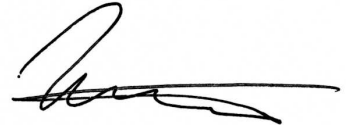


НАЦІОНАЛЬНА АКАДЕМІЯ НАУК УКРАЇНИ  
ІНСТИТУТ ПРОБЛЕМ МАТЕРІАЛОЗНАВСТВА ім. І.М. ФРАНЦЕВИЧА



**Гончарук Віктор Анатолійович**

УДК 538.951.405:620.178.015

**ВПЛИВ СТРУКТУРНИХ ФАКТОРІВ НА МЕХАНІЧНІ  
ВЛАСТИВОСТІ ВИСОКОМІЦНИХ КОМПОЗИЦІЙНИХ  
МАТЕРІАЛІВ НА ОСНОВІ ТУГОПЛАВКИХ СПОЛУК**

Спеціальність: 01.04.07 – фізика твердого тіла

**АВТОРЕФЕРАТ**  
дисертації на здобуття наукового ступеня  
кандидата фізико-математичних наук

Київ – 2021

Дисертація на правах рукопису.

Робота виконана в Інституті проблем матеріалознавства ім. І.М. Францевича НАН України.

**Науковий керівник:** член-кореспондент НАН України,  
доктор фізико-математичних наук, професор  
**Мільман Юлій Вікторович,**  
Інститут проблем матеріалознавства  
ім. І.М. Францевича НАН України,  
головний науковий співробітник.

**Офіційні опоненти:** доктор фізико-математичних наук,  
**Попов Олексій Юрійович,**  
Київський національний університет  
імені Тараса Шевченка,  
доцент кафедри фізики металів.  
доктор фізико-математичних наук,  
**Мордюк Богдан Миколайович,**  
Інститут металофізики ім. Г.В. Курдюмова  
НАН України, завідувач відділом

Захист відбудеться « 7 » травня 2021 р. о 14 годині у режимі он-лайн конференції в програмі ZOOM на засіданні спеціалізованої вченої ради Д 26.207.01 в Інституті проблем матеріалознавства ім. І.М. Францевича НАН України. З дисертацією можна ознайомитись у бібліотеці Інституту проблем матеріалознавства ім. І.М. Францевича НАН України за адресою: 03142, м. Київ, вул. Кржижановського, 3.

Автореферат розіслано « \_\_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 2021 р.

**Вчений секретар**  
спеціалізованої вченої ради Д 26.207.01,  
кандидат технічних наук



**Н.П. Коржова**

## ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА РОБОТИ

**Актуальність теми дослідження.** В останні десятиріччя високоміцні композиційні матеріали знаходять все більш широке використання. Композиційний матеріал - неоднорідний суцільний матеріал, що складається з двох або більше компонентів, серед яких можна виділити зміцнюючі елементи, що забезпечують необхідні механічні характеристики матеріалу, і матрицю, що забезпечує спільну роботу зміцнюючих елементів. Механічна поведінка композиту визначається співвідношенням властивостей зміцнюючих елементів і матриці, а також міцністю зв'язку між ними. Ефективність і працездатність матеріалу залежать від правильного вибору вихідних компонентів і технології їх суміщення, покликаної забезпечити міцний зв'язок між компонентами при збереженні їх початкових характеристик. Як наслідок, вивчення їх структури та механічних властивостей в широкому інтервалі набуває все більшого наукового і практичного значення. Більшість з цих матеріалів мають незначну пластичність або зовсім крихкі. Це призводить до значної розбіжності значень механічних властивостей між виробами з вказаних матеріалів. Принципово нові можливості для визначення механічних властивостей крихких матеріалів надає метод акустичної емісії (АЕ), який дозволяє визначити міцність конкретного зразка (виробу), не руйнуючи його.

У теперішній час існує багато наукових робіт, присвячених вивченню композиційних матеріалів, виконаних вченими в різних країнах. В Україні – це роботи В.І. Трефілова, Ю.В. Мільмана, С.О. Фірстова, С.С. Пономарьова, О.М. Григор'єва, О.Ю. Попова С.М. Дуба, Б.М. Мордюка; за кордоном ці проблеми вирішують – С.Б. Люкс; Дж. Нортроп, М. Ли, Л.С. Сигл та ін. Кількість наукових публікацій, що присвячені вивченню композиційних матеріалів, збільшується з кожним роком, але існує невелика кількість робіт, в яких механічна поведінка композитів розглядаються не тільки з позицій механіки, а й з урахуванням фізичних процесів. В роботах ряду як українських, так і закордонних вчених було показано важливість застосування методики АЕ для вивчення поведінки матеріалів в процесі навантаження. Однак проблеми дослідження механізмів деформації і руйнування та визначення механічних характеристик малопластичних та крихких композиційних матеріалів потребують подальшого розвитку теоретичних основ їх поведінки та методики АЕ.

**Зв'язок роботи з науковими програмами, планами, темами.** Дослідження за темою дисертації відповідає основним напрямкам робіт Інституту проблем матеріалознавства ім. І.М. Францевича НАН України в рамках бюджетних тем: «Розробка технології виробництва композиційної кераміки універсального призначення на основі карбиду та нітриду кремнію із заданим комплексом термомеханічних та електротехнічних властивостей» (№ держ. реєстр. 01.85.0-058298, 1985 р.), національних проектів: «Розробка нового покоління легкої броні на основі шаруватих композитів» (№ 437/445, 2016 – 2017 рр.); «Розробка легких ударостійких сплавів для захисту» (№453/473, 2018 – 2021 рр) та міжнародних проектів УНТЦ: №1997 «Пластичність та деформаційні криві, отримані методом індентування для кераміки та покриттів» (2002–2004 рр.); №4450 «Розробка та

синтез наноструктурних 3D-форм та покриттів із використанням інтегральної нанотехнологічної схеми» (2010 – 2012 рр.).

**Мета і завдання дослідження.** Метою дисертаційної роботи є розвиток фізичних уявлень щодо оцінки характеристик міцності та пластичності матеріалів методами механічних випробувань та акустичної емісії АЕ.

Досягнення поставленої мети визначило вирішення наступних задач:

- Вивчення впливу розміру часток і співвідношення компонентів на структуру і характеристики міцності досліджуваних композиційних матеріалів
- Встановлення загальних закономірностей щодо досягнення оптимальних механічних властивостей досліджуваних матеріалів
- Вивчення впливу температури на механічну поведінку досліджуваних матеріалів. Розробка методу термомеханічної обробки для підвищення характеристик міцності керамічних матеріалів
- Розробка способу неруйнівного контролю міцності матеріалів (встановлення фізичних закономірностей, що визначають зв'язок параметрів АЕ і міцності матеріалу)

*Об'єкт дослідження:* фізико-механічна поведінка та механічні властивості матеріалів при механічних випробуваннях в широкому інтервалі температур з реєстрацією АЕ (при кімнатній температурі).

*Предмет дослідження:* тверді сплави WC-Co; самозв'язаний SiC (основні). Кремній; алюмінієвий сплав В95 (допоміжні).

**Методи дослідження:** механічні випробування; акустична емісія; оптична мікроскопія; растрова електронна мікроскопія; вимірювання твердості.

**Наукова новизна отриманих результатів.** Проведено дослідження механічних властивостей композиційних матеріалів з крихкою матрицею та крихкою та пластичною зв'язкою. Встановлено закономірності формування оптимальної структури та властивостей вказаних матеріалів.

Вперше зроблено системний аналіз механічної поведінки сплавів WC-Co в широкому температурному інтервалі (на отриманих в ідентичних умовах сплавах вивчено вплив розміру часток матриці, вмісту Co – зв'язки та температури на комплекс механічних властивостей). Також вперше вивчені механічні властивості сплавів з близькими до нанорозмірних частками WC.

Проведено дослідження і дано фізичне трактування температурної залежності міцності SiC з використанням узагальненої схеми температурної залежності механічних властивостей. Отримано експериментальне підтвердження (модельний експеримент на кремнії) зазначеного трактування. Встановлено факт заліковування тріщин в крихкому матеріалі при нагріванні та витримці при механічному напруженні в певному температурному інтервалі. Вперше запропоновано методику термомеханічної обробки керамічних матеріалів, яка дозволила суттєво підвищити їх міцність та тріщиностійкість.

Методом акустичної емісії вивчено механічну поведінку досліджених матеріалів при механічному навантаженні. Визначено параметр АЕ, найбільш інформативний

при визначенні межі міцності матеріалу – сумарна амплітуда  $\Sigma U$ . Вперше розроблено теоретичні основи та алгоритм практичного застосування методики неруйнівного контролю межі міцності  $\sigma_p$  композиційних матеріалів методом АЕ. Показано принципову відмінність характеру АЕ в суто крихких матеріалах та тих, що містять пластичну фазу.

**Практичне значення одержаних результатів.** Системний підхід, продемонстрований при вивченні високоміцних композиційних матеріалів на основі тугоплавких сполук, дозволив виявити закономірності отримання оптимального комплексу механічних властивостей. Зокрема, визначити оптимальний розмір і співвідношення часток крихкої матриці та вмісту зв'язки.

Вперше розроблено та відпрацьовано алгоритм термомеханічної обробки керамічних матеріалів, який дозволив досягнути підвищення міцності на 50%, а тріщиностійкості – до 150 %.

Розроблені теоретичні основи контролю міцності суто крихких матеріалів методом АЕ і подальше експериментальне підтвердження дозволили встановити, що АЕ в цих матеріалах спричинена виникненням та рухом тріщин. В матеріалах же, що містять пластичну фазу, суттєвий внесок в АЕ вносить рух дислокацій.

Показано, що метод АЕ може бути застосований для неруйнівного контролю з високою точністю (похибка не перевищує 3,5%) межі міцності  $\sigma_p$  зразків кераміки, використовуючи рівняння  $\sigma_p = A - B \cdot \ln \Sigma U$ , де  $A$  і  $B$  - константи.

