



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **91029** (13) **U**
(51) МПК
G01N 1/28 (2006.01)

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: u 2013 12069	(72) Винахідник(и): Бондаренко Володимир Петрович (UA), Гнатенко Ірина Олександрівна (UA), Мартінова Людмила Михайлівна (UA)
(22) Дата подання заявки: 15.10.2013	
(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: 25.06.2014	(73) Власник(и): ІНСТИТУТ НАДТВЕРДИХ МАТЕРІАЛІВ ІМ. В.М. БАКУЛЯ НАН УКРАЇНИ, вул. Автозаводська, 2, м. Київ, 04074 (UA), Бондаренко Володимир Петрович, вул. Фрунзе, 152, кв. 144, м. Київ, 04073 (UA), Гнатенко Ірина Олександрівна, вул. Бережанська, 12-а, кв. 58, м. Київ, 04201 (UA), Мартінова Людмила Михайлівна, вул. Вишгородська, 38-а, кв. 70, м. Київ, 04114 (UA)
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 25.06.2014, Бюл.№ 12	(74) Представник: Клименко Сергій Анатолійович

(54) СПОСІБ ОЦІНКИ ПАРАМЕТРІВ МІКРОСТРУКТУРИ ТВЕРДИХ СПЛАВІВ І ПОДІБНИХ ДВОФАЗНИХ МАТЕРІАЛІВ

(57) Реферат:

Спосіб оцінки параметрів мікроструктури твердих сплавів і подібних двофазних матеріалів, що включає кількісне визначення лінійних розмірів фаз, площ міжзеренних границь, загального коефіцієнта суміжності тугоплавкої складової (С) з використанням стереометричної металографії, причому при аналізі мікроструктур визначають коефіцієнти суміжності зерен тугоплавкої складової (С') для кількох типів границь з різними орієнтаційною, розмірною і хімічною відповідністю кристалографічних площин кристалічних ґраток, що дотикаються, а саме з ідеальною відповідністю (С^u), значною невідповідністю (С^h) та проміжною відповідністю (Сⁿ).

UA 91029 U

Корисна модель належить до порошкової металургії, а саме до методів визначення стереометричних характеристик твердих сплавів і подібних двофазних матеріалів, і може бути використана для оцінки їх якості при виробництві твердих сплавів, а також в учбових та наукових інститутах та організаціях.

Відомо спосіб стереометричної металографії для визначення просторової структури сплавів (див. Чапорова И. Н. Структура спеченных твердых сплавов. - Москва: Металлургия, 1974. - 167-175 с.). Цей метод дозволяє визначити коефіцієнт суміжності по методу Салтикова С.А., підрахувати границі WC-Co та WC-WC. Недоліки методу: при визначенні коефіцієнта суміжності не враховується наявність у твердому сплаві границь WC-WC з різним ступенем досконалості.

В основу заявленої корисної моделі поставлена задача удосконалення способу оцінки параметрів мікроструктури твердих сплавів і подібних двофазних матеріалів шляхом використання нових показників для розрахунку коефіцієнта суміжності зерен тугоплавкої складової (С) з використанням стереометричної металографії.

Поставлена задача реалізується таким чином, що у способі оцінки параметрів мікроструктури твердих сплавів і подібних двофазних матеріалів, що включає кількісне визначення лінійних розмірів фаз, площ міжзеренних границь, загального коефіцієнта суміжності тугоплавкої складової (С) з використанням стереометричної металографії, відповідно до корисної моделі, при аналізі мікроструктур визначаються коефіцієнти суміжності тугоплавкої складової (С^і) для кількох типів границь з різними орієнтаційною, розмірною і хімічною відповідностями кристалографічних площин кристалічних ґраток, що дотикаються. Крім того, при вивченні коефіцієнта суміжності з ідеальною відповідністю (С^u), значною невідповідністю (С^h) та проміжною відповідністю (Сⁿ) кристалографічних площин кристалічних ґраток, що дотикаються, типи границь визначаються по ступеню їх травлення реактивом Мураками: сильно травляться (С^h), не травляться (С^u) та слабо травляться (Сⁿ). Товщину границь, що сильно травляться прийнято рівною 0,3-0,5 мкм, а товщину границь, що слабо травляться прийнято рівною більше нуля, але менше 0,3 мкм. Шліф перед визначенням типів границь спочатку травлять 1 хв. хлорним залізом, а потім 3-4 хв. реактивом Мураками.

