

---

УДК:669.431.6: 669.27: 669.275

О. А. Глотка, канд. техн. наук В. Л. Грешта, д-р техн. наук А. Д. Коваль  
Національний технічний університет, м. Запоріжжя

## ПРИРОДА ВАЖКОТОПКОГО БРУХТУ ТА ВСТАНОВЛЕННЯ ЗАКОНОМІРНОСТЕЙ РОЗПОДІЛУ ХІМІЧНИХ ЕЛЕМЕНТІВ ПО ФАЗОВИХ СКЛАДОВИХ

*Розглянуто природу важкотопкого брухту та закономірності розподілу хімічних елементів по фазових складових. Установлено, що сплав відноситься до «важких» сплавів системи W-Ni-Fe з відповідною середньою концентрацією 95–3–2 % (мас.). Значна частка вольфраму знаходиться в твердому розчині на основі вольфраму, включення якого мають сферичну форму та рівномірно розташовані по об'єму. Нікель та залізо розташовуються на межах твердого розчину на основі вольфраму, що приводить до збільшення характеристики пластичності сплаву.*

**Ключові слова:** важкотопкий брухт, розподіл хімічних елементів, фази, растровий електронний мікроскоп.

Використання важкотопких матеріалів у чистому вигляді в металургії є обмеженим у зв'язку з необхідністю впровадження спеціальних технологічних пристосувань, а властивості знаходяться на задовільному рівні (в більшості матеріалів). Тому раціонально виготовляти сплави на основі важкотопких елементів, які будуть мати добрі високотемпературні властивості та задовільні механічні властивості.

Одним з найбільш тугоплавких елементів є вольфрам, який виготовляється з порошків оксидів шляхом відновлення. В подальшому порошок спікають в штабіки з яких виготовляють проволочку, або використовують

для легування сталей. Іншим напрямком використання вольфраму є виготовлення за допомогою порошкової металургії сплавів, які поєднують різні механічні та фізичні властивості. До таких матеріалів відносяться порошкові сплави систем вольфрам-мідь, вольфрам-срібло, вольфрам-нікель, вольфрам-нікель-залізо, вони поєднують високу електро- і теплопровідність із зносостійкістю вольфраму і відносяться до групи «важких» сплавів з високою густиною. Їх використовують для виготовлення робочих частин рубильників, вимикачів, електродів для контактної зварки, роторів гіроскопів, радіаційних екранів, контейнерів для зберіган-

ня радіоактивних відходів, частин керма літаків, ракет з високою масою та ударних частин снарядів.

Метою роботи є виявлення природи ударних частин снарядів, які гіпотетично виготовляються з «важкого» сплаву та визначення розподілу елементів по фазових складових.

### Матеріали та методика дослідження

Термін можливого зберігання виробів визначається швидкістю корозії корпусу і становить 20–30 років. По завершенні встановленого строку з метою запобігання передчасного виходу з ладу виробу підлягають утилізації із відокремленням ударних частин.

Конструктивні складові ударних частин снарядів має масу 1–1,5 кг з розмірами  $\varnothing$  50 та довжиною 100 мм. Орієнтовна кількість відходів важкотопкого брухту, яка отримується в рік на території України, становить 100 000 тон. Тому гостро постає задача вирішення питання утилізації важкотопкого брухту з найменшими матеріальними витратами та зміною технологічного процесу отримання легованих сталей та сплавів.

Відомо, що брухт містить значну частку вольфраму (більше 50 %) та домішки, кількість яких коливається в межах 10–20 % мас. [1]. Найбільш раціональним способом визначення хімічного складу важкотопкого брухту було обрано спектральний метод як відносно простий та швидкий. Але з великою точністю визначити кількість вольфраму в брухті неможливо, оскільки база еталонів майже до всіх спектрометрів обмежується 18 % мас., що характерно для інструментальної швидкорізальної сталі P18. Тому встановлення природи важкотопкого брухту та розподілу елементів по фазових складових і дослідження мікроструктури було проведено за допомогою електронної мікроскопії на растровому електронному мікроскопі PEM-106I, оснащеному системою рентгеноспектрального енергодисперсійного мікроаналізу.