**Особистий внесок здобувача.** Дисертація є узагальненням результатів досліджень, які були виконані автором в Інституті проблем матеріалознавства НАН України під керівництвом чл.-кор. НАН України, професора, д.ф.-м.н. Ю.В. Мільмана. Автором проаналізовано літературні джерела з означеної тематики, виконано експериментальні дослідження механічних властивостей в широкому інтервалі температур (-196...1000 °С) на згин та визначено характеристики міцності і пластичності великої групи композиційних матеріалів з різною структурою та різним типом зв'язки. Обробка і аналіз отриманих результатів, написання ряду наукових статей, підготовка доповідей на конференціях здійснювалися дисертантом.

Визначення мети, задач та методик досліджень здійснювалось разом з Ю.В. Мільманом. Механічні випробування на згин в усьому інтервалі температур, аналіз кривих навантаження, вимірювання твердості та дослідження матеріалів методом АЕ здійснювалось дисертантом самостійно. Розробка теоретичних основ методу контролю міцності – разом з Ю.В. Мільманом. Растрова електронна мікроскопія (SEM) здійснена разом з М.І. Даниленком; оптична мікроскопія – спільно з Н.П. Захаровою. Матеріали для дослідження (самозв'язаний SiC, алюмінієвий сплав В95 та кремній) були отримані в ІПМ НАНУ під керівництвом проф. Ю.В. Мільмана та проф. Г.Г. Гнесіна. Тверді сплави WC-Co з різним розміром та вмістом часток WC були отримані в Південноафриканській республіці (ПАР) на підприємстві, яке виробляє високоякісні сплави. Склад і структура сплавів для досліджень були попередньо узгоджені.

**Апробація отриманих результатів.** Матеріали дисертаційної роботи доповідались та обговорювались на 7 міжнародних наукових конференціях: Межотраслевая научная конференция “Конструкции и технология получения изделий из неметаллических материалов” (Россия, Москва, 1990), VII Всесоюзный

семинар “Получение, свойства и применение нитридов и карбидов” (Рига, Латвия, апрель 1991); 1998 Powder Metallurgy World Congress and Exhibition (Granada, Spain, 1998); IV Международный семинар “Современные проблемы прочности” (Старая Русса, Россия, 2000); 15<sup>th</sup> International Plansee Seminar, P/M Hard Materials; eds. G. Kneringer, P. Rödhammer and H. Wildner (Plansee Holding AG, Reutte, Austria, 2001); XXVII Международного семинара “Актуальные проблемы прочности” (Киев, Украина, 2001); «Современное материаловедение: достижения и проблемы»: MMS-2005, (Киев, Украина, 2005).

**Публікації.** За матеріалами дисертації опубліковано 18 друкованих праць (з них 9 статей у фахових журналах та 7 тез наукових конференцій).

**Структура та обсяг дисертації.** Дисертаційна робота складається зі вступу, шести розділів, висновків, списку літератури. Повний обсяг дисертації становить 153 сторінок, з них 132 сторінок основного тексту, який включає в себе 67 рисунків, 11 таблиць та бібліографію (168 найменування).

## ОСНОВНИЙ ЗМІСТ РОБОТИ

У **вступі** обґрунтовано актуальність теми дисертаційної роботи та її зв'язок з науковими програмами, сформульовані мета та задачі дослідження, визначені методи, об'єкт і предмет дослідження, наукова новизна і практична цінність отриманих результатів, позначений особистий внесок автора. Також наведено дані щодо апробації роботи, кількість публікацій та дані про структуру та обсяг дисертації.

**Перший розділ** дисертації присвячено літературному огляду з досліджуваної тематики. Розглянуто роботи, присвячені фізичним основам міцності та пластичності матеріалів та різним механізмам руйнування. Розглянуто основні типи композиційних матеріалів з різними типами матриці та другої фази. Проаналізовано механізми і методи підвищення їх механічних властивостей. Особливу увагу приділено матеріалам з крихкою матрицею і різними типами зв'язки (крихкою та пластичною). Зокрема – твердим сплавам та самозв'язаному карбїду кремнію. Проаналізовано вплив структурних факторів (розміру та форми часток, вмісту зв'язки та ін.) та температури на механічні властивості композитів.

Значна увага приділена явищу акустичної емісії в твердих тілах як при відсутності, так і при наявності зовнішніх факторів: зокрема - при механічному навантаженні. Детально проаналізовані джерела АЕ та її основні параметри. Зроблено акцент на різному характері АЕ в крихких та пластичних матеріалах: різна амплітуда сигналів та різний частотний діапазон. Описані методи реєстрації АЕ. Проаналізовано можливий взаємозв'язок між параметрами АЕ та характеристиками міцності матеріалів.

На підставі аналізу викладених літературних даних показано важливість не тільки визначення властивостей матеріалу, але й розвитку уявлень про фізичні процеси, які відбуваються в матеріалі при механічному навантаженні, що стає можливим при системному аналізі на підставі комбінації різних методів досліджень та використанні сучасних теорій пластичної деформації та руйнування матеріалів.

В **другому розділі** дано обґрунтування вибору об'єктів дослідження (більш докладний опис обраних матеріалів наводиться в кожному розділі дослідження) та

викладені методи дослідження. Для визначення комплексу механічних властивостей були використані стандартні випробування на згин. Вимір низькотемпературної залежності характеристик міцності та пластичності ( $-196...20^{\circ}\text{C}$ ) здійснювали на модернізованій установці Р-5 під шаром охолоджувальної рідини. Дослідження вище кімнатної температури (в інтервалі  $20...1000^{\circ}\text{C}$ ) проводили у вакуумі не нижче  $10^{-3}$  Па на модернізованій установці Р 1246. Для структурних досліджень було використано оптичну мікроскопію та растрову електронну мікроскопію. Аналіз поведінки матеріалів методом АЕ реалізовано за допомогою системи збору і обробки даних експерименту на базі акустоемісійного приладу АФ - 15 та ІВМ – сумісного комп'ютеру. Система створена при суттєвій участі дисертанта.

**Третій розділ** присвячений дослідженню впливу розміру часток WC, вмісту Co на механічні властивості твердих сплавів WC-Co в широкому інтервалі температур. Вперше проведено систематичне дослідження вказаних параметрів на механічні властивості сплавів WC-Co в інтервалі температур  $-196...+1000^{\circ}\text{C}$ .

У табл. 1 наведено склад, розмір зерна, позначення, деякі структурні характеристики і механічні властивості вивчених сплавів. Структурні дослідження проводили за допомогою скануючого електронного мікроскопа при збільшенні до 40000. Типова структура сплавів з мікронним і субмікронним розміром зерна представлена на рис. 1. Структурні параметри: середній розмір зерна  $d$ , середня ширина кобальтового прошарку  $\lambda$  і зв'язність  $S$  визначені за методикою [Lee H.C., Gurland J. Hardness and Deformation of Cemented Tungsten Carbide // Materials Science and Engineering. - 1978. – Vol 1.33, P. 125-133.].

Для випробувань на згин використовували зразки  $35 \times 4,5 \times 1,2$  мм, вирізані алмазним кругом з наступним шліфуванням алмазними порошками. Випробування проводили за три-точковою схемою (база  $L = 18$  мм) із записом кривої "навантаження  $P$  - стріла прогину  $f$ " на установці Р-1246 в вакуумі  $10^{-3}$  Па в інтервалі температур  $20-1000^{\circ}\text{C}$ . Швидкість деформації (для крайніх волокон) становила  $v = 7 \cdot 10^{-5} \text{ c}^{-1}$ .

Значення напруження  $\sigma$  і деформації  $\varepsilon$  для крайніх волокон визначалися з Р-f кривих за формулами:

$$\sigma = 1,5 \frac{PL}{bh^2}, \quad (1)$$

$$\varepsilon = \frac{6hf}{L^2}, \quad (2)$$

де  $b$  – ширина,  $h$  – товщина зразка.

Таблиця 1. Розмір зерна  $d$ , вміст Co, зв'язність  $C$ , середня ширина  $\lambda$  кобальтовою прошарку, твердість HV, температури в'язко-крихкого переходу  $T_{dp}$  і  $T_{dc}$ , межа плинності  $\sigma_s$  (розрахована за рівнянням Марша [Marsh D.M. Plastic flow in glass // Proc. Roy. Soc. A. - 1964. - Vol. 279.- p.420]), межа міцності  $\sigma_f$ , відношення  $\sigma_f / \sigma_s$  і характеристика пластичності  $\delta_H$  [Yu.V. Milman et al. Acta Met. and Mater. – overview No. 107, v.41, No.9, 1993, p.2523-2532]

Характеристики сплавів	S6	S10	S15	NY6	NY10	NY15	NY6A	NY10A	NY15A
$d$ , мкм	1,30	1,32	1,30	0,33	0,397	0,35	0,292	0,293	0,304
% Co (мас.)	6	10	15	6	10	15	6	10	15
$C$	0,60	0,70	0,58	0,57	0,52	0,45	0,55	0,60	0,63
$\lambda$ , мкм	0,36	0,84	0,98	0,08	0,16	0,20	0,07	0,14	0,26
HV, ГПа (P = 50 Н)	16,8	15,2	13,6	22,5	19,3	16,3	24,3	19,0	16,6
$T_{dp}$ , °C	300	250	200	550	~300	~300	700	400	400
$T_{dc}$ , °C	700	600	450	650	580	570	820	615	605
$\sigma_f$ , ГПа	2,61	2,74	2,83	2,39	3,56	2,79	0,91	1,66	0,65
$\sigma_s$ , ГПа	5,23	4,50	3,63	6,68	6,33	6,04	7,40	6,18	5,35
$\sigma_f / \sigma_s$	0,499	0,600	0,780	0,358	0,562	0,461	0,123	0,268	0,178
$\delta_H$	0,739	0,737	0,752	0,678	0,701	0,719	0,630	0,703	0,712

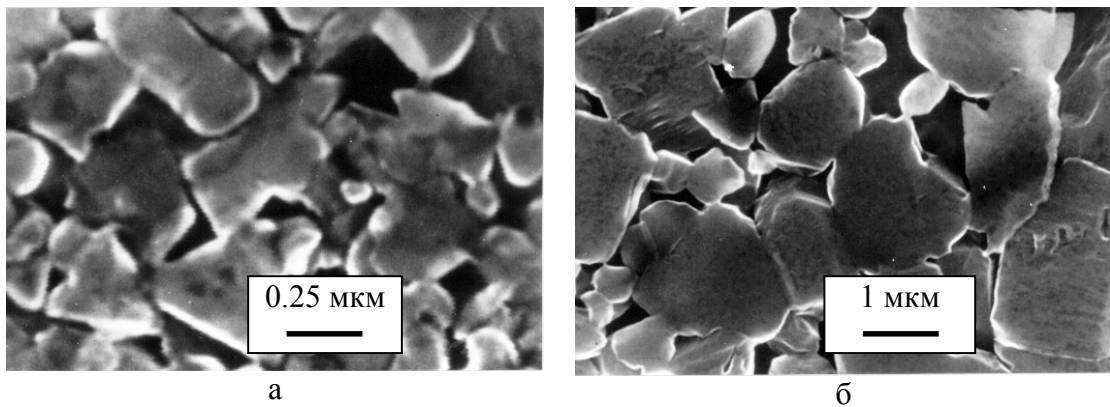


Рис. 1. Мікроструктура сплаву WC-Co: а – NY6; б – S10.