При удосконаленні способу оцінки параметрів мікроструктури твердих сплавів і подібних двофазних матеріалів запропоновані нові показники для розрахунку загального коефіцієнта суміжності тугоплавкої складової (С), а саме:

ΣS_{WC-WC}^o - сумарна питома площа поверхні границь WC-WC, що не травляться, сильно травляться або слабо травляться на травленому на границі WC-WC шліфа;

ΣS_{WC-WC}^u - питома площа поверхні границь WC-WC з ідеальною відповідністю кристалічних ґраток (не травляться на травленому на границі WC-WC шліфа), з товщиною границь ≈ 0 ;

ΣS_{WC-WC}^h - питома площа поверхні границь WC-WC з значною невідповідністю кристалічних ґраток (сильно травляться на травленому на границі WC-WC шліфа), з товщиною границь 0,3-0,5 мкм;

ΣS_{WC-WC}^n - питома площа поверхні границь WC-WC з проміжною відповідністю кристалічних ґраток (слабо травляться на травленому на границі WC-WC шліфа), з товщиною границь > 0 , але $< 0,3$ мкм;

C_{WC-WC}^o - загальний коефіцієнт суміжності зерен WC з урахуванням всіх типів границь WC-WC, в тому числі границь WC-WC з ідеальною відповідністю (на травленому на границі WC-WC шліфа);

C_{WC-WC}^u - коефіцієнт суміжності зерен WC з ідеальною відповідністю кристалічних ґраток (не травляться на травленому на границі WC-WC шліфа);

C_{WC-WC}^h - коефіцієнт суміжності зерен WC з значною невідповідністю кристалічних ґраток (сильно травляться на травленому на границі WC-WC шліфа);

C_{WC-WC}^n - коефіцієнт суміжності зерен WC з проміжним значенням суміжності зерен (слабо травляться на травленому на границі WC-WC шліфа).

Корисна модель способу пояснюється наступним прикладом її здійснення.

1. Отримують спечений зразок по серійній технології будь-яких розмірів.
2. Вирізають з заготовки дослідний зразок невеликих розмірів.
3. Готують шліф на одній із площин дослідного зразка.

4. Досліджують на вміст графіту, η_1 - фази та пор. Якщо визначені характеристики відповідають технічному стандарту, то на отриманому шліфі досліджують мікроструктуру.

5. Травлять зразок протягом 1 хв. хлорним залізом, а потім протягом 3-4 хв. реактивом Мураками для сплавів до 20 % (по масі) зв'язки, з більшим вмістом зв'язки - 3 хв.

6. На оптичному мікроскопі при збільшенні від $1000\times$ до $2000\times$ в 4-х полях зору фотографують мікроструктуру.

7. Отримані структури роздруковують й методом випадкових січних рахують параметри мікроструктури: об'ємний вміст зв'язки, об'ємний вміст зерен, кількість контактів WC-WC з ідеальною відповідністю граней, проміжною та повною невідповідністю контактуючих граней, та WC-Co, середню товщину кобальтових прошарків та середній розмір карбідних зерен.

Границі WC-WC, що після травлення не мають чіткої розділеності (на зображенні мікроструктури це нечітка лінія), що припадають на січну, рахуються, як границі WC-WC з неповною відповідністю кристалічних ґраток контактуючих площин кристалів.

Границі WC-WC, що після травлення реактивом Мураками мають чітку границю товщиною 0,3-0,5 мкм, що припадають на січну, приймаються, як границі WC-WC з повною невідповідністю кристалічних ґраток контактуючих площин кристалів.

Границі WC-WC, що не виявляються при травленні, їх товщина більша 0 але менше 0,3 мкм, і при дослідженні структури вони знаходяться в утвореннях зростків декількох зерен, що припадають на січну, рахуються як границі WC-WC з ідеальною відповідністю кристалічних ґраток контактуючих площин кристалів WC.

7. Використовуючи розраховане таким чином число для кількох типів границь і методику С.А. Салтикова (див. Салтыков С. А. Стереометрическая металлография. - Москва: Металлургия, 1976. - 271 с), визначають питомі площі поверхонь контактів WC-WC різного типу та коефіцієнта суміжності з їх урахуванням, тому що вони взаємопов'язані й виражаються наступним чином:

$$m_{WC-WC}^i = \frac{N_{WC-WC}^i}{L_{общ.}}; m_{WC-Co} = \frac{1}{2} \Sigma S_{WC-Co}; \quad (1)$$

$$m_{WC-Co}^i = \frac{1}{2} \Sigma S_{WC-Co}^i; \quad (2)$$

$$\Sigma S_{WC-WC}^0 = \Sigma S_{WC-WC}^H + \Sigma S_{WC-WC}^n + \Sigma S_{WC-WC}^u; \quad (3)$$

$$C_{WC-WC}^0 = C_{WC-WC}^H + C_{WC-WC}^n + C_{WC-WC}^u; \quad (4)$$

$$C_{WC-WC}^i = \frac{2 \Sigma S_{WC-WC}^i}{2 \Sigma S_{WC-WC}^0 + \Sigma S_{WC-Co}}; \quad (5)$$

