

НАЦІОНАЛЬНА АКАДЕМІЯ НАУК УКРАЇНИ  
Інститут проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича

*Кваліфікаційна наукова робота  
на правах рукопису*

**ЛАПТЄВ АНАТОЛІЙ ВАСИЛЬОВИЧ**

УДК: 539.63:621.762.4/.5:(669-138+666.798.2)

**ДИСЕРТАЦІЯ**

**ОСОБЛИВОСТІ КОНСОЛІДАЦІЇ, ФОРМУВАННЯ СТРУКТУРИ ТА  
ВЛАСТИВОСТЕЙ ПОРОШКОВИХ МАТЕРІАЛІВ ПІД ДІЄЮ УДАРНОГО  
НАВАНТАЖЕННЯ В ШИРОКОМУ ДІАПАЗОНІ ТЕМПЕРАТУР**

Спеціальність 05.16.06 -Порошкова металургія і композиційні матеріали

Подається на отримання наукового ступеня - доктор технічних наук

Дисертація містить результати власних досліджень. Використання ідей, результатів і текстів інших авторів мають посилання на відповідне джерело

\_\_\_\_\_ А. В. Лаптєв  
(підпис, ініціали та прізвище здобувача)

Київ 2023

## АНОТАЦІЯ

**Липтєв А. В. Особливості консолідації, формування структури та властивостей порошкових матеріалів під дією ударного навантаження в широкому діапазоні температур.**

Дисертація на здобуття наукового ступеня доктора технічних наук зі спеціальності 05.16.06 «Порошкова металургія та композиційні матеріали». – Інститут проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича НАН України, Київ, 2023.

Дисертацію присвячено вирішенню важливої науково-технічної проблеми отримання високощільних однофазних та гетерофазних порошкових матеріалів з дрібнозернистою структурою та підвищеними механічними і функціональними властивостями для роботи в умовах дії інтенсивних механічних та електричних навантажень при кімнатній та підвищеній температурах.

Для вирішення зазначеної проблеми використано концепцію про активацію процесу схоплювання між частинками порошку при зниженій температурі за рахунок підведення механічної енергії. При цьому рівень механічної енергії або кінетична енергія удару повинні забезпечити високий тиск ( $>1000$  МПа), підвищену ступінь деформації ( $>40\%$ ) та високу швидкість деформації ( $50-100$  с<sup>-1</sup>). Розроблено відповідне обладнання та технологія ущільнення у вакуумі порошоків під дією ударного навантаження з підвищеним рівнем кінетичної енергії та збільшеною деформацією порошкових брикетів. Досліджено та встановлено температурно-часові параметри ударного ущільнення з постійною питомою енергією різних металевих порошоків, що забезпечують формування за тисячні частки секунди міцної границі поміж порошковими частинками, які характеризуються як низькою (мідь), так і високою (вольфрам) температурою плавлення.

Показано, що утворення міцного зв'язку поміж однорідними металевими частинками при їх ударному ущільненні в жорсткій матриці, що триває кілька тисячних часток секунди, відбувається при температурі  $0,5-0,55 T_{пл}$ , тиску  $1200$  МПа, пластичної деформації частинок  $50-70\%$  в той час, коли температура однієї термічної активації схоплювання металів, виходячи з кінетичної теорії міцності, дорівнює  $0,6-0,65 T_{пл}$ . При більш високих, ніж  $0,55$ , гомологічних температурах ударного ущільнення порошоків спостерігається у зразках інтенсивна

рекристалізація, яка проходить за час охолодження зразка, тобто за 10-30 с, що побічно підтверджує проходження процесу схоплювання між частинками за час ударного ущільнення. Леговані порошки, наприклад, нержавіючої сталі X17H2, порошки ніхрому X20H80 та інтерметалевої сполуки  $Ni_3Al$ , які виявляють низьку здатність до усадки при вільному спіканні, можна ущільнити в жорсткій матриці до високощільного стану і забезпечити міцний зв'язок між частинками при гомологічних температурах відповідно 0,8, 0,85 та 0,9. Досліджено ударне ущільнення біметалічних композитів, що складаються з практично невзаємодіючих металів таких як Ag-Ni, Cu-W, Cu-Cr, яке показало, що високощільні та міцні зразки можна отримати у твердій фазі, тобто без розплавлення легкоплавкого металу із збереженням дрібнозернистої структури.

Детальні дослідження ударного ущільнення проведені на традиційних композитах або твердих сплавах WC-Co, а також композитах, що містять карбід вольфраму та різні зв'язки – металеві (Ni, Cu) та одну інтерметалідну ( $Ni_3Al$ ). Ударне ущільнення як у твердій, так і рідкій фазах композитів WC-Co з об'ємним вмістом пластичного кобальту від 25 до 55 % дозволило встановити принципову можливість отримання міцних зразків у твердій фазі, оскільки саме в твердій фазі, а точніше, при температурах 1150-1250 °C відбувається утворення міцного зв'язку поміж карбідом вольфраму та кобальтом за час ударного ущільнення, що дорівнює 0,003-0,005 с. Однак одноразове ударне ущільнення в жорсткій матриці композитів з невеликим об'ємним вмістом пластичної фази (25-40 %) не дозволяє повністю усунути пористість зразків через наявність у них карбідного каркасу. Такий каркас вдається частково зруйнувати під дією удару при температурі, коли з'являється рідка фаза. Це призводить до зменшення ступеню контакту карбідних частинок, збільшення ступеню зміцнення металевої зв'язки і в результаті до покращення якості зразків. Показано також, що ударне твердофазне ущільнення є ефективним при отриманні композитів на основі карбиду вольфраму і зв'язок з міді (50 об. %) та інтерметаліду  $Ni_3Al$  (55 об. %).

Розглянуто механізм міцності на вигин композитів на основі карбиду вольфраму та металевих зв'язок, який за умови відсутності великих дефектів у структурі зразків засновано на обліку двох факторів: міцності металевого прошарку

та міцності міжфазної границі. Максимальна міцність на вигин композиту досягається незалежно від кількості металевої зв'язки у випадку, коли структура композиту характеризується присутністю металевої фази у вигляді тонких прошарків, що мають найбільш високу міцність, що дорівнює міцності ниткоподібних кристалів.

Запропоновано нове рівняння у вигляді залежності тиску від відносної щільності з чотирма константами, що дозволяє описати увесь процес ущільнення порошків у жорсткій матриці з дуже високою точністю шляхом комп'ютерної апроксимації конкретних експериментальних даних щодо ущільнення порошків. Це дає можливість оцінити усереднену границю текучості частинок конкретного порошку та їх усереднений ступінь деформації в процесі ущільнення.

**Ключові слова:** Ударне ущільнення, схоплювання, термічна активація, механічна активація, щільність, структура, механічні властивості, однофазні порошки, біметалічні композити, метало-карбідні композити.

#### ANNOTATION

#### ***Laptiev A. V. Peculiarities of Consolidation, Formation of the Structure and Properties of Powder Materials under Impact Load in a Wide Temperature Range.***

Thesis for Doctor Degree in Technical Sciences on Specialty 05.16.06 "Powder Metallurgy and Composite Materials". - Frantsevich Institute for Problems of Materials Science National Academy of Science of Ukraine, Kyiv, 2023.

This thesis is devoted to solving an important scientific and technical problem of obtaining high-density single-phase and multiphase powder materials with a fine-grained structure and increased mechanical and functional properties for operation under conditions of intense mechanical and electrical loads at room and elevated temperatures.

To solve this problem, the concept of activating the setting process between powder particles at a low temperature by supplying of mechanical energy is used. In this case, the level of mechanical energy or the kinetic energy of impact should provide a high pressure ( $>1000$  MPa), an increased degree of deformation ( $>40\%$ ) and a high strain rate ( $50-100$  s<sup>-1</sup>). Appropriate equipment and technology of densification in vacuum of powders under impact load with increased level of kinetic energy and increased deformation of powder briquettes have been developed.

Temperature and time parameters of impact compaction with constant specific energy of various metal powders have been investigated and established, which ensure formation in thousandths of a second of strong boundary between powder particles characterized both by low (copper) and high (tungsten) melting point. It has been shown that the formation of a strong bond between the homogeneous metal particles in the case of their compaction in a rigid matrix lasting several thousandths of a second occurs at a temperature of  $0.5-0.55 T_m$ , a pressure of 1200 MPa and plastic deformation of particles of 50-70%. At the same time the temperature of one thermal activation seizure for metals, based on the kinetic theory of strength, is  $0.6-0.65 T_m$ . At higher than 0.55 homological temperatures of powder impact compaction, intensive recrystallization in the samples occurs during the cooling time of the sample, that is, 10-30 seconds, which indirectly confirms the passing of the seizure process between the particles during the impact compaction before cooling the samples. Alloyed powders, for example, stainless steel Kh17N2, powders of nichrome Kh20N80 and intermetallic compound  $Ni_3Al$ , which exhibit low shrinkability during pressureless sintering, can be compacted in a rigid matrix to a high density state and provide a strong bond between particles at homological temperatures of 0.8, 0.85 and 0.9, respectively. The impact compaction of bimetallic composites consisting of practically non-interacting or weakly interacting metals such as Ag-Ni, Cu-W, Cu-Cr has been studied, which has shown that high-density and strong samples can be obtained in the solid phase and with maintaining a fine-grained structure.

More detailed studies of impact compaction were carried out on traditional composites or WC-Co hard alloys, as well as composites containing tungsten carbide and various binders - metals (Ni, Cu) and one intermetallic ( $Ni_3Al$ ). The impact compaction in both the solid and liquid phases of WC-Co composites with a volume content of plastic cobalt of 25 to 55% made it possible to establish the fundamental possibility of obtaining strong samples in the solid phase. The strong bond between tungsten carbide and cobalt is formed at temperatures of 1150-1250 ° C during the impact densification equal to 0.003-0.005 s. However, a single impact densification in a rigid matrix of composites with a small volume content of the plastic phase (25-40%) does not completely eliminate the porosity of the samples due to the presence of a rigid carbide skeleton. Such a skeleton can be partially destroyed when a liquid phase appears, which leads to a decrease in the degree

of contact of carbide particles, an increase in the degree of strengthening of the metal binder and, as a result, an improvement in the quality of the samples. The solid phase impact densification has also been shown to be effective in producing tungsten carbide-based composites and copper (50 vol.%) and intermetallic Ni<sub>3</sub>Al (55 vol.%) binders.

A mechanism of bending strength of tungsten carbide-based composites and metal binders is proposed, which, if there are no large defects in the structure of the samples is based on taking into account two factors: strength of the metal interlayer and strength of the interfacial boundary. The maximum flexural strength of the composite is achieved regardless of the amount of metal binder in the case where the composite structure is characterized by the presence of a metal phase in the form of thin layers having the highest strength equal to the strength of filamentous crystals.

A new equation in the form of dependence of pressure on relative density with four constants is proposed, which makes it possible to describe the entire process of powders compaction in a rigid die with very high accuracy by computer approximation of specific experimental data on compaction of powders. This makes it possible to evaluate the average yield strength of the concrete powder particles and their average degree of deformation during compaction.

**Keywords:** Impact compaction, seizure, thermal activation, mechanical activation, density, structure, mechanical properties, single-phase powders, bimetallic composites, metal-carbide composites.

### Список публікацій здобувача,

#### в яких опубліковано основні наукові результати дисертації

1. **Laptiev A.**, Pakiela Z., Tolochyn O., Brynk T. Microstructure and mechanical properties of WC–40Co composite obtained by impact sintering in solid state // Journal of Alloys and Compounds. – 2016. – Vol. 687. – P. 135–142. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.05.343> (Особистий внесок здобувача: вибір температурного діапазону пресування зразків та їх ударне ущільнення, дослідження та аналіз структури і властивостей зразків, підготовка рукопису статті).
2. **Anatolii Laptiev**, Barbara Romelczyk, Oleksandr Tolochyn, Tomasz Brynk, Zbigniew Pakiela. Influence of the impact sintering temperature on the structure and properties of

samples from the different iron powders // *Advanced Powder Technology*. – 2017. – vol. 28.–P. 363-374. <https://doi.org/10.1016/j.appt.2016.10.007> (*Особистий внесок здобувача: вибір температурного діапазону пресування зразків та їх ударне ущільнення, дослідження та аналіз структури і властивостей зразків, підготовка рукопису статті*).

3. Tomasz Brynk, Barbara Romelczyk, **Anatolii Laptiev**, Oleksandr Tolochyn, Zbigniew Pakiela. Fatigue crack growth in Fe mini-samples consolidated by means of impact sintering // *Key Engineering Materials*, 2014. – Vols. 577–578. – P. 245–248. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/kem.577-578.245> (*Особистий внесок здобувача: вибір параметрів ударного ущільнення зразків, підготовка зразків для випробування, обговорення тексту статті*).

4. Brynk T., **Laptiev A.**, Tolochyn O. Pakiela Z. The method of fracture toughness measurement of brittle materials by means of high-speed camera and DIC // *Computational Materials Science*, 2012 – vol.64 – P. 221–224.

<https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2012.05.025> (*Особистий внесок здобувача: вибір температурного діапазону пресування зразків та їх ударне ущільнення, підготовка зразків для випробування, обговорення тексту статті*).

5. **Laptev A. V.**, Ponomarev S.S., Ochkas L.F. Solid-Phase Consolidation of fine-grained WC-16%Co hardmetal. // *Journal of Advanced Materials*, 2001.–vol. 33, No 3.–P. 42-51. (*Особистий внесок здобувача: вибір параметрів пресування зразків та їх отримання, дослідження та аналіз структури і властивостей зразків, корегування тексту статті*).

6. **Laptev A.V.**, Ponomarev S.S., Ochkas L.F. Structural Features and Properties of Alloy 84% WC — 16% Co, Obtained by Hot Pressing in the Solid and Liquid Phases. Part 1. Effect of the Temperature at which the Specimens are Prepared on Their Density and Structure. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics* 39, 607–617 (2000). <https://doi.org/10.1023/A:1011388400293> (*Особистий внесок здобувача: вибір параметрів пресування зразків та їх отримання, дослідження структури зразків, підготовка рукопису статті*).

7. **Laptev A.V.**, Ponomarev S.S., Ochkas L.F. Structural Features and Properties of Alloy 84% WC — 16% Co, Obtained by Hot Pressing in the Solid and Liquid Phases. Part 2.

Influence of the Temperature at which the Specimens are Made on Their Physicomechanical Properties. Powder Metallurgy and Metal Ceramics 40, 77–83 (2001).

<https://doi.org/10.1023/A:1011368124481> (*Особистий внесок здобувача: вибір параметрів пресування зразків, дослідження та аналіз властивостей зразків, підготовка рукопису статті*).

8. **Laptev A.V.** Potential of the High-Energy Hot Compaction in a Vacuum for Creating Materials with an Ultrafine Structure and High Strength. Powder Metallurgy and Metal Ceramics 40, 103–111 (2001). <https://doi.org/10.1023/A:1011963019060>

9. Koval'chenko M.S., **Laptev A.V.** Dynamics of WC – Co Hard Alloy Compaction with Hot Pulsed Pressing. Powder Metallurgy and Metal Ceramics 43, 117–126 (2004). <https://doi.org/10.1023/B:PMMC.0000035698.34943.c6> (*Особистий внесок здобувача: підготовка принципової схеми конструкції експериментальної установки для динамічного ущільнення порошків у вакуумі*).

10. **Laptev A.V.** Theory and technology of sintering, thermal and chemicothermal treatment. Densification of WC–Co alloys in solid-phase sintering (review). // Powder Metall Met Ceram 46, 317–324 (2007). <https://doi.org/10.1007/s11106-007-0051-3>

11. **Laptev A.V.** Structure and properties of WC-Co alloys in solid-phase sintering. I. Geometrical evolution. Powder Metall Met Ceram 46, 415–422 (2007). <https://doi.org/10.1007/s11106-007-0065-x>

12. **Laptev A.V.** Structure and properties of WC-Co alloys in solid-phase sintering. II. Mechanical properties of samples. Powder Metall Met Ceram 46, 517–524 (2007). <https://doi.org/10.1007/s11106-007-0080-y>

13. **Лаптев А. В.**, Толочин А. И., Ковыляев В. В., Вербило Д. Г., Кондряков Е. А. Ударное спекание порошка жаропрочной нержавеющей стали X17H2. I. Плотность и структура образцов // Металлофизика и новейшие технологии. – 2012. – Т. 34. – №2. – С. 195–208. (*Особистий внесок здобувача: вибір параметрів пресування зразків та їх отримання, дослідження та аналіз структури і властивостей зразків, підготовка рукопису статті*).

14. **Лаптев А.В.**, Толочин А.И., Ковыляев В.В., Вербило Д.Г., Кондряков Е.А. Ударное спекание порошка жаропрочной нержавеющей стали X17H2. II. Механические свойства образцов и оценка коэффициентов диффузии при



изотермической выдержке и ударном уплотнении // *Металлофизика и новейшие технологии*. – 2012. – Т.34. – №4. – С. 521–540. (*Особистий внесок здобувача: вибір параметрів пресування зразків та їх отримання, дослідження та аналіз структури і властивостей зразків, підготовка рукопису статті*).

15. **Лаптев А. В.**, Крячко Л. А., Толочин А. И., Вербило Д. Г., Головкова М.Е. Сравнение структуры и механических свойств обычного и ультрамелкозернистого композитов Ag–30Ni, полученных методом ударного спекания // *Металлофизика и новейшие технологии*, 2012. – Т.34. – №10. – С. 1001–1018. (*Особистий внесок здобувача: вибір температурного діапазону пресування зразків та їх ударне ущільнення, дослідження та аналіз структури і властивостей зразків, підготовка рукопису статті*).

16. Толочин А. И., **Лаптев А. В.**, Окунь И. Ю., Евич Я. И. Ударное уплотнение порошка вольфрама в широком диапазоне температур. I. Плотность и структура // *Металлофизика и новейшие технологии*, 2014. – Т. 36. – №1. – С. 17–29. (*Особистий внесок здобувача: вибір параметрів ударного ущільнення зразків, аналіз впливу температури на структуру зразків, корегування тексту статті*).

17. Толочин А. И., **Лаптев А. В.**, Окунь И. Ю., Евич Я. И. Ударное уплотнение порошка вольфрама в широком диапазоне температур. II. Механические свойства // *Металлофизика и новейшие технологии*, 2014. – Т. 36. – №2. – С. 217–228. (*Особистий внесок здобувача: вибір параметрів ударного ущільнення зразків, аналіз впливу температури на властивості зразків, корегування тексту статті*).

18. Radchenko P.Y., Get'man O.I., Panichkina V.V., Skorokhod V. V., Podrezov Yu. N., Verbilo D. G., **Laptev A. V.**, and Tolochin A. I. The Structure and Properties of Powder Copper Hardened by Fine Tungsten Particles. *Powder Metall Met Ceram* 53, 404–410 (2014). <https://doi.org/10.1007/s11106-014-9631-1> (*Особистий внесок здобувача: підготовка та ударне ущільнення зразків, аналіз структури та властивостей зразків, обговорення тексту статті*).

19. **Laptev A.V.**, Tolochin A.I., Verbilo D.G. and Okun' I. Yu. Structure and Properties of Kh20N80 Alloy Powders Produced by Impact Sintering at Different Temperatures. *Powder Metall Met Ceram* 54, 416–427 (2015). <https://doi.org/10.1007/s11106-015-9731-6> (*Особистий внесок здобувача: вибір температурного діапазону пресування*

зразків та їх ударне ущільнення, дослідження та аналіз структури і властивостей зразків, підготовка рукопису статті).

20. **Laptev A.V.**, Tolochin A.I., Kovalchenko M.S., Evich Ya. I. and Okun' I. Yu. Structure and Properties of Ni<sub>3</sub>Al Intermetallic Under Vacuum Impact Sintering. Powder Metall Met Ceram 54, 554–567 (2016). <https://doi.org/10.1007/s11106-016-9749-4> (Особистий внесок здобувача: вибір температурного діапазону пресування зразків та їх ударне ущільнення, дослідження та аналіз структури і властивостей зразків, підготовка рукопису статті).

21. **Laptev A.** Some Trends in Improving WC–Co Hardmetals. I. Hybrid and Coarse-Grained Hardmetals. Powder Metall Met Ceram 58, 42–57 (2019). <https://doi.org/10.1007/s11106-019-00046-3>

22. **Laptev A.** Some Trends in Improving WC–Co Hardmetals. II. Functionally Graded Hardmetals. Powder Metall Met Ceram 58, 170–183 (2019). <https://doi.org/10.1007/s11106-019-00061-4>

23. **Лаптев А.В.**, Толочин А.И., Карпец М.В., Мысливченко А.Н., Окунь И.Ю., Евич Я.И. Влияние температуры ударного спекания на плотность, структуру и свойства композита Ni<sub>3</sub>Al – 45 об. % WC. // НАУКОВІ НОТАТКИ, Луцьк, 2019. Вип. № 66.– С. 195-207. (Особистий внесок здобувача: вибір параметрів пресування зразків та їх отримання, дослідження та аналіз структури і властивостей зразків, підготовка рукопису статті).

24. Хоменко Е. В., **Лаптев А. В.**, Толочин А. И., Минакова Р. В., Ковальченко М. С. Структура и свойства композитов Cu – Cr различного состава, полученных твердофазным прессованием в вакууме. // Электрические контакты и электроды: Труды Института проблем материаловедения им. И. Н. Францевича НАН Украины. Серия "Композиционные, слоистые и градиентные материалы и покрытия" – Киев, 2008 г. – С. 110–115. (Особистий внесок здобувача: вибір параметрів пресування зразків та їх отримання, підготовка зразків для механічних випробувань, корегування тексту статті).

25. **Лаптев А. В.**, Толочин А. И., Крячко Л. А., Вербило Д. Г., Окунь И. Ю. Свойства ультрамелкозернистого композита Cu–64WC, полученного вакуумным горячим прессованием // "Электрические контакты и электроды". Сб. трудов ИПМ НАНУ.

Киев, 2010. – С. 198–206. (*Особистий внесок здобувача: вибір параметрів пресування зразків та їх отримання, дослідження та аналіз структури і властивостей зразків, підготовка рукопису статті*).

26. Толочин А. И., Хоменко Е. В., **Лаптев А. В.**, Анализ прочности и пластичности композитов Cu–35Cr и Cu–65Cr, полученных прессованием в твердой фазе // "Электрические контакты и электроды". Сб. трудов ИПМ НАНУ. Киев, 2010.– С. 189–197. (*Особистий внесок здобувача: підготовка зразків для випробування, дослідження структури і властивостей зразків, участь у написанні тексту статті*).

27. **Лаптев А. В.**, Толочин А. И., Хоменко Е. В. Влияние температуры ударного прессования в вакууме на плотность, структуру и свойства порошковой меди // Электрические контакты и электроды. Труды ИПМ НАНУ. Серия «Композиционные, слоистые и градиентные материалы и покрытия». – Киев, 2012. – С. 117–124. (*Особистий внесок здобувача: вибір параметрів пресування зразків та їх отримання, дослідження та аналіз структури і властивостей зразків, підготовка рукопису статті*).

28. Подрезов Ю. М., **Лаптев А. В.**, Толочин О. І., Євич Я. І. Контактотворення при імпульсному пресуванні в порошкових двокомпонентних системах Cu–Ni та Ag–Ni // Электронная микроскопия и прочность материалов. Вып. 18. Труды ИПМ НАНУ. Серия «Физическое материаловедение, структура и свойства материалов». – Киев, 2012. – С. 139–149. (*Особистий внесок здобувача: підготовка зразків для механічних випробувань, виготовлення пристрою для випробування зразків, корегування тексту статті*).

29. Толочин А. И., **Лаптев А. В.**, Хоменко Е. В. Влияние температуры ударного прессования в вакууме на физико-механические свойства композитов Cu–Cr // Электрические контакты и электроды. Труды Института проблем материаловедения им. И. Н. Францевича НАН Украины. Серия "Композиционные слоистые и градиентные материалы и покрытия". – Киев, 2014. – С. 65–74. (*Особистий внесок здобувача: вибір параметрів ударного ущільнення зразків, аналіз впливу структури на властивості зразків, участь у написанні тексту статті*).

30. Крячко Л. А., **Лаптев А. В.**, Толочин А. И., Бега Н. Д., Евич Я. И., Головкова М. Е., Лебедь А. В. Структура и свойства композита W-50 об.% Cu, полученного с применением порошка вольфрама, активированного размолотом в шаровой мельнице // Электрические контакты и электроды. Труды Института проблем материаловедения им. И. Н. Францевича НАН Украины. Серия "Композиционные слоистые и градиентные материалы и покрытия." – Киев, 2014. – С. 75–89. (*Особистий внесок здобувача: вибір параметрів ударного ущільнення зразків, аналіз впливу структури на властивості зразків, участь у написанні тексту статті*).
31. Ковальченко М.С., **Лаптев А.В.**, Юрчук Н.А., Свердел В.В. Анализ физико-механических свойств твердого сплава на основе карбида вольфрама, полученного спеканием и горячим прессованием в вакууме. // Сб. Карбиды и материалы на их основе, Киев, ИПМ, 1991.– С. 110-117. (*Особистий внесок здобувача: пресування зразків та їх підготовка для випробувань, обробка та аналіз результатів випробування зразків, підготовка рукопису статті*).

**які засвідчують апробацію матеріалів дисертації**

32. **Laptev A. V.** Intercarbide surface is the main obstacle to increase fracture toughness and strength of hardmetals. // Proc. PM'94, Powder Metallurgy World Congress, Paris, France, 1994.– vol.1.– P. 103-106.
33. **Laptev A. V.** Influence of porosity on transverse rupture strength and fracture toughness of two-phase alloy. // Proc.1996 Eur. Conf. on Advances in Hard Materials Production, Stockholm, Sweden, May 27-29, 1996.– P. 313-320.
34. **Laptev A. V.** Strength and fracture toughness of the WC-16 % Co fine grained cemented carbide obtained under high pressure in solid phase. // Proc.14-th International Plansee Seminar '97, May 12-16, Austria, 1997.– vol.2.–P. 665-679.
35. **Laptev A. V.**, Ponomarev S.S., Ochkas L.F. Study of Possibility of Solid Phase Producing Poreless WC-25% Co Hard Metal at High Energy Pressing. // Proc.EURO PM'99 Conf. On Advances in Hard Materials Production, Turin, Italy, November 8-10, 1999.– P. 205-212. (*Особистий внесок здобувача: вибір температурного діапазону пресування зразків та їх ударне ущільнення, дослідження та аналіз структури і властивостей зразків, корегування тексту статті*).
36. **Laptev A. V.**, Ochkas L.F. Study of Solid-Phase Consolidation of Ultrafine Grained

WC-26% Ni Hardmetal During High-Energy Hot Pressing. // Proc. PM2001, European Congress and Exhibition on Powder Metallurgy, France, Nice 2001.– vol. 1.– P. 187-193.

*(Особистий внесок здобувача: вибір температурного діапазону пресування зразків та їх ударне ущільнення, дослідження та аналіз структури і властивостей зразків, підготовка рукопису статті).*

37. **Laptev A. V.**, Solid – state consolidation of WC-Co hardmetals. Peculiarities and prospects. // Proc. Int. Conference “Science for Materials in the Frontier of Centuries: Advantages and Challenges”, 4-8 Nov., 2002, Kyiv, Ukraine.– vol.2.– P. 491-492.

38. Homenko E.V., Minakova R.V., **Laptev A.V.** Study of the densification process and mechanical properties of Cr-Cu composite, obtained by sintering and pressing. // Proc. PM2004, Powder Metallurgy World Congress & Exhibition, Austria Centre Vienna, Austria, 17-21 October 2004. - Vol. 5.- P. 577-583. *(Особистий внесок здобувача: вибір параметрів пресування зразків та їх отримання, підготовка зразків для механічних випробувань, корегування тексту статті).*

39. **Laptev A.V.** High-energy (impact) vacuum pressing of powders. //Proceeding of 4th Int. Conference "Welding and Powder Metallurgy-2005", Riga, Jurmala, April 28-29, 2005, Latvia. - ISBN 9984-32-179-7 (in Russian) - P. 175-184.

40. Толочин, А. И., **Лаптев А. В.** Преимущества ультрамелкозернистых твердых сплавов WC-Co с высоким содержанием связки. // Матер. 27-й межд. конф. и выставки "Композиционные материалы в промышленности". – Ялта – Киев, 2007.– С. 184-187. *(Особистий внесок здобувача: аналіз впливу структури зразків на їх механічні властивості, участь у підготовці тексту статті).*

41. **Laptev A. V.**, Khomenko E. V., Tolochin A. I., Yevich Ya. I. Influence of Pressing Temperature on the Structure and Properties of the Cu – 50Cr Composite // Proc. EURO PM2008, International Powder Metallurgy Congress and Exhibition, – Mannheim, Germany. – 29th September – 1st October 2008.– vol.1.– P. 51-56. *(Особистий внесок здобувача: вибір температурного діапазону пресування зразків та їх ударне ущільнення, дослідження та аналіз структури і властивостей зразків, підготовка рукопису статті).*

42. Tolochin A. I., **Laptev A. V.** Relationship between hardness and structure of ultra-fine grained WC–Co alloys rich in binder // 17-th Plansee Seminar 2009 – Int. Conf. on High

Performance P/M Materials, Reutte, Austria, May 25–29. – 2009. – Vol.2. – HM52A. *(Особистий внесок здобувача: вибір параметрів пресування зразків, підготовка зразків для механічних випробувань, корегування тексту статті).*

43. **Лаптев А. В.**, Толочин А. И., Хоменко Е. В. Анализ прочности и пластичности композитов Cu–35Cr и Cu–65Cr, полученных прессованием в твердой фазе // Международная Конференция “Электрические контакты и электроды”, 21–27 сентября, Кацивели, Крым, Украина, 2009. – С.37. *(Особистий внесок здобувача: вибір температурного діапазону пресування зразків та їх ударне ущільнення, дослідження та аналіз структури і властивостей зразків, підготовка тез).*

44. **Лаптев А.В.**, Толочин А.И., Ковальченко М.С. Ударное спекание в вакууме одно- и многофазных порошковых материалов // Материалы конференции ПМ2012 «Порошковая металлургия: ее сегодня и завтра», Киев, Украина, 27-30 ноября, 2012. – С. 152. *(Особистий внесок здобувача: аналіз особливостей ударного ущільнення і спікання порошків у вакуумі, підготовка тез).*

45. Brynk T., Romelczyk B., **Laptiev A.**, Tolochyn O., Pakiela Z. Fatigue crack growth in Fe mini-samples consolidated by means of impact sintering // 12th International Conference on Fracture and Damage Mechanics (FDM2013), Sardinia, Italy, September 17–19, 2013. *(Особистий внесок здобувача: вибір параметрів ударного ущільнення зразків, підготовка зразків для випробування, участь у підготовці тез).*

46. **Лаптев А. В.**, Толочин А. И., Крячко Л. А., Евич Я. И., Головова М. Е. Структура и свойства композита W–50 об.% Cu, полученного из мелкозернистой смеси W–Cu<sub>2</sub>O // Международная конференция «Электрические контакты и электроды», Украина, АР Крым, Кацивели, 23–27 сентября, 2013 г. – С.26. *(Особистий внесок здобувача: вибір параметрів ударного ущільнення зразків, аналіз впливу структури на властивості зразків, підготовка тез).*

47. Толочин А. И., **Лаптев А. В.**, Хоменко Е. В. Влияние температуры ударного прессования в вакууме на структуру и физико-механические свойства композитов Cu–Cr // Международная конференция «Электрические контакты и электроды», Украина, АР Крым, Кацивели, 23–27 сентября, 2013 г. – С.27. *(Особистий внесок здобувача: вибір параметрів ударного ущільнення зразків, аналіз впливу структури на властивості зразків, підготовка тез).*

48. **Anatolii Laptiev**, Oleksandr Tolochyn, Olena Khomenko, Lidia Kryachko. Solid-state impact sintering in vacuum of composites based on copper and silver // 27th International Conference on Electrical Contacts, June 22 – 26, 2014, Dresden, Germany. – P. 457–462.

*(Особистий внесок здобувача: вибір параметрів ударного ущільнення зразків, аналіз впливу структури на властивості зразків, підготовка статті).*

49. Barbara Romelczyk, **Anatolii Laptiev**, Oleksandr Tolochyn, Tomasz Brynk, Zbigniew Pakiela. Influence of the impact sintering temperature on the properties of the samples from coarse and fine Fe powders // European Materials Research Society (E-MRS) Fall Meeting and Exhibit, September 15–19, Warsaw, Poland, 2014.

*(Особистий внесок здобувача: вибір температурного діапазону пресування зразків та їх ударне ущільнення, дослідження та аналіз структури і властивостей зразків, підготовка доповіді).*

***Список публікацій здобувача, які додатково відображають наукові результати дисертації***

50. Патент UA 80215, B22F 3/16, C22C 1/05. Інститут проблем матеріалознавства НАН України, **Лаптев А. В.**, Толочин О. І., Ковальченко М. С. Спосіб одержання твердих сплавів з ультрадисперсною структурою, які містять зв'язуюче. Заявл. 04.04.2006, опубл. 27.08.2007, Бюл. № 13.

## ЗМІСТ

ВСТУП.....	20
РОЗДІЛ 1. МЕТОДИ УЩІЛЬНЕННЯ ПОРОШКІВ І МЕХАНІЗМИ УТВОРЕННЯ МІЦНИХ ГРАНИЦЬ МІЖ ЧАСТИНКАМИ.....	32
1.1. Методи ущільнення порошків, що дозволяють знизити температуру та тривалість процесу спікання.....	32
1.1.1. Гаряче пресування.....	32
1.1.2. Гаряче ізостатичне пресування.....	34
1.1.3. Мікрохвильове спікання.....	35
1.1.4. Іскрове плазмове спікання (ІПС).....	37
1.1.5. Холодне спікання.....	40
1.1.6. Високошвидкісне компактування (high velocity compaction-HVC).....	44
1.1.7. Тепле високошвидкісне компактування .....	53
1.1.8. Гаряче штампування.....	57
1.1.9. Експериментальна установка ІПМ НАН України для високошвидкісного компактування порошків у вакуумі.....	65
1.2. Можливі механізми утворення міцних границь між частинками.....	69
1.2.1. Явище миттєвого схоплювання.....	69
1.2.2. Процес схоплювання при ударному зварюванні у вакуумі.....	79
1.2.3. Інтерпретація явища схоплювання Ю.Г. Дорофєєвим та його учнями.....	82
1.2.4. Явище схоплювання як результат термічної та механічної активації контактуючих поверхонь.....	85
1.3. Оцінка ступеню деформації частинок порошку при ущільненні його в жорсткій матриці.....	89
1.4. Явище прискореної дифузії атомів при ударному стисканні та високій швидкості пластичної деформації металів.....	101
1.5. Висновки, постановка мети та завдань дослідження.....	112
РОЗДІЛ 2. АНАЛІЗ ТА КОРЕКЦІЯ ТЕОРІЇ І ПРАКТИКИ УЩІЛЬНЕННЯ ПОРОШКІВ, А ТАКОЖ ДИФУЗІЙНИХ ПРОЦЕСІВ.....	117
2.1. Вибір найбільш точного рівняння ущільнення порошків у жорсткій	



матриці та оцінка істинної пластичної деформації частинок.....	117
2.2. Особливості конструкції та принципу роботи обладнання для статичного і динамічного ущільнення порошків та вдосконалення експериментальної установки ударного ущільнення порошків у вакуумі.....	138
2.3. Рівняння для опису дифузії атомів та їх аналіз.....	155
<b>РОЗДІЛ 3. МАТЕРІАЛИ ТА МЕТОДИКИ ПРОВЕДЕННЯ ДОСЛІДЖЕНЬ.....</b>	<b>162</b>
3.1. Вибір вихідних порошків та підготовка порошкових сумішей.....	162
3.1.1. Однофазні порошки (Cu, Fe, Ni, Co, Ti, W, X17H2, X20H80, Ni <sub>3</sub> Al).....	162
3.1.2. Суміші порошків з двох металів (біметалічні), (Ag-Ni, Cu-W, Cu-Cr).....	171
3.1.3. Суміші порошків кобальту та карбіду вольфраму Co-WC з різним вмістом пластичної фази (BK16, BK20, BK26, BK40).....	178
3.1.4. Суміші порошків карбіду вольфраму WC з іншими металами та інтерметалідною сполукою (WC-Ni, WC-Cu, WC-Ni <sub>3</sub> Al).....	182
3.2. Схема процесу ударного ущільнення, вибір температурно-часових та енерго-силових параметрів отримання зразків.....	185
3.2.1. Схема ударного ущільнення порошків і порошкових брикетів у вакуумі при заданій температурі.....	185
3.2.2. Температурно-часові та енергосилові параметри отримання зразків методом ударного ущільнення.....	190
3.3. Визначення фізико-механічних властивостей зразків та структурні дослідження.....	210
3.3.1. Формули для визначення фізико-механічних властивостей та оцінка статистичної міцності зразків.....	210
3.3.2. Кількісний аналіз структури гетерофазних матеріалів і, зокрема, зразків із твердих сплавів WC-Co.....	217
3.4. Методика розрахунку напруження в процесі стискання зразків з урахуванням сил тертя між зразком і стискаючими плитами .....	219
<b>РОЗДІЛ 4. РЕЗУЛЬТАТИ ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНИХ ДОСЛІДЖЕНЬ ЩОДО УДАРНОГО УЩІЛЬНЕННЯ ПОРОШКІВ ТА ПОРОШКОВИХ СУМІШЕЙ В ШИРОКОМУ ДІАПАЗОНІ ТЕМПЕРАТУР.....</b>	<b>222</b>
4.1. Результати експериментальних досліджень з ударного ущільнення	

однофазних порошків.....	222
4.1.1. Ущільнення мідного порошку ПМС-1.....	222
4.1.2. Ущільнення залізних порошків ПЖЗМ2 і Diafe5000.....	231
4.1.3. Ущільнення карбонільних порошків нікелю і кобальту.....	240
4.1.4. Ущільнення гідридно-кальцієвого порошку титану ПТМ-1.....	248
4.1.5. Ущільнення порошку вольфраму.....	256
4.2. Результати експериментальних досліджень з ударного ущільнення порошків жароміцних сплавів та інтерметаліду.....	262
4.2.1. Ущільнення порошку нержавіючої сталі Х17Н2.....	262
4.2.2. Ущільнення порошку ніхрому Х20Н80.....	271
4.2.3. Ущільнення порошку інтерметаліду $Ni_3Al$ .....	276
4.3. Результати експериментальних досліджень з ударного ущільнення біметалічних композитів.....	287
4.3.1. Ущільнення суміші порошків срібла та нікелю.....	287
4.3.2. Ущільнення суміші порошків міді та високодисперсного вольфраму.....	294
4.3.3. Ущільнення суміші дрібнозернистих порошків вольфраму та міді .....	298
4.3.4. Ущільнення суміші порошків міді та хрому.....	303
4.4. Результати експериментальних досліджень із ущільнення метало-карбідних композитів на основі кобальту та карбіду вольфраму Co-WC.....	309
4.4.1. . Ущільнення середньозернистої та дрібнозернистої порошкових сумішей карбіду вольфраму і кобальту з об'ємним вмістом 25% (16 мас. %).....	309
4.4.2. Ущільнення суміші порошків карбіду вольфраму та кобальту з об'ємним вмістом 30% (20 мас. %).....	320
4.4.3. Ущільнення дрібнозернистої суміші порошків карбіду вольфраму і кобальту з об'ємним вмістом 38% (ВК26).....	330
4.4.4. Ущільнення суміші порошків карбіду вольфраму і кобальту з об'ємним вмістом 54% (ВК40).....	335
4.5. Результати досліджень із ущільнення порошкових композитів на основі карбіду вольфраму з різними зв'язками.....	344
4.5.1. Ущільнення дрібнозернистої суміші порошків карбіду вольфраму та нікелю з об'ємним вмістом 38% (ВН26).....	344

4.5.2. Ущільнення наддрібнозернистої суміші порошків карбиду вольфраму та міді з об'ємним вмістом 50 % (36 мас. %)	351
4.5.3. Ущільнення суміші порошків карбиду вольфраму WC та інтерметаліду Ni <sub>3</sub> Al з об'ємним вмістом 55 % (37 мас. %)	358
<b>РОЗДІЛ 5. ОБГОВОРЕННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНИХ ДОСЛІДЖЕНЬ</b>	
ДОСЛІДЖЕНЬ	364
5.1. Аналіз процесів ущільнення та спікання під впливом ударного навантаження однофазних металевих порошків	364
5.2. Ущільнення та спікання під дією удару порошків жароміцних сплавів та інтерметалідної сполуки	385
5.3. Оцінка коефіцієнтів дифузії вольфраму в сталь X17H2 при ізотермічній витримці та при ударному ущільненні порошку	389
5.4. Особливості ущільнення та спікання під дією удару біметалічних порошкових сумішей	400
5.5. Особливості ущільнення та спікання під дією удару метало-карбідних порошкових сумішей Co-WC	408
5.6. Особливості ущільнення та спікання під дією удару композитів на основі карбиду вольфраму з різними зв'язками	418
5.7. Механізм міцності на вигин композитів на основі карбиду вольфраму з різними зв'язками та умови отримання композиту з найбільш високою міцністю	425
<b>РОЗДІЛ 6. ПРАКТИЧНА ЦІННІСТЬ ОТРИМАНИХ РЕЗУЛЬТАТІВ</b>	434
6.1. Перспективні напрямки практичного використання результатів дослідження	434
6.2. Конкретні вироби, які отримані методом ударного ущільнення для практичного застосування у виробництві	439
<b>ЗАГАЛЬНІ ВИСНОВКИ</b>	441
<b>ПЕРЕЛІК ПОСИЛАНЬ</b>	444
Додаток А	479

## ВСТУП

**Актуальність теми.** У порошковій металургії для отримання деталей зазвичай використовують технологію вільного (без тиску) спікання спресованих при кімнатній температурі порошкових брикетів. Такий процес забезпечує отримання точних за формою деталей, що, з одного боку, підвищує коефіцієнт використання матеріалу, а, з іншого боку, знижує трудомісткість виготовлення виробів з порошку за рахунок виключення операцій додаткової механічної обробки. У той самий час технологія вільного спікання характеризується щонайменше двома недоліками. Один з них - це залишкова пористість, яка знижує механічні і в результаті експлуатаційні властивості деталей, а другий - це складність отримання зразків з нерівноважною, наприклад, дрібнозернистою структурою. При спіканні гетерофазних або композиційних матеріалів сформована структура характеризується підвищеним ступенем нерівномірності розподілу фаз між собою, утворенням у ряді випадків нових небажаних фаз, а в деяких випадках і деградацією фаз. Крім того, є ряд матеріалів, наприклад, з тугоплавких металів, нержавіючих сталей, жароміцних сплавів, інтерметалідів, які отримувати методом вільного спікання порошоків досить важко через необхідність застосування дуже високих температур (близьких до температур плавлення матеріалів, що спікаються) і тривалих ізотермічних витримок при високій температурі, що не виключає в результаті існування у зразках залишкових пор. І нарешті, процес вільного спікання деяких порошкових композитів, наприклад, деяких біоматеріалів, алмазовмісних матеріалів не забезпечує в більшості випадків отримання задовільних зразків.

Вирішення завдання отримання зразків з мінімальною або нульовою пористістю і більш нерівноважною структурою може бути досягнуто за рахунок застосування методів спікання, активованих різними фізичними процесами, такими, як зовнішній тиск, електромагнітне поле, електричний розряд. Прикладами методів активованого спікання порошоків є давно відомі методи як гаряче пресування, гаряче ізостатичне пресування, високошвидкісне компактування, гаряче штампування, а також відносно нові методи такі як мікрохвильове спікання, іскрове плазмове спікання, тепле високошвидкісне компактування. Зауважимо, що спосіб активації спікання зовнішнім тиском є характерним для більшості із зазначених методів і навіть у ряді

випадків використовується для підвищення ефективності мікрохвильового та іскроплазмового спікання.

Підвищену ефективність для отримання зразків з найбільш дрібнозернистою структурою мають методи, що дозволяють знизити температуру спікання та/або тривалість спікання максимально. До таких методів можна віднести електроіскрове плазмове спікання (SPS) та методи з високим ( $\geq 1000$  МПа) тиском ущільнення порошку.

Застосування високого тиску однозначно сприяє усуненню пористості у зразках, але ефективність високого тиску для забезпечення якісних границь особливо для різномірних порошків не є очевидною. І тут слід згадати про таке явище у металознавстві як схоплювання. Явище схоплювання поверхонь, що труться, давно відомо, як негативний факт при експлуатації різних пристроїв, і воно часто привертало увагу дослідників для його вивчення і боротьби з ним. Але ж це явище схоплювання використовується як позитивний факт для реалізації процесу низькотемпературного або холодного зварювання деталей. Тому до цього явища і особливо до механізму процесу схоплювання контактуючих поверхонь було повернуто підвищену увагу дослідників.

Аналіз науково-технічної літератури показав, що для прояву схоплювання між поверхнями, що контактують, повинні бути присутніми кілька фізичних факторів. До таких факторів відносяться високий рівень тиску, підвищений ступінь деформації зсуву, висока швидкість деформації. Істотно полегшує процес схоплювання температура, при якій відбувається деформація поверхонь, що контактують, а також середовище нагріву і, зокрема, високий вакуум.

Явище схоплювання представляє величезний інтерес для вирішення задачі низькотемпературного ущільнення та спікання порошків. Однак незважаючи на наявність такої можливості для отримання якісних матеріалів із порошків при низькій температурі великої активності у проведенні досліджень у цьому напрямку не спостерігається ні у нас, ні за кордоном. І це явна прогалина в порошковій металургії, яку необхідно усувати. Певні зусилля з вивчення зрощування (точніше схоплювання) порошків при динамічному гарячому ущільненні були докладені професором Ю. Г. Дорофєєвим та його учнями, що призвело до вироблення свого

погляду на це явище. Але для глибшого розуміння процесу схоплювання та реалізації його з максимальним ефектом потрібні більш широкі та більш детальні дослідження.

Тому великий науковий і практичний інтерес в даний період часу викликають дослідження ударного ущільнення порошків з проявом процесу схоплювання між частинками при знижених по відношенню до звичайного спікання температурах, що дозволить отримати матеріали з більш дрібнозернистою структурою і підвищеними механічними властивостями, причому при зменшених енергетичних витратах. У цьому полягає актуальність теми дисертаційної роботи.

**Мета та завдання дослідження.** Головна мета даної роботи полягає у встановленні температурно-часових, енерго-силових та деформаційних умов ущільнення порошків під дією ударного навантаження для отримання моно- та гетерофазних матеріалів, що володіють більш щільною та більш дрібнозернистою структурою і в результаті підвищеними механічними та функціональними (експлуатаційними) властивостями. Вказані умови ущільнення порошків важливо встановити для випадків, по-перше, ущільнення однофазних металевих порошків з різною температурою плавлення, по-друге, ущільнення двокомпонентних порошкових сумішей з металів, що істотно відрізняються температурою плавлення, і, по-третє, ущільнення порошкових сумішей з металевою та керамічною фазами при різному об'ємному їх співвідношенні.

Для досягнення цієї мети необхідно вирішити такі завдання в галузі теорії та практики ущільнення порошків.

1. Проаналізувати відомі рівняння ущільнення порошків у жорсткій матриці і запропонувати найбільш адекватне рівняння, тобто рівняння, що описує процес ущільнення порошків найбільш точно для того, щоб встановити реальний або дуже близький до нього ступінь деформації частинок, оскільки відомі рівняння дають неоднозначні значення деформації.
2. Запропонувати схему деформації порошку або порошкового брикету в жорсткій матриці для реалізації більш високого ступеню деформації зсуву частинок при їх ущільненні.
3. Провести експериментальні та теоретичні дослідження пружного удару на

лабораторній установці для того, щоб встановити можливі втрати енергії на пружну деформацію пристрою, необхідні для розрахунку повної енергії удару при ущільненні порошку, а також з'ясувати час дії пружного удару в загальному часі дії навантаження на порошковий зразок.

4. Модернізувати створену раніше в ІПМ НАН України експериментальну установку для ударного ущільнення порошків у напрямку:

- зниження втрат на пружну деформацію та збільшення часу дії удару, що досягається збільшенням маси рухомих (ударних) частин установки та зниженням швидкості удару;
- вдосконалення вакуумної системи для вирішення питань, пов'язаних із необхідністю збільшення швидкості відкачування газів при нагріванні порошків з високою питомою поверхнею та підвищеним вмістом кисню, а також спрощення завантаження та вивантаження зразків без розгерметизації вакуумної камери;
- вдосконалення нагрівальної системи та, зокрема, конструкції струмопідводів для забезпечення рівномірного нагрівання зразків.

5. Дослідити процес ущільнення порошків та пористих брикетів з різною пластичністю та дифузійною рухливістю у широкому діапазоні температур нагріву з метою встановлення умов створення міцних границь між частинками для:

- однофазних металевих порошків з низькою, середньою та високою температурою плавлення;
- однофазних порошків, які важко спікаються, і, зокрема, порошку титану, нержавіючих сталей та інтерметалідної сполуки;
- двофазних або біметалічних порошкових сумішей з різною температурою плавлення металів, які слабо взаємодіють або не взаємодіють між собою;
- двофазних порошкових сумішей на основі карбіду вольфраму з різними металами, сплавами та інтерметалідною сполукою.

