

**УМУМИЙ ВА НООРГАНИК КИМЁ ИНСТИТУТИ ВА ТОШКЕНТ
КИМЁ-ТЕХНОЛОГИЯ ИНСТИТУТИ ҲУЗУРИДАГИ ИЛМИЙ
ДАРАЖАЛАР БЕРУВЧИ DSc 27.06.2017.К/Т.35.01 РАҚАМЛИ
БИР МАРТАЛИК ИЛМИЙ КЕНГАШ**

УМУМИЙ ВА НООРГАНИК КИМЁ ИНСТИТУТИ

РУЗИЕВ УЛУГБЕК НЕМАТОВИЧ

**ЕДИРИЛИШГА ЮҚОРИ ЧИДАМЛИ WC-VC-Co СИСТЕМАЛИ
ҚАТТИҚ ҚОТИШМАЛАР ЯРАТИШ**

02.00.11 – Коллоид ва мембрана кимёси

**05.02.01 – Машинасозликда материалшунослик. Қуймачилик. Металларга термик
ва босим остида ишлов бериш. Қора, рангли ва ноёб металлар металлургияси**

**ТЕХНИКА ФАНЛАРИ БЎЙИЧА ФАЛСАФА ДОКТОРИ (PhD)
ДИССЕРТАЦИЯСИ АВТОРЕФЕРАТИ**

Тошкент – 2019

Фалсафа доктори (PhD) диссертацияси автореферати мундарижаси

Оглавление автореферата диссертации доктора философии (PhD)

Content of the dissertation abstract of doctor of Philosophy (PhD)

Рузиев Улугбек Нематович

Едирилишга юқори чидамли WC-VC-Co системали қаттиқ
қотишмалар яратиш..... 3

Рузиев Улугбек Нематович

Создание твердых сплавов системы WC-VC-Co повышенной
износостойкости..... 23

Ruziev Ulugbek Nematovich

Creation of hard metals of the WC-VC-Co system of increased wear
resistance 43

Эълон қилинган ишлар рўйхати

Список опубликованных работ
List of published works..... 46

**УМУМИЙ ВА НООРГАНИК КИМЁ ИНСТИТУТИ ВА ТОШКЕНТ
КИМЁ-ТЕХНОЛОГИЯ ИНСТИТУТИ ҲУЗУРИДАГИ ИЛМИЙ
ДАРАЖАЛАР БЕРУВЧИ DSc 27.06.2017.К/Т.35.01 РАҚАМЛИ
БИР МАРТАЛИК ИЛМИЙ КЕНГАШ**

УМУМИЙ ВА НООРГАНИК КИМЁ ИНСТИТУТИ

РУЗИЕВ УЛУГБЕК НЕМАТОВИЧ

**ЕДИРИЛИШГА ЮҚОРИ ЧИДАМЛИ WC-VC-Co СИСТЕМАЛИ
ҚАТТИҚ ҚОТИШМАЛАР ЯРАТИШ**

02.00.11 – Коллоид ва мембрана кимёси

**05.02.01 – Машинасозликда материалшунослик. Қуймачилик. Металларга термик ва
босим остида ишлов бериш. Қора, рангли ва ноёб металлар металлургияси**

**ТЕХНИКА ФАНЛАРИ БЎЙИЧА ФАЛСАФА ДОКТОРИ (PhD)
ДИССЕРТАЦИЯСИ АВТОРЕФЕРАТИ**

Тошкент – 2019

Фалсафа доктори (PhD) диссертацияси мавзуси Ўзбекистон Республикаси Вазирлар Маҳкамаси ҳузуридаги Олий аттестация комиссиясида В2019.4.PhD/Т633 рақам билан рўйхатга олинган.

Диссертация Умумий ва ноорганик кимё институтида бажарилган.

Диссертация автореферати уч тилда (ўзбек, рус, инглиз (резюме)) Илмий кенгаш веб-саҳифасида www.ionx.uz ва «Ziynet» ахборот-таълим порталида (www.ziynet.uz) жойлаштирилган.

Илмий раҳбар: **Гуро Виталий Павлович**
кимё фанлари доктори, профессор

Расмий оппонентлар: **Шарипов Хасан Турабович,**
кимё фанлари доктори, профессор

Ахмедов Равшан Каримович,
кимё фанлари номзоди

Етакчи ташкилот **М. Улугбек номидаги Ўзбекистон миллий университети**

Диссертация ҳимояси Умумий ва ноорганик кимё институти ва Тошкент кимё-технология институти ҳузуридаги DSc 27.06.2017.К/Т.35.01 рақамли бир марталик Илмий кенгашнинг «28» декабрь 2019 йил соат 14⁰⁰ даги мажлисида бўлиб ўтади (Манзил: 100170, Тошкент шаҳри, Мирзо Улугбек кўчаси, 77-а. Тел.: (99871) 262-56-60; факс: (99871) 262-79-90, e-mail: ionxanrux@mail.ru).

Диссертация билан Умумий ва ноорганик кимё институтининг Ахборот-ресурс марказида танишиш мумкин (8 - рақам билан рўйхатга олинган). (Манзил: 100170, Тошкент шаҳри, Мирзо-Улугбек кўчаси, 77-а. Тел.: (99871) 262-56-60; факс: (99871) 262-79-90).

Диссертация автореферати 2019 йил «14» декабрь куни тарқатилди.
(2019 йил «14» декабрдаги 8 -рақамли тарқатиш баённомаси реестри).



Б. С. Закиров
Илмий даражалар берувчи бир марталик
илмий кенгаш раиси, к.ф.д., профессор

Д.С.Салиханова
Илмий даражалар берувчи бир марталик
илмий кенгаш котиби, т.ф.д., профессор

С.А.Абдурахимов
Илмий даражалар берувчи бир марталик
илмий кенгаш қошидаги Илмий семинар
раиси, т.ф.д., профессор

КИРИШ(Фалсафа доктори (PhD) диссертацияси аннотацияси)

Диссертация мавзусининг долзарблиги ва зарурати. Дунёда тош, бетон ва бошқаларни қайта ишлаш учун кесувчи асбоблар яратиш учун хизмат қилувчи вольфрам ва кобальт карбидидан (ВК) олинган қаттиқ қотишмаларни (КК) модификация қилиш бўйича тадқиқотлар олиб борилмоқда. Улар машинасозлик, нефт-газ ва металлургия соҳаларида қўлланилиб келинмоқда. Уларни ишлаб чиқариш технологияси: майдалаш, карбидлаш, водород оқимида қайтариш ва бириктириш босқичларини ўз ичига олади. Қийин суюқланадиган металлларни легирлаш ва қотишмаларни нано-тузилишли ҳолатга ўтказиш муҳим аҳамиятга эга.

Бугунги кунда жаҳонда едирилишга юқори чидамли қаттиқ қотишмали буюмларга бўлган эҳтиёжни қондириш ва уларни ишлаб чиқариш, маҳсулот сифатини ошириш учун қуйидаги илмий ечимларни асослаш, жумладан WC-қаттиқ қотишмалар таркибий қисмларини олишда маҳаллий хом ашёни юқори даражада тозалашга эришиш; едирилишга чидамлилиқни камайтирувчи сабабларни аниқлаш ва юқори едирилишга чидамлилиқка эришиш; маҳаллий ва импортмаҳсулотларини физик-механик хоссаларини қиёсий ўрганиш; WC-Co системасини қўшилган лигерловчи элементлар билан ўзаро таъсир механизмини аниқлаш; қаттиқ қотишмаларни сиртларига қаттиқ материаллар таъсир этгандаги едирилиш солиштирма кўрсаткичларини аниқловчи асбоб-ускуналарни яратиш зарур.

Республикада вольфрам гуруҳидаги қаттиқ қотишмалардан маҳсулотлар ишлаб чиқаришда, уларни мустаҳкамлигини ошириш, тозалик даражасини ошириш борасида назарий ва амалий натижаларга эришилмоқда. Ўзбекистон Республикасини ривожлантиришни Ҳаракатлар стратегиясида «юқори сифат даражага ўтказиш орқали саноатни кўтариш, маҳаллий хомашё ресурсларини чуқур қайта ишлаш асосида тайёр маҳсулотлар ишлаб чиқаришни янада жадаллаштириш, янги турдаги маҳсулотларни ишлаб чиқаришни ўзлаштириш»¹ га қаратилган муҳим вазифалар белгилаб берилган. Бу борада, жумладан маҳаллий хомашёлардан едирилишга юқори чидамли бўлган қаттиқ-қотишмали маҳсулотлар технологиясини яратиш бўйича тадқиқотлар олиб бориш муҳим аҳамият касб этади.

Ўзбекистон Республикаси Президентининг 2017 йил 7 февралдаги ПФ-4947 сон «2017-2021 йилларда Ўзбекистон Республикасини ривожлантиришнинг бешта устивор йўналиши бўйича Ҳаракатлар стратегияси тўғрисида»ги Фармонлари, 2017 йил 23 августдаги ПҚ-3236-сонли «2017-2021 йилларда кимё саноатини ривожлантириш дастури тўғрисида» ги, 2017 йил 15 сентябардаги ПҚ 3280-сон «Олмалик КМК» АЖ бошқариш системасини янада такомиллаштириш чора-тадбирлари тўғрисида» ги ва 2019 йил 17 январдаги ПҚ 4124-сон «Кон-металлургия тармоғи корхоналари фаолиятини такомиллаштириш чора тадбирлари

¹Ўзбекистон Республикаси Президентининг «2017-2021 йилларда Ўзбекистон Республикасини ривожлантиришнинг бешта устивор йўналиши бўйича Ҳаракатлар стратегияси» тўғрисидаги Фармони

тўғрисида»ги Қарорларида, шунингдек мазкур фаолиятга тегишли бошқа меъёрий-ҳуқуқий ҳужжатларда белгиланган вазифаларни амалга оширишга ушбу диссертация тадқиқоти муайян даражада хизмат қилади.

Тадқиқотнинг республика фан ва технологияларини ривожлантиришнинг устувор йўналишларига мослиги. Мазкур тадқиқот республика фан ва технологиялар ривожланишининг VII. «Кимёвий технологиялар ва нанотехнологиялар» устувор йўналишига мувофиқ бажарилган.

Муаммонинг ўрганилганлик даражаси. ВК ли қаттиқ қотишмалар куқунли металлургиянинг асоси бўлиб, улар кобальт матричасида вольфрам карбиди заррачаларидан иборат бўлган намуна ҳисобланади. Қаттиқ қотишмаларни (ҚҚ) яратиш бўйича жаҳон амалиётига мурожаат этиш орқали уларни едирилишга чидамлилигини ошириш: 1) қотишмаларнинг нано-ўлчамли тузилиши; 2) ванадий билан легирлаш ҳисобига эканлиги аниқланди.

Адабиётлар тахлили шуни кўрсатдики, қаттиқ қотишмаларни модификациялаш бўйича тадқиқотларни чет эл олимларидан S. Namar-Thibault (Франция); J.Potshcke (Германия); Lennart Bergstrom (Швеция); Xiao Liang Shi (Хитой) ва бошқалар, шунингдек Бутун иттифоқ қийин суюқланадиган ва қаттиқ қотишмалар илмий-тадқиқот институти (БИҚҚ ИТИ, Москва ш.) ва унинг Чирчиқ филиали (ЧФ, Чирчиқ ш.) шуғулланишган. Лойиҳани ишлаб чиқувчиси Ўзбекистон қийин суюқланадиган ва ўтга чидамли металллар комбинати (ЎҚС ва ЎЧМК), ҳозирда “Олмалик КМК” АЖ даги нодир металллар ва қаттиқ қотишмалар илмий-ишлаб чиқариш бирлашмаси (НМ ва ҚҚ ИИЧБ) – собиқ Нодир металл ишлаб чиқариш давлат илмий тадқиқот институти (НМ ДИТИ).

Ўзбекистонда ушбу соҳада Хайдаров В.Х., Кальков А.А., Поляков Б.И., Пирматов Э.А., Асадов И.С., Шарипов Х.Т. ва бошқалар шуғулланишган. Аммо ҚҚ ларга ванадий ва рений кўшиш билан ҳеч ким шуғулланмаган.

Диссертация мавзусининг диссертация бажарилаётган илмий-тадқиқот муассасининг илмий-тадқиқот ишлари билан боғлиқлиги.

Диссертация Умумий ва ноорганик кимё институтининг илмий-тадқиқот ишлари режасининг Т.3-18 ФТҚҚ «WC-Co системали едирилишга юқори чидамли қаттиқ қотишмалар янги авлодини яратишнинг назарий асослари» (2018-2019 йй.) гранти ва «ВК-6 қаттиқ қотишмаси ишлаб чиқариш хом ашёсини қайта тозалаш ва нано-тузилишли қилиш технологияси» (2018-2019 йй.) мавзусидаги хўжалик шартномаси доирасида бажарилган.

Тадқиқотнинг мақсади. ВК-6 қаттиқ қотишмасини ванадий карбиди ёки рений билан легирлаш орқали модификациялаш ва қотишма таркибий қисмларини нано-тузилишли қилиш учун хомашёни қайта тозалаш технологиясини ишлаб чиқишдан иборат.

Тадқиқотнинг вазифалари:

WC-Co системали ВК-6 туридаги қаттиқ қотишмаларни едирилишга кам чидамлилик сабабларини аниқлаш;

ВК-6 туридаги қаттиқ қотишмаларни тузилиши, қаттиқлиги ва

едирилишга чидамлигига ванадий ва рений карбидларининг таъсирини ўрганиш;

ВК-6 туридаги қаттиқ қотишма хомашё компонентини - аммоний паравольфрамат тозалигининг материал тузилишига таъсирини ўрганиш;

ВК системасидаги қаттиқ қотишмаларни хомашёни қайта тозалаш ва уни ванадий (1-16%) ва рений карбидлари (1-3%) орқали легирлаш билан модификация қилиш;

модификацияланган ВК-6 ҚҚ ни ишлаб чиқариш технологиясини яратиш;

қаттиқ қотишмаларни сиртларига қаттиқ материаллар таъсир этгандаги едирилиш солиштирма кўрсаткичларини аниқловчи асбоб-ускунани яратиш.

Тадқиқотнинг объекти «Олмалик КМК»АЖдаги НМ ва ҚҚ ИИЧБ нинг WC-Co қаттиқ қотишмалари, уларнинг таркибий қисмларини модификациялаш ва ишлаб чиқариш хомашёларидан фойдаланилган.

Тадқиқотнинг предмети белгиланган коллоид-кимёвий хоссаларга эга бўлган вольфрам-кобальт-ванадий ва вольфрам-кобальт-ренийли хомашё аралашмаларидан ВК-6 нави мисолида қаттиқ қотишма заррачаларини ҳосил бўлиш қонуниятларини ўрганиш, қаттиқ қотишмаларни модификация қилиш усулларини ишлаб чиқиш, уни ванадий ва рений карбидлари билан легирлаш орқали нано-тузилишли ва едирилишга юқори чидамли қилиш технологиясини яратиш ҳисобланади.

Тадқиқотнинг усуллари. Диссертация ишида атом-абсорбцион спектроскопик, оптик эмиссияли спектрометрик, рентгенографик, рентгенспектрли микротахлил, электрон микроскопик, дериватографик таҳлил, материалларни коллоид-кимёвий ва физик-механик кимёвий назорат қилиш усулларидан фойдаланилган.

Тадқиқотнинг илмий янгилиги қуйидагилардан иборат:

WC-Co системали қаттиқ қотишмаларнинг ўхшаш қотишмаларга нисбатан кам емирилишининг тахминий сабаблари аниқланган;

ВК-6 қотишмаси мисолида уни ванадий карбиди билан 1-16%, рений карбиди билан 1-3% концентрациялар оралиғида легирлаш йўли орқали вольфрам карбид-кобальт системали қаттиқ қотишма модификация қилиб, WC-Co-VC, WC-Co-ReC системалари олинган;

ВК-6 қаттиқ қотишма таркибига VC: 1-16% оғирлик қисмда киритилиши қотишмани нано-тузилишга эга бўлиши унинг қаттиқлигини 2%, га қаттиқ материалларга едирилиш чидамлилигини 33-90% га ошириши аниқланган;

ВК-6 туридаги қаттиқ қотишма олишдаги хомашё – аммоний паравольфраматни кўшимча тозалаш, уни нано-тузилишига ёрдам бериши асносида едирилишга чидамлилигини ошириши исботланган.