Величини меж міцності  $\sigma_f$  і плинності  $\sigma_s$  (визначається як межа пропорційності  $\sigma_s = \sigma_{0,01}$ ) і пластичність до руйнування  $\delta$  розраховували шляхом підстановки в формули (1) і (2) відповідних значень  $P$  і  $f$ . При кожній температурі випробували 4-5 зразків і розраховували середні значення характеристик. Фізичну температуру в'язко-крихкого переходу  $T_{dp}$  визначали як максимальну температуру, при якій  $\delta = 0$ , а умовну температуру в'язко-крихкого переходу  $-T_{dc}$  як температуру, при якій  $\delta = 0,1\%$  (див. Табл. 1).



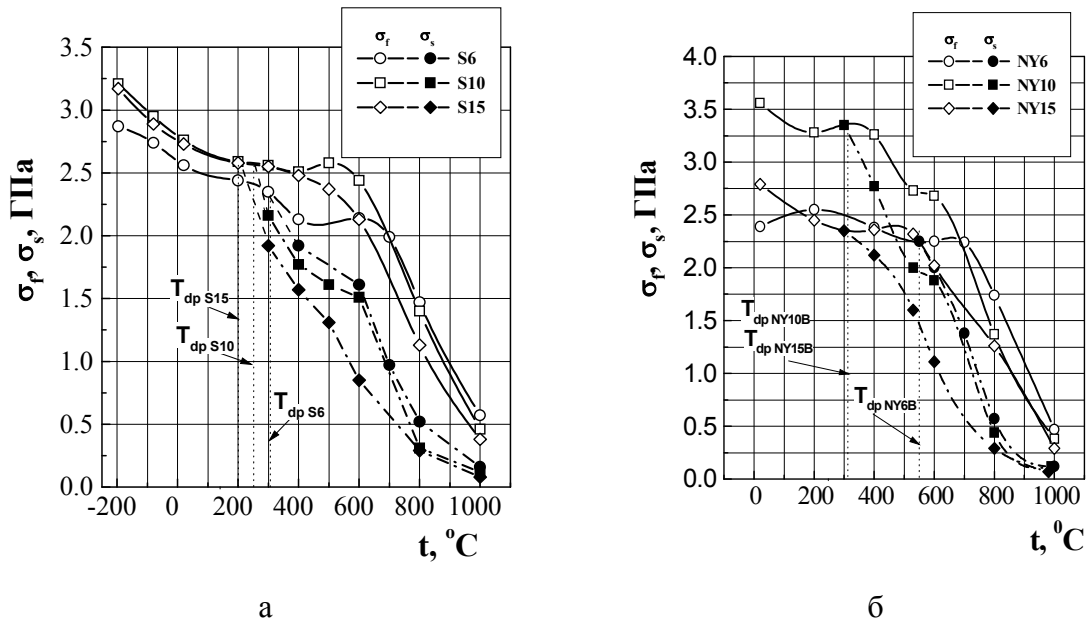


Рис. 2. Температурна залежність меж міцності  $\sigma_f$  і плинності  $\sigma_s$ .  $T_{dp}$  – температура в'язко-крихкого переходу, при якій  $\sigma_f = \sigma_s$  і  $\delta = 0$ : а – S-фракція; б – NY-фракція.

### 3.1. Межа плинності

Межа плинності  $\sigma_s$  може бути визначена лише для температур  $T > T_{dp}$ . З рис. 2 видно, що температурна залежність межі плинності для WC-Co сплавів ( $\sigma_s$ ) дуже різка, що типово для ковалентних кристалів і тугоплавких сполук. Межа плинності ( $\sigma_s$ ) зменшується з ростом вмісту кобальту як для мікронної S, так і для субмікронної фракції NY (рис. 2).

У той же час зменшення розміру зерна  $d$  у всьому вивченому інтервалі концентрацій кобальту призводить до збільшення межі плинності ( $\sigma_s$ ) при температурах нижче  $1000^\circ\text{C}$ . Однак, при  $1000^\circ\text{C}$   $\sigma_s$  не залежить від розміру зерна при вмісті кобальту  $V_m = 6\%$  (мас.). При мінімальному розмірі зерна (сплави NY-A)  $\sigma_s$  зменшується зі зменшенням розміру зерна при  $V_m = 10$  і  $15\%$  при  $800$  і  $1000^\circ\text{C}$ .

### 3.2. Межа міцності

При аналізі температурної залежності межі міцності (див. рис. 2) встановлено, що її значення із зростанням температури падає повільно, як і значення модуля Юнга, аж до  $600^\circ\text{C}$  і швидше – вище  $600^\circ\text{C}$  (подібно до того, як це має місце в випадку  $\sigma_s$ ).

Вплив вмісту кобальту на межу міцності WC-Co сплавів різний при високих ( $T > T_{dp}$ ) і низьких ( $T < T_{dp}$ ) температурах. З рис. 2 видно, що в області високих температур  $\sigma_f$  зростає зі зменшенням вмісту кобальту. Максимальні значення  $\sigma_f$  спостерігаються в сплавах S6 (мікронна фракція) і NY6 (субмікронна фракція). Інакше кажучи, вплив вмісту кобальту на  $\sigma_f$  таке ж, як і на  $\sigma_s$ .

В області низьких температур вплив вмісту Co на межу міцності  $\sigma_f$  немонотонний. Сплави S10 і NY10 мають максимальну межу міцності. У сплавах S6 і NY6 значення ( $\sigma_f$ ) нижче в зв'язку з більш високою крихкістю. При температурах  $T < T_{dp}$  відношення  $\sigma_f/\sigma_s \leq 1$ . При кімнатній температурі, коли деформаційне

зміцнення невелике, значення  $\sigma_s$  можна обчислити за рівнянням Марша, використовуючи значення твердості HV (див. Табл. 1) і E [Luysckx S.B. et al.// Proc. Powder Metallurgy World Congress and Exhibition. - Vol. 4 (Granada, Spain, 1998) - P. 27-39].

### 3.3. В'язко-крихкий перехід в WC-Co сплавах

При кімнатній температурі в процесі стандартних механічних випробувань, таких як розтягнення, стиснення або згин, сплави WC-Co є крихкими. З ростом температури ці матеріали виявляють деяку пластичність до руйнування. Для опису в'язко-крихкого переходу в сплавах WC-Co можна використовувати теорію Іоффе. Згідно з цією теорією - межа плинності ( $\sigma_s$ ) зі зменшенням температури зростає швидше межі міцності ( $\sigma_f$ ). Точка перетину двох кривих  $\sigma_s(T)$  і  $\sigma_f(T)$  відповідає температурі в'язко-крихкого переходу  $T_d$ . Вперше ця концепція була використана для опису хладноламкості в сталях, а згодом – в інших ОЦК - металах і кераміках [Ристич М.М. та ін. Структура и механические свойства спеченных материалов. - Белград, изд-во САНИ, 1992, 254 с]. Детальне дослідження в'язко-крихкого переходу в WC-Co сплавах виконане вперше.

### 3.4 Деформаційне зміцнення

При аналізі кривих "напруження  $\sigma$  - деформація  $\varepsilon$ " сплавів WC-Co встановлено, що для них характерно параболічне деформаційне зміцнення з моменту початку пластичної течії. Таким чином, ці криві " $\sigma$  -  $\varepsilon$ " можна апроксимувати відповідно до рівняння Людвіка:

$$\sigma = \sigma_s + N \varepsilon_p^n, \quad (3)$$

де  $\sigma_s$  – нижня межа плинності,  $\varepsilon_p$  – пластична деформація,  $N$  – коефіцієнт деформаційного зміцнення,  $n$  – показник деформаційного зміцнення. При дислокаційному механізмі деформації :

$$N = \alpha G b^{1/2} \ell^{-1/2}, \quad (4)$$

де  $\alpha$  – константа порядку 1;  $G$  – модуль зсуву;  $b$  – вектор Бюргерса;  $\ell$  – середня довжина площини ковзання і  $n = 0,5$  [Трефилов В.И., Мильман Ю.В., Фирстов С.А. Физические основы прочности тугоплавких металлов. - Киев, "Наукова думка", 1975]. Значення  $N$  зменшується з ростом температури внаслідок зменшення  $\alpha$  і  $G$ . На рис. 3 представлені типові криві "напруження-деформація" WC-Co сплавів в логарифмічних координатах  $\lg(\sigma - \sigma_s)$   $\lg \varepsilon_p$  – при 800 і 1000 °С, де величина пластичності достатня для надійного визначення значень  $N$  і  $n$ . З рис.3 видно, що експериментальні точки дійсно добре вкладаються на пряму, що дає можливість застосовувати рівняння (3) для визначення  $N$  і  $n$ .