6. Визначити загальні закономірності щодо впливу температури ущільнення у вакуумі під дією удару на щільність, фізичні та механічні властивості матеріалів та встановити умови формування найбільш якісних зразків.

7. Встановити найбільш перспективні напрямки створення конкурентоздатних матеріалів методом низькотемпературного ударного ущільнення у вакуумі.

8. Виготовити дослідні деталі із композитних матеріалів для випробування в лабораторних або виробничих умовах.

#### **Об'єкти дослідження.**

Процес ущільнення металевих і металоподібних порошків під дією ударного навантаження в широкому діапазоні температур, а також умови прояву захоплювання або утворення міцних границь між однойменними і різнойменними частинками порошків при дії температурного та механічного впливу у відносно високому вакуумі.

#### **Предмет дослідження.**

Закономірності щодо впливу температури, часу та тиску ударного ущільнення у вакуумі на щільність, структуру, фізичні та механічні властивості порошкових зразків. Механізм формування границь поміж однойменними та різнойменними металевими і неметадевіми частинками внаслідок дії температури та тиску.

#### **Методи дослідження.**

Хімічний та рентгенофазовий аналіз вихідних порошків та готових зразків після ударного ущільнення порошків, використання методу БЕТ для визначення питомої поверхні порошків, застосування скануючої електронної мікроскопії для дослідження мікроструктури та поверхні руйнування зразків залежно від температури ударного ущільнення, використання енергодисперсійної спектроскопії для аналізу домішкових включень, а також Оже-електронної мікроскопії для визначення елементів на поверхні руйнування зразків, визначення механічних властивостей зразків на випробувальних машинах з комп'ютерною реєстрацією процесу навантаження та руйнування конкретних зразків, використання комп'ютерної програми «Математика-10» для проведення апроксимації різними рівняннями експериментальних даних по ущільненню порошків і порошкових сумішей у жорсткій матриці, а також для побудови статичних та динамічних графіків різних теоретичних та експериментальних залежностей.

#### **Наукова новизна одержаних результатів.**

1. Запропоновано нове рівняння ущільнення металевих порошків у жорсткій матриці, яке містить чотири постійні параметри і дозволяє описати процес ущільнення порошку від початкової до будь-якої кінцевої щільності, а також



апроксимувати експериментальні дані щодо ущільнення різних порошків з коефіцієнтом детермінації  $R^2 = 0.9900 - 0,9999$ .

2. Вперше показано, що при ударному ущільненні металевих порошків у вакуумі ( $\leq 0,0133$  Па) з високим рівнем загальної енергії ( $\geq 1000$  Дж/см<sup>3</sup>), а також завдяки підвищеному на 15-30% ступеню деформації пористих брикетів та високої швидкості деформації ( $50-100$  с<sup>-1</sup>) можна знизити температуру формування міцного зв'язку поміж металевими частинками за тисячні частки секунди до рівня  $0,5-0,55 T_{пл}$ .

3. Встановлено явище швидкої рекристалізації структури порошкових металевих зразків за час їх охолодження після ударного ущільнення при температурах вище  $0,5-0,6 T_{пл}$ .

4. Встановлено факт прискореної дифузії елементів, зокрема атомів вольфраму в сталеву частинку при ударному ущільненні порошків нержавіючої сталі X17H2 зі ступенем деформації  $\sim 50$  % та швидкістю деформації  $\sim 100$  с<sup>-1</sup>. Коефіцієнт дифузії атомів вольфраму при температурі ударного ущільнення  $1100$  °C збільшується приблизно на 4 порядки зі значення  $3,96 \times 10^{-11}$  см<sup>2</sup>/с при ізотермічному відпалі до значення  $2,91 \times 10^{-7}$  см<sup>2</sup>/с при ударному ущільненні. (Коефіцієнт дифузії вольфраму в залізо при  $1100$  °C дорівнює  $3,4 \times 10^{-11}$  см<sup>2</sup>/с.)

5. Показано можливість і визначено умови отримання в твердій фазі високощільних і більш міцних біметалічних композитів з нерозчинних або слабо розчинних один в одному металів. Це досягнуто на композитах Ag-Ni, Cu-Cr, Cu-W за рахунок реалізації деформації пластичної фази при високоенергетичному ударному ущільненні.

6. Вперше показано, що ударне ущільнення у вакуумі метало-карбідних композитів Co-WC, Ni-WC, Cu-WC дозволяє сформувати за тисячні частки секунди міцні міжфазні границі у твердій фазі за певної температури. Для кобальтової та нікелевої матриць це температура  $1150-1200$  °C, для мідної матриці  $-1050$  °C.

7. Встановлено, що в основі процесу низькотемпературного (твердофазного) схоплювання між частинками пластичного металу та практично непластичного карбіду вольфраму лежить не стільки ступінь та швидкість пластичної деформації кобальту або нікелю, скільки висока хімічна активність компонентів за певної

температури, яка здатна утворити фактично миттєво міцний зв'язок між металом та карбідом вольфраму при їх стисканні. Про високу хімічну активність поміж кобальтом і карбідом вольфраму при температурі  $1200 \pm 50$  °C свідчать такі фактори або процеси як різке зниження питомого електроопору у зразках, суттєве прискорення (вчетверо) зростання карбідних частинок, швидке скорочення розміру пор і пористості, зменшення ступеня контакту карбідних частинок.

8. Встановлено граничне значення міцності на вигин твердих сплавів WC-Co з об'ємним вмістом зв'язки від 25 до 55 %. Граничне значення міцності відповідає рівню 3200–3500 МПа, і воно обумовлено міцністю тонких прошарків металевої зв'язки, яка коригує з міцністю ниткоподібних кристалів даного металу.

**Персональний внесок здобувача.** Є розробником оригінальної конструкції початкової, а потім і модернізованої установки для нагрівання та ущільнення порошків у відносно високому вакуумі під дією ударного навантаження, виконаної за схемою ефективного (без зміщення центру мас) безшаботного молоту. Є автором ідеї використання допоміжної пористої графітової втулки, що оточує пористий брикет і забезпечує при ущільненні брикету його більшу щільність за рахунок: 1- збереження температури при контакті з холодною матрицею; 2 – зниження сил тертя об стінку матриці; 3 – збільшення ступеня зсувної деформації брикету через додаткову радіальну деформацію. Здобувачем запропоновано нове рівняння, що описує з високою точністю залежність тиску від відносної щільності порошкового брикету при його ущільненні в жорсткій матриці та зміні щільності від початкового значення до практично щільного стану, що не може зробити жодне відоме на сьогоднішній день рівняння. Їм також виконано: (і) вибір режимів ударного ущільнення у вакуумі порошків та порошкових сумішей з метою встановлення термічного та механічного впливу на формування структури та фізико-механічних властивостей матеріалів, а також проведення експериментів з підготовки порошкових брикетів та їх ударного ущільнення у різних умовах разом із *М. О. Юрчуком* та *О. І. Толочиним*; (іі) підготовка спресованих зразків для різних механічних випробувань (вигин, стискання, розтяг), а також конструювання та виготовлення пристроїв для забезпечення випробування зразків на випробувальних машинах і проведення випробувань зразків разом із *Д. Г. Вербило*, *Я. І. Євич* та *Є.*

*А. Кондряковим*; (iii) розробка методики оцінки міцності та пластичності при випробуванні зразків на стиск з урахуванням дії сил тертя між зразком та опорними плитами; (iv) дослідження структури разом із *В. В. Ковиляєвим, І. Ю. Окунем та М. Є. Головковою*, а також проведення кількісного аналізу мікроструктури на плоскій полірованій поверхні різних зразків разом із *Л. Ф. Очкас* за допомогою методу пересічних ліній, що дозволило встановити разом із *С. С. Пономарьовим* зв'язок механічних властивостей композитів з такими важливими параметрами структури як середній розмір (хорда) частинок карбідної фази, середня товщина металевого прошарку, ступінь контакту (суміжність) ) карбідних частинок; (v) дослідження фазового складу зразків провів разом із *М. В. Карнець, О. С. Фомічовим та О. М. Мисливченко*; (vi) аналіз хімічного складу на вміст кисню та вуглецю, а також питомої поверхні порошоків провів разом із *В. В. Гарбузом, Л. Н. Кузьменко, Т. А. Сілінською та Т. Є. Бабутіною*. Крім цього, проведено аналіз закономірностей разом із *О. В. Хоменко, Л. О. Крячко та Р. В. Мінаковою* щодо впливу структури зразків, отриманих у твердій фазі низькотемпературним ударним ущільненням, на їх фізичні та механічні властивості, та визначення разом із *П. Я Радченком, О. І. Гетьман, В. В. Панічкіною та Ю. М. Подрезовим* оптимальних умов ущільнення для створення матеріалів з високими механічними властивостями. Обґрунтовано доцільність обробки тиском карбідовольфрамівих твердих сплавів у рідкій фазі, але при зниженій температурі та укороченій ізотермічній витримці. Дослідження структури і механічних властивостей зразків із твердих сплавів WC-Co та заліза з крупно- і дрібнозернистого порошку було також проведено разом із польськими колегами *Т. Брінком, Б. Ромельчик та З. Пакієла* з Варшавського Технологічного Університету в рамках договору про науково-технічну співпрацю.

Автор висловлює подяку науковому консультанту роботи заслуженому діячеві науки та техніки, професору, доктору технічних наук *М. С. Ковальченку* за підтримку та критичні зауваження при виконанні цієї роботи.

**Апробація роботи.** Результати роботи доповідалися на таких наукових конференціях: Powder Metallurgy World Congress, PM'94 (Paris, France, 1994); European Conference on Advances in Hard Materials Production, (Stockholm, Sweden, 1996); 14th International Plansee Seminar '97 (Tirol, Austria, 1997); Powder Metallurgy

World Congress and Exhibition, (Granada, Spain, 1998); Conference on Advances in Hard Materials Production, EURO PM'99 (Turin, Italy, 1999); Міжнародна конференція «Матеріали та покриття в екстремальних умовах» (Кацивелі, Автономна Республіка Крим, Україна, 2000); European Congress and Exhibition on Powder Metallurgy, PM2001, (Nice, France, 2001); Міжнародна конференція “Science for Materials in Frontier of Centuries: Advantages and Challenges” (Kyiv, Ukraine, 2002); Powder Metallurgy World Congress & Exhibition, PM2004 (Vienna, Austria, 2004); 4-та Міжнародна Конференція "Welding and Powder Metallurgy-2005" (Riga, Jurmala, Latvia, 2005); 27-а міжнародна конференція "Композиційні матеріали у промисловості" (Ялта – Київ: УНЦ «Наука. Техніка. Технологія», 2007); International Powder Metallurgy Congress and Exhibition, EURO PM2008 (Mannheim, Germany, 2008); 17th Plansee Seminar 2009 – International Conference on High Performance P/M Materials (Reutte, Austria, 2009); Міжнародна Конференція “Електричні контакти та електроди” (Кацивелі, АР Крим, Україна, 2009); Матеріали конференції ПМ2012 «Порошкова металургія: її сьогодні та завтра» (Київ, Україна, 2012); 12th International Conference on Fracture and Damage Mechanics - FDM2013 (Sardina, Italy, 2013); Міжнародна конференція «Електричні контакти та електроди» (Кацивелі, АР Крим, Україна, 2013); 27th International Conference on Electrical Contacts (Дрезден, Німеччина, 2014); European Materials Research Society (E-MRS) Fall Meeting and Exhibit (Warsaw, Poland, 2014).

### **Зв'язок роботи з науковими програмами, планами та темами.**

Дисертація відповідає основним науковим напрямкам роботи Інституту проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича НАН України, а наведені в ній результати отримані в рамках планових держбюджетних та цільових тем:

«Дослідження хімічних, механо-хімічних та механічних методів створення високодефектного стану в порошках неметалічних тугоплавких речовин, вивчення процесів ущільнення та структуроутворення при їх спіканні.» (1.6.2.3.97), 2000, № держреєстрації 0193U017360 (автор відповідальний виконавець); «Розробка наукових принципів підвищення механічних властивостей твердих субмікронних сплавів WC–(Co, Ni), отриманих у твердій фазі високоенергетичним гарячим пресуванням» (1.6.2.8 – 02), 2004, № держреєстрації 0102U005416 (автор керівник);

«Технологічні процеси термічної та термомеханічної обробки порошкових керамічних та кераміко-металевих матеріалів з метою підвищення та забезпечення відтворюваності їх механічних та функціональних властивостей» (Ш-31-07 Ц), 2011, № державної реєстрації 0107U002707 (автор відповідальний виконавець); Розробка методів інтенсифікації ущільнення та консолідації кераміко-металевих та керамічних матеріалів з застосуванням імпульсного та неізотермічного гарячого пресування (Ш-31-07 Ц), 2016, № державної реєстрації 0112U002095 (автор відповідальний виконавець); «Вплив параметрів термомеханічної обробки на консолідацію, формування структури та властивостей порошкових кераміко-металевих та керамічних матеріалів на основі тугоплавких карбідів» (Ш-26-17 Ц), 2021, № державної реєстрації 0117U001052, (автор відповідальний виконавець).

### **Практична цінність одержаних результатів.**

Результати дослідження ударного ущільнення різних порошків та порошкових сумішей при температурах, більш низьких ніж температура вільного спікання, підтвердили можливість отримання зразків з високою щільністю та нерівноважною структурою, що забезпечило зразкам мати підвищені механічні властивості такі як границя текучості, границя міцності на вигин та розтяг, твердість. Підвищені механічні характеристики отримані не тільки на однофазних матеріалах, а й на двофазних композитах, що складаються як з двох металів з різними властивостями, так і двох різнорідних матеріалів – металу та металоподібної тугоплавкої сполуки. У разі відродження в Україні промисловості очікується ефективне використання різних матеріалів, які отримані ударним ущільненням при температурах суттєво знижених відносно температури звичайного спікання. Серед таких матеріалів можуть бути дрібнозернисті однофазні метали такі як мідь, залізо, титан, які завдяки дрібнозернистій структурі мають властивості, порівняні з властивостями легованих металів. Висока ефективність в експлуатації очікується при використанні біметалевих композитів типу Ag-Ni, Cu-Cr, Cu-W, які в результаті ударного ущільнення мають підвищені значення щільності, міцності та твердості. Таке підвищення якості зазначених композитів забезпечують підвищення зносостійкості електричних контактів, електродів для точкового зварювання та електродів для електроерозійної обробки твердих матеріалів. Великий резерв у підвищенні

експлуатаційної стійкості біметалевих композитів може бути розкритий у разі виготовлення ударним ущільненням градієнтних за структурою виробів або виробів, що складаються з різних однофазних чи композитних матеріалів. Крім біметалічних композитів, більш зносостійкими можуть бути і металокерамічні або металокарбідні композити типу WC-Co, які призначені для експлуатації у важких умовах, тобто при дії інтенсивних навантажень. Структура таких композитів після ударного деформування характеризується дрібнішим зерном, зниженим ступенем контакту карбідних частинок і зміцненою кобальтовою зв'язкою, що забезпечує більш високу міцність на вигин і є запорукою підвищеної втомної міцності зразків. Радикальне підвищення експлуатаційної стійкості очікується при отриманні ударним ущільненням композитів на основі карбиду вольфраму з альтернативними кобальту зв'язками. Причому підвищена ефективність може бути реалізована при отриманні удароміцних композитів за рахунок використання зв'язки на основі заліза, а також при отриманні жароміцних композитів за рахунок використання жароміцної інтерметалідної сполуки  $Ni_3Al$ .

Результати проведеного дослідження представляють також важливий пізнавальний матеріал для студентів і фахівців, що стосується різноманітної поведінки при випробуванні одного і того ж матеріалу, але який має велику відмінність у структурі зразків. Крім того, деяким проривом в описі процесу ущільнення порошків в жорсткій матриці може бути запропоноване в роботі нове рівняння, що відображає залежність тиску ущільнення від відносної щільності порошкових брикетів. Корисною є і методика визначення міцності та пластичності зразків при стисканні, що враховує дію максимальних сил тертя між опорними плитами та торцями зразків. В якості конкретних виробів для випробування у виробничих умовах були отримані заготовки з твердого сплаву BK20, призначені для виготовлення матриць з висаджування сталевих болтів. Матриці запуснені на початку 2022 р в роботу на Дружківському заводі металевих виробів, але їх експлуатацію припинено через агресію Російської федерації.

**Публікації.** Матеріали дисертації повною мірою викладено у 50 наукових працях, з них 30 статей у наукових спеціалізованих виданнях України та інших країн, що входять до міжнародних наукометричних баз даних (SCOPUS, EBSCO, Thomson

Reuters, Google Scholar, Research Gate та ін.), 1 патент України та 18 публікацій за матеріалами доповідей на міжнародних конференціях.

**Структура та обсяг роботи.** Дисертаційна робота складається зі вступу, 6 розділів, загальних висновків, списку використаних літературних джерел із 369 найменувань та додатків. Повний обсяг дисертації складає 20.25 авторських аркуші (485 стор.), вона містить 296 рисунків, 39 таблиць та 1 додаток.

## **РОЗДІЛ 1. МЕТОДИ УЩІЛЬНЕННЯ ПОРОШКІВ І МЕХАНІЗМИ УТВОРЕННЯ МІЦНИХ ГРАНИЦЬ МІЖ ЧАСТИНКАМИ**

### **1.1. Методи ущільнення порошків, що дозволяють знизити температуру та тривалість процесу спікання**

#### **1.1.1. Гаряче пресування**

Метод гарячого пресування для ущільнення і спікання порошків і пористих заготовок з'явився ще на початку 19 століття в Росії за ініціативою П. Г. Соболевського для ущільнення порошку платини [1]. Наприкінці 19 століття, а саме, в 1883 р. цей метод був запатентований у Британії для виготовлення алмазних інструментів з металевою зв'язкою [2]. У наступні роки метод гарячого пресування використовували в Америці та Німеччині. Більш детальну інформацію про гаряче пресування, його особливості та розвиток на початку та середині 20 століття, а також про результати ущільнення різних порошків можна отримати з книги Г. В. Самсонова та М. С. Ковальченка [3]. Суть даного методу зводиться до того, щоб до нагрітого до певної температури порошку прикласти тиск. Для цього порошок засипається у прес-форму та нагрівається разом із прес-формою. У більшості випадків прес-форми для гарячого пресування виготовляють із графіту, який можна нагрівати до дуже високих температур, 2000°C та вище. Це дозволяє ущільнювати порошки тугоплавких металів та різних тугоплавких сполук. Нагрівання прес-форми може бути прямим, тобто шляхом пропускання струму через матрицю [3, рис. 5], і непрямим - шляхом, наприклад, високочастотного нагріву [4, рис. 6]. Процес ущільнення можна проводити як у повітрі, так і у захисній атмосфері чи у вакуумі при відповідному доопрацювання устаткування [3]. Прикладання тиску до нагрітого порошку дозволяє в деяких випадках знизити температуру ущільнення порошків, але головною перевагою методу гарячого пресування є суттєве, в кілька разів, скорочення часу спікання. Наприклад, при ущільненні гарячим пресуванням сплавів WC-Co ізотермічна витримка скорочується в порівнянні зі звичайним спіканням, як зазначається у [3] з посиланням на роботу [5], від 90 до 1,5-2хв.

Конструкції пристроїв для здійснення процесу гарячого пресування є досить простими як для лабораторних досліджень - важільний прес [3, рис. 43], так і для промислового виготовлення виробів – гідравлічний прес ПА803 [3, рис. 55.]. Одним



із недоліків методу гарячого пресування є низький рівень тиску, до 50 МПа, обумовлений міцністю графіту, що не дозволяє досягти у багатьох випадках безпористого стану зразків.

Для підвищення тиску пресування порошків при гарячому пресуванні при відносно невисоких температурах (до 800 °С) вдаються до виготовлення прес-форм із жароміцних сплавів [6]. В цьому випадку тиск пресування досягає 200 МПа. Вищий тиск пресування, а саме 600 МПа, можна реалізувати при використанні вітчизняних або зарубіжних жароміцних молібденових сплавів ВМ-3П, 4605, TZM [7, 8]. Дуже високий рівень тиску, близько 2000-5000 МПа створюють у камерах високого тиску, як це показано у роботі [9]. Але в цьому випадку вдається отримати вироби з невеликим об'ємом – до 1 см<sup>3</sup>. Можна відзначити також роботи [10, 11], в яких гарячим пресуванням при температурі 1050 °С і тиску 1500 МПа в сталевий прес-формі отримують звичайні по розміру зразки із суміші металевих порошків з невеликими добавками частинок тугоплавких сполук. Тривалість гарячого пресування у цьому процесі була 6 хв. На жаль, у цих роботах не зазначено, яка сталь у даному випадку використовувалася, і яка конструкція прес-форми застосовувалася.

Метод гарячого пресування все ж таки є більш складним і дорожчим, ніж звичайне спікання в печі. У разі застосування підвищених тисків пресування, 50-100 МПа, необхідно використовувати високоякісний та дорогий графіт. Але і при менших тисках ущільнення порошків потрібна підвищена витрата графіту через низьку стійкість графітової прес-форми, яку можна використовувати в кращому випадку кілька разів. Крім того, при гарячому пресуванні може відбуватися взаємодія між порошком, що ущільнюється, і графітом прес-форми, що призводить до утворення карбідів на поверхні зразків. Гаряче пресування відрізняється від спікання і меншою продуктивністю. У зв'язку з наявністю цих недоліків метод гарячого пресування не набув широкого поширення. Однак у випадках, коли спікання не забезпечує необхідний рівень щільності і міцності матеріалу, застосовують гаряче пресування [2, 12-15]. Однією з областей використання порошкових матеріалів, де гаряче пресування має підвищене поширення - це виготовлення алмазовмісних композитів з металевою матрицею [16-19].

### 1.1.2. Гаряче ізостатичне пресування

Другий метод ущільнення і спікання із застосуванням тиску – гаряче ізостатичне пресування. Цей метод з'явився в середині 20 століття для того, щоб удосконалити метод гарячого пресування шляхом виключення використання графітової прес-форми, що ускладнює технологію. Від звичайного гарячого пресування цей метод відрізняється рівномірним застосуванням тиску з усіх боків. Як правило, тиск до зразка прикладається газовим середовищем, нагрітим до заданої температури. В якості газового середовища використовують аргон, а максимальний тиск пресування може досягати 200 МПа. Порошкові брикети повинні бути капсульовані в металеві або скляні капсули, або попередньо спечені до відносної щільності, що забезпечує відсутність відкритих пор, куди може проникати інертний газ. Спочатку методом ГПІ ущільнювали тугоплавкі метали, потім керамічні та кераміко-металеві матеріали. Пізніше ГПІ почали використовувати для отримання інструментальних сталей і твердих сплавів. Інтерес для методу гарячого ізостатичного пресування представляли також інші порошки, що погано спікаються, наприклад, титан і суперсплави. Більш детальна інформація про метод ГПІ є у статті Фішмейстера, яка була представлена в 1977 році у збірнику доповідей Міжнародного симпозіуму з порошкової металургії у Києві [20], а також у статті [21]. Метод ГПІ постійно використовується у порошковій металургії та створюється нове обладнання для цього процесу. Зокрема, у роботі [22] показана найбільша за розмірами установка (діаметр камери 2,05м, висота 4,2м) для ГПІ, рис. 1.1, а також схема процесу виготовлення виробів із порошків методом ГПІ, рис. 1.2.



Рис. 1.1. – Найбільша у світі установка ГПІ, яка створена в Японії [22]

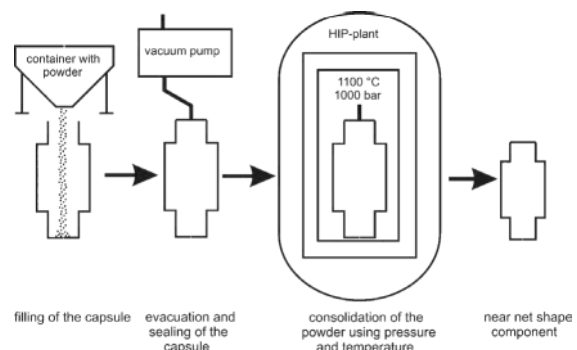


Рис. 1.2. – Схематичне зображення процесу гарячого ізостатичного пресування виробів із формою, близькою до остаточної [22]

Треба відзначити і публікації з досліджень ущільнення порошків методом ГП, що з'явилися останнім часом. Одна з них присвячена розробці ГП для сплавів на основі нікелю, призначених для ядерних програм [23]. Зокрема, фірма Роллс-Ройс досліджувала можливість одержання гарячим ізостатичним пресуванням деталей із нержавіючої аустенітної сталі для ядерних реакторів. Були досліджені сплави 600, 690 і 625. В результаті досліджень було встановлено, що механічні властивості зразків з цих сплавів були такими ж або кращими за властивості аналогічних зразків, отриманих куванням [23].

Одним із недоліків ГП є схема рівномірного стискання, яка мінімізує або навіть виключає зсувні деформації при ущільненні пористих заготовок і робить процес ущільнення менш ефективним. Також існує небезпека проникнення нагрітого інертного газу в пори брикетів при їх неякісному капсулюванні. Крім того, процес гарячого ізостатичного пресування є досить тривалим, кілька годин, через повільне розігрівання камери зі зразками до заданої температури і повільного її охолодження. Тому було досліджено й інші методи ефективного ущільнення порошків. Одним із них є метод спікання під впливом високочастотного електромагнітного випромінювання.

### ***1.1.3. Мікрохвильове спікання***

До перспективних методів підвищення швидкості твердофазних процесів спікання відноситься мікрохвильова обробка порошків і порошкових сумішей. Пізнавальна інформація про мікрохвильове випромінювання та його можливості щодо спікання керамічних порошків є в інтернет-статті [24]. В даний час теорія мікрохвильового нагрівання досить добре розроблена. При цьому показано, що існують два основні механізми трансформації мікрохвильового поля в теплову енергію: виділення теплоти внаслідок діелектричних втрат при поляризації та виділення Джоулевої теплоти при протіканні в речовині наведених струмів.

Типовий мікрохвильовий пристрій, що використовується для нагрівання зразків, складається з чотирьох основних елементів: магнетрону, мікрохвильового резонатора, змішувача та хвилеводу, рис. 1.3а [24]. Мікрохвильове випромінювання генерується магнетроном, передається в робочий простір (резонатор), в якому змішувач розподіляє випромінювання, що надходить, по різних напрямках. При

цьому частка енергії, що надходить в резонатор і поглинається речовиною, залежить від розміру зразка і його діелектричних характеристик. Велике значення при

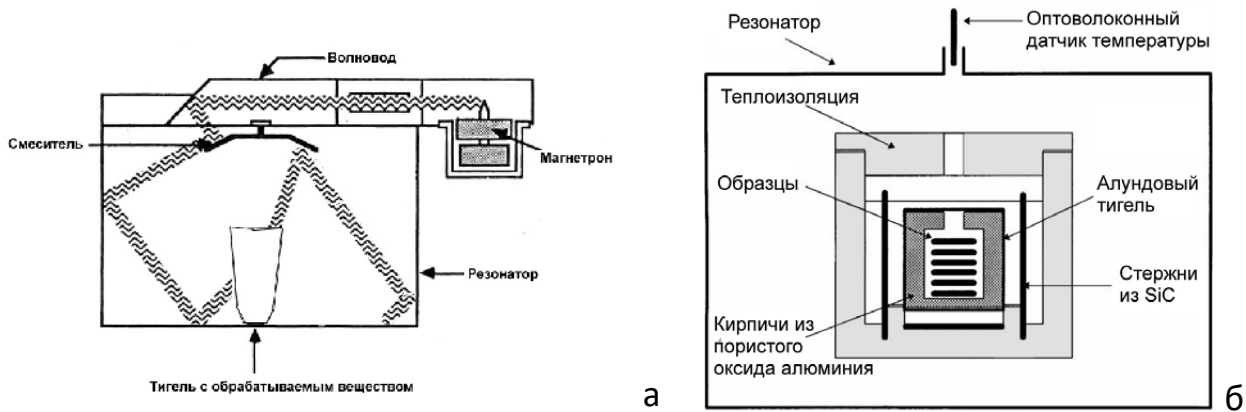


Рис. 1.3. – Основні елементи системи для мікрохвильового нагріву (а) та конструкція камери для мікрохвильової обробки компактних зразків (б) [24]

спіканні в мікрохвильовій печі має конструкція камери, зокрема теплоізоляція зразка та підведення пристрою для вимірювання температури. Оптимальна конструкція камери для мікрохвильової обробки компактних зразків наведена на рис. 1.3б. Основними перевагами мікрохвильового спікання є висока швидкість і рівномірність нагріву всього об'єму зразка, а недоліки мікрохвильової обробки - це складність вимірювання температури та небезпека виникнення локальних перегрівів.

Важливо показати також особливості мікрохвильового спікання порівняно із звичайним спіканням порошків, про що йдеться у цитованій роботі [24]. З цієї роботи видно, що при низькотемпературній витримці значно вищою щільністю

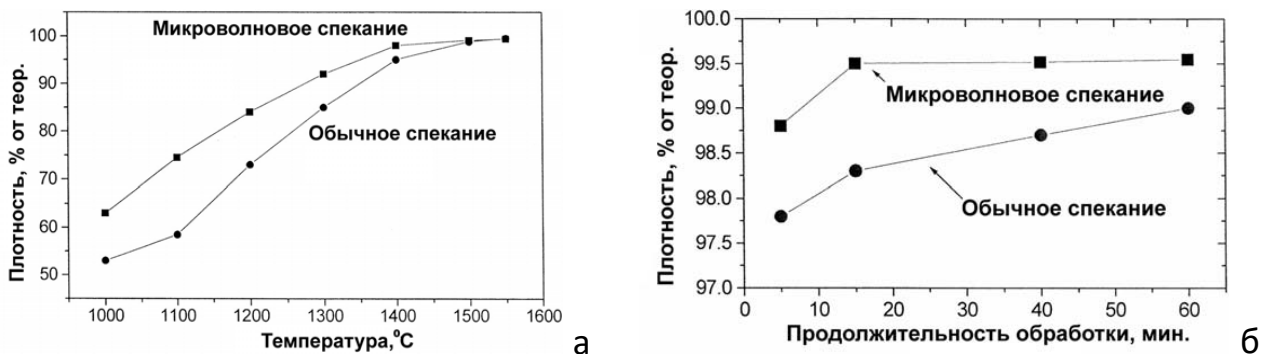


Рис. 1.4. – Залежність щільності зразків  $ZrO_2$  від температури (а) (тривалість обробки – 60 хв.) та тривалості спікання (б) (температура обробки – 1500 °C) [24]

характеризуються зразки, спечені в мікрохвильовому полі, рис.1.4. Крім того, структура зразків, які спечені в мікрохвильовому полі, характеризуються значно меншими розмірами кристалітів, рис. 1.5. Ця особливість мікрохвильового спікання

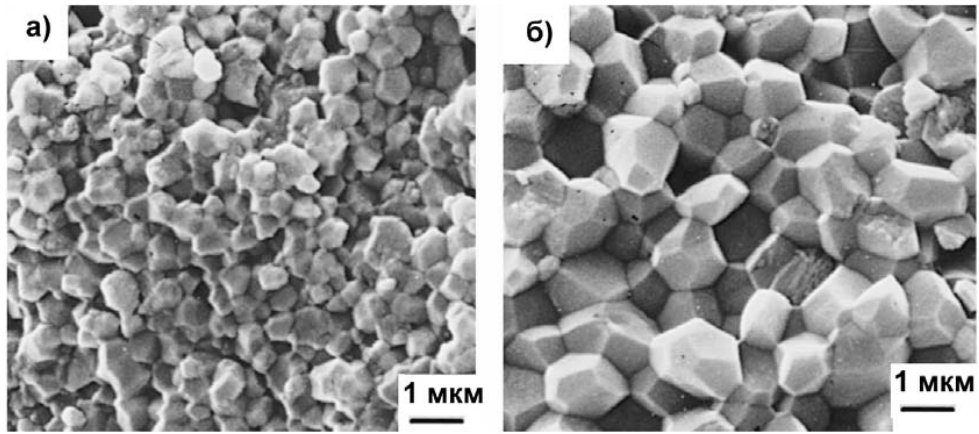


Рис. 1.5. – Мікроструктура зразків  $ZrO_2$ , спечених у мікрохвильовій (а) та звичайній (б) печач [24]

пов'язана, як вважає автор, з інтенсифікацією зернограничної дифузії, що призводить до превалювання процесів ущільнення за рахунок видалення відкритої пористості над процесами зростання зерна кераміки.

Наведені дані для кераміки на основі діоксиду цирконію подібні і для результатів спікання в мікрохвильовому полі практично будь-яких порошків. У деяких випадках для забезпечення високої щільності зразків при мікрохвильовому спіканні недостатнього одного високочастотного випромінювання. Тоді процес мікрохвильового спікання поєднують із процесом гарячого пресування. Такий технологічний процес досліджено у роботі [25] при ущільненні суміші порошків (зв'язки для алмазів), що складається в основному із залізо-мідної компоненти з добавками олова, марганцю, нікелю та карбиду вольфраму. Ущільнення зразків автори проводили методом мікрохвильового спікання разом із гарячим пресуванням при температурах 780, 820, 860 і 900 °С. Дослідження щільності, структури та твердості зразків показали, що більш висока щільність, більш рівномірна структура та підвищена твердість досягається у разі застосування комбінованої технології ніж однієї технології гарячого пресування. Однак навіть у цьому випадку зразки мають пористість близько 4% при температурі спікання 900 °С.

#### **1.1.4. Іскрове плазмове спікання (ІПС)**

Одним із найефективніших методів сучасного спікання порошкових мас, як зазначено в роботі [26], є іскрове плазмове спікання або SPS-технологія (Spark Plasma Sintering). Автори [26] стверджують, що «...ІП-спікання – це поєднання методів гарячого пресування та електростимульованого спікання. У зазначеній

композиції основним засобом спікання є процес консолідації порошку під впливом імпульсних струмів та розрядної плазми. Остання утворюється під дією іскрового розряду у проміжку між сусідніми частинками порошку, що різко стимулює дифузійне спікання. У літературі вкоренилася класифікація ІІІ-спікання на швидкі та надшвидкі методи. У швидких методах зазвичай час розряду, щільність струму та напруга становлять величини близько декількох хвилин, понад 1 кА/см<sup>2</sup> і десятки вольт відповідно. Надшвидкі методи зазвичай поєднують у собі високий тиск і великі значення щільності струму ( $\geq 10$  кА/см<sup>2</sup>). Напруга може змінюватись в діапазоні від декількох вольт до кіловольт.».

Автори роботи [26] запропонували «...ймовірний мікромеханізм іскрового плазмового спікання, в основі якого лежить прискорена дифузія, що збуджується термодифузійною дифузією під дією «мерехтливих» температурних градієнтів. Розглянуто дві стадії процесу: термодифузійний механізм утворення керамічного каркасу при спіканні та термодифузійний механізм заліковування пор при спіканні.».

Іскрове плазмове спікання також відоме як метод спікання в електричному полі (FAST, Field-Assisted Sintering Technology) все ширше застосовується в отриманні численних матеріалів, наприклад, наноструктурних, композитних та градієнтних матеріалів [27]. Технологія заснована на модифікованому методі гарячого пресування, в якому електричний струм подається не на зовнішній нагрівач, а пропускається безпосередньо через прес-форму і заготовку. Завдяки пропусканню імпульсного електроструму і «ефекту розряду плазми» («spark plasma effect»), що виникає при цьому, вдається реалізувати виключно швидке попереднє нагрівання і короткочасні цикли. В результаті можна придумати зростання зерна та виникнення рівноважних станів, що дозволяє отримати матеріали з раніше недосяжною композицією та властивостями, а також матеріали у субмікронному чи наномасштабному діапазоні, або композити з унікальним чи незвичайним складом. Вивченням процесу іскрового плазмового спікання активно почали займатися у Європі та, зокрема, у Німеччині. При цьому певні зусилля були зосереджені на розробці обладнання для іскроплазмового спікання порошків. Зокрема, компанія FCT Systeme GmbH продає у всьому світі установки SPS/FAST, які успішно

застосовуються у науковій роботі та в промисловості (із зусиллям пресування до 400 тс.). На рис. 1.6 показана промислова установка HPD250/C напівбезперервної дії [27]. Подібні установки вже використовуються в промисловості, наприклад, для економічного випуску розпилювальних мішеней та композитних матеріалів.



Рис. 1.6. – Промислова установка FAST(SPS): модель HPD250/C напівбезперервної дії [27]

Важливим є розуміння автором [27] недоліків та проблем як процесу іскрового плазмового спікання, так і обладнання, яке застосовують для реалізації цього процесу. Зокрема, він зазначає, що «...Оскільки промислові користувачі установок FAST повинні, перш за все, орієнтуватися на економічну ефективність, а не лише на покращені властивості та однорідність матеріалів, крайню важливість має короткочасність циклів. Для серійного виробництва або застосування виробів потрібно досягти відповідної продуктивності за одиницю часу, тому технологія FAST зараз інтегрується з технологією автоматичного сухого пресування ТРА. На даний момент — це технічно складні розробки, але й найперспективніші з погляду очікуваного результату.»

У той же час удосконалення процесу ІПС безперервно триває і як приклад наводиться виробнича лінія з виготовлення виробів методом ІПС, яка розроблена у компанії Fuji Electronic Industrial Co, Ltd, Японія, [28]. Більш детальніша схема підготовки невеликих лабораторних зразків, спечених методом ІПС на німецькому устаткуванні FCT-HP-D5, FCT Systeme GmbH, представлена в роботі [29]. В даному

випадку спікання методом ПС порошку титану з алмазними наночастинками проводили при температурі 900 °С, тиск 60 МПа протягом 10 хв у вакуумі. Зразки мали діаметр 10 мм та висоту 12 мм.

Незважаючи на труднощі з промисловим освоєнням процесу ПС, дослідження цього методу проводять досить інтенсивно, про що свідчать публікації останніх трьох років [30-37]. При цьому одна з важливих переваг методу ПС пов'язана зі зниженням температури спікання порошоків, хоча в певних випадках температури, що забезпечують високу щільність, залишаються відносно високими. У той же час відомим є метод спікання порошоків при кімнатній температурі, який отримав назву холодне спікання («cold sintering»).

### ***1.1.5. Холодне спікання***

Одна з перших публікацій щодо процесу холодного спікання з'явилася в 1979 р. [38], а одна з останніх – у 2018 р. [39]. Автором процесу холодного спікання є Elasar Y. Gutmanas, професор Ізраїльського Інституту Технології у м. Хайфа. Для того, мабуть, щоб обґрунтувати появу терміну «холодне спікання» Е. У. Gutmanas дає своє визначення процесу спікання, як процесу, при якому відбувається з'єднання (зв'язування) частинок порошку в більш-менш тверде тіло, що супроводжується збільшенням міцності, пластичності і провідності. Автор методу спікання порошоків при кімнатній температурі вважає, що під холодним спіканням можна розуміти ущільнення порошоків і при вищих ніж кімнатна температурах, а саме ущільнення в діапазоні температур від кімнатної до  $0,5 T_{пл}$ . ( $T_{пл}$  – температура плавлення металу за Кельвіном). При температурі більше  $0,5 T_{пл}$  відбувається звичайне або гаряче спікання. При гарячому спіканні процеси ущільнення та з'єднання частинок обумовлені наявністю активних дифузійних потоків на поверхні та всередині частинок, а також за рахунок повзучості. Вклад пластичної деформації в процес ущільнення за рахунок ковзання дислокацій при гарячому спіканні є незначним, але при температурах  $T < 0,5 T_{пл}$  внесок пластичного течії в ущільнення може бути визначальним. Е. У. Gutmanas, посилаючись на роботи інших фахівців, зазначає, що пластична деформація розглядається як важливий механізм, що забезпечує контакт та адгезію чистих поверхонь, у процесах тертя та холодного зварювання. Для забезпечення високої щільності зразків при ущільненні пластичного порошку в



матриці необхідне прикладання до порошку високого тиску. При розрахунку необхідного рівня тиску для досягнення заданої щільності Е. У. Gutmanas використовує рівняння С. Torre [40] і показує, що для того, щоб забезпечити щільність зразка на рівні 99% від теоретичної, необхідно, щоб тиск пресування перевищував границю текучості матеріалу в 3 рази. Оскільки границя текучості більшості наклепаних металів при кімнатній температурі менше 1500 МПа, то для забезпечення високої щільності при ущільненні багатьох порошків, як вважає Е. У. Gutmanas, потрібен тиск не більше 4,5 ГПа. Результати дослідження ущільнення різних порошків при тиску 4,0 ГПа з оцінкою якості одержаних зразків показано в табл. 1.1. Ці результати показали, що високий тиск при ущільненні пластичних порошків при кімнатній температурі призводить до отримання хорошої якості зразків, яким в табл. 1.1 відповідають символи "+" та "++". Це свідчить про утворення при холодному ущільненні високої міцності між частинками, яка характерна для гарячого спікання.

Таблиця 1.1. – Холодне спікання порошків при 300К та тиску 4,0 ГПа [38]

Матеріал	Температура плавлення, $T_{пл}$ , К	Модуль об'ємного стискування, К, ГПа	Границя текучості, $\sigma_t$ , ГПа	Якість після холодного спікання
Al	933	88	0.04	++
Cu	1356	142	0.2	++
Co	1768	190	0.2	+
Fe	1809	173	0.2	+
Ti	1941	125	0.7	+
Nb	2741	153	0.3	++
Mo	2883	270	1.4-2.5	+ -
Ta	3269	194	0,4-1,0	++
W	3660	308	2,0-4,0	+ -
Нержавіюча сталь 316L	~1700		0,5	+
Inconel 600	~1675		0,5	+
Ti-6Al-4V	~1900		1,5	+ -
MgO	3073	130	крихкий до ~400 К	-
TiC	3340	250	крихкий до ~1100 К	--
WC	3050	330	крихкий до ~1200 К	--

++ високі механічні властивості: границя текучості після холодного спікання більша за звичайну границю текучості, пластична деформація більше 10 %, щільність більше 98 %

+ границя текучості після спікання більше звичайної границі текучості, пластична деформація більше 1%, щільність більше 95%

Механізми холодного спікання при високому тиску та можливе застосування даного методу обговорюється у роботі [41]. Передбачається, що при високому тиску та пластичної деформації частинок відбувається очищення їх поверхні від оксидів та утворення фізичного контакту між частинками. Однак багато залишається плоских пор між поверхнями частинок і рівновісних малорозмірних пор у потрійних стиках частинок, а також ділянки оксидних шарів. При додатковій термічній обробці зразків відбувається сфероїдизація плоских пор та зменшення пористості. Це відбувається за рахунок поверхневої та зернограничної дифузії. Крім того, підвищена щільність дислокацій поблизу пор полегшує пластичну течію як за рахунок ковзання дислокацій, так і за рахунок їх переповзання.

Для забезпечення ущільнення порошків під високим тиском використовують міцні матриці, зразки яких показані на рис. 1.7.

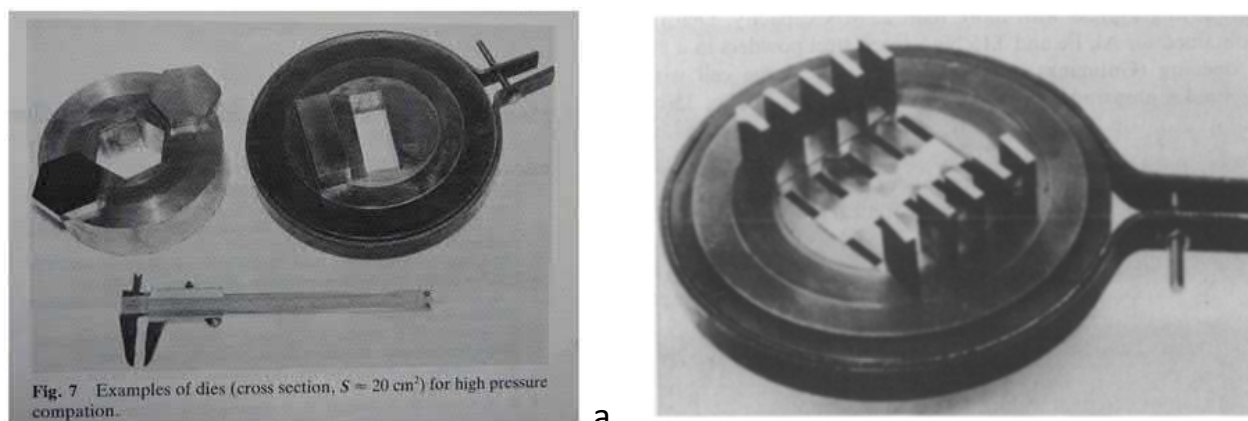


Рис. 1.7. – Зразки одномісної (а) [41] та багатомісної (б) [42] прес-форм для ущільнення порошків під високим тиском

Ефективність холодного спікання може бути збільшена за рахунок додаткової термообробки пресовок, що забезпечує: а) поліпшення зв'язку між частинками та сприятливу зміну форми міжфазних оксидних шарів та пор; б) додаткове легування; с) додаткове зміцнення за рахунок мартенситного перетворення та виділення дисперсних частинок.

Автор методу «холодне спікання» активно проводив дослідження щодо отримання матеріалів із нерівноважною структурою. Зокрема, вивчення процесу ущільнення та спікання нанокристалічних порошків представлено в роботі [43], а отримання алмазовмісних композитів шляхом холодного ущільнення та додаткової обробки при температурах 900 і 1000 °С описано в роботі [44]. Одна з останніх

публікацій з холодного спікання присвячена розробці композитних біоматеріалів на основі заліза та срібла [45]. У вступі до даної роботи представлена дуже цікава інформація про актуальність розробки імплантатів, що біорозкладаються. При цьому сплави на основі заліза і срібла є найбільш привабливими біорозкладними матеріалами для імплантатів, що несуть навантаження. Крім того, було повідомлено, що наноструктурування значно збільшує міцність високопористих підкладок Fe-(10-20) об.% Ag. Механічні властивості зразків, одержаних холодним спіканням порошкової суміші Fe-Ag з подальшим відпалом, показані в табл. 1.2, з якої випливає, що зразки, які відпалені при невисокій температурі, мають досить високу міцність.

Таблиця 1.2. – Механічні властивості нанокомпозитів Fe-Ag та зразків Fe, одержаних розмелом в атриторі протягом 8 годин та холодно-спечених при тиску 2,5 ГПа [45]

Склад та спосіб отримання	Границя текучості стискування, МПа	Пластична деформація стискування, %	Міцність на вигин, МПа	Відносна щільність, %
Fe5Ag, холодне спікання (х. с.), відпал 550 °С, 1 ч	880±20	22	1020±30	96±0,5
Fe10Ag, х. с., відпал 550 °С, 1 ч	790±20	28	910±25	97±0,5
Fe5Ag, х. с., відпал 600 °С, 1 ч	760±20	26	880±20	97±0,5
Fe10Ag, х. с., відпал 600 °С, 1 ч	710±25	33	835±30	98±0,5
Fe5Ag, х. с., відпал 800 °С, 1 ч	690±20	36	820±20	98±0,5
Fe10Ag, х. с., відпал 800 °С, 1 ч	670±20	44	715±15	99±0,3
Fe, х. с., відпал 550 °С, 1 ч	840±25	24	970±25	97±0,5
Fe, х. с., відпал 800 °С, 1 ч	455±15	>50	540±20	98±0,5
Fe (30 нм), х. с. (Gutmanas et al., 1994)	1100±25	>20		97±0,4
Fe5Ag (25 мкм), (Huang et al., 2016)	375±20			98,7

Структура композиту Fe-10Ag, отриманого ущільненням при тиску 2,5 ГПа та відпаленого при 550 °С у водні представлена на рис. 1.8, а криві напруження-деформація на вигин зразків з чистого заліза і композитів Fe-5Ag і Fe-10Ag видно на рис. 1.9.