Тадқиқотнинг амалий натижалари қуйидагилардан иборат:

тадқиқотлар асосида ванадий карбиди билан модификатцияланган ВК-6 қаттиқ қотишмасини олишнинг технологик схемаси ва технологик регламенти ишлаб чиқилган.

тадқиқотлар асосида рений карбиди билан модификатцияланган ВК-6

қаттиқ қотишмасини ишлаб чиқиш схемаси ва технологик регламенти ишлаб чиқилган;

тадқиқотлар асосида қаттиқ қотишмани шакиллантириш даврида вольфрам хом ашёсини қўшимча равишда олдиндан тозалашни ўз ичига олган ванадий карбити билан модификацияланган ВК-6 қаттиқ қотишмасини ишлаб чиқариш технологик схемаси яратилган;

қаттиқ қотишмаларни сиртларига қаттиқ материаллар таъсир этгандаги едирилиш солиштирма кўрсаткичларини аниқловчи асбоб-ускуна яратилган.

Тадқиқот натижаларининг ишончлилиги. Кимёвий (аналитик кимё) ва физик-кимёвий таҳлил натижалари ёрдамида лаборатория тажрибалари ва тажриба-саноат синовлари билан тасдиқланган.

Тадқиқот натижаларининг илмий ва амалий аҳамияти.

Тадқиқот натижаларининг илмий аҳамияти шундан иборатки, олинган намуналарни физик-кимёвий (қотишмани микротузилиши) ва физик-механик (қаттиқлик ва едирилишга чидамлилиқ) хусусиятлари асосида қаттиқ қотишмаларни ванадий билан легирлаш усулларини асослаш, WC-VC-Co системасида едирилишга юқори чидамли қаттиқ қотишмалар янги авлодини олиш технологик тизимини яратишга асос бўлади.

Тадқиқот натижаларининг амалий аҳамияти едирилишга юқори чидамли ВК-6 туридаги қаттиқ қотишма мисолида ванадий билан легирланган металлургия кукуни хом ашёсини нано-тузилишли ва легирлаш технологиясини яратилганлиги, ҳамда тажриба-саноат синовлари натижасида тегишли ўқув жараёнларида қўлланма сифатида хизмат қилади.

Тадқиқот натижаларининг жорий қилиниши. ВК-6 ҚҚ ни VC ва ReC билан легирлаш ҳамда хомашёни қайта тозалаб олинган илмий натижалар асосида:

ВК-6 қаттиқ қотишмаси ишлаб чиқариш хомашёсини қайта тозалаш ва нано-тузилишли қилиш технологиясини яратиш бўйича IX-Республика инновацион ғоялар, технологиялар ва лойиҳалар ярмаркасида «Олмалиқ КМК» АЖ билан хўжалиқ шартномаси тузилган. (2016 йил 13 майда № 1956-рақам билан рўйхатга олинган). Натижада қаттиқ қотишмаларни модификация қилиш ва чидамлилигини ошириш имконини берган;

ВК-6 қаттиқ қотишмасини Ванадий билан легирлаш технологияси «Олмалиқ КМК» да амалиётга жорий этилган («Олмалиқ КМК» АЖнинг 2019 йил 20 ноябрь 71-2000 сон маълумотномаси). Натижада маҳсулотларни қаттиқлиги 3% га, ВК-6 қаттиқ қотишмаларининг едирилишга чидамлилиги 33-50% га ортиши имконини берган;

ВК-6 қаттиқ қотишмасини Рений билан легирлаш технологияси «Олмалиқ КМК» да амалиётга жорий этилган («Олмалиқ КМК» АЖнинг 2019 йил 20 ноябрь 71-2000 сон маълумотномаси). Натижада қаттиқ қотишмалари WC-Co системасидаги ВК-6 қотишмасига қараганда тахминан 3% қаттиқлик ва 35% едирилишга чидаш имконияти яратилган;

WC-ReC-Co системасидаги вольфрам хомашёсини қайта кристаллаш орқали қўшимча тозалаш технологияси «Олмалиқ КМК» да амалиётга жорий

этилган («Олмалик КМК» АЖнинг 2019 йил 20 ноябрь 71-2000 сон маълумотномаси.) Натижада қаттиқ қотишмалари WC-Co системасидаги ВК-6 қотишмасига қараганда тахминан 3% қаттиқлик ва 65,3 % едирилишга чидаш имконияти яратилган;

Тадқиқот натижаларининг апробацияси. Мазкур тадқиқот натижалари 8 та халқаро ва 1 та республика илмий-амалий анжуманларда муҳокамадан ўтказилган.

Тадқиқот натижаларининг эълон қилиниши. Диссертация мавзуси бўйича жами 14 та илмий иш чоп этилган, шулардан, Ўзбекистон Республикаси Олий Аттестация комиссияси томонидан чоп этиш тавсия этилган журналларда 5 та мақола, жумладан 3 таси республика ва 2 таси хорижий журналларда нашр этилган.

Диссертациянинг тузилиши ва ҳажми. Диссертация таркиби кириш, учта боб, хулоса, фойдаланилган адабиётлар рўйхати ва иловалардан иборат. Диссертация ҳажми 104 бетни ташкил этган.

ДИССЕРТАЦИЯНИНГ АСОСИЙ МАЗМУНИ

Кириш қисмида ишнинг долзарблиги ва зарурати асосланган, тадқиқотнинг мақсад ва вазифалари шакллантирилган, тадқиқотнинг объект ва предметлари тавсифланган, тадқиқотнинг республика фан ва технологиялар тараққиёти устувор йўналишларига мослиги кўрилган, тадқиқотнинг илмий янгилиги ва амалий натижалари, уларнинг амалиётга жорий этилиши баён қилинган, чоп этилган илмий ишлар ва диссертация тузилиши бўйича маълумотлар келтирилган.

Диссертациянинг **«Вольфрам карбиди асосидаги қаттиқ қотишмаларни модификация қилиш усуллари аналитик шарҳи»** деб номланган биринчи бобида қаттиқ қотишмалар маҳсулотларидан юқори чидамли турли кўринишдаги ускуналарни яратиш муаммоларини ҳал этишга қаратилган аввалги назарий ва амалий ёндашишлар келтирилган. WC ни олиш учун хом ашё бўлган –аммоний паравольфраматни тозалаш, ҳамда юқоридаги муаммоларни ҳал этишга қаратилган вольфрам-кобальт гуруҳларидаги қаттиқ қотишмаларни ультрамикрo-тузилишли ҳолатга ўтказиш йўллари муҳокама қилинган. Тадқиқот мавзуси бўйича чет эл ва маҳаллий муаллифлар томонидан чоп этилган ишлар, патент адабиётларни шарҳи келтирилган. Уларни танқидий таҳлил қилиш асносида ишни мақсади ва вазифалари белгилаб олинган.

Диссертациянинг **«Қаттиқ қотишмалар ишлаб чиқариш компонентлари ва уларни тадқиқ этишнинг физик-кимёвий усуллари»** деб номланган иккинчи бобида қуйидагилар келтирилган. ВК-6 қаттиқ қотишма, ҳамда ванадий ва/ёки рений билан легирланиб модификация қилинган ВК-6 қотишмаларини намуналари, ВК қаттиқ қотишма хомашёлари: аммоний паравольфрамат (АПВ), кобальт нитрат, ванадий (V) оксиди, ванадий нитрати ва бошқа ёрдамчи материаллар *тадқиқотнинг объектлари* бўлиб ҳисобланади. *Тадқиқотнинг предмети:* Кукун

металлургияси соҳасидаги технологик жараён – ВК-6 туридаги қаттиқ қотишма компонентларини ишлаб чиқариш, ҳамда уни «Олмалик КМК» АЖдаги НМ ва ҚҚ ИИЧБда модификация қилиш. ВК-6 туридаги қаттиқ қотишмани ванадий, рений карбидлари билан легирлаб модификация қилиш технологиясини синаш ва ишлаб чиқиш ва қотишма компонентлари ва хом ашёларини қайта тозалаш учун жиҳозлар тайёрланди. Таркиб, тузилиш, аралашмани дисперслиги, физик-механик хоссалар, жумладан, қаттиқлик ва юқори чидамликни назорат қилиш учун стандарт ва модификация қилинган намуналар тайёрланди. Маълумотлар базасидаги мавжуд бўлган кристалл тузилишни аниқлаш учун, муайян жойдаги элемент ва фазавий таркибни таҳлил қилиш учун материалларни жиҳозли назорат қилиш усулларида рентгенфлуоресцент уланган зондли XRD Empyrean (PANalytical) рентгенли дифрактометр, энергодисперс системали зондли элемент микротаҳлил қилувчи SEM-EDS, EVO-MA (Carl Zeiss, Oxford Instrum 3 нм ни кўрувчи) туридаги W-электрон манбали, 10-60000 марта катталаштирувчи сканерловчи электрон микроскоп; ICP-MS серияли Aligent 7500 масс-спектроскопик эмиссион анализатордан фойдаландик.

Диссертациянинг «Ванадий ва рений билан модификация қилинган ВК-6, уни олиш технологияси» деб номланган учинчи бобида тадқиқотнинг назарий асослари ва босқичли натижалари келтирилган.

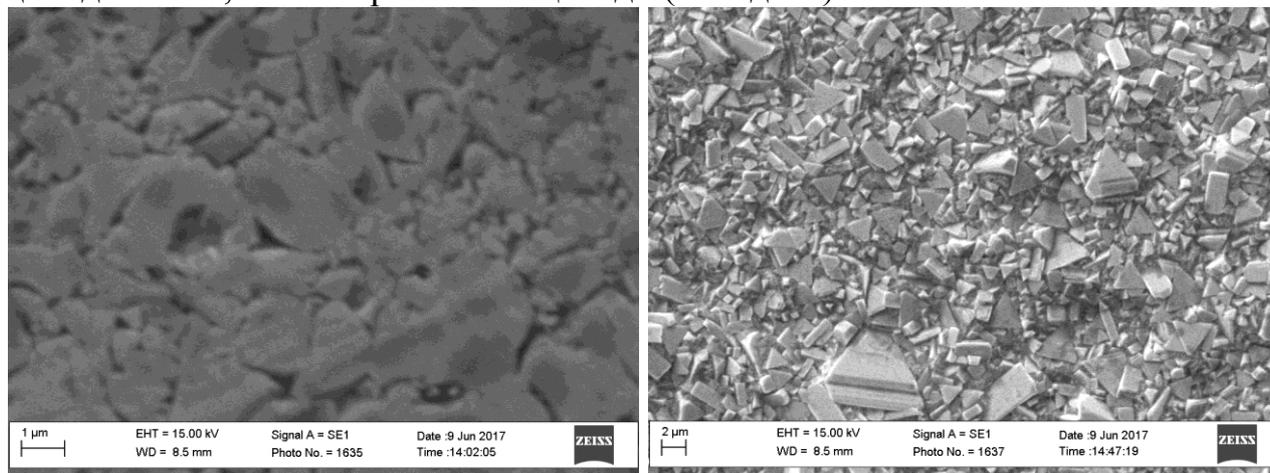
ВК-6 қаттиқ қотишмасини ейилишини камайтирадиган легирловчи қотишмаларни танлаш, ейилишни синовчи қурилмани тайёрлаш; намуналарни қаттиқлиги ва ейилишга чидамлигини ўлчаш тадқиқотни биринчи босқичи бўлиб ҳисобланади. Маълумки, “заррачаларни ўсиш ингибитори” бўлган ванадий карбиди (VC) билан легирлаш уни едирилишга чидамлигига таъсир этувчи заррача ўлчамларини тартибга солади.

1-жадвал. WC-Co ва WC-VC-Co намуналарини едирилишга чидамлиги: (№1- V сиз, №2- V ли) – юк оғирлиги 2 кг, қаттиқ материал билан боғланиш вақти 90 дақ.

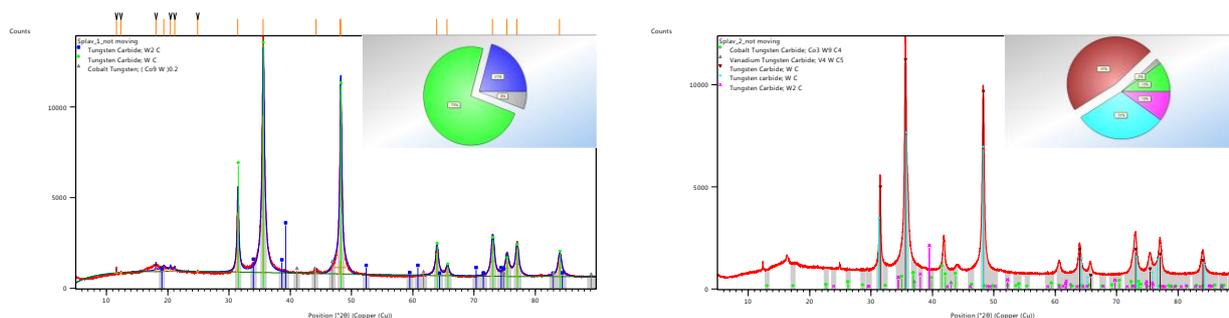
Намуналарни кўрсаткичлари	Даст. оғир., г	Синовдан кейин, г	Оғир. йўқолиши, г
№1 –V сиз	21,6930	21,5211	0,1719
№2 - V ли	19,2564	19,1133	0,1431
Оғир. йўқолишидаги фарқ, г			0,0288
Едирилишдаги фарқ, %	$(0,0288/0,1719) \cdot 100 =$		16,75%
№1 –V сиз	41,0316	40,9484	0,0883
№2 - V ли	34,5264	34,4642	0,0622
Оғир. йўқолишидаги фарқ, г			0,0261
Едирилишдаги фарқ, %	$(0,0261/0,0883) \cdot 100 =$		29,56%

«Олмалик КМК» АЖдаги НМ ва ҚҚ ИИЧБда ВК-6 қотишмасидаги WC ни қисман VC билан алмаштириш таклиф этилди ва жараён «Олмалик КМК» АЖдаги НМ ва ҚҚ ИИЧБда олиб борилди: 4 та намуна тайёрланди: 2 та

серияли, 1% VC билан легирланган 2 та серияли; едиришга чидамликни текшириш ва аниқлаш. Мавжуд бўлган ВК-6 қотишмасини 1% VC билан легирлаш натижасида 1-циклда уни едирилишга чидамлигини 16,75%; 2-циклда эса 29,56% га ортиши аниқланди (1-жадвал).



1-расм. №1 (чапда V сиз), № 2 (ўнгда V билан) намуналарни сканерловчи электрон микроскопда (СЭМ) кўриниши.



2-расм. №1 (чапда V сиз), № 2 (ўнгда V билан) намуналарнинг дифрактограммалари.

ВК-6 ни (1- ва 2-расмлар) VC билан легирланмаган (№1) ва легирланган (№2) намуналарини СЭМ ва дифрактограммаларидан кўринадикки, 1% VC кўшимча заррачаларни ўлчамини кичрайтиради ва барқарорлайди – материални нано-гузилиши кузатилади, бу эса едирилишга чидамлик ва қаттиқликни ортишига олиб келади.