Значення  $N$ , розраховане згідно (3), аномально велике. Так, наприклад, навіть при кімнатній температурі  $N = 0,65$  ГПа для Мо і  $N \leq 0,55$  ГПа для сталей. У нашому ж випадку  $N$  близько до 10 ГПа при 800 °С. При 1000 °С  $n \approx 0,5$  лише для

фракції S, в той час як для сплавів NY і  $<NYA$   $n < 0,5$ . Для сплавів NYA, де розмір зерна нижче, ніж в сплавах NY, значення  $n$  мінімально. Величина  $N$  при  $1000^{\circ}\text{C}$  також знижується і для сплавів NYA вона менше, ніж для сплавів NY. Визначено, що коефіцієнт деформаційного зміцнення  $N$  зменшується з ростом концентрації кобальту в сплаві. При  $800^{\circ}\text{C}$  значення  $N$  для фракцій S і NY відрізняються мало, в той час, як при  $1000^{\circ}\text{C}$  ця різниця досить суттєва. Ця особливість деформаційного зміцнення сплавів NY і NYA може бути обумовлена зернограничним проковзуванням в процесі деформації.

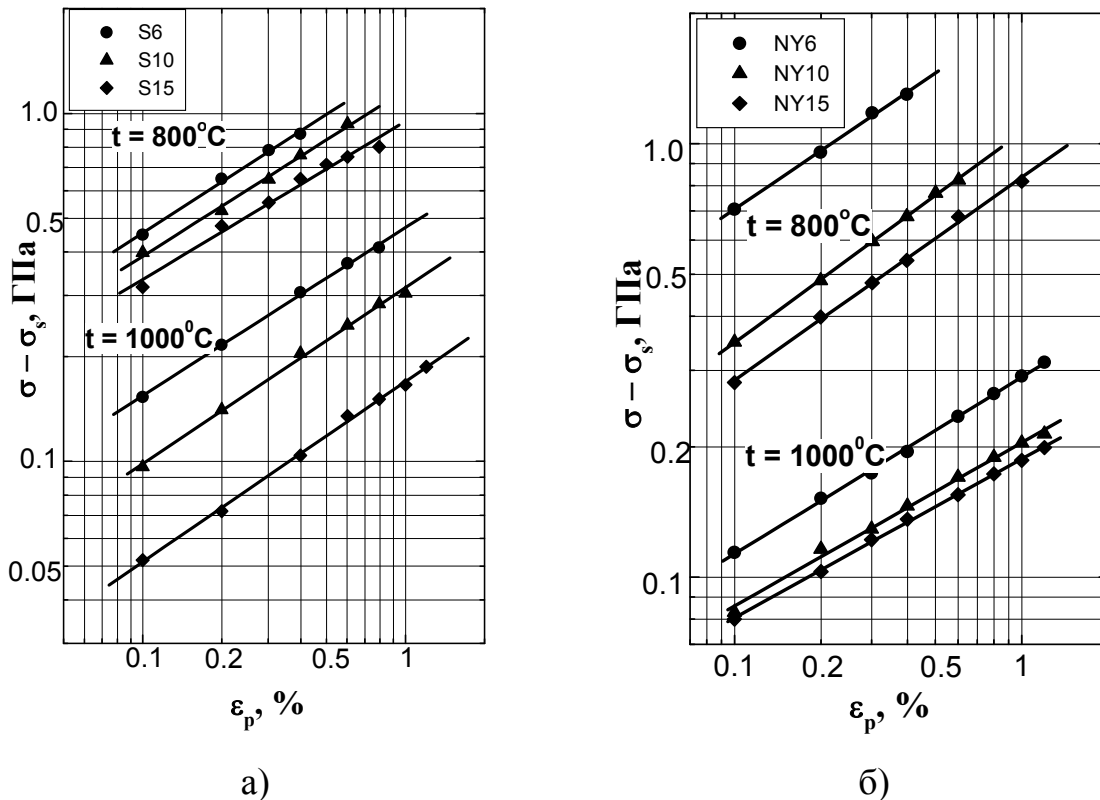


Рис. 3. Криві “напруження–деформація” для сплавів WC-Co в координатах  $\lg(\sigma - \sigma_s) - \lg \varepsilon_p$ : а) фракція S; б) фракція NY.

Використовуючи концепцію Лі і Гурланда стосовно до деформаційного зміцнення WC-Co сплавів

$$\sigma_s = \sigma_{sWC} V_{WC} C + \sigma_{sm} (1 - V_{WC} C) \quad (5)$$

де  $C$  – зв’язність, яка визначається часткою границь між кристалами WC, в яких відсутня кобальтова зв’язка (при вивченні структури методом оптичної мікроскопії) і беручи до уваги рівняння (3) і (5), коефіцієнт деформаційного зміцнення можна записати у вигляді:

$$N = \alpha F, \quad (6)$$

де:

$$F = \left[ G b_m^{1/2} \lambda^{1/2} (1 - V_{WC} C) + G_{WC} b_{WC}^{1/2} \left( \frac{d}{4} \right)^{-1/2} V_{WC} C \right] \quad (6')$$

Тут  $G_m$  і  $b_m$  - модуль зсуву і вектор Бюргерса кобальтової матриці;  $G_{WC}$  і  $b_{WC}$  - те ж саме для часток WC. У цьому рівнянні довжина площини ковзання була прийнята рівною  $\lambda$  (середній ширині прошарку) для кобальтової матриці і  $d/4$  - для частинок WC. З метою перевірки застосовності рівняння (6) були розраховані значення  $F$  і параметра  $\alpha = N/F$ . При розрахунку  $F$  використовувалися наступні значення параметрів:  $b_m = 0,25$  нм;  $b_{WC} = 0,29$  нм;  $G_m = 64,1$  ГПа при  $800$  °C і  $57,5$  ГПа при  $1000$  °C;  $G_{WC} = 271$  ГПа при  $800$  °C і  $265$  ГПа при  $1000$  °C. Значення  $\lambda$ ,  $d$ ,  $C$  і  $V_{WC}$  дані в табл. 1. Отримані значення  $\alpha$  зведені в табл.2. З табл. 2 випливає, що при "нормальному" дислокаційному механізмі деформації (при  $800$  °C - для всіх сплавів і при  $1000$  °C - для сплавів фракції S)  $\alpha$  по порядку величини близько до 1. Однак, для сплавів NY і особливо NYA при  $1000$  °C значення  $\alpha$  істотно нижче, що узгоджується з зернограничним проковзуванням в цих сплавах.

Таблиця 2. Значення параметра  $\alpha$  досліджених сплавів в рівнянні(6)

t, °C	S6	S10	S15	NY6	NY10	NY15	NY6A	NY10A	NY15A
800	2,5	2,1	1,9	1,6	1,3	1,1	-	0,82	0,56
1000	0,89	0,64	0,46	0,20	0,16	0,15	0,09	0,07	0,06

В четвертому розділі вивчено вплив співвідношення фракцій SiC та температури на механічні властивості самозв'язаного SiC та розроблено методику ТМО кераміки.

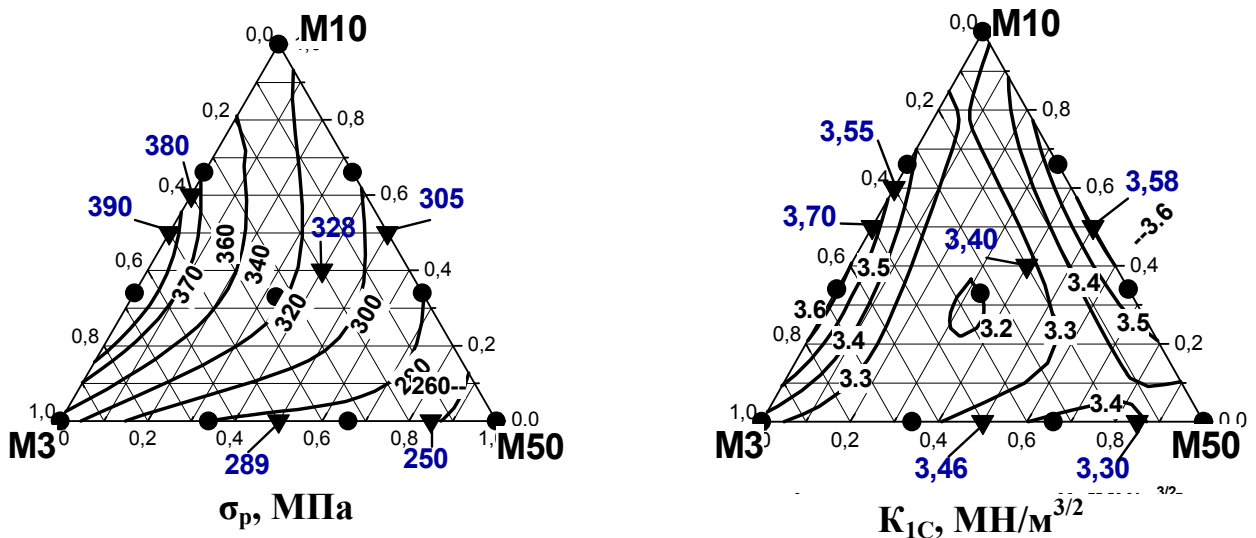


Рис. 4. Оптимальні механічні властивості SiC – в області 2-фракційного складу

Рівняння регресії:  $\sigma_p; K_{1c} = a_1X_1 + a_2X_2 + a_3X_3 + a_{12}X_1X_2 + a_{23}X_2X_3 + a_{13}X_1X_3 + b_{12}X_1X_2(X_1 - X_2) + b_{23}X_2X_3(X_2 - X_3) + b_{13}X_1X_3(X_1 - X_3) + a_{123}X_1X_2X_3$ .

Круглі точки – план експерименту; трикутні – експериментальні дані для перевірки.

Методом планування експерименту отримано регресійне рівняння, що дозволяє розрахувати межу міцності та тріщиностійкість самозв'язаного карбиду кремнію при довільному співвідношенні фракцій SiC. Отримана задовільна відповідність теорії та експериментальних даних, що проілюстровано на рис. 4. Встановлено, що

оптимальні механічні властивості відповідають біфракційному складу M10 + M3. На рис. 5. відображена типова структура поліфракційного самозв'язаного SiC.