Розглянуті вище методи спікання порошків із застосуванням тиску мають одну загальну особливість. Ця особливість пов'язана з характером прикладання навантаження. А саме, прикладання тиску забезпечується шляхом відносно

повільного стискання порошку за рахунок підведеного зусилля, створюваного гідравлічним або механічним пресом. Однак є й інший спосіб прикладання навантаження, який характеризується високою швидкістю ущільнення за рахунок підведеної кінетичної енергії масивного тіла. Такий спосіб ущільнення реалізується

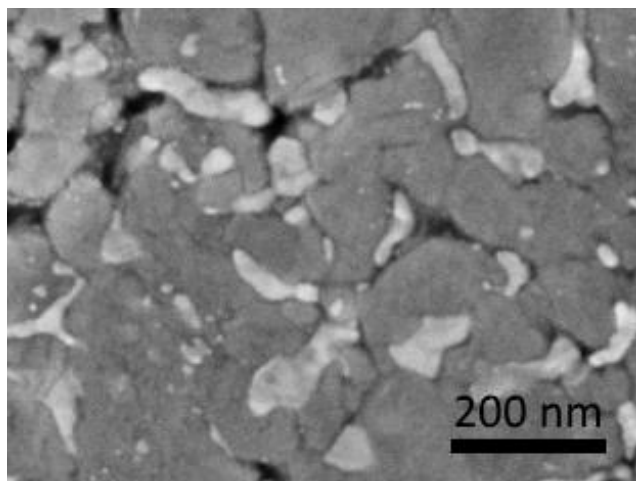


Рис. 1.8. – Мікроструктура зразка Fe10Ag, який отримано холодним спіканням при 2,5 ГПа та відпалено у водні при 550 °C за 1 годину [45]

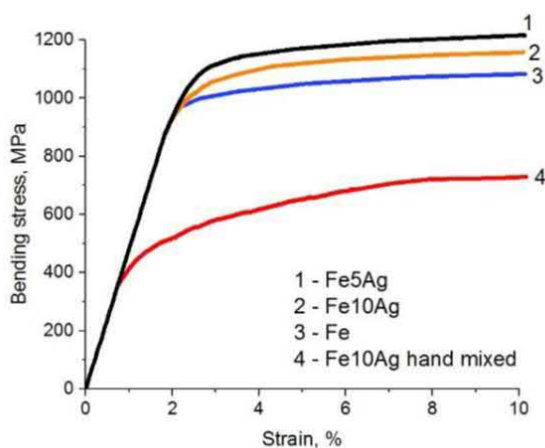


Рис. 1.9. – Крива напруження-деформація при вигину зразків Fe, Fe-5Ag, Fe-10Ag, а також зразків Fe-10Ag, змішаних вручну. [45]

на обладнанні ударної дії, тобто на різних молотах, і називається як «динамічний» спосіб ущільнення на відміну від статичного або квазістатичного, що реалізується на пресовому обладнанні. Динамічні способи ущільнення поширені менше, ніж статичні, але вони мають деякі переваги, про які буде сказано далі, і тому заслуговують на увагу. Одним із таких способів ущільнення порошку є відоме у колишньому Радянському Союзі «динамічне гаряче пресування», запропоноване професором Ю. Г. Дорофєєвим [46-48]. Подібний метод використовується також за кордоном і незалежно від температури ущільнення (холодне, тепле або гаряче) називається як високошвидкісне компактування (*high velocity compaction*). Інтерес представляють дослідження з динамічного компактування порошків за кордоном і тому розглянемо деякі іноземні публікації на цю тему.

### 1.1.6. Високошвидкісне компактування (*high velocity compaction-HVC*)

Високошвидкісне компактування відноситься до одного з динамічних методів ущільнення порошків, що відрізняються швидкістю навантаження. При динамічному компактуванні, тобто компактуванні за рахунок енергії ударника, що рухається, швидкість ударника може бути істотно різною - від декількох (2-7) до

тисяч (1000-2000) метрів в секунду. Якщо невелика швидкість ударника, що називається як швидкість деформування, реалізується при звичайному падінні вантажу з певної висоти (при падінні з висоти  $H=2\text{м}$  швидкість ударника буде  $v=6,3\text{ м/с}$ ,  $v = \sqrt{2gH}$ ,  $g$  – прискорення земного тяжіння), то для швидкості ударника понад  $1000\text{ м/с}$  необхідно для його розгону використовувати вибухові речовини. У зв'язку з цим у літературі під динамічним компактуванням розуміють процеси із різною швидкістю деформування порошку. Принципова відмінність при ущільненні порошку з різною швидкістю пов'язана з наявністю та впливом ударних хвиль на процес ущільнення. При низькій швидкості ущільнення впливом ударних хвиль можна знехтувати, а за високої швидкості ударника процес ущільнення істотно залежить від проходження ударних хвиль, тобто хвиль стискання та розтягування. Швидкість, яка розмежовує ці два діапазони швидкостей деформування не є постійною, а залежить від початкової щільності засипаного в матрицю порошку та матеріалу порошку, а точніше від швидкості звуку, що проходить через порошковий зразок з певною щільністю [49]. Крім швидкості звуку в порошковому зразку існує ще один критерій, що дозволяє не враховувати вплив ударних хвиль на процес ущільнення, і побічно пов'язаний зі швидкістю звуку. Цей критерій ґрунтується на тривалості процесу ущільнення. А саме, якщо при заданій швидкості ударника тривалість процесу ущільнення порошку перевищує в п'ять разів тривалість проходження ударною хвилею порошкового зразка, впливом ударної хвилі можна знехтувати [50]. Наприклад, при ущільненні порошку заліза з початковою відносною щільністю близько 50% швидкість ударної хвилі (приблизно дорівнює швидкості звуку) буде в області  $100\text{ м/с}$  [49], тоді при швидкості ударника менше  $20\text{ м/с}$  впливом ударних хвиль можна знехтувати.

Процеси компактування порошку та відповідні установки зі швидкістю ударника (швидкістю деформування) від  $10$  до  $50\text{ м/с}$  з'явилися на початку 60-х років минулого століття. Так звані високошвидкісні молоти були створені спочатку для гарячого точного об'ємного штампування в колишньому СРСР і за кордоном [51]. Потім були спроби використання таких молотів для ущільнення порошку, але вони не показали особливої ефективності у зв'язку з появою нових проблем, що стосуються, наприклад, більш низької стійкості інструменту [52, 53].

Наприкінці 70-х та на початку 80-х років минулого століття знову повернулися до динамічного ущільнення порошку при швидкості деформування більше 300 м/с [54, 55]. Автор даних робіт D. Raybould у співавторстві з колегами оголосив такий метод ущільнення як новий процес у порошковій металургії [54]. Він наголосив на тому, що при швидкостях ущільнення від 300 до 1200 м/с відбувається компактування порошку за рахунок проходження інтенсивних ударних хвиль через порошок, в результаті чого частинки порошку стикаються один з одним так сильно, що міжчастинкові оксидні плівки руйнуються і формується «металургійний» зв'язок. У деяких випадках генерується нагрів у точках контакту, достатній для розплавлення поверхні частинок порошку. Ці умови залежать від термічних властивостей металу (точка плавлення, провідність, питома теплоємність та прихована теплота плавлення) та таких параметрів як розмір частинок, їх форма та упаковка. Типові швидкості удару для розплавлення деяких матеріалів, на думку авторів [54], такі: свинець – 500 м/с, алюміній – 1000 м/с, сталь – 1000 м/с. Показано було також, що щільність компактів при динамічному ущільненні вище, ніж при статичному ущільненні при тому самому тиску, і що щільність більш рівномірна в матриці прийнятної складності. Для підтвердження ефективності такого методу ущільнення з подальшим спіканням автори [54] навели властивості зразків із різних сталей, отриманих даним методом та куванням. Автори відзначають, що їхній метод може бути ефективним для створення композиційних матеріалів, які хімічно не сумісні при нормальних температурах спікання, а також матеріалів з метастабільною структурою при використанні, наприклад, аморфних порошоків.

Ще одну перевагу динамічного компактування відзначають автори. Вона стосується обладнання для проведення цього процесу, яке є легшим і компактнішим, як стверджують автори, ніж статичний прес. Наприклад, обладнання для динамічного компактування заготовки діаметром 70 мм важить менше ніж 1 т і виконує роботу гідравлічного преса зусиллям 1000 тс [54]. У роботі [55] D. Raybould детальніше досліджував ущільнення порошку нержавіючої сталі 304L і показав установку, на якій цей процес був реалізований, рис. 1.10. Розгін ударника проводився за рахунок стисненого повітря, але швидкість та маса ударника в даному повідомленні не вказані. Зазначається, що діаметр зразків був 50 мм. Більше того,

на установці, очевидно, проводилася реєстрація зусилля ущільнення, оскільки було вивчено зміну тиску пресування від щільності зразків, що показано на рис. 1.11. На цьому малюнку показано також оцінку ступеню розплавлення на контактах частинок і залежність тиску від щільності при «квазістатичному» ущільненні. З представленого рисунку

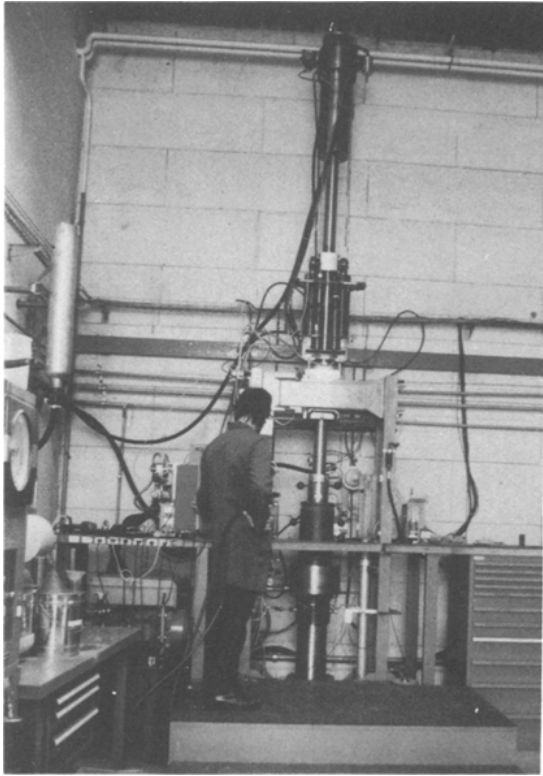


Рис. 1.10. – Прес для динамічного компактування потужністю більше 1000тс [55]

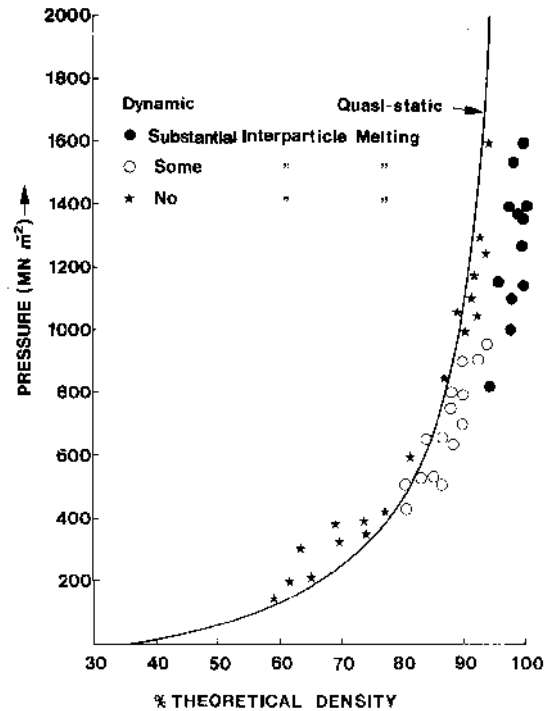


Рис. 1.11. – Зміна тиску пресування від щільності зразків з оцінкою ступеню розплавлення на контактах частинок нержавіючої сталі 304L [55]

слідуює, що при щільності зразків менше 80 % статичне ущільнення дає більшу щільність, ніж динамічне, але при більшій щільності ця перевага статичного ущільнення зникає. У даному випадку при динамічному компактуванні підвищення щільності відбувається за допомогою дедалі більшої кількості фактів міжчастинкового розплавлення. Однак незважаючи на ефект розплавлення контактів між частинками та можливість отримувати при кімнатній температурі міцні зразки запропонований метод компактування порошку з дуже високою швидкістю (більше 100 м/с) не вийшов за межі лабораторних досліджень.

Спроба впровадити високошвидкісне штампування порошків зі швидкістю ударника  $\sim 30$  м/с робилася й у колишньому Радянському Союзі та, зокрема, в Україні з ініціативи нашого Інституту (ІПМ НАН України) [56]. За технічним

завданням наших фахівців було спроектовано та виготовлено у місті Вороніж високошвидкісний молот М8318 для ущільнення металевих порошків [57]. Зовнішній вигляд цього молота та його принципова схема показано на рис. 1.12. Цей молот було поставлено на Броварський завод порошкової металургії (БЗПМ) для промислового виготовлення деталей із порошку. Проте його експлуатація не була повною мірою реалізована.

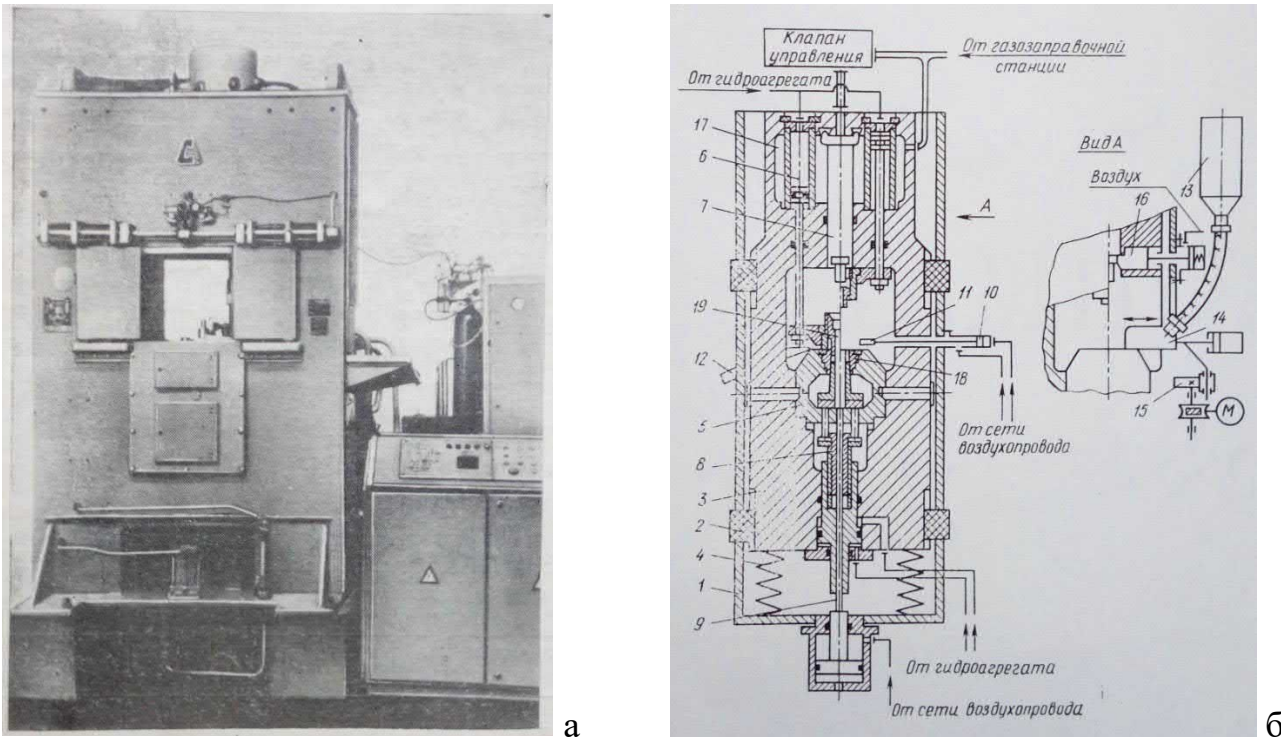


Рис. 1.12. – Зовнішній вигляд високошвидкісного молота М8318 для ущільнення металевих порошків (а) та його принципова схема (б) [57]

До методу високошвидкісного компактування знову повернулися наприкінці 90-х – початку 2000-х років у Швеції. Всесвітньо відома з виробництва залізних порошків шведська фірма Högans AB орієнтуючись, ймовірно, на можливість отримання високої щільності в порошкових зразках за дуже короткий час (у 500-1000 разів менше, ніж при звичайному пресуванні) та на можливість виробництва дуже великих деталей (при суттєво зниженій масі ударного обладнання в порівнянні з масою пресового обладнання) вирішила розробити нове обладнання та провести свої дослідження з високошвидкісного компактування порошків. У зв'язку з цим необхідно відзначити роботу Р. Skoglund [58], опубліковану в 2001 р. У цій публікації наведено спрощену схему процесу компактування, яка показана на рис. 1.13а, а також обладнання для цього процесу з енергією 4 кДж, рис.1.13б.



Фірма Höganas AB побачила можливість серійного виробництва високоякісних порошкових деталей та розпочала розробку відповідного обладнання. Були розроблені конструкції пристроїв з енергією компактування від 4 до 60 кДж. Принцип дії розроблених пристроїв поки невідомий (пристрої розроблені компанією з виробництва обладнання Hydropulsor AB, Karlskoga, Sweden [59]), але, судячи зі схеми на рис. 1.13а ущільнення порошку відбувається за рахунок

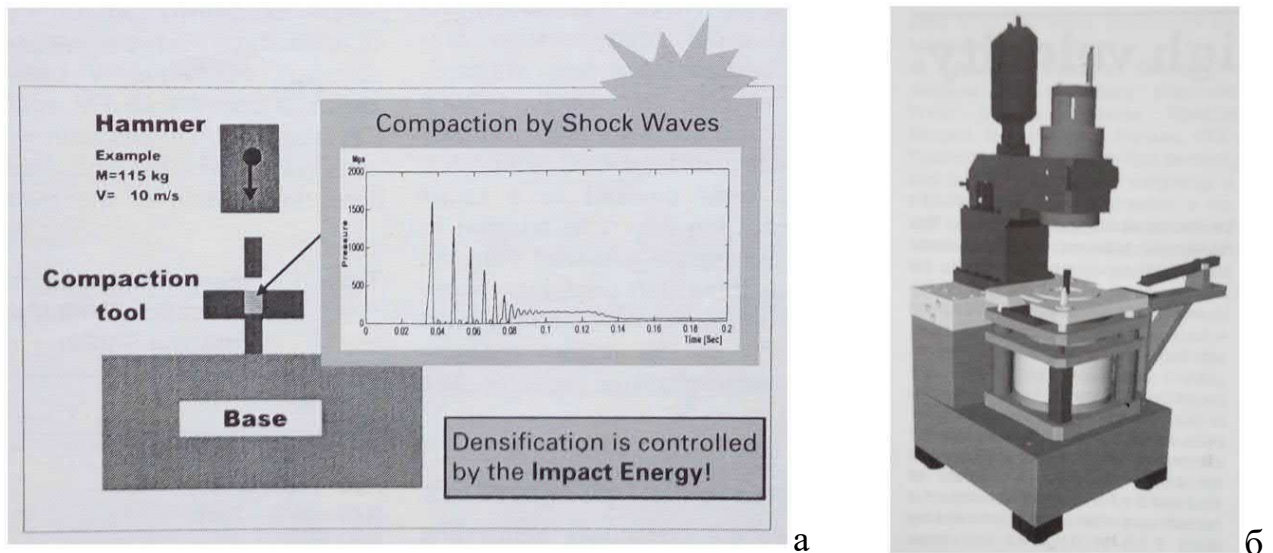


Рис. 1.13. – Схема процесу високошвидкісного компактування порошків (а) та машина для високошвидкісного компактування НУР35-4 з максимальною енергією удару 4 кДж (б) [58]

кінетичної енергії ударника, що приводиться в дію якимось енергоносієм. Як приклад розглядається схема молоту, в якому ударник масою 115 кг набуває в момент ущільнення порошку швидкість 10 м/с. Кінетична енергія такого молота дорівнює 5750 Дж ( $mV^2/2$ ). На схемі також показано процес ущільнення порошку у часі і у вигляді загасаючих періодичних імпульсів тиску. При цьому перший імпульс тиску має найбільшу величину, що дорівнює приблизно 1600 МПа. Слід зауважити, що це досить високий рівень тиску для інструменту, що здійснює ущільнення порошку, але автор [58] повідомляє, що при виборі інструменту з відповідної сталі стійкість пуансона при компактуванні порошку може досягати 100000 заготовок.

З попередньої публікації, що показує перевагу високошвидкісного компактування порошків в забезпеченні підвищеної щільності зразків, немає пояснення причини, що викликає збільшення щільності. Однак у роботі G. Sethi та ін. (2006) [49] зроблено спробу розібратися в особливостях динамічного та

квазістатичного ущільнення порошків та проведено більш детальні дослідження цих процесів. Важливою особливістю цих досліджень є те, що вони проведені на шведській установці Hydropulsor НУР-35-40, і для дослідження було вибрано розпорошений водою порошок легованого заліза Fe–0.85Mo–2Ni–0.25C. Автори даного дослідження спробували з'ясувати причину підвищеної щільності зразків при високошвидкісному компактуванні та провели порівняння щільності зразків, які отримані звичайним пресуванням порошку та високошвидкісним компактуванням. При цьому зміну щільності вони пов'язали зі зміною тиску ущільнення. Результати цього порівняння показано на рис. 1.14.

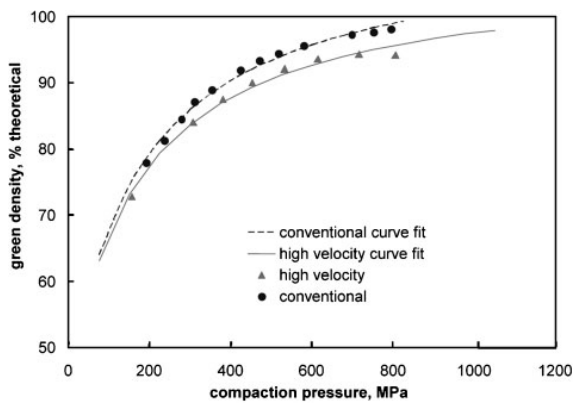


Рис. 1.14. – Сира щільність зразків в залежності від тиску пресування при звичайному та високошвидкісному компактуванні [49]

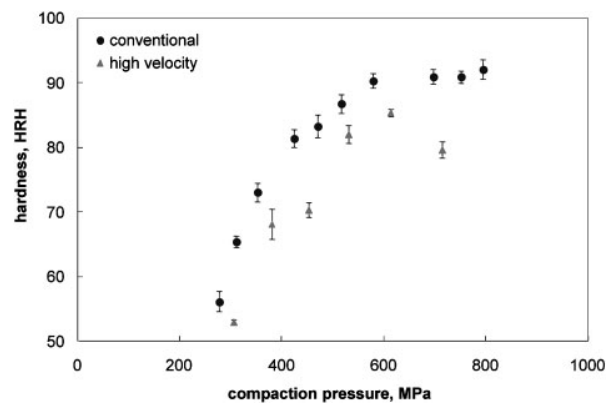
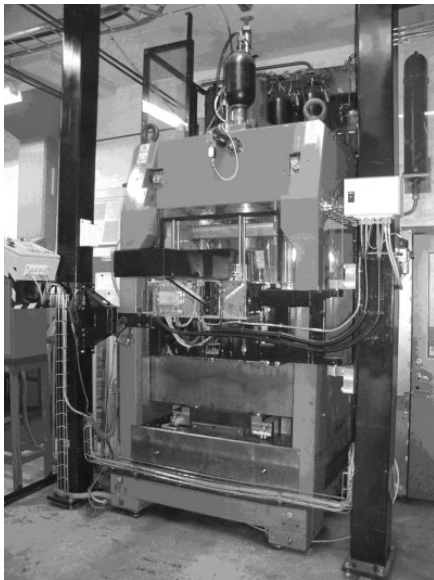


Рис. 1.15. – Середня твердість сирих зразків залежно від тиску при звичайному та високошвидкісному компактуванні [49]

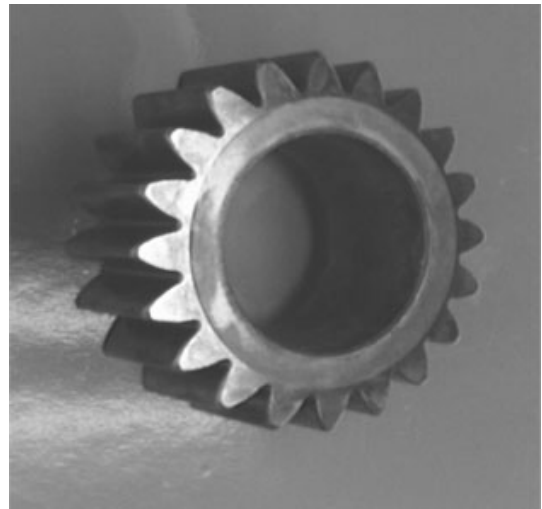
Як видно з цього рисунку, щільність зразків при тому самому тиску пресування вище у випадку звичайного пресування. Вимірювання твердості спресованих різними методами зразків, рис. 1.15, також показали, що при звичайному пресуванні твердість зразків вище твердості зразків після високошвидкісного пресування з таким же рівнем тиску. Вища твердість на сирих зразках свідчить про вищу їх щільність. З цього порівняння випливає важливий і принциповий висновок про те, що висока швидкість ущільнення при однаковому зі звичайним пресуванням тиску призводить до зменшення щільності зразків. Цей результат підтверджено, як зазначають автори, в інших роботах [60-63]. Отже, більш висока щільність зразків після високошвидкісного ущільнення обумовлена не високою швидкістю ущільнення, а більш високим тиском ущільнення, яке може досягати 1600 МПа, що було показано вище. З обробки металів тиском відомо, що збільшення швидкості деформації призводить до підвищення границі текучості матеріалу і тому

закономірним є факт зниження щільності при високій швидкості ущільнення порошку, коли максимальний тиск ущільнення не перевищує тиск звичайного пресування.

Слід також зазначити, що дослідження ущільнення порошків методом високошвидкісного ущільнення продовжують проводитись в різних країнах. При цьому у багатьох випадках для проведення досліджень було закуплено обладнання, що випускається шведською фірмою Hydropulsor AB. А в самій Швеції і також у Німеччині були запуснені лінії [64] (2006) з виробництва деталей методом високошвидкісного компактування порошків на шведській установці Hydropulsor HYP35-17. Ця установка, а також одна з деталей, яка виготовлена на установці, показані на рис. 1.16 [64].



а



б

Рис. 1.16. – Прес Hydropulsor HYP35-17 для високошвидкісного компактування, встановлений для виробництва виробів у м. Katrineholm, Швеція та у м. Schweinfurt, Німеччина (а) та шестерня, отримана високошвидкісним компактуванням на цьому устаткуванні (б) [64]

Висока активність у дослідженні високошвидкісного компактування порошків виявлена з боку китайських фахівців. Одне з досліджень пов'язане з ущільненням методом HVC розпорошеного водою залізного порошку [65]. У цій роботі дослідження проводили на пристрої HYP35-7 з максимальною енергією 7 кДж, вид якого та схема ущільнення показані на рис. 1.17. На цьому пристрої були спресовані кільцеві зразки із зовнішнім діаметром 60 мм та внутрішнім діаметром 30 мм. Маса зразків була 130 г, і один із них показаний на рис. 1.18. Процес

ущільнення реєстрували комп'ютером, який приймав сигнал з тензодатчиків месдоз, розташованої під нижнім пуансоном, як показано на схемі ущільнення, що представлена на рис. 1.17б. Процес ущільнення вивчали, варіюючи швидкість удару,

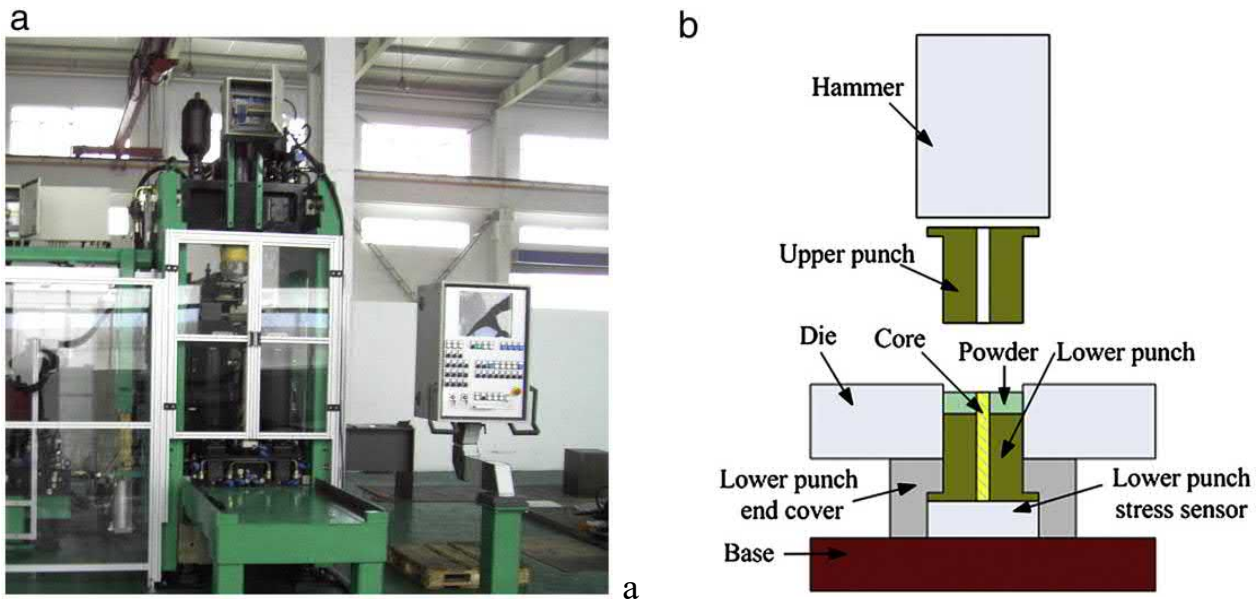


Рис. 1.17. Пристрій високошвидкісного компактування НУР35-7 (а) і схема процесу ущільнення (б) [65]

тобто змінюючи енергію удару. Зміна сирової щільності зразків від швидкості ударника показано на рис. 1.19. Автори роботи [65] зазначають, що при швидкості



Рис. 1.18. - Вид кільцевого зразка після високошвидкісного ущільнення [65]

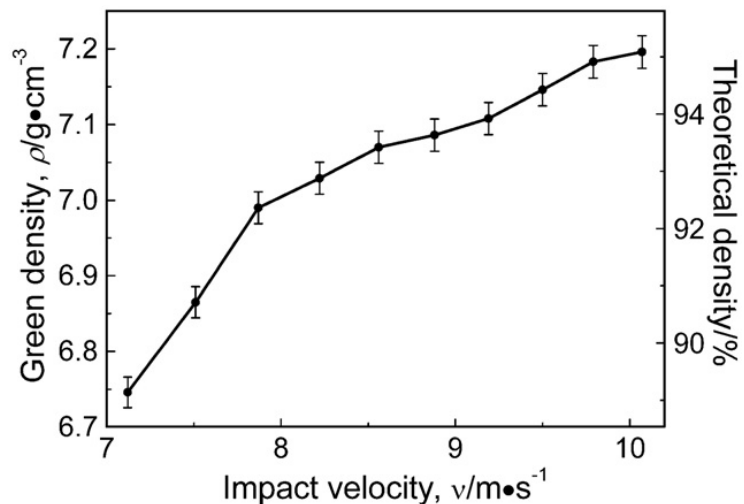


Рис. 1.19. - Залежність сирової щільності зразків від швидкості ударника [65]

удару більше 10,07 м/с спостерігається у зразках розшарування. Інтерес викликає характер процесу ущільнення порошку при високошвидкісному компактуванні, який показано на рис. 1.20. Весь процес компактування включає кілька імпульсів тиску зі загасанням за величиною максимального тиску. Наведені на рис. 1.20а імпульси тиску автори називають, як і в шведській статті [58], ударними хвилями,

хоча насправді це звичайні повторні удари після пружного відскоку ударника. Характерним є вигляд першого імпульсу тиску, який має найбільший тиск і яскраво виражену фазу навантаження, що відрізняється від фази розвантаження більшою тривалістю. Така форма імпульсу тиску або процесу ущільнення залізного порошку була отримана нами ще в 1979 р.

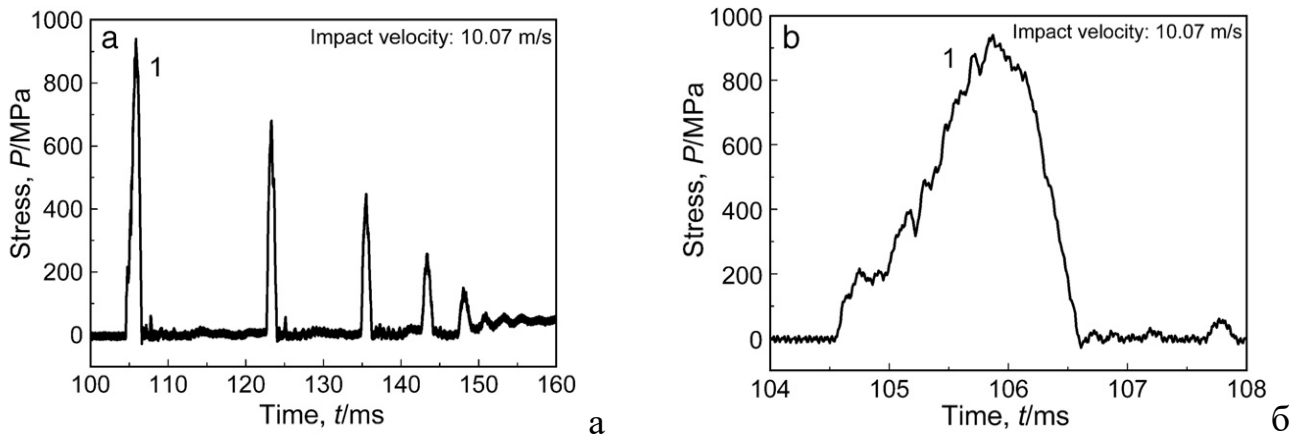


Рис. 1.20. – Процес ущільнення порошку при швидкості ударника 10,07 м/с залежно від часу (а) та виду першої ударної хвилі або першого ударного імпульсу при зміні масштабу часу (б) [65]

Як було показано вище, високошвидкісне компактування порошку забезпечує більш високу щільність зразків в порівнянні зі звичайним пресуванням. Але ефективність високошвидкісного ущільнення може бути підвищена, якщо ущільнення порошку проводити при вищих, ніж кімнатна, температурах. В даному випадку привертає увагу процес теплового пресування порошків при високій швидкості навантаження.

### 1.1.7. Тепле високошвидкісне компактування (*warm high velocity compaction-WHVC*)

Відомо, що підвищення температури металів призводить до зниження їх границі текучості та підвищення пластичності. Ці особливості впливу температури на властивості металів дуже важливі при ущільненні металевих порошків в жорсткій матриці для полегшення процесу ущільнення. При цьому ефект підвищення щільності може бути суттєвим при невеликому підвищенні температури порошку. Такий процес називається теплим пресуванням, і він привернув увагу також дослідників, які займаються високошвидкісним компактуванням для того, щоб ще більше підвищити щільність зразків. Поєднання теплового і високошвидкісного

компактування особливо цікаве для ущільнення порошків, що важко деформуються (через підвищену границю текучості). У зв'язку з цим слід зазначити роботу [66], в якій процес високошвидкісного теплового компактування застосували до ущільнення порошку нержавіючої сталі 316L. Для реалізації такого процесу китайські автори даної роботи розробили свою установку, аргументуючи таку необхідність високою вартістю шведських установок Hydropulsor AB для високошвидкісного компактування порошків. Розроблена китайськими конструкторами установка для високошвидкісного теплового компактування схематично показана на рис. 1.21.

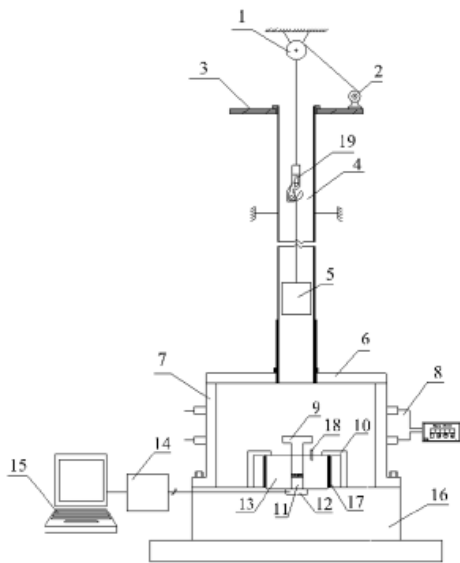


Рис. 1.21. – Схема установки для високошвидкісного теплового компактування порошків [66]

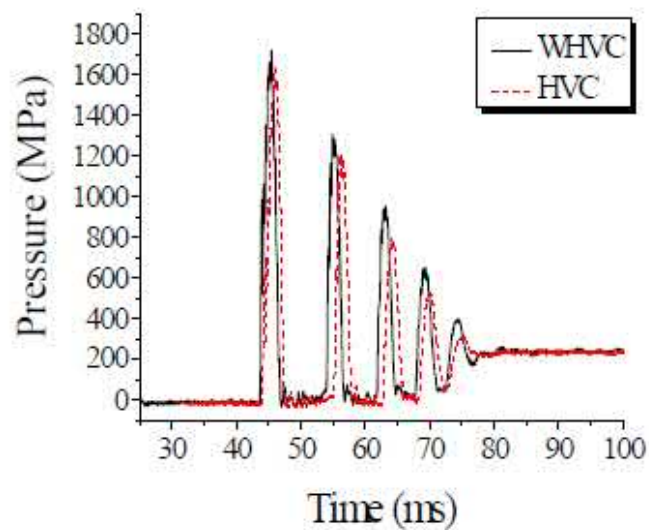


Рис. 1.22. – Ударні хвилі (імпульси) при звичайному та теплому високошвидкісному компактуванні порошків [66]

Принцип дії цієї установки гранично простий, оскільки заснований на прояві гравітаційних сил, тобто використання енергії падіння вантажу з заданої висоти. Максимальна швидкість падіння вантажу (ударника) 18,78 м/с, тобто з висоти 18 м. Прес-форма із порошком нагрівається до невисокої температури (120 °С) електричною спіраллю. Автори розробки вважають, що нова установка є не тільки екологічною та ресурсозберігаючою, але й простішою в конструкції, що суттєво знижує її вартість (приблизно вп'ятеро в порівнянні з аналогічною шведською установкою). Ця установка запатентована в Китаї (application number: 201010019542.5), незважаючи на використання відомого з найдавніших часів принципу накопичення енергії.

Для оцінки ефективності теплового високошвидкісного компактування автори

[66] порівнювали його з високошвидкісним компактуванням при кімнатній температурі. При цьому реєстрація на комп'ютері імпульсів тиску показала, що кількість імпульсів для звичайного та теплового високошвидкісного компактування, а також форма імпульсів збігаються, рис. 1.22. Тим не менш, сира щільність зразків після теплового ущільнення була вищою за щільність зразків після звичайного ущільнення -  $7,47 \text{ г/см}^3$  і  $7,20 \text{ г/см}^3$  відповідно. На рис. 1.23 показана мікроструктура зразків, отриманих теплим та звичайним високошвидкісним пресуванням. При цьому на рис. 1.23а показані місця, виділені еліпсоподібними колами, де сталося

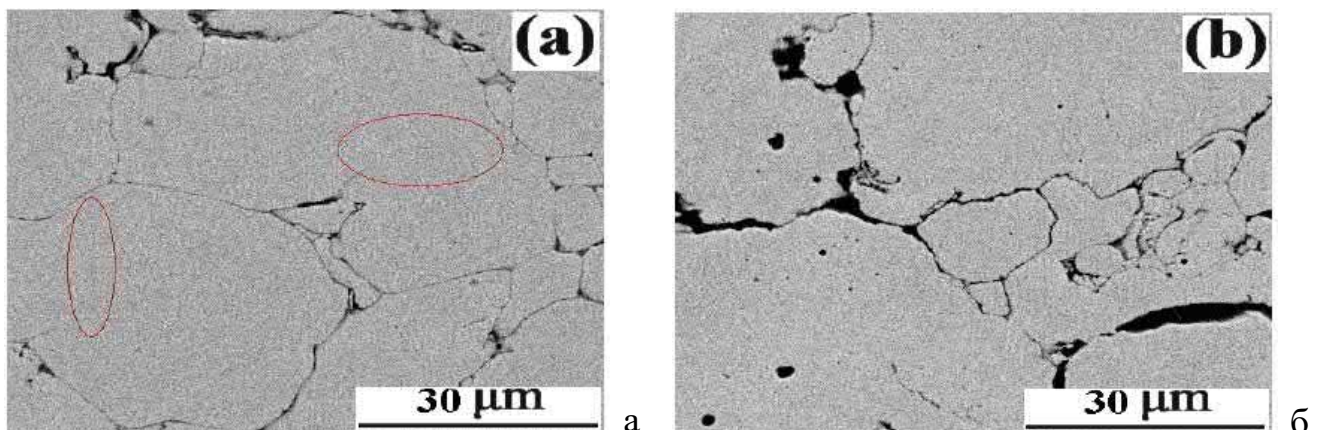


Рис. 1.23. – Мікроструктура порошкових зразків з нержавіючої сталі 316L, отриманих теплим (а) та звичайним (б) високошвидкісним компактуванням [66]

зварювання частинок між собою. Зварювання було спричинене, на думку авторів, приростом пластичної деформації при невеликому нагріванні порошку. Незважаючи на неоднозначність механізму ущільнення порошків при високошвидкісному теплому компактуванні, автори, спираючись на повідомлення в літературі про те, що в умовах великої деформації і високої швидкості деформації в матеріалі локалізується адіабатичні зсувні зони, що призводять до підвищення в них температури. З результатів даного дослідження випливає, що тепле високошвидкісне компактування порошку забезпечує не тільки підвищення щільності зразків, але і більш міцне з'єднання між деякими порошинками.

Незважаючи на високу вартість, як зазначено в попередній роботі [66], шведських установок з високошвидкісного компактування, дослідження теплового компактування при високій швидкості були все ж таки проведені і на такому устаткуванні. Зокрема, у роботі [67] тепле високошвидкісне пресування проводили на шведському пресі НУР35-2 в інтервалі швидкостей удару  $6,2\text{-}9,4 \text{ м/с}$ . В даному

випадку для ущільнення було обрано матеріал на основі заліза - Fe-2.0Ni-1.0Cu-0.8Cr-0.5C. Автори досліджували спочатку вплив температури теплового пресування на щільність зразків, рис. 1.24, де було видно, що щільність підвищується більш

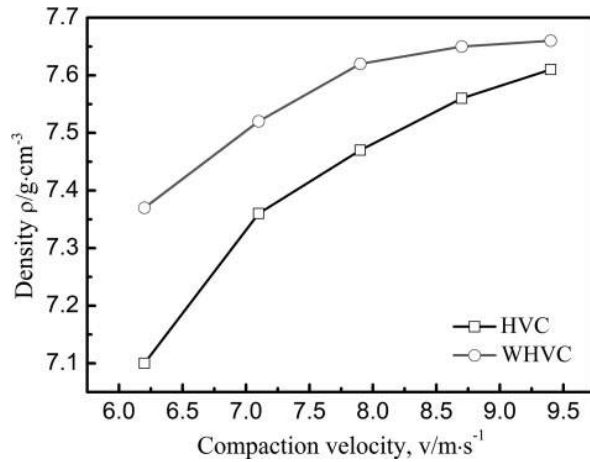
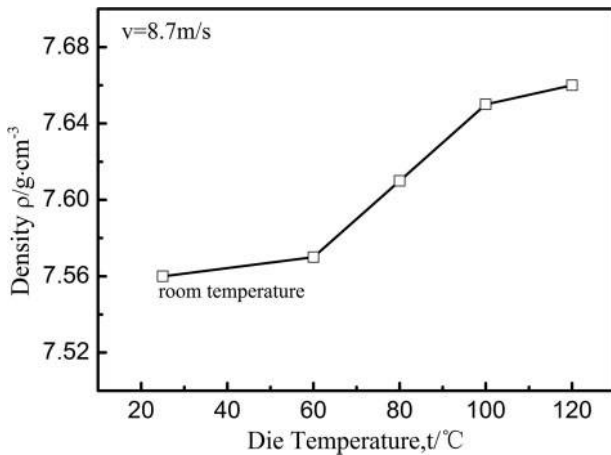


Рис. 1.24. – Зміна сирової щільності від температури компактування при швидкості удару 8,7 м/с. [67]

Рис. 1.25.– Залежність сирової щільності зразків від швидкості удару при теплому (100 °С) та звичайному високошвидкісному пресуванні [67]

інтенсивно до температури 100 °С, після якої інтенсивність підвищення щільності знижується. А потім вивчали вплив швидкості компактування на щільність зразків при температурі 100 °С, рис. 1.25. Дослідження мікроструктури зразків після звичайного та теплового високошвидкісного пресування показало, що в останньому випадку у зразках спостерігається більша кількість областей механічного зчеплення та холодного зварювання.

При розгляді методу теплового високошвидкісного компактування інтерес представляє сучасна робота [68], опублікована у 2015 р. У цьому випадку дослідження теплового високошвидкісного пресування проводили при ущільненні чистого порошку алюмінію марки Al-6061-T6 та змішаного з 5 та 10 об. % наночастинок карбиду кремнію SiC із середнім розміром 50 нм. Автори цієї роботи [68] для виконання досліджень обрали також, як і автори [66], найбільш просте обладнання у вигляді вантажу, що падає з певної висоти. Вигляд цього найпростішого пристрою показано на рис. 1.26. У даному пристрої вантаж масою 60 кг, падаючи з висоти 3,5 м, накопичував кінетичну енергію 2058 Дж і набував швидкості 8,28 м/с. Дослідження ущільнення трьох порошків (чистого Al 6061 та з добавками 5 та 10 об. % SiC) проводили при кімнатній температурі та трьох температурах теплового пресування – 125, 225 та 425 °С, хоча всі зазначені



температури характеризують швидше гаряче пресування, ніж тепле, оскільки вони вищі за температуру рекристалізації (~100 °С) алюмінію. Ущільнені при різних температурах зразки піддавали спіканню у вакуумі при температурі 630 °С протягом

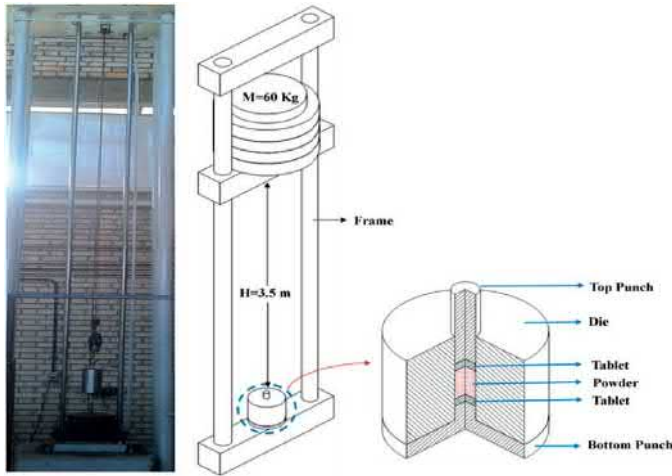


Рис. 1.26. – Пристрій для теплового динамічного компактування [68]

динамічного компактування при 425 °С з подальшим спіканням при 630 °С щільність зразків не перевищує 96,5 %.

Загальний результат досліджень з теплового високошвидкісного компактування порошків зводиться до встановлення можливості отримання зразків з більш високою щільністю і вищими механічними властивостями після їхнього спікання. Однак як недолік методу високошвидкісного компактування порошків можна відзначити необхідність застосування додаткової операції спікання отриманих компактів. Цей недолік пробуджує інтерес до методів, де немає необхідності проводити операцію додаткового спікання, а саме до методів компактування з більш високою температурою, де забезпечується не тільки висока щільність, але й міцне з'єднання між частинками, таке ж як при спіканні. До таких методів можна віднести гаряче штампування порошкових заготовок, яке у зарубіжній літературі позначається як «Hot Forging».

### 1.1.8. Гаряче штампування

Гарячим штампуванням порошків займалися досить активно у другій половині минулого століття. Гаряче штампування широко поширене в обробці металів тиском як формоутворююча операція при гарячій обробці тиском простих за формою заготовок. Як правило, гаряче штампування надає заготовці форму,

30 хв. Вимірювання щільності зразків трьох видів, які отримані динамічним компактуванням при різних температурах і потім спечені, показало, що компактування і навіть подальше твердофазне спікання не забезпечують досягнення безпористого стану зразків. У кращому випадку, тобто без частинок карбиду кремнію та після

близьку до остаточної. При такому штампуванні частина металу йде в облою, який видаляється додатковою операцією. Менш поширеним є точне об'ємне штампування, після якого деталь має точну за розмірами форму і не вимагає додаткової механічної обробки. Для реалізації точного об'ємного штампування було розроблено молоти з високою швидкістю удару, до 30 м/с. Таким чином, основною функцією гарячого штампування компактних металів було формоутворення. Застосування гарячого штампування для ущільнення пористих заготовок дозволяє реалізувати вже три функції: мінімізація пористості, утворення міцних границь між частинками та міжфазними поверхнями та, нарешті, формоутворення.

Одна з перших робіт щодо аналізу методів порошкової металургії та обґрунтування проведення досліджень процесу гарячого штампування порошкових заготовок з'явилася в зарубіжній літературі в 1971 році [69]. Автор цієї роботи G.T. Brown відзначив, що «перші експерименти зі штампування порошку були проведені 25-30 років тому, але в останні роки з'явилися публікації з цього процесу». При цьому в роботі показано, що зменшення пористості до рівня близького до нуля призводить до різкого збільшення пластичності і ударної в'язкості порошкових зразків, хоча міцність збільшується менш різко. Обробка тиском нагрітого порошку дозволяє суттєво знизити пористість зразків і тому вона привертає підвищену увагу. Обробка тиском попередньо спечених заготовок може проходити як у відкритій прес-формі з утворенням задирки або облою, так і в закритій матриці із забезпеченням точної форми та розмірів. Схема гарячої обробки тиском у закритій матриці показано на рис. 1.27. А властивості зразків різних матеріалів, які отримані гарячим штампуванням, показані у табл.1.3.