Аналіз мікроструктури важкотопкого брухту проходив при прискорювальній напрузі від 20 до 30 кВ та силі струму зонда від 10  $\mu$ A до 30  $\mu$ A у вторинних та відбитих електронах. Кількісний мікрорентгеноспектральний аналіз виконаний при напрузі 20 кВ з порівнянням отриманих спектрограм з еталонними, які записані в базу комп'ютера від еталонних матеріалів. Точність детектування елементів спектрометром знаходилася на рівні 0,1 % мас.

Зразки перед випробуванням механічно шліфували, полірували та травили в реактивах Марбл (100 мл HCl, 20 г CuSO<sub>4</sub>, 100 мл H<sub>2</sub>O) та Мураками (10 г NaOH, 10 г K<sub>3</sub>[Fe(SN)<sub>6</sub>], 100 мл H<sub>2</sub>O) упродовж 5–8 секунд.

### Результати дослідження та їх обговорення

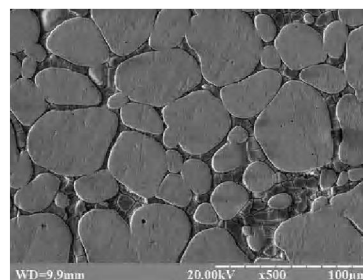
Мікроструктура дослідженого важкотопкого брухту характерна для сплавів, виготовлених порошковим методом, тобто притаманні певною мірою рівномірно розподілені сферичні вкраплення в матриці (рис. 1). При цьому виявлені окремі зони, в яких частка мат-

риці майже зводиться до мінімуму і сферичні зерна стикаються одне з одним. Таке схоплення викликано, ймовірно, коагуляцією вкраплень під час високотемпературного рідиннофазного спікання. В деяких зонах спостерігається підвищена кількість матриці, в середній частині якої виявлені грані сферичних вкраплень. На рис. 1, б добре видно, що світлі вкраплення мають практично сферичну форму зі змінним розміром від 10 до 100 мкм. На вкрапленнях спостерігається мікрорельєф, що нагадує гребені, які спрямовані в одному напрямку з певною періодичністю, а бокові стінки мають рівну та гладку поверхню.

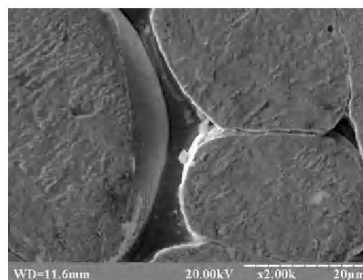
Рентгеноспектральним мікроаналізом сферичних вкраплень (рис. 2, точка 1) визначено, що вони мають вольфрамову природу. Хоча примезові зони можуть мати комплексний склад і бути збагаченими на вольфрам, нікель та залізо. Відомо, що вольфрам є карбідотворювальним елементом і виявляє схильність до утворення інтерметалідів, отже, саме на границі можуть утворюватися вказані фази.

Аналіз складу матриці (рис. 2, точка 2) дає змогу стверджувати, що гіпотеза з приводу віднесення важкотопкого брухту до «важких» сплавів повністю підтверджується. Маємо середній хімічний склад, який притаманний саме для сплавів системи W-Ni-Fe. Проте частка нікелю та заліза в перехідних зонах міжфазних границь із наближенням зонда до вольфрамових вкраплень збільшується частка вольфраму в темних ділянках матричного розчину.

Для виявлення розподілу елементів та домішок на межі між матрицею та вкрапленнями було проведено дослідження розподілу по січній протяжності 21,3 мкм, яка перетинала дві фази (рис. 3). Зонд переміщувався дискретно по 25 точках з кроком 1 мкм, тобто довжина лінії сканування була дещо більшою (25 мкм).