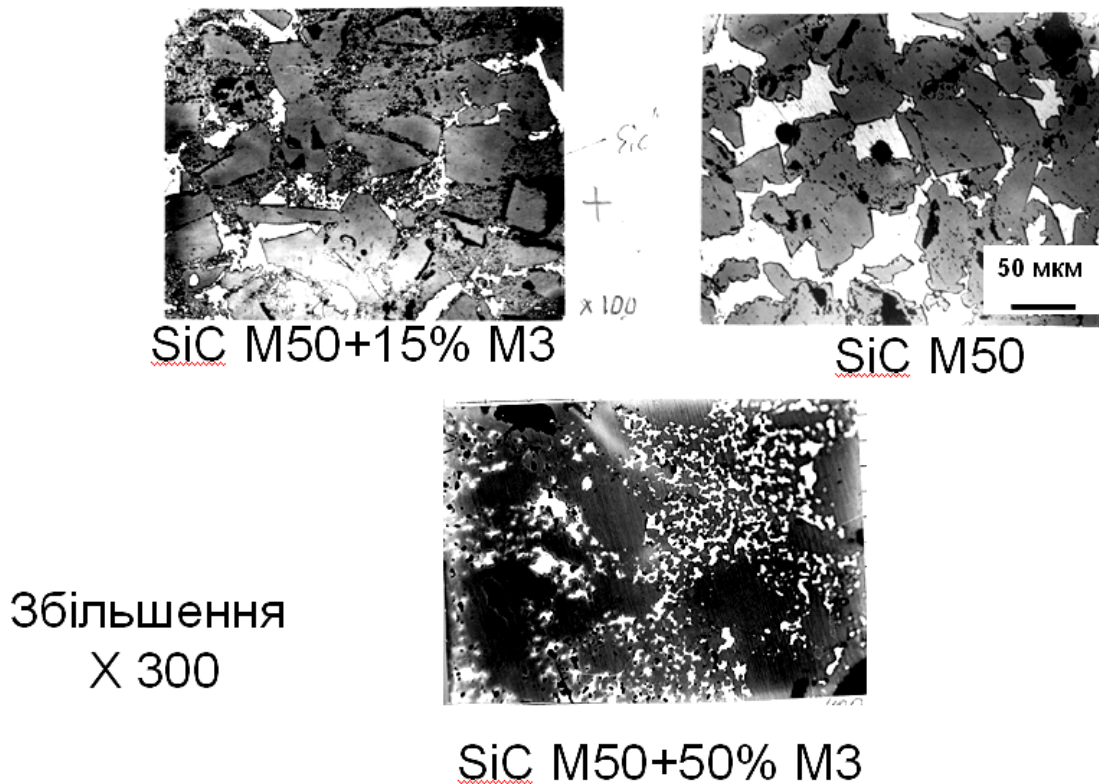


Рис. 5. Структура SiC. Оптична мікроскопія.

За допомогою модельного експерименту (рис. 6) встановлено факт заліковування тріщин при витримці при температурі і певному механічному напруженні. Температура ТМО визначається як температура максимуму на залежності  $\sigma_f=f(t)$  (Рис.6), а напруження  $\sigma=(0.8-0.9)\sigma_f$ .

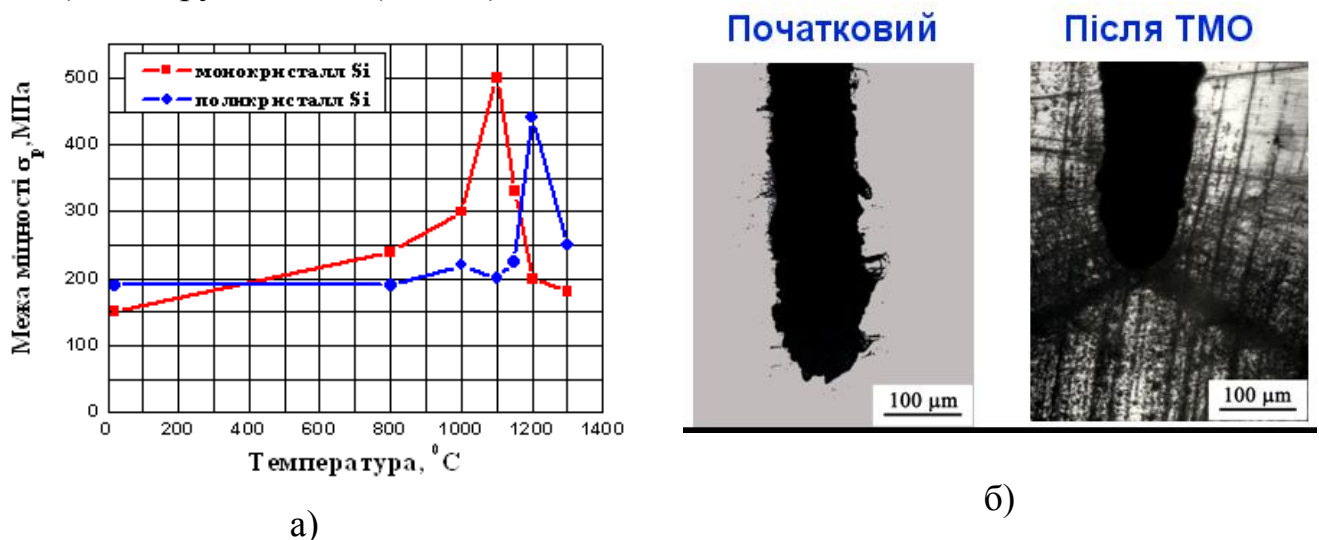


Рис. 6. Температурна залежність межі міцності кремнію (а) та заліковування тріщини при температурі під напруженням (б)

На основі даних експерименту розроблено методику термомеханічної обробки (ТМО) керамічних матеріалів SiC і Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> (для порівняння), що дозволяє підвищити міцність матеріалу при кімнатній температурі в 1,5 рази, а тріщиностійкість навіть в 2,5 рази, порівняно з вихідним матеріалом (таблиця 3).

Таблиця 3. Режими ТМО для керамік та кремнію.

Матеріал	надріз	Режим ТМО	Стан	K <sub>1C</sub> , МН/м <sup>3/2</sup>	σ <sub>p</sub> , МПа
Монокрист. Si {110} <112>	є	K <sub>1</sub> = 0,82 МН/м <sup>3/2</sup> 1150°C/1 час	Початковий Після ТМО	1,05 2,26	
Поликрист. Si	є	K <sub>1</sub> = 1,05 МН/м <sup>3/2</sup> 1150°C/10 мин	Початковий Після ТМО	1,34 3,46	
Поликрист. Si	немає	σ = 160 МПа 1150°C/10 мин	Початковий Після ТМО		205 310
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	немає	σ = 320 МПа 850°C/10 мин	Початковий Після ТМО		402 495
SiC	немає	σ = 200 МПа 750°C/10 мин	Початковий Після ТМО		250 307

В п'ятому розділі методом АЕ вивчені особливості механічної поведінки і механізму деформації досліджених матеріалів.

В розділі 5.1 розроблено методику неруйнівного контролю міцності керамічних матеріалів на основі карбиду кремнію. Поставлене в роботі завдання вирішувалася в такий спосіб. З наявних партій зразків РКМ-1 і РКМ-2 випадковим чином були зроблені вибірки по 20 штук і доведені до руйнування при згині (за 1 цикл навантаження) згідно з описаною раніше методикою. Статистична обробка результатів механічних випробувань показує, що відмінність між середніми вибірковими величинами меж міцності при руйнуванні за 1 цикл  $\bar{\sigma}_p^I$ , визначеними по 20 і 10 зразкам, оцінене за критерієм Стьюдента, є статистично незначним. Це дає можливість в подальшому обмежуватись 10 зразками при визначенні  $\bar{\sigma}_p^I$ , не зменшуючи при цьому точність.

При цьому встановлено, що відносно інтенсивна АЕ (зростання активності АЕ, амплітуди подій, різкий підйом на кривій сумарної АЕ) починається лише при напруженні  $\sigma = (0,7 \div 0,8) \bar{\sigma}_p^I$ .

Після проведення такої контрольної серії випробувань з решти зразків знову були зроблені вибірки по 10 штук, проведено навантаження зразків до  $0,8 \bar{\sigma}_p^I$ , потім розвантаження і знову навантаження при напруженні того ж знака до руйнування. Різниця середніх вибіркових значень межі міцності при такому 2х-цикловому навантаженні  $\bar{\sigma}_p^{II}$  і раніше визначеним  $\bar{\sigma}_p^I$  знов статистично незначне, а це дозволяє стверджувати, що попереднє навантаження не знижує межу міцності досліджуваних РКМ.

Справедливість даного висновку опосередковано підтверджується також наявністю в РКМ ефекту Кайзера - повною відсутністю сигналів АЕ на стадії розвантаження і на стадії навантаження в II циклі аж до максимального навантаження 1-го циклу (рис. 7б), що свідчить про припинення на цих стадіях процесів зародження і зростання дефектів, що призводять до «ослаблення» матеріалу. В процесі випробувань зразків РКМ на 3-х точковий вигин встановлено, що найбільш інформативним параметром АЕ, що характеризує межу міцності матеріалу, є сумарна амплітуда  $\Sigma U$ . У зв'язку з цим було висловлено припущення, що руйнування зразка досліджуваного матеріалу відбувається при досягненні сумарною амплітудою деякого значення  $\Sigma U_0$  і приріст сумарної амплітуди  $d\Sigma U$  при нескінченно малому прирості напруги  $d\sigma$  описується виразом:

$$d\Sigma U = \mu \Sigma U d\sigma, \quad (7)$$

де  $\mu$  - деякий коефіцієнт. Інтегруючи вираз (7), маємо:

$$\int_{\Sigma U}^{\Sigma U_0} \frac{d\Sigma U}{\Sigma U} = \int_{\sigma}^{\sigma_p} \mu d\sigma$$

$$\ln \Sigma U = \ln \Sigma U_0 - \mu \sigma_p + \mu \sigma \quad (8)$$

Вважаючи у виразі (8)  $\sigma = \alpha \sigma_p$ , де  $\alpha = \text{const}$ , отримаємо:

$\ln \Sigma U = \ln \Sigma U_0 - \mu \sigma_p (1 - \alpha)$  і у підсумку маємо:

$$\sigma_p = A - B \cdot \ln \Sigma U, \quad (9)$$

де  $A$  і  $B$  – константи для даного матеріалу.