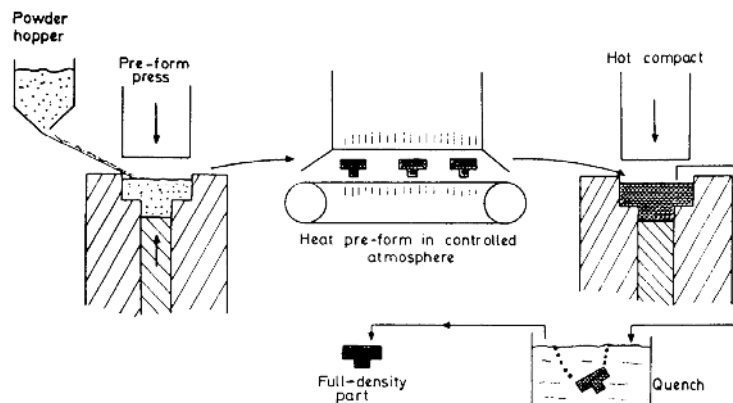


Рис. 1.27. – Схема отримання щільних виробів із порошку шляхом гарячого компактування спечених пористих заготовок у закритій матриці [69]

Таблиця 1.3. Властивості зразків на основі заліза, які отримані штампуванням порошку [69]

Матеріал	Вміст вуглецю, С, %	Міцність, МПа	Подовження, %	Звуження (RA), %	Ударна в'язкість при 20 °С, Дж
Fe	0,01-0,04	350-400	30-46	45-75	10-110
Fe	0,35-0,45	530-660	20-31	30-55	5-35
Fe-Ni-Mo	0,30-0,35	700-1000	12-20	45-50	25-35
Fe-Mn-Mo	0,30-0,35	620-1000	9-22	20-55	15-40
Fe-Mn-Ni-Cr	0,03-0,20	400-900	9-30	15-60	8-80

Принциповою перевагою штампованих зразків по відношенню до спечених зразків є наявність пластичності, що видно на кривих при випробуванні матеріалів на розтяг, показаних на рис. 1.28.

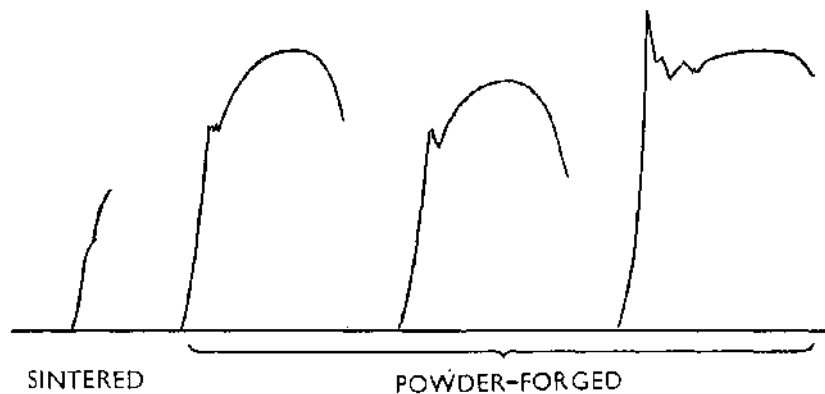


Рис. 1.28. – Криві «напруження-деформація» при випробуванні зразків із порошку заліза, отриманих спіканням та штампуванням [69]



Рис. 1.29. – Вибірка або типові деталі, які отримані штампуванням порошку [69]

Істотна відмінність процесу штампування компактної заготовки від штампування пористої або порошкової заготовки полягає в тому, що в останньому випадку може бути менше кроків для отримання кінцевої форми деталі. В той же час, розглядаючи всі переваги штампування порошків і розуміючи труднощі, які

пов'язані з високою ціною порошку і можливо низькою стійкістю інструменту, автор [69] зупиняється на висновку, що перспектива промислового застосування даного методу визначатиметься, зрештою, його економічною ефективністю. Зразкові типи деталей, які можна виготовити методом гарячого штампування, автор наводить у статті, і вони показані на рис. 1.29.

Через 7 років після цієї публікації з'явилася ще одна велика оглядова стаття, присвячена штампуванню порошку [70]. У цій статті автори W. J. Hurrmann та M. Hirschvogel також зосередили увагу на проблемі залишкової пористості у спечених виробах з порошку та її впливу на важливі механічні властивості матеріалів такі, як міцність, пластичність та ударна міцність або в сучасному позначенні ударна в'язкість. Автори [70] розглянули у своєму огляді способи спікання порошку, що забезпечують той чи інший рівень пористості, і вважають, що спосіб, заснований на гарячій обробці тиском, тобто метод гарячого штампування здатний забезпечити теоретичну щільність порошкових деталей.

Інтерес представляють дані щодо властивостей різних матеріалів, які отримані гарячим штампуванням у порівнянні з властивостями матеріалів, що отримані традиційним способом. Зокрема властивості спечених та штампованих зразків із порошку титану та титанового сплаву показані в табл. 1.4. Важливим висновком авторів [70] з представленою ними огляду є те, що для розвитку та ширшого впровадження технології штампування необхідно проведення подальших досліджень у напрямках, відмінних від напрямів, що встановилися як у традиційній порошковій металургії, так і у звичайному штампуванні.

Таблиця 1.4. – Типові властивості спечених та штампованих зразків із порошків титану та титанового сплаву Ti-6Al-4V [70]

Властивості	Чистий титан		Сплав Ti-6Al-4V	
	спечений	штампований	спечений	штампований
Відносна щільність, %	94	100	94	100
Міцність на розтяг, МПа	428	455	827	920
Границя текучості, МПа	338	365	738	841
Подовження, %	15	23	5	12
Звуження, %	23	30	8	25

У представлених вище оглядах гарячого штампування порошкових заготовок практично немає інформації про обладнання, що застосовується для реалізації цієї технології, хоча в типах обладнання, яке здатне виконувати таку операцію, є принципові відмінності. Для штампування можна застосовувати як пресове обладнання, тобто пристрої з невисокою швидкістю деформування, так і швидкохідне обладнання, тобто, пристрої ударного типу або молоти. Розробка технологічної лінії із серійного випуску штампованих виробів з використанням кривошипних пресів була представлена в роботі шведських дослідників [71]. Аналогічна лінія щодо штампування з порошку втулок була запущена також і в колишньому СРСР за результатами досліджень та з ініціативи професора д. т. н. Ю.Г. Дорофєєва [72, 73]. Однак робота цих ліній була нетривалою з маловідомих причин, хоча головна причина, очевидно, пов'язана з відсутністю економічної ефективності конкретного технологічного процесу при виготовленні конкретних деталей. У зв'язку з цим інтерес викликає робота американських дослідників А.А. Hendrickson, Р.М. Machmeier, D.W. Smith (2000) [74], присвячена в основному процесу ударного гарячого штампування. Автори відзначають, що представлена ними інформація є результатом виконання програми з розробки економічно

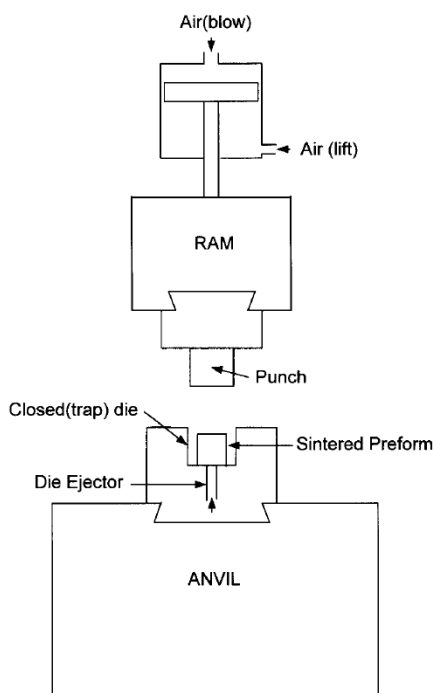


Рис. 1.30. – Схема штампування спеченої заготовки на молоті з нерухомим ковадлом (шаботом) [74]

вигідного процесу штампування сталевих порошків, здатного виробляти точні або близькі до точних вироби з пластичністю, в'язкістю, втомною міцністю, рівними таким для високоякісних кованих сталей з високими рівнями твердості і міцності ( $HRC > 45$  і  $\sigma_B > 1500$  МПа). Для реалізації процесу штампування вони вибрали шаботний (тобто з нерухомим ковадлом) молот, який широко застосовується в промисловості для штампування у відкритих (струмкових) штампах або матрицях. Схему такого молота представлено на рис. 1.30. Зауважимо, що

в конструкції такого молоту маса ковадла більша за масу ударника (баби), як правило, в 20 разів.

Слід зазначити також, що представлена схема молота є схемою класичного пароповітряного молота, поширеного в колишньому Радянському Союзі для об'ємного штампування деталей на різних машинобудівних заводах, з тією лише різницею, що замість пару, як енергоносія, в даному молоті застосовується стиснене повітря. Технічна характеристика такого молоту у порівнянні з характеристиками іншого обладнання, що застосовується для штампування деталей, показана в табл. 1.5. Виноску до табл. 1.5 наведено у роботі [74] і перекладено практично дослівно, але вона повністю не розкриває причини низької вартості молота в порівнянні з вартістю преса при виконанні однієї і тієї ж операції штампування. Але більш важливою є інформація в таблиці, що показує суттєве зменшення часу пресування

Таблиця 1.5. Характеристики машин для штампування [74] щодо швидкості штампування  $V_I$  та тривалості дії навантаження  $t_d^*$

Тип пристрою	Швидкість штампування (деформування), $V_I$ , м/с	Тривалість навантаження, $t_d$ , мс
Гідравлічний прес	0,01-0,05	400-1000
Механічний прес	0,2-0,6	50-100
Гвинтовий прес	0,5-1,0	30-80
Шаботний молот	4-7	2-8
Молот Petroforge	9-18	1-4

\* Для ударних машин навантаження не передається через привід та раму, як на пресі. Молоти можуть створювати великі зусилля за відносно низької вартості машини. Наприклад, вартість гідравлічного молота з коротким ходом порівняно з вартістю гвинтового та механічного преса із зусиллям 6000 кН (600 тс) співвідноситься як 1:2 та 1:(2.5-3)

деталі зі збільшенням швидкості штампового інструменту. Найменший час штампування утворюється при використанні високошвидкісного молота зі швидкістю удару 9-18 м/с. Такі молоти були розроблені в Англії наприкінці 60-х років минулого століття під назвою "Petro-Forge"-машини з бензиново-повітряним приводом типу двигуна внутрішнього згоряння [75, 76]. Подібні молоти для об'ємного штампування компактних заготовок та брикетування стружки жароміцних сплавів були також розроблені у Харківському авіаційному інституті [77, 78]. Але штампування пористих порошкових заготовок було досліджено на

машинах “Petro-Forge” [75] і було показано можливість отримання деталей із металевих порошків з міцністю, подібною до міцності кованих із щільних заготовок деталей. У той же час були виявлені недоліки високошвидкісних молотів, пов'язані з нестабільністю енергії удару, відсутністю можливості керування швидкістю удару, недостатньою жорсткістю конструкції та відсутністю пристроїв виштовхування деталі з матриці. Ці недоліки, на думку авторів роботи [74], призвели до згасання дослідження процесу штампування на високошвидкісних молотах.

Дуже важливою в роботі [74] є інформація з посиланнями на наявні в літературі результати досліджень, які вказують на необхідність забезпечення при ущільненні поперечної (lateral) деформації, що сприяє не тільки більшому ущільненню, але і міцному з'єднанню між поверхнями частинок і деформованих пор. При цьому корисність зсувних деформацій може бути реалізована повною мірою, як зазначено у роботах [79, 80], при наявності високого рівня гідростатичного тиску, тобто всебічного стискання. Необхідно також враховувати і те, що велика поперечна деформація або велика ступінь деформації зсуву може призводити до утворення тріщин на бічній поверхні зразка, які навіть після закриття в результаті їх обтиснення можуть знижувати міцність зразків. Тому ступінь зсувної деформації має бути оптимізована та обрана залежно від форми конкретної деталі. На увагу заслуговує ще одна проблема при штампуванні порошкових пористих заготовок. Це підвищена пористість поблизу поверхні деталей, а також у гострих кутах. Це викликано охолодженням поверхні заготовки при її контакті зі стінками матриці та пуансонів у процесі ущільнення. Тому для зниження залишкової пористості біля поверхні та в гострих кутах різних деталей час контакту при штампуванні заготовки має бути мінімальним, що досягається при штампуванні на високошвидкісних молотах.

Паралельно з дослідженнями щодо штампування різних порошків проводилися також роботи по вдосконаленню ударного обладнання. Зокрема, фірмою Lasco (Umformtechnik GmbH, Coburg, Germany) був розроблений гідравлічний молот з коротким ходом, який при однакових енергетичних параметрах зі звичайним шаботним молотом мав меншу масу і, отже, вартість, рис. 1.31.

В результаті аналізу відомих робіт з гарячого штампування порошків та результатів власних досліджень одним з важливих висновків авторів роботи [74] є те, що ударне штампування на сучасних молотах технічно та економічно вигідне у

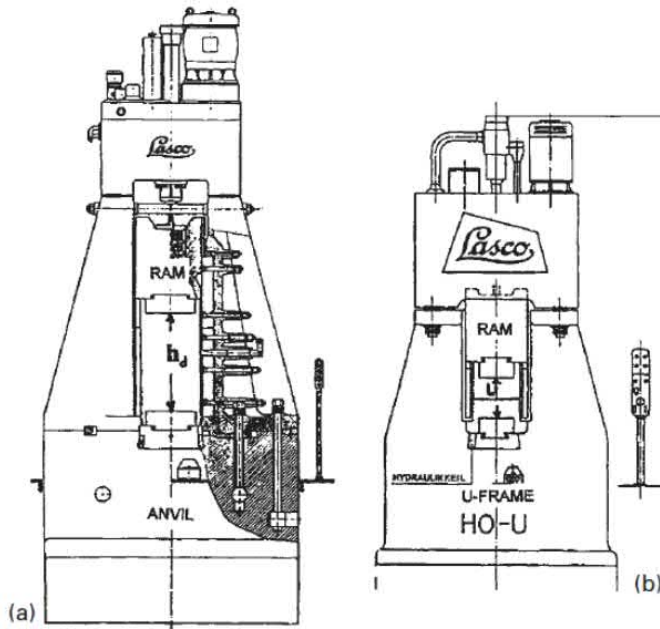


Рис. 1.31. – Порівняння конструкцій шаботного молота з падаючою бабою (а) та гідравлічного молота з коротким ходом (б) при однаковій енергії удару [74]

і те, що потенціал гарячого штампування порошкових матеріалів ще не реалізовано з максимальним ефектом. Відкритим досі залишається також і питання про оптимальну швидкість штампування порошкових деталей, оскільки продовжуються дослідження з компактування порошків ударником зі швидкістю понад 1000 м/с і за рахунок дії ударних хвиль від вибухових речовин. При цьому ущільнення порошку вибухом проводять також при нагріванні до певної температури. Такий метод компактування називають як гаряча ударна консолідація – Hot Shock Consolidation (HSC) [81-85].

Таким чином, у представленому вище огляді, розглянуті найбільш відомі методи ущільнення порошків, які дозволяють при відносно низьких температурах забезпечити в готовому зразку високу щільність, дрібнозернисту структуру, а також високий рівень міцності. Тобто поява різних методів консолідації порошкових заготовок пов'язана, головним чином, з необхідністю вирішення практично двох завдань – мінімізації (у кращому випадку виключення) пористості в зразках та

разі отримання малих та середніх за розмірами деталей, для яких потрібна висока міцність і в'язкість з дуже низьким рівнем залишкової пористості на критичних поверхнях та кутах. Однак незважаючи на такий висновок, технологія штампування порошкових деталей на молотах все ж таки не набула широкого поширення. Можливо, це пов'язано з невеликою по кількості номенклатурою деталей, що вимагають високий рівень механічних властивостей. Можливо



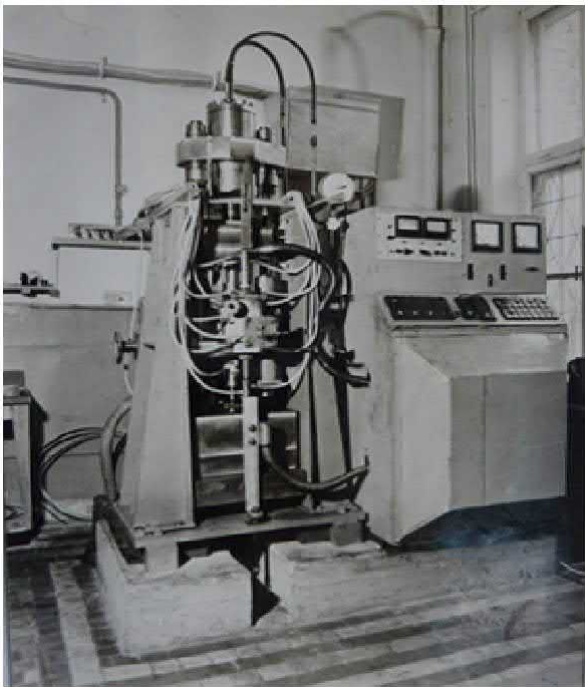
збереження нерівноважної структури. Одним із рішень цих завдань є використання зовнішнього тиску при ущільненні порошку. При цьому, як відомо, більш високий тиск дозволяє досягти високого рівня щільності при більш низьких температурах нагрівання порошку.

### ***1.1.9. Експериментальна установка ІПМ НАН України для ударного ущільнення порошків у вакуумі***

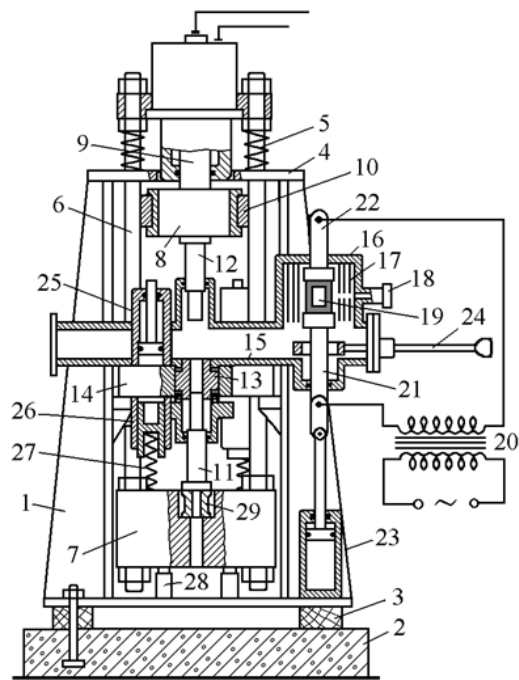
У той час, коли в колишньому СРСР і за кордоном спостерігався підвищений інтерес до високошвидкісного деформування металів та сипучих матеріалів (стружки, порошку), в Інституті проблем матеріалознавства НАН України було сконструйовано та створено експериментальну лабораторну установку для високошвидкісного ущільнення порошків як за кімнатної температури, так і при температурах до 1700 °С [86]. При цьому принциповою особливістю даної установки було конструктивне рішення, що дозволяє проводити процес ущільнення порошків у відносно високому вакуумі –  $1,33 \times 10^{-2}$  Па ( $10^{-4}$  мм. рт. ст.). У такому ж вакуумі можна було нагрівати порошки до досить високих температур для того, щоб досліджувати можливість ущільнення тугоплавких металів і сполук. Крім розробки конструкції, пов'язаної із забезпеченням вакуумного ущільнення, необхідно було вирішити традиційні проблеми високошвидкісних молотів. Ці проблеми стосуються підвищення надійності утримання ударника (баби) у зведеному (з накопиченою енергією) положенні та виключення повторного удару при ущільненні порошку, який у певних випадках призводить до порушення цілісності зразка. Крім того, треба було також забезпечити виштовхування щільного зразка з матриці після ущільнення.

Для вирішення зазначених проблем було обрано схему високошвидкісного безшаботного молота з пневмогідравлічним приводом. При цьому була розроблена оригінальна конструкція енерговузла, що дозволяє вирішити два завдання – запобігти передчасному удару та виключити прояв повторного удару. На конструкцію високошвидкісного молота з оригінальним енерговузлом було видано авторське свідоцтво №633200 (1977) [87]. Цей молот був виготовлений та його вигляд показано на рис. 1.32а, а схема молота представлена на рис. 1.32б [88].

На принциповій схемі рис. 1.32б позначено: 1 – станина; 2 – фундамент; 3- прокладка; 4 – поперечка; 5-пружина; 6 – колона; 7 – шабот; 8-баба; 9 – робочий шток; 10 - напрямна; 11, 12 - нижній та верхній пуансонотримачі; 13 – матриця; 14-матрична плита; 15 - вакуумна камера; 16 - нагрівальна камера; 17 -теплозахисні екрани; 18 - оглядове вікно; 19 - зразок; 20 - понижувальний трансформатор; 21, 22 - нижній і верхній струмопідводи; 23 - пневмоциліндр; 24 - штовхач; 25, 26 - верхній та нижній гідроциліндри; 27 - пружина; 28 - упор; 29 - пружний елемент.



а



б

Рис. 1.32. – Зовнішній вигляд експериментального високошвидкісного молота (а) та його принципова схема (б) з енергією удару 10 кДж та швидкістю зіткнення ударника та ковадла 12 м/с. Позначення у тексті

Технічна характеристика експериментальної лабораторної установки була такою: енергія удару – 10 кДж; швидкість зіткнення рухомих частин (баби та ковадла) – 12 м/с; максимальні габарити зразка: діаметр – 40 мм; висота – 20 мм; допустиме максимальне зусилля пресування – 1600 кН; максимальна температура нагріву – 1700 °С; вакуум у нагрівальній камері та в зоні ущільнення порошку – 0,013 Па ( $10^{-4}$  мм рт. ст.); зусилля виштовхування зразка із матриці – 320 кН; максимальний тиск інертного газу в енерговузлі – 16 МПа; настановна потужність – 60 кВт; маса установки (без силового трансформатора) – 1600 кг.

Для забезпечення реєстрації процесу ущільнення порошку та пористих попередньо спресованих брикетів була розроблена відповідна система, що включає

пружний елемент з тензорезисторами, який розташовано під нижнім пуансонотримачем, блок живлення, широкополосний диференціальний підсилювач і запам'ятовуючий осцилограф [89]. Типові осцилограми процесу ударного високошвидкісного ущільнення порошку заліза та попередньо спресованого з нього брикету показано на рис. 1.33.

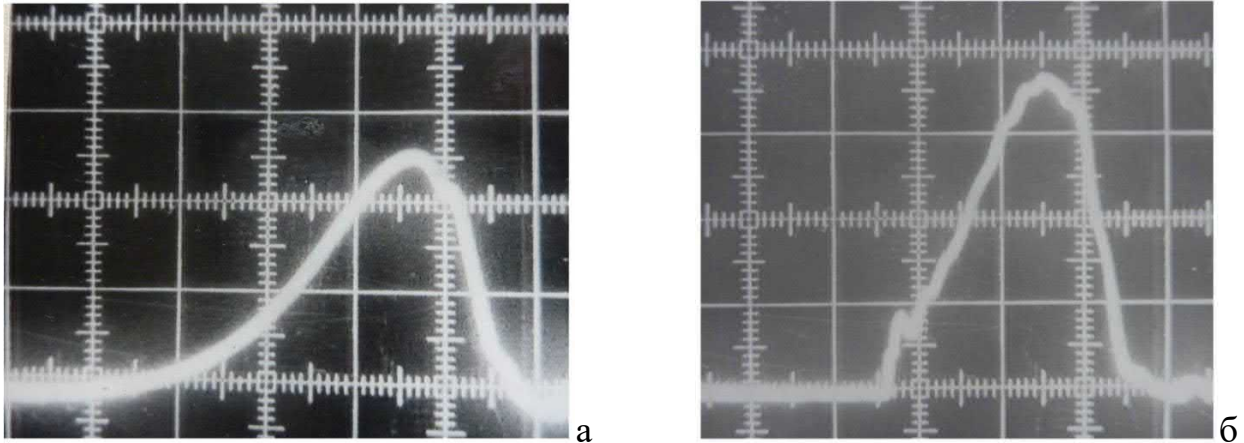


Рис. 1.33. – Типові осцилограми процесу ударного ущільнення залізного порошку у насипаному (100 г,  $\varnothing$  40,3 мм) стані (а) та підпресованому при тиску 80 МПа брикету (б) у вигляді зміни зусилля від часу. Масштаб зусилля по осі ординат - 200 кН/поділ, масштаб часу по осі абсцис - 1мс/поділ

Незважаючи на те, що при високошвидкісному ущільненні порошків час контакту частинок порошку зі стінками та поверхнею пресуючого інструменту є дуже коротким, тисячні частки секунди, важливо було все ж таки передбачити можливість повного виключення контакту нагрітого до високої температури порошку або пористого брикету з холодними стінками матриці та холодними пуансонами. Для цього було вирішено проводити ущільнення пористого зразка через проміжні елементи, нагріті разом із зразком до заданої температури ущільнення. У разі ущільнення циліндричних зразків у жорсткій матриці такими елементами були з боку торцевих поверхонь пуансонів прокладки з жароміцних матеріалів (молібденові та жароміцні сплави), а з боку стінки матриці втулка з пористого матеріалу і, зокрема, електродного графіту. Схематично такий процес ущільнення показано на рис. 1.34а, а спресований у такий спосіб зразок – на рис. 1.34б. Представлений спосіб ущільнення порошків також був захищений авторським свідоцтвом №832864 від 07.12.79 [90]. Більш детальна схема процесу гарячого ущільнення порошку або пористого брикету у вакуумі, включаючи стадії

нагрівання та ізотермічної витримки, переміщення в зону ущільнення та ударне ущільнення в холодній матриці, виштовхування з матриці і переміщення в зону охолодження показана на рис. 1.35.

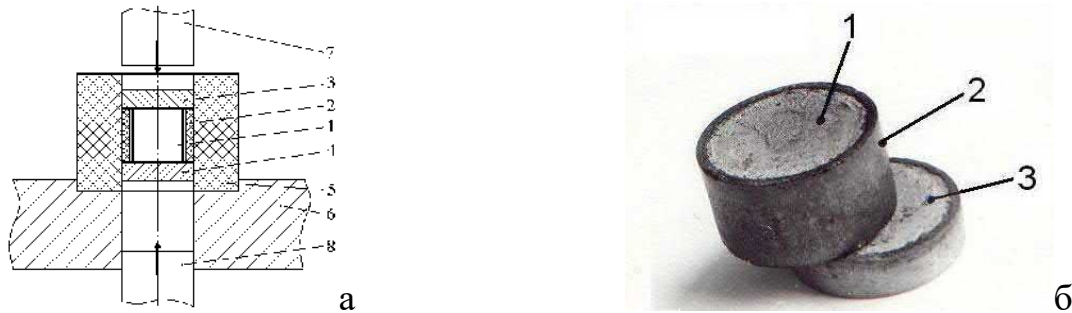


Рис. 1. 34. Схема ущільнення в холодній жорсткій матриці пористого та нагрітого до високої температури брикета (а) та вигляд отриманого в результаті такого ущільнення зразка (б). (а) -1-пористий брикет, 2-пориста втулка, 3, 4 - прокладки, 5 - нагрівальна втулка. 6 – матрична плита, 7, 8 – верхній та нижній пуансони; (б) – 1 – щільний зразок, 2 – графітова втулка, 3 – прокладка

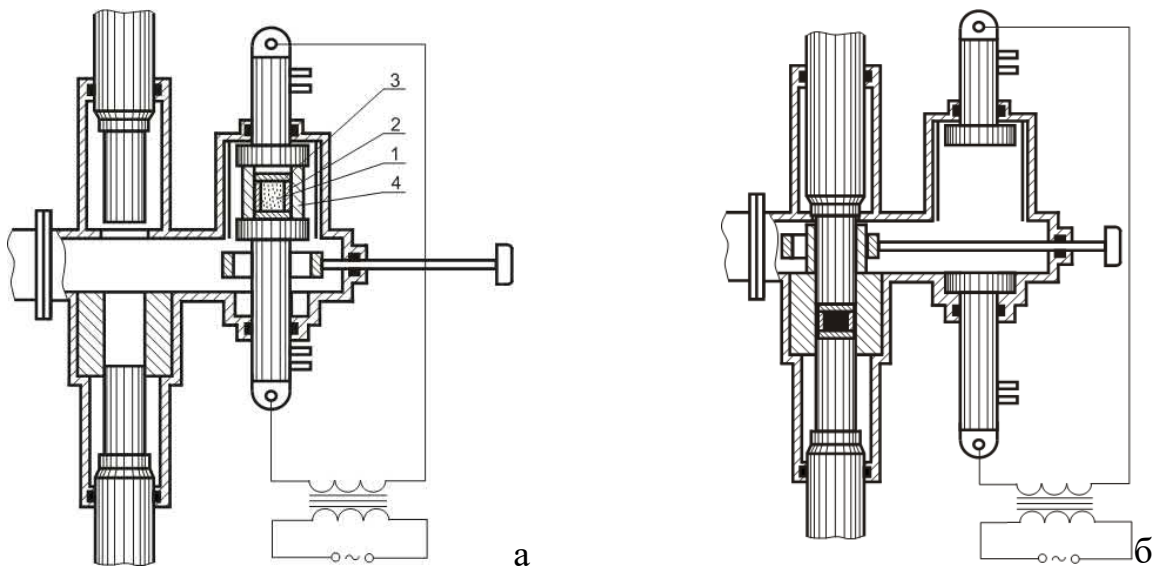


Рис. 1.35. Схематичне зображення стадій процесу гарячого пресування порошку або пористого брикету у вакуумі на експериментальній установці: (а) – нагрівання шляхом пропускання струму через зовнішню графітову втулку та ізотермічна витримка; (б) – ударне ущільнення пористого зразка в холодній матриці

## **1.2. Можливі механізми утворення міцних границь між частинками**

### **1.2.1. Явище миттєвого схоплювання**

Явище схоплювання між деталями, що стикаються, відомо з давніх часів, і воно виникає, як правило, при терті однієї деталі щодо іншої. Дане явище є небажаним і шкідливим для деталей, що труться, оскільки призводить до заклинювання і втрати працездатності пристроїв, але дуже бажаним і корисним для забезпечення міцного з'єднання деталей, наприклад, при зварюванні або при ущільненні порошків. Тому з наукової точки зору це явище завжди викликало великий інтерес, причому для вирішення протилежних завдань. Тому увага багатьох фахівців була привернена до процесу тертя і до зношування поверхонь, що контактують, в результаті схоплювання. Для того, щоб запобігти процесу схоплювання треба було зрозуміти його природу та механізм. Це виявилось непростим завданням, оскільки існує, як було зазначено в роботі [91] з посиланням на роботу [92], вісім гіпотез про механізм та фізичну природу схоплювання. Маються на увазі наступні гіпотези: дифузійна, рекристалізаційна, гіпотеза металічних зв'язків, енергетична, плівкова, деформаційна, гіпотеза активних центрів та дислокаційна. Одним із авторів дислокаційної гіпотези схоплювання є Б. І. Костецький [93], який для пояснення сутності холодного зварювання (зчеплення) застосував теорію недосконалих кристалів, які можуть містити велику кількість дефектів – дислокацій, вакансій, дислокованих атомів. Більш детально дислокаційно-вакансійна гіпотеза утворення металічних зв'язків між шарами металів представлена в роботі І. Г. Носовського [94]. Згідно з цією гіпотезою, головною передумовою розвитку процесу схоплювання є активація поверхневих шарів металу в результаті пластичної деформації його в зоні тертя. І на думку автора [94] «...активація - це в першу чергу насичення поверхневого шару металу вакансіями, а процес схоплювання полягає у взаємній дифузії атомів контактуючих металів по вакансіях, в результаті чого в місцях фактичного контакту формуються структури загальних ґрат і утворюються таким чином металічні зв'язки. Інтенсивність розвитку процесів схоплювання, природньо, залежить від інтенсивності дифузійних процесів, які обумовлюються концентрацією вакансій у поверхневих шарах контактуючих металів, що пластично деформуються...». Більш

того, «...застосування методу радіоактивних ізотопів дозволило виявити при розвитку процесу захоплення дифузійне перенесення металу з однієї контактуючої поверхні на іншу навіть у тих випадках, коли обидва зразки виготовлялися з хімічно тотожних металів...». Ці цитати зі статті [94] свідчать, що процес захоплення є дифузійним процесом. Спираючись на дислокаційно-вакансійний механізм автор [94] зазначає також кілька важливих положень щодо особливостей захоплення. Зокрема, акцентується увага на тому, що процес захоплення залежить від типу кристалічної ґратки металів, що труться, особливо при терті у вакуумі. Наприклад, знос від захоплення металів з щільноупакованими ґратками на 2-3 порядки менше зносу металів з кубічною ґраткою. Це пов'язано з тим, що в кубічних кристалах через підвищену здатність ковзання дислокацій утворюється набагато більше вакансій при деформації, ніж у кристалах з гексагональною ґраткою, що полегшує процес захоплення, який призводить до підвищеного зносу. Наявність у металах алотропічного перетворення, наприклад, ГПУ у ГЦК також призводить до інтенсифікації захоплення та підвищеного зносу. У роботі [94] наголошується також, що схильність металу до захоплення залежить не тільки від типу кристалічних ґраток, а й від енергії дефектів упаковки. Інтенсивність захоплення металів з ОЦК ґратками збільшується зі зниженням енергії дефектів упаковки, що впливає на кількість вакансій, які утворюються при терті. Для металів із ГЦК та ГПУ ґратками спостерігається зворотна залежність. Встановлено також і те, що у металах із ГПУ ґратками інтенсивність захоплення залежить ще й від відношення параметрів  $c/a$ . Зменшення відношення  $c/a$  ґратки призводить до додаткового ковзання в площині призми, що збільшує активацію поверхневого шару та інтенсивність захоплення. У роботі [94] встановлено, що з металів, що мають ГПУ ґратки, найбільшу стійкість до захоплення (випробування у вакуумі) мають кобальт і магній і меншу – титан. Важливим висновком з представлених вище спостережень є те, що процеси додаткової обробки поверхонь металів, що призводять до утруднення пластичної деформації, ускладнюють процес захоплення контактуючих поверхонь.

Цікавою є ще одна гіпотеза захоплення – енергетична. Автором енергетичної гіпотези захоплення є професор, д. т. н. А. П. Семенов [95, 96]. Він

запропонував свою досить просту методику дослідження явища схоплювання, позбавлену впливу багатьох факторів та засновану на стисканні пуансонами двох листових зразків. Пуансони для деформування листових зразків показано на рис. 1.36 [95, рис. 6]. За певної глибини впровадження пуансонів у листові зразки спостерігалось міцне з'єднання листових зразків у місці вдавлювання пуансонів зі зникненням границі між листами, рис. 1.37. [95, рис. 10]. Величина ступеню деформації відповідає глибині вдавлювання пуансона, віднесеної до товщини листа.

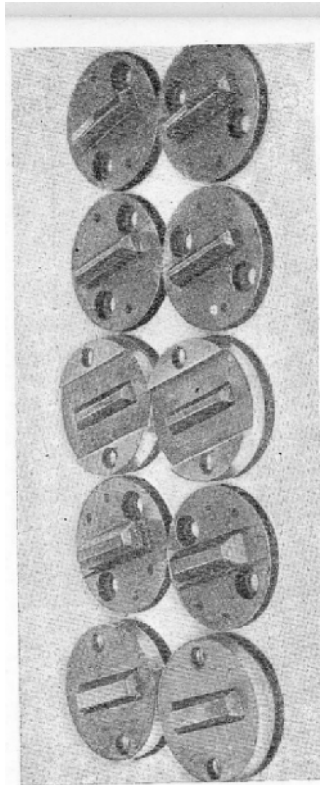


Рис. 1.36. - Пуансони для деформування листових зразків [95]

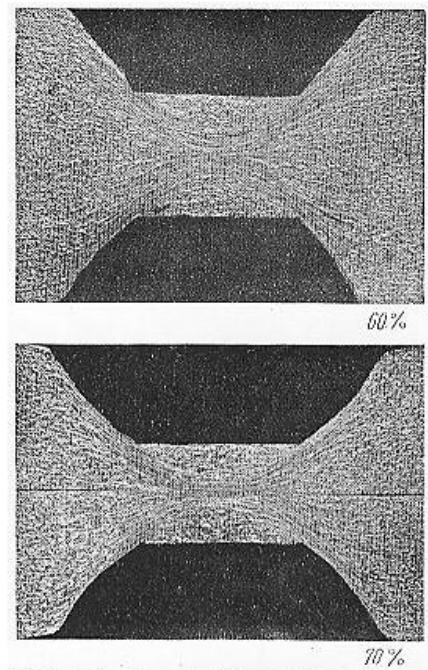


Рис. 1.37. – Поперечний переріз двох листових зразків, що контактують, з алюмінію А1 при різному ступеню деформації, що вказана під рисунком

Взаємодія чи схоплювання між двома листовими зразками відбувалося внаслідок спільної пластичної деформації зразків. Проведені А. П. Семеновим експерименти показали, що більшість однойменних та різнойменних пар металів здатні схоплюватись при кімнатній температурі. Відмінність у схоплюванні проявляється лише на ступеню вдавлювання пуансонів, тобто на величині спільної деформації зразків. Причому при стисканні різнойменних пар металів схоплювання відбувалося при деформаціях, близьких до деформації, характерної для більш пластичного металу. Ці експерименти спростували поширену теорію про необхідність для прояву схоплювання високих температур, і тим паче розплавлення поверхневих шарів.

Експерименти А. П. Семенова зі стискання вузькими пуансонами двох металів виявили додаткові особливості процесу схоплювання. Зокрема, було встановлено, що при деформуванні попередньо наклепаних по всьому об'єму зразків схоплювання настає при менших глибинах пуансонів вдавлення, ніж при деформуванні відпалених зразків, тобто. підвищення вільної енергії атомів в результаті наклепу сприяє прояву схоплювання. Ще одна важлива особливість для процесу схоплювання заслуговує на увагу. Йдеться вплив на процес схоплювання як пластичної деформації, так і пружної деформації при високому тиску, реалізованому при об'ємному стисканні в закритому об'ємі. Деформація зразків у закритому об'ємі з можливістю пластичної деформації перед пружним об'ємним стисканням показана на рис. 1.38 [95]. Пружна деформація двох контактуючих

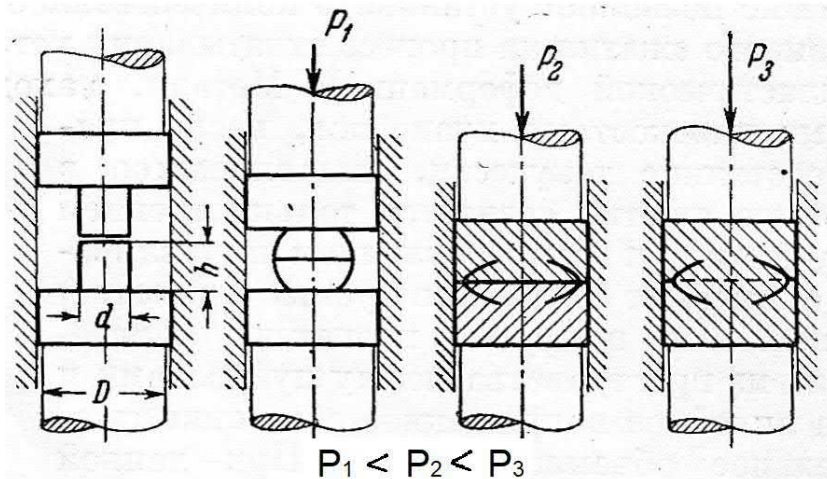
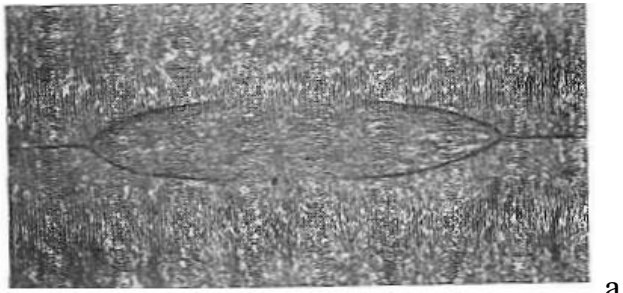


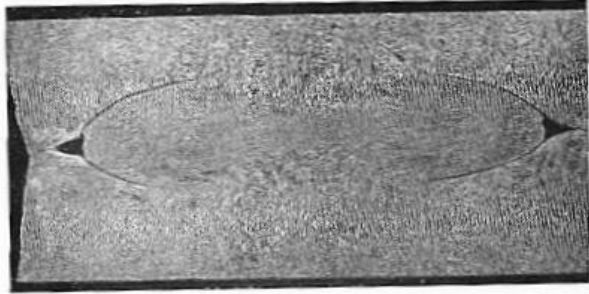
Рис. 1.38. – Деформування в замкнутому об'ємі попарно складених циліндричних зразків із циліндричними виступами меншого діаметра [95]

зразків настає після вичерпання пластичної деформації і вона характеризується різким збільшенням тиску пресування [95]. Приклади схоплювання зразків при деформуванні в закритому об'ємі показані на рис. 1.39 [95, фіг. 52, 53]. При проведенні досліджень з'єднання металів у закритому об'ємі виявилось, що додатковий об'ємний стиск (пружний) сприяє прояву схоплювання. Тобто при наявності пружного об'ємного стискання з високим рівнем тиску схоплювання відбувається при меншому ступені пластичної деформації. Однак слід підкреслити, що для забезпечення схоплювання рівень зменшення пластичної деформації буде невеликий навіть при дуже високому рівні тиску пружної деформації. Проте чинник пружного об'ємного стискання грає позитивну роль у прояві схоплювання. Це

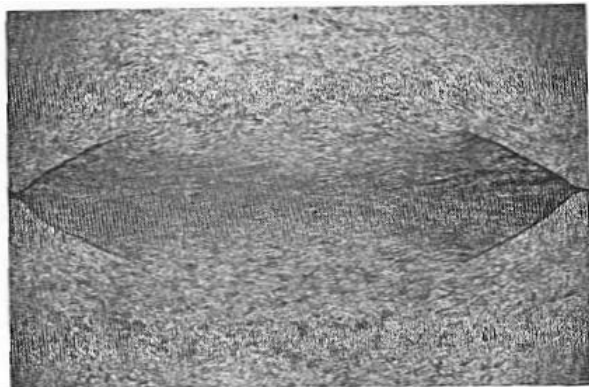




а



б



в

Рис. 1.39. – З'єднання мідних зразків (а, б) та зразків із армко-заліза (в), отриманих при деформуванні в замкнутому об'ємі [95]

підтверджує і той факт, що стискання зразків з армко-заліза в закритому об'ємі призвело до схоплювання поверхонь, що контактують, рис. 1.39в, а стискання листів із того ж заліза вузькими пуансонами при їх впровадженні на 94 % не забезпечило схоплювання поверхонь. Досить сильним фактором, що впливає на процес схоплювання, є температура, при якій відбувається стискання та деформація контактуючих зразків. У разі підвищення температури стискання схоплювання настає при менших за величиною деформаціях. При цьому потрібні менші тиски стискання. Температура забезпечує найбільш істотне підвищення енергії кристалічних ґраток матеріалів, і тому її вплив на схоплювання є найбільш ефективним.

Таким чином, експериментальні дослідження з вивчення явища схоплювання, які проведені А. П. Семеновим, показали, що всі можливі способи підвищення енергії атомів (наклеп, пружна деформація, нагрівання), порівняно з мінімальною їх енергією при кімнатній температурі та атмосферному тиску, наближають метал до стану, необхідного для схоплювання. При цьому є можливість замінити будь-який із зазначених способів підведення енергії іншим. На підставі аналізу та узагальнення експериментальних даних щодо схоплювання різних металів А. П. Семенов запропонував «енергетичну» гіпотезу схоплювання, яка сформульована наступним чином: «...Для настання схоплювання необхідно, щоб енергія атомів (або іонів) кристалічних ґраток піднялася вище якогось певного для даного металу рівня, який можна назвати енергетичним порогом схоплювання...».

Важливо також відзначити деякі моменти, пов'язані з явищем схоплювання. Один із них стосується кінетики схоплювання. Було встановлено, що міцність з'єднання різко зростала при незначному збільшенні деформації (на кілька відсотків чи навіть частки відсотка) після певного рівня. Стрибкоподібне збільшення міцності з'єднання вказує на стрибкоподібний характер схоплювання [96]. Тобто схоплювання відбувається практично миттєво. Стрибкоподібний характер схоплювання свідчить і про те, що це явище не можна пояснити дифузією атомів. Додатковим підтвердженням відсутності дифузії при схоплюванні є те, що схоплювання спостерігається між металами, наприклад залізо-срібло, які не розчиняються один в одному. Та й крім того, дифузія металів можлива лише після того, як пише А. П. Семенов, коли металічні зв'язки вже утворилися. Це означає, що дифузія є наслідком, а не причиною схоплювання металів. У літературі були поширені також погляди, що причиною схоплювання при кімнатній температурі є рекристалізація, яка через високий ступінь наклепу металу може проходити з достатньою швидкістю вже при кімнатній температурі. Однак, знову ж таки рекристалізація можлива за наявності металічних зв'язків між атомами областей, що з'єднуються. І крім того, рекристалізація повинна призводити до зняття наклепу в шарах, що деформуються, а насправді зона з'єднання двох металів характеризується максимальною наклепом.

Інтерес представляє ще одна точка зору на процес та явище схоплювання, яка докладно описана у книзі Е. С. Каракозова [97]. Автор цієї книги спирається на роботи, які вивчали природу утворення з'єднання між різними матеріалами у твердій фазі та які узагальнені в монографії Ю. Л. Красуліна [98]. З цієї монографії випливає, що процес утворення з'єднання у твердій фазі за будь-яких способів зварювання матеріалів без розплавлення складається з трьох стадій:

«1. Утворення фізичного контакту, тобто зближення атомів матеріалів, що з'єднуються за рахунок пластичної деформації на відстань, при якій виникає фізична взаємодія, обумовлена силами Ван-дер-Вальса, або на відстань, при якій можлива слабка хімічна взаємодія. Останній варіант реалізується у разі, коли матеріали мають різко відмінні властивості та їх зближення здійснюється за рахунок пластичної деформації хоча б одного з них (наприклад, метал-напівпровідник,

метал-кераміка тощо). При цьому відбувається активація контактної поверхні пластично деформованого матеріалу (у разі металу) за допомогою виходу дислокацій. Це створює умови утворення слабких хімічних зв'язків.

2. Активація контактних поверхонь (утворення активних центрів). При зварюванні різнорідних матеріалів на цій стадії відбувається утворення активних центрів на поверхні більш твердого з матеріалів, що з'єднуються, наприклад, напівпровідника або кераміки. Наявність цього періоду та його тривалість обумовлені особливістю пластичної деформації твердішого матеріалу. При зварюванні однорідних металів перша і друга стадії практично зливаються в одну, тому що активація обох контактних поверхонь починається вже в процесі їхнього зближення при зминанні окремих мікроступів за рахунок спільної пластичної деформації.

3. Об'ємна взаємодія. Ця стадія настає з моменту утворення активних центрів на поверхнях, що з'єднуються. Протягом цієї третьої стадії відбувається розвиток взаємодії матеріалів, що з'єднуються як у площині контакту з утворенням міцних хімічних (в окремому випадку металевих) зв'язків, так і в об'ємі зони контакту. Цей процес протікає на активних центрах, що представляють собою, в окремому випадку, дислокації з полем напруження. У площині контакту він закінчується злиттям дискретних ділянок взаємодії, а в об'ємі – релаксацією напружень (в тій мірі, яка необхідна для збереження зв'язків, що утворилися). Однак для забезпечення необхідної міцності з'єднання часто потрібний подальший розвиток релаксаційних процесів типу рекристалізації, а іноді і гетеродифузії...»

Використання явища схоплювання у процесах холодного зварювання було предметом дослідження і інших дослідників. В Україні вивченням та застосуванням холодного зварювання займалися в Інституті електрозварювання ім. Е. О. Патона. Зазвичай холодне зварювання здійснюється виключно в результаті осаджування зі значною пластичною деформацією. Як правило, осаджування проводять на пресовому устаткуванні з невеликою швидкістю деформації, і при цьому відбувається з'єднання металів як у справжньому зварюванні. Але перспективною, як зазначав К. К. Хренов [99]., «...є імпульсне холодне зварювання. Причому імпульс може вироблятися ударом молотка, дією вантажу, що падає, пружини, вибухом, пострілом, електрогідравлічним ефектом, електромагнітним полем.

Інтерес викликає також процес холодного зварювання у вакуумі. Як відомо, вакуум сприяє очищенню поверхні металів від адсорбованих газів та різних забруднень, і тому чим вище вакуум, тим легше протікає холодне зварювання. Перелічені особливості покращення холодного зварювання, очевидно, можна пов'язати з покращенням прояву процесу схоплювання. Тобто наявність вакууму полегшує схоплювання, а можливість з'єднання металів за тисячні частки секунди при імпульсному зварюванні свідчить про те, що схоплювання є практично миттєвим процесом...».