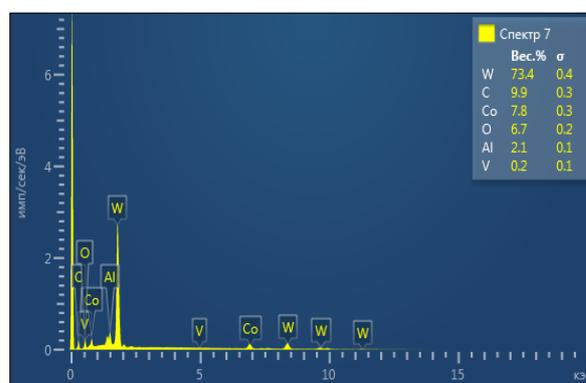
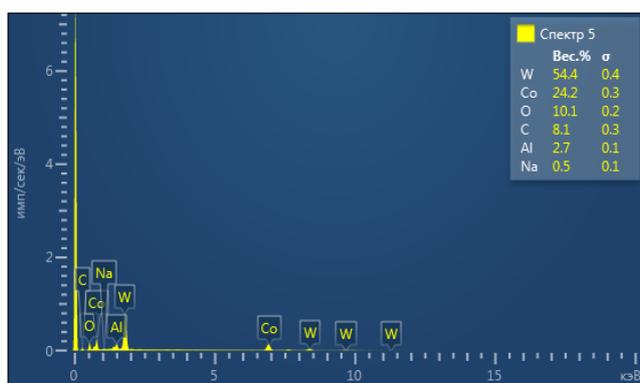
2-жадвал. №1 намуна сиртини зондли элемент таҳлили

Элемент	Линия тури	Шарт.конц.	k нисбати	Оғир.%	Сигма оғир.%	Эталон номи	Белгилаб қўйилган эталон
C	K	0.02	0.00015	8.08	0.32	C Vit	Да
O	K	0.09	0.00030	10.15	0.22	SiO ₂	Да
Na	K	0.00	0.00002	0.53	0.08	Albite	Да
Al	K	0.02	0.00014	2.65	0.08	Al ₂ O ₃	Да
Co	K	0.19	0.00190	24.21	0.34	Co	Да
W	M	0.30	0.00301	54.38	0.39	W	Да
Сумма				100.00			

Улар бир хил Со тутган (№2 намуна) қараганда одатий WC-Co ли қотишмани микроўлчамидан (500 мкм) катта эканлиги аниқланди; уларни спектри (3-расм) олинган ҳолда сирт юзалари текширилди (2,3-жадваллар).

3-жадвал. №2 намуна сиртини зондли элемент таҳлили

Элемент	Линия тури	Шарт.ко нц.	к нисбати	Оғир. %	Сиг-ма оғир. %	Эталон номи	Белгилаб қўйилган эталон
C	К серия	0.05	0.00047	9.85	0.33	C Vit	Ҳа
O	К серия	0.11	0.00037	6.67	0.23	SiO ₂	Ҳа
Al	К серия	0.05	0.00034	2.10	0.07	Al ₂ O ₃	Ҳа
V	К серия	0.00	0.00003	0.18	0.11	V	Ҳа
Co	К серия	0.15	0.00145	7.83	0.28	Co	Ҳа
W	М серия	1.09	0.01091	73.37	0.42	W	Ҳа
Йиғинди:				100.00			



3-расм. №1 (VC сиз, чапда), №2 (1% VC ли, ўнгда) намуналар юзасини спектри

ВК-6 қаттиқ қотишма намуналари Роквелл бўйича қаттиқлиги текширилди. VC билан легирланмаган намунани (№1) қаттиқлиги HRA = 88,5; 1% VC билан легирланган намунани (№2) қаттиқлиги HRA = 88,7; 1% VC қўшимча киритилиши қотишмани қаттиқлигини оширади.

Бир хил кобальт тутган WC-Co материалга нисбатан ҳосил бўлган WC-VC-Co материални зичлиги бир мунча камлиги кўрсатилди. VC ва WC ларнинг зичлиги мос равишда 5,57 ва 15,6 г·см⁻³, V₈C₇ва WC ли фазаларнинг микроқаттиқлиги мос равишда 2900 ва 2000 HV (Виккерс бўйича). Янги турдаги (W,V)C ли қотишмаларнинг зичлиги 11-12 г·см⁻³ га тенг. Юқори зичликка эга бўлиш ундан ясалган маҳсулотларни сезиларли даражада ейилишини камайтиришини таъминлайди.

Ишнинг кейинги босқичи ВК- қаттиқ қотишмасини ишлаб чиқариш хом ашёси бўлган ВАПЧ туридаги вольфрам ангидридини Ts 12310-4-27-2013 га мувофиқ равишда тозалаш катталикларини ишлаб чиқаришдан иборат бўлди. WO₃ ва ундан олинадиган вольфрамни дисперслиги Kst 00193944-005-2012га мувофиқ метанол буғларини ютилиш катталиги билан аниқланади: у ВАПЧ тури учун 1,8 мг/г дан бошлаб бўлиши керак (4-жадвал).

4-жадвал. Метанол буғларини адсорбцияси усули орқали аниқланган WO_3 нинг солиштирма сирт юзалари

№	Майдалаш усули ва шароити	Метанол буғларини адсорбцияси, мг/г
1	Вольфрам кислотаси H_2WO_4 (400°C да куйдирилган)	1,1
2	Куруқ ун ҳолида, H_2 билан қайтариш	1,3
3	Fe, Mo, V, Al қўшимчалари билан	1,5
4	WO_3 углерод билан қайтариш	1,8
5	Ун ҳолидаги WC (хўл)	1,9

ВК-6 каттиқ қотишма синтезидаги хом ашё тозалигига қўйиладиган талабларни ҳисобга олган ҳолда флокулянтлар иштирокида H_2WO_4 нинг гидрометаллургия пульпасини чўктириш ва қуйилтиришни коллоид-кимёвий жараёнларини бошқаришга эътибор берилди. Анъанавий СФМ – флокулянт ПАА H_2WO_4 нинг дисперслиги туфайли фильтр-прессларда каттиқ фазани тўла ажрата олмайди: 0,124 мм – 1%; 0,351 мм – 10,5%; 0,295 мм – 83%; 0,831 мм – 5,5%. 0,124 мм ўлчамли дисперс фазани филтрат билан кетиши 1% га етади. Босқични вазифаси ПАА ўрнига ва ундан самаралироқ бўлган Na-КМЦ, H-КМЦ, Карбопан каторидаги флокулянтларни танлаб олиш бўлди (5-жадвал).

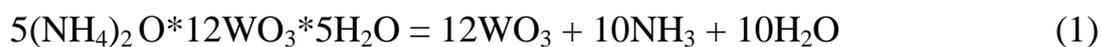
5-жадвал. H_2WO_4 ни эритмадан ажратиб олинишига флокулянтлар концентрацияларини таъсири

СФМ	H_2WO_4 ни ажратиб олиниши, %; СФМнинг концентрациялари, %			
	0,025	0,05	0,10	0,125
ПАА	93,7	96,1	97,6	97,8
Na-КМЦ	91,7	95,8	96,7	96,8
H-КМЦ	94,0	96,6	99,5	99,9
Карбопан	93,8	96,2	97,9	99,5

5-жадвалдан кўринадикки, 0,100-0,125% ораликда H-КМЦ энг зўр флокулянт сифатида ўзини намоён этди. Афтидан чўкишнинг самарали бўлиши ионли флокуляция билан биргаликда бўлса керак. Бошқа бир хил шароитларда H_2WO_4 нинг тўла ажратиб олиниш вақти энг кам бўлиши аниқланди: 40 сония. Сўнгра H_2WO_4 аммиакда эритилиб аммоний паравольфрамат (АПВ) олинади.

WC-VC-Co, WC-ReC-Co қотишмаларни олиниш технологияси яратилди.

Вольфрам карбидини олиниши. Аввал АПВ кристаллари (600-650)°C ҳароратда куйдириш йўли билан вольфрам ангидриди олинади:



Элакдан (№28) ўтган WO_3 кукуни махсус идишга йиғилади.

Кукун ҳолидага вольфрам металини олиш. WO_3 водород билан электр печида қайтарилади. Жараёни умумий реакцияси:



Қайтарилиш жараёни ТСН-1,6 ли электр печида WO_3 ли идишларни юқори ҳароратли зона силжитилиши билан амалга оширилади. Водород материални ҳаракатига қарама-қарши томондан берилади (6-жадвал).

6-жадвал. WO_3 ни қайтаришда водороднинг сарфи

Печ-ка тури	Идишда-ги кукуни микдори, г/идишдан кам эмас	Қайтариш усули	Печкага водород сарфи, м ³ /ч	Айланиш, дак/л	Зоналар бўйича ҳарорат, °С				
					800-900	850-950	850-950	850-950	700-850
ТСН-1,6	1500-2200	Тўғри-дан тўғри	8...12	20-30	800-900	850-950	850-950	850-950	700-850

Кукуни ҳолидаги металл вольфрамини углерод (курум) билан водород атмосферасида таъсирлаштириб вольфрам карбиди олиш амалга оширилади:



Вольфрам карбиди олиш учун куруқ майдалаш тегирмонидан вольфрам кукуни ва курумдан иборат шихта тартибга (7-жадвал) мувофиқ тайёрланади:

7-жадвал. Шарли тегирмонни айланиш тезлиги, W ва курумни майдаланиши

Жихозни номи	Юклаш, кг		Майдаловчи жисм		Давомийлиги, соат	Айланиш тезлиги, айл/дақ.
	W	Курум	Ø, мм	Оғир., кг		
380 л ли тегирмон	200	13	15-35	250-300	2	33-40

8-жадвал. Шихтани карбидлаш шароити

Жихоз	Ҳарорат, °С	Силжиш, мм/дақ.	Ток кучи, кА	Кучланиш, В	Водород сарфи, м ³
Графит трубаги қаршиликли электрпечь	1400-1600	10-12	7,8-8,5	12,5-15,5	1,0-1,5

9-жадвал. Вольфрам карбидини майдалаш шароити

Жиҳоз	Майдаловчи жисм		Айланиш тезлиги, айл/дақ.	Юклаш оғир., кг	Майдалаш-ни давомийлиги, соат
	Ø, мм	Оғир., кг			
380 л ли тегирмон	15-35	250-300	33-40	200-210	2

10-жадвал. WC + Co б аралашмасини ванадий карбиди билан шихталаш

Қотишмани номи	Куқун аралашмасидаги асосий компонентлар, %, кам эмас		
	Вольфрам карбиди	Ванадийкарбиди	Кобальт
WC + Co б VC 2	92	2	6
WC + Co б VC 4	90	4	6
WC + Co б VC 8	86	8	6

Вольфрамни карбидлаш графит трубади электропечларда диаметри 80 мм ва узунлиги 500 мм бўлган графитли идишларни силжитилиши билан олиб борилади:(8-жадвал):



Вольфрам карбиди куқун ҳолигача майдаланади (9-жадвал):

WC + Co + VC ли қаттиқ қотишмалар аралашмасини тайёрлаш

Карбидлар ва боғловчи металл билан берилган қотишма турига жавоб берувчи нисбатларда шихта олинади. Жараён қуйидаги кетма-кетликлардан иборат: -ҳўл майдалаш; -қуритиш ва аралашмаларни элакдан ўтказиш.Қоришмаларни бузиш ва карбид доналарни майдалаш, кобальт заррачаларини майдалаш ҳамда карбид ва кобальт заррачаларини аралаштириш тегирмонда суюқ муҳитда олиб борилади. WC + Co + VC аралашмасини тайёрлаш учун 10-жадвалда келтирилган ҳисоблар бўйича талаб этилаётган нав учун шихта тайёрланади.

Хўл майдалаш учун тегирмонга шихта киритилади ва спирт қуйилади (шихта ҳажмига нисбатан 35-40%), аралаштиргич ишга туширилади, майдалаш 11-жадвалдаги режим бўйича олиб борилади:

11-жадвал. WC-Co б шихтасини VC билан майдалаш шароити

Жиҳоз	Тегирмонни айланиш тезлиги, айл/дақ.	Майдаланиш вақти, соат
Тегирмон	33-38	48-52

12-жадвал. Донадорлаш вақти ва донаторлагични айланиш сони

Жиҳоз	Донадорлаш вақти, дақ.	Айланиш сони, айл/дақ.
Донадорлагич, 20 л	20-30	30-32

13-жадвал. Қуритиш зоналари бўйича ҳарорат

Маҳсулот оғир., г	Зоналар бўйича ҳарорат, °С		Силжиш, мм/дақ.
	I зона	II зона	
1-30	120-130	140-150	30-40

14-жадвал. Қотишмани зоналар бўйича қиздириб бириктириш ҳароратлари

Маҳсулот нави	Зоналар бўйича ҳарорат, °С			Силжиш, мм/дақ.	Водород сарфи, м ³
	1	2	3		
WC+VC+Co	290-320	650-700	1400-1420	8,5-9	3-4

Ҳўл майдалашдан сўнг пульпани дистилляторга қуйилади ва қуритилади, спирт буғлари совитгичда конденсатланади. Буғ бериш тўхтатилгандан сўнг дистиллятор қобиғига сув бериб аралашма совитилади. Механик қўшимчалар ажратиш, юмшатиш ва бир хиллаш учун аралашма элакдан ўтказилади. Прессланадиган маҳсулотларни оқувчанлигини яхшилаш, мустаҳкамлигини пластификатор ҳисобига ошириш учун аралашмага каучукнинг бензиндаги эритмаси қўшилади. Аралаштиришдан сўнг 45 дақиқа давомида қуритилади, элакдан ўтказилади, цилиндрли донадорлагичда сув сепиш усулида дондорланади (12-жадвал).

Пресснинг босими остида пресс-шаклда маҳсулотлар тайёрланади. Лентали қуритгич печида 13-жадвал келтирилган катталиклар бўйича маҳсулотлар пишиқланади ва қисман пластификатор чиқариб юборилади.

Маҳсулотларни чидамли қилиш учун улар юқори ҳароратли қайта ишланиб ихчам ҳолатга келтирилади. Бир-бирлари билан ёпишиб қолмаслиги учун улар устига графитни майда донлари сепилади. Қиздириш 3 зонали электропечларда водород оқимида олиб борилади (14-жадвал). Легирлаш жараёнини схемаси ва технологик катталиклари ишлаб чиқилди.

WC-VC-Co, WC-ReC-Co ли қотишмаларни тажриба-саноат синовидан ўтказиш

Намуналарни «Олмалиқ КМК» АЖ да синаш. Ишлаб чиқилган технология бўйича ВК-6 қаттиқ қотишмасини VC билан легирлаш натижасида олинган қотишмалардан намуналар тайёрланди, улар синовдан ўтказилди (15-жадвал.2019 йил 21 апрел «Олмалиқ ТМК»).

Тадқиқот босқичини вазифалари – модификация қилинган ВК-6 туридаги қаттиқ қотишмани физик-механик хоссалари ва тузилишига ванадий карбид (0-12%) қўшимчасини таъсирини ўрганиш. VC улушини 1 дан 12% гача ортиши қаттиқликни модификация қилинмаган ВК-6 қотишмасига нисбатан бир оз ўсиши: 3%га, ва едирилшга чидамликни салмоқли ўсишига: 33-50% га олиб келади.

15-жадвал. VC: 0-12% оралиғида легирланган ВК-6 қаттиқ қотишмасини намуналари

Намуна №	Қаттиқ қотишма намунасини таркиби, оғир., % (ВК-6 нинг дастлабки таркиби)		
	WC	Co	VC
0	94	6	0
1	93	6	1
2	91	6	3
3	89	6	5
4	87	6	7
5	85	6	9
6	83	6	11
7	82	6	12

Намуналарни дифрактограмма ва сирт юзаларин расмларидан(1-3-жадвал ва 1-3-расмлар) кўрииб турибдики, ванадий карбидни 1% дан бошлаб кўшилганда намуна доналарини ўлчамларини кичраяти ва мустаҳкамланади: уларни нанотузилиши кузатилади, бу эса бир хил миқдорда кобальт тутган ВК-6 қотишмасига солиштириганда едирилишга чидамликни 33-50% ва қаттиқликни 3% орттишига олиб келади.