Експериментально встановлено, що зв'язок між значенням сумарної амплітуди АЕ (при значенні прикладеного до зразка напруження  $\sigma = 0,8 \bar{\sigma}_p^I$ ) і межею міцності зразка на вигин  $\sigma_p$  дійсно з хорошою точністю описується рівнянням (9) (рис. 7а), що підтверджує справедливість висловлених раніше припущень.

З урахуванням вищесказаного можна сформулювати алгоритм визначення межі міцності РКМ за даними АЕ:

- з наявної партії зразків випадковим чином відбираються 10 штук і доводяться до руйнування з метою визначення середнього вибіркового значення межі міцності  $\bar{\sigma}_p^I$ ;
- всі зразки, що залишилися, навантажуються до  $\sigma = 0,8 \bar{\sigma}_p^I$  одночасним записом сумарною амплітуди АЕ, в результаті чого визначається  $\Sigma U$  для кожного зразка;
- знаючи величину  $\Sigma U$  для кожного зразка, за рівнянням (9) або градувальним графіком (рис. 7а) визначаємо його межу міцності  $\sigma_p$ .

Також була зроблена спроба оцінки межі міцності за іншим критерієм -  $\sigma_{AE}$  - напруження переходу від дискретної АЕ до безперервної (коли часовий інтервал між сигналами АЕ стає меншим за їх тривалість). Після проведення контрольної серії випробувань (1-циклового навантаження до руйнування на вибірці з 10 зразків) був відзначений загальний для всіх матеріалів характерний момент: при певному напруженні  $\sigma_{AE}$  чітко фіксується зміна характеру АЕ з дискретного на безперервний,

При цьому чітко видно зв'язок  $\sigma_{AE}$  з межею міцності зразка матеріалу  $\sigma_p$ :  $\sigma_{AE} = (0,4 - 0,5) \sigma_p$  для РСНК і ГПНК;  $\sigma_{AE} = (0,6 - 0,7) \sigma_p$  для РКМ.

Подальший аналіз експериментальних даних показав, що набір значень  $\sigma_p$  і відповідних їм  $\sigma_{AE}$ , дійсно, з хорошою точністю апроксимується лінійною залежністю виду:

$$\sigma_p = a + b\sigma_{AE} \quad (10)$$

При цьому характер залежності для всіх досліджуваних матеріалів зберігається, змінюються лише коефіцієнти  $a$  і  $b$  (рис. 7б, 7в).

Розбіжність між розрахунковими і фактичними значеннями межі міцності  $\sigma_p$ , що характеризується середньою відносною похибкою  $\delta_{cp}$ , досить мала і не перевищує 3%. У той час, як при оцінці по середньому вибірковому значенню, величина  $\delta_{cp}$  досягає 15%, а величина максимальної відносної похибки  $\delta_{max}$  - 54%.

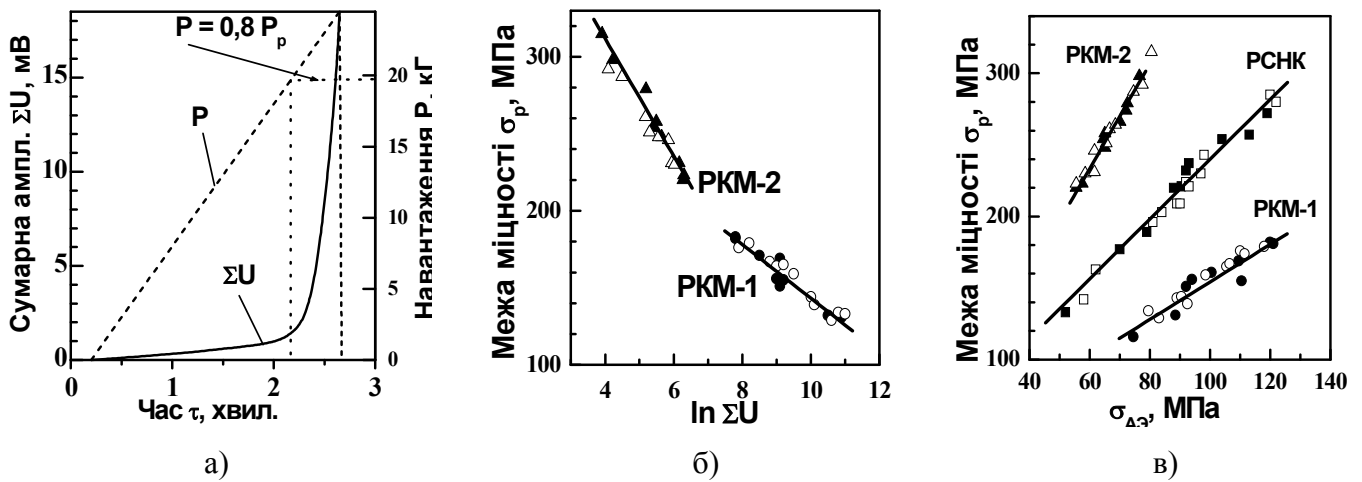


Рис. 7. Залежності для оцінки межі міцності досліджуваних матеріалів за різними методиками: а - за величиною  $\ln \Sigma U$ ; б, в - за величиною  $\sigma_{AE}$ . Лінії відповідають розрахунковим рівнянням, точки - експериментальним значенням межі міцності (суцільні точки - 1-циклове, порожнисті - 2х-циклове навантаження)

В розділі 5.2 Показано принципову відмінність характеру АЕ в матеріалах, що складаються лише з крихких фаз (SiC) та в матеріалі, що містить пластичну фазу (WC-Co).

В роботі досліджено самозв'язаний карбід кремнію різного фракційного складу: монофракція М5 (розмір зерна 5 мкм) и поліфракційний склад - 40%М100+40%М28+20%М10. Вміст вільного кремнію близько 10%. Для порівняння також досліджено зразки твердих сплавів WC-Co (А: 94%WC+6%Co; В: 90,5%WC+2,5%TaC+7%Co) із середнім розміром зерна WC - 1,2 мкм і алюмінієвий сплав с додатками Zn, Mg, Cu, Mn, Zr і Sc (типа В96Ц1).



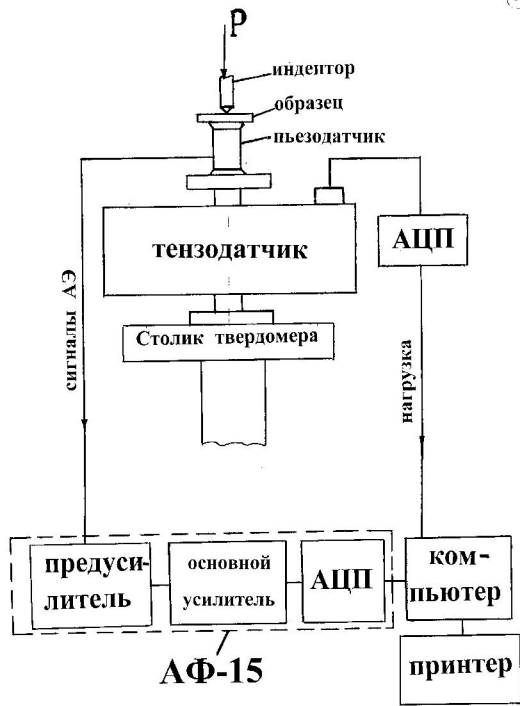


Рис.8. Схема реєстрації АЕ в процесі індентування

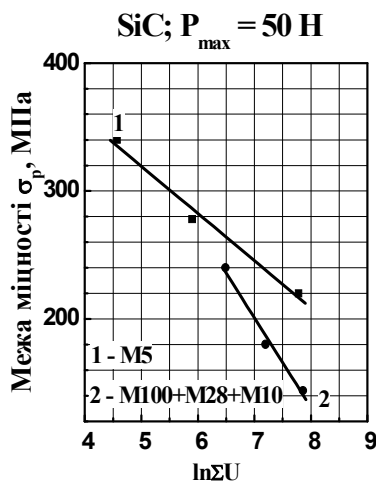
Індентування відбувалось на макротвердомірі Віккерса із записом кривої навантаження при максимальному навантаженні  $P=50\text{Н}$  и  $P=100\text{Н}$ . Швидкість навантаження становила  $0,4\text{ Н/с}$ . Схема експерименту дана на рис. 8. П'єзодатчик мав робочу смугу частот  $200\text{-}500\text{ кГц}$  и коефіцієнт перетворення  $1,6 \cdot 10^9\text{ В/м}$ . Загальне підсилення -  $75\text{ дБ}$ .

Поставлена в роботі задача вирішувалась наступним чином. На зразки, межа міцності яких була визначена раніше, наносили по 5 відбитків твердості. В процесі кожного акту індентування реєстрували АЕ.

Для всіх досліджених матеріалів встановлена взаємно однозначна залежність між середньою для даного зразка величиною  $\Sigma U$  (сумарної амплітуди АЕ протягом усього акту індентування з моменту початку

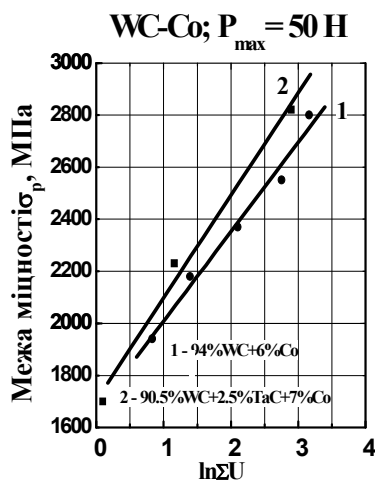
навантаження аж до максимального значення  $P_{\text{max}}$ ) і  $\sigma_p$  (межею міцності даного зразка), що достатньо точно апроксимується в логарифмічних координатах рівнянням (см, рис. 9):

$$\sigma_p = A \pm B \ln \Sigma U \quad (11)$$



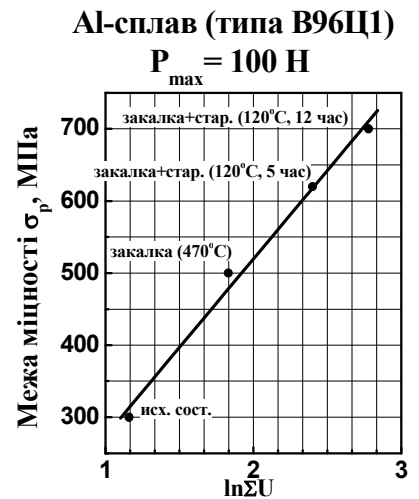
1 -  $A = 504; B = 37$  [МПа]  
2 -  $A = 692; B = 70$  [МПа]

а)



1 -  $A = 1665; B = 343$  [МПа]  
2 -  $A = 1705; B = 393$  [МПа]

б)



$A = 29\text{ МПа} \quad B = 245,3\text{ МПа}$

в)

Рис. 9. Залежність межі міцності зразка  $\sigma_p$  від величини середньої сумарної амплітуди  $\Sigma U$  при індентуванні.