а



б

Рис. 1. Мікроструктура важкотопкого брухту

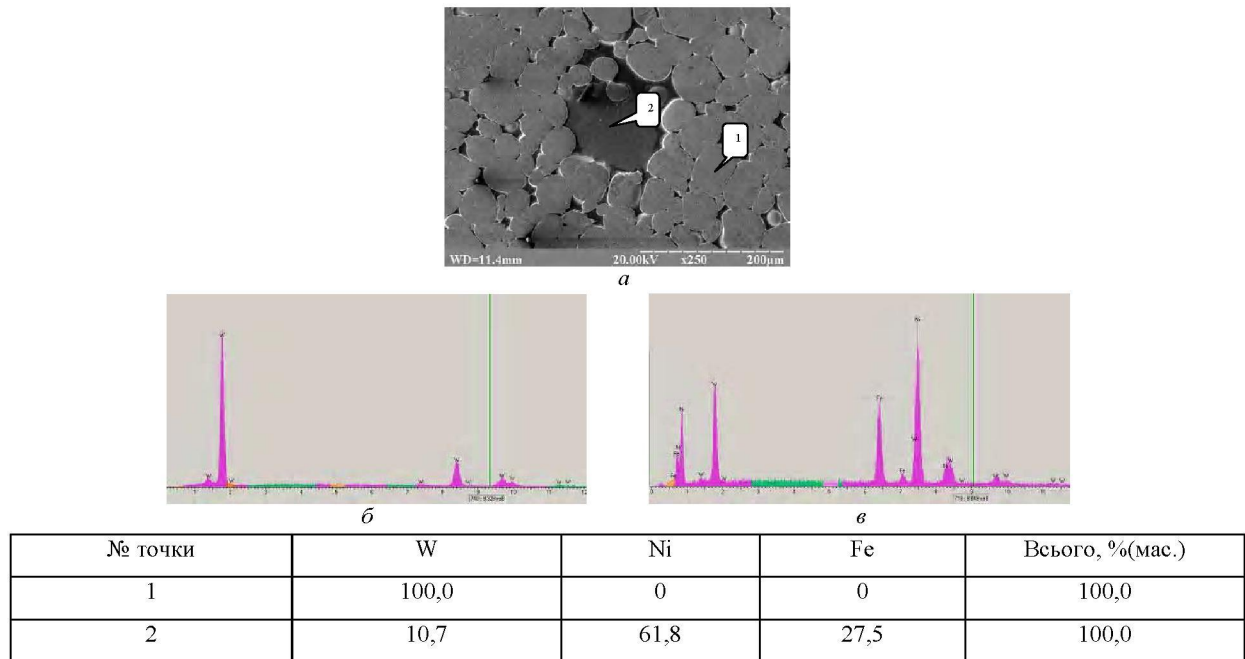


Рис. 2. Мікроструктура важкотопкого брукхту з відміченими місцями аналізу (а), спектрограми від місць, що аналізуються, (б, в) та приблизний хімічний склад місць, що аналізуються (з)

Детальний аналіз результатів дослідження дає змогу стверджувати, що в примежових зонах спостерігаються зони з усередненим значенням легувальних елементів, тобто можлива присутність інтерметалідних з'єднань як на основі вольфраму, так і на основі заліза і нікелю. Карбідна фаза вздовж лінії сканування матриці та включення не виявлено, що пояснюється відсутністю вуглецю.

Шкідливі домішки, які частіше за все розташовуються сегрегаціями по границях зерен, не виявлені. Це може бути пояснено незначною чутливістю прилада, яка знаходиться на рівні 0,1 % (мас.). Хоча одночасно можна стверджувати і про незначну частку домішок у брукхті, які при витопленні лігатур будуть виведені в шлак та видалені з розплаву.

Для визначення середнього хімічного складу важкотопкого брукхту використовувався метод сканування по площині шліфа 5×7 мм (площа була вибрана максимальна для фокусної відстані, з якої можливо отримати задовільний рівень інтенсивності рентгенівського випромінювання). Середній вміст легувальних елементів у важкотопкому брукхті становить W95,72-Ni2,93-Fe1,35 % (мас.), таким чином важкотопкий брукхт можна віднести до «важких» сплавів системи W-Ni-Fe (ВНЖ 95-3-2) з концентрацією, яка наближається до 95 % W, 3 % Ni та 2 % Fe(мас.).

Порівняння мікроструктури та розподілу хімічних елементів по фазових складових між важкотопким брукхтом та феровольфрамом марки ФВ70 (рис. 4) показує, що в феровольфрамі також існують вкраплення вольфраму з матрицею на основі заліза та перехідними зонами, де кількість вольфраму та заліза знаходиться на одному рівні, що може свідчити про існування інтерметалідів.

Але температура плавлення в ФВ70 (3089 К) значно нижча за температуру плавлення важкотопкого брукхту (3473 К), що викликає підвищення енергії для розплавлення брукхту, а отже, є невигідним і потребує певного доопрацювання. З метою зниження витрат на розплавлення використано переплавлення брукхту на лігатури з вмістом вольфраму 30, 50 та 70 % (мас.) вольфраму, що призвело до зниження температури плавлення та зниження ліквідаційних явищ у виплавленій лігатурі.

## Висновки

1. Встановлено, що в Україні щорічно утилізується до 100 тонн важкотопкого брукхту з високою кількістю вольфраму;
2. Виявлено, що в матриці важкотопкого брукхту окрім заліза та вольфраму, наявний нікель в розмірі 3 % (мас.), який є негативною домішкою для більшості сталей;
3. Встановлено, що мікроструктура та розподіл легувальних елементів важкотопкого брукхту схожа на мікроструктуру феровольфраму марки ФВ 70;
4. Відсутність карбідної фази в структурі досліджуваного матеріалу позитивно позначається на технологічності виготовлення лігатур із зниженою кількістю теплоти на розплавлення;
5. Шкідливі домішки, які швидше за все виділяються по межах зерен, не виявлено, їхня концентрація знаходиться поза зоною чутливості прилада, тобто менше 0,1 % (мас.);
6. З метою зниження витрат енергії на розплавлення та розчинення важкотопкого брукхту запропоновано виплавлення лігатур, які знизять температуру плавлення та покращать розподіл легувальних елементів по перетину виливка.

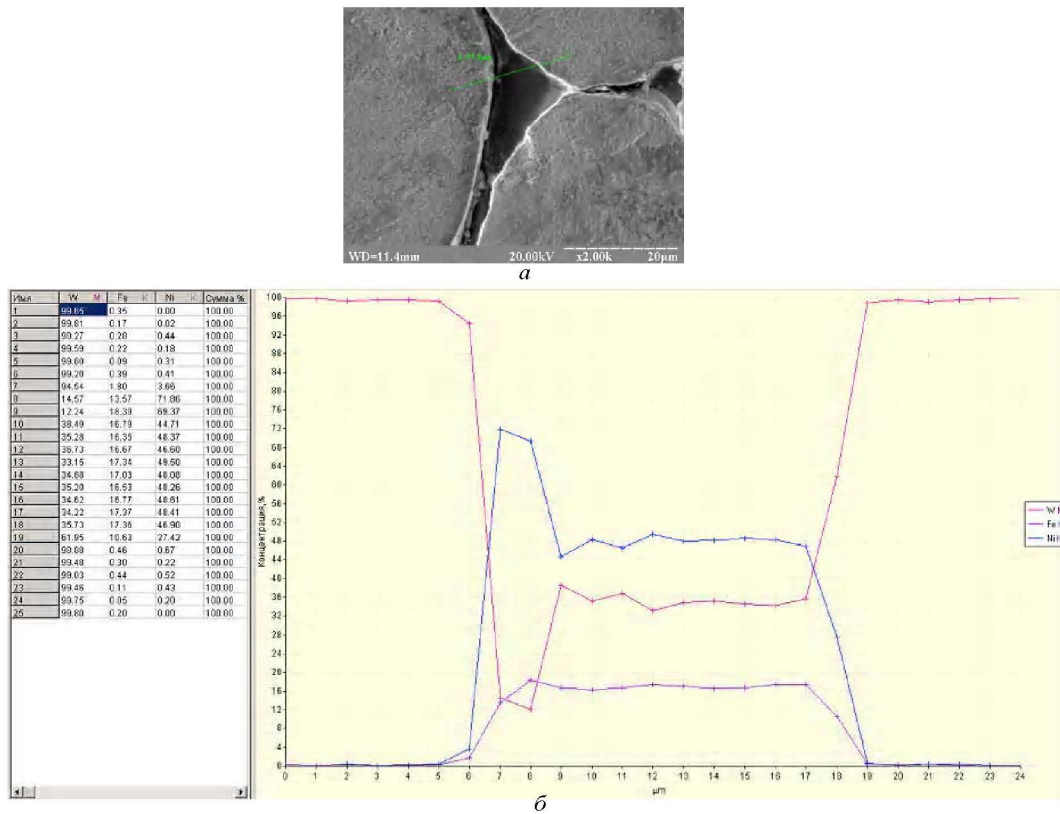
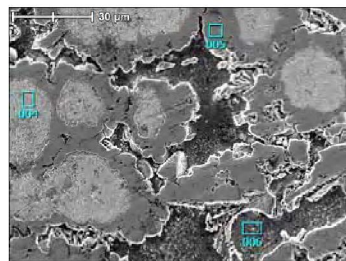


Рис. 3. Мікроструктура важкотопкого брухту з відміченою лінією сканування (а) та приблизний хімічний склад із графіком розподілу по точках сканування (б)



№ точки	Fe	W	Всього, %
004	0	100,0	100
005	47,47	52,53	100
006	89,15	10,85	100

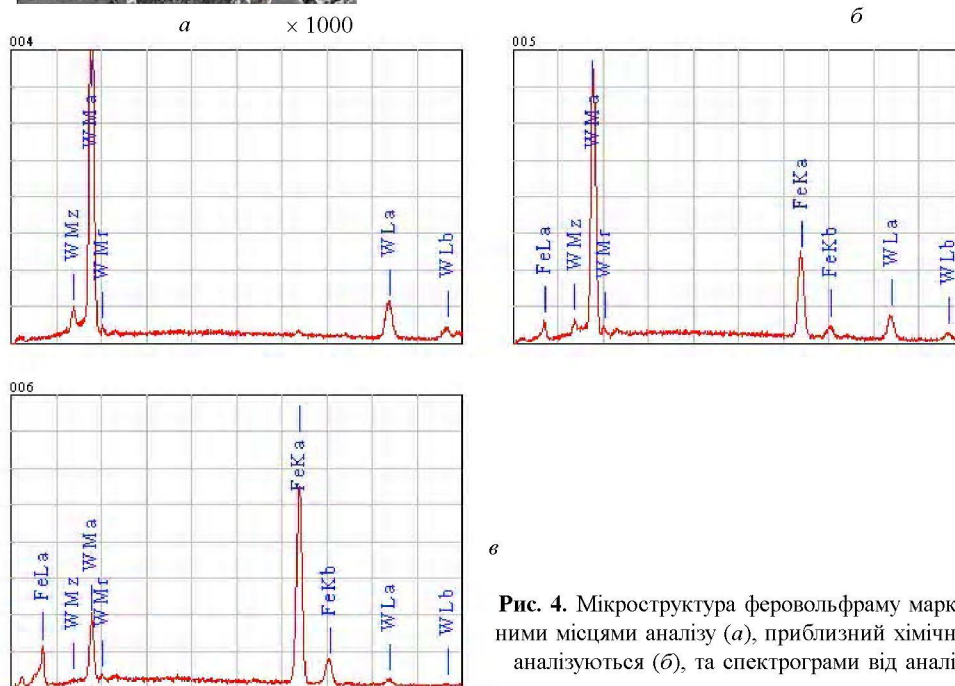


Рис. 4. Мікроструктура феровольфраму марки ФВ 70 з відміченими місцями аналізу (а), приблизний хімічний склад точок, що аналізуються (б), та спектрограми від аналізованих точок (в)

**Список літератури**

1. Глотка О. А. Дослідження важкотопкого брухту, що містить вольфрам / О. А. Глотка, А. Д. Коваль,

Л. П. Степанова // Нові матеріали і технології в металургії та машинобудуванні. – 2007. – № 1. – С. 17–20.

*Одержано 10.02.2011*

**Глотка А.А., Грешта В.Л., Коваль А.Д. Природа тугоплавкого лома и установление закономерностей распределения химических элементов по фазовым составляющим**

*Рассмотрено природу тугоплавкого лома и закономерности распределения химических элементов по фазовым составляющим. Установлено, что сплав относится к «тяжелым» сплавам системы W-Ni-Fe с соответствующей средней концентрацией 95–3–2 % (масс.). Значительная часть вольфрама находится в твердом растворе на основе вольфрама и равномерно распределена по объему. Никель и железо размещаются по границам твердого раствора на основе вольфрама, что приводит к увеличению характеристики пластичности сплава.*

**Ключевые слова:** тугоплавкий лом, распределение химических элементов, фазы, растровый электронный микроскоп.

**Glotka A., Greshtha V., Koval A. Nature of refractory scrap and finding laws of distribution on chemicals element phase components**

*The nature of melting scrap and laws of chemical elements distribution in the phase components was considered. It was established that the alloy belongs to the «hard» alloy system W-Ni-Fe with the corresponding average concentration of 95–3–2 % (by weight). A large portion of tungsten in solid solution based on tungsten, and is uniformly distributed over the volume. Nickel and iron are located along the boundaries of the solid solution based on tungsten, which leads to an increase in plasticity characteristics.*

**Key words:** refractory scrap, distribution of chemical elements, phase, scanning electron microscope.

---