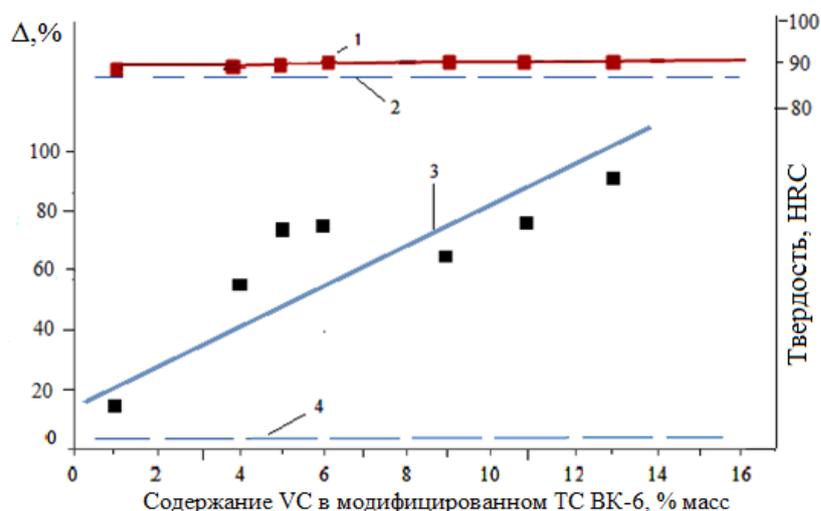
Ишлаб чиқилган технология бўйича ВК-6 қаттиқ қотишмасини VC билан легирлаш натижасида олинган қотишмалардан намуналар тайёрланди, улар синовдан ўтказилди (15-жадвал.2019 йил 21 апрел «Олмалик КМК»).

ВК-6 қаттиқ қотишмаларни ванадий билан легирланган намуналарини иккинчи тажриба-саноат синовлари 2019 йил 17 июнда «Олмалик КМК» АЖ нинг сийрак металллар ва қаттиқ қотишмалар Илмий-ишлаб чиқариш бирлашмасида ўтказилди.

Тадқиқот босқичини вазифаларитурли даражада тозаланган хом ашёлардан олинган рений, ванадий билан легирланган ВК-6 қаттиқ қотишмалари қайтадан олиш (2019 йил 21 апрелдаги №1 далолатнома тавсиясига кўра) ва солиштирилган ҳолда синовдан ўтказиш бўлди. Намуналарни солиштирилган ҳолда Роквелл бўйича қаттиқлиги, едирилишга чидамлиги синовдан ўтказилди, рентген тадқиқотлари олиб борилди.

Синов тартиби 3 та вазифани бажаришни кўзда туттади: 1 – ванадий билан легирлаш; 2 – рений билан легирлаш; 3 – юқори даражада тозаланган W-ли хом ашёдан фойдаланиш. Намуналар ВК-6 ҚҚ га нисбатан синовдан ўтказилди.

1-чи вазифа бўйича WC-VC-Co намуналарини қаттиқлиги ва едирилишга чидамлиги синовдан ўтказилди (4-расм). 2-нчи вазифа бўйича WC-ReC-Co намуналари тайёрланди, уларни қаттиқлиги ва едирилишга чидамлиги синовдан ўтказилди (16-жадвал). 3-нчи вазифа бўйича «Кўшимча тозаланган рений билан модификация қилинган ВК-6» намуналари тайёрланди, уларни қаттиқлиги ва едирилишга чидамлиги синовдан ўтказилди (16- ва 17-жадваллар).



4-расм.№1 топшириқли намунани Роквелл (HRC) бўйича қаттиқлиги ва нисбий едирилиши (Δ).*Белгилаш:* 1 – VC ни 1,0-16,0% концентрация оралиғида модификация қилинган ВК-6 ҚҚ нинг қаттиқлиги; 2 – модификация қилинмаган ВК-6 нинг қаттиқлиги; 3 VC ни 1,0-16,0% концентрация оралиғида модификация қилинган ВК-6 ҚҚ нинг Δ си; 4 - модификация қилинмаган ВК-6 нинг Δ си.

16-жадвал. Модификация қилинган ВК-6 ҚҚ намуналарини физик-механик синов натижалари

Намуна №	Тажриба намуналарини таркиби, оғир., %			Қаттиқлик, HRC	Нисбий едирилиш (Δ), %
	WC	Co	Re		
№2 топшириқли намуна					
19	93	6	1	89,4	33,33
20	89	6	5	89,0	38,46
21	94	6	0	88,5	
22	94	6	0	88,5	
№3 топшириқли намуна					
23	89	6	5	89,1	57
24	94	6	0	88,7	
25	89	6	5	89,3	0
26	94	6	0	88,9	
27	89	6	5	89,7	65,3
28	94	6	0	89,3	

Уларни ишлаб чиқаришда WO_3 -0, WO_3 -1, WO_3 -2, WO_3 -3 кукунларини 650-700°C да куйдирилишидан олинган намуналар АПВ-0, АПВ -1, АПВ -2, АПВ -3 ларга мос равишда хом ашё вазифасини бажаради. Сўнгра WO_3 -0, WO_3 -1, WO_3 -2, WO_3 -3 лар водород оқимида W-0, W-1, W-2, W-3 металл ҳолатигача қайтарилди. WO_3 - 0, WO_3 - 1, WO_3 - 2, WO_3 -3; W-0, W-1, W-2, W-3 ли ярим маҳсулотлар таҳлил қилинди (17-жадвал).

17-жадвал.№3 топшириккли яримфабрикатни тозалигини назорат қилиш
натижалари

Намун а №	Яримфабри- кат	Қўшимчалар концентрацияси, %							
		Fe	Al	Si	Ca	Mg	Mo	As	Ni
120/1	WO ₃	0,009	0,001	0,01	0,04	0,04	0,25	0,002	0,002
121/2	WO ₃	0,0005	из.бор	0,0018	0,003	0,002	0,045	из.бор	из.бор
122/3	WO ₃	из.бор	из.бор	0,001	0,001	0,0009	0,01	из.бор	из.бор
123/4	WO ₃	из.бор	из.бор	из.бор	из.бор	из.бор	0,005	из.бор	из.бор
1	W	0,008	0,001	0,016	0,05	0,035	0,35	0,002	0,002
2	W	0,002	-	0,002	0,004	0,002	0,05	-	-
3	W	0,001	-	0,001	0,002	0,001	0,012	-	-
4	W	-	-	-	-	-	0,005	-	-

Юқори даражада тозаланган хом ашё асосида олинган намуналар қуйидагича тайёрланди. НМ ва ҚҚ ИИЧБ нинг гидрометаллургия цехи ярим маҳсулоти - аммоний паравольфраматидан олинган 4 хил кукунли вольфрам метали қайта тозалаш схемаси бўйича тайёрланади:

- 1) АПВ-0: вольфрам кислотаси ҳосил бўлгунча нитрат кислотасида эритиш; филтрлаш; аммиакли сув билан рН муҳити нейтрал бўлгунча вольфрам кислотасини ювиш; аммоний вольфрамат эритмасини буғлатиш; АПВ кристалларини ажратиб олиш;
- 2) АПВ -0 қайта тозалаб АПВ -1 олиш;
- 3) АПВ -1 қайта тозалаб АПВ -2 олиш;
- 4) АПВ -2 қайта тозалаб АПВ -3 олиш.

Натижада қуйидагиларни қуйидагилар тасдиқланди:

1) Ванадий билан модификация қилинган (ванадий карбиди концентрацияси: 1,0 дан 16,0% гача) WC-VC-Co ли қаттиқ қотишмаларни ВК-6 қотишмаси мисолида легирловчи қўшимчани улушини кўпайиши билан бир хил кобальт тутган WC-Co системасидаги ВК-6 қотишмаси билан солиштирилганда қаттиқлик тахминан 3% га ва едирилишга чидамлилик 90% гача ортиши маълум бўлди.

2) Рений билан модификация қилинган (рений карбиди концентрацияси: 1,0 дан 5,0% гача) WC-ReC-Co ли қаттиқ қотишмаларни ВК-6 қотишмаси мисолида легирловчи қўшимчани улушини кўпайиши билан бир хил кобальт тутган WC-Co системасидаги ВК-6 қотишмаси билан солиштирилганда қаттиқлик тахминан 3% ва едирилишга чидамлилик 35% га ортиши маълум бўлди (17-жадвал).

3) W-ли хом ашёни қайта кристаллаш орқали қўшимча тозаланган орқали олинган WC-ReC-Co ли ҚҚ «ВК-6» ва «Қўшимча тозалашсиз 5%ли рений билан модификация қилинган ВК-6» қотишмаларига қараганда едирилишга чидамлиги модификация қилинмаган ВК-6 қаттиқ қотишмага нисбатан 38,5% дан («5%ли рений билан модификация қилинган ВК-6»), 57,0% гача (бир марта тозаланган) ва «Қўшимча тозаланган 5%ли рений билан модификация қилинган ВК-6» қотишмасида 65,3% га (уч марта тозаланган) ортишига олиб келди.

Намуналарни «Навоий КМК» ДК даги синовлари

Ванадийбилан легирланган ВК-6 қаттиқ қотишмаларни учинчи тажриба-саноатсиновлари «Навоий КМК» Давлат корхонасида 2019 йил 29 августда ўтказилди, бунда уларнинг намуналари эмас, балки «Олмалиқ КМК» АЖ нинг сийрак металллар ва қаттиқ қотишмалар Илмий-ишлаб чиқариш бирлашмасида мавжуд ва ванадий карбиди билан модификация қилиш ва вольфрамли хом ашёни қўшимча тозалашни кўзда тутувчи янги технология асосида ВК-6 ҚҚ дан тайёрланган токар-дастгоҳи кесувчи ускунасини тажриба партияси ишлатилди.

Тадқиқот босқичи вазифаларини амалга ошириш чора-тадбирлари:

- ЎзР ФА УНКИ нинг хизмат хатига асосан (2018 йил 22 январдаги №1-10/8-84-сонли чиқиш хати), «Олмалиқ КМК» АЖ нинг сийрак металллар ва қаттиқ қотишмалар Илмий-ишлаб чиқариш бирлашмасидаги мавжуд жиҳозда бир марталик регламент бўйича ВК-6 ва уни модификацияли ҚҚ намуналаридан токар-дастгоҳи кесувчи ускунаси тайёрланди: асбобнинг тажриба намунаси – 12 дона, серияли – 12 дона; бунда тажриба намуналари сериялидан ванадий карбидини 3% қўшилганлиги билан фарқ қилди холос; у ерда яна 24 та қаттиқ қотишмали назорат намунаси: WC-Co (12 дона) ва 3% ванадий карбиди тутган WC-VC-Co (12 дона) ва улар қаттиқлик ва едирилишга чидамликка синовдан ўтказилди;

- кўрсатилган 24 та намуналар «Навоий КМК» Давлат корхонасини бўлими - «Навоий машинасозлик заводи» ИЧБ га берилди ва улардан 4 ой давомида бир хил шароитда доимий саноат ишлаб чиқарилишида фойдаланилди; бундан сўнг уларни едирилишга нисбатан чидамлигига баҳо берилди ва бу асосда ушбу далолатнома №3 тузилди

Эришилган натижалар:

Сийракметаллар ва қаттиқ қотишмалар Илмий-ишлаб чиқариш бирлашмасида ВК-6 қаттиқ қотишма ишлаб чиқариш технологияси бўйича 24 та қаттиқ қотишма намуналари тайёрланди ва қаттиқлик ҳамда едирилишга чидамликка синовдан ўтказилди: WC-Co (12 дона) ва 3% ванадий карбиди тутган WC-VC-Co (12 дона). Ванадий билан модификация қилинган – 3% VC ли ВК-6 қотишмаси бир хил кобальт тутган серияли ВК-6 қотишмасига солиштирганда қаттиқлиги тахминан 3% ва едирилишга чидамлилик 60-80% гача ортиқ эканлиги маълум бўлди.

«Навоий машинасозлик заводи» ИЧБ да 24 та асбоб намуналаридан 4 ой мобайнида бир хил шароитда доимий саноат ишлаб чиқарилишида фойдаланилди; бундан сўнг уларни едирилишга чидамлигига солиштирма баҳо берилди (массани ва фойдаланиш тавсифларини ўзгариши бўйича): ВК-6 асосида 3% VC тутган токар-дастгоҳи кесувчи ускунаси бир хил кобальт тутган серияли ВК-6 қотишмасига қараганда 30-35% юқори чидамликка эга эканлиги аниқланди.

Вольфрам хом ашёсини аввалдан тозалаш, 3%ли ванадий карбиди билан модификация қилинган ВК-6 қаттиқ қотишмасини қўллашдан кўриладиган иқтисодий самара ҳисоблари «Навоий КМК» Давлат корхонасида токар-дастгоҳи кесувчи ускуналарни тажриба синов партияларини тажриба-саноат

синови натижалари асосида: айнан қотишмани ишлаб қобилятини 30-35% ортиши (2019 йил 29 августдаги 3-сонли НТМК-УНКИ далолатномаси) яратилади. Бундан ташқари ванадий карбиди билан модификация қилинган ВК-6 қотишмаларини таннархлари тўғрисидаги СМ ва ҚҚ ИИЧБ нинг маълумотномасидан ҳам фойдаланилди (18-жадвал).

Янги қотишмаларни техник-иқтисодий кўрсаткичлари ҳисоблаш

18-жадвал. Доимий ишлаб чиқариладиган ВК-6 га нисбатан ванадий билан модификация қилинган ВК-6 қотишмаси нархларини ортиши

Қаттиқ қотишманинг тури	Қаттиқ қотишманинг таннархи, сўм	ВК-6 қотишмага нисбатан фарқ, сўм
ВК-6 навли қаттиқ қотишма	420 244	0
VC1%ли қаттиқ қотишма	421 530	1 286
VC3%ли қаттиқ қотишма	424 089	3 845
VC4%ли қаттиқ қотишма	425 416	5 172
VC5%ли қаттиқ қотишма	426 677	6 433
VC6%ли қаттиқ қотишма	427 949	7 705
VC7%ли қаттиқ қотишма	429 236	8 992
VC9%ли қаттиқ қотишма	431 809	11 565
VC11%ли қаттиқ қотишма	434 382	14 138
VC13%ли қаттиқ қотишма	436 955	16 711

Ишлаш қобилятини ўртача 33,3% га ўсишини асос қилиб, қуйидагиларга эга бўламиз:

- истеъмолчини 1000 та усқунани ўртача 67 000 сўм/дона дан сотиб олишга аввалги мавжуд бўлган сарфи:

$$1000 \times 67000 = 67000000 \text{ сўм};$$

- ВК-6 қотишмасини 3% VC тутган модификацияли ВК-6 қотишмасига алмаштиргандаги таннарх 70 845 сўм, истеъмолчига 33,3% кам керак бўлганда 1000 та ўрнига 667 та дона усқуна учун сарф:

$$667 \times 70845 = 47253 615 \text{ сўм.}$$

1000 та усқунани 667 та усқунага алмаштиргандаги иқтисодий самара (И.С.):

$$\text{И.С.} = 67000000 - 47253615 = 19 746 385 \text{ сўм.}$$

ВК-6 қаттиқ қотишмани VC билан модификация қилинган саноат партияларидан фойдаланилганда аниқ ҳисоблар келтирилади.