Слід зауважити, що зварюванню металів тиском було приділено досить велику увагу, і проведено великий обсяг досліджень із зварювання тиском металів як у холодному стані, так і з підігрівом деталей, що зварюються. Підтвердженням активних досліджень щодо особливостей зварювання тиском металів є публікації кількох монографій на цю тему [92, 100-104]. Підвищений інтерес викликало зварювання тиском важко деформуючих, тобто тугоплавких металів. Важливу інформацію про результати досліджень зварювання тиском тугоплавких металів представлено у згаданій вище книзі [91]. Зокрема, наголошується, що основною характерною ознакою способу зварювання тиском як у холодному стані, так і при підвищеній температурі є наявність пластичної деформації в зоні контакту деталей, що зварюються. І знову повторюється теза про те, що незважаючи на простоту технологічного процесу зварювання тиском до теперішнього часу (вже початок 80-х) немає єдиної думки щодо механізму утворення з'єднання при холодному зварюванні. У цій книзі [91] автори прислухаються до думки Г. П. Сахацького [92], який зазначав, що після зближення контактних поверхонь на відстань близько 10-30 нм валентні електрони, що розташовуються на зовнішніх орбітах атомів, починають взаємодіяти з обома ядрами атомів, тобто стають загальними для взаємодіючих атомів та утворюють нову молекулярну хвильову функцію. При цьому Р. П. Сахацький вважає, що «...валентні електрони та їх енергетичний стан є основним фізичним засобом утворення металічних зв'язків, тобто зварних з'єднань у холодному та нагрітому пластичному стані металів...». Цікавим є твердження, що для холодного зварювання необхідно застосовувати «питомі тиски», які еквівалентно відповідають тепловій енергії, здатній нагріти метал до гомологічної

температури 0,7-0,8. Для прикладу визначення тиску, а точніше питомої енергії, еквівалентної енергії нагріву матеріалу до заданої гомологічної температури, можна підрахувати тиск для холодного зварювання, наприклад, заліза. Ця величина відповідає значенню  $3530 \text{ Дж/см}^3$  або  $3530 \text{ МПа}$  (питома теплоємність заліза  $c = 460 \text{ Дж/кг К}$ , щільність  $\gamma = 7,874 \cdot 10^{-3} \text{ кг/см}^3$ ,  $T_{\text{пл}}(\text{Fe}) = 1811 \text{ К}$  [105]). Слід зазначити, що це дуже великий тиск, який перевищує границю текучості заліза більше, ніж у 10 разів і який є більшим за міцність високоміцних сталей. Тому практичне застосування, очевидно, знаходить зварювання тиском з підгрівом деталей і з прикладанням ударного навантаження. В даному випадку необхідно згадати ударне зварювання у вакуумі, яке розроблене в Інституті електрозварювання ім. Е. О. Патона та застосоване в основному для зварювання тугоплавких металів [106]. Схема установки для ударного зварювання у вакуумі показано на рис. 1.40а, а циклограма процесу ударного зварювання у вакуумі на рис. 1.40б. Як зазначено в [91], цей новий швидкісний спосіб зварювання тиском дозволяє звести час безпосередньо зварювання до часток секунди.

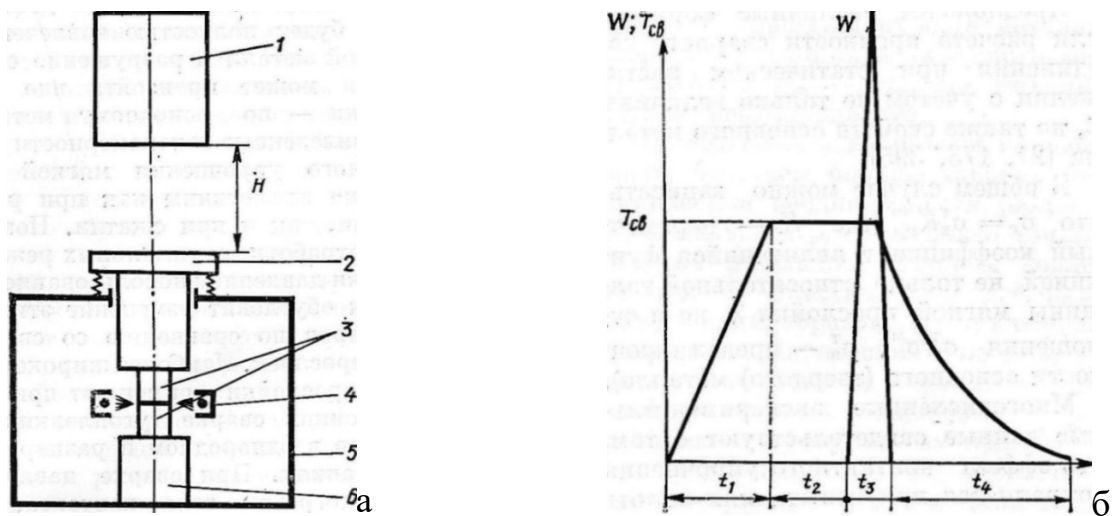


Рис. 1.40.– Схема установки для ударного зварювання у вакуумі (а) та циклограма процесу ударного зварювання (б) [106]. 1-ударник, 2-ходовий шток, 3-зварювальні зразки, 4-нагрівач, 5-камера вакуумна, 6-опора;  $T_{\text{зв}}$  – температура зварювання,  $W$  – енергія удару,  $t_1$  – час попереднього нагріву до  $T_{\text{зв}}$ ,  $t_2$  – тривалість нагріву при  $T_{\text{зв}}$ ,  $t_3$  – час дії навантаження ( $\sim 10^{-3} \text{ с}$ ),  $t_4$  – час охолодження

Особливістю методу є і те, що нагріву піддаються лише контактуючі поверхні (за допомогою електронно-променевого нагрівача), а імпульсне навантаження прикладають одноразово. Навантаження прикладають ударником, що рухається зі швидкістю 1-30 м/с. Маса ударника та швидкість переміщення забезпечують

необхідну енергію, що йде на утворення якісного зварного з'єднання. Важливо при цьому відзначити, що при ударі в зоні контакту відбувається локалізація пластичної деформації, яка не перевищує величини 10-15 %, а час деформування або зварювання становить близько  $10^{-3}$  с. Однак загальний час зварювального циклу складається з часу нагріву, часу ізотермічної витримки, що включає час деформування, і часу охолодження, рис. 1.40б.

Автори роботи [91] вважають, що «...основними параметрами ударного зварювання у вакуумі (УЗВ) є температура, що підготовлює металеві поверхні до схоплювання, і питома енергія удару, що забезпечує необхідну високошвидкісну деформацію приконтактних об'ємів металів, що зварюються.». Дуже цікавим при цьому є твердження про те, що при ударному зварюванні металів відбувається високошвидкісний дифузійний процес. Зокрема, у роботі зазначається, що «...Дифузійні процеси при УЗВ вивчалися методом радіоактивних ізотопів, а також за допомогою мікрорентгеноспектрального та рентгенографічного аналізів. Встановлено, що при УЗВ (швидкість деформації поверхонь, що з'єднуються, порядку  $10^2$  с<sup>-1</sup>) спостерігається аномально висока дифузійна рухливість атомів у твердій фазі, що перевищує не тільки швидкість дифузії в металах без деформації, але на 3-4 порядку рухливість атомів в розплаві [107, 108]. Отримані результати пояснені з погляду міграції в кристалічній ґратці міжвузельних атомів, що утворюються у процесі швидкісної пластичної деформації. Месбауеровською спектроскопією доведено, що зона взаємодії є тверді розчини, а не механічна суміш, тобто процес перенесення атомів в умовах навантаження має дифузійну природу...». Враховуючи цю інформацію про прискорену дифузію в процесі ударного зварювання металів, важко зрозуміти, який насправді механізм працює в момент ударного зварювання. Чи то в основі ударного зварювання лежить бездифузійний механізм миттєвого схоплювання, чи превалює дифузійний механізм на основі прискореної дифузії. Або ж мають місце ці два механізми. Це питання залишається поки відкритим, але дослідження з прискореної дифузії при високій швидкості деформації, що реалізується при ударному або імпульсному навантаженні, досить цікаві і будуть розглянуті в одному з параграфів першого розділу, а зараз важливо розглянути деякі особливості та рекомендації щодо ударного зварювання у вакуумі.

### 1.2.2. Процес захоплення при ударному зварюванні у вакуумі

Процес утворення міцного з'єднання між нагрітими металевими зразками у вакуумі під дією удару детально розглянуто в роботі [109] і може становити інтерес для низькотемпературного ущільнення порошків. Тому важливо показати основні положення, що характеризують процес утворення з'єднання у твердій фазі за дуже короткий час взаємодії.

Однією з причин дослідження короткочасного процесу ударного зварювання є прагнення уникнути один із недоліків щодо тривалого та високотемпературного процесу дифузійного зварювання, що полягає в утворенні крихких інтерметалідних фаз при з'єднанні різнорідних металів. Для забезпечення суттєвого скорочення часу взаємодії металів за досить високих температур і був запропонований в Інституті електрозварювання НАН України спосіб ударного зварювання у вакуумі (УЗВ) [106]. Головні особливості цього способу полягають у тому, що нагріву піддаються лише приповерхневі шари зразків, а пластична деформація величиною 30-40% локалізована в цих шарах і проходить зі швидкістю 1-100 с<sup>-1</sup>. При цьому час деформації становить 0,01 с, а час охолодження приконтатної зони від температури зварювання до 0,4 T<sub>пл</sub> не перевищує, зазвичай, 20-25 с.

За дуже короткий час спільної пластичної деформації металів, що з'єднуються, встигають відбутися ряд фізичних процесів, таких як, утворення повного фізичного контакту, активація, захоплення контактних поверхонь і спрямована дифузія міжвузельних атомів, що призводять до отримання якісних з'єднань однорідних і різнорідних металів. Авторами роботи [109] було проведено оцінку умов, за яких забезпечується якісне з'єднання металів при ударному навантаженні. У роботі показано, що для розвитку об'ємної взаємодії однорідних металів повинна виконуватися умова, за якої за короткий час деформування,  $t_{\text{деф}}$ , повинні пройти процеси захоплення, що мають тривалість  $t_c$ , і релаксації напружень тривалістю  $t_p$ , необхідні для збереження з'єднань, що утворилися. Тобто має виконуватися умова:

$$t_{\text{деф}} \geq t_c \geq t_p \quad (1.1).$$

Тривалість процесу повного захоплення контактних поверхонь визначається, як зазначено в [109], тривалістю активації всієї контактної поверхні, протягом якої всі атоми, що досягли активованого стану, миттєво утворюють міжатомні зв'язки. У

випадку коли активним центром є дислокація, тривалість активації всієї контактної поверхні можна виразити у вигляді [97]:

$$t_c = t_a = \frac{\alpha b}{\dot{\epsilon} S} \quad (1.2),$$

де  $\alpha$  - шлях руху дислокації до бар'єру, що дорівнює  $1 / \sqrt{\rho}$ , ( $\rho$  - щільність дислокацій);  $b$  – модуль вектору Бюргерса, що дорівнює  $\sim 3 \times 10^{-8}$  см;  $\dot{\epsilon}$  – швидкість деформації;  $S$  – площа активного центру, яка дорівнює  $10^{-12}$  см<sup>2</sup> за даними [97].

Оскільки в першому наближенні можна прийняти, що  $\dot{\epsilon} = \epsilon / t_{\text{деф}}$ , то рівняння

(1.2) набуде вигляду:

$$t_c = \frac{\alpha b}{\epsilon S} t_{\text{деф}} = C \cdot t_{\text{деф}} \quad (1.3).$$

З рівняння (1.3) слідує, що час схоплювання буде менше часу деформування, тобто виконання умови (1.1), коли параметр  $C = \alpha b / \epsilon S$  буде менше одиниці. Оцінюючи величину параметра  $C$  залежно від ступеню деформації, щільності дислокацій та параметра  $\alpha$ , автори роботи [109, табл. 1] показують, що  $C < 1$  виходить при ступеню деформації більше 30%. Тобто для забезпечення повного схоплювання потрібен певний рівень деформації. Однак для збереження з'єднань, що утворилися, потрібна релаксація напруження в зоні контакту. А релаксація напруження проходить за час, що визначається залежністю [110]:

$$t_p = \tau_0 \cdot \exp\left(\frac{E}{RT}\right) \quad (1.4),$$

де  $\tau_0$  - період коливання атомів, рівний  $10^{-13}$  с,  $E$  - енергія активація процесу, що контролює релаксацію напруження,  $R$  – універсальна газова постійна,  $T$  - абсолютна температура.

В якості величини  $E$  можна використовувати значення енергії активації самодифузії по границям зерен або половину енергії активації об'ємної самодифузії. Тому, якщо для прикладу взяти з'єднання зразків заліза з енергією активації об'ємної самодифузії 285 кДж/моль або зразків ніобію з енергією активації 440 кДж/моль, то тривалість релаксації напруження у першому випадку ( $T=1000$  °C) буде  $6 \times 10^{-8}$  с, а в другому випадку ( $T = 1200$  °C) –  $5 \times 10^{-6}$  с. Отже, час релаксації напруження при ударному зварюванні зразків істотно менше часу деформування і його вплив на міцність з'єднання можна не враховувати.

Однак, одного явища схоплювання та релаксації напруження недостатньо, як



вважають автори [109], для забезпечення високої ударної в'язкості з'єднання однорідних металів. Потрібно ще проходження процесу рекристалізації для формування загальних зерен у зоні з'єднання. Дослідження, присвячені отриманню відповіді на питання про те, на якій стадії ударного процесу зварювання може проходити рекристалізація, показали, що первинна і збиральна рекристалізація проходять на стадії охолодження за 20-25 с, а під час деформації встигає проходити лише динамічне повернення. Проходження зазначених процесів при ударному способі зварювання металів сприяє одержанню якісних зварних з'єднань однорідних металів. У той же час для отримання якісного з'єднання різнорідних металів з обмеженою взаємною розчинністю та здатних утворювати інтерметалідні сполуки існує ще одна часова умова. Вона полягає в тому, що час нагріву такого з'єднання при  $T > 0,4T_{пл}$  не повинен перевищувати час інкубаційного періоду утворення інтерметалідів,  $t_0$ :

$$t_0 > t_{деф} + t_{охл} \quad (1.5)$$

Оскільки час деформації менший на кілька порядків часу охолодження, то умова (1.11) означає, що час інкубаційного періоду має бути більшим за час охолодження зразків. Для визначення тривалості інкубаційного періоду користуються наступним рівнянням:

$$t_0 = A \cdot \exp\left(\frac{H}{RT}\right) \quad (1.6),$$

де  $A$  - коефіцієнт, що не залежить від температури,  $H$  - енергія активації процесу, що контролює утворення зародка інтерметаліду.

У роботі [109] наведено приклади розрахунку параметра  $t_0$  для конкретних випадків з'єднання ніобію із залізом та ніобію з нікелем і показано, що при температурах 700-1200 °С цей параметр коливається від кількох десятків секунд до кількох десятків хвилин [109, табл. 2]. Тобто період часу, необхідний для утворення зародків інтерметаліду, як правило, більше часу охолодження зразків після ударного зварювання, що призводить при масопереносі до утворення твердого розчину заміщення з елементів, що з'єднуються.

Ще один важливий аспект ударного зварювання необхідно враховувати при поєднанні різнорідних металів. Як виявилось, високошвидкісна деформація металів з вуглецем призводить до утворення фаз впровадження в зоні їх з'єднання з

карбідоутворювальним металом. Наприклад, при зварюванні сталі з ніобієм у зоні контакту можуть утворитися фази впровадження типу NbC та Nb<sub>2</sub>C. Для запобігання такої взаємодії вдаються до використання проміжних прошарків [111], що гальмують проникнення вуглецю від одного металу до іншого. Таким чином, наведені вище умови отримання якісного з'єднання між однорідними і різнорідними металами є досить важливими і можуть бути корисними для їх застосування до отримання міцного з'єднання між металевими частинками при гарячому ударному ущільненні порошків у вакуумі.

### *1.2.3. Інтерпретація явища схоплювання чи зрощування Ю. Г. Дорофєєвим та його учнями*

Явище формування міцного з'єднання між поверхнями частинок, що контактують, Ю. Г. Дорофєєв і співавтори стали називати «зрощуванням», а термін «схоплювання» вони практично не використовували. Цілеспрямованому вивченню явища зрощування було присвячено низку досліджень. Одні з перших спроб по вивченню зрощування були зроблені на основі експериментів з гарячої деформації пластин та стружки з маловуглецевої сталі та міді, які були представлені в роботах [112-114]. Маловуглецева сталь (0,07 мас. % C) і мідь становили інтерес для дослідження у зв'язку з тим, що в залізі присутнє поліморфне перетворення, яке може якимось чином впливати на процес зрощування, а в міді немає поліморфного перетворення і процес зрощування позбавлений впливу цього чинника. Крім того, методика дослідження зрощування включала проведення експериментів щодо визначення міцності з'єднання як між пластинками, так і між частинками дрібної стружки з одного і того ж матеріалу. Якість з'єднання визначали в залежності від температури ударного пресування при її зміні в широкому діапазоні значень від 650 до 1150 °C для маловуглецевого заліза та від 500 до 900 °C для міді. При проведенні цих досліджень було встановлено, що однією з основних механічних характеристик, що найбільш гостро реагує на міцність з'єднання поверхонь або на зрощування, є відносне звуження при розтягуванні зразків. Границя міцності при розтягуванні реагує на зрощування меншою мірою.

Одним із важливих результатів цих досліджень було розуміння того, що процес зрощування та процес міграції границь контактуючих зерен йде синхронно

з деформацією за рахунок переорієнтування тіла одного зерна під впливом орієнтування іншого. Автори [114] припускають, що «...це відбувається шляхом поблочного підстроювання, тобто має місце характер кооперативного переміщення, а не атомарного механізму, і тому процес може йти зі швидкостями, які можна порівняти зі швидкістю самої деформації, і його можна розглядати як бездифузійний...». На підтвердження того, що процес зрощування проходить одночасно з деформацією, а не при подальшому охолодженні, автори [114] посилаються на роботу [115], в якій мідні зразки, що контактують, після ударної обробки при 900 °С перекидали у воду для охолодження з тим, щоб виключити вплив температури при поступовому охолодженні на процес зрощування. Швидко охолоджені зразки підтвердили явище схоплювання чи зрощування під час деформації.

При подальшому вивченні зрощування було показано [116], що про якість зрощування можна судити по границі міцності на розтяг порошкових зразків, які отримані динамічним гарячим пресуванням, в порівнянні з міцністю компактних зразків. Про високу якість зрощування свідчить рівність міцності на розтяг порошкових зразків та компактного матеріалу. У цій роботі вводиться також два поняття зрощування: міжкристалітне зрощування (МЗ), коли при ювенільному контакті зберігається фізична межа розділу, та внутрішньокристалітне зрощування (ВЗ), коли цієї границі немає. Вивченню особливостей формування порошкових матеріалів при динамічному ущільненні їх у вакуумі присвячено роботу [117]. У цій роботі процес зрощування досліджували на зразках із залізного порошку марки ПЖ4МЗ (ГОСТ 9849-74), а також зразках із якісного шведського порошку марки ASC100.29 із вмістом металевого заліза 99,9 %. Динамічне гаряче пресування здійснювали у вакуумі 1,33 Па ( $10^{-2}$  мм рт. ст.). У цьому дослідженні контактну поверхню між частинками позначили як міжзеренна поверхня зрощування (МЗПЗ), характерною особливістю якої є присутність субмікропор за розміром менших на кілька порядків, ніж звичайні міжчастинкові пори. Наявність субмікропор на міжчастинковій границі перешкоджає переміщенню або міграції МЗПЗ. Тому автори [117] зазначають, що «...кінетика взаємодії субмікропор з МЗПЗ визначається співвідношенням рушійної сили міграції МЗПЗ ( $F_{руш.}$ ) і сили зв'язку з

нею ( $F_{зв.}$ ). Якщо  $F_{руш.} > F_{зв.}$ , міжзеренна поверхня зрощування відривається від субмікропор, в результаті чого утворюються внутрішньозеренні субмікропори...». При динамічному гарячому пресуванні пористих заготовок у вакуумі субмікропори не утворюються завдяки підвищеній пластичності матеріалу та відсутності газового середовища, що викликає протитиск при її захопленні. Тому при ДГП у вакуумі значно полегшено формування внутрішньокристалітного зрощування, оскільки міграція МЗПЗ відбувається безперешкодно. Однак при ущільненні у вакуумі порошку марки ПЖ4МЗ у ряді випадків не відбувається якісного зрощування та покращення властивостей. У цьому випадку позитивний вплив вакууму нівелюється великим вмістом неметалевих включень, які домінують у формуванні механічних властивостей. Тому в роботі [117] автори приходять до висновку, що «...застосування в якості захисного середовища вакууму найбільш доцільно при виготовленні деталей із шихти на основі високоякісного залізного порошку (з мінімальною кількістю неметалевих включень) або деталей складної форми, а також при використанні матеріалів, які активно взаємодіють із захисними газовими середовищами, які зазвичай застосовують...».

Певний результат вивчення явища зрощування підведено в кандидатській дисертації Єгорова М. С. [118], присвяченій дослідженню міжчастинкового зрощування у процесі гарячої деформації легованих сталевих порошків. Як зазначено в цій роботі, «... формування міжчастинкового зрощування відбувається в результаті міграції міжчастинкової поверхні зрощування (МЧПЗ), характер якої визначається співвідношенням рушійних та гальмівних сил міграції. Гальмуючий ефект міграції створюють включення, у тому числі субмікропори та атоми домішкових та легуючих елементів, які сегреговані на МЧПЗ. У разі значного перевищення рушійної сили міграції значень сил гальмування відбувається швидкий відрив мігруючої МЧПЗ від зернограничних дефектів та формування структури гарячедеформованих порошкових сталей (ГДПС) із зернограничними субмікропорами, що підвищують схильність ГДПС до крихкого руйнування. Якщо сили гальмування міграції перевищують рушійну силу, то МЧПЗ іммобілізована, зернограничні дефекти локалізовані на МЧПЗ, що визначає міжкристалітний характер зрощування. Зернограничні дефекти є джерелом тріщини, і тому знижують

механічні властивості ГДПС. Оптимальним є таке поєднання рушійної та гальмівної сил міграції МЧПЗ, при якому відбувається захоплення зернограничних дефектів мігруючої МЧПЗ. При цьому прискорюється заліковування субмікропор до розмірів, що зумовлюють їхнє самовільне захоплення...».

На закінчення цього параграфу слід зазначити, що запропонований Ю.Г. Дорофєєвим та його учнями механізм зрощування порошкових частинок при їхній термодформаційній обробці не є безперечним у зв'язку з неоднозначністю поняття або терміну «внутрішньокристалітної границі зрощування». Проте процес схоплювання як явище існує, і інтерес представляють будь-які роботи, присвячені вивченню цього явища.

#### ***1.2.4. Явище схоплювання як результат термічної та механічної активації контактуючих поверхонь***

Те, що утворення ювенільної контактної поверхні не є достатньою умовою формування міцного з'єднання, стає зрозумілим після вивчення інформації, що стосується явища схоплювання та з'єднання порошкових матеріалів при обробці їх тиском, і представленої в роботах [119, 120] дослідниками Б. А. Ареф'євим, В. В. Кулешовим та В. М. Пановко. У короткій статті [119] автори акцентують увагу на тому, що при обробці тиском порошкових систем мають місце два види активації контактних поверхонь: термічна та механічна. Термічна активація реалізується тоді, коли час деформації матеріалу більший або дорівнює тривалості стадії термічної активації, яка залежить від температури і може бути розрахована за рівнянням [121]:

$$t_a = \nu^{-1} \exp\left(\frac{E_c/2 - \gamma\sigma}{kT}\right) \quad (1.7),$$

де  $\nu$  – частота власних коливань атомів;  $E_c$  – енергія активації сублімації;  $\sigma$  – діюче напруження;  $\gamma$  - коефіцієнт перенапруження;  $k$  - постійна Больцмана;  $T$  – абсолютна температура процесу.

Оскільки у формулі (1.7) за даними [121]  $\gamma\sigma \ll E_c/2$ , то гранична температура  $T_k$ , вище за яку провідним механізмом з'єднання є термічна активація поверхонь, змінюється прямо пропорційно енергії сублімації матеріалу. Отже, у першому наближенні можна визначити температуру, при якій час процесу термічної активації дорівнюватиме часу пластичної деформації. Виходячи з цього можна вибрати для

деформації температуру (за формулою (1.7), прирівнюючи час активації часу деформації), при якій на контактній поверхні буде реалізований механізм термічної активації. У цьому випадку лімітуючою ланкою процесу з'єднання буде утворення оновленої контактної поверхні. Але якщо температура деформації порошкових матеріалів буде меншою за розраховану критичну температуру, то утворення оновлених поверхонь буде недостатньою умовою твердофазного з'єднання, і з'єднання або схоплювання буде проходити по активних центрах, що являють собою місця виходу на оновлену поверхню дефектів кристалічної ґратки, наприклад, дислокацій. В цьому випадку, як вважають автори [119], доречно говорити про механічну активацію поверхні. Більш детально процес з'єднання частинок за механізмами термічної та механічної активації розглянуто у роботі [120].

Як при термічній, так і при механічній активації процесу з'єднання поверхонь, які контактують, ключову роль грає величина оновленої при пластичній деформації контактної поверхні. У разі термічної активації вся оновлена поверхня буде схильна до схоплювання, а при механічній активації тільки її частина. У роботі [120] наведено формулу для визначення питомої оновленої поверхні  $S_\lambda$  за умови, що частинки порошку мають сферичну форму:

$$S_\lambda = \frac{1}{2R} \left( \frac{1}{2\lambda} \frac{\rho_k}{\rho_0} + \sqrt{\lambda} \right) \quad (1.8),$$

де  $R$  – середній розмір часток;  $\lambda$  - коефіцієнт обтиснення брикету за площею (коефіцієнт витягування при видавлюванні);  $\rho_0$ ,  $\rho_k$  – вихідна та кінцева щільності компактного порошку.

Для перевірки впливу питомої оновленої поверхні та температури деформації (для випадків термічної та механічної активації) на міцність з'єднання у порошкових зразках у роботі [120] були проведені експерименти з екструзії сферичних алюмінієвих порошків при температурах 400 °С (термічна активація) та 20 °С (механічна активація). Критична температура реалізації механізму термічної активації алюмінію становить близько 300 °С [120]. Деформацію сферичних порошків алюмінію, розсіяного за фракціями +20-50, +63-100, +100-160, +500-630 мкм, проводили шляхом екструзії за різних коефіцієнтів витяжки, вибраних у діапазоні  $\lambda=11,6 - 802,5$ . Це дозволило побудувати важливі залежності міцності

з'єднання у відносних (до максимальної міцності) одиницях від величини питомої оновленої поверхні для випадків термічної та механічної активації. Ці залежності показано на рис. 1.41а, які, як виявилось, добре лінеаризуються в координатах  $\sigma_c / \sigma_c^{max} - \sqrt{S_\lambda}$ , рис. 1.41б.

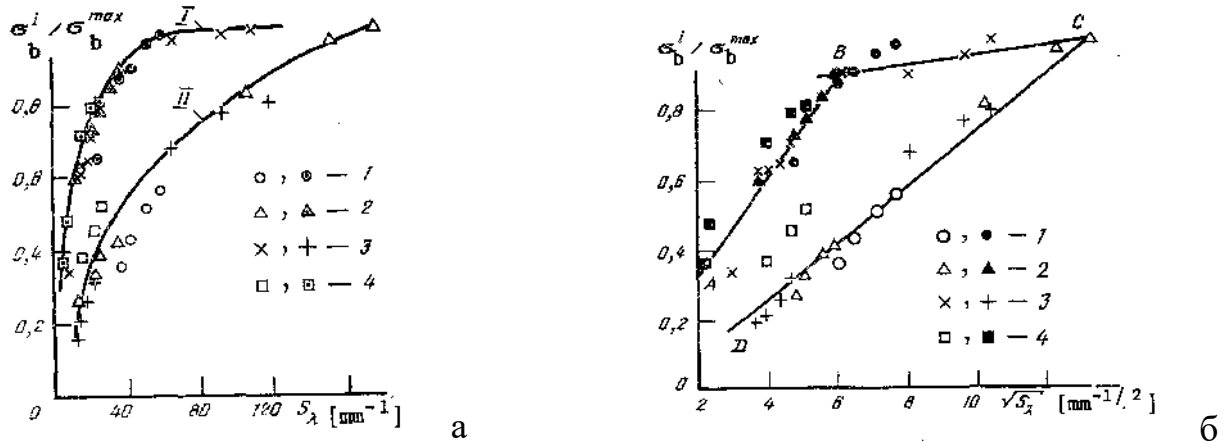


Рис. 1.41.— Зміна відносної міцності з'єднання алюмінієвих частинок при екструзії залежно від питомої оновленої поверхні (а) та від оновленої поверхні у степені  $\frac{1}{2}$  (б). Температура деформації: 400 °С (I), 20 °С (II). Крпки на графіках відповідають фракціям порошку: +20-50 (1), +63-100 (2), +100-160 (3), +500-630 мкм (4) [120]

З представлених на рис. 1.41 залежностей видно, що для забезпечення міцного з'єднання між частинками за їх низькотемпературної деформації (механічна активація) необхідно суттєво оновити контактну поверхню, тобто проводити деформацію з високим коефіцієнтом витягування. У той же час, при деформації порошку в умовах термічної активації висока міцність з'єднання досягається при питомій оновленій поверхні близько  $40 \text{ мм}^{-1}$  ( $\text{мм}^2/\text{мм}^3$ ). Це свідчить про те, що при деформації в умовах механічної активації лише частина оновленої поверхні схильна до схоплювання.

Дуже цікавою та дещо несподіваною є інформація у роботах [119, 120] про те, що питома оновлена поверхня є функцією не тільки ступеню деформації чи коефіцієнта витягування, а й середнього розміру частинок. Причому величина оновленої контактної поверхні збільшується (при постійному коефіцієнті витягування) зі зменшенням середнього розміру сферичних частинок порошку. З цього випливає, що дрібніші порошки при однаковій мірі деформації легше схоплюватимуться, ніж крупні порошки. Це підтверджують наведені в [120] графіки зміни відносної міцності з'єднання залежно від деформаційної ( $\lambda$ ) та розмірної (R)

складових оновленої поверхні, які відтворені на рис. 1.42.

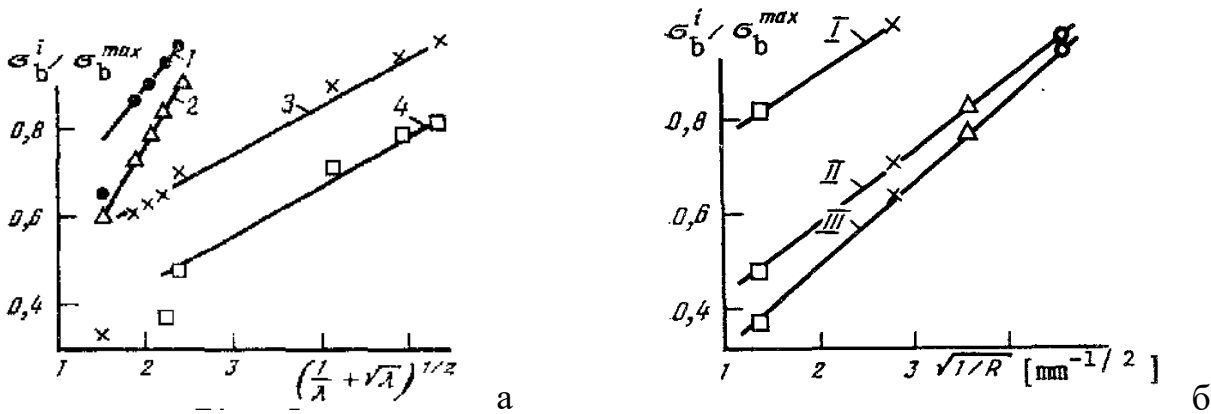


Рис. 1.42. – Зміна відносної міцності з'єднання алюмінієвих порошкових зразків залежно від деформаційної (а) та розмірної складової (б) питомої оновленої поверхні при 400 °С. Крапки на графіках (а) відповідають фракціям порошку: +20-50 (1), +63-100 (2), +100-160 (3), +500-630 мкм (4). Графіки (б) відповідають коефіцієнтам витяжки  $\lambda = 802.5$  (I), 32.1 (II) та 23.6 (III) [120]

Таким чином, з наведеної вище інформації випливає, що для забезпечення процесу схоплювання контактних поверхонь при їх стисканні велике значення мають пластична (зсувна) деформація, тиск, температура, розмір частинок і час дії тиску. Однак звернути увагу необхідно на те, що високий рівень пластичної деформації порошку і, отже, високий рівень оновленої контактної поверхні досягається при екструзії з великими коефіцієнтами витягування  $\lambda$ . А при ущільненні та деформації порошку в закритій матриці не можна реалізувати високий рівень деформації зсуву. Більш того, немає однозначної залежності визначення величини деформації зсуву при ущільненні порошку в заданому діапазоні зміни щільності. Спроба використати формулу (1.8) для розрахунку питомої оновленої поверхні у випадку деформації порошку в закритій матриці, тобто коли  $\lambda=1$  виявилася безуспішною через отримання нереальних значень питомої оновленої поверхні (більшої, ніж при коефіцієнті витяжки  $\lambda=2$ ). Поки неясно, як визначити величину оновленої поверхні при ущільненні порошку в жорсткій матриці, але для початку важливо розглянути формули, які дозволяють визначити ступінь деформації безпосередньо частинок порошку в звичайному розумінні (коли деформація еквівалентна деформації одновісного розтягування або стискання) і зсувної деформації зокрема.



### 1.3. Оцінка ступеня деформації частинок порошку при ущільненні його в жорсткій матриці

Раніше було показано, що велике значення для прояву захоплення контактних поверхонь має пластична деформація. Тому важливо знати, яка ступінь деформації частинок порошку може бути досягнута при його ущільненні в жорсткій матриці. Найчастіше під деформацією порошку розуміють величину деформації, еквівалентну деформації розтягування чи стискання при одновісному навантаженні. При цьому для оцінки ступеню деформації користуються двома параметрами - відносною деформацією, що дорівнює відношенню приросту деформації до вихідної довжини зразка, і істинної або логарифмічної деформації, що дорівнює логарифму відношення кінцевої та вихідної довжини зразка. Однак насправді при випробуванні зразка, наприклад, на розтяг він не розтягується як гума шляхом збільшення відстані між атомами, а подовжується шляхом множинних зсувів по площинах ковзання, нахиленим до осі зразка під кутом. Тобто деформація розтягування складається з деформацій зсуву і тому більш правильною оцінкою деформації зразка є величина деформації зсуву. Загалом деформаційний стан зразка характеризується тензором деформації, що складається з дев'яти компонентів, з яких три компоненти характеризують лінійну деформацію, а шість компонентів - зсувну деформацію. Однак із дев'яти компонентів незалежними є шість, оскільки три пари зсувних деформацій (з однаковими нижніми індексами, але розташованими у різному порядку) рівні між собою. У зв'язку з наявністю кількох деформаційних складових при об'ємній деформації матеріалу в теорії обробки металів тиском (ОМТ) вводять два поняття узагальненої деформації, що повністю характеризують деформаційний стан навантаженого зразка. В одному випадку це інтенсивність деформацій  $\varepsilon_i$ , яку можна виразити через деформаційні складові тензора деформації наступним чином [122]:

$$\varepsilon_i = \frac{\sqrt{2}}{3} \sqrt{[(\varepsilon_x - \varepsilon_y)^2 + (\varepsilon_y - \varepsilon_z)^2 + (\varepsilon_z - \varepsilon_x)^2] + (\gamma_{xy}^2 + \gamma_{yz}^2 + \gamma_{zx}^2)} \quad (1.9),$$

де  $x, y, z$  - осі прямокутної системи координат.

У головній системі координат, де осі позначені цифрами 1, 2, 3 і на взаємно перпендикулярних площинах відсутні зсувні деформації, інтенсивність деформації

визначається за більш простою формулою:

$$\varepsilon_i = \frac{\sqrt{2}}{3} \sqrt{[(\varepsilon_1 - \varepsilon_2)^2 + (\varepsilon_2 - \varepsilon_3)^2 + (\varepsilon_3 - \varepsilon_1)^2]} \quad (1.10).$$

У другому випадку – це інтенсивність зсувної деформації  $\Lambda$ , яка відрізняється від інтенсивності деформацій  $\varepsilon_i$  на постійну величину:

$$\Lambda = \sqrt{\frac{2}{3}} \sqrt{[(\varepsilon_x - \varepsilon_y)^2 + (\varepsilon_y - \varepsilon_z)^2 + (\varepsilon_z - \varepsilon_x)^2] + (\gamma_{xy}^2 + \gamma_{yz}^2 + \gamma_{zx}^2)} \quad (1.11),$$

або в головних координатах:

$$\Lambda = \sqrt{\frac{2}{3}} \sqrt{[(\varepsilon_1 - \varepsilon_2)^2 + (\varepsilon_2 - \varepsilon_3)^2 + (\varepsilon_3 - \varepsilon_1)^2]} \quad (1.12).$$

Отже, інтенсивність деформацій зсуву  $\Lambda$  більша за інтенсивність деформацій  $\varepsilon_i$  на величину  $\sqrt{3}$ :

$$\Lambda = \sqrt{3} \times \varepsilon_i \quad (1.13).$$

Тут слід зазначити, що у порошковій металургії та, зокрема, в теорії обробки тиском пористих заготовок, розробленої вченими Інституту проблем матеріалознавства НАН України, використовують дещо інший вираз для інтенсивності деформацій зсуву у головних координатах [123-126]:

$$\Gamma = \frac{1}{\sqrt{3}} \sqrt{[(\varepsilon_1 - \varepsilon_2)^2 + (\varepsilon_2 - \varepsilon_3)^2 + (\varepsilon_3 - \varepsilon_1)^2]} \quad (1.14)$$

В даному випадку інтенсивність деформації зсуву менше такої в теорії ОМТ на величину  $\sqrt{2}$ . Поки незрозуміло в чому причина такої відмінності в значеннях інтенсивності деформації зсуву для звичайних металів і металів, отриманих з порошку. Але попри це, важливо відзначити, що інтенсивність деформацій для одновісного навантаження, тобто при розтягуванні або стисканні дорівнює головній лінійній деформації по осі зразка  $\varepsilon_i = \varepsilon_1$ , і тоді інтенсивність деформації зсуву буде більшою за головну лінійну деформацію також на величину  $\sqrt{3}$  [122]:

$$\Lambda = \sqrt{3} \cdot \varepsilon_i = \sqrt{3} \cdot \varepsilon_1 \quad (1.15).$$

Якщо ж використовувати вираз для інтенсивності деформації зсуву з теорії пластичності пористих заготовок, співвідношення між деформацією зсуву і лінійною деформацією буде іншим:

$$\Gamma = \sqrt{3/2} \cdot \varepsilon_i = \sqrt{3/2} \cdot \varepsilon_1 \quad (1.16)$$

При ущільненні порошку в жорсткій матриці реалізується вісесиметрична схема

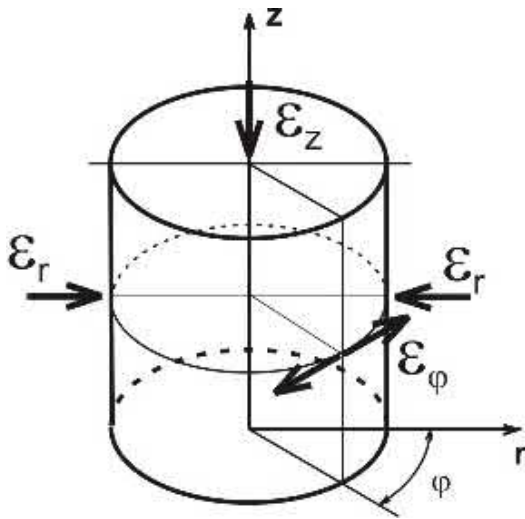


Рис. 1.43. - Позначення циліндричних координат при вісесиметричній схемі деформації зразка

деформації (як і при одновісному навантаженні), але в цьому випадку, тобто за наявності бічного обмеження деформації, залежності інтенсивності деформації зсуву матимуть інший вигляд. При цьому замінимо прямокутну систему координат на циліндричні координати так, як показано на рис. 1.43, і три основні деформації тоді позначимо як -  $\epsilon_z$ ,  $\epsilon_r$ ,  $\epsilon_\phi$ . В результаті цієї заміни інтенсивність деформації  $\epsilon_i$  для порошкових матеріалів при їх ущільненні в жорсткій матриці дорівнюватиме головній

лінійній деформації по осі Z (вісь дії тиску), помноженої на постійний множник:

$$\epsilon_i = \frac{2}{3} \cdot \epsilon_z \quad (1.17),$$

а інтенсивність деформації зсуву визначатиметься за формулою:

$$\Lambda = \frac{2}{\sqrt{3}} * \epsilon_z \quad (1.18),$$

або за формулою згідно з теорією обробки тиском порошків, запропонованою в ІПМ НАН України:

$$\Gamma = \sqrt{\frac{2}{3}} * \epsilon_z \quad (1.19).$$

При ущільненні порошку в жорсткій матриці справжній лінійний ступінь деформації по осі Z дорівнює логарифму відношення початкової та кінцевої висоти порошкової заготовки -  $\epsilon_z = \ln(h_0/h_k)$  або логарифму відношення кінцевої та початкової щільності -  $\epsilon_z = \ln(\rho_k/\rho_0)$ . Внаслідок цього уточнення формули для визначення інтенсивності деформації зсуву вийдуть:

$$\Gamma = \sqrt{\frac{2}{3}} * \ln \frac{\rho_k}{\rho_0} \quad (1.20),$$

або для випадку використання теорії ОМТ:

$$\Lambda = \frac{2}{\sqrt{3}} * \ln \frac{\rho_k}{\rho_0} \quad (1.21).$$

При порівнянні формул (1.20) і (1.21) видно, що інтенсивність деформації зсуву в першому випадку менша за величину істинної осьової деформації  $\epsilon_z$ , а в другому

випадку, тобто за теорією ОМТ, більше осьової деформації, що не зовсім зрозуміло. В даному випадку дуже важливо звернути увагу на те, що наведені формули для визначення деформації зсуву хоча і дають різну величину зсувної деформації для однакових умов ущільнення порошку в жорсткій матриці, але вони показують рівень макродеформації, тобто деформації пористого зразка загалом. Однак через наявність пор зсувна деформація частинок матиме меншу величину. Тому важливо знати саме деформацію частинок, а не порошкової заготовки в цілому.

Для оцінки деформації безпосередньо частинок, причому як звичайної або еквівалентної деформації розтягування, так і зсувної деформації, існують різні формули, запропоновані різними авторами. При цьому розрахована за різними формулами величина деформації може істотно відрізнятися незважаючи на ущільнення одного і того ж порошку в тому ж самому діапазоні зміни пористості або щільності. Найменший ступінь деформації частинок порошку виходить за формулами, запропонованими Г. М. Ждановичем [127, 128]. Спочатку він запропонував одну формулу [127]:

$$\varepsilon_{\Pi} = \frac{\rho_0 - \rho[1 - \ln(\rho/\rho_0)]}{3 \ln(1/\rho_0)} \quad (1.22),$$

де  $\rho_0$  – початкова щільність,  $\rho$  -кінцева щільність порошкового зразка. Потім в одній з останніх книг [128] він запропонував другу формулу для визначення пластичної деформації частинок  $\varepsilon_{\Pi}$ :

$$\varepsilon_{\Pi} = \frac{1}{3} \left[ 2 \ln \left( \frac{1}{\rho_0} \right) \ln \frac{2 \ln(1/\rho_0)}{\ln(1/\rho_0 \rho)} - \ln \left( \frac{\rho}{\rho_0} \right) \right] \quad (1.23).$$

Як змінюється величина пластичної деформації частинок при ущільненні їх у жорсткій матриці у разі розрахунку за формулами (1.22) та (1.23) видно на рис. 1.44. З графіків на цьому малюнку випливає, що частинки порошку, за теорією Г. М. Ждановича, мають невисокий рівень деформації при їх ущільненні у досить широкому діапазоні зміни щільності. За запропонованою ним удосконаленою формулою, найбільший ступінь пластичної деформації досягає значення 15 % у разі зміни відносної щільності від 0,3 до 1,0.

Більш високі значення пластичної деформації частинок при їх ущільненні у тому ж діапазоні зміни відносної щільності виходять у випадку використання формули, яка запропонована М. Ю. Бальшиним [129]:

$$\omega = \frac{(\rho - \rho_0)^2}{2(1 - \rho_0)} \quad (1.24),$$

де  $\omega$  - безрозмірна частка об'єму частинок пластично зміщеної при ущільненні, тобто, по суті, ступінь пластичної деформації.

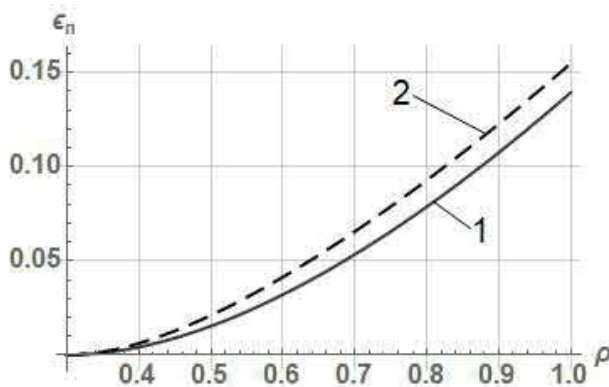


Рис. 1.44. – Зміна ступеня пластичної деформації частинок за Г. М. Ждановичем при їх ущільненні у жорсткій матриці від щільності 0,3. Формули (1.22) – 1 та (1.23) – 2 [127, 128]

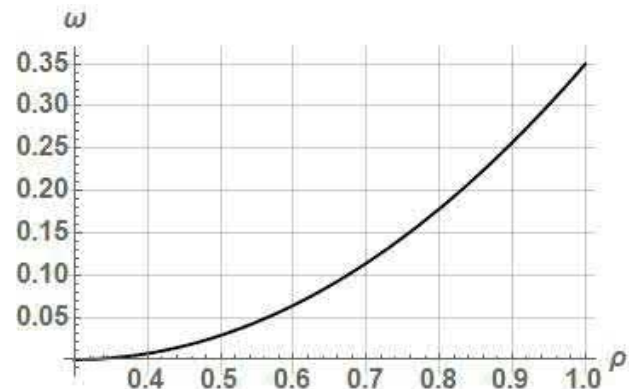


Рис. 1.45. - Зміна ступеня пластичної деформації частинок за М. Ю. Бальшиним при їх ущільненні в жорсткій матриці від початкової щільності 0,3, формула (1.24) [129]

Залежність ступеня пластичної деформації частинок від відносної щільності по М.Ю. Бальшину показано на рис.1.45. При використанні формули М. Ю. Бальшина частинки зазнають більшого ступеня пластичної деформації, ніж деформація за теорією Г. М. Ждановича. Причому відмінність у ступені деформації досить суттєва, більш ніж удвічі – 0,35 проти 0,15.

Спроба оцінити ступінь пластичної деформації частинок при їх ущільненні в жорсткій матриці було здійснено і Ю. Г. Дорофєєвим з колегами. У роботі [130] було обґрунтовано та запропоновано наступну формулу для визначення ступеня пластичної деформації частинок після їх ущільнення в жорсткій матриці:

$$\varepsilon_M = \frac{\rho - \rho_0}{2\rho_0\rho} \quad (1.25).$$

Дана формула придатна, мабуть, для оцінки пластичної деформації у випадках ущільнення порошків з високими значеннями початкової щільності принаймні більше 0,4, оскільки при ущільненні порошку від початкової щільності 0,3 до кінцевої щільності 1,0 ступінь пластичної деформації виходить більше одиниці, рис. 1.46а. А при початковій щільності 0,4 максимальний ступінь деформації майже вдвічі менший, рис.1.46б. Як видно з наведених на рис. 1.46 графіків, формула Ю. Г. Дорофєєва і Б. Г. Гасанова [130] дає ще більший ступінь деформації частинок при

їх ущільненні, ніж формула М. Ю. Бальшина.

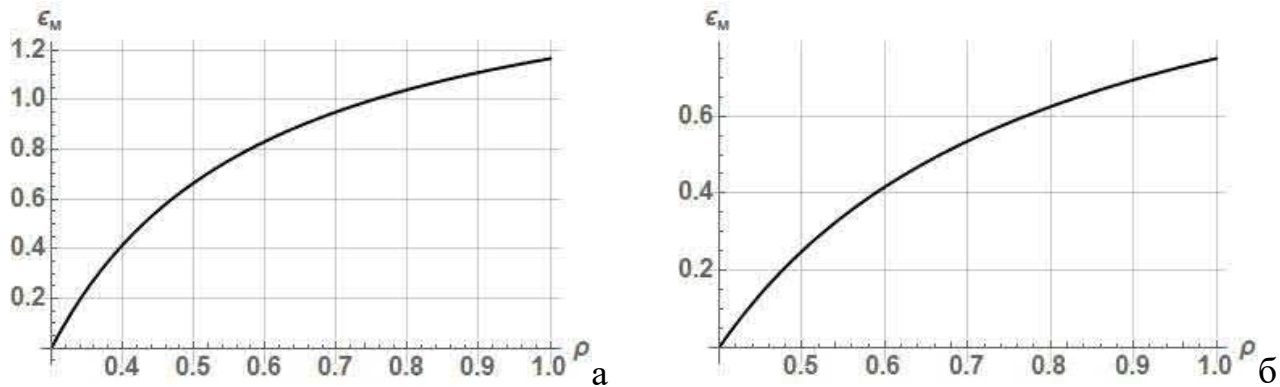


Рис. 1.46. – Зміна ступеня пластичної деформації частинок при їх ущільненні у жорсткій матриці відповідно до формули Ю.Г. Дорофєєва та Б.Г. Гасанова [130] для випадків пресування порошку з початковою щільністю 0,3(а) та 0,4(б)

Максимальний ступінь деформації частинок на рівні 0,33 (порівняно зі значенням за формулою М. Ю. Бальшина) буде тільки в тому випадку, коли початкова щільність порошкової заготовки буде 0,6, тобто за наявності пористості 40%. З цього випливає, що формула Ю. Г. Дорофєєва та Б. Г. Гасанова передбачає зменшення пористості зразків, ймовірно, лише за рахунок пластичної деформації частинок і тому при високій початковій пористості, коли при ущільненні має місце переукладання частинок, формула Ю. Г. Дорофєєва та Б. Г. Гасанова дає велику похибку, оскільки не враховує явище зменшення пористості за рахунок переукладання частинок. Тут слід зауважити, що якщо якась формула для визначення ступеня деформації частинок явно чи неявно враховує процес переукладання частинок, то справжній ступінь деформації частинок завжди буде меншим за максимально можливий ступінь деформації. А максимально можливий ступінь деформації може бути реалізований при ущільненні порошку в абстрактному випадку, тобто за відсутності явища переукладки частинок, або в реальному випадку, тобто, коли здійснюється деформація компактного стрижня, що дорівнює масі порошку і має висоту, рівну висоті порошку, засипаного у прес-форму. Схема такого випадку подано на рис. 1.47, і вона показує, що компактний зразок 3 може бути отриманий двома способами: або стисканням порошку 1, який засипано в матрицю і має пористість 70%, або стисканням компактного стрижня 2, розташованого в цій матриці і виготовленого з цього порошку з висотою, що дорівнює висоті порошку. При деформації такого стрижня умовна пористість, тобто простір між стрижнем і

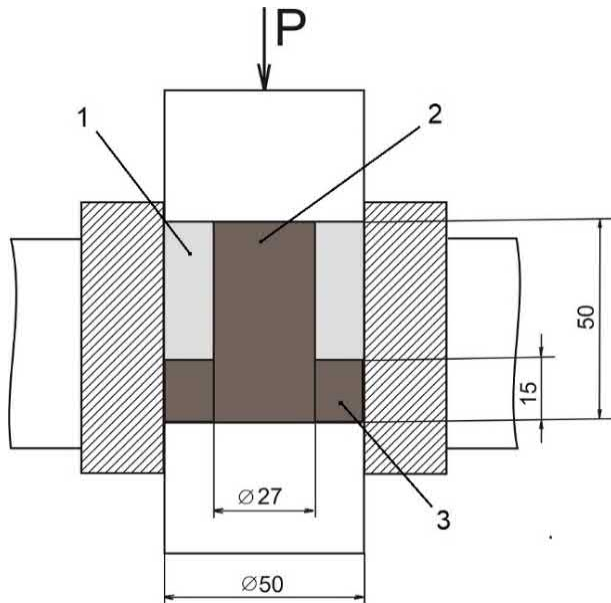


Рис. 1.47. – Схема реалізації максимально можливого ступеня деформації частинок порошку за його ущільнення в жорсткій матриці. 1 – порошковий зразок,  $\rho_0=0,3$ ; 2 – компактний стрижень із цього порошку; 3 – компактний зразок після ущільнення порошку 1 або деформації стрижня 2

стінками матриці, має таку величину, як і простір між порошковими частинками, засипаними в цю матрицю. Відповідно до схеми на рис. 1.47 кінцевий зразок 3 може бути отриманий двома способами, але відмінність цих способів полягає в тому, що якщо при ущільненні в матриці порошку 1 є переукладання частинок, що знижує ступінь їх пластичної деформації, то у разі деформації стрижня немає ніякого переукладання, і частинки або зерна стрижня деформуються від початку до кінця деформації, тобто до того моменту коли стрижень 2 набуде

форми диска 3. В останньому випадку частинки або зерна стрижня матимуть максимально можливий ступінь деформації, який легко визначити. Відносний ступінь деформації дорівнюватиме величині пористості  $\varepsilon = \theta_0 = 0,7$ , а справжній ступінь деформації визначається за формулою:

$$\delta = \ln \frac{h_0}{h} = \ln \frac{\rho}{\rho_0} = \ln \frac{1-\theta}{1-\theta_0} \quad (1.26),$$

де  $h_0$  і  $h$  – початкова та кінцева висота пористої порошкової заготовки або компактного стрижня з цього порошку,  $\rho_0$  та  $\rho$  - початкова та кінцева відносні щільності,  $\theta_0$  та  $\theta$  - початкова та кінцева пористості. Для цього випадку  $\delta = 1,204$ .

Зміна ступеня деформації такого стрижня залежно від умовної пористості та ступеня деформації порошку графічно показано на рис. 1.48. При цьому суцільна лінія відповідає лінійній або осьової (по вісі z) деформації, а пунктирна і точкова лінії відповідають зсувної деформації для випадків стискання стрижня і порошку в жорсткій матриці. В даному випадку зсувна деформація ( $\Gamma$ ) більша за лінійну на множник  $\sqrt{3/2}$ , при стисканні стрижня, хоча за теорією обробки металів тиском

вона (тобто  $\Lambda$ ) буде ще більше, оскільки множник у цьому випадку дорівнюватиме  $\sqrt{3}$ , а при стисканні порошку зсувна деформація ( $\Gamma$ ) буде меншою за осьову деформацію через множник  $\sqrt{2/3}$ , хоча за теорією ОМТ цей множник буде  $2/\sqrt{3}$ . Залежності максимально можливого ступеня деформації зсуву від відносної щільності для стрижня і для порошку показана на рис. 1.48 під номерами 2 та 3.

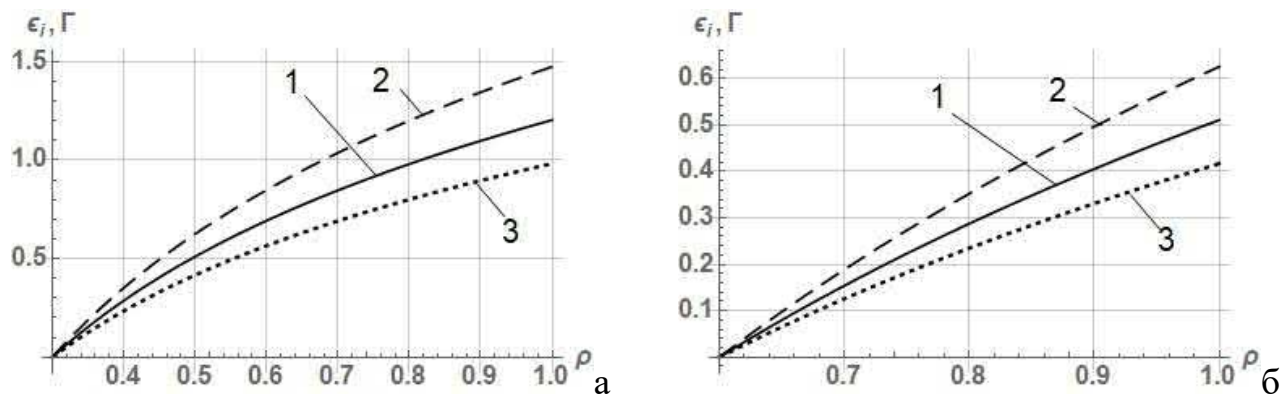


Рис. 1.48. – Максимально можливий ступінь лінійної,  $\varepsilon_z$ , (1) та зсувної,  $\Gamma$ , (2) деформації при стисканні компактного стрижня до торкання зі стінками матриці за схемою на рис. 1.47 та максимально можливий ступінь лінійної (1) та зсувної (3) деформації порошку при стисканні в жорсткій матриці при умовній початковій пористості 70 % (а) та 40 % (б)

З представлених на рис. 1.48 результатів випливає, що максимально можливий ступінь деформації частинок при їх ущільненні в жорсткій матриці досить великий. Зокрема, якщо порошок, засипаний в матрицю, має пористість 70%, то його максимально можлива деформація зсуву дорівнюватиме 98,3% (147% - для стрижня), а якщо початкова пористість буде 40%, то максимально можливий ступінь деформації частинок порошку буде 41,7% (62,5% – для стрижня). Реальна ж ступінь зсувної деформації порошку буде меншою в першому випадку (при  $\rho_0 = 0,3$ ) і трохи менше в другому випадку ( $\rho_0 = 0,6$ ) за рахунок процесу переукладання частинок при їх ущільненні.

Великий інтерес викликає формули для оцінки деформації частинок, одержаних з теорії пластичності пористих заготовок, розробленої вченими ІПМ НАН України під керівництвом В. В. Скорохода. Одне з основних рівнянь, що описують процес пластичної деформації пористих заготовок, представлено в роботах В. В. Скорохода, І. Ф. Мартинової та М. Б. Штерна [124, 125]:



$$\frac{p^2}{\psi} + \frac{\tau^2}{\varphi} - \rho k^2 = 0 \quad (1.27),$$

де  $p = (\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3)/3$  та  $\tau = \frac{1}{\sqrt{3}} \sqrt{(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2}$  – відповідно гідростатичний тиск та інтенсивність напружень зсуву,  $k$  – параметр пластичності, пов'язаний з границею текучості  $\sigma_s$  матеріалу порошку -  $k = \sigma_s \sqrt{2/3}$ ,  $\rho$  - відносна щільність,  $\psi$  и  $\varphi$  – коефіцієнти, які залежать від пористості або щільності, тобто функції щільності.

Однак для оцінки ступеня деформації частинок необхідно мати рівняння, що пов'язує напруження та деформацію. В теорії пластичності металів існує співвідношення між напруженням і швидкістю деформації. Стосовно теорії пластичності пористих матеріалів таке співвідношення має досить простий вигляд [123-125]:

$$\psi e \tau = \varphi \gamma \rho \quad (1.28),$$

де  $e = (e_1 + e_2 + e_3)/3$  та  $\gamma = \frac{1}{\sqrt{3}} \sqrt{(e_1 - e_2)^2 + (e_2 - e_3)^2 + (e_3 - e_1)^2}$  – відповідно швидкість зміни об'єму та швидкість зміни форми або швидкість зміни зсувної деформації.

Для того, щоб визначити ступінь об'ємної або зсувної деформації, необхідно проінтегрувати швидкість деформації в межах відомого часу деформації. Наприклад, для визначення ступеня зсувної деформації матеріалу частинок слід застосовувати формулу з роботи [125]:

$$\Gamma_0 = \int_0^t \frac{1}{\sqrt{\rho}} \sqrt{\psi e^2 + \varphi \gamma^2} \cdot dt \quad (1.29).$$

При ущільненні порошку в жорсткій матриці швидкість об'ємної деформації дорівнює швидкості осьової деформації,  $e=e_z$ , а швидкість деформації зсуву дорівнює швидкості осьової деформації з постійним множником,  $\gamma = \sqrt{2/3} e_z$ . З урахуванням цих виразів формулу (1.29) можна перетворити на вигляд:

$$\Gamma_0 = \int_0^t e_z \sqrt{\psi + \frac{2}{3} \varphi} \cdot \frac{1}{\sqrt{\rho}} dt \quad (1.30).$$

Оскільки при ущільненні порошку за час від 0 до  $t$  відбувається зміна відносної щільності від  $\rho_0$  до  $\rho$  та з урахуванням того, що швидкість зміни щільності або об'єму визначається виразом  $e = e_z = \frac{1}{\rho} \frac{d\rho}{dt}$ , то формулу (1.30) можна переписати як:

$$\Gamma_0 = \int_{\rho_0}^{\rho} \sqrt{\psi + \frac{2}{3}\varphi} \cdot \frac{1}{\rho\sqrt{\rho}} d\rho = \int_{\rho_0}^{\rho} \sqrt{\left(\psi + \frac{2}{3}\varphi\right) \rho} \cdot \frac{d\rho}{\rho^2} \quad (1.31).$$

Таким чином, застосовуючи для опису процесу ущільнення порошку в жорсткій матриці основні положення теорії пластичності пористих матеріалів можна визначити величину пластичної деформації самих частинок порошку при його ущільненні в заданому діапазоні зміни щільності. Однак необхідно знати залежності функцій  $\psi$  і  $\varphi$  від щільності. Існують теоретичні та експериментальні залежності функцій  $\psi$  та  $\varphi$  від щільності. Великого поширення набули теоретичні функції щільності, запропоновані В. В. Скороходом [131]:

$$\psi = \frac{2}{3} \frac{\rho^3}{(1-\rho)} \quad \text{та} \quad \varphi = \rho^2 \quad (1.32).$$

Заслужують на увагу також функції щільності, які запропоновані М. С. Ковальченком [132-134]. Але оскільки у різний час М. С. Ковальченком були запропоновані різні функції щільності, то зупинимося на останній версії цих функцій, що представлені у роботі [134]:

$$\psi = \frac{1}{6} \rho^{\frac{2,5-\rho}{\rho}} \frac{(2+\rho^{2/\rho})}{(1-\rho^{2/\rho})} \quad \text{та} \quad \varphi = \rho^{\frac{2,5-\rho}{\rho}} \quad (1.33).$$

Якщо підставити наведені теоретичні функції щільності у формулу (1.32) або формулу (1.31), то отримаємо певні інтеграли, що дозволяють обчислити ступінь деформації зсуву частинок при їх ущільненні від початкової до кінцевої щільності. При підстановці функцій щільності за В. В. Скороходом отримаємо наступний інтеграл:

$$\Gamma_0 = \sqrt{2/3} \int_{\rho_0}^{\rho} \frac{1}{\sqrt{\rho(1-\rho)}} d\rho \quad (1.34).$$

а при підстановці функцій щільності за М. С. Ковальченком отримаємо більш складний інтеграл:

$$\Gamma_0 = \int_{\rho_0}^{\rho} \rho^{(2,5-4\rho)/2\rho} \left( \frac{2-\rho^{2/\rho}}{2(1-\rho^{2/\rho})} \right)^{1/2} d\rho \quad (1.35).$$

Тут важливо відзначити, що отримані інтеграли або формули для визначення ступеня деформації частинок при їх ущільненні в жорсткій матриці дають зсувну величину деформації. Формули ж Г. М. Ждановича та М. Ю. Бальшина, які наведені вище, дають, мабуть, величину звичайної або узагальненої (лінійної) деформації, точніше величину інтенсивності деформації або величину еквівалентну деформації розтягування, яка менша за зсувну деформацію на постійний множник. Цей

множник в теорії ОМТ дорівнює  $1/\sqrt{3}$  (тобто  $\varepsilon_i = \Lambda/\sqrt{3}$ ), а теорії пластичності пористих тіл, розробленої вченими з ІІМ НАНУ, цей множник дорівнює  $\sqrt{2/3}$ , (тобто  $\varepsilon_i = \Gamma \cdot \sqrt{2/3}$ ). Тому для оцінки ступеня звичайної або лінійної деформації, що виходить з теорії пористих тіл, формули (1.34) і (1.35) зміняться на постійний множник. А саме, у разі використання функцій щільності за В. В. Скороходом вийде:

$$\varepsilon_i = 2/3 \int_{\rho_0}^{\rho} \frac{1}{\sqrt{\rho(1-\rho)}} d\rho \quad (1.36),$$

а при використанні функцій щільності М. С. Ковальченка буде:

$$\varepsilon_i = \sqrt{2/3} \int_{\rho_0}^{\rho} \rho^{(2,5-4\rho)/2\rho} \left( \frac{2-\rho^{2/\rho}}{2(1-\rho^{2/\rho})} \right)^{1/2} d\rho \quad (1.37).$$

Формула (1.36) для визначення пластичної деформації твердої фази при гарячому пресуванні порошку в закритій матриці була отримана В. В. Скороход ще в кінці 60-х років минулого століття [135]. Цей інтеграл береться в елементарних функціях та його рішення має вигляд [131]:

$$\varepsilon_i = \frac{4}{3} \left( \arctg \sqrt{\frac{1-\rho_0}{\rho_0}} - \arctg \sqrt{\frac{1-\rho}{\rho}} \right) \quad (1.38).$$

Цікаво, що ступінь зсувної деформації за рівнянням (1.34), яка відрізняється від ступеня лінійної деформації за формулою (1.36) постійним множником, може бути обчислена за такою формулою [125]:

$$\Gamma_0 = 2 \cdot \sqrt{\frac{2}{3}} \left( \arcsin \sqrt{1-\rho_0} - \arcsin \sqrt{1-\rho} \right) \quad (1.39).$$

Зміну ступеня узагальненої (лінійної) та зсувної пластичної деформації частинок порошку при його ущільненні в жорсткій матриці, що відповідає формулам (1.38) та (1.39), та за умови зміни відносної щільності від 0,3 до 1 показано на рис. 1.49.

Для оцінки ступеня деформації частинок за формулами (1.37) та (1.35) з функціями щільності М. С. Ковальченка [134] інтеграл не береться в елементарних функціях і тому залежність ступеня деформації від відносної щільності можна отримати за допомогою чисельного інтегрування. Отримані в результаті чисельного інтегрування залежності узагальненої та зсувної деформації в інтерпретації М. С. Ковальченка показано на рис. 1.50. При порівнянні графіків на рисунках 1.49 та 1.50 видно, що ступінь деформації частинок за формулами М. С. Ковальченка вдвічі менший, ніж ступінь деформації частинок за формулами В. В. Скорохода, але й у цьому випадку ступінь деформації частинок є вдвічі вищою, ніж деформація за

формулою М. Ю. Бальшина (див. рис. 1.50 та рис. 1.45).

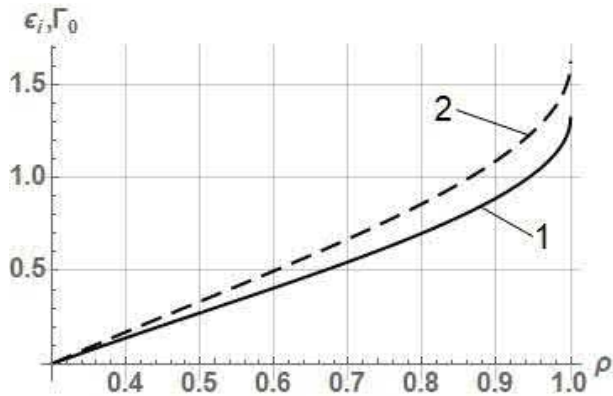


Рис. 1.49. – Зміна ступеня узагальненої (1) та зсувної (2) деформації частинок порошку при ущільненні у жорсткій матриці порошку з початковою щільністю 0.3 за теорією В. В. Скорохода [125, 131]

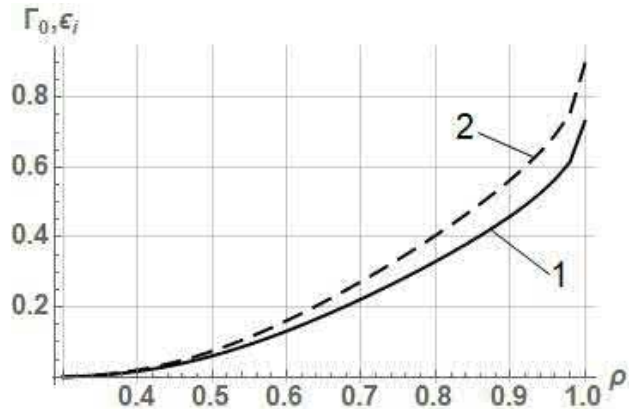


Рис. 1.50. – Зміна ступеня узагальненої (1) та зсувної (2) деформації частинок порошку при ущільненні у жорсткій матриці з початковою щільністю 0.3 за теорією М. С. Ковальченка [134]

З наведеного порівняння ступеня деформації частинок одного і того ж порошку в тому самому діапазоні зміни щільності видно, що різні автори показують суттєву відмінність у значенні справжнього ступеня деформації, хоча дійсна деформація частинок має єдине значення. Яке з наведених значень більшою мірою відповідає реальній деформації, поки важко сказати, але деякі міркування з цього питання будуть висловлені в одному з наступних розділів дисертації.

У той же час при вивченні процесу схоплювання порошкових частинок при їх ущільненні важливо знати реальну пластичну деформацію, оскільки вона істотно впливає на процес схоплювання. Однак при ущільненні порошку в жорсткій матриці важко реалізувати високий ступінь пластичної деформації, такий, як, наприклад, при екструзії, що обмежує можливості прояву схоплювання частинок при їх ущільненні в жорсткій матриці при низьких температурах. Тому для оцінки ролі пластичної деформації в процесі схоплювання частинок при їх ущільненні в жорсткій матриці необхідно все ж таки знати дійсну величину пластичної деформації частинок.

#### **1.4. Явище прискореної дифузії атомів при ударному стисканні та високій швидкості пластичної деформації металів**

У параграфі 1.2 першого розділу дисертації було наведено інформацію про спосіб ударного зварювання у вакуумі тугоплавких металів [106]. Перед зварюванням поверхні, що з'єднуються (вузька приконтрна зона), підігрівалися електронно-променевим нагрівачем, а зварювання відбувалося в процесі застосування ударного навантаження за тисячні частки секунди. При цьому автори даного способу відзначали, що загальна деформація зварювальної сполуки не перевищує 10-15%, а швидкість деформації поверхонь, що з'єднуються, становить близько  $10^2 \text{ c}^{-1}$ . Величезний інтерес у цьому способі зварювання викликає механізм процесу високошвидкісного зварювання. Проведені авторами дослідження показали, «...що зона взаємодії є тверді розчини, а не механічна суміш, тобто процес перенесення атомів в умовах навантаження має дифузійну природу...». Отже, в основі процесу ударного зварювання лежить дифузійний механізм, який реалізується за рахунок прояву надзвичайно високої швидкості дифузії атомів при високій швидкості пластичної деформації металів.

Явище прискореної дифузії під час імпульсного чи ударного деформування металів було виявлено українськими вченими Л.М. Ларіковим, В.М. Фальченко, В.Ф. Мазанко, С.М. Гуревич, Г.К. Харченко, А.І. Ігнатенко з Інститутів металофізики та електрозварювання НАН України. Перша публікація, присвячена виявленому явищу прискореної дифузії при ударному стисканні двох зразків з армко-заліза, з'явилася в 1974 р [136]. У цій роботі кубики зі стороною 1 см з армко-заліза з'єднувалися за допомогою удару в діапазоні температур від 400 до 1360 °С та у вакуумі. Схема та циклограма процесу ударного зварювання у вакуумі показані у параграфі 1.2 на рис. 1.40. Внаслідок такої обробки поверхневі атоми матеріалу зразків проникали один до одного. Дифузійна рухливість атомів при ударному стисканні зразків визначалася за допомогою радіоактивного ізотопу  $\text{Fe}^{59}$  методами зняття шарів та авторадіографії. Зміну концентрації "ізопопних" або радіоактивних атомів заліза після ударного стискання показано на рис. 1.51 а зміну логарифму коефіцієнта дифузії від зворотної температури - на рис. 1.52.

Для визначення швидкості масопереносу або коефіцієнта дифузії було

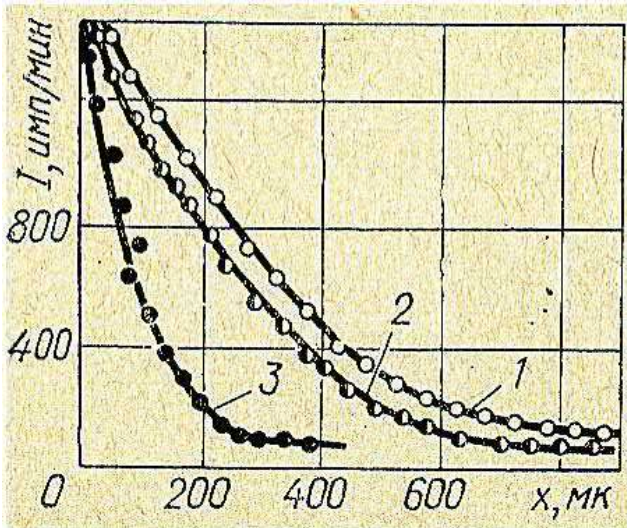


Рис. 1.51. – Експериментальні концентраційні криві для заліза армко після ударного зварювання у вакуумі. 1 – крива отримана методом авторадіографії, 2 – методом зняття шарів та 3 – після ізотермічного відпалу [136]

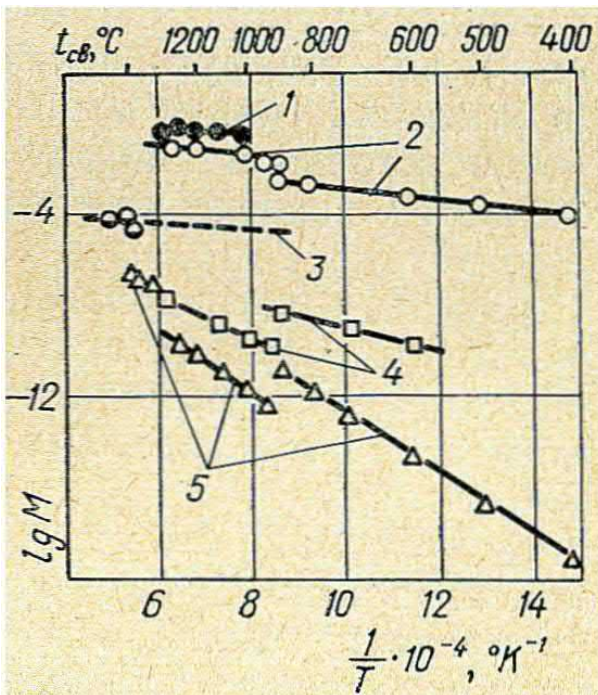


Рис. 1.52. - Температурна залежність коефіцієнтів масопереносу в залізі армко: 1, 2 - ударне зварювання у вакуумі (методи авторадіографії та зняття шарів); 3 – рідкий стан; 4 – дифузійне зварювання; 5 – стаціонарний ізотермічний відпал [136]

використано формулу з роботи [137]:

$$M = -\frac{0,1086}{\tau \cdot \operatorname{tg} \alpha} \quad (1.40)$$

де  $\tau$  – тривалість процесу,  $\alpha$  – кут нахилу прямої до осі  $x$  на графіку експериментально встановленої залежності  $\lg i$  ( $i$  – концентрація радіоактивних атомів) від квадрата глибини дифузійного шару  $x^2$ .

Подані на рис. 1.51 графіки показують, що при ударному стисканні зразків радіоактивні атоми проникають на більшу в кілька разів глибину, ніж при ізотермічному відпалі. При цьому коефіцієнт масопереносу або швидкість дифузії, яка впливає з рис. 1.52, на кілька порядків більше звичайного коефіцієнта дифузії при дифузійному зварюванні, а також більше на три порядки коефіцієнта дифузії в рідкому залізі. Підтвердженням явища прискореної дифузії, що призводить до міцного з'єднання зразків, були високі механічні властивості з'єднаних зразків (міцність і пластичність на рівні заліза), рис. 1.53, а також структура зони з'єднання зразків після ударного зварювання, яка показує, що при

температурі ударного стискання 940 °С границя між зразками відсутня, а при 800 °С

границю з'єднання ще видно, рис. 1.54.

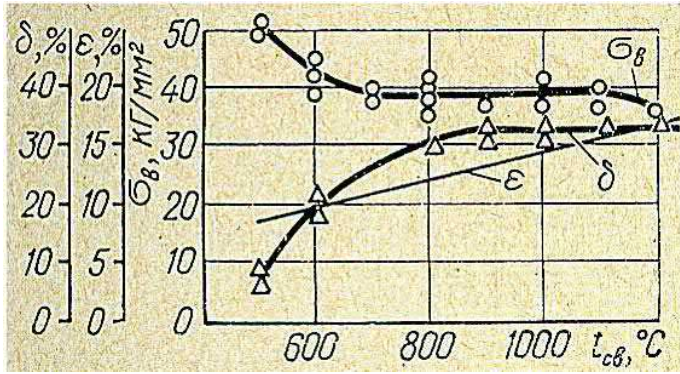


Рис. 1.53. - Залежність механічних властивостей зварних з'єднань заліза армо від температури зварювання [136]

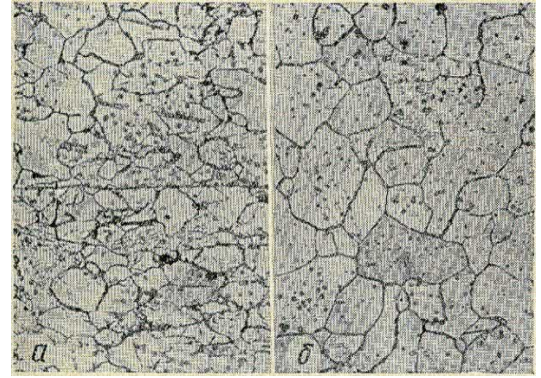


Рис. 1.54. - Мікроструктура зварного з'єднання зразків заліза армо: а -  $t_{зв} = 800 \text{ }^\circ\text{C}$ , б -  $t_{зв} = 940 \text{ }^\circ\text{C}$  [136]

Важливим спостереженням у цій роботі є й те, що масоперенос у ГЦК-залізі був у десять разів більшим за масоперенос в ОЦК-залізі, хоча при ізотермічному відпалі спостерігається зворотна картина з масопереносом.

Виявлене явище прискореної дифузії при високій швидкості пластичної деформації викликало великий інтерес до вивчення цього процесу і проведення більш широких досліджень з метою підтвердження явища прискореної дифузії та з'ясування його механізму. У наступній роботі з аномально прискореної дифузії [138] було досліджено коефіцієнти гетеродифузії різних металів у залізі при імпульсному навантаженні відповідних зразків. Зокрема значення коефіцієнтів дифузії кобальту, нікелю і хрому в залізі в залежності від температури імпульсного

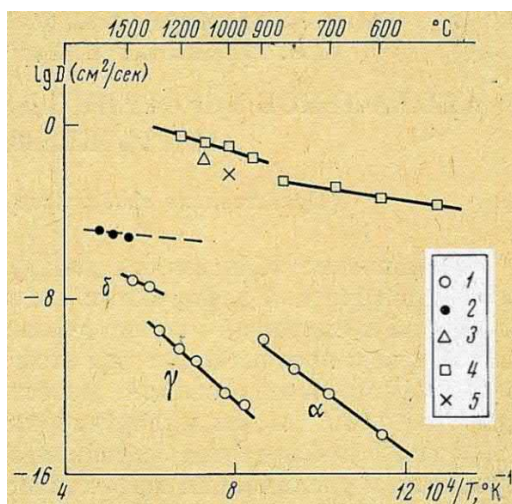


Рис. 1.55. - Температурна залежність коефіцієнтів гетеродифузії Co, а також Ni (1100 °C) та Cr (1000 °C) у залізі. 1-стаціонарний ізотермічний відпал, 2-рідкий стан, 3, 4, 5 імпульсне навантаження Ni, Co, Cr [138]

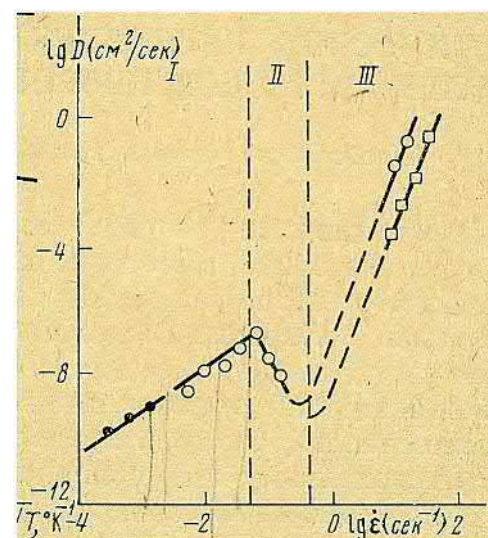


Рис. 1.56. - Залежність коефіцієнтів самодифузії в залізі від швидкості деформації при різній температурі: 1-1150 °C, 4-1000 °C [138]. Позначення як на рис. 1.55

стискання зразків були визначені при швидкості деформації  $20 \text{ c}^{-1}$  і показані на рис. 1.55. Отримані результати підтверджують факт наявності аномально високих значень коефіцієнтів як самодифузії, так і гетеродифузії.

У цій статті підтверджено також складний характер залежності коефіцієнта дифузії від швидкості деформації. Є три різні залежності зміни логарифму коефіцієнта дифузії від швидкості деформації. При збільшенні швидкості деформації від  $10^{-4}$  до  $10^{-1} \text{ c}^{-1}$  спостерігається невелике збільшення коефіцієнта дифузії, далі зі збільшенням швидкості деформації до  $10^0 \text{ c}^{-1}$  коефіцієнт дифузії знижується, а потім при збільшенні швидкості деформації до  $10^2 \text{ c}^{-1}$  відбувається інтенсивне зростання коефіцієнта дифузії, рис. 1.56.

Аномальне збільшення коефіцієнта самодифузії було встановлено не лише на залізі, а й на кобальті та нікелі. Про це було повідомлено у роботі [139]. Проведення

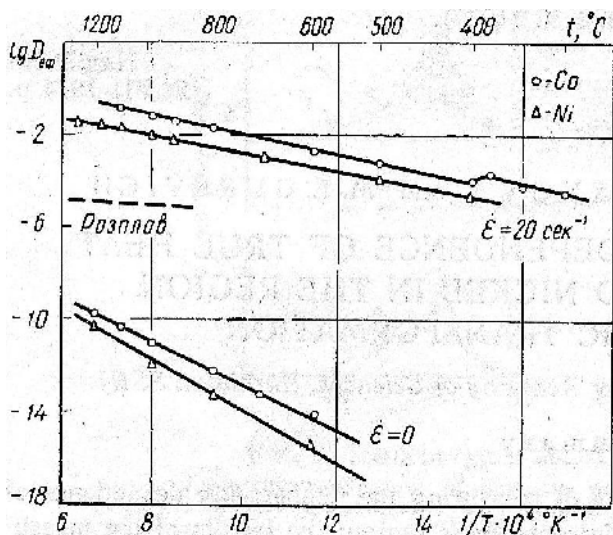


Рис. 1.57. – Температурна залежність коефіцієнтів самодифузії Co та Ni при імпульсному навантаженні (швидкість деформації  $\dot{\epsilon} = 20 \text{ c}^{-1}$ ) [139]

експериментів зі стискання зразків кобальту та нікелю зі швидкістю  $20 \text{ c}^{-1}$  за різних температур також показало результат прискореної дифузії, рис. 1.57.

При вивченні явища прискореної дифузії та з'ясування його механізму важливо було встановити спочатку, що є основою процесу аномального масопереносу – дифузія атомів чи механічне перемішування мікрооб'ємів металів. Для з'ясування цього питання було проведено дослідження з вивчення

перехідної зони різнорідних контактуючих зразків [140, 141]. Використання різнорідних металів у даному випадку заліза та титану дозволило вивчити за допомогою мессбауерівської мікроскопії та радіоактивних ізотопів заліза структуру перехідної зони контактуючих зразків. Проведені дослідження показали, що в результаті ударного стискання зразків заліза і титану зі швидкістю деформації  $25 \text{ c}^{-1}$  і при температурі  $800 \text{ }^\circ\text{C}$  утворюється перехідна зона глибиною до  $200 \text{ мкм}$ , що є твердим розчином заліза в титані. При цьому оцінка швидкості масопереносу атомів



відповідала коефіцієнту дифузії  $8,3 \times 10^{-3} \text{ см}^2/\text{с}$ , що на шість порядків більше за коефіцієнт дифузії атомів заліза в титані при такій же температурі, але за відсутності деформації.

Ці результати свідчать про дифузійну природу процесу перенесення атомів при ударному навантаженні металів. Однак проведені дослідження не дають відповіді на питання щодо механізму прискореного масопереносу. Але автори робіт [140, 141] припускають, що «...одним із можливих механізмів, здатних забезпечити швидкості масопереносу, які спостерігаються, може бути міграція в кристалічній решітці міжвузельних атомів, що виникають у процесі швидкісної пластичної деформації...».

Слід зауважити, що з'ясування механізму прискореної дифузії за високошвидкісної пластичної деформації виявилось складним завданням протягом багатьох років. Спроба узагальнення закономірностей масопереносу при різних видах імпульсного навантаження, яка приведена в роботі [142] (2002), дозволила опосередковано за значенням показника степеня  $n$  у рівнянні, що описує зміну концентрації залежно від підведеної на зразки енергії, стверджувати про те, що механізм прискореної дифузії заснований на міжвузельному переміщенні атомів. Було показано, що залежно від рівня енергії імпульсного навантаження концентрація атомів вздовж глибини проникнення може бути описана залежністю:

$$C(X) = C_0 \exp(-\alpha X^n) \quad (1.41),$$

де  $C_0$  - вихідна концентрація атомів на границі,  $X$  - відстань від границі вглиб матеріалу,  $\alpha$  - постійний коефіцієнт,  $n$  - показник степеня, що змінюється від 2 до 1 і менше при збільшенні енергії навантаження в діапазоні  $0 - 2 \times 10^3 \text{ Дж/см}^2$ .

При цьому певне значення  $n$  характеризує той чи інший механізм дифузії у структурі матеріалу. Зокрема, якщо  $n=2$ , то реалізується механізм випадкових блукань (як при ізотермічному відпалі), якщо  $n \sim 1$  (випадок високоенергетичних впливів), то атоми переміщуються по міжвузельному механізму, і якщо  $1 < n < 2$ , то реалізується випадок одночасної реалізації кількох механізмів.

У пізнішій роботі [143] (2007) при вивченні особливостей дефектоутворення в металах при імпульсному ударному стисканні також не було наведено прямого доказу реалізації механізму прискореної дифузії за рахунок міжвузельних атомів,

але при цьому було показано, що аномальний масоперенос не пов'язаний з утворенням та переміщенням вакансій. Автори даної роботи досліджували за допомогою позитронної мікроскопії утворення дефектів і, зокрема, дефектів вакансійного типу в результаті пластичної деформації міді при ударному стисканні і при прокатці. Було встановлено, що дефектність пластично деформованих зразків після обробки ударом та прокаткою ідентична. Тобто процес утворення вакансій за різних видів обробки йде однаково. У той же час, при імпульсному навантаженні зі швидкістю деформації  $10^2 \text{ c}^{-1}$  спостерігається прискорене перенесення радіоактивних атомів нікелю в мідь на мікрони за тисячні частки секунди (при кімнатній температурі), а при прокатці зі швидкістю деформації  $10^{-1} \text{ c}^{-1}$  такий ефект не спостерігається. Тому вакансії, як зазначають автори [143], не можуть бути відповідальними за аномальний масоперенос.

Підвищений інтерес викликає розгляд особливостей проходження масопереносу у широкому інтервалі температур і швидкостей деформації, тобто за умов накладання на процес масопереносу структурних змін. Залежність коефіцієнта масопереносу від температури при різних швидкостях пластичної деформації показані на рис. 1.58 [144, 145]. Як видно, залежності є лінійними, але

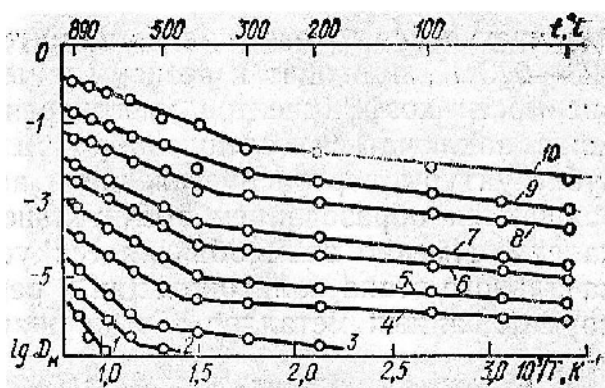


Рис. 1.58. - Вплив температури на коефіцієнт масопереносу заліза в залізі при швидкості деформації: 0,5 (1), 1 (2), 2 (3), 5 (4), 20 (6), 30 (7), 60 (8), 80 (9) та  $100 \text{ c}^{-1}$  (10) [145]

характеризуються наявністю перегину за певної температури, який зміщується у бік нижчих температур з підвищенням швидкості деформації. Крім того, в області високих температур проявляється сильніший вплив температури на швидкість міграції власних атомів у залізі. Цей результат, як зазначено у [144, с. 79], «...можна пояснити, припустивши, що на міграцію міжвузельних атомів при деформуванні у сфері високих температур

накладаються конкуруючі процеси, які впливають на рухливість атомів. Йдеться про процеси релаксації, що інтенсивно протікають в умовах швидкісної пластичної деформації, зокрема, полігонізації та рекристалізації...»

Як впливає з результатів деяких експериментальних робіт «...процес полігонізації в залізі в умовах імпульсного навантаження протікає досить повно. У той самий час рекристалізація спостерігається лише після завершення деформування під час

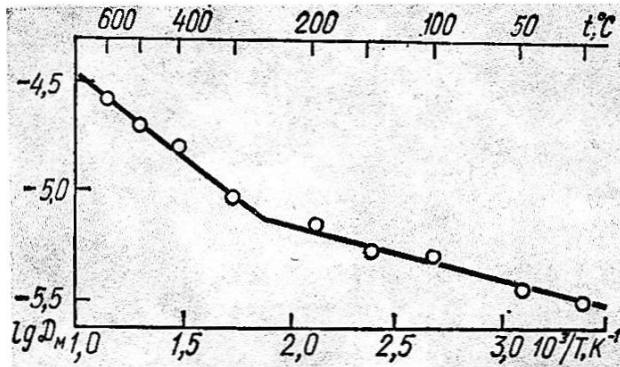


Рис. 1.59.- Температурна залежність коефіцієнтів масопереносу заліза в міді при ударному стиску ( $\varepsilon = 30 \text{ с}^{-1}$ ) [144]

охладження зразка [146].».

Температурна залежність коефіцієнта масопереносу з перегином при швидкісної деформації спостерігається як для однойменних, а й різнойменних атомів, рис. 1.59 [144].

На масоперенос при імпульсному навантаженні впливає також тип кристалічної ґратки металу.

Експериментальні результати з оцінки коефіцієнтів масопереносу в різних модифікаціях заліза і титану показують, що «...максимальний приріст коефіцієнтів масопереносу при  $\varepsilon = 20 \text{ с}^{-1}$  спостерігається в щільноупакованих ГПУ і ГЦК модифікаціях, причому він на три-чотири порядку більше, ніж у рихлій ОЦК модифікації. [147, с. 85]. У той же час слід зауважити, що за відсутності деформації або при ізотермічному відпалу рухливість атомів, наприклад, заліза в решітці ОЦК вище, ніж рухливість в щільній ГЦК решітці. Фактично виходить те, що «...При швидкісній пластичній деформації на рухливість атомів у металі, що володіє поліморфізмом (наприклад, залізі), впливають два конкуруючі фактори: зменшення швидкості дифузії в щільноупакованій ґратці в порівнянні з «пухкою» через природу самої ґратки та збільшення рухливості атомів у щільноупакованій ґратці за рахунок більшої порівняно з пухкою кількості дефектів, що виникають у кристалі при пластичній деформації [148]. У тому випадку, коли другий фактор (наприклад, при швидкостях деформації порядку  $20 \text{ с}^{-1}$ ) починає переважати, швидкість масопереносу в щільнішій ґратці стає вищою, ніж у пухкій.» [144, с.86]. Важливо також і те, що «...існує відповідність між швидкістю міграції атомів, наявністю та типом твердого розчину. Найбільш швидким є проникнення атомів елементів, що розчиняються в залізі за типом заміщення (у рівноважних умовах), найменш – не взаємодіють з матрицею при ізотермічних відпалах (талій, криптон), а швидкість

міграції елемента впровадження (вуглець) має проміжне значення. У стаціонарних умовах рухливість впроваджених атомів вище, ніж заміщених і власних, а для елементів, які не розчиняються в матриці, вона дорівнює нулю. Відмінність дифузійних характеристик для стаціонарних і нерівноважних умов, що спостерігається, пов'язана з особливостями взаємодії і механізму міграції атомів у кристалічній ґратці металу при імпульсному навантаженні.» [144, с. 97].

При розгляді явища прискореного масопереносу та визначення зміни коефіцієнта дифузії в залежності від температури та від швидкості деформації виникає можливість оцінки такого параметра, як, наприклад, величина ефективної енергії активації процесу міграції атомів при імпульсному навантаженні. Така можливість була реалізована з метою оцінки енергії активації міграції власних атомів заліза. Було встановлено, що залежність енергії активації атомів заліза в залежності від швидкості деформації має складну форму за відносно високих температур (673-1173К) і дуже простий вид при низьких температурах (273-673К), рис. 1.60, [144]. Як видно із рис. 1.60, загальна тенденція зміни енергії активації зі

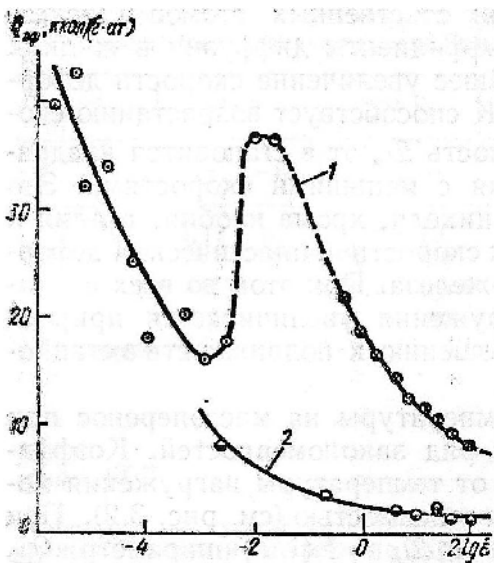


Рис. 1.60. - Залежність енергії активації процесу міграції атомів заліза від швидкості пластичної деформації в інтервалах температур 673-1173 (1) та 273-673 К (2) [144, с.100]

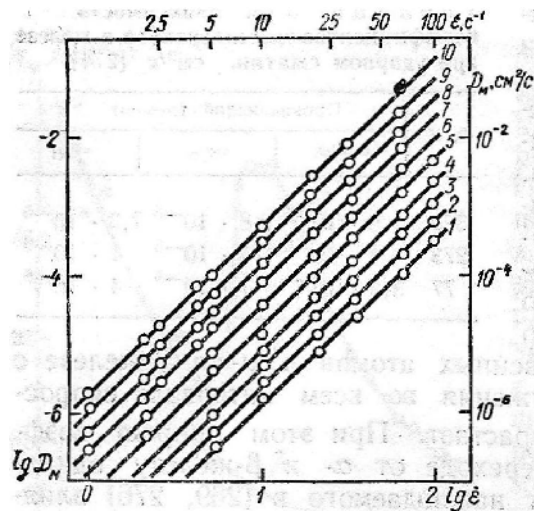


Рис. 1.61. - Залежність коефіцієнтів масопереносу в ОЦК залізі від швидкості деформації при  $T = 273$  (1), 373 (2), 473 (3), 573 (4), 673 (5), 773 (6), 873 (7), 973 (8), 1073 (9) та 1163 К (10) [144, с. 102]

збільшенням швидкості деформації зводиться до зменшення енергії активації. Але за відносно високих температур деформації є локальний максимум енергії активації в діапазоні швидкостей деформації  $10^{-2} - 10^0 \text{ c}^{-1}$ , рис. 1.60. Таке відхилення від

монотонної залежності автори [144] пояснюють тим, що в даному діапазоні швидкостей деформації «...одночасне утворення вакансій та міжвузельних атомів супроводжується їх анігіляцією, при цьому кількість носіїв маси різко зменшується і для активації процесу переносу речовини потрібна велика енергія...».

Крім енергії активації інтерес представляє і оцінка коефіцієнта масопереносу при імпульсному навантаженні залежно від швидкості та температури деформації. Результати визначення коефіцієнта масопереносу атомів заліза в ОЦК залізі при ударному механічному навантаженні зі швидкостями  $1-10^2 \text{ c}^{-1}$  показано на рис. 1.61 [144]. Як видно з цього рисунку, залежності коефіцієнта масопереносу від швидкості деформації  $D_M=f(\dot{\epsilon})$  у логарифмічних координатах у межах швидкостей деформації  $1 - 10^2 \text{ c}^{-1}$  є сімейством паралельних прямих, що відповідають різним температурам деформації. Таке сімейство прямих можна подати у вигляді співвідношення [145]:

$$D_M = D + C|\dot{\epsilon}|^{\alpha_1} \exp(\beta_1 T) \quad (1.42),$$

де  $D$  – коефіцієнт дифузії у відсутності деформації,  $C$  – деформаційний чинник,  $\dot{\epsilon}$  – швидкість деформації,  $\alpha_1$  і  $\beta_1$  – константи.

Показник степеня  $\alpha_1$  для ОЦК заліза, що деформується зі швидкостями  $1-10^2 \text{ c}^{-1}$  при температурах  $273-1173 \text{ K}$ , визначений аналітично, досягає значення  $2 \pm 0,2$ , коефіцієнт  $\beta_1 \approx 3 \times 10^{-3} \text{ град}^{-1}$ . При вивченні масопереносу в ГЦК металі ( $\gamma$ -залізо) у такому ж діапазоні швидкостей деформації встановлено, що «...залежність  $D_M=f(\dot{\epsilon})$  у логарифмічних координатах при різних температурах є квазіпаралельними прямими з параметрами  $\alpha_1$  і  $\beta_1$ , рівними таким для ОЦК заліза..» [144, с.102]. Важливо також зазначити, що залежність (1.42) може бути застосована для «кубічних» металів. У цьому випадку відмінності в залежності будуть визначатися значенням коефіцієнта  $\beta_1$ , але значення коефіцієнта  $\alpha_1$  будуть однакові та дорівнювати 2. Ще один важливий момент пов'язаний з тим, що показник  $\alpha_1$  може бути критерієм, що визначає механізм міграції атомів при пластичній деформації. Встановлено, що у разі дифузії за дислокаціями  $\alpha_1 = 0,5$ , а для міграції атомів за вакансіями та для механічної дифузії  $\alpha_1 = 1$ . З цього випливає, що значення  $\alpha_1 = 2$  вказує на інший механізм перенесення атомів, тобто, можливо, на механізм міжвузельного переміщення атомів. Необхідно відмітити також і те, що межею застосування співвідношення (1.42) є інтервал температур  $300 \text{ K} - T_{пл}$  і швидкостей

деформації  $1 - 10^2 \text{ c}^{-1}$ .

Цікавим є також явище прискореного масопереносу, що відбувається у відповідних матеріалах при ударному стисканні у поєднанні з мартенситним перетворенням [144, 147, 149]. Однак ця тема є складнішою і вимагає детального аналізу, оскільки треба зрозуміти, як поєднуються два практично миттєві процеси – прискорена дифузія та мартенситне перетворення.

Одна з останніх робіт, яка присвячена прискореному масопереносу, опублікована у 2014 р. авторами С. І. Кучук-Яценко, Г. К. Харченка, В. М. Миронов та ін. [150]. Відмінною особливістю даної роботи є дослідження явища аномального або прискореного масопереносу за умови поєднання або синхронній дії двох фізичних процесів: ударного навантаження і електричного струму. Однак перед дослідженням впливу на масоперенесення двох процесів автори [150] ще раз вивчили вплив на процес дифузії одного ударного стискання зі швидкістю деформації  $30-40 \text{ c}^{-1}$  при температурах від 600 до 1500 К і зі швидкістю деформації  $90 \text{ c}^{-1}$  при 1500 К. Для виключення впливу на швидкість дифузії післядеформаційного тривалого процесу охолодження зразків, останні після ударної обробки охолоджувалися рідким азотом. В результаті проведення цих експериментів автори встановили, що для швидкості деформації  $35 \text{ c}^{-1}$  коефіцієнти дифузії для заліза, кобальту та нікелю в залежності від температури деформації виходять такими:

$$D_M^{\alpha-Fe} = 0,2 \exp(-10000/RT) \quad (1.43),$$

$$D_M^{\gamma-Fe} = 14,1 \exp(-14800/RT) \quad (1.44),$$

$$D_M^{Ni} = 4,4 \exp(-13200/RT) + 4,9 \cdot 10^2 \exp(-26100/RT) \quad (1.45),$$

$$D_M^{\alpha-Co} = 1,5 \cdot 10^2 \exp(-19500/RT) \quad (1.46),$$

$$D_M^{\beta-Co} = 65 \exp(-18000/RT) \quad (1.47).$$

При швидкості  $90 \text{ c}^{-1}$  та температурі 1500 К через збільшення значення обох факторів коефіцієнти само- та гетеродифузії (Ni в Cu) помітно зростають у порівнянні зі швидкістю  $35 \text{ c}^{-1}$  при 600 К і становлять: для Fe =  $1,2 \text{ cm}^2/\text{c}$ , для Co =  $0,89 \text{ cm}^2/\text{c}$ , Ni =  $0,75 \text{ cm}^2/\text{c}$ , для Cu =  $0,81 \text{ cm}^2/\text{c}$ .

Підвищений інтерес у цій роботі представляє дослідження само- та

гетеродифузії атомів заліза, кобальту, нікелю та міді в умовах одночасної дії імпульсних деформацій (50%,  $8,1 \times 10^{-2}$  с,  $90 \text{ с}^{-1}$ ) та потужних змінних струмів (2,5 кА, 500 кВт, 50 Гц). При цьому, як зазначають автори [150], струм вимикався синхронно із завершенням імпульсної деформації. Результати визначення коефіцієнтів дифузії показали, що вони помітно вищі, ніж при звичайній деформації ударом і становлять: для Fe –  $9,5 \text{ см}^2/\text{с}$ , Co –  $7,9 \text{ см}^2/\text{с}$ , для Ni –  $5,5 \text{ см}^2/\text{с}$ , для Cu –  $7,1 \text{ см}^2/\text{с}$ . Дуже високий рівень коефіцієнта дифузії атомів металів автори пов'язують із проявом низки чинників: високошвидкісної деформації, нагрівання до передплавильних температур, різних градієнтів, захоплення атомів потоком електронів (електроперенесення) та ефекту Троїцького (електропластичний ефект [151]). Завдяки цьому атоми проникають на велику глибину – від кількох мм до десятків (25) мм. Слід зазначити, що апроксимація експериментально отриманих концентраційних профілів [150, рис. 4, 5] аналітичною функцією дозволила встановити, що вони описуються залежністю (1.41), тобто такою ж, якою була запропонована в роботі [142] і з таким же діапазоном зміни параметра  $n$  – від 0,5 до 2, що свідчить про можливість реалізації різних механізмів перенесення речовини.

Заслугує на увагу в роботі [150] і позиція авторів, що стосується необхідності обліку при описуванні дифузії атомів «дії на мігруючий атом рушійної сили  $F$ , що забезпечує спрямований характер міграції атомів. Оцінка її значення, яка була проведена з допомогою рівняння Фоккера—Планка показала, що величина  $F$  змінюється складним чином із зміною температури, швидкості деформації та кількості актів навантаження. ...Причому за вибраних умов експерименту значення сили  $F$  знаходиться в межах  $10^{-13}$ - $10^{-15}$  Н ... »[150].

Таким чином, досить великі за обсягом дослідження імпульсного навантаження металів і швидкісної пластичної деформації показали існування аномально високої дифузії атомів. При цьому найбільш вірогідним механізмом такої дифузії є переміщення міжвузельних атомів. У той же час мають місце й інші гіпотези щодо механізму аномальної дифузії, а також більш детальний опис механізму переміщення атомів під дією сили або напруження представлено в роботах [152-155].

### 1.5. Висновки, визначення мети та завдань дослідження

Проведений огляд вітчизняної та в основному зарубіжної науково-технічної літератури показує, що у порошковій металургії ще залишаються в багатьох випадках щонайменше дві проблеми. Одна з них – це залишкова пористість, яка знижує механічні та в результаті експлуатаційні властивості деталей, а друга – це складність отримання матеріалів з більш нерівноважною, наприклад, дрібнозернистою структурою. При виготовленні гетерофазних або композиційних матеріалів питання зменшення залишкової пористості та отримання заданої структури у виробках стоять найбільш гостро, оскільки ущільнення при спіканні сумішей із різнорідних порошоків, як правило, суттєво ускладнено, а структура, що складається з різних фаз, характеризується часто підвищеним ступенем нерівномірності розподілу фаз між собою, утворенням нових небажаних фаз або деградацією важливих для матеріалу фаз. Крім того, є ряд матеріалів, наприклад, з тугоплавких металів, нержавіючих сталей, жароміцних сплавів, інтерметалідів, які отримувати методом вільного спікання порошоків досить важко через необхідність застосування дуже високих температур (близьких до температур плавлення матеріалів, що спікаються) і тривалих ізотермічних витримок при високій температурі, що не виключає в результаті існування у зразках залишкових пор. І нарешті, процес вільного спікання деяких порошкових композитів, наприклад, деяких біоматеріалів, алмазовмісних матеріалів не забезпечує в більшості випадків отримання задовільних зразків.

Розв'язання задачі отримання зразків з мінімальною або нульовою пористістю та більш дрібнозернистою структурою досягається завдяки застосуванню методів ущільнення або методів спікання, активованих різними фізичними процесами такими, як зовнішній тиск, електромагнітне поле, електричний розряд. При цьому важливо відзначити, що спосіб активації спікання зовнішнім тиском є характерним для більшості із зазначених у першому розділі методів.

Методи активованого спікання дозволяють як підвищити щільність порошкових зразків, так і створити чи зберегти дрібнозернисту структуру. Підвищену ефективність для отримання зразків з найбільш дрібнозернистою, наприклад, структурою мають методи ущільнення, що дозволяють знизити



температуру утворення міцних зв'язків між частинками максимально. До таких методів можна віднести електроіскрове плазмове спікання (SPS) та методи з високим (більше 1000 МПа) тиском ущільнення порошку. А такий метод, як «холодне спікання», забезпечує отримання міцних зразків навіть при кімнатній температурі, хоча в багатьох випадках для підвищення якості зразків потрібна додаткова термообробка.

Методи ущільнення, що забезпечують зниження температури спікання порошоків до 900 °С і нижче, дуже необхідні для випадків створення міцних і зносостійких алмазовмісних композитів зі штучними алмазами. А методи, що мають можливість зниження температури спікання порошоків до 700 °С, становлять інтерес для отримання високоміцних композитів на основі заліза та карбїду вольфраму без формування складного карбїду  $Fe_3W_3C$ , небажаного у складі композиту через його крихкість. Це приклади можливого створення високоякісних матеріалів із нерівноважними структурами. Але існує безліч композитів, наприклад, псевдосплавів W-Cu, Cr-Cu, Ag-Ni та інших матеріалів з невзаємодіючими компонентами, у яких для підвищення якості достатньо зменшити лише пористість зразків навіть за звичайної температури спікання, а можливість зниження температури спікання навіть у незначній мірі забезпечує отримання більш якісних зразків за рахунок збереження більш дрібнозернистої структури.

Можливість зниження тією чи іншою мірою температури спікання порошоків при дії зовнішнього тиску залежить від величини або рівня тиску. Високий рівень тиску, більший за 1000 МПа, мінімізує не тільки пористість при ущільненні порошоків, а й сприяє утворенню міцних границь між частинками за рахунок реалізації такого явища як схоплювання.

Важливим чинником для схоплювання є не тільки рівень тиску, а й ступінь деформації при стисканні контактних поверхонь. Причому більш високий рівень зсуву при деформації матеріалів дозволяє реалізувати процес схоплювання при нижчому тиску. Слід зазначити, що фактори тиску та зсувної деформації суттєво впливають і на зниження пористості зразків. Істотно полегшує процес схоплювання поверхонь їх нагрівання, а також середовище нагрівання і, зокрема, високий вакуум. Ефективність вакууму пов'язана не стільки з дегазацією поверхні порошку, скільки

з можливістю видалення кисню з оксидів на поверхні порошку шляхом введення вільного вуглецю та взаємодії або хімічної реакції між вуглецем і киснем з утворенням газів CO і CO<sub>2</sub>, що легко видаляються.

Ще один фактор, що впливає на процес схоплювання або процес формування міцної границі поміж контактуючими поверхнями, був встановлений - це швидкість пластичної деформації. Виявилось, що при високій швидкості пластичної деформації, яка реалізується при ударному навантаженні поверхонь, що контактують, має місце таке явище як прискорена на кілька порядків само- і гетеродифузія атомів. А наслідком прискореної дифузії в контактній парі з двох металів можуть бути такі явища як утворення твердих розчинів з концентрацією, що перевищує границю розчинності для рівноважних умов, взаємне розчинення металів, які нерозчинні в рівноважних умовах, а також утворення метастабільних твердих розчинів з елементів, що активно формують інтерметалідні сполуки у рівноважних умовах нагрівання.

Отже, такі фізичні явища як схоплювання та прискорена дифузія становлять величезний інтерес для вирішення задачі низькотемпературного ущільнення та спікання порошків. Однак незважаючи на наявність такої можливості для отримання якісних матеріалів із порошків при низькій температурі великої активності у проведенні досліджень у цьому напрямку не спостерігається ні у нас, ні за кордоном. І це явна прогалина в порошковій металургії, яку необхідно усувати. Певні зусилля з вивчення зрощування (скоріше схоплювання) порошків при динамічному гарячому ущільненні були докладені професором Ю. Г. Дорофєєвим та його учнями, що призвело до вироблення свого погляду на це явище. Але для більш глибокого розуміння процесу схоплювання та реалізації його з максимальним ефектом потрібні більш широкі та більш детальні дослідження.

Для отримання більш повної інформації про якість порошкових зразків при їх низькотемпературному ущільненні з можливістю прояву схоплювання та прискореної дифузії необхідно мати відповідні технічні можливості та обладнання. А саме, обладнання, що використовується для ущільнення, повинно забезпечити високий рівень тиску (більше 1000 МПа) при ущільненні порошку, високу швидкість деформації (не менше 50 с<sup>-1</sup>), нагрівання порошку або порошкових

брикетів у широкому діапазоні температур, а також проведення процесу нагрівання та ущільнення. у відносному високому вакуумі (не гірше  $10^{-3}$  мм. рт. ст.). Крім того, при ущільненні порошку або брикетів у жорсткій матриці бажано реалізувати схему деформації з підвищеним ступенем зсуву, що можна досягти шляхом забезпечення додаткової радіальної деформації брикету при його ущільненні.

Виходячи із викладеного вище, можна сформулювати основну мету даної дисертаційної роботи. Вона полягає у розробці або встановленні температурно-часових, енерго-силових та деформаційних умов ущільнення порошків під дією ударного навантаження для отримання моно- та гетерофазних матеріалів, що володіють більш щільною та більш дрібнозернистою структурою і в результаті підвищеними механічними та функціональними (експлуатаційними) властивостями. Вказані умови ущільнення порошків важливо встановити для випадків, по-перше, ущільнення однофазних металевих порошків з різною температурою плавлення, по-друге, ущільнення двокомпонентних порошкових сумішей з металів, що істотно відрізняються температурою плавлення, і, по-третє, ущільнення порошкових сумішей з металевою та керамічною фазами при різному об'ємному їх співвідношенні.

Для досягнення цієї мети необхідно вирішити такі завдання в галузі теорії та практики ущільнення порошків.

1. Проаналізувати відомі рівняння ущільнення порошків у жорсткій матриці і запропонувати найбільш адекватне рівняння, тобто рівняння, що описує процес ущільнення порошків найбільш точно для того, щоб встановити реальний або дуже близький до нього ступінь деформації частинок, оскільки відомі рівняння дають неоднозначну величину деформації.

2. Запропонувати схему деформації порошку або порошкового брикету в жорсткій матриці для реалізації більш високого ступеня деформації зсуву частинок при їх ущільненні.

3. Провести експериментальні та теоретичні дослідження пружного удару на лабораторній установці для того, щоб встановити можливі втрати енергії на пружну деформацію пристрою, які необхідні для розрахунку повної енергії удару при ущільненні порошку, а також з'ясувати час дії пружного удару в загальному часі дії

навантаження на порошковий зразок.

4. Модернізувати створену раніше в ІІМ НАН України експериментальну установку для ударного ущільнення порошків у напрямку:

- зниження втрат на пружну деформацію та збільшення часу дії удару, що досягається збільшенням маси рухомих (ударних) частин установки та зниженням швидкості удару;

- вдосконалення вакуумної системи для вирішення питань, пов'язаних із необхідністю збільшення швидкості відкачування газів при нагріванні порошків з високою питомою поверхнею та підвищеним вмістом кисню, а також спрощення завантаження та вивантаження зразків без розгерметизації вакуумної камери;

- вдосконалення нагрівальної системи та, зокрема, конструкції струмопідводів для забезпечення рівномірного нагрівання зразків.

5. Дослідити процес ущільнення порошків та пористих заготовок з різною пластичністю та дифузійною рухливістю у широкому діапазоні температур нагріву з метою встановлення умов створення міцних границь між частинками для:

- однофазних металевих порошків із низькою, середньою та високою температурою плавлення;

- однофазних порошків, які важко спікаються, тобто порошків титану, нержавіючих сталей та інтерметалідної сполуки;

- двофазних або біметалічних порошкових сумішей із різною температурою плавлення металів, які слабо взаємодіють чи не взаємодіють між собою;

- двофазних порошкових сумішей на основі карбїду вольфраму з різними металами, сплавами та інтерметалідною сполукою.

6. Визначити загальні закономірності щодо впливу температури ущільнення у вакуумі під дією удару на щільність, фізичні та механічні властивості однофазних та гетерофазних порошкових матеріалів та встановити умови формування найбільш якісних зразків.

7. Встановити найбільш перспективні напрямки створення конкурентоздатних матеріалів методом ударного ущільнення у вакуумі.

8. Виготовити дослідні деталі із композитних матеріалів для випробування в лабораторних або виробничих умовах.

## РОЗДІЛ 2. АНАЛІЗ ТА КОРЕКЦІЯ ТЕОРІЇ І ПРАКТИКИ УЩІЛЬНЕННЯ ПОРОШКІВ, А ТАКОЖ ДИФУЗІЙНИХ ПРОЦЕСІВ

### 2.1. Вибір найбільш точного рівняння ущільнення порошків у жорсткій матриці та оцінка істинної пластичної деформації частинок

Для того, щоб описати процес ущільнення порошку в жорсткій матриці та визначити, який тиск слід докласти для досягнення повної щільності ( $\rho=1$ ) або заданої кінцевої щільності  $\rho_k$ , необхідно мати рівняння, що дозволяє описати процес ущільнення порошку в жорсткій матриці з найбільш високою точністю і в найбільш широкому діапазоні зміни щільності від початкового значення до кінцевого. Інакше, можна сказати, що необхідно мати рівняння, яке дозволяє апроксимувати з високою точністю експериментальні дані з ущільнення порошків і, отже, точно прогнозувати величину тиску, необхідну для одержання заданої щільності брикету.

У науково-технічній літературі запропоновано багато різних рівнянь із ущільнення порошку в жорсткій матриці, розроблених М.Ю. Бальшиним [156, 129], Г. М. Ждановичем [128], Н. Ф. Куніним та Б.Д. Юрченко [157], А. Н. Ніколаєвим [158], Т. Н. Знатоковой та В.І. Ліхтманом [159], В. В. Скороходом, І. Ф. Мартинової та М.Б. Штерном [131, 123, 125], L. Parilak та E. Dudrova [160], R. Panelli та F. Ambrozio Filho [161], J. Secondi [162], K. Kawakita та K. H. Lüdde [163], G Aryanpour та M. Farzaneh [164] та ін., але для найбільш точної апроксимації експериментальних даних щодо ущільнення порошків проведено аналіз різних рівнянь та запропоновано нове рівняння, яке виведено з відомих рівнянь текучості або пластичності пористих тіл шляхом вибору відповідних констант. Для отримання цього рівняння розглянемо два види або два поширені вирази рівняння пластичності при деформації пористих матеріалів.

Один вираз запропоновано в роботах Н. Kuhn і С. L. Downey [165] та Р. Дж. Грином [166] і повсюдно використано моїм однофамільцем Олександром Михайловичем Лаптевим [167-169]:

$$3I'_{2\sigma} + \alpha I_{1\sigma}^2 - \beta \sigma_s^2 = 0 \quad (2.1),$$

де  $I'_{2\sigma}$  – другий інваріант девіатора напружень, що діють на пористе тіло,  $I_{1\sigma}$  – перший інваріант тензора напружень,  $\alpha$  і  $\beta$  – коефіцієнти, що залежать від пористості або

відносної щільності,  $\sigma_s$  – границя текучості матеріалу порошку.

Другий вираз запропоновано в роботах В. В. Скорохода, И. Ф. Мартыновой и М. Б. Штерна [124, 125, 170]:

$$\frac{p^2}{\psi} + \frac{\tau^2}{\varphi} - \rho k^2 = 0 \quad (2.2),$$

де  $p = \frac{1}{3} \times I_{1\sigma} = (\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3)/3$  – гідростатичний тиск,  $\tau = \sqrt{2 \times I'_{2\sigma}} = \frac{1}{\sqrt{3}} \sqrt{(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2}$  – інтенсивність дотичних напружень,  $\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$  – головні напруження у прямокутній системі координат,  $k$  – параметр пластичності, який пов'язаний з границею текучості матеріалу частинок співвідношенням  $k = \sigma_s \sqrt{2/3}$ ,  $\psi$  та  $\varphi$  функції пористості або відносної щільності.

Оскільки рівняння (2.1) та (2.2) описують одну і ту ж поверхню текучості, то між коефіцієнтами  $\alpha$  і  $\beta$  з одного боку та коефіцієнтами  $\psi$  і  $\varphi$  з іншого боку існує певне співвідношення, яке легко отримати після запису цих рівнянь через компоненти тензора напружень в системі координат головних напружень. Після розкриття рівнянь (2.1) і (2.2) через головні напруження вони перетворюються відповідно до вигляду:

$$\frac{1}{2} [(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2] + \alpha(\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3)^2 - \beta \sigma_s^2 = 0 \quad (2.3),$$

$$\frac{1}{3\varphi} [(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2] + \frac{1}{\psi} \frac{(\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3)^2}{9} - \rho \frac{2}{3} \sigma_s^2 = 0 \quad (2.4).$$

При зіставленні розкритих через головні напруження рівнянь (2.3) і (2.4) виходять такі співвідношення між коефіцієнтами та функціями щільності:

$$\alpha = \frac{1}{6} \frac{\varphi}{\psi} \quad \text{та} \quad \beta = \varphi \rho \quad (2.5),$$

При ущільненні порошку в жорсткій, як правило, циліндричній матриці і при введенні циліндричної системи координат, рис. 2.1, з осями  $z$  (висота),  $r$  (радіус) і кутом  $\varphi$  (у площині перпендикулярної осі  $z$ ), а також з урахуванням того, що радіальне та тангенціальне напруження рівні між собою,  $\sigma_r = \sigma_\varphi$ , і становлять певну частину, позначену через коефіцієнт бічного тиску  $\xi$ , осьового напруження,  $\sigma_r = \sigma_\varphi = \xi \sigma_z$ , наведені вище рівняння (2.3) та (2.4) перетворюються на вигляд:

$$\sigma_z = \sigma_s \sqrt{\frac{2}{3}} \sqrt{\left(\frac{1}{4\alpha} + 1\right) \beta} \quad (2.6),$$

$$\sigma_z = \sigma_s \sqrt{\frac{2}{3}} \sqrt{\left(\psi + \frac{2}{3}\varphi\right) \rho} = k \sqrt{\left(\psi + \frac{2}{3}\varphi\right) \rho} \quad (2.7).$$

Рівняння (2.6) і (2.7) описують один і той же процес ущільнення порошку, хоча записані по-різному у формі, прийнятної для різних дослідників. Для того, щоб

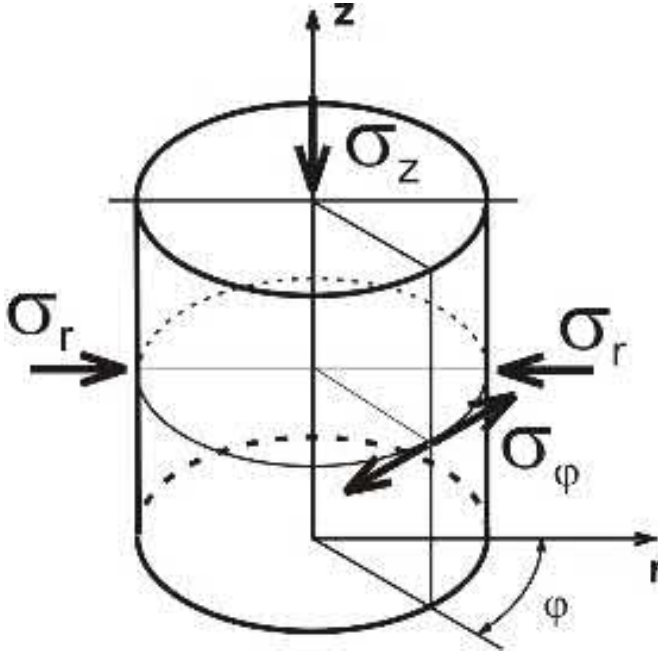


Рис. 2.1. – Позначення циліндричних координат при вісесиметричній схемі напруженого стану зразка

описати цими рівняннями процес ущільнення порошку необхідно знати границю текучості матеріалу порошку та залежності двох коефіцієнтів  $\alpha$  і  $\beta$  або  $\psi$  і  $\varphi$  від щільності. Для більш точного опису процесу ущільнення необхідно знати ще й закон зміцнення матеріалу порошку при деформації, оскільки при ущільненні відбувається деформація та зміцнення порошку. Що стосується використання залежних від щільності коефіцієнтів, то тут є дві можливості. В одному випадку можна застосовувати теоретичні залежності

$\alpha(\rho)$  и  $\beta(\rho)$  або  $\psi(\rho)$  і  $\varphi(\rho)$ , а в іншому випадку – експериментальні. Експериментальні залежності функцій щільності застосовуються рідко, оскільки їх відносно важко одержати через необхідність використання спеціальних прес-форм, а теоретичні залежності досить різноманітні з невстановленим до кінця ступенем точності або адекватності їх реальному процесу ущільнення. В якості теоретичних функцій щільності застосовують такі вирази, які запропоновані авторами:

$$\text{Р. Дж. Гріном [166]:} \quad \alpha = \frac{1}{4} \left[ \frac{3(1-\theta^{1/3})}{(3-2\theta^{1/4}) \ln \theta} \right]^2 \quad \text{та} \quad \beta = \left[ \frac{3(1-\theta^{1/3})}{(3-2\theta^{1/4})} \right]^2 \quad (2.8),$$

де  $\theta$  - пористість,  $\theta=1-\rho$ ,

$$\text{А. Ю. Смысловим [171]:} \quad \alpha = \frac{1-\rho}{2(5-2\rho)} \quad \text{та} \quad \beta = \frac{3\rho^2}{(5-2\rho)} \quad (2.9),$$

$$\text{В. В. Скороходом [131]:} \quad \psi = \frac{2}{3} \frac{\rho^3}{(1-\rho)} \quad \text{та} \quad \varphi = \rho^2 \quad (2.10),$$

$$\text{М. С. Ковальченком [134]:} \quad \psi = \frac{1}{6} \rho^{\frac{(2,5-\rho)}{\rho}} \frac{(2+\rho^{2/\rho})}{(1-\rho^{2/\rho})} \quad \text{та} \quad \varphi = \rho^{\frac{(2,5-\rho)}{\rho}} \quad (2.11).$$

Після підстановки коефіцієнтів або функцій щільності в рівняння (2.6) і (2.7) можна отримати рівняння, які встановлюють зв'язок між осьовим напруженням або тиском пресування  $\sigma_z$  і відносною щільністю  $\rho$  порошку при ущільненні його в жорсткій матриці. Ці рівняння мають вигляд:

з урахуванням функцій щільності за Р. Дж. Гріном -

$$\sigma_z = -\sigma_s \frac{2}{3} \ln(1 - \rho) \sqrt{1 + \left\{ \frac{3[1 - (1 - \rho)^{1/3}]}{[3 - 2(1 - \rho)^{1/4}] \ln(1 - \rho)} \right\}^2} \quad (2.12),$$

за А. Ю. Смысловим – 
$$\sigma_z = \sigma_s \frac{2}{3} \sqrt{\frac{(8 - 5\rho)\rho^2}{(1 - \rho)(5 - 2\rho)}} \quad (2.13),$$

за В. В. Скороходом та М. Б. Штерном – 
$$\sigma_z = \sigma_s \frac{2}{3} \sqrt{\frac{\rho^3}{(1 - \rho)}} = k \sqrt{\frac{2}{3} \frac{\rho^3}{(1 - \rho)}} \quad (2.14),$$

за М.С. Ковальченком – 
$$\sigma_z = \sigma_s \frac{1}{\sqrt{3}} \sqrt{\rho^{2,5/\rho} \frac{(2 - \rho^{2/\rho})}{(1 - \rho^{2/\rho})}} = k \sqrt{\rho^{2,5/\rho} \frac{(2 - \rho^{2/\rho})}{2(1 - \rho^{2/\rho})}} \quad (2.15).$$

Важливим елементом у наведених рівняннях є границя текучості  $\sigma_s$  або стала пластичності  $k$  матеріалу порошку. В одному випадку автори досліджень вважають за краще використовувати звичайну границю текучості матеріалу при одновісному стисканні або розтягуванні  $\sigma_s$ , а в іншому випадку перевага надається параметру пластичності  $k$ , який, по суті, відображає опір матеріалу зсуву. Враховуючи те, що при розтягуванні або при стисканні матеріал деформується насправді шляхом зсуву по площинах ковзання дислокацій, а не шляхом розтягування або стискання міжатомних відстаней, більш правильним буде використовувати границю текучості матеріалу при зсуву, що і відображає параметр  $k$  або безпосередньо границю текучості при зсуву  $\tau_s$ . Але цей параметр визначається, на жаль, опосередковано через звичайну границю текучості, причому за різними формулами. Зокрема, у порошковій металургії він визначається за формулою –  $k = \sigma_s \sqrt{2/3}$  (див. вище) [125], а в обробці металів тиском як –  $k = \sigma_s \sqrt{1/3}$  [122]. Тому в рівняннях ущільнення порошків краще використовувати однозначну звичайну границю текучості  $\sigma_s$ .

Представлені вище рівняння, що зв'язують осьовий тиск пресування з щільністю порошкового зразка, дозволяють кількісно описати процес ущільнення порошку в жорсткої матриці. Як видно, один і той же процес пресування, тобто



процес пресування одного і того ж порошку, не може бути описаний теоретично однозначно. Різні автори дають свій опис процесу ущільнення, що може відображати реальний процес ущільнення з різним ступенем точності. Для оцінки ступеня точності необхідно зіставити теоретичну криву ущільнення конкретного порошку з експериментальною кривою ущільнення цього порошку або експериментальними значеннями щільності, отриманими для різних значень тиску пресування. Слід зазначити, що в науково-технічній літературі є велика кількість експериментальних даних щодо ущільнення різних порошків, що дають можливість перевірити адекватність або точність опису реального процесу ущільнення тим чи іншим теоретичним рівнянням. Проте, певна проблема оцінки точності теоретичного рівняння полягає у складності побудови теоретичної кривої, викликаній відсутністю знання, насправді, про величину границі текучості та закону зміцнення дрібних (кілька мікрометрів) і навіть великих (десятки мікрометрів) частинок порошку. Є три щонайменше шляхи вирішення цієї проблеми. Один шлях найпростіший і, очевидно, менш точний, але іноді застосовується – це прийняття умови, що матеріал порошку не зміцнюється, а границя текучості частинок порошку дорівнює границі текучості об'ємних зразків. Другий шлях теж може бути не дуже точним, але є більш поширеним – це використання для побудови кривої ущільнення границі текучості та закону зміцнення, одержаних при пластичній деформації об'ємних зразків із матеріалу порошку. І третій шлях, мабуть, найточніший, але важкий для реалізації – це використання границі текучості та закону зміцнення, характерних не для об'ємного зразка, а для конкретних за розмірами та структурою частинок порошку. Поки що немає інформації та, ймовірно, методики визначення міцності і пластичності частинок порошку і, отже, немає можливості побудувати більш точну теоретичну криву. Для побудови теоретичної кривої ущільнення по другому шляху потрібні покрокові дії, які пов'язані з необхідністю виконання наступних дій: (1) – визначення істинної деформації частинок при певному ступені ущільнення, тобто при заданому рівні щільності, (2) – підстановки значення деформації у відомий закон зміцнення об'ємного матеріалу, з якого зроблено порошок, для визначення нової границі текучості, (3) – підстановки нової границі текучості в теоретичне рівняння та, (4) – визначення тиску пресування для заданого

рівня щільності та нової границі текучості. Повторюючи ці дії при ступінчастому підвищенні щільності, можна у результаті побудувати теоретичну криву ущільнення, що враховує зміцнення частинок при деформації. Однак для виконання такої методики необхідно знати справжню величину деформації частинок при заданому рівні щільності. В теорії пластичності пористих заготовок можна спочатку визначити справжню швидкість деформації частинок при заданому рівні щільності, а після інтегрування за часом і справжню деформацію [169, 170], як це було показано в параграфі 1.3. Рівняння, що дозволяють визначити величину узагальненої (лінійної) деформації частинок при ущільненні порошку в жорсткій матриці в залежності від коефіцієнтів або функцій щільності, що фігурують в рівняннях (2.6) і (2.7), мають вигляд:

$$\text{для рівняння (2.6) з коефіцієнтами } \alpha \text{ і } \beta: \quad \epsilon_p = \frac{2}{3} \int_{\rho_0}^{\rho} \sqrt{\left(\frac{1}{4\alpha} + 1\right)} \beta \frac{d\rho}{\rho^2} \quad (2.16),$$

$$\text{для рівняння (2.7) з коефіцієнтами } \psi \text{ і } \varphi: \quad \epsilon_p = \sqrt{\frac{2}{3}} \int_{\rho_0}^{\rho} \sqrt{\left(\psi + \frac{2}{3}\varphi\right)} \rho \frac{d\rho}{\rho^2} \quad (2.17).$$

При розгляді наведених рівнянь щодо визначення справжньої деформації частинок підвищеної уваги заслуговують два моменти. Перший – це те, що теоретична деформація частинок є неоднозначною величиною і залежить від виду коефіцієнтів чи функцій щільності. Отже, у різних авторів, які пропонують свої функції щільності, величина істинної деформації буде різною та різною мірою відповідати реальній деформації частинок. Другий момент пов'язаний із фізичним поняттям деформації порошку, оскільки деформація, як і границя текучості визначається подвійно. В одному випадку деформація відображає зміну довжини зразка при розтягуванні або стисканні, а в іншому випадку деформація відображає ступінь зсуву при тому ж розтягуванні або стисканні. А оскільки реальна деформація відбувається практично за рахунок зсуву, то правильніше оперувати деформацією зсуву. Але знову ж таки, як і в ситуації з границею текучості, деформація зсуву безпосередньо не вимірюється, а визначається розрахунком за величиною справжньої деформації розтягування чи стискання. При цьому в теорії обробці металів тиском величина зсувної деформації визначається за формулою:

$$\Lambda = \sqrt{3} \ln[1/(1 - \epsilon_z)] \quad (2.18),$$

а в порошковій металургії за формулою:

$$\gamma = \sqrt{3/2} \ln[1/(1 - \varepsilon_z)] \quad (2.19),$$

де  $\varepsilon_z$  - відносна деформація при стисканні зразка вздовж осі z. Якщо зупинитися на співвідношеннях, запропонованих для порошкової металургії, то для отримання усередненої величини зсувної деформації порошинок при їх ущільненні формули (2.16) і (2.17) необхідно переписати:

$$\gamma_p = \sqrt{\frac{2}{3}} \int_{\rho_0}^{\rho} \sqrt{\left(\frac{1}{4\alpha} + 1\right)} \beta \frac{d\rho}{\rho^2} \quad (2.20),$$

$$\gamma_p = \int_{\rho_0}^{\rho} \sqrt{\left(\psi + \frac{2}{3}\varphi\right)} \rho \frac{d\rho}{\rho^2} \quad (2.21).$$

Таким чином, знаючи функції щільності, можна визначити величину істинної деформації порошку, аналогічну деформації розтягування або стискання за формулами (2.16) і (2.17), а також величину істинної деформації зсуву за формулами (2.20) і (2.21). Оскільки закон зміцнення при пластичній деформації матеріалу визначається при розтягуванні або стисканні, то для оцінки границі текучості порошинок внаслідок їх деформації при ущільненні необхідно визначати ступінь цієї деформації за формулами (2.16) та (2.17).

Далі при обговоренні методики побудови теоретичної кривої процесу ущільнення ми будемо користуватися формулами, до яких входять функції щільності  $\psi$  і  $\varphi$ , а також звичайна границя текучості  $\sigma_s$  і звичайна (не зсувна) деформація  $\varepsilon_p$ , яка в обробці металів тиском позначається як інтенсивність деформацій. При визначенні ступеня або величини деформації частинок порошку при його ущільненні в жорсткій матриці в параграфі 1.3 були показані остаточні рівняння для оцінки ступеня деформації з урахуванням функцій щільності, запропонованих В. В. Скороходом [131] та М. С. Ковальченком [134], які записані відповідно під номерами (1.70) та (1.71) і які показали суттєво різні значення деформації порошку при його ущільненні в тому самому діапазоні зміни щільності. З цього виходить, що при відомому закону зміцнення матеріалу порошку неможливо однозначно визначити реальну границю текучості порошку по мірі його ущільнення і зміцнення. Тому для визначення дійсної деформації порошку необхідно використовувати експериментальні функції щільності, яких немає. Однак є

часткове, а може бути і повне вирішення проблеми однозначного визначення ступеня деформації, якщо по-новому подивитися та проаналізувати рівняння для напруження (2.7) та для деформації (2.17).

Як відомо, функції щільності  $\psi$  и  $\varphi$  характеризують те, як впливає відносна щільність або пористість на зміну об'ємного модуля пружності  $K$  та модуля зсуву  $G$  пористого матеріалу при пружній деформації. Вказані модулі відображають зміну об'єму матеріалу та його форми в умовах дії конкретного напруженого стану. Є ще дві «пружні» константи, що використовуються в теорії пружності і через які можна виразити об'ємний модуль пружності  $K$  та модуль зсуву  $G$ . Ці константи є модуль Юнга  $E$  та коефіцієнт Пуассона  $\nu$ . Експериментально набагато простіше визначити модуль Юнга та коефіцієнт Пуассона пористого матеріалу, і тому в літературі є експериментальні залежності від пористості саме цих констант. За цими константами легко визначити константи об'ємного модуля та модуля зсуву:

$$K = \frac{E}{3(1-2\nu)} \quad \text{і} \quad G = \frac{E}{2(1+\nu)} \quad (2.22),$$

Щоб не робити підстановки, що замінюють одні константи іншими, іноді вдаються до використання в якості одної з функцій щільності коефіцієнта Пуассона з відомою для нього залежністю від щільності. Зокрема, для ущільнення порошку в жорсткій матриці О. М. Лаптев у своїй роботі [167] запропонував наступне рівняння, що містить коефіцієнт Пуассона:

$$\sigma_z = \sqrt{\frac{2}{3}} \sqrt{\frac{(1-\nu)}{(1-2\nu)}} \varphi_0 \sigma_s \quad (2.23),$$

де  $\sigma_z$  – осьовий тиск,  $\sigma_s$  – границя текучості матеріалу порошку,  $\nu$  та  $\varphi_0$  – параметри, що залежать від щільності.

При цьому О. М. Лаптев пропонує використовувати наступні залежності коефіцієнта Пуассона та параметра  $\varphi_0$  від відносної щільності [167]:

$$\nu = 0,5\rho^{1,92} \quad \text{і} \quad \varphi_0 = \rho^{2,5} \quad (2.24),$$

При підстановці цих залежностей в рівняння (2.23), можна отримати нескладне рівняння для опису процесу ущільнення порошку в жорсткій матриці:

$$\sigma_z = \sigma_s \sqrt{\frac{2}{3}} \sqrt{\frac{(2-\rho^{1,92})}{2(1-\rho^{1,92})}} \rho^{2,5} \quad (2.25).$$

Спроба заміни однієї з функцій щільності коефіцієнтом Пуассона була зроблена і в роботі М. С. Ковальченка [134], де в одній з формул для опису процесу ущільнення порошку в жорсткій матриці відсутня функція щільності  $\psi$ , але є присутнім залежний від щільності коефіцієнт Пуассона  $\nu$ :

$$\sigma_z = \tau_s \sqrt{\frac{(1-\nu)\rho\varphi}{(1-2\nu)}} = \sigma_s \sqrt{\frac{2}{3}} \sqrt{\frac{(1-\nu)\rho\varphi}{(1-2\nu)}} \quad (2.26).$$

При підстановці в це рівняння запропонованих М. С. Ковальченком коефіцієнта Пуассона для пористого тіла у вигляді  $\nu = 0,5\rho^{2/\rho}$  та функції щільності  $\varphi$  у вигляді  $\varphi = \rho^{(2,5-\rho)/\rho}$  виходить таке саме, як записане вище рівняння (2.15).

Таким чином, виведене з теорії пластичності пористого тіла рівняння, що описує процес ущільнення порошку в жорсткій матриці, містить два незалежні параметри, які залежать від щільності. При цьому з урахуванням того, що при ущільненні порошку відбувається зміна об'єму і зміна форми пресування, цілком логічним є використання в рівнянні ущільнення порошку параметрів або функцій щільності, що характеризують зміну об'єму, тобто параметр  $\psi$ , та зміну форми, тобто параметр  $\varphi$ . Причому їх використання є логічним для різних схем ущільнення порошку таких, як осадка, радіальне обтиснення циліндра з твердими і жорсткими торцями, пресування в жорсткій матриці, рівномірне об'ємне стискання. Інтерес у даний момент для нас викликає, однак, схема пресування в жорсткій матриці, де, як показано вище, іноді використовують рівняння, в якому замість параметра, що відповідає за зміну об'єму, використовують параметр, що характеризує відносну поперечну зміну розміру порошкової заготовки при ущільненні, тобто параметр  $\nu$ . Однак, при ущільненні порошкової заготовки у жорсткій матриці відсутня поперечна деформація заготовки і тому використання параметра  $\nu$  у рівнянні є нелогічним. Абсолютно логічним є використання при пресуванні порошку в жорсткій матриці іншого параметра, а саме, коефіцієнта бічного тиску  $\xi$ , замість коефіцієнта поперечної деформації  $\nu$ . Це легко зробити, оскільки між коефіцієнтом бічного тиску та коефіцієнтом Пуассона існує взаємозв'язок:

$$\xi = \frac{\nu}{1-\nu} \quad \text{або} \quad \nu = \frac{\xi}{1+\xi} \quad (2.27),$$

При підстановці співвідношення для  $\nu$  із (2.27) в рівняння (2.26) виходить найбільш

просте рівняння для опису процесу ущільнення порошку в жорсткій матриці:

$$\sigma_z = \sigma_s \sqrt{\frac{2}{3}} \sqrt{\frac{\rho\varphi}{(1-\xi)}} = k \sqrt{\frac{\rho\varphi}{(1-\xi)}} \quad (2.28).$$

До такого ж виду перетворюється і рівняння (2.7), якщо замість параметра  $\psi$  підставити співвідношення між  $\psi$  і  $\xi$ , яке має вигляд:

$$\psi = \frac{1}{3} \varphi \frac{1+2\xi}{1-\xi} \quad (2.29)$$

Рівняння (2.28) може бути отримано також і з рівняння (2.6), якщо скористатися підстановкою замість коефіцієнта  $\alpha$  його виразом через коефіцієнт бічного тиску  $\xi$  з роботи [169]:

$$\alpha = \frac{(1-\xi)}{2(1+2\xi)} \quad (2.30).$$

Підстановка цього співвідношення в рівняння (2.6) призводить до наступного рівняння:

$$\sigma_z = \sigma_s \sqrt{\frac{2\beta}{3(1-\xi)}} = k \sqrt{\frac{\beta}{1-\xi}} \quad (2.31).$$

Рівняння (2.31) та (2.28) ідентичні, оскільки  $\beta = \rho\varphi$ , дивись співвідношення (2.5). Важливо підкреслити, що рівняння (2.28) або (2.31) виявилось дуже ефективним для проведення апроксимації експериментальних даних з ущільнення різних порошків за умови підстановки простих залежностей від щільності для параметрів  $\beta$  і  $\xi$  у вигляді:

$$\beta = \rho^n \quad (2.32),$$

$$\xi = a\rho^m \quad (2.33).$$

Після встановлення цих залежностей в рівняння (2.31) виходить найбільш просте рівняння пластичності, що дозволяє апроксимувати процес ущільнення в жорсткій матриці різних порошків та отримувати експериментальні залежності процесу ущільнення порошку з параметрами або константами для кожного конкретного порошку:

$$\sigma_z = \sigma_s \sqrt{\frac{2}{3}} \sqrt{\frac{\rho^n}{(1-a\rho^m)}} = k \frac{\rho^{0,5n}}{\sqrt{1-a\rho^m}} = k \frac{\rho^{n'}}{\sqrt{1-a\rho^m}} \quad (2.34),$$

де  $\sigma_s$ ,  $n$ ,  $a$  та  $m$  – невідомі в загальному випадку параметри, що визначаються з експерименту при апроксимації цим рівнянням конкретних експериментальних даних щодо ущільнення порошку.

При цьому важливо звернути увагу на те, що апроксимація рівнянням (2.34) експериментальних даних щодо ущільнення порошків може бути проведена лише за умови, що границя текучості частинок порошку залишається постійною в процесі ущільнення. Питання про правомірність прийняття такої умови для адекватного опису процесу ущільнення пластичного порошку залишається поки що відкритим, але деякі дослідники вважають, що таку умову можна прийняти саме при ущільненні порошків. Наприклад, О. М. Лаптев [169, с. 67] пише: «...В даний час у більшості випадків приймають, що для неспечених порошків значення  $\sigma_s$  є постійним і залежить тільки від виду порошку. Як зазначалося вище, значення  $\sigma_s$  у цьому випадку визначаються із експериментів по ущільненню порошків у закритій матриці...». Більше того, наведені нижче приклади з апроксимації різних порошків за умови сталості границі текучості показують дуже високу точність апроксимації ( $R^2 = 0,9900-0,9999$ ) при зміні відносної щільності від початкової до кінцевої (близької або рівної 1) і призводять до думки про можливість прийняття такої умови. Покажемо приклади апроксимації експериментальних даних щодо ущільнення різних порошків у широкому діапазоні зміни щільності – від початкової до максимально можливої. У той же час зауважимо, що, з одного боку, в науково-технічній літературі є невелика кількість експериментальних даних щодо ущільнення порошку до високої щільності, оскільки потрібні дуже високі тиски пресування, а, з іншого боку, саме такі експериментальні дані важко, а на думку більшості фахівців неможливо описати одним рівнянням. Виявляється, що процес ущільнення порошку від початку до кінця можна описати одним рівнянням (2.34). Це стає очевидним, якщо провести апроксимацію цим рівнянням експериментальних даних щодо ущільнення залізних порошків різного походження, наведених у післявоєнній (1948 р) німецькій книзі авторів R. Kieffer та W. Hötter [172], які ущільнювали порошок, збільшуючи тиск до значення  $30000 \text{ кгс/см}^2$  ( $\sim 3000 \text{ МПа}$ ), що забезпечило отримання гранично високої щільності зразків при холодному пресуванні. Ці унікальні експериментальні дані представлені у табл. 2.1.

Перед проведенням апроксимації експериментальних даних, наведених у табл. 2.1, рівнянням (2.34) слід зробити деякі пояснення. Оскільки в загальному випадку границя текучості конкретних частинок порошку невідома, то в рівнянні

(2.34) присутні чотири невідомі константи -  $\sigma_s$ ,  $n$ ,  $a$  та  $m$ . При проведенні апроксимації даним рівнянням конкретних експериментальних даних за допомогою програми «Математика-10» вдається визначити лише три константи при заданому значенні границі текучості  $\sigma_s$ . Тому для одних і тих самих експериментальних

Таблиця 2.1. – Експериментальні дані щодо ущільнення різних залізних порошків, які наведені у книзі R. Kieffer та W. Hoyer (1948) [172, табл. 30, стор. 123]. Тиск пресування переведено до системи СІ

Тиск, p, МПа	Порошки*								
	FeKH1	FeKH2	FeKH3	FeKH4	FeKH5	FeKH6	FeKH7	FeKH8	FeKH9
Відносна щільність, $\rho$									
0	0,285	0,266	0,253	0,389	0,344	0,439	0,403	0,427	0,397
196	0,698	0,699	0,640	0,676	0,679	0,677	-	0,755	0,673
392	0,809	0,821	0,831	0,778	0,808	0,772	0,707	0,852	0,773
588	0,862	0,886	0,890	0,820	0,869	0,846	0,796	0,898	0,841
784	0,897	0,917	0,920	0,843	0,910	0,885	0,849	0,919	0,884
980	0,921	0,929	0,941	0,875	0,928	0,914	0,889	0,935	0,905
1470	0,967	0,949	0,966	0,928	0,958	0,944	0,937	0,956	0,942
1960	0,978	0,955	0,971	0,951	0,965	0,955	0,958	0,964	0,955
2940	0,983	0,956	0,978	0,962	0,969	0,956	0,969	0,970	0,959

\*Позначення залізних порошків відповідають наступним методам одержання: FeKH1 – відновлений з оксиду; FeKH2 – відновлений з окалини; FeKH3 – вібраційний розмелювання; FeKH4 – розпорошення на центрифугі; FeKH5 – електролітичний; FeKH6 – карбонільний; FeKH7 – розпорошення на центрифугі чавуну; FeKH8 – розпилення під тиском газу; FeKH9 – сталевий.

даних проводилося кілька апроксимацій для кількох заздалегідь заданих значень границі текучості  $\sigma_s$ , що дозволяють «витягнути» константи  $n$ ,  $a$  та  $m$ , характерні для одного значення границі текучості. При цьому для кожного значення границі текучості проводилася оцінка точності апроксимації за результатами дисперсійного аналізу, що видається програмою. Виявилось, що для одного з кількох значень заданої границі текучості точність апроксимації була максимальною. Цей результат апроксимації приймався за дійсний.

Апроксимація рівнянням (2.34) була проведена для всіх дев'яти залізних порошків, які наведені у табл. 2.1. В результаті були отримані значення констант цього рівняння, які представлені в табл. 2.2, а також побудовані графіки рівнянь, які описують експериментальні дані по ущільненню залізних порошків. Шість графіків з дев'яти показані на рис. 2.2. З цих графіків видно, що весь діапазон зміни щільності



Таблиця 2.2. – Значення постійних параметрів та коефіцієнта детермінації  $R^2$ , які отримані внаслідок апроксимації експериментальних даних по ущільненню різних порошків заліза рівнянням (2.34)

Параметри	Залізні порошки, які отримані різними способами[172].								
	FeKH1	FeKH2	FeKH3	FeKH4	FeKH5	FeKH6	FeKH7	FeKH8	FeKH9
$\rho_0$	0,285	0,266	0,256	0,389	0,344	0,439	0,403	0,427	0,397
$\sigma_s$	1750	420	340	2050	1150	1980	1980	400	2070
$n'$	5,8153	2,9477	2,5738	5,6165	4,1241	5,7178	4,3516	6,8424	5,8425
$a$	1,2155	1,079	1,0147	0,9329	1,3982	14,590	1,6282	1,0094	5,8425
$m$	31,913	2,1159	1,1785	8,5548	14,709	67,215	27,060	0,7361	50,278
$\rho_\infty$	0,9939	0,9647	0,9877	1,0082*	0,9775	0,9609	0,9821	0,9874	0,9655
$R^2$	0,99824	0,98819	0,99604	0,99693	0,99837	0,99366	0,99757	0,99514	0,99908

\*Тут при щільності, що дорівнює одиниці, настає кінцевий тиск, і він дорівнює  $p_{\text{макс}} = 6459,8$  МПа.

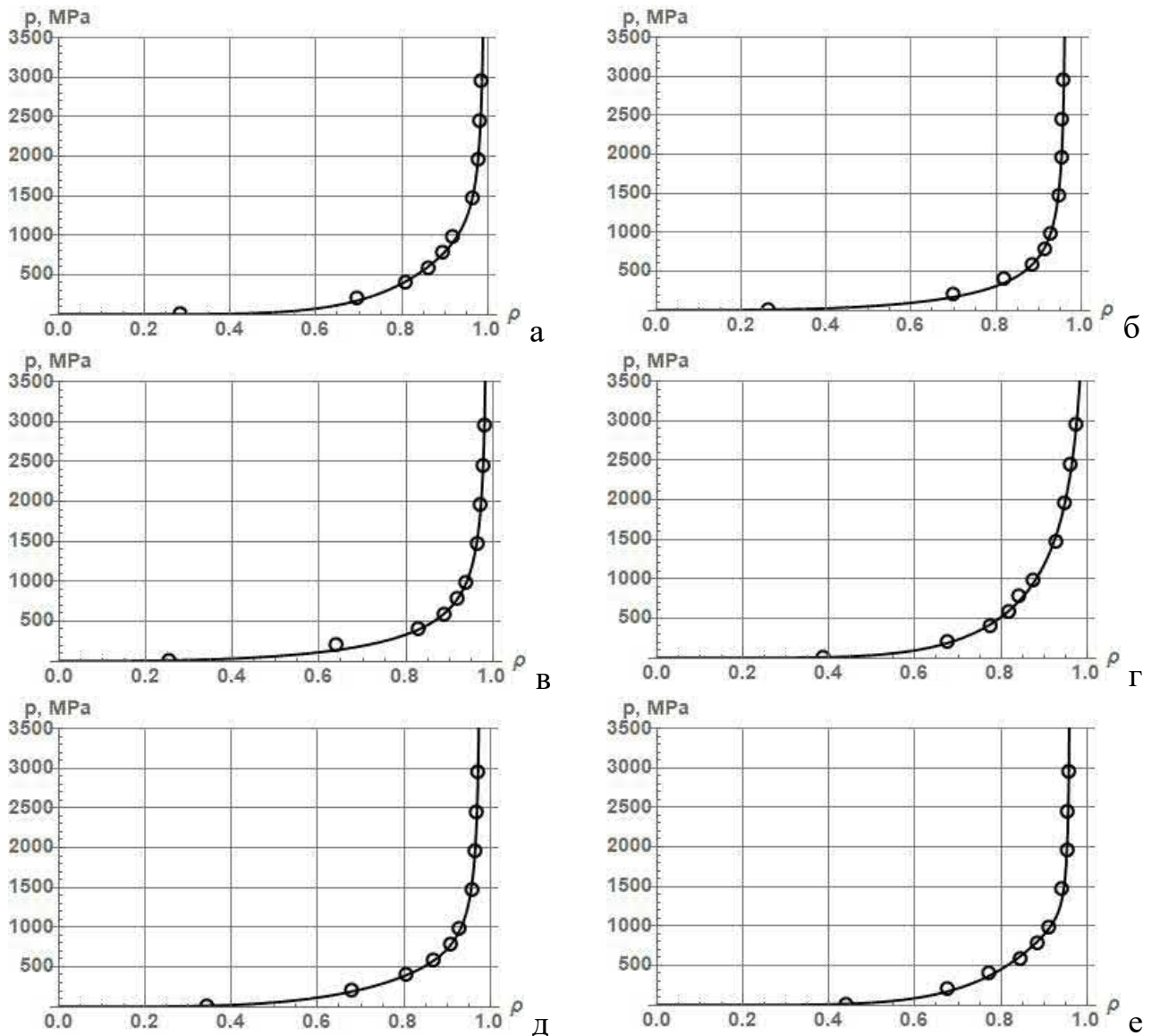


Рис. 2.2. - Апроксимаційні залежності ущільнення різних залізних порошків з книги [172] рівнянням (2.34): а - FeKH1, б - FeKH2, в - FeKH3, г - FeKH4, д - FeKH5, е - FeKH6. Круглі точки – експеримент, суцільна лінія – апроксимація

при пресуванні порошку можна дуже точно описати одним рівнянням. При цьому константи рівняння та, зокрема, границя текучості різних залізних порошоків суттєво відрізняються. Наприклад, границя текучості змінюється від 340 до 2070 МПа. Якщо низькі значення границі текучості можуть відповідати дійсності, то високі значення викликають сумнів, хоча дрібні порошки в принципі можуть мати високу границю текучості, оскільки їх розмір може бути значно меншим за розмір зерна в наклепаному залізі. Ще одна обставина, характерна для деяких порошоків, заслуговує на увагу. Це те, що, відповідно до рівняння і характеру зміни експериментальних значень щільності тиск пресування прагне до нескінченності при значеннях щільності менше одиниці. В цьому випадку значення щільності, при якому тиск пресування дорівнює нескінченності, наведено у табл. 2.2 та позначено як  $\rho_{\infty}$ . У таблиці є значення  $\rho_{\infty}$  більше одиниці, що математично можливо, але фізично безглуздо. Насправді це означає, що порошок може ущільнюватися до безпористого стану при кінцевій величині тиску, розрахованої за рівнянням (2.34) за умови, що  $\rho=1$ .

Під час розгляду графіків на рис. 2.2 звернути увагу слід і на те, що при апроксимації експериментальних даних рівнянням (2.34) деякі експериментальні точки на проміжній стадії ущільнення ( $\rho < 0,8$ ) трохи випадають з апроксимаційної кривої, див. рисунки 2.2в, 2.2е. При цьому значення тиску пресування за апроксимаційною кривою нижче експериментального значення тиску. Це може бути наслідком принаймні трьох причин. Одна причина може бути пов'язана з поганою апроксимацією даним рівнянням проміжної стадії ущільнення до  $\rho=0,85$ . Інша причина – це неточність визначення експериментальних значень щільності на проміжній стадії. І третя причина може полягати у недостатній кількості експериментальних точок на проміжній стадії для забезпечення більш точної апроксимації експериментальних даних. У зв'язку з цим інтерес представляють експериментальні дані щодо ущільнення крупного та дрібного порошоків заліза, а також міді, наведені в американській книзі автора F. V. Lenel [173, рис. 3-25, с. 96], де є більше експериментальних точок на проміжній стадії ущільнення. Проведена апроксимація цих експериментальних даних рівнянням (2.34) показала можливість опису усіх стадій ущільнення з надзвичайно високою точністю. Апроксимаційні

графіки для чотирьох порошків за рівнянням (2.34) наведено на рис. 2.3 а постійні параметри і значення коефіцієнта детермінації  $R^2$  в табл. 2.3. Як видно з табл. 2.3, апроксимація експериментальних даних з ущільнення залізного і мідного порошків, наведених в книзі [173], рівнянням (2.34) забезпечує опис процесу ущільнення в широкому діапазоні зміни щільності з дуже високою точністю.

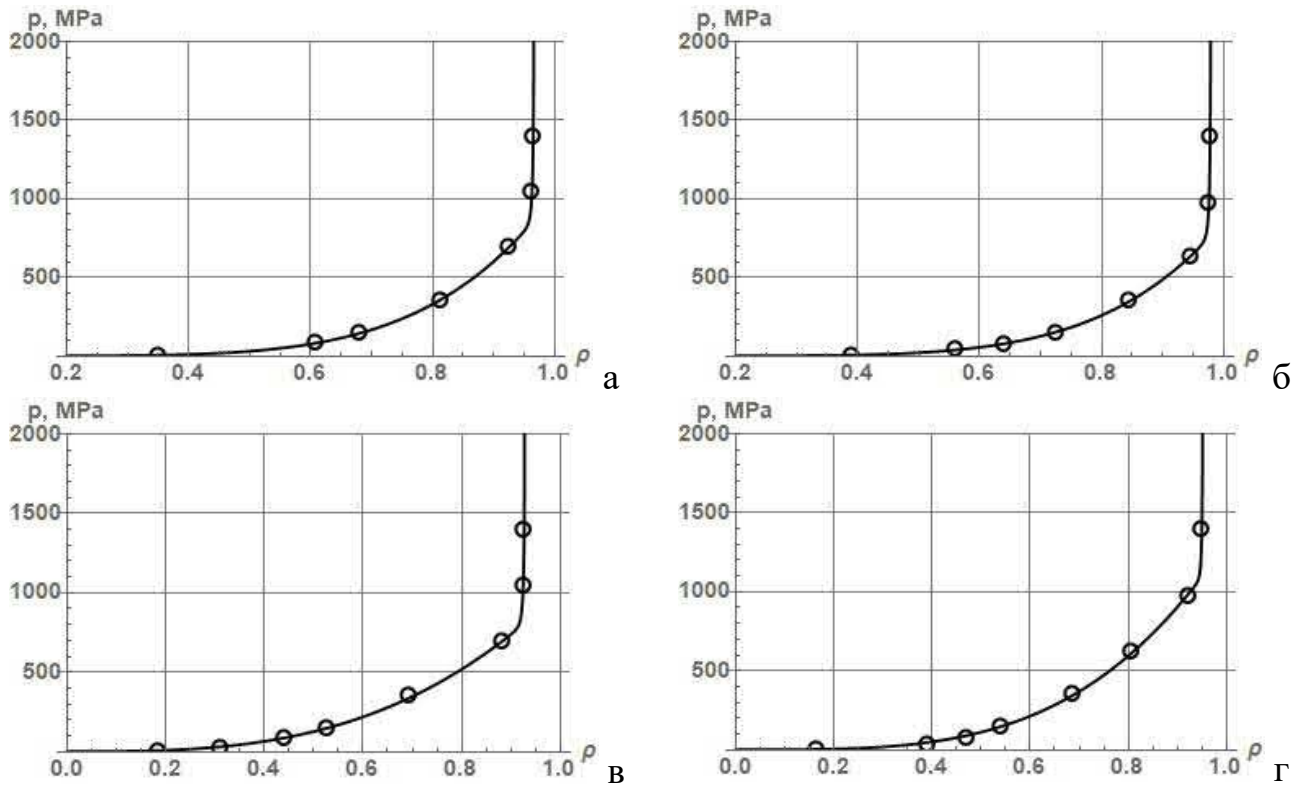


Рис. 2.3. – Апроксимаційні залежності ущільнення крупного (а, б) та дрібного (в, г) порошків заліза (а, в) та міді (б, г) за рівнянням (2.34), Експериментальні дані (круглі точки) узяті з книги [173, рис . 3-25]

Таблиця 2.3. – Значення постійних параметрів та коефіцієнта детермінації  $R^2$ , які отримані в результаті апроксимації рівнянням (2.34) експериментальних даних по ущільненню крупного та дрібного порошків заліза та міді, які узяті з книги [173]

Пара- метри	Порошки			
	Залізо		Мідь	
	крупний	дрібний	крупний	дрібний
$\rho_0$	0,350	0,183	0,391	0,165
$\sigma_s$	1260	1240	1050	1610
$n'$	5,107	3,0025	5,3877	3,5601
$a$	25364,5	16962440	315,80	80936999
$m$	297,85	224,92	274,43	373,455
$\rho_\infty$	0,9665	0,9287	0,9792	0,9524
$R^2$	0,99991	0,99979	0,99996	0,99963

Ще два моменти в табл. 2.3 заслуговують на увагу. Це дуже висока границя

текучості для порошку міді, який важко пояснити навіть з урахуванням можливого збільшення границі текучості зі зменшенням розміру частинок порошку, і той факт, що на дрібних порошках процес ущільнення припиняється (тиск дорівнює нескінченності) при відносно низькій порівняно з одиницею щільністю. На залізному порошку гранична щільність становить 93%, а на мідному – 95%. Такі випадки ущільнення не передбачає розглянута вище теорія пластичності та більшість інших теоретичних залежностей. Але є робота J. Secondi [162], в якій такі випадки враховані та запропоновано відповідне рівняння для опису ущільнення порошку в жорсткій матриці. Аналіз та оцінка точності рівняння з роботи [162] поки що не входить у завдання цього аналізу і тому не наведено.

У даному ж випадку інтерес викликає можливість рівняння (2.34) описати процес ущільнення саме високопластичних порошків таких, наприклад, як свинець, олово і, можливо, відпалена мідь, у яких практично безпористий стан може бути отримано при відносно невисокому тиску. Розглянемо, у зв'язку з цим, ущільнення порошків олова, свинцю та міді з роботи [161] та порошку свинцю з книги М. Ю. Бальшина [174]. Результати апроксимації згаданих порошків показано на рис. 2.4, а значення постійних параметрів в табл. 2.4.

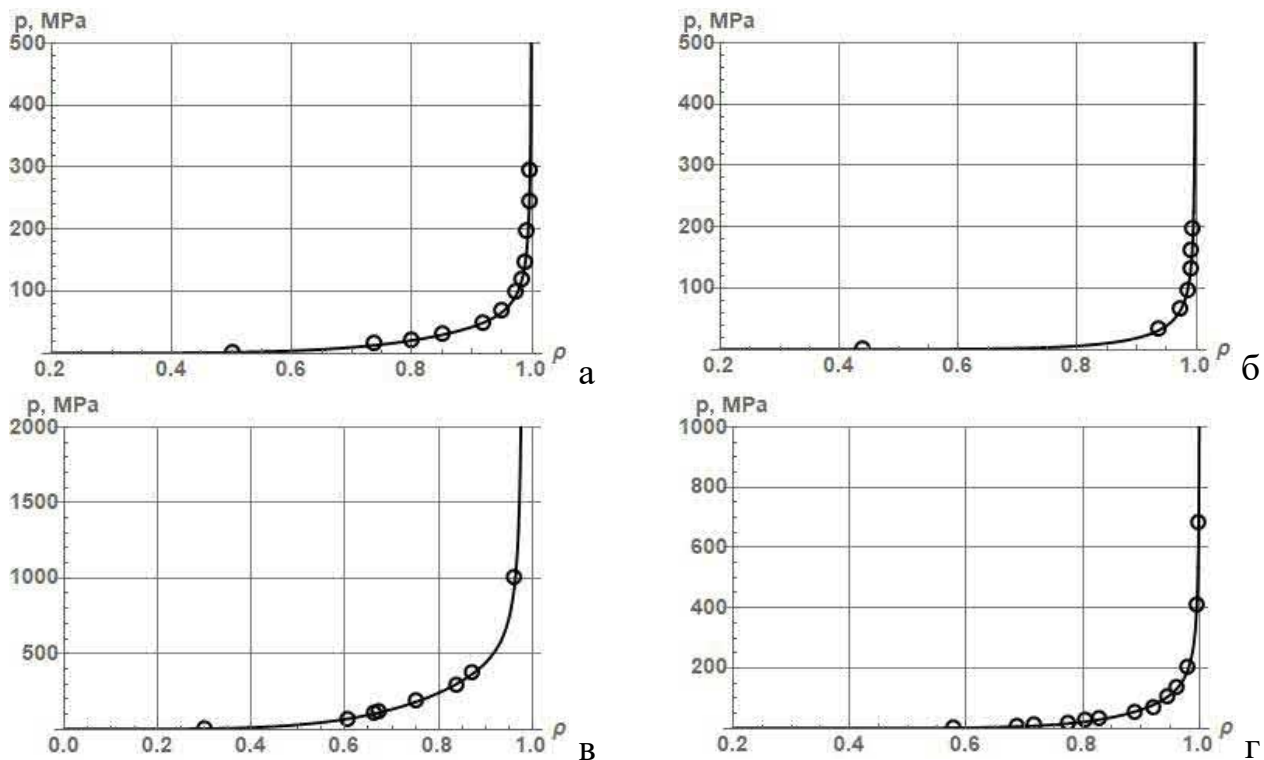


Рис. 2.4. Апроксимаційні залежності за рівнянням (2.34) ущільнення порошків олова (а), свинцю (б) та міді (в), експериментальні дані яких узяті зі статті [161], а також порошку свинцю з книги М. Ю. Бальшина [174] (г)

Таблиця 2.4. – Значення постійних параметрів та коефіцієнта детермінації  $R^2$ , які отримані в результаті апроксимації рівнянням (2.34) експериментальних даних щодо ущільнення порошків олова, свинцю та міді, експериментальні дані яких узяті зі статті [161], а також порошку свинцю з книги [174]

Параметр	Порошки			
	Олово [161]	Свинець [161]	Мідь [161]	Свинець [174]
$\rho_0$	0,501	0,439	0,3	0,58
$\sigma_s$ МПа	92	12	795	190
$n$	5,8121	6,8254	4,4814	8,9789
$a$	1,0077	1,0009	1,5884	0,9767
$m$	24,4385	0,64525	22,478	29,066
$\rho_\infty$	0,9997	0,9986	0,9796	1,0008*
$R^2$	0,99795	0,99877	0,99971	0,99923

\* В даному випадку при щільності, що дорівнює одиниці, настає кінцевий тиск, який дорівнює  $p_{\max} = 1016,76$  МПа.

Як видно з наведених на рис. 2.4 та в табл. 2.4 результатів, апроксимаційне рівняння (2.34) дозволяє описати процес ущільнення високопластичних матеріалів також з дуже високим рівнем точності. При цьому дане рівняння дозволяє визначити границю текучості матеріалу частинок конкретного порошку за умови, що цей тиск залишається постійним на протязі всього процесу пресування.

Крім високоточної кривої ущільнення реального порошку, що забезпечується застосуванням рівняння (2.34), інтерес викликає оцінка ступеня пластичної деформації порошку при його ущільненні від початкової до кінцевої щільності по даному рівнянню. Залежність пластичної деформації частинок порошку при їх ущільненні в жорсткій матриці можна визначити за допомогою рівняння, аналогічного рівнянню (2.17) або (2.21). Якщо треба визначити звичайну або лінійну деформацію частинок, тобто деформацію подібну до одновісного розтягування або стискання, то рівняння для такої деформації матиме вигляд:

$$\epsilon_p = \sqrt{\frac{2}{3}} \int_{\rho_0}^{\rho} \sqrt{\frac{\beta}{(1-\xi)}} \frac{d\rho}{\rho^2} \quad (2.35),$$

а для визначення зсувної деформації рівняння відрізнятиметься на постійну величину, а за значенням зсувна деформація буде більшою у  $\sqrt{3/2} = 1,225$  рази.

Якщо в це рівняння підставити залежні від щільності коефіцієнти  $\beta$  та  $\xi$  у прийнятій раніше формі, то воно перетворюється на вид:

$$\epsilon_p = \sqrt{\frac{2}{3}} \int_{\rho_0}^{\rho} \sqrt{\frac{\rho^{n-4}}{1-a\rho^m}} d\rho = \sqrt{\frac{2}{3}} \int_{\rho_0}^{\rho} \frac{\rho^{(n'-2)}}{\sqrt{1-a\rho^m}} d\rho \quad (2.36),$$

де  $n$ ,  $a$  та  $m$  – постійні коефіцієнти, отримані в результаті апроксимації експериментальних даних щодо ущільнення конкретного порошку.

Такий вид тільки без чисельного коефіцієнта матиме і рівняння для деформації зсуву. Значення постійних коефіцієнтів, отриманих після апроксимації процесу ущільнення всіх взятих для аналізу порошків, наведено у таблицях 2.2, 2.3 та 2.4. Розрахувати рівень пластичної деформації при ущільненні цих порошків досить просто шляхом чисельного інтегрування рівняння (2.36) в межах від початкової щільності до кінцевої. Значення цих щільностей також наведені у зазначених таблицях. Результати розрахунку ступеня деформації частинок при ущільненні розглянутих вище порошків наведено у таблицях 2.5, 2.6 та 2.7. Крім того, в цих таблицях наведено значення питомої роботи пластичної деформації при ущільненні порошків від початкової до кінцевої щільності. Нагадаємо, що питома робота визначається за формулою:

$$w(\rho) = \int_{\rho_0}^{\rho} \frac{p(\rho)}{\rho^2} d\rho \quad (2.37).$$

де  $w$  - питома енергія в Дж/см<sup>3</sup> або в МПа,  $p(\rho)$  – експериментальна або теоретична залежність зовнішнього тиску (на пуансоні) від відносної щільності,  $\rho_0$  і  $\rho$  - початкова і поточна відносні щільності зразка.

З урахуванням запропонованої залежності тиску ущільнення від відносної щільності у вигляді (2.34) питому роботу пластичної деформації можна обчислити за формулою:

$$w_p = \sigma_s \sqrt{\frac{2}{3}} \int_{\rho_0}^{\rho} \sqrt{\frac{\beta}{(1-\xi)}} \frac{d\rho}{\rho^2} = \sigma_s \sqrt{\frac{2}{3}} \int_{\rho_0}^{\rho} \frac{\rho^{(n'-2)}}{\sqrt{1-a\rho^m}} d\rho \quad (2.38).$$

Ця формула або рівняння, як і слід очікувати, показує, що питома робота пластичної деформації при постійній границі текучості дорівнює добутку границі текучості, характерного для частинок порошку, на ступінь їхньої пластичної деформації при ущільненні.

Як видно з даних, представлених у таблицях 2.5, 2.6 та 2.7, ступінь пластичної деформації частинок різних порошків може суттєво відрізнятись та коливатися від 15% до 96%, табл. 2.5. При цьому мала ступінь пластичної деформації характерна

Таблиця 2.5. – Границя текучості, ступінь пластичної деформації та питома робота пластичної деформації, отримані внаслідок апроксимації рівнянням (2.34) експериментальних даних щодо ущільнення залізних порошків різного походження, представлених у книзі [172]

Параметри	Залізні порошки з роботи [172], отримані різними засобами								
	FeKH1	FeKH2	FeKH3	FeKH4	FeKH5	FeKH6	FeKH7	FeKH8	FeKH9
$\rho_0$	0,285	0,266	0,256	0,389	0,344	0,439	0,403	0,427	0,397
$\rho_{пр}$	0,993	0,964	0,987	1,0	0,977	0,960	0,982	0,987	0,965
$\sigma_s$ , МПа	1750	420	340	2050	1150	1980	1980	400	2070
$\varepsilon_p$	0,1959	0,7232	0,9562	0,2412	0,2906	0,1482	0,2513	0,6227	0,1541
$w_p$ , Дж/см <sup>3</sup>	342,8	303,7	325,1	494,5	334,2	293,4	497,6	249,1	319,0

Таблиця 2.6. – Границя текучості, ступінь пластичної деформації та питома робота пластичної деформації, отримані внаслідок апроксимації рівнянням (2.34) експериментальних даних щодо ущільнення крупного та дрібного порошків заліза та міді, взятих з американської книги [173]

Параметри	Порошки			
	Залізо		Мідь	
	Крупний	Дрібний	Крупний	Дрібний
$\rho_0$	0,35	0,183	0,391	0,165
$\rho_{пр}$	0,966	0,928	0,979	0,952
$\sigma_s$ , МПа	1260	1240	1050	1610
$\varepsilon_p$	0,1715	0,3398	0,1691	0,2794
$w_p$ , Дж/см <sup>3</sup>	216,1	421,4	177,6	449,8

Таблиця 2.7. – Границя текучості, ступінь пластичної деформації та питома робота пластичної деформації, отримані в результаті апроксимації рівнянням (2.34) експериментальних даних по ущільнення порошків олова, свинцю та міді, експериментальні дані яких взяті з [161], а також порошку свинцю з книги [174]

Параметри	Порошки			
	Олово [161]	Свинець [161]	Мідь [161]	Свинець [174]
$\rho_0$	0,501	0,439	0,3	0,58
$\rho_{пр}$	0,999	0,998	0,979	1,0
$\sigma_s$ , МПа	92	12	795	190
$\varepsilon_p$	0,1971	0,6994	0,2504	0,1278
$w_p$ , Дж/см <sup>3</sup>	18,1	8,4	199,1	24,3

для порошків з високою границею текучості, а високий рівень деформації – для порошків з низькою границею текучості. Таку закономірність при ущільненні порошків можна пояснити тим, що більш міцні порошки мають підвищену величину пружної деформації  $i$ , отже, можуть допустити більш високий ступінь

переукладання частинок, що призводить до зменшення пористості і в результаті зменшення ступеня пластичної деформації самих частинок.

Таким чином, насправді є цікаве рівняння, що дозволяє описати процес ущільнення пластичного порошку від початку до кінця з дуже високою точністю. Однак фізичний зміст чотирьох констант, що входять до рівняння, поки що не зовсім зрозумілий і потребує більш глибокого аналізу та осмислення. Такий аналіз може бути проведений у подальших теоретичних та експериментальних дослідженнях.

У той же час при проведенні детального аналізу рівняння (2.34) необхідно передбачити можливість аналізу ще одного рівняння, яке враховує при описі процесу ущільнення початкову щільність порошку, засипаного в жорстку матрицю. Необхідність використання такого рівняння не очевидна, оскільки, як впливає з представлених на рисунках 2.2, 2.3 і 2.4 графіків, криві ущільнення проходять фактично через фізичну початкову щільність  $\rho_0$ , хоча в апроксимаційному рівнянні (2.34) відсутній цей параметр. У той же час дане рівняння можна перетворити на вигляд, в якому буде врахована початкова щільність порошку, насипаного в жорстку прес-форму. Для цього необхідно в рівнянні (2.34) зробити підстановку, яка враховує процес ущільнення порошку не з нуля, а з початкової щільності  $\rho_0$ . А саме, у формулу (2.34) замість  $\rho$  треба підставити вираз  $\rho \equiv (\rho - \rho_0) / (1 - \rho_0)$ , який уточнює зміну щільності порошку не від 0 до 1, а від  $\rho_0$  до 1. Тоді апроксимаційне рівняння отримає більше складний вигляд:

$$\sigma_z = \bar{\sigma}_s \sqrt{\frac{2}{3}} \times \sqrt{\frac{(1-\rho_0)^{(\bar{m}-\bar{n})}(\rho-\rho_0)^{\bar{n}}}{(1-\rho_0)^{\bar{m}}-\bar{a}(\rho-\rho_0)^{\bar{m}}}} = \bar{\sigma}_s \sqrt{\frac{2}{3}} \frac{(1-\rho_0)^{(0.5\bar{m}-0.5\bar{n})}(\rho-\rho_0)^{0.5\bar{n}}}{\sqrt{(1-\rho_0)^{\bar{m}}-\bar{a}(\rho-\rho_0)^{\bar{m}}}} \quad (2.39),$$

де  $\bar{\sigma}_s$  – границя текучості (постійна величина),  $\bar{n}$ ,  $\bar{m}$ ,  $\bar{a}$  – постійні параметри, що визначаються при апроксимації експериментальних даних по ущільненню порошків в жорсткій матриці з урахуванням початкової щільності.

За допомогою рівняння (2.39) було проведено апроксимацію тих самих експериментальних даних, що на рис. 2.2, та результати апроксимації також показали високу точність опису процесу ущільнення даних порошків. Оскільки апроксимаційні криві для всіх порошків за рівнянням (2.39) не відрізняються від кривих на рис. 2.2, то в даному випадку вони не наведені. Але результати апроксимації, тобто значення нових констант  $\bar{\sigma}_s$ ,  $\bar{n}$ ,  $\bar{m}$  та  $\bar{a}$  рівняння (2.39), а також



коефіцієнт детермінації  $R^2$  показані в табл. 2.8.

Таблиця 2.8. – Значення постійних параметрів та коефіцієнта детермінації  $R^2$ , які отримані внаслідок апроксимації рівнянням (2.39) експериментальних даних по ущільненню різних порошків заліза, узятих з книги [172, табл. 30, с. 123]

Пара- метри	Залізні порошки, які отримані різними способами.								
	FeKH1	FeKH2	FeKH3	FeKH4	FeKH5	FeKH6	FeKH7	FeKH8	FeKH9
$\rho_0$	0,285	0,266	0,256	0,389	0,344	0,438	0,403	0,427	0,397
$\bar{\sigma}_s$	1680	450	390	550	990	1770	1660	530	1840
$\bar{n}$	7,6520	4,0504	3,5940	4,2606	4,3074	5,2178	3,8640	7,1824	5,7608
$\bar{a}$	1,1938	1,0926	1,0198	0,9953	1,2890	9,4227	1,3603	1,0177	4,0229
$\bar{m}$	20,902	1,7984	1,1693	0,3694	7,2867	31,192	10,660	0,7733	23,825
$\rho_\infty$	0,9940	0,9647	0,9876	1,0079*	0,9775	0,9610	0,9830	0,9871	0,9657
$R^2$	0,99821	0,98811	0,99590	0,99694	0,99838	0,99332	0,99755	0,99464	0,99879

\*Тут при щільності, що дорівнює одиниці, настає кінцевий тиск, і він дорівнює  $p_{\max}=6146,1$  МПа

Як видно з табл. 2.8 апроксимація тих же експериментальних даних рівнянням (2.39) дає практично таку ж точність апроксимації (відмінність в основному в п'ятому знаку після коми), але оптимальна границя текучості  $\bar{\sigma}_s$  і постійні параметри  $\bar{n}$ ,  $\bar{a}$  и  $\bar{m}$  мають інші значення.

Якщо використовувати для апроксимації рівняння (2.39), то величину деформації частинок можна визначити за рівнянням:

$$\varepsilon_p = \sqrt{\frac{2}{3}} \int_{\rho_0}^{\rho} \sqrt{\frac{(1-\rho_0)^{(\bar{m}-\bar{n})}(\rho-\rho_0)^{\bar{n}}}{(1-\rho_0)^{\bar{m}}-\bar{a}(\rho-\rho_0)^{\bar{m}}}} \cdot \frac{d\rho}{\rho^2} \quad (2.40)$$

Таким чином, проведений аналіз відомих рівнянь ущільнення порошків у жорсткій матриці, які отримані з теорії пластичності пористих тіл, дозволив вийти на нове рівняння, яке є дуже ефективним для опису процесу ущільнення порошків у жорсткій матриці та для апроксимації з гранично високою точністю експериментальних даних по ущільненню порошків. Однак така ефективність пов'язана з прийняттям припущення про постійність границі текучості матеріалу частинок порошку при його ущільненні. Справедливість такого припущення поки що не обґрунтована, але вона може відповідати дійсності, для чого потрібно провести додаткові теоретичні та експериментальні дослідження.

## 2.2. Особливості конструкцій та принципу роботи обладнання для статичного і динамічного ущільнення порошків та удосконалення експериментальної установки ударного ущільнення порошків у вакуумі

У першому розділі дисертації представлені дві зарубіжні роботи, в яких підкреслюється відмінність в устаткуванні для реалізації статичного та динамічного ущільнень порошку, яка пов'язана з суттєво різною масою преса та молота, призначених для ущільнення однієї і тієї ж деталі. Стверджується, що маса молота значно менша за масу преса і, отже, менша ціна обладнання для вирішення однієї і тієї ж задачі. Якщо в роботі [54] просто обмежуються констатацією факту про більш легку і компактнішу установку для динамічного пресування порівняно з пресом, то в роботі [74] наводять більш конкретне співвідношення ціни гвинтового преса і гідравлічного молота, яке свідчить про перевищення в 2-3 рази ціни статичного обладнання щодо ціни динамічного устаткування. Для розуміння того, чому це відбувається, доцільно розглянути приклад ущільнення одного і того ж порошку на пресі та молоті. Як приклад ущільнення вибрано один із залізних порошків, ущільнення якого, як і інших порошків, проводилося до дуже високого тиску 3000 МПа. Експериментальні дані щодо щільності порошків залежно від тиску наведені в книзі німецьких авторів R. Kieffer та W. Hoyer [172] та у попередньому параграфі 2.1. З дев'яти залізних порошків різного походження обрано для прикладу один, експериментальні дані якого добре апроксимуються різними рівняннями ущільнення. Це залізний порошок, розпорошений на центрифuzі, і позначений нами як FeKH4. Він має початкову відносну щільність 0,389 і при тиску 3000 кг/см<sup>2</sup> (2940МПа) набуває відносної щільності 0,976. Експериментальні дані щодо значення відносної щільності цього порошку при різних рівнях тиску пресування наведені на рис. 2.5а. Для того, щоб визначити, який тиск слід прикласти для досягнення повної густини або щільності ( $\rho=1$ ), необхідно апроксимувати експериментальні дані яким-небудь рівнянням. Для найбільш точної апроксимації вибрано нове рівняння (2.34), яке представлено у параграфі 2.1.

В результаті апроксимації цим рівнянням експериментальних даних щодо ущільнення залізного порошку, показаних на рис.2.5а, виходить наступне рівняння (значення постійних параметрів наведено в табл. 2.2):

$$p = 2050 \sqrt{\frac{2}{3}} \frac{\rho^{5,617}}{\sqrt{(1-0,933\rho^{8,555})}} \quad (2.41)$$

Апроксимаційна крива за рівнянням (2.41) показана на рис. 2.5б. Точність апроксимації оцінена за допомогою коефіцієнта детермінації  $R^2$ , значення якого дорівнює  $R^2 = 0,9969$ .

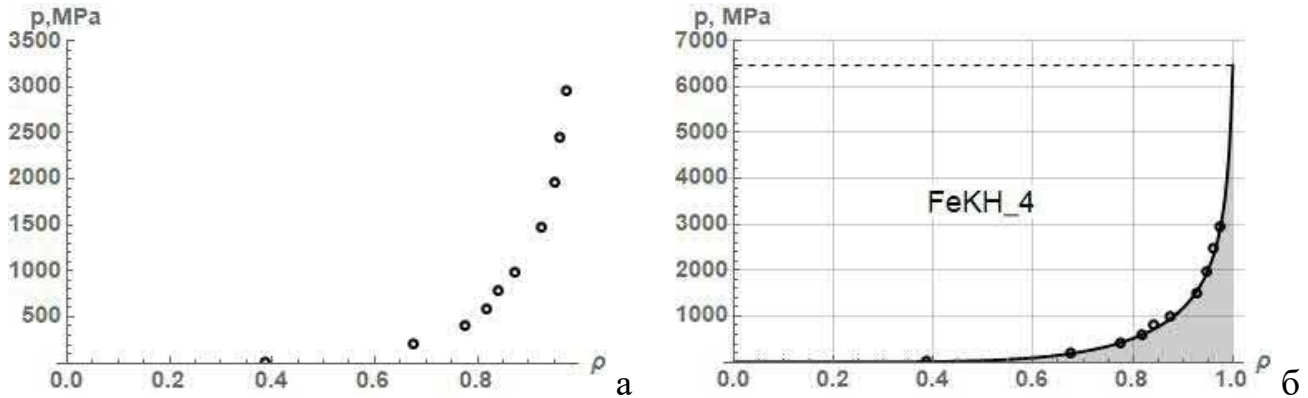


Рис. 2.5 - Експериментальні дані щодо ущільнення в жорсткій матриці розпиленого залізного порошку FeKH4 (а), які представлені в роботі [172], та апроксимаційна крива (б) за рівнянням (2.34) цих експериментальних даних. Площа під кривою (затемнена ділянка) відповідає питомій роботі ущільнення порошку

Наявність досить точної апроксимаційної залежності між тиском і щільністю порошкового брикета дозволяє визначити як максимальний тиск, так і максимальну питому роботу ущільнення при досягненні безпористого стану зразка. В даному випадку для отримання відносної щільності, що дорівнює одиниці, необхідно прикласти тиск  $p = 6459,8$  МПа (табл. 2.2) або витратити питому роботу  $w = 494,5$  Дж/см<sup>3</sup> (табл. 2.5).

Для того, щоб вибрати обладнання для процесу ущільнення до заданої щільності необхідно знати або зусилля пресування, або енергію ущільнення. Величина зусилля та енергії ущільнення залежатимуть від розмірів конкретної деталі, а точніше від її площі (для розрахунку зусилля за тиском) та її об'єму (для розрахунку енергії по питомій роботі). Тому для прикладу розрахунку зусилля і енергії поставимо розміри деталі, наприклад, циліндричного диска з діаметром 50 мм і висотою після ущільнення до щільного стану 15 мм. При відомій початковій щільності ( $\rho_0 = 0,389$ ) висота засипаного в матрицю порошку буде приблизно 39 мм. Схематично процес ущільнення цього порошку в жорсткій матриці показано на рис. 2.6. Для того, щоб ущільнити цей порошок у матриці діаметром 50 мм до щільного

стану на пресі необхідно докласти зусилля  $P_{\max} = 12,7\text{МН} \approx 1250\text{тс}$  ( $P = S \times p = 19,63 \cdot 10^{-4} \times 6460 \cdot 10^6 = 12,68 \cdot 10^6 \text{ Н}$ ). Якщо ж ущільнення провести за рахунок кінетичної

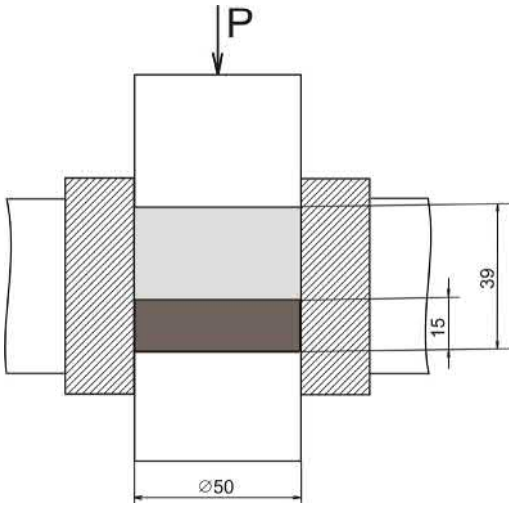


Рис. 2.6. Схема ущільнення залізного порошку FeKN4 [172] для одержання циліндричного диска із заданими розмірами

енергії ударника, тобто, на молоті, то енергія молота повинна бути не меншою за  $W_{\max} = 14575 \text{ Дж} \approx 15 \text{ кДж}$  ( $W = V \times w = 29,445 \times 495 = 14575 \text{ Дж}$ ). Таким чином, є дві можливості отримати щільний зразок з порошку: ущільнити порошок на пресі або на молоті. Відповідь на питання про те, якому устаткуванню слід віддати перевагу, залежить від аналізу переваг та недоліків двох принципово різних типів обладнання.

Розглянемо ці переваги та недоліки. Для об'єктивного порівняння різних типів

обладнання необхідно мати розуміння деяких особливостей їхнього принципу роботи при проведенні процесу ущільнення. Для отримання такого розуміння

наведемо найпростіші схеми конструкцій преса та молота, які показані на рис. 2.7.

Принципова відмінність у конструкції преса та молота стосується приводу або вузла для створення навантаження на порошок. Пресове обладнання забезпечує навантаження, зазвичай, за допомогою використання гідроциліндра. Для отримання

зусилля на рівні 1250 тс (12,7 МН) необхідно мати діаметр циліндра 710 мм при тиску олії

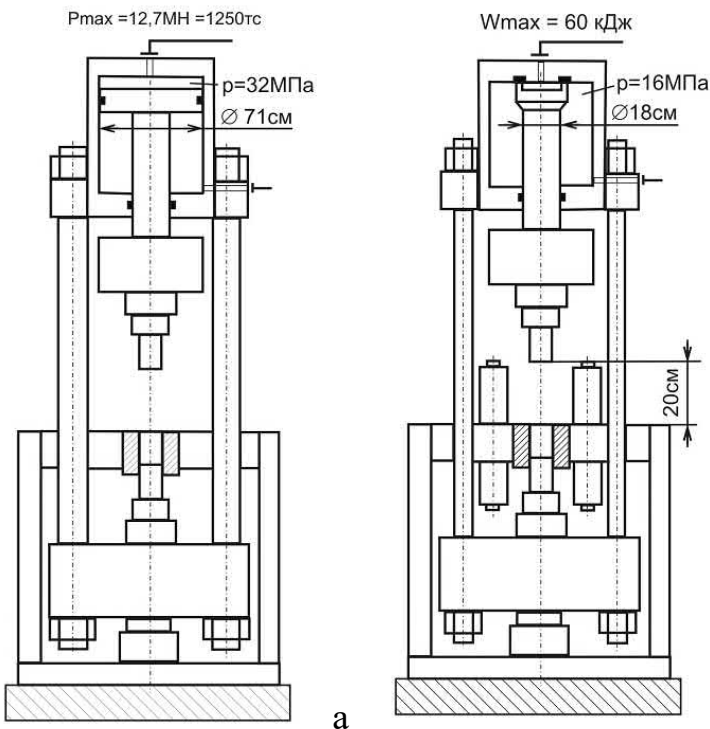


Рис. 2.7. – Найпростіші схеми конструкцій гідравлічного преса (а) та пневмогідравлічного молоту (б)

320 кгс/см<sup>2</sup> (у колишньому Радянському Союзі такий тиск був максимальним для гідронасосів). Молотове обладнання створює навантаження за рахунок кінетичної енергії бойка або ударника, яка накопичена при його розгоні до певної швидкості. Для того щоб накопичити енергію в 60000 Дж (більше в 4 рази енергії, необхідної на пластичну деформацію при ущільненні порошку, через витрати енергії в основному на пружну деформацію інструменту, а також втрат на тертя) достатньо в пневматичному ресивері створити тиск інертного газу на рівні 160 кгс/см<sup>2</sup> (~16 МПа), і ввести в нього робочий шток діаметром 180 мм з робочим ходом до торкання з порошком 200 мм (див. рис. 2.7б). Далі необхідно мати на увазі те, що при ущільненні порошку на пресі все навантаження, прикладене до порошку, сприймає не тільки інструмент (пуансон), але і вся конструкція преса. Зокрема верхня і нижня плити, а також колони, що з'єднують ці плити, повинні витримувати максимальне навантаження 1250 тс. При ущільненні порошку на молоті максимальне навантаження сприймають тільки верхній і нижній пуансон, а інерційне навантаження у верхньому (бабі) і нижньому (ковадлі) ударниках є максимальним тільки в місцях кріплення пуансонів і зменшується до значно менших за величиною інерційних сил, створюваних деталями з іншого боку ударників. Зокрема, сторона ковадла, де закріплені колони, а також самі колони несуть навантаження при ударному ущільненні порошку в стільки разів менше, у скільки разів маса колон разом з пневматичним ресивером менше загальної маси деталей, що рухаються знизу вгору (ковадло, колони, ресивер). Крім того, маса баби і ковадла в конструкції молота, рис. 2.7б залежить від заданої швидкості при ударному ущільненні порошку. Чим вище швидкість удару при заданому рівні енергії, тим меншу масу мають баба і ковадло. В результаті цього аналізу стає зрозумілим, чому загальна маса високошвидкісних молотів значно менша за масу пресового обладнання при виконанні однієї і тієї ж операції з ущільнення порошку.

Важливо відзначити й інші особливості ущільнення порошку на пресі та на молоті. При ущільненні на пресі:

1. Ключовою характеристикою навантаження є зусилля пресування, що вимірюється в Ньютонах (Н).
2. Вся конструкція преса приймає максимальне навантаження при ущільненні

порошку.

3. Реалізується низька швидкість ущільнення та деформації порошку, а тривалість процесу займає час від однієї до кількох хвилин.

4. Для виштовхування спресованого брикету потрібно відносно високе зусилля.

Як перевагу процесу ущільнення на пресі можна відзначити відсутність необхідності враховувати пружну деформацію інструменту та всієї конструкції преса, що обов'язково слід робити при ущільненні порошку на молоті.

При ущільненні на молоті слід відзначити такі особливості:

1. Ключовою характеристикою обладнання ударного типу є енергія або робота ущільнення, що вимірюється у Джоулях (Дж).

2. Максимальне навантаження при ущільненні порошку сприймають тільки пуансони та частина об'єму ударників, що примикає до пуансонів.

3. Реалізується висока швидкість ущільнення та деформації порошку, а тривалість ущільнення становить кілька мілісекунд.

4. Після ущільнення заготовки потрібно менше зусилля виштовхування, ніж зусилля при виштовхуванні зразків на пресі.

У той же час для визначення необхідної енергії для ущільнення порошку на молоті необхідно знати витрати енергії на пружну деформацію як пресуючого інструменту, так і інших навантажених частин молота. Тобто необхідно знати податливість чи жорсткість ударної системи, оскільки витрати енергії на пружну деформацію можна у першому наближенні (за умови сталості жорсткості зі збільшенням зусилля) визначити, як:

$$W_e = \frac{P^2}{2C} \quad (2.42),$$

де –  $W_e$  – пружна енергія молота, накопичена при максимальному зусиллі пресування,  $P$  – максимальне зусилля в Н,  $C$  – жорсткість молота в Н/м.

Для того, щоб визначити жорсткість молота, необхідно провести ударне зіткнення пуансонів без порошку і з невеликим рівнем енергії так, щоб зусилля на пуансонах було сумірним з зусиллям, характерним при ущільненні порошку. На виготовленій раніше експериментальній установці такі зіткнення під назвою «сухі удари» були проведені і зафіксовані на запам'ятовуючому осцилографі. Типові осцилограми "сухих ударів" з різним рівнем енергії і, отже, максимального зусилля

наведено на рис. 2.8. З цих осцилограм випливає два важливі висновки. По-перше, тривалість удару не залежить від енергії і сили удару і дорівнює приблизно 1,8 мс, хоча спостерігається деяке зменшення тривалості удару зі збільшенням енергії. По-друге, на основний удар накладається додаткове коливальне зусилля з більш високою (у кілька разів) частотою та суттєво меншою амплітудою, величина якої

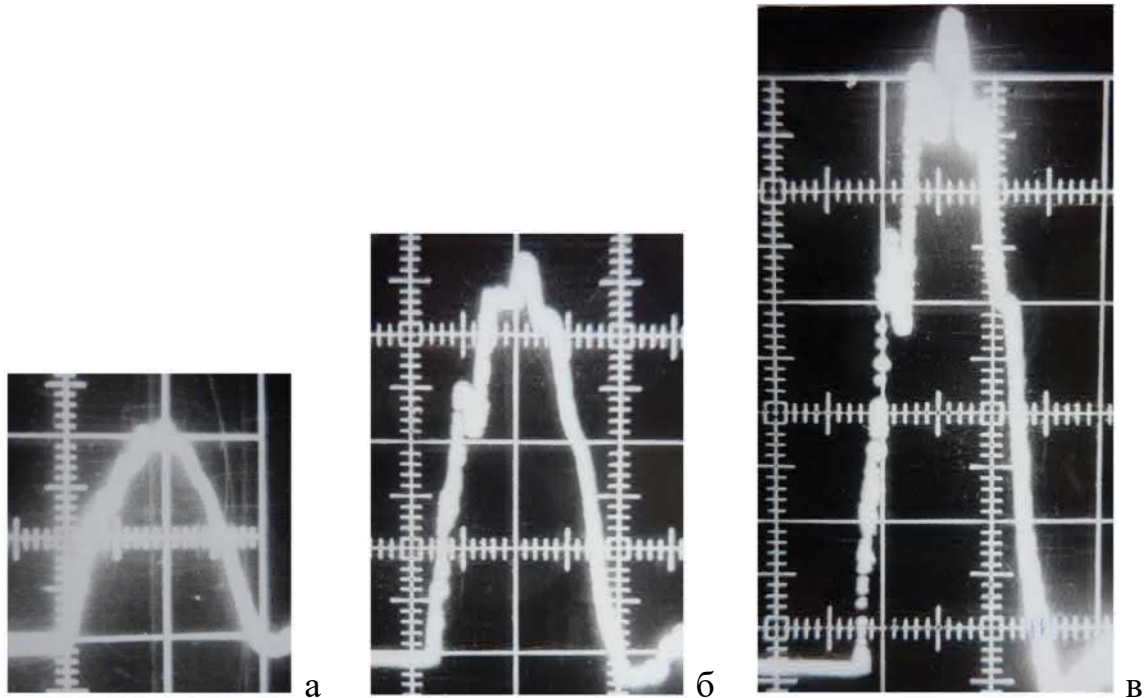


Рис. 2.8. – Осцилограми зіткнення пуансонів без порошку з різною енергією удару та різним максимальним зусиллям: 400 кН(а), 700 кН(б) та 1100 кН (в). Зусилля по осі ординат - 200 кН/поділ, час по осі абсцис - 1мс/поділ

може бути визначена після поділу осцилограми на низькочастотне (основне навантаження) та високочастотне (коливальне навантаження) складові. Причому співвідношення між амплітудами коливального та основного навантаження є, очевидно, постійним. Постійним є саме співвідношення між основним зусиллям і зусиллям на нижню поперечку установки (див. рис. 2.7б), що залежить від співвідношення мас енерговузла з колонами до загальної маси нижньої частини установки, що рухається. Причому жорсткість нижньої поперечки істотно вища за жорсткість установки, що і викликає, очевидно, високочастотне коливання навантаження з амплітудою, можливо рівною зусиллю, що діє на нижню поперечку.

Для того щоб визначити жорсткість установки за наявною осцилограмою необхідно цю осцилограму перетворити на залежність зусилля від пружної деформації установки. Для цього потрібно спочатку перебудувати реальну

осцