекания электроэрозионных порошков, полученных из отходов безвольфрамового твердого сплава ТН20, и обеспечивающих беспористую структуру нового спеченного сплава.

Материалы и методы проведения исследований

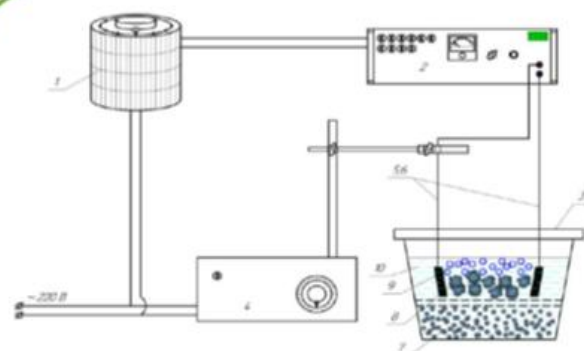
Для получения твердосплавного порошка использовали отходы БВТС марки ТН20 (в соответствии с ГОСТ 26530–85 следующий: Ni до 15%; Mo до 6 %; Nb до 0,1%; TiC остальное), которые измельчали методом электроэрозионного диспергирования в дистиллированной воде на установке для ЭЭД металлоотходов [15]. При диспергировании отходов ТН20 использовали следующие параметры установки: емкость конденсаторов 60,0–62,5 мкФ, напряжение на электродах 120–140 В и частота следования импульсов 120–140 Гц. В результате локального воздействия кратковременных электрических разрядов между электродами произошло разрушение отходов твердого сплава с образованием частиц безвольфрамового твердосплавного порошка. Блок-схема процесса электроэрозионного диспергирования отходов сплава представлена на рис. 1, а. Спекание безвольфрамового твердосплавного порошка осуществлялось в системе SPS 25-10 «Thermal Technology» (рис. 1, б).

Микроструктуру БВТС исследовали на электронно-ионном сканирующем (растровом) микроскопе с полевой эмиссией электронов «QUANTA 600 FEG».

Оптимизацию технологического процесса искрового плазменного спекания твердосплавного электроэрозионного порошка проводили путем постановки полного факторного эксперимента и метода крутого восхождения Бокса и Уилсона. Блок-схема методики оптимизации технологического процесса спекания представлена на рис. 2.



Установка электроэрозионного диспергирования



Общая схема системы оборудования электроэрозионного диспергирования: 1 – Латтер, 2 – установка ЭД, 3 – эксикатор, 4 – встряхиватель, 5 и 6 – электроды, 7 – электроэрозионные частицы, 8 – кольцо, 9 – газовые пузыри, 10 – рабочая жидкость

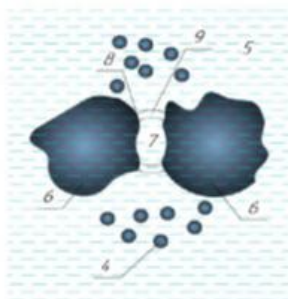
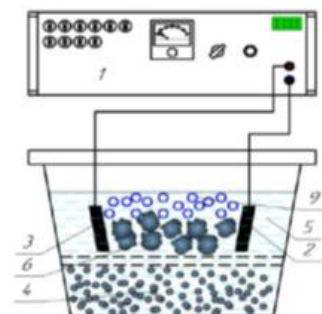
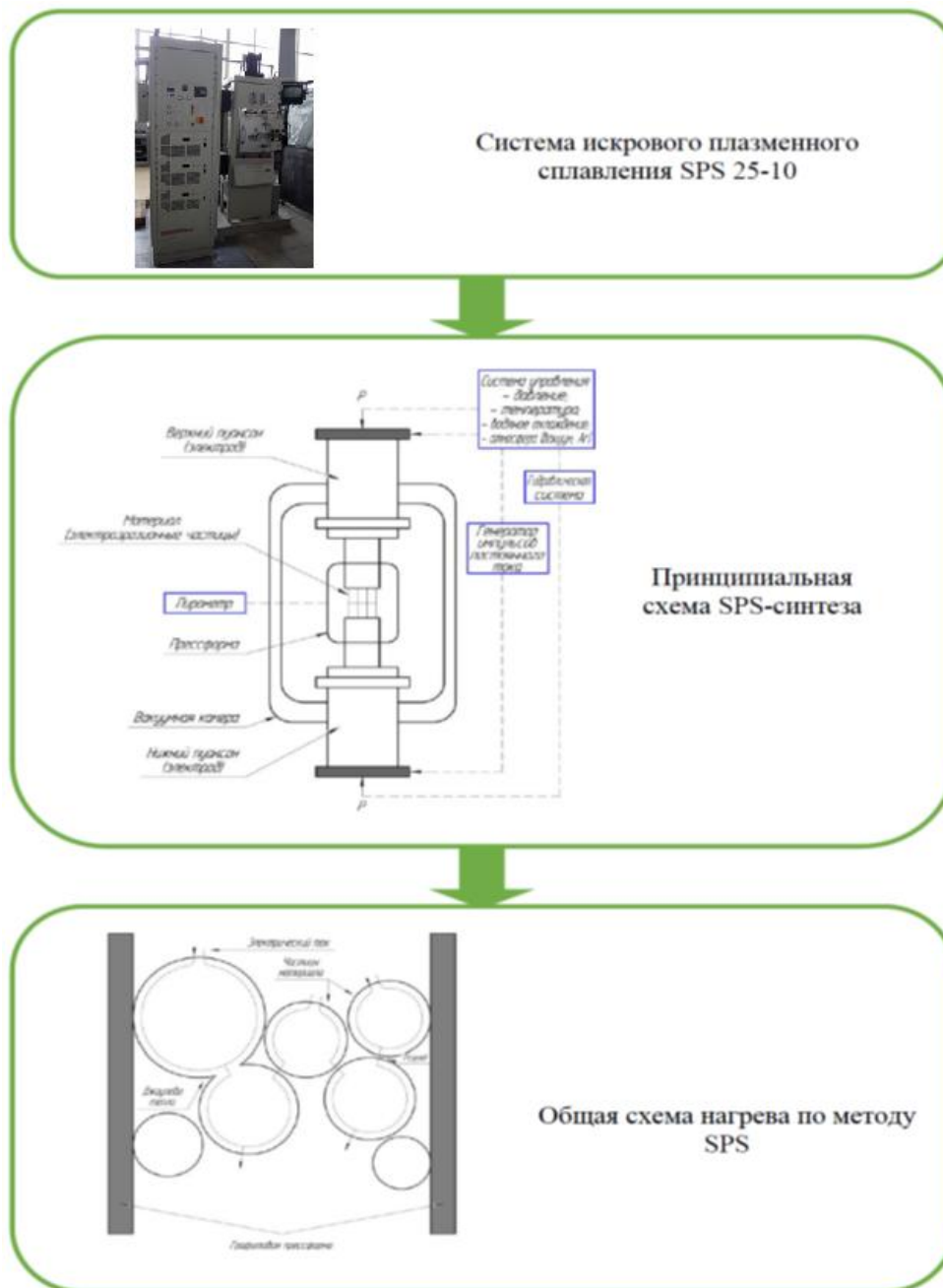


Схема процесса ЭЭД: 1 – установка ЭД, 2 и 3 – электроды, 4 – электроэрозионные частицы, 5 – рабочая жидкость, 6 – отходы, 7 – канал разряда, 8 – точка разряда, 9 – газовый пузырь

а

Рис. 1. Блок-схема получения (см. также с. 49):
а – порошка; *б* – сплава



б

Рис. 1. Окончание

Для оценки влияния указанных факторов и математического описания процесса использована модель первого порядка вида

$$\hat{y} = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_3X_3 + b_{12}X_1X_2 + b_{13}X_1X_3 + b_{23}X_2X_3 + b_{123}X_1X_2X_3$$

где X_1, X_2, X_3 – факторы,

Уровень варьируемых факторов	Обозначение кодовое	X_1	X_2	X_3
Основной уровень	0			
Интервал варьирования	Δx_i			
Верхний уровень	+1			
Нижний уровень	-1			

Каждый опыт проводится трижды (y_1, y_2, y_3).

Используя уравнения $X_1 = \frac{u-0}{\Delta x_{i(u)}}$; $X_2 = \frac{v-0}{\Delta x_{i(v)}}$; $X_3 = \frac{c-0}{\Delta x_{i(c)}}$, перекодируем значения факторов и составим матрицу планирования эксперимента.

№ опыта	X_0	X_1	X_2	X_3	X_1X_2	X_1X_3	X_2X_3	$X_1X_2X_3$	y_1	y_2	y_3	$\bar{y}_l$	$S^2_{\text{воспр}_i}$
1	+	-	-	-	+	+	+	-					
2	+	+	-	-	-	-	+	+					
3	+	-	+	-	-	+	-	+					
4	+	+	+	-	+	-	-	-					
5	+	-	-	+	+	-	-	+					
6	+	+	-	+	-	+	-	-					
7	+	-	+	+	-	-	+	-					
8	+	+	+	+	+	+	+	+					

a

Рис. 2. Блок-схема методики оптимизации (см. также с. 51, 52):

a – этап 1; *б* – этап 2; *в* – этап 3

1. $\bar{y}_i = \frac{y_1 + y_2 + y_3}{3}$

2. Определяем дисперсию параллельных опытов:

$$S_{\text{воспр}_i}^2 = \frac{1}{m_i - 1} \sum_{j=1}^{m_i} (y_{ij} - \bar{y}_i)^2$$

3. Вычисляем сумму дисперсии воспроизводимости для всех опытов $\sum_{i=1}^8 S_{\text{воспр}_i}^2$

4. Осуществляем проверку дисперсий с использованием критерия Кохрена:

$$G_{\text{расч}} = \frac{S_{\text{max}}^2}{\sum_{i=1}^n S_{\text{воспр}_i}^2}$$

Сравниваем $G_{\text{расч}}$ и $G_{\text{табл}}$. Если $G_{\text{расч}} < G_{\text{табл}}$, принимаем гипотезу об однородности дисперсий. Если $G_{\text{расч}} > G_{\text{табл}}$, дисперсия неоднородная.

5. Вычисляем дисперсию воспроизводимости для всех экспериментов

$$S_{\text{восп}}^2 = S_{(y)}^2 = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N S_{\text{воспр}_i}^2$$

6. Вычисляем ошибку всего эксперимента

$$S(y) = \sqrt{S_{(y)}^2}$$

7. Рассчитываем коэффициенты уравнения

$$b_i = \frac{1}{N} \sum_1^N X_{in} \bar{y}_i, \quad b_0 = \frac{1}{N} \sum_1^N \bar{y}_i, \quad b_{ij} = \frac{1}{N} \sum_1^N X_{in} X_{jn} \bar{y}_i$$

8. Составление уравнения регрессии

$$\hat{y} = b_0 + b_1 X_1 + b_2 X_2 + b_3 X_3 + b_{12} X_1 X_2 + b_{13} X_1 X_3 + b_{23} X_2 X_3 + b_{123} X_1 X_2 X_3$$

9. Проверяем статистическую значимость коэффициентов.

$$S(b_i) = \frac{S(y)}{\sqrt{Nm}}$$

Далее определяем доверительный интервал длиной $2\Delta b_i$:

$$\Delta b_i = t_{\text{табл}} S(b_i)$$

Табличное значение $t_{\text{табл}}$ выбираем для числа степеней свободы $f = N(m - 1)$

Сравниваем Δb_i и b_i . Если $\Delta b_i > b_i$, то коэффициент не значимый – исключаем из уравнения регрессии. Если $\Delta b_i < b_i$, то коэффициент значимый – оставляем в уравнении регрессии.

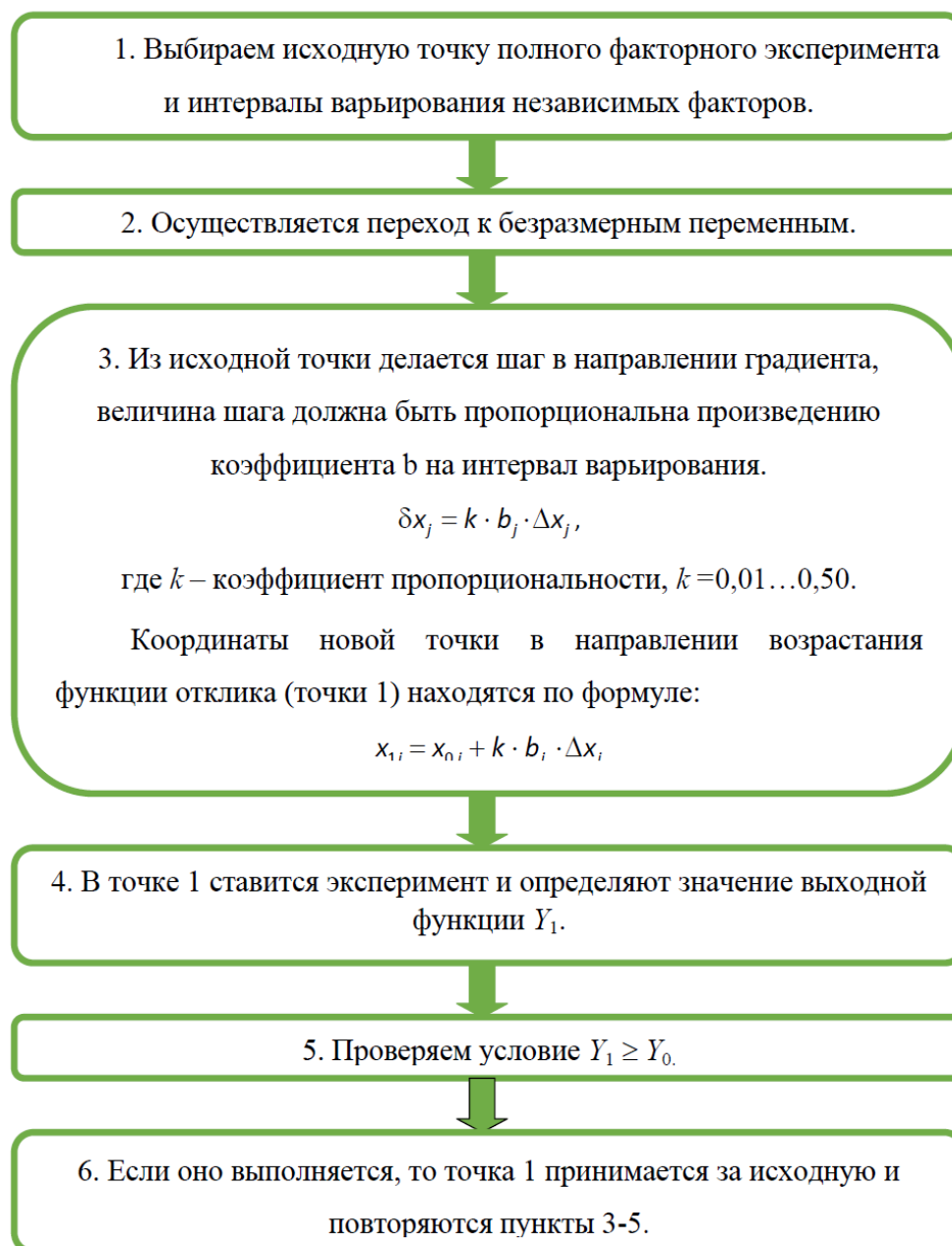
10. Проверяем уравнение на адекватность

Находят значения F -критерия Фишера (дисперсное отношение):

$$F_{\text{расч}} = \frac{S_{\text{ад}}^2}{S_{\text{восп}}^2} = \frac{S_{\text{ад}}^2}{S^2(y)}$$

Для того чтобы воспользоваться таблицей F -критерия, необходимо определить число степеней свободы $f_{\text{ад}}$ и $f_{\text{восп}}$: $f_{\text{ад}} = N - 1$, $f_{\text{восп}} = N(m - 1)$.

Исходя из найденных значений $f_{\text{ад}}$, $f_{\text{восп}}$ находим по таблице $F_{\text{табл}}$. Если $F_{\text{расч}} < F_{\text{табл}}$, то уравнение считают адекватным.



в

Рис. 2. Окончание

Результаты исследований

Результаты предварительных исследований спеченного БВТС показали влияние параметров искрового плазменного спекания (температура T , °С; давление P , МПа и время выдержки t , мин.) на физико-механические свойства новых сплавов. Наиболее информативной и технологически простой в плане ее определения является твердость сплава. Поэтому оптимизацию процесса искрового плазменного спекания твердосплавных электроэрозионных порошков

проводили по твердости путем постановки полного факторного эксперимента.

Для оценки влияния температуры, давления и время выдержки, а также составления математического описания процесса получения новых сплавов искровым плазменным спеканием была использована модель первого порядка.

Согласно блок-схемам методики, представленным на рис. 2, были выбраны уровни и интервалы варьирования (табл. 1) и составлены матрицы планирования для экспериментов (табл. 2).

Таблица 1

Уровни и интервалы варьирования

Уровень варьируемых факторов	Обозначение кодировое	T, °C		P, МПа		t, ч	
		X_1		X_2		X_3	
		вода	спирт	вода	спирт	вода	спирт
Основной уровень	0	1100	1200	30	30	7,5	10
Интервал варьирования	Δx_i	100	50	10	10	2,5	5
Верхний уровень	+1	1200	1250	40	40	10	15
Нижний уровень	-1	1000	1150	20	20	5	5

Согласно проведенным расчетам, были получены уравнения регрессии, моделирующие полный факторный эксперимент (1):

$$\hat{y} = 85 + 3,5X_1 + X_2 + 2,25X_3 + 0,25X_1X_3 - 0,25X_2X_3 + 0,25X_1X_2X_3 \quad (1)$$

Таблица 2

Матрица планирования эксперимента

№ опыта	X_0	X_1	X_2	X_3	X_1X_2	X_1X_3	X_2X_3	$X_1X_2X_3$	y_1	y_2	y_3	$\bar{y}_i$	$S_{воспр_i}^2$
1	+	–	–	–	+	+	+	–	75	79	80	78	7
2	+	+	–	–	–	–	+	+	85	85	86	85	0,5
3	+	–	+	–	–	+	–	+	81	80	82	81	1
4	+	+	+	–	+	–	–	–	87	86	88	87	1
5	+	–	–	+	+	–	–	+	85	82	82	83	3
6	+	+	–	+	–	+	–	–	90	90	90	90	0
7	+	–	+	+	–	–	+	–	86	82	84	84	4
8	+	+	+	+	+	+	+	+	95	91	90	92	5

В результате проверки статистической значимости коэффициентов все коэффициенты уравнения, моделирующего полный факторный эксперимент процесса искрового плазменного спекания твердосплавных электроэрозионных порошков, полученных в дистиллированной воде, кроме b_{12} , b_{13} , b_{23} , b_{123} , оказались статистически значимыми.

После исключения статистически незначимых коэффициентов уравнения регрессии принимают вид (2):

$$\hat{y} = 85 + 3,5X_1 + X_2 + 2,25X_3 \quad (2)$$

Проверку уравнений на адекватность проводили с использованием критерия Фишера. В результате расчета установлено, что уравнения регрессии адекватны.

Полученные уравнения были использованы для расчета крутого восхождения по поверхности отклика.

Крутое восхождение (таблицы 3) начинали из нулевой точки (основные уровни).

Таблица 3

Расчет крутого восхождения

Наименование	X_1 (T, °C)	X_2 (P, МПа)	X_3 (t, мин)	$\hat{y}$, HRA
Основной уровень	1100	30	7,5	–
Коэффициент b_i	3,5	1	2,25	–
Интервал варьирования ξ_i	100	10	2,5	–
$b_i \cdot \xi_i$	350	10	5,6	–
Шаг Δ_i	35	1	0,56	–
Округленный шаг	35	1	1	–
Опыт 1	1135	31	8,5	87,2
Опыт 2	1170	32	9,5	89,4
Опыт 3	1200	33	10	91,0
Опыт 10 (max)	1200	40	10	91,7

Согласно проведенной серии опытов определены предельные значения параметра оптимизации $\hat{y}$ (твердости), которые составили: для сплава, изготовленного искровым плазменным спеканием твердосплавных электроэрозионных порошков, полученными в воде – 91,7 HRA при 40 МПа, температуре 1200 °С и времени выдержки 10 мин.

Далее были проведены исследования микроструктуры БВТС, изготовленных при оптимальных режимах ИПС (рис. 3).

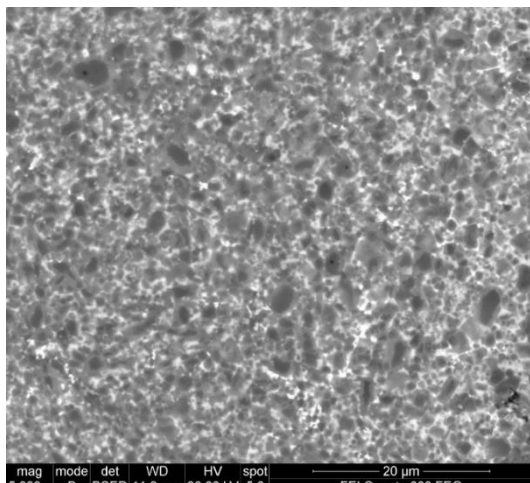


Рис. 3. Микроструктура БВТС, изготовленного ИПС твердосплавных электроэрозионных порошков, полученных в воде

Анализ микроструктур БВТС, показал, что новые сплавы имеют мелкозернистое строение, без включений, равномерное распределение фаз и отсутствие значительных пор, трещин и несплошностей.

Выводы

1. В соответствии с поставленной целью, направленной на оптимизацию процесса получения нового безвольфрамового твердого сплава искровым плазменным спеканием твердосплавных порошков, полученных электроэрозионным диспергированием отходов твердого сплава ТН20 в воде, установлены оптимальные технологические режимы, обеспечивающие максимальную твердость сплавов при практическом отсутствии в его структуре пор.

2. Экспериментально установлены следующие оптимальные параметры: для сплава, изготовленного искровым плазменным спеканием твердосплавных электроэрозионных порошков, полученными в воде твердость составляет 91,7 HRA при 40 МПа, температуре 1200 °С и времени выдержки 10 мин.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Панов, В. С. Безвольфрамовые твердые сплавы: аналитический обзор / В. С. Панов // *Материаловедение*. – 2019. – № 10. – С. 33–39.
2. Панов, В. С. Безвольфрамовые твердые сплавы / В. С. Панов, Н. М. Ниткин // *Нанотехнологии: наука и производство*. – 2017. – № 3. – С. 65–70.
3. Патрушев, А. Ю. Безвольфрамовые твердые сплавы: методы получения, структура и свойства (обзор) / А. Ю. Патрушев, Д. П. Фарафонов, М. М. Серов // *Труды ВИАМ*. – 2021. – № 11 (105). – С. 66–81.
4. Наумова, О. Г. Пути развития и проблемы создания безвольфрамовых твердых сплавов / О. Г. Наумова, К. В. Сопин, А. С. Янюшкин // *Труды Братского государственного университета. Серия: Естественные и инженерные науки – развитие регионов*. – 2005. – Т. 2. – С. 209–212.
5. Valentov, A. V., Konovodov V.V., Agafonova E.V. Forecasting residual and operating stress in soldering cutting tools with tungsten-free hard alloy inserts // *Applied Mechanics and Materials*. 2013. Т. 379. С. 28–31.
6. Акимов, В. В. Исследование микротвердости безвольфрамовых твердых сплавов на основе карбида титана / В. В. Акимов // *Вестник Иркутского государственного технического университета*. – 2005. – № 3–1 (23). – С. 121–124.
7. Верещака, А. А. Повышение эксплуатационных характеристик инструмента из безвольфрамовых твердых сплавов с помощью наноструктурированных многослойно-композиционных покрытий / А. А. Верещака, О. Хожаев // *Вестник Брянского государственного технического университета*. – 2014. – № 3 (43). – С. 20–25.
8. Акимов, В. В. Жаростойкость безвольфрамовых твердых сплавов TiC-TiNi в зависимости от объемного состава композиции при нагреве до высоких температур / В. В. Акимов, А. Ф. Мишуров, Е. В. Акимова // *Известия высших учебных заведений. Черная металлургия*. – 2016. – Т. 59. – № 10. – С. 688–691.
9. Ageev, E.V., Ageeva A.E. Composition, structure and properties of hard-alloy powders obtained by electrodispersion of T5K10 alloy in water // *Metallurgist*, 2022. – Vol. 66. – Nos. 1–2. – Pp. 146–154.
10. Ageev E. V., Ageeva E. V., Korolev M. S. Study of the Surface State of Powders Produced Under Conditions of the Electroerosive Metallurgy of T5K10 Hard-Alloy Waste // *Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques*. – 2022. – Vol. 16. – No. 6. – Pp. 1333–1336.
11. Бурков, П. В. Спекание порошков TiC-TiNi пропусканием электрического тока / П. В. Бурков // *Тяжелое машиностроение*. – 2008. – № 12. – С. 21–23.
12. Бурков, П. В. Исследование структурной наследственности при спекании порошков TiC-TiNi пропусканием электрического тока / П. В. Бурков, А. В. Голофинова, С. П. Буркова // *Фундаментальные проблемы современного материаловедения*. – 2006. – Т. 3. – № 4. – С. 94–97.
13. Бурков, П. В. Спекание порошков TiC-TiNi пропусканием электрического тока / П. В. Бурков // *Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты)*. – 2005. – № 3 (28). – С. 11–13.
14. Акимов, В. В. Изменение микротвердости безвольфрамовых твердых сплавов при их облучении газометаллическим пучком ионов аргона и циркония / В. В. Акимов, А. Ф. Мишуров, Д. А. Негров, Я. А. Сидорова, В. Ю. Путинцев // *Вестник Южно-Уральского государственного университета. Серия: Металлургия*. – 2019. – Т. 19. – № 4. – С. 19–26.
15. Агеева, Е. В. Аттестация порошковых материалов, полученных электродиспергированием безвольфрамового твердого сплава ТН20 в спирте / Е. В. Агеева, А. Е. Агеева, Л. П. Андреева // *Электрометаллургия*. – 2024. – № 6. – С. 33–40.