Слід зазначити істотне розходження в характері залежностей  $\sigma_p$  від величини  $\ln \Sigma U$  для SiC і інших матеріалів. У SiC, який руйнується крихко, при навантаженні відбувається утворення і зростання мікротріщин і зареєстровані сигнали АЕ пов'язані, ймовірно, з цими процесами. Чим більше величина  $\Sigma U$  при даному рівні напруження в даному зразку, тим інтенсивніше йдуть процеси утворення і зростання дефектів і, отже, тим нижче виявляється межа міцності цього зразка.

Тобто спостерігається повна аналогія зі згином. Цього і слід було очікувати, так як при однаковому навантаженні на індентор і однаковій твердості зразків HV в межах однієї партії напруження під індентором  $\sigma$  також однакове ( $\sigma = HV = \text{const}$ ), а, значить, параметр  $\Sigma U$  фіксувався при  $\sigma = \text{const}$ , як і при згині.

У разі WC-Co і Al - сплаву ситуація зовсім інша. Ймовірно, АЕ в значній мірі обумовлена пластичною деформацією, а не руйнуванням. Наведені експериментальні залежності на рис. 9б і 9в дозволяють здійснювати оцінку межі міцності методом вимірювання АЕ при індентуванні. Однак, для теоретичного обґрунтування ходу залежностей  $\sigma_p = f(\ln \Sigma U)$  потрібні додаткові дослідження.

Слід також відзначити, що точність оцінки межі міцності конкретного зразка згідно розрахунковому рівнянню (11) у 5-6 разів вище, ніж при традиційній оцінці по вибірковому середньому. Відносна похибка  $\delta_{\text{отн}} = |\sigma_p^{\text{факт}} - \sigma_p^{\text{расч}}| / \sigma_p^{\text{факт}}$  в першому випадку не перевищує 4%, у другому ж випадку досягає 20% і більше.

## ЗАГАЛЬНІ ВИСНОВКИ

1. Отримані результати дають підставу розглядати для WC-Co сплавів 3 температурних інтервали з різним механізмом пластичної деформації:

- низькотемпературний інтервал ( $t < 600\text{--}800$  °С). Пластична деформація в процесі механічних випробувань має місце лише в Со - зв'язці, що обумовлює дуже низьку пластичність до руйнування.
- середньотемпературний інтервал (від 600–800 до 1000 °С). Пластична деформація має місце не тільки в зв'язці, але і в WC-каркасі, що призводить до дуже сильного деформаційного зміцнення.
- високотемпературний інтервал 1000 °С (і частково 800 °С тільки для субмікронної фракції). Зернограничне проковзування (яке характерно для надпластичної деформації) є переважним механізмом деформації. Наявність цього механізму підтверджується низьким значенням межі плинності і зниженням його зі зменшенням розміру зерна WC, високим значенням пластичності до руйнування, низькими значеннями коефіцієнта і показника деформаційного зміцнення. Не виключено, що прояв зернограничного проковзування став можливим завдяки низькій швидкості деформації при механічних випробуваннях ( $7 \cdot 10^{-5}$  с<sup>-1</sup>).

2. Поведінка твердих сплавів WC-Co при нагріванні характеризується наявністю в'язко-крихкого переходу. Фізична температура переходу дорівнює 200 - 300 °С для мікронних і 600-700 °С - для субмікронних фракцій. Однак для всіх сплавів істотна пластичність до руйнування спостерігається лише при температурах вище 600-700 °С.

3. Величина межі міцності  $\sigma_f$  зменшується з ростом температури повільно, як і величина модуля Юнга, аж до 600 °С, а при  $T > 600$  °С – більш різко, як і межа

плинності  $\sigma_s$ , яка залежить від вмісту кобальту. При низьких температурах, де  $\sigma_f < \sigma_b$ , співвідношення  $\sigma_f/\sigma_b$  зменшується при зниженні пластичності, яку можна оцінити за допомогою характеристики пластичності  $\delta_H$ , отриманої при вимірюванні твердості.

4. Межа плинності  $\sigma_s$  (визначена для дуже малого ступеню деформації 0,01%) швидко збільшується зі зменшенням температури і при перетині кривих  $\sigma_s$  (Т) і  $\sigma_f$  (Т) має місце в'язко-крихкий перехід. Відношення  $HV/\sigma_s$  різко зростає з підвищенням температури від значення  $\approx 3$  при кімнатній температурі до  $\approx 30-40$  при  $1000^\circ\text{C}$ . Але співвідношення  $HV/\sigma_{7.6\%} \approx 3$  в широкому температурному інтервалі.

5. Збільшення вмісту кобальту в сплаві WC-Co призводить до зростання пластичності до руйнування  $\delta$  і характеристики пластичності  $\delta_H$  у всьому вивченому інтервалі температур. Запропоновано рівняння, що описує залежність  $\delta$  від концентрації Co. При температурах нижче  $800^\circ\text{C}$  мікронна фракція має більш високу пластичність, ніж субмікронна. Однак пластичність субмікронної фракції з ростом температури зростає швидше і при  $800$  і  $1000^\circ\text{C}$  в сплавах з меншим розміром зерна WC (NY і NYA) спостерігається більша пластичність.

6. Сплави WC-Co характеризуються високим деформаційним зміцненням навіть при  $800$  і  $1000^\circ\text{C}$ , що можна пояснити високим значенням модуля зсуву G фази WC і низьким значенням середньої величини вільного пробігу дислокацій в площині ковзання для кобальтової зв'язки і частинок WC.

7. Встановлено залежності міцності самозв'язаного SiC поліфракційного складу від розміру і співвідношення фракцій. Показано, що максимальні властивості реалізуються в двофракційній області.

8. Проведено дослідження і дано фізичне трактування температурної залежності міцності SiC з використанням узагальненої схеми деформації. Отримано експериментальне підтвердження (модельний експеримент на кремнії) зазначеного трактування. Запропоновано методику ТМО керамічних матеріалів з метою підвищення міцності.

9. Розроблено і теоретично обґрунтовано 2 методики неруйнівного контролю міцності досліджуваних матеріалів методом АЕ. Показано принципову відмінність характеру АЕ в матеріалах, що складаються лише з крихких фаз (SiC) та в матеріалі, що містить пластичну фазу (WC-Co).

## СПИСОК РОБІТ, ОПУБЛІКОВАНИХ ЗА ТЕМОЮ ДИСЕРТАЦІЇ

1. Дыбань, Ю.П. Влияние зернового состава SiC-наполнителя на структуру и прочность реакционноспеченного карбида кремния / Ю.П. Дыбань, В.М. Миролюз, И.В. Гриднева, В.Д. Базилевич, С.И. Чугунова, **В.А. Гончарук** // Порошковая металлургия. – 1989. №8. – С. 73-81.

2. Исследование по повышению механических свойств стержней из твердых сплавов зонным переплавом / Ю.Б. Падерно, В.А. Кривцов, Ю.Б. Асоченский, **В.А. Гончарук** // Перспективные композиционные материалы. – ИПМ АН УССР, 1990. – С.21-27.

3. Мильман, Ю.В. Изучение механических свойств керамики методом акустической эмиссии / Ю.В.Мильман, В.В.Данилов, **В.А. Гончарук**// Polish Ceramic Bulletin. – 1994. – Vol.45, No.7. – P.197-211.
4. Иполитова, Г.В. Механическая и термическая стойкость SiC-носителей катализатора / Г.В. Иполитова, Л.А. Шипилова, Ю.П. Дыбань, **В.А. Гончарук**, И.В. Гончарова // Порошковая металлургия. – 1996. – №11-12. – С.29-36.
5. Milman, Yu.V. Low and high temperature hardness of WC-6wt%Co alloys / Yu.V. Milman, S.I. Chugunova, **V.A. Goncharuck**, S. Luyckx, I.T. Northrop // Inter. J. of Refractory Metals & Hard Materials. – 1997. – Vol. 15. – P.97-101.
6. Milman, Yu.V. Effect of crack-tip stress relaxation under load on silicon strength characteristics / Yu.V. Milman, I.V. Gridneva, I.V. Goncharova, **V.A. Goncharuck** // Science of Sintering. – 1998. – Vol.30(1). – P.29-36.
7. Мильман, Ю.В. Механические свойства и механизм деформации WC-Co твердых сплавов в широком температурном интервале / Ю.В. Мильман, С. Люкс, **В.А. Гончарук**, С.И. Чугунова, Дж.Т. Нортроп, И.В. Гончарова // Электронная микроскопия и прочность материалов. – 2001. – Вып.11. – С.164-176.
8. Мильман, Ю.В. Акустическая эмиссия в керамических материалах на основе нитрида и карбида кремния при изгибе / Ю.В. Мильман, Ю.Г. Гогоци, **В.А. Гончарук** // Доповіді НАН України. – 2001. – №11. – С.68-74.
9. Milman, Yu.V. Results from bending tests on submicron and micron WC-Co grades at elevated temperatures / Yu.V. Milman, S. Luyckx, **A.V. Goncharuck**, J.T. Northrop // Inter. J. of Refractory Metals & Hard Materials. – 2002. – Vol.20. – P.71-79.
10. Slipenyk, A. Properties of P/M processed particle reinforced metal matrix composites specified by reinforcement concentration and matrix-to-reinforcement particle size ratio / A. Slipenyk, M. Kuprin, Yu. Milman, **V. Goncharuk**, J. Eckert // Acta Materialia. – 2006. – Vol.54, issue 1. – P.157-166.
11. А.с. 1696995 СССР, МКИ<sup>3</sup> G 01 N 29/14. Способ неразрушающего контроля прочности изделий из хрупких материалов / А.М. Лексовский, Ю.В. Мильман, В.В. Данилов, **В.А. Гончарук**, Б.Л. Баскин, И.В. Гриднева, С.И. Чугунова, Р.Г. Тимченко (СССР). – №4721779/28; заявл. 20.07.89; опубл. 07.12.91, Бюл.№45.
12. Гнесин, Г.Г. Структура и механические свойства керамики на основе самосвязанного карбида кремния / Г.Г. Гнесин, Ю.П. Дыбань, В.М. Миролюз, **В.А. Гончарук** // Межотраслевая научная конференция “Конструкции и технология получения изделий из неметаллических материалов” (Москва, 1990). Материалы конференции. – М.: ВНИИМИ, 1990. – С.21-22.
13. Данилов, В.В. Акустическая эмиссия при деформировании и разрушении самосвязанного SiC / В.В. Данилов, Б.Л. Баскин, **В.А. Гончарук** // VII Всесоюзный семинар “Получение, свойства и применение нитридов и карбидов” (Рига, Латвия, апрель 1991). Сборник трудов. – Рига, 1991. – С.21-23.
14. Luyckx, S. Comparison of plastic and elastic behaviour of submicron and micron-sized WC-Co grades at temperatures between 20 to 1000 °C / S. Luyckx, I.T. Northrop, Yu.V. Milman, **V.A. Goncharuck** // 1998 Powder Metallurgy World Congress and Exhibition (Granada, Spain, 18-22 October 1998). Proceedings. – Granada, 1998. – Vol. 4. – P.27-39.

15. Мильман, Ю.В. Акустическая эмиссия при индентировании материалов / Ю.В. Мильман, А.Н. Слипенюк, А.И. Сирко, **В.А. Гончарук** // IV Международный семинар “Современные проблемы прочности” (Старая Русса, Россия, 18-22 сентября 2000). Сб. научных трудов. – Старая Русса, 2000. – С.92-98.

16. Milman, Yu.V. Mechanical properties in bending tests and mechanical behaviour of submicron and micron WC-Co grades at elevated temperatures / Yu.V. Milman, S.B. Luyckx, **V.A. Goncharuck**, J.T. Northrop // 15<sup>th</sup> International Plansee Seminar, P/M Hard Materials; eds. G. Kneringer, P. Rödhammer and H. Wildner (Plansee Holding AG, Reutte, Austria, May 2001). Proceedings. – Reutte, 2001. – Vol.2. – P.75-90.

17. Мильман, Ю.В. Исследование механических свойств и механизма деформации твердых сплавов WC-Co в широком температурном интервале / Ю.В. Мильман, С. Люкс, С.И. Чугунова, **В.А. Гончарук**, И.В. Гончарова, Н.И. Даниленко // XXVII Международного семинара “Актуальные проблемы прочности” (Киев, Украина, 3-5 июля 2001). Сб. трудов. – Киев, 2001. – С.47-48.

18. Мильман, Ю.В. Исследование поведения материалов методом акустической эмиссии в процессе индентирования / Ю.В. Мильман, А.Н. Слипенюк, **В.А. Гончарук** // Международная конференция «Современное материаловедение: достижения и проблемы»: MMS-2005, под ред. В.В. Скорохода (Киев, Украина, 26-30 сентября 2005). Тезисы докладов. – Т.1. – С.876-877.

## АНОТАЦІЯ

**Гончарук В.А. Вплив структурних факторів на механічні властивості високоміцних композиційних матеріалів на основі тугоплавких сполук.** – Рукопис.

Дисертація на здобуття наукового ступеня кандидата фізико-математичних наук за спеціальністю 01.04.07 – фізика твердого тіла – Інститут проблем матеріалознавства ім. І.М. Францевича НАН України, Київ, 2021

Проведено системний аналіз механічної поведінки сплавів WC-Co (на отриманих в ідентичних умовах сплавах вивчено вплив розміру часток матриці WC, вмісту Co – зв'язки та температури на комплекс механічних властивостей). Визначено механічні характеристики в широкому інтервалі температур в процесі випробувань на згин. Встановлено 3 температурних інтервали з різним механізмом пластичної деформації.

Встановлено температури в'язко-крихкого переходу досліджених сплавів, коефіцієнти та показники деформаційного зміцнення. Дано фізичне трактування отриманих результатів.

Методом планування експерименту (рівняння регресії) встановлено залежності міцності та тріщиностійкості самозв'язаного SiC поліфракційного складу від розміру і співвідношення фракцій. Показано, що максимальні властивості реалізуються в двофракційній області.

Проведено модельний експеримент та вивчено заліковування тріщини при підвищеній температурі під механічним напруженням. Розроблено і теоретично обґрунтовано методику термомеханічної обробки керамічних карбідокремнієвих матеріалів з метою підвищення міцності та тріщиностійкості.

Вивчено поведінку досліджених композиційних матеріалів методом акустичної емісії при механічному навантаженні. Розроблено і теоретично обгрунтовано 2 методики неруйнівного контролю міцності досліджуваних матеріалів методом АЕ. Показано принципову відмінність характеру АЕ в матеріалах, що складаються лише з крихких фаз (SiC) та в матеріалі, що містить пластичну фазу (WC-Co).

**Ключові слова:** межа міцності, межа плинності, пластичність до руйнування, тверді сплави, самозв'язаний карбід кремнію, акустична емісія.

## АННОТАЦИЯ

**Гончарук В.А. Влияние структурных факторов на механические свойства высокопрочных композиционных материалов на основе тугоплавких соединений. – Рукопись.**

Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 – физика твердого тела – Институт проблем материаловедения им. И.Н. Францевича НАН Украины, Киев, 2021.

Проведен системный анализ механического поведения сплавов WC-Co (на полученных в идентичных условиях сплавах изучено влияние размера частиц матрицы WC, содержания Co - связи и температуры на комплекс механических свойств). Определены механические характеристики: пределы прочности и текучести, пластичность до разрушения в широком интервале температур в процессе испытаний на изгиб. Установлены температуры вязко-хрупкого перехода. Определены коэффициенты и показатели деформационного упрочнения исследованных сплавов. Дана физическая трактовка полученных результатов.

Выделены 3 температурных интервала с различным механизмом пластической деформации: низкотемпературный интервал (пластическая деформация в процессе механических испытаний имеет место лишь в Co-связке, что обуславливает очень низкую пластичность до разрушения); среднетемпературный интервал (пластическая деформация имеет место не только в связке, но и в WC-каркасе, что приводит к очень сильному деформационному упрочнению); высокотемпературный интервал (зернограничное проскальзывание является преимущественным механизмом деформации).

Методом планирования эксперимента (уравнение регрессии) установлены зависимости прочности и трещиностойкости самосвязанного SiC полифракционного состава от размера зерна SiC и соотношения фракций. Показано, что максимальные значения механических свойств достигаются для двухфракционных составов.

Проведен модельный эксперимент на моно и поликристаллическом кремнии. Получена температурная зависимость предела прочности и изучено залечивание трещины при повышенной температуре под механическим напряжением. Показано, что оптимальная температура для этого примерно соответствует пику на кривой предела прочности. Механическое напряжение примерно равно 80 - 90 % от предела прочности при заданной температуре. На основании этого впервые разработана и теоретически обоснована методика термомеханической обработки керамических карбидокремниевых материалов (и как сопутствующий результат – для кремния) с целью повышения прочности и трещиностойкости.

Изучено поведение исследованных композиционных материалов методом акустической эмиссии (АЭ) при механическом нагружении в процессе испытаний на трехточечный изгиб и при индентировании. Установлено, что наиболее информативным параметром АЭ, характеризующим процессы зарождения и развития дефектов в материале является суммарная амплитуда. На основании экспериментальных данных разработаны 2 методики неразрушающего контроля прочности исследуемых материалов методом АЭ. Дано теоретическое обоснование упомянутым методикам. Доказано, что в процессе определения предела прочности материала, он не повреждается.

Показано принципиальное отличие характера АЕ в материалах, состоящих только из хрупких фаз (SiC) и в материалах, содержащем пластичную фазу (WC-Co). В первой группе материалов АЭ, по-видимому, обусловлена зарождением и движением трещин, во второй – в основном движением дислокаций. Этим объясняется и различный ход зависимостей предела прочности от величины суммарной амплитуды АЭ.

**Ключевые слова:** предел прочности, предел текучести, пластичность до разрушения, твердые сплавы, самосвязанный карбид кремния, акустическая эмиссия.

#### ABSTRACT

**Goncharuk V. A/ Influence of structural factors on the mechanical properties of high-strength composite materials based on refractory compounds.**– Manuscript.

Thesis for candidate's degree, specialty 01.04.07 – solid state physics – Frantsevich Institute for Problems of Materials Science, NAS of Ukraine, Kyiv, 2021

A systematic analysis of the mechanical behavior of WC-Co alloys was carried out (on alloys obtained under identical conditions, the influence of the size of particles of the WC matrix, the content of Co-binder and temperature on the complex of mechanical properties was studied). Mechanical characteristics were determined in a wide temperature range during bending tests. Three temperature intervals with different mechanisms of plastic deformation have been established. The temperatures of ductile-brittle transition of the investigated alloys, coefficients and indicators of strain hardening have been established. A physical interpretation of the results obtained is given. The experiment planning method (regression equation) established the dependences of the strength and crack resistance of the self-bonded SiC polyfraction composition on the size and ratio of fractions. It is shown that the maximum properties are realized in the two-fraction region. A model experiment was carried out and the healing of a crack at an elevated temperature under mechanical stress was studied. A technique for thermomechanical treatment of ceramic silicon carbide materials with the aim of increasing strength and crack resistance has been developed and theoretically substantiated. The behavior of the investigated composite materials is studied by the method of acoustic emission under mechanical loading. Two methods of non-destructive testing of the strength of the investigated materials by the AE method were developed and theoretically substantiated. A fundamental difference in the character of AE is shown in materials consisting only of brittle phases (SiC) and in a material containing a plastic phase (WC-Co).

**Key words:** tensile strength, yield strength, plasticity before fracture, hard alloys, self-bonded silicon carbide, acoustic emission.