де m_{WC-WC}^i - питоме число границь різного типу, що приходяться на довжину січної; i - тип контакту, $i = 0, n, p, u$, де 0 - загальна сума контактів; n - контакти з значною невідповідністю кристалічних ґраток, сильно травляться; p - контакти з проміжною відповідністю кристалічних ґраток, слабо травляться на травленому на границі шліфі; u - контакти з ідеальною відповідністю кристалічних ґраток, не травляться на травленому на границі WC-WC шліфа;

S_{WC-WC}^i - питома площа поверхні контактів різного типу,

C_{WC-WC}^i - суміжність зерен WC в контактах різних типів.

В результаті розрахунків при умові виконання всіх вказівок похибка в середньому складає 5 %.

Приклад конкретної реалізації запропонованого способу наведено в таблицях 1, 2, на Фіг. 1-4.

Приклад

Отримано при стандартних умовах спікання зразки сплаву WC-15 % Co (по масі). На поверхні спеченого зразка виготовили шліф.

Його поверхню сфотографували на цифрову відеокамеру на мікроскопі МИМ 10 при $1000\times$. На Фіг. 1-4 мікроструктури твердого сплаву ВК15. Фіг. 1 - не травлений, Фіг. 2 - травлений

хлорним залізом 1 хв., Фіг. 3 - травлений реактивом Муракамі 4 хв., Фіг. 4 - після обробки в програмі Paint з наведеними різними типами границь (укрупнено в 2 рази). Потім поверхню шліфа протравили реактивом Муракамі протягом 5 хв., промили під водою, просушили та сфотографували поверхню травленого шліфа у 4-х полях зору. В програмі обробки зображень

5
вибрали область, де максимально чітко видно структуру, зазвичай це область розмірами 50×50 мкм, в пікселях значення може змінюватися в залежності від того, якою камерою знято. В даному випадку 1 мкм = 140 пікселів, тому зображення розмірами 700×700 пікселів. Зображення отримано в електронному вигляді, тому визначення типу границь можна безпосередньо проводити на екрані монітора в програмі Paint.

10
Визначаємо чотири типи границь(WC-Co, та три типи границь WC-WC): границі WC-WC, що сильно травляться реактивом Муракамі з товщиною 0,3-0,5 мкм, границі WC-WC, що взагалі не травляться і мають не прямокутну форму (не випуклі кути, а ввігнуті), тобто неправильної форми зерна, границі WC-WC, що погано виявляються реактивом Муракамі з товщиною більшою 0 але меншою 0,3 мкм, тобто їх майже не видно або вони не чіткі, границі WC-Co,

15
добре видно на травленому шліфі.
Кожний тип границь, які представлені лініями (або умовними лініями) на зображенні шліфа, наводимо окремим кольором, характерним або присвоєним нами конкретному типу границь.

На кожній обробленій таким чином фотографії мікроструктури умовно наносимо січні, що не перетинаються (в даному випадку паралельні лінії). Довжина січної буде складати 50 мкм

20
(залежить від розміру вибраного поля зору).
На кожній із ліній рахуємо кількість границь кожного типу N_{WC-WC}^i , N_{WC-Co} , що припали на дану січну. Потім рахуємо кількість зерен WC, що перетинаються січною N_{WC} , рахуємо довжину відрізків цих зерен L_{WC} .

Таким же чином рахуємо кількість ділянок Co фази N_{Co} та їх довжину L_{Co} , що перетинається

25
січними. Всі результати зводимо до таблиці 1.
Статистична обробка отриманих знімків мікроструктур проводиться шляхом розрахунків, використовуючи формули (1-5).

Використовуючи формули (1-5), визначили суміжність карбідних зерен сплаву, а також суміжність зерен, які складають кожний з трьох типів контактів WC. Значення коефіцієнтів

30
суміжності C_{WC-WC}^i при ізотермічному спіканні різних сплавів зведені до таблиці 2, дані прототипу взято із книги (див. Чапорова И. Н. Структура спеченных твердых сплавов. - Москва: Металлургия, 1974-167-175 с).
З результатів, наведених в таблиці 2 і на Фіг. 1-4, робимо наступні висновки: при використанні запропонованого способу оцінки параметрів мікроструктури твердих сплавів з використанням стереометричної металографії визначено коефіцієнти суміжності карбідних зерен тугоплавної складової C_{WC-WC}^i для кількох типів границь з урахуванням трьох типів контактів WC-WC: сильно травляться; не травляться; слабо травляться.

Таким чином, заявлений спосіб оцінки параметрів мікроструктури твердих сплавів і подібних

40
двофазних матеріалів з введенням нових показників дозволить встановити вплив технології виготовлення твердих сплавів на структуру з урахуванням формування різних типів контактів і оцінити особливості формування структури твердих сплавів та границь зерен в сплавах.
Спосіб може бути використаний для оцінки якості твердих сплавів та твердосплавних виробів.

Таблиця 1

Характеристики, що визначається по фотографії мікроструктури твердого сплаву

Характеристика, що визначається безпосередньо по фотографії мікроструктури твердого сплаву	ВК15
$L_{\text{Общ}}$, мкм (загальна довжина всіх січних)	600
L_{Co} , мкм (довжина всіх ділянок Со-фази на сумарній довжині січних)	135
L_{WC} , мкм (довжина всіх ділянок фази WC на сумарній довжині січних)	465
N_{WC} (загальна кількість ділянок фази WC, що припадають на сумарну довжину січних)	198
N_{Co} (загальна кількість ділянок Со-фази, що припадають на сумарну довжину січних)	129
$N_{\text{WC-WC}}^{\text{H}}$ (кількість контактів WC-WC з значною невідповідністю кристалічних ґраток (сильно травляться на травленому на границі WC-WC шліфа), що припадають на сумарну довжину січних), товщина границь 0,3-0,5 мкм	87
$N_{\text{WC-WC}}^{\text{n}}$ (кількість контактів WC-WC з проміжною відповідністю кристалічних ґраток (слабо травляться на травленому на границі WC-WC шліфа), що припадають на сумарну довжину січних), товщина границь більше 0 і до 0,3 мкм	28
$N_{\text{WC-WC}}^{\text{u}}$ (кількість контактів WC-WC з ідеальною відповідністю кристалічних ґраток (не травляться на травленому на границі WC-WC шліфа), що припадають на сумарну довжину січних)	13
$N_{\text{WC-WC}}^{\text{o}}$ (загальна кількість контактів WC-WC, що сильно травляться, не травляться або слабо травляться на травленому на границі WC-WC шліфа, що припадають на сумарну довжину січних)	128
$N_{\text{WC-Co}}$ (загальна кількість контактів WC-Co, що припадають на сумарну довжину січних)	264

* Дані, що приведені в таблиці розраховані для 1 поля зору розмірами 50×50 мкм

Таблиця 2

Значення коефіцієнтів суміжності $C_{\text{WC-WC}}$ при ізотермічному спіканні різних сплавів, отримані 2-ма способами розрахунків.

Сплав	Прототип		Заявлений спосіб				
	$S_{\text{V66}} = 2N_{\text{L66}};$ $S_{\text{V6B}} = 2N_{\text{L6B}};$		$\Sigma S_{\text{WC-WC}}^{\text{i}} = 2m_{\text{WC-WC}}^{\text{i}};$ $\Sigma S_{\text{WC-WC}}^{\text{o}} = \Sigma S_{\text{WC-WC}}^{\text{H}} + \Sigma S_{\text{WC-WC}}^{\text{n}} + \Sigma S_{\text{WC-WC}}^{\text{u}};$ $\Sigma S_{\text{WC-Co}} = 2m_{\text{WC-Co}};$				
	$C_{\alpha\alpha} = \frac{2N_{\text{L}\alpha\alpha}}{2N_{\text{L}\alpha\alpha} + N_{\text{L}\alpha\beta}}$		$C_{\text{WC-WC}}^{\text{i}} = \frac{2\Sigma S_{\text{WC-WC}}^{\text{i}}}{2\Sigma S_{\text{WC-WC}}^{\text{o}} + \Sigma S_{\text{WC-Co}}};$ $C_{\text{WC-WC}}^{\text{o}} = C_{\text{WC-WC}}^{\text{H}} + C_{\text{WC-WC}}^{\text{n}} + C_{\text{WC-WC}}^{\text{u}};$				
	d_{WC}	$C_{\text{WC-WC}}$	d_{WC}	$C_{\text{WC-WC}}^{\text{o}}$	$C_{\text{WC-WC}}^{\text{H}}$	$C_{\text{WC-WC}}^{\text{n}}$	$C_{\text{WC-WC}}^{\text{u}}$
ВК10	2,45	0,6	2,7	0,61	0,37	0,18	0,06
ВК15	2,2	0,44	2,3*	0,48*	0,32*	0,11*	0,05*

* Розраховані для даного прикладу

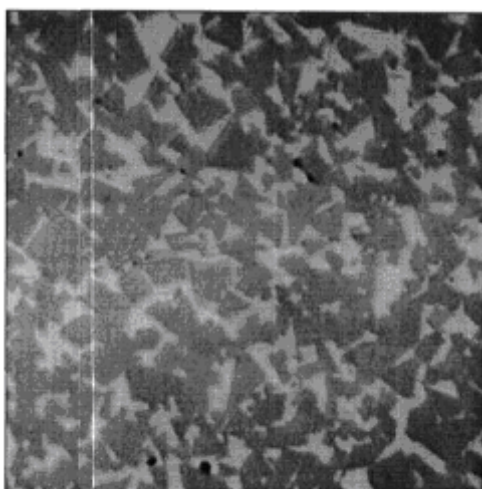
1. Спосіб оцінки параметрів мікроструктури твердих сплавів і подібних двофазних матеріалів, що включає кількісне визначення лінійних розмірів фаз, площ міжзеренних границь, загального коефіцієнта суміжності тугоплавкої складової (C) з використанням стереометричної

металографії, який **відрізняється** тим, що при аналізі мікроструктур визначають коефіцієнти суміжності зерен тугоплавкої складової (C^I) для кількох типів границь з різними орієнтаційною, розмірною і хімічною відповідностями кристалографічних площин кристалічних ґраток, що дотикаються, а саме з ідеальною відповідністю (C^u), значною невідповідністю (C^h) та проміжною відповідністю (C^n).

2. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що визначають коефіцієнти суміжності для трьох типів границь: з ідеальною відповідністю (C^u), значною невідповідністю (C^h) та проміжною відповідністю (C^n) кристалографічних площин кристалічних ґраток кристалів, що дотикаються, і що типи границь визначаються по ступеню їх травлення реактивом Мураками: сильно травляться (C^h), не травляться (C^u) та слабо травляться (C^n) при виявленні границь реактивом Мураками.

3. Спосіб за п. 2, який **відрізняється** тим, що визначають коефіцієнти суміжності, а товщину границь, що сильно травляться, прийнято рівною 0,3-0,5 мкм, а товщину границь, що слабо травляться, прийнято рівною більше нуля, але менше 0,3 мкм.

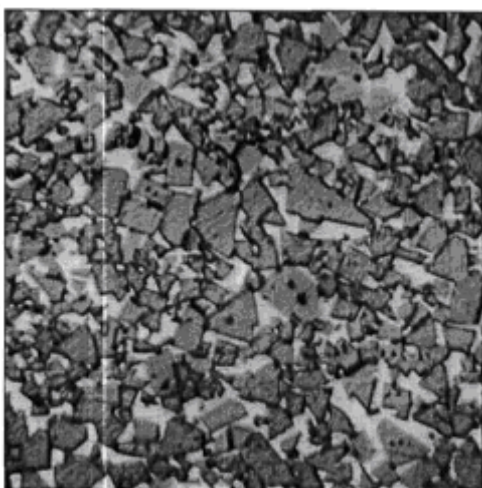
4. Спосіб за п. 2, який **відрізняється** тим, що шліф перед визначенням типів границь спочатку травлять 1 хв. хлорним залізом $FeCl_3$, а потім 3-4 хв. реактивом Мураками.



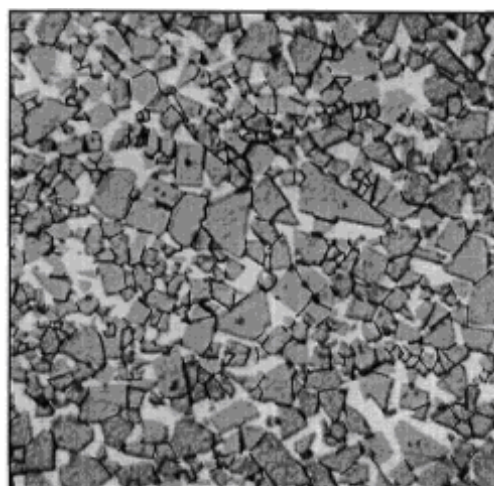
Фіг. 1



Фіг. 2



Фіг. 3



Фіг. 4