ХУЛОСА

Диссертация мавзуси бўйича ўтказилган тадқиқотлар натижалари бўйича қуйидагича умумий хулосалар шакллантирилган:

1. ВК-6 қаттиқ қотишмасини ванадий, рений карбидлари билан легирлаш йўли ва хом ашёни қайта тозалаш билан қотишма компонентларини нано-тузилишли қилиш орқали модификация қилинган қотишмалар олиш

технологияси ишлаб чиқилди; ВК-6 қаттиқ қотишмасини ванадий ва рений билан микролегирлаш, уни хомашёсини қайта тозалаш жараёнларига мувофиқ технологик тизим ва технологик регламент яратилди ва ишлаб чиқаришга тавсия этилди;

2. Янги технология асосида олинган WC-VC-Co, WC-ReC-Co системали қаттиқ қотишма намуналари серияли ВК-6 қотишмаларига нисбатан қаттиқлик ва едирилишга чидамликка синовлардан ўтказилганда, бунда намуналар заррачаларни ўсиш ингибиторлари (ванадий ва рений) билан модификация қилинганлиги ва хомашёни қўшимча тозалашдан ўтганлиги билан фарқланди, яхши натижалар олинди, ушбу ВК-6 қотишмасининг едирилишга кам чидамлик сабаблари унинг тузилиши ва таркибида кераксиз қўшимчалар борлиги туфайли эканлиги аниқланди;

3. WC-Co системаларидаги VC ва ReC билан легирлаш йўли орқали олинган қаттиқ қотишмалар бир хил кобальт тутган WC-Co системаларидаги ВК-6 қотишмалари билан қаттиқлик ва едирилишга чидамлик бўйича «Олмалиқ КМК» АЖ да солиштириб синалганда, қўйидаги натижаларни олинди:

модификация қилинган WC-VC-Co қаттиқ қотишмалари (VC концентрацияси 1,0 дан 16,0% гача бўлганда), қўшимчани оғирлик миқдорини ортиши билан қаттиқлик тахминан 3% ва едирилишга чидамлик 90% га ўсиши кузатилди;

модификация қилинган WC-ReC-Co қаттиқ қотишмалари (ReC концентрацияси 1,0 дан 5,0% гача бўлганда), қўшимчани оғирлик миқдорини ортиши билан қаттиқлик тахминан 3% ва едирилишга чидамлик 38,5% га ўсиши кузатилди;

WC-ReC-Co қаттиқ қотишмаси (ReC нинг оғирлик концентрацияси 5%) учун W-хомашёси қўшимча тозаланганда «ВК-6» ва «Қўшимча тозалашсиз 5% ли рений билан модификация қилинган ВК-6» қотишмаларига қараганда едирилишга чидамлиги модификация қилинмаган ВК-6 қаттиқ қотишмага нисбатан 38,5% дан («5% ли рений билан модификация қилинган ВК-6»), 57,0% гача (бир марта тозаланган) ва «Қўшимча тозаланган 5% ли рений билан модификация қилинган ВК-6» қотишмасида 65,3% га (уч марта тозаланган) ортишига олиб келади.

4. «Навоий КМК» Давлат корхонасида 3%ли ванадий карбидли ВК-6 қотишмасидан олинган токар-дастгоҳ кесувчи ускуналари бир хил кобальт тутган серияли ВК-6 намуналарига қараганда 30-35% едирилишга чидамли эканлиги аниқланди, бу эса ускунани ишлаш имкониятини 30-35%га ортганлигини англатади.

5. Вольфрам-кобальт системаларида ванадий ва рений карбидлари билан модификация қилинган қаттиқ қотишмалардан олинган намуна ва маҳсулотларни солиштирма тажриба-саноат синовлари яқунлари асосида легирлаш ва вольфрам хом ашёсини қўшимча тозалаш технологиясини «Олмалиқ КМК» АЖ НМ ва ҚҚ ИИЧБ да жорий этиш мақсадга мувофиқ эканлиги қайд этилди.

**РАЗОВЫЙ НАУЧНЫЙ СОВЕТ DSc 27.06.2017. К/Т 35.01 ПРИ ИНСТИ-
ТУТЕ ОБЩЕЙ И НЕОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ И ТАШКЕНТСКОМ
ХИМИКО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКОМ ИНСТИТУТЕ ПО ПРИСУЖДЕ-
НИЮ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ**

ИНСТИТУТ ОБЩЕЙ И НЕОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ

РУЗИЕВ УЛУГБЕК НЕМАТОВИЧ

**СОЗДАНИЕ ТВЕРДЫХ СПЛАВОВ СИСТЕМЫ WC-VC-Co
ПОВЫШЕННОЙ ИЗНОСОСТОЙКОСТИ**

02.00.11 – Коллоидная и мембранная химия

**05.02.01 – Материаловедение в машиностроении. Литейное производство.
Термическая обработка и обработка металлов давлением. Металлургия черных,
цветных и редких металлов**

**АВТОРЕФЕРАТ ДИССЕРТАЦИИ ДОКТОРА ФИЛОСОФИИ (PhD)
ПО ТЕХНИЧЕСКИМ НАУКАМ**

Ташкент – 2019

Фалсафа доктори (PhD) диссертацияси мавзуси Ўзбекистон Республикаси Вазирлар Маҳкамаси ҳузуридаги Олий аттестация комиссиясида В2019.4.PhD/Т633 рақам билан рўйхатга олинган.

Диссертация Умумий ва ноорганик кимё институтида бажарилган.

Диссертация автореферати уч тилда (ўзбек, рус, инглиз (резюме)) Илмий кенгаш веб-саҳифасида www.ionx.uz ва «Ziyounet» ахборот-таълим порталида (www.ziyounet.uz) жойлаштирилган.

Илмий раҳбар: **Гуро Виталий Павлович**
кимё фанлари доктори, профессор

Расмий оппонентлар: **Шарипов Хасан Турабович,**
кимё фанлари доктори, профессор

Ахмедов Равшан Каримович,
кимё фанлари номзоди

Етакчи ташкилот **М. Улуғбек номидаги Ўзбекистон миллий университети**

Диссертация ҳимояси Умумий ва ноорганик кимё институти ва Тошкент кимё-технология институти ҳузуридаги DSc 27.06.2017.К/Т.35.01 рақамли бир марталик Илмий кенгашнинг «28» декабрь 2019 йил соат 14⁰⁰ даги мажлисида бўлиб ўтади (Манзил: 100170, Тошкент шаҳри, Мирзо Улуғбек кўчаси, 77-а. Тел.: (99871) 262-56-60; факс: (99871) 262-79-90, e-mail: ionxanguz@mail.ru).

Диссертация билан Умумий ва ноорганик кимё институтининг Ахборот-ресурс марказида танишиш мумкин (8 - рақам билан рўйхатга олинган). (Манзил: 100170, Тошкент шаҳри, Мирзо-Улуғбек кўчаси, 77-а. Тел.: (99871) 262-56-60; факс: (99871) 262-79-90).

Диссертация автореферати 2019 йил «14» декабрь куни тарқатилди.
(2019 йил «14» декабрдаги 8 -рақамли тарқатиш баённомаси реестри).



Б. С. Закиров
Илмий даражалар берувчи бир марталик
илмий кенгаш раиси, к.ф.д., профессор

Д.С.Салиханова
Илмий даражалар берувчи бир марталик
илмий кенгаш котиби, т.ф.д., профессор

С.А.Абдурахимов
Илмий даражалар берувчи бир марталик
илмий кенгаш қошидаги Илмий семинар
раиси, т.ф.д., профессор

ВВЕДЕНИЕ (Аннотация диссертации на ученую степень PhD)

Актуальность и востребованность темы диссертации. В мире ведутся исследования по модификации твердых сплавов (ТС) из карбида вольфрама и кобальта (ВК), предназначенные для изготовления инструментов с режущими кромками, которые применяются в обработке камня, бетона и др. Они применяются в машиностроении, нефтегазовой и металлургической промышленности. Технология их производства включает: дробление, карбидизацию, восстановление водородом и прессование. Новый подход к ней - легирование твердых сплавов для формирования наноструктурного состояния, приобретает в последнее время важное значение.

На сегодняшний день в мировой практике для удовлетворения потребности в повышении износостойкости твердых сплавов и их производстве, улучшении качества продукции необходимо обосновать следующие научные решения, в частности: достижение высокой степени очистки местного сырьевого компонента твердых сплавов; установление причины пониженной износостойкости и пути к достижению повышенной износостойкости; сравнительное изучение физико-механических свойств местной и импортной продукции; определение взаимодействия элементов легирования с системой WC-Co, создание установки измерения сравнительных показателей износостойкости твердых сплавов, при абразивном воздействии на их поверхность.

В республике достигнуты определенные теоретические и практические результаты в области повышения качества твердосплавной продукции, износостойкости их, чистоты вольфрамового сырья и производства твердосплавной продукции. В Стратегии действий по дальнейшему развитию республики предусмотрен: «подъем промышленности путем перевода ее на качественно новый уровень, к дальнейшей интенсификации производства готовой продукции на базе глубокой переработки местных сырьевых ресурсов, освоению выпуска новых видов продукции и технологий»². В этой связи, научное исследование по разработке технологий твердосплавной продукции, из местного сырья, повышенной износостойкости и ресурса, является актуальным.

Данное диссертационное исследование, в определенной степени, служит выполнению задач, предусмотренных в Указах № УП-4947 от 7 февраля 2017 года «Стратегия действий по пяти приоритетным направлениям развития Республики Узбекистан в 2017-2021 годах», № ПП-3236 от 23 августа 2017 года «О программе развития химической промышленности на 2017-2021 годы» и в постановлениях №ПП-3280 от 15 сентября 2017 года «О мерах по дальнейшему совершенствованию системы управления АО «Алмалыкский ГМК», в Указе Президента Республики Узбекистан УП-4124 от 17 января 2019 года «О мерах по дальнейшему совершенствованию деятельности предприятий

² Указ Президента Республики Узбекистан «О стратегии действий по пяти приоритетным направлениям развития Республики Узбекистан в 2017-2021 годах»

горно-металлургической отрасли», а также в других нормативно-правовых документах, принятых в данной сфере.

Соответствие исследования приоритетным направлениям развития науки и технологии республики. Данное исследование выполнено в соответствии с приоритетным направлением развития науки и технологий в республике Узбекистан: VII. «Химические технологии и нанотехнологии».

Степень изученности проблемы. Основой порошковой металлургии твердых сплавов ВК является композит из зерен карбида вольфрама в матрице кобальта. Обращение к мировому опыту создания твердых сплавов (ТС) выявило пути повышения их износостойкости за счет: 1) нано-размерности структуры сплава; 2) легирования ванадием.

Литературный обзор показал, что исследованием по модификации твердых сплавов занимались зарубежные ученые: S. Namar-Thibault (Франция); J. Röttschke (Германия); A.S. Volokang (ЮАР), Lennart Bergstrom (Швеция); XiaoLiangShi (Китай) и др., а также аналогичные исследования проводились во Всесоюзном научно-исследовательском институте тугоплавких металлов и твердых сплавов (ВНИИТС, г. Москва) и Чирчикском филиале (ЧФ) ВНИИТС. Разработчик проекта Узбекского комбината тугоплавких и жаропрочных металлов (УзКТЖМ), в настоящее время - Научно-производственное объединение производства редких металлов и твердых сплавов (НПО ПРМиТС) АО «Алмалыкский ГМК» - бывший Государственный научно-исследовательский институт редкометаллической промышленности (ГИ-РЕДМЕТ).

В Узбекистане исследованиями по этой тематике занимались Хайдаров В.Х., Кальков А.А., Поляков Б.И., Пирматов Э.А., Асадов И.С., Шарипов Х.Т. и др. Однако, легированием ТС ванадием и рением никто не занимался.

Связь диссертационного исследования с планами научно-исследовательских работ научно-исследовательского учреждения, где выполнена диссертация. Диссертационное исследование выполнено в рамках плана научно-исследовательских работ Института общей и неорганической химии по гранту Т.3-18 ФПФИ по теме: «Теоретические основы создания твердых сплавов системы WC-Co нового поколения, повышенной износостойкости» 2018-19 гг, хозяйственному договору: «Технология переочистки и нано-структурирования сырья производства твердого сплава ВК-6» (2018-19 гг).

Целью исследования является разработка технологии модифицирования твердого сплава ВК-6 путем его легирования карбидом ванадия или рения, и переочистки сырья для нано-структурирования компонентов сплава.

Задачи исследования:

установить причины пониженной износостойкости твердого сплава системы WC-Co, типа ВК-6;

изучить влияние карбидов ванадия и рения в твердом сплаве типа ВК-6,

на структуру материала, его твердость и износостойкость;

изучить влияние чистоты сырьевого компонента твердого сплава типа ВК-6 – паравольфрамата аммония, на структуру материала;

модифицировать твердый сплав системы ВК путем переочистки сырья и легирования его карбидами ванадия (1-16%), рения (1-3%);

разработать технологию производства модифицированного ТС ВК-6;

создать установку измерения сравнительных показателей износостойкости твердых сплавов, при абразивном воздействии на их поверхность.

Объектом исследования являлись твердые сплавы WC-Co, компоненты, сырье производства и модифицирования НПО ПРМиТС АО «АГМК».

Предметом исследования являлись изучение закономерностей формирования зерен твердого сплава, на примере марки ВК-6, из сырьевых вольфрамо-кобальт-ванадиевых и вольфрамо-кобальт-рениевых смесей с заданными коллоидно-химическими свойствами, разработка способов модифицирования твердого сплава, создание технологии легирования его карбидами ванадия и рения для nano-структурирования и повышения износостойкости.

Методы исследования: атомно-абсорбционная спектроскопия, оптическая эмиссионная спектрометрия, рентгенография, рентгеноспектральный микроэлементный анализ, электронная микроскопия, дериватография, контроля коллоидно-химических и физико-механических свойств материалов.

Научная новизна исследования заключается в следующем:

выявлены предположительные причины пониженной износостойкости твердого сплава системы WC-Co, относительно аналогов;

модифицирован твердый сплав системы карбид вольфрама - кобальт, на примере сплава ВК-6, путем легирования его карбидами ванадия, в диапазоне концентраций 1-16%, рения в диапазоне концентраций 1-3%, получены системы WC-Co-VC, WC-Co-ReC;

установлено, что введение доли карбида ванадия в твердый сплав ВК-6, в диапазоне концентраций VC: 1-16% масс., способствует nano-структурированию сплава, повышает его твердость на 2%, повышает его износостойкость к абразиву на 33-90%.

доказано, что дополнительная очистка сырья изготовления карбида вольфрама для формирования твердого сплава типа ВК-6 – паравольфрамата аммония, способствует его nano-структурированию, тем самым способствуя повышению его износостойкости.

Практические результаты исследования заключаются в следующем:

разработан на основе исследований технологический регламент и схема производства модифицированного карбидом ванадия твердый сплав ВК-6;

разработан на основе исследований технологический регламент и схема производства модифицированного карбидом рения твердый сплав ВК-6;

создана на основе исследований технологическая схема производства модифицированного карбидом ванадия твердый сплав ВК-6, с дополнительной

предварительной очисткой вольфрамового сырья при его формовании;

создана установка измерения сравнительных показателей износостойкости твердых сплавов, при абразивном воздействии на их поверхность.

Достоверность результатов исследования. Подтверждается результатами, полученными при помощи химического (аналитическая химия) и физико-химического анализа, проводимого в процессе исследования в лабораторных условиях, и опытно-производственными испытаниями.

Научная и практическая значимость результатов исследования.

Научная значимость результатов исследования заключается в обосновании способов легирования твердых сплавов ванадием на основе физико-химических (микроструктуры сплава) и физико-механических (твердости и износостойкости) характеристик полученных образцов, предложены технологические схемы получения твердых сплавов нового поколения, системы WC-VC-Co, повышенной износостойкости.

Практическая значимость результатов исследования заключается в создании технологии легирования и нано-структурирования сырья порошковой металлургии, на примере легированного ванадием твердого сплава типа ВК-6 повышенной износостойкости, а также в использовании результатов опытно-промышленного испытания технологии в качестве учебной методики в соответствующем учебном процессе.

Внедрение результатов исследования. На основе полученных научных результатов по переочистке сырья и легированию VC и ReC TC ВК-6:

на IX Республиканской ярмарке инновационных идей, технологии и проектов заключен договор с АО «Алмалыкский ГМК» (регистрирован № 1956 от 13.05.2016 г.) «Технология переочистки и нано-структурирования сырья производства твердого сплава ВК-6». В результате выявлена возможность модификации твердых сплавов и повышения их износостойкости;

внедрена технология легирования ванадием твердого сплава ВК-6 (справка АО «Алмалыкский горно-металлургический комбинат» №71-2000 от 20 ноября 2019 года). В результате создана возможность увеличить твердость изделий на 3%, а износостойкость твердого сплава ВК-6 - на 33-50 %;

внедрена технология легирования рением твердого сплава ВК-6 (справка АО «Алмалыкский горно-металлургический комбинат» №71-2000 от 20 ноября 2019 года). В результате создана возможность увеличить твердость WC-Co системы в сравнении с ВК-6 примерно на 3%, а износостойкость твердого сплава ВК-6 - на 35 %;

внедрена технология дополнительной очистки перекристаллизацией вольфрамового сырья системы WC-ReC-Co в АО «Алмалыкский ГМК» (справка АО «Алмалыкский горно-металлургический комбинат» №71-2000 от 20 ноября 2019 года). В результате создана возможность увеличить твердость WC-Co системы, в сравнении с ВК-6, примерно на 3%, а износостойкость твердого сплава ВК-6 - на 65,3 %;

Апробация результатов исследования. Основные положения данного исследования обсуждены на 8 международных и 1 республиканской научно-практических конференциях.

Опубликованность результатов исследования. По материалам диссертации опубликовано всего 14 научных работ. Из них 5 научных статей, в том числе 3 в республиканских и 2 - в зарубежных журналах, рекомендованных Высшей аттестационной комиссией Республики Узбекистан для публикации основных научных результатов диссертаций.

Структура и объем диссертации. Диссертационная работа состоит из введения, 3-х экспериментальных глав, заключения, списка использованной литературы и приложений. Объем диссертационной работы - 104 стр.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

Во введении обосновывается актуальность и востребованность проведенного исследования, его цель и задачи, характеризуются объект и предмет исследования, показано соответствие исследования приоритетным направлениям развития науки и технологий республики, излагаются научная новизна и практические результаты исследования, раскрываются научная и практическая значимость полученных результатов, даются сведения об внедрении в практику результатов исследования.

В первой главе диссертации под названием «**Аналитический обзор способов модификации твердых сплавов на основе карбида вольфрама**» приведена ретроспектива теоретических и практических подходов к решению проблемы создания твердосплавных изделий в составе различных видов инструмента повышенной износостойкости. Рассмотрены пути очистки вольфрамового сырья синтеза WC - паравольфрамата аммония, а также ультрамикро-структурирования твердых сплавов вольфрам-кобальтовой группы, способствующие решению указанной проблемы. Приведен обзор публикаций зарубежных и отечественных авторов, патентной литературы по теме исследования. Из их критического анализа намечены цель и задачи работы.

Вторая глава по теме «**Компоненты производства твердых сплавов и физико-химические методы их исследования**» описывает:

Объект исследования – образцы твердого сплава ВК-6, легированные ванадием и/или рением образцы модифицированного сплава ВК-6, сырье производства твердого сплава ВК: паравольфрамат аммония (ПВА), кобальта нитрат, ванадия пятиоксид, ванадия нитрат, вспомогательные материалы.

Предмет исследования: технологический процесс в области порошковой металлургии – производства компонентов твердого сплава типа ВК-6, а также его модификаций, в НПО ПРМиТС АО «Алмалыкский ГМК». Подготовлено оборудование для разработки и испытания технологии модифицирования твердого сплава типа ВК-6 путем легирования карбидами ванадия, рения и переочистки сырья и компонентов сплава. Изготовлены образцы стандартных

и модифицированных сплавов для контроля состава, структуры, дисперсности смесей физико-механических свойств, в том числе, твердости и износостойкости. Из инструментальных методов контроля материалов использовали рентгеновский дифрактометр XRD Empyrean (PANalytical), с рентгенофлуоресцентным зондом определения структуры по имеющейся базе данных, анализа элементного и фазового состава, сканирующий электронный микроскоп с энергодисперсионной системой зондового элементного микроанализа: SEM-EDS, марки EVO-MA (Carl Zeiss, Oxford Instrum с разрешением 3 нм) с W-источником электронов, с диапазоном увеличения 10-60000 крат; масс-спектрометрический эмиссионный анализатор Aligent 7500 ICP-MS.

В Главе 3 «Модифицированный ванадием и рением твердый сплав ВК-6, технология его получения» изложены теоретические основы и результаты этапа исследования. *Задачей первого этапа* исследования стал подбор лигатуры, повышающей износ твердого сплава ВК-6, изготовление установки испытания на износ; измерение твердости и износостойкости образцов. Было известно, что легирование карбидом ванадия (VC) - «ингибитором роста зерна» приводит к регулированию минимального размера зерна, положительно влияющего на его износостойкость.

Исходя из этих сведений, было предложено использовать VC в качестве частичного заменителя WC в сплаве ВК-6 НПО ПРМиТС АО «Алмалыкский ГМК», где выполнены операции: - изготовлены 4 образца: 2 - серийных, 2 – серийных легированных 1% VC; - изготовлена лабораторная установка испытания на износостойкость; - выполнены испытания на износостойкость. В результате, выявлено, что легирование 1% VC существующего твердого сплава ВК-6 повышает износостойкость в первом цикле - на 16,75%; во втором - на 29,56% (табл. 1).

Таблица 1 - Износостойкость WC-Co и WC-VC-Co образцов: (№1-без V, №2-с V) – 2 кг нагрузка, время абразивного контакта 90 мин

Показатель образцов	Исх. масса	После испытание	Потеря массы, г
№1 - без V	21,6930	21,5211	0,1719
№2 - с V	19,2564	19,1133	0,1431
Разница в потере массы, г			0,0288
Разница в износе, %	$(0,0288/0,1719) \cdot 100 =$		16,75%
№1 - без V	41,0316	40,9484	0,0883
№2 - с V	34,5264	34,4642	0,0622
Разница в потере массы, г			0,0261
Разница в износе, %	$(0,0261/0,0883) \cdot 100 =$		29,56%

Из серий SEM и дифрактограмм образцов сплавов ВК-6 (рис. 1 и 2), не легированного VC (№1) и легированного им (№2) следует, что добавка VC – 1% масс., уменьшает и стабилизирует размер зерна сплава – наблюдается на-но-структурирование материала, что приводит к росту износостойкости и

твердости. Они оказались выше обычного микро-размерного (500 мкм) WC-Co сплава с тем же содержанием Co (образец №2); выполнен локальный контроль их поверхности (табл. 2, 3), со снятием спектра (рис.3).

Выполнены измерения твердости образцов твердых сплавов ВК-6, по Роквеллу. У нелегированных VC образцов (№1) HRA = 88,5; у легированных 1% VC (№2) HRA = 88,7: введение 1% VC повышает твердость сплава.

Показано, что плотность образованного WC-VC-Co материала несколько ниже WC-Co материала с тем же содержанием кобальта. Плотность VC, WC = 5,57 и 15.6 g·cm⁻³, соответственно, микротвердость фаз V₈C₇ и WC равна 2900 и 2000 HV (по Виккерсу), соответственно. Плотность новых марок (W,V)C сплавов: 11-12 g·cm⁻³. Повышенная плотность обеспечивает существенное уменьшение износа в применении изделий из него.

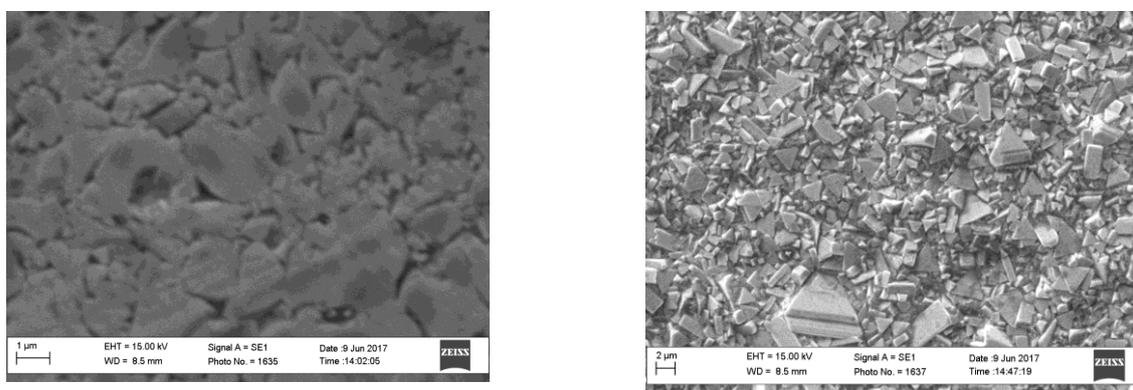


Рис. 1. SEM образцов твердых сплавов: №1 (без V, слева), № 2 (с V, справа)

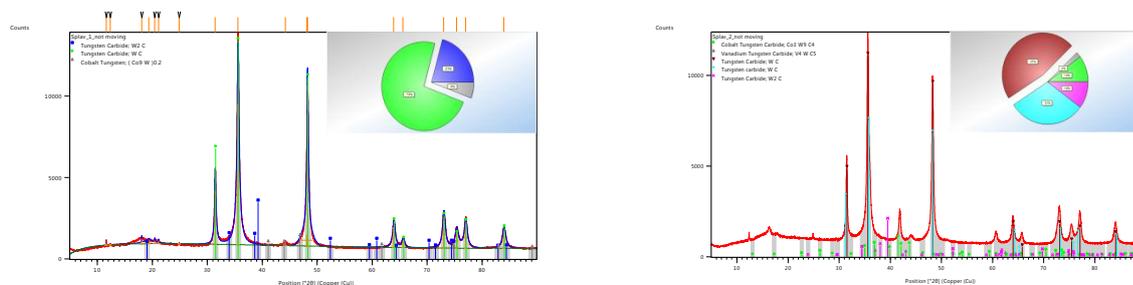


Рис. 2. Дифрактограммы образцов №1 (без V, слева), № 2 (с V, справа)

Таблица 2. Зондовый элементный анализ поверхности образца №1

Элемент	Тип линии, серия	Условная концентрация	Отношение k	Масс. %	Сигма масс.%	Эталон	Представленный эталон
C	K	0.02	0.00015	8.08	0.32	C Vit	Да
O	K	0.09	0.00030	10.15	0.22	SiO ₂	Да
Na	K	0.00	0.00002	0.53	0.08	Albite	Да
Al	K	0.02	0.00014	2.65	0.08	Al ₂ O ₃	Да
Co	K	0.19	0.00190	24.21	0.34	Co	Да
W	M	0.30	0.00301	54.38	0.39	W	Да
Сумма				100.00			

Таблица 3. Зондовый элементный анализ поверхности образца №2 (с V)

Элемент	Тип линии, серия	Условная конц-ция	Отношение k	Вес.%	Сигма вес.%	Название эталона	Представленный эталон
C	K	0.05	0.00047	9.85	0.33	C Vit	Да
O	K	0.11	0.00037	6.67	0.23	SiO ₂	Да
Al	K	0.05	0.00034	2.10	0.07	Al ₂ O ₃	Да
V	K	0.00	0.00003	0.18	0.11	V	Да
Co	K	0.15	0.00145	7.83	0.28	Co	Да
W	M	1.09	0.01091	73.37	0.42	W	Да
Сумма:				100.00			

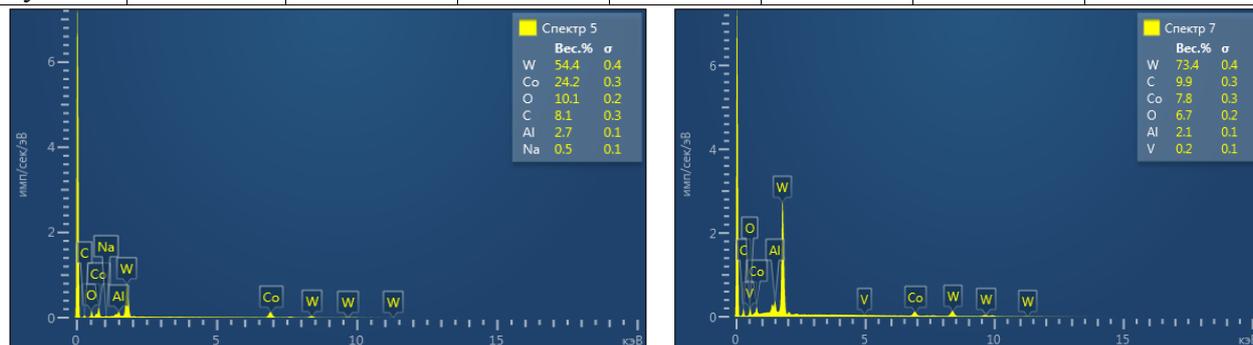


Рис. 3. Спектр поверхности образцов №1 (без VC), №2 (с 1% VC, справа)

Следующим этапом работы стала разработка параметров очистки сырья производства твердого сплава ВК-6, согласно ТИ 12310-4-27-2013 - вольфрамового ангидрида марки ВАПЧ. Дисперсность WO₃, согласно Kst 00193944-005-2012, и получаемого из него вольфрама определяют по величине адсорбции паров метанола: она должна быть от 1,8 мг/г (для марки ВАПЧ) (табл. 4).

Таблица 4. - Удельная поверхность образцов WO₃, определенная методом адсорбции паров метанола

№	Способ и режим измельчения	Адсорбции паров метанола, мг/г
1	Вольфрамовая кислоты H ₂ WO ₄ (прокалена при t° 400 °C)	1,1
2	Сухой размол, восстановление H ₂	1,3
3	С примесями: Fe, Mo, V, Al	1,5
4	Восстановление WO ₃ углеродом	1,8
5	Размол WC (мокрый)	1,9

С учетом требований к чистоте сырья синтеза твердого сплава ВК-6, уделено внимание регулированию коллоидно-химических процессов осаждения и сгущения гидрометаллургических пульп H₂WO₄, в присутствии флокулянтов. Традиционный ПАВ-флокулянт ПАА не полно отделяет твердую фазу на фильтр-прессах из-за дисперсности H₂WO₄, мм: 0,124 – 1%; 0,351 -10,5%;

0,295 – 83%; 0,831 - 5,5%. Унос фильтратом дисперсий 0,124 мм достигает 1%. Задачей этапа стал подбор альтернативного ПАА и более эффективного флокулянта из ряда: Na-КМЦ, Н-КМЦ, Карбопан (табл. 5).

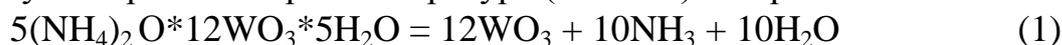
Таблица 5. - Зависимость извлечения H_2WO_4 из растворов от концентрации флокулянтов: 1 ПАА, 2 Na-КМЦ, 3 Н-КМЦ, 4 Карбопан.

ПАВ	Извлечение H_2WO_4 , %, при концентрации ПАВ, %			
	0,025	0,05	0,10	0,125
ПАА	93,7	96,1	97,6	97,8
Na-КМЦ	91,7	95,8	96,7	96,8
Н-КМЦ	94,0	96,6	99,5	99,9
Карбопан	93,8	96,2	97,9	99,5

Как следует из таблицы 5, лучшим флокулянтом проявил себя Н-КМЦ в диапазоне: 0,100-0,125%. По-видимому, эффективность осаждения им частиц сочетается с ионной флокуляцией. Установлено, что при прочих равных условиях, его время полного извлечения H_2WO_4 минимально: 40 сек. H_2WO_4 затем растворяют в аммиаке, получая паравольфрамат аммония (ПВА).

Разработана технология сплавов WC-VC-Co, WC-ReC-Co

Получение карбида вольфрама. Сначала получают вольфрамовый ангидрид путем прокалики при температуре (600-650) °С кристаллов ПВА:



Прошедший через сито (№ 28) порошок WO_3 собирают в контейнер.

Получение металлического вольфрамового порошка. Восстановление WO_3 водородом в электрической печи. Суммарная реакция процессов:



Процесс восстановления осуществляют в электропечи ТСН-1,6 путем продвижки лодочек с WO_3 к высокотемпературной зоне. Водород подают в направлении, противоположном движению материала (табл. 6):

Таблица 6. - Расход водорода при восстановлении WO_3

Тип печи	Загрузка, порошка в лодочку, г/лод, не менее	Способ восстановления	Расход водорода на муфель $m^3/ч$	Прод Вижка, мин/л	Температура по зонам °С				
					800-900	850-950	850-950	850-950	700-850
ТСН-1,6	1500-2200	Прямое	8....12	20-30	800-900	850-950	850-950	850-950	700-850

Получение карбида вольфрама осуществляют взаимодействием порошка металлического вольфрама с углеродом (сажей) в атмосфере водорода:





Для получения карбида вольфрама приготавливают шихту из порошка вольфрама и сажи из мельницы сухого размола, согласно режиму (табл. 7):

Таблица 7. – Скорость вращения шаровой мельницы, размол W и сажи

Наименование оборудования	Загрузка, кг		Размалывающие тела		Продолжительность, час	Скорость вращения, об/мин
	W	Сажа	Ø, мм	Масса, кг		
Мельница 380 л	200	13	15-35	250-300	2	33-40

Карбидизацию вольфрама проводят в печах с графитовой трубой при продвижке графитовых лодочек диаметром 80 мм длиной 500 мм (табл. 8):



Таблица 8. – Режимы карбидизации шихты

Оборудование	Температура, °С	Продвижка, мм/мин	Ток, кА	Напряжение, В	Расход Водорода, м ³
Электропечь сопротивления с графитовой трубой	1400-1600	10-12	7,8-8,5	12,5-15,5	1,0-1,5

Измельчают карбид вольфрама до порошка (табл. 9):

Таблица 9. – Режимы размола карбида вольфрама

Оборудование	Размалывающие тела		Скорость вращения, об/мин	Масса загрузки, кг	Продолжительность размола, час
	Ø, мм	Масса, кг			
Мельница, 380 л	15-35	250-300	33-40	200-210	2

Таблица 10. – Шихтовка смеси (WC + Co 6) с карбидом ванадия

Наименование сплава	Основные компоненты в смеси порошков, %, не более		
	Карбид вольфрама	Карбид ванадия	кобальт
WC + Co 6 VC 2	92	2	6
WC + Co 6 VC 4	90	4	6
WC + Co 6 VC 8	86	8	6

Приготовление смесей для твердых сплавов WC + Co + VC

Получают шихту из карбидов и связующего металла, в соотношении, отвечающем данной марке сплава. Процесс состоит из операций: -мокрый размол; - сушка и просев смесей. Разрушение конгломератов и дробление зерна карбидов, измельчение частиц кобальта и смешивание частиц карбидов и кобальта в жидкой среде в мельнице. Для приготовления WC + Co + VC смесей составляют шихту под требуемую марку смеси из расчета (табл.10).

В мельницу мокрого размола вносят шихту и заливают спирт (35-40% от объема шихты), включают мешалку, размол ведут по режиму (табл. 11):

Таблица 11. – Режим размола шихты WC-Co 6 с VC

Оборудование	Скорость вращения мельница об/мин	Продолжительность размола, час
Мельница	33-38	48-52

Пульпу после мокрого размола переливают в дистиллятор и сушат, пары спирта конденсируют в холодильнике. Охлаждение смеси проводят водой поступающей в рубашку дистиллятора после отключения пара. Просев смеси проводят для отделения механических примесей, разрыхления и усреднения. В смесь вводят раствор синтетического каучука в бензине для улучшения ее текучести, увеличения прочности спрессованных изделий за счет пластификатора. После замешивания смесь сушат в течении 45 мин, просеивают, гранулируют методом окатывания в цилиндрическом грануляторе (табл. 12).

Таблица 12. – Время гранулирования и число оборотов гранулятора

Оборудование	Время грануляции, мин	Число оборотов, об/мин
Гранулятор. 20 л	20-30	30-32

Изготавливают изделия в пресс-форме под давлением прессом на пуансон. Упрочняют изделия и частично удаляют пластификатор нагревом в сушильной ленточной электропечи. Режим – согласно табл. 13.

Таблица 13. – Температура по зонам сушки

Масса изделий, г	Температура по зонам °С		Продвижка, мм/мин
	I зона	II зона	
1-30	120-130	140-150	30-40

Термически обрабатывают изделия для упрочнения, превращая их в компактные изделия. Для предохранения их от спекания друг с другом, последние укладывают в лодочки, засыпая корсаком или графитовой крупкой. Спекание проводят в 3-х зонных электропечах в атмосфере водорода (табл. 14).

Разработана схема и технологический регламент процесса легирования.

Таблица 14. – Температура по зонам спекания сплава

Марка из- деля	Температура по зонам °С			Продвижка, мм/мин	Расход во- дорода, М ³
	1	2	3		
WC+VC+Co	290-320	650-700	1400-1420	8,5-9	3-4

Опытно-промышленные испытания сплавов WC-VC-Co, WC-ReC-Co

Испытания образцов в АО «Алмалыкский ГМК». По разработанной технологии изготовлены образцы легированного VC твердого сплава ВК-6, проведено их испытание (табл. 15) в АО «Алмалыкский ГМК» 21 апреля 2019 г.

Задача этапа исследовани - изучение влияния присадки карбида ванадия (0-12%) на физико-механические свойства и структуру модифицированного твердого сплава типа ВК-6. Показано, что увеличение доли VC с 1 до 12% незначительно повышает твердость: на 3%, и значительно повышает износостойкость: на 33-50%, относительно немодифицированного ВК-6 сплава.

Из дифрактограмм и снимков поверхности образцов (табл. 1-3, рис. 1-3) следует, что добавка карбида ванадия, начиная с 1% масс., уменьшает и стабилизирует размер зерна образцов: наблюдается их наноструктурирование, что приводит к росту износостойкости - на 33-50% и твердости – на 3%, по сравнению со сплавом ВК-6 с равным содержанием кобальта.

Таблица 15. - Образцы твердого сплава ВК-6, легированные VC: 0-12%

№ образ- ца	Состав образца твердого сплава, % масс (исходный состав ВК-6)		
	WC	Co	VC
0	94	6	0
1	93	6	1
2	91	6	3
3	89	6	5
4	87	6	7
5	85	6	9
6	83	6	11
7	82	6	12

Второе опытно-промышленное испытание образцов легированного ванадием твердого сплава ВК-6 проведено в Научно-производственном объединении производства редких металлов и твердых сплавов АО «Алмалыкский ГМК» от 17 июня 2019 г.

Задачей этапа исследования стало повторное получение (согласно рекомендации Акта №1 от 21.04.2019) и сравнительное испытание образцов твердого сплава ВК-6, легированных ванадием, рением, изготовленных из сырья разной степени очистки.

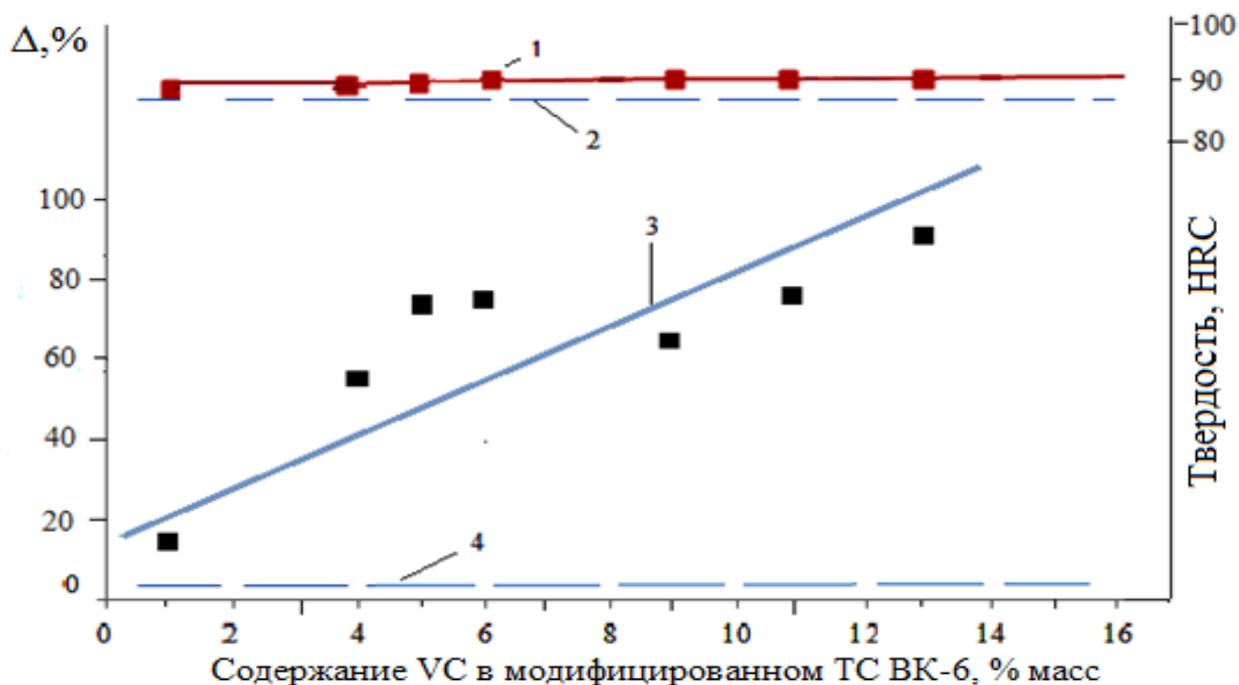


Рис. 4. Твердость по Роквеллу (HRC) и относительная износостойкость (Δ) образцов задания №1. Обозначение: 1 – твердость модифицированного ТС ВК-6 в диапазоне концентраций 1,0-16,0%; VC; 2 – твердость немодифицированного ВК-6; 3 - Δ модифицированного ТС ВК-6 в диапазоне концентраций 1,0-16,0%; 4 - Δ немодифицированного ТС ВК-6.

Образцы подвергнуты сравнительному испытанию на твердость по Роквеллу, износостойкость, рентгеноструктурному исследованию.

Таблица 16.- Результат физико-механических испытаний образцов из модифицированного ТС ВК-6

№ образца	Опытные образцы, состав, % масс			Твердость, HRC	Относительная износостойкость (Δ), %
	WC	Co	Re		
Образцы по заданию №2					
19	93	6	1	89,4	33,33
20	89	6	5	89,0	38,46
21	94	6	0	88,5	
22	94	6	0	88,5	
Образцы по заданию №3					
23	89	6	5	89,1	57
24	94	6	0	88,7	
25	89	6	5	89,3	0
26	94	6	0	88,9	
27	89	6	5	89,7	65,3
28	94	6	0	89,3	

Регламент испытания предусматривал выполнение 3-х заданий: 1 – легирование ванадием; 2 – легирование рением; 3 – использование W-сырья повышенной степени очистки. Образцы испытаны относительно ТС ВК-6.

По заданию 1 изготовлены и испытаны на твердость и износ WC-VC-Co образцы (рис. 4). По заданию 2 изготовлены и испытаны на твердость и износ WC-ReC-Co образцы (табл. 16). По заданию 3 изготовлены и испытаны на твердость и износ образцы «ВК-6-модифицированный 5% рения с дополнительной очисткой» (табл. 16 и 17).

Исходным сырьем их производства служили образцы: WO₃ -0, WO₃ -1, WO₃ -2, WO₃ -3, полученные прокалкой при температуре 650-700° С исходных порошков, соответственно: ПВА-0, ПВА-1, ПВА-2, ПВА-3.

Таблица 17. - Результаты контроля чистоты полуфабрикатов задания №3

№ проб	Полуфабрикат	Концентрация примеси, %							
		Fe	Al	Si	Ca	Mg	Mo	As	Ni
120/1	WO ₃	0,009	0,001	0,01	0,04	0,04	0,25	0,002	0,002
121/2	WO ₃	0,0005	след	0,0018	0,003	0,002	0,045	след	след
122/3	WO ₃	след	след	0,001	0,001	0,0009	0,01	след	след
123/4	WO ₃	след	след	след	след	след	0,005	след	след
1	W	0,008	0,001	0,016	0,05	0,035	0,35	0,002	0,002
2	W	0,002	-	0,002	0,004	0,002	0,05	-	-
3	W	0,001	-	0,001	0,002	0,001	0,012	-	-
4	W	-	-	-	-	-	0,005	-	-

Далее, в токе водорода образцы WO₃ -0, WO₃ -1, WO₃ -2, WO₃ -3 восстановлены до порошков вольфрама металлического: W-0, W-1, W-2, W-3. Полуфабрикаты WO₃ - 0, WO₃ - 1, WO₃ - 2, WO₃ -3; W-0, W-1, W-2, W-3 проанализированы (табл. 17).

Образцы на основе сырья повышенной степени очистки изготовлены следующим образом. Изготовлено 4 пробы порошка вольфрама металлического из паравольфрамата аммония – продукта гидрометаллургического цеха полуфабрикатов вольфрама НПО ПРМиТС), по схеме переочистки:

1) ПВА-0: растворение ПВА-0 в азотной кислоте до получения вольфрамовой кислоты; фильтрация; промывка вольфрамовой кислоты до нейтрального значения pH; фильтрация; растворение вольфрамовой кислоты в аммиачной воде; упарка раствора вольфрамата аммония; выделение кристаллов паравольфрамата аммония;

2) ПВА-1 - переочисткой ПВА-0;

3) ПВА-2 - переочисткой ПВА-1;

4) ПВА-3 - переочисткой ПВА-2;

В итоге, констатировано следующее:

Модифицированные ванадием твердые сплавы WC-VC-Co (в диапазоне

концентрации карбида ванадия: от 1,0 до 16,0% масс.), на примере сплава ВК-6, оказались, соответственно с ростом доли лигатуры, на $\approx 3\%$ более твердыми и до 90% более стойкими к износу, по сравнению со сплавом ВК-6 системы WC-Co, с равным содержанием кобальта.

Модифицированные рением твердые сплавы WC-ReC-Co (в диапазоне концентрации карбида рения: от 1 до 5% масс.), на примере сплава ВК-6, оказались, соответственно с ростом доли лигатуры, на $\approx 3\%$ более твердыми и на 35% более стойкими к износу, по сравнению со сплавом ВК-6 системы WC-Co, с равным содержанием кобальта (табл. 17).

Дополнительная очистка перекристаллизацией W-сырья ТС WC-ReC-Co (при фиксированной концентрации карбида рения 5% масс.), по сравнению со сплавами: «ВК-6» и «ВК-6 модифицированный 5% рения без дополнительной очистки», привела к росту сопротивления износу: с 38,5% (сплав «ВК-6 модифицированный 5% рения»), до 57,0% (однократная) и 65,3% (трехкратная очистка) сплава «ВК-6 модифицированный 5% рения с дополнительной очисткой», все – относительно немодифицированного твердого сплава ВК-6.

Испытания образцов в ГП «Навоийский ГМК»

Третье опытно-промышленное испытание легированного ванадием твердого сплава ВК-6 проведено в Государственном Предприятии «Навоийский ГМК», на этот раз не образцов, а опытной партии токарно-станочного инструмента – резцов с наплавкой из твердого сплава ВК-6, изготовленной Научно-производственным объединением производства редких металлов и твердых сплавов АО «Алмалыкский ГМК» по существующей и новой технологии, предусматривающей модифицирование сплава лигатурой карбида ванадия, с дополнительной предварительной очисткой вольфрамового сырья, от 29 августа 2019 г.

Задачей этапа исследования стала реализация мероприятий:

- в НПО ПРМиТС АО «Алмалыкский ГМК» по разовому регламенту, на существующем оборудовании, изготовлены, в соответствии со служебной запиской ИОНХ АН РУз (исх. № 1-10/8-84 от 22.01.2018), образцы твердого сплава ВК-6 и его модификаций, установленные наплавкой на стандартные токарные резцы, в количестве: опытных образцов инструмента – 12 штук, серийных – 12 штук; причем опытные образцы отличались от серийных лишь введением в их состав 3% масс. лигатуры – карбида ванадия; там же контрольные 24 образца твердого сплава систем: WC-Co (12 штук) WC-VС-Co с 3% масс карбида ванадия (12 штук) испытаны на твердость и износ;

- указанные образцы, 24 штуки, переданы на сравнительные опытно-промышленные испытания в подразделение Государственного Предприятия «Навоийский ГМК» - ПО «Навоийский машиностроительный завод», где они эксплуатировались, в одинаковых условиях серийной производственной нагрузки в течение 4-х месяцев; после чего им была дана сравнительная оценка

износостойкости, на основании чего составлен акт №3.

Достигнутый результат:

В НПО ПРМиТС изготовлены и испытаны на твердость и износ контрольные 24 образца твердого сплава систем: WC-Co (12 штук) WC-VC-Co с 3% масс карбида ванадия (12 штук), по технологии производства твердого сплава ВК-6. Модифицированные ванадием образцы твердого сплава ВК-6 с VC - 3% масс., оказались на \approx 3% более твердыми и до 60-80% более стойкими к износу, по сравнению с образцами серийного сплава ВК-6, с равным содержанием кобальта.

В ПО «Навоийский машиностроительный завод» 24 образца инструмента эксплуатировались в одинаковых условиях серийной производственной нагрузки в течение 4-х месяцев; после чего им дана сравнительная оценка износостойкости (по изменению массы и эксплуатационных характеристик): установлено, что наплавки на токарные резцы из сплава ВК-6 с VC 3% масс., оказались на 30-35% более стойкими к износу, по сравнению с образцами серийного сплава ВК-6, с равным содержанием кобальта.

Расчет технико-экономических показателей новых сплавов

Расчет экономического эффекта от внедрения твердого сплава ВК-6, модифицированного 3% карбидом ванадия, с предварительной очисткой вольфрамового сырья, строится на основе результата опытно-промышленного испытания в ГП «Навоийский ГМК» опытной партии токарно-станочного инструмента – резцов с наплавкой из твердого сплава ВК-6, а именно: увеличения ресурса его работы на 30-35% (Акт №3 НГМК-ИОНХ от 29 августа 2019). Кроме того, для расчета использована справка НПО ПРМиТС о себестоимости сплава ВК-6, модифицированного карбидом ванадия (табл. 18).

Таблица 18. – Повышение стоимости твердого сплава ВК-6, модифицированного ванадием, относительно серийного твердого сплава ВК-6.

Наименование твердого сплава	Себестоимость твер сплава, сум	Сравнительная разница к сплаву ВК-6, сум
Твердый сплав марки ВК6	420 244	0
Твердый сплав с VC1%	421 530	1 286
Твердый сплав с VC3%	424 089	3 845
Твердый сплав с VC4%	425 416	5 172
Твердый сплав с VC5%	426 677	6 433
Твердый сплав с VC6%	427 949	7 705
Твердый сплав с VC7%	429 236	8 992
Твердый сплав с VC9%	431 809	11 565
Твердый сплав с VC11%	434 382	14 138
Твердый сплав с VC13%	436 955	16 711

Взяв за основу средний показатель увеличения ресурса – 33,3%, имеем:
- ранее существовавшие затраты потребителя на закупку 1000 единиц инструмента из ВК-6, при средней стоимости 67 000 сум/единицу:

$$1000 \times 67000 = 67000000 \text{ сум};$$

- при замене ВК-6 на модифицированный 3% VC сплав ВК-6, с себестоимостью 70 845 сум, потребностью на 33,3% меньшей, т.е. не 1000 единиц, а 667 единиц, без снижения общего ресурса набора инструментов, имеем затраты: $667 \times 70845 = 47253615$

Экономический эффект (Э.Э.) от замены 1000 ед инструмента на 667:

$$\text{Э.Э.} = 67000000 - 47253615 = 19\,746\,385 \text{ сум.}$$

Точные расчеты будут представлены при эксплуатации промышленной партии изделий из модифицированного VC твердого сплава ВК-6.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

По результатам выполненного исследования можно сделать следующие выводы, внести научно-практические предложения и рекомендации:

1. Разработана и рекомендована к производству технология модифицирования твердого сплава ВК-6 путем его легирования карбидом ванадия, рения и переочистки сырья для нано-структурирования компонентов сплава; созданы соответствующие технологическая схема и технологический регламент процессов микролегирования твердого сплава ВК-6 ванадием и рением, переочистки его сырья.

2. Полученные по новой технологии образцы твердого сплава систем WC-VC-Co, WC-ReC-Co подвергнуты испытанию на износостойкость и твердость, сравнительно с образцами серийного сплава ВК-6, причем образцы этих групп отличались лишь модифицированием ингибиторами роста зерна (ванадием и рением) и дополнительной очисткой сырья, пошедшего на его производство – первая из них продемонстрировала лучший результат, выявив основную причину пониженной износостойкости сплава ВК-6, вызванную особенностями его структуры и примесными включениями.

3. Модифицированный твердый сплав системы WC-Co путем легирования его VC и ReC, в сравнении со сплавом ВК-6 системы WC-Co, с равным содержанием кобальта, при сравнительных испытаниях на твердость и износ в АО «АГМК», получены следующие результаты:

модифицированные твердые сплавы WC-VC-Co (в диапазоне концентрации VC от 1,0 до 16,0% масс.), оказались, по мере роста доли лигатуры, на $\approx 3\%$ более твердыми и на 90% более стойкими к износу;

модифицированные твердые сплавы WC-ReC-Co (в диапазоне концентрации ReC от 1 до 5% масс.), оказались, по мере роста доли лигатуры, на $\approx 3\%$ более твердыми и на 38,5% более стойкими к износу;

дополнительная очистка W-сырья твердого сплава WC-ReC-Co (с концентрацией ReC 5% масс.), по сравнению со сплавами: «ВК-6» и «ВК-6 мо-

дифицированный 5% рения без дополнительной очистки», привела к росту сопротивления износу: с 38,5% (сплав «ВК-6 модифицированный 5% рения»), до 57,0% (однократная) и 65,3% (трехкратная очистка) сплава «ВК-6 модифицированный 5% рения с дополнительной очисткой».

4. Проведенные в ГП «Навоийский ГМК» опытно-промышленные испытания изделий - наплавов на токарные резцы из сплава ВК-6 с VC 3% масс., выявили, что они оказались на 30-35% более стойкими к износу, чем образцы из серийного сплава ВК-6, с равным содержанием кобальта; это означает увеличение ресурса работы инструмента на 30-35%.

5. Признано целесообразным, по итогам сравнительных опытно-промышленных испытаний образцов и изделий из модифицированных карбидами ванадия и рения твердых сплавов системы карбид вольфрама – кобальт, рекомендовать технологию легирования и дополнительной очистки вольфрамового сырья к внедрению в НПО ПРМиТС АО «Алмалыкский ГМК».

**SCIENTIFIC COUNCIL AWARDING SCIENTIFIC DEGREES
DSc 27.06.2017.K/T.35.01 AT INSTITUTE OF
GENERAL AND INORGANIC CHEMISTRY AND TASHKENT CHEMI-
CAL-TEKNOLOGICAL INSTITUTE**

INSTITUTE OF GENERAL AND INORGANIC CHEMISTRY

RUZIEV ULUGBEK NEMATOVICH

**CREATION OF HARD METALS OF THE WC-VC-Co SYSTEM OF
INCREASED WEAR RESISTANCE**

02.00.11 - Colloidal and membrane chemistry

05.02.01 –Materials science in mechanical engineering. Foundry.

**Heat treatment and treatment of metals by pressure. Metallurgy of ferrous, non-ferrous
and rare metals**

**DISSERTATION ABSTRACT FOR THE DOCTOR OF PHILOSOPHY (PhD)
TECHNICAL SCIENCES**

TASHKENT – 2019

INTRODUCTION (abstract of PhD thesis)

The aim of the research work is development of technology for the modification of VK-6 hard alloy (HA) by alloying it with vanadium and/or rhenium carbide and refining raw materials for nano-structuring of alloy components.

The object of the research work is WC-Co system hard alloys, components, raw materials for their production and modification at AGMK JSC.

The scientific novelty of dissertational research consists in the following:

it is revealed that hypothesized reasons for the reduced wear resistance of the WC-Co system's HA relative to analogues have been identified;

it is established the modification of tungsten carbide–cobalt system HA for example, VK-6 alloy, by alloying it with carbides of vanadium (1-16%), rhenium (1-3%), as a result, the WC-Co-VC systems are obtained, as well as WC-Co-ReC;

it is found that the introduction of the share of vanadium carbide in the VK-6 HA, in the concentration range VC: 1-16% wt., promotes its nanostructuring, increases its hardness by 2%, increases its abrasion resistance by 33-90 %;

it is revealed that additional purification of raw material for the manufacture of tungsten carbide for forming a VK-6 HA - ammonium paratungstate, contributes to its nano-structuring, thereby contributing to an increase in its wear resistance.

Implementation of the research results.

Based on the obtained scientific results on VK-6 HA modification:

Agreement No.71-264/16 dated May 13, 2016 between JSC AGMK and IGIC AN RUZ was executed on the topic: “Technology of refining and nano-structuring of raw materials for the production of HA VK-6”;

the vanadium alloying technology was successfully tested at Almalyk MMC JSC: the hardness of products is raised by 3%, the wear resistance - by 33-50% (certificate of Almalyk MMC JSC No. 1 dated April 21, 2019);

the purification of ammonium paratungstate was successfully tested and introduced into the practice of NPO Almalyk MMC JSC; As a result, WC-VC-Co alloys (1.0–16.0% wt.) turned out to be \approx 3% harder and up to 90% more resistant to wear; and Re-modified hard alloys WC-ReC-Co (ReC 1-5% wt.) turned out to be \approx 3% harder and 35% more resistant to wear, both as compared with VK-6 alloy (certificate of Almalyk MMC JSC No. 2 dated June 17, 2019);

the pilot batch of turning machine's tools-cutters with VK-6 surfacing modified with VC with purification of raw materials, was tested at State Enterprize Navoi MMC: it was found that additive of VC 3% turned out HA to be 30-35% more resistant to wear than VK-6, which means an increase in tool life by 30-35%(certificate of State Enterprize Navoi MMC No. 3 dated August 29, 2019);

additional purification (recrystallization) of the W-raw material of the WC-ReC-Co hard alloy led to an increase in wear resistance: from 38.5% to 65.3%;

It is recognized that State Enterprize Navoi MMC is ready to purchase tools from Almalyk MMC JSC that demonstrated the enhanced properties.

The structure and volume of the thesis. The structure of the dissertation consists of an introduction, four chapters, conclusion, the list of references, applications. The volume of the dissertation is 104 pages.

ЭЪЛОНҚИЛИНГ АНИШЛАР РЎЙХАТИ
СПИСОК ОПУБЛИКОВАННЫХ РАБОТ
LIST OF PUBLISHED WORKS

Їбўлим (Ї часть; part I)

1. Рузиев У.Н., Гуро В.П., Ибрагимова М.А., Сафаров Е.Т. Легирование ванадием твердого сплава системы WC-Co // Узб. хим. журн.– 2017. - № 6. – С. 26-31. (02.00.00.№6)
2. Якубов М.М., Сайназаров А.М., Рузиев У.Н., Сафров Е.Т. О новациях в переработке конвертерных шлаков медного производства // Узб. хим. журн. - 2018. - №5. - С.27-34. (02.00.00.№6)
3. Аллабергенов Р.Д., Расулова С. Н., Рузиев У.Н., Гуро В. П.. Извлечение рения из хвостохранилища АО «Алмалыкский ГМК» // Узб. хим. журн. - 2018. -№3. - С.22-29. (02.00.00.№6)
4. Рузиев У.Н., Гуро В.П., Сафаров Ё.Т., Расулова С.Н. Легирование твердого сплава ВК-6 карбидом ванадия // Universum: химия и биология, электронный научный журнал, №8(62), август 2019. URL: <http://7universum.com/ru/nature/archive/item/7621>. (02.00.00.№6)
5. Рузиев У.Н., Гуро В.П., Сафаров Ё.Т., Расулова С.Н. Сравнительные испытания изделий из твердого сплава ВК-6, легированного ванадием и рением // Universum: химия и биология, электронный научный журнал, №8(62), август 2019. URL: <http://7universum.com/ru/nature/archive/item/7625>. (02.00.00.№6)

Ї бўлим (Ї часть; part II)

6. Патент № IAP 04732 Плазмохимический реактор. дата рег. 26.06.2013, заявл. 27.08.2010. Заявитель – Ташкентский государственный технический университет им. И. Каримова. Авторы: Нурмуродов С.Д., Рузиев У.Н., Асадов И.С., Каримов А.Р., Норкулов А.А., Алимов З.Б., Дусмурадов К.И., Аимбетов Ж.Н., Исламов Ш.У., Мамаражабов Х.М., Расулов А.Х.
7. Ruziev U.N., Guro V.P., Ibragimova M.A., Bashlykov A.A., Rasulova S.T. Doping of WC-Co Hard metal with Vanadium Carbide. Open Access Journal of Chemistry (U.S.A.), Volume 2, Issue 2, 2018, Pp. 13-16.
8. Рузиев У.Н., Асадов И.С., Гуро В.П., Ибрагимова М.А. Подход к разработке новых марок твердых сплавов для перфораторного бурения // В тез. докл. Межд. Конф. «Достижения, проблемы и современные тенденции развития горно-металлургического комплекса». - г. Навои, 12-14.06.2017.- С.82.
9. Рузиев У.Н., Гуро В.П., Ибрагимова М.А. Разработка твердых сплавов нового поколения повышенной износостойкости для бурового оборудования // В тез. докл. на II Междун. н.-т. Конф.: «Инновационные разработки во сфере химии и технологии топлив и смазывающих материалов», 19-20 октября 2017 г., г. Бухара. – С.237-240 .
10. Рузиев У.Н., С.Н. Расулова, В.П. Гуро, Р.Д. Аллабергенов. Перера-

боткашлав НПОАО «Алмалыкский ГМК» - рентабельный и природоохран- ный проект // Proceedings of the VII International Scientific-Practical Conference «Problems of rational use and protection of natural resources of Southern Aral Sea Region», Karakalpak Branch of Uzbekistan Academy of Sciences, Nukus, July 17- 18, 2018. - Нукус. «Илим». 2018. Ч.2.- С.146-147.

11. Рузиев У.Н., С.Н. Расулова, В.П. Гуро, М.А. Ибрагимова. Легирование твердых сплавов системы карбидвольфрама- кобальтванадия для повышения износостойкости // Proceedings of the VII International Scientific-Practical Conference «Problems of rational use and protec- tion of natural resources of Southern Aral Sea Region», Karakalpak Branch of Uz- bekistan Academy of Sciences, Nukus, July 17-18, 2018. – Нукус: «Илим». 2018.- Ч. 2.-С. 150-151.

12. Рузиев У.Н., Гуро В.П., Сафаров Е.Т., Ибрагимова М.А. Расулова С.Н. Твердосплавный инструмент нового поколения, легированный ванадием //Сб. тез. Междун. н.-т. конф. «Перспективк инновационного развития горно- металлургического комплекса», г. Навои, 22-23 ноября 2018- С.313-314.

13. U. Ruziev, I. Asadov. Areas of activity of Scientific Production Association on rare metals and hard alloys with JSC “Almalyk Mining Metallurgical Company” as well as the prospects for cooperation in the field of deep processing of rare metals for production of export-oriented products with high added value. The 3rd Binational Workshop between Korea (KIRAM) - Uzbekistan (AMMC) on Rare Metals / Dated 20th Apr, 2019, Chirchik Scientific Production association on rare metals and hard alloys, JSC AMMC, Uzbekistan. 2019. - Pp. 14-27.

14. Рузиев У.Н., В.П. Гуро, Ё.Т. Сафаров, С.Н. Расулова, М.А. Ибрагимо- ва. Модификация твердых сплавов системы WC-Co // В Мат. Респ. н.-т. Конф. «Ресурсо- и энергосберегающие, экологически безвредные компози- ционные и нано-композиционные материалы». 25-26 апреля 2019 г. – Таш- кент: Фан ва тараккиёт. – 2019. - С. 126-128.

15. Рузиев У.Н., Гуро В.П., Расулова С.Н., Сафаров Ё.Т. Легирование карбидом ванадия твердых сплавов. *Международная научно-практическая конференция «Современные тенденции в области теории и практики добычи и переработки минерального и техногенного сырья»*. 6-8 ноября 2019 г., Ека- теринбург, Россия. – С. 405-408.

Автореферат «Ўзбекистон кимё журнали» таҳририятида
тахрирдан ўтказилди.

Бичими 60x84¹/₁₆. Рақамли босма усули. Times гарнитураси.
Шартли босма табағи: 3. Адади 100. Буюртма № 115.

Гувоҳнома reestr № 10-3719
«Тошкент кимё технология институти» босмахонасида чоп этилган.
Босмахона манзили: 100011, Тошкент ш., Навоий кўчаси, 32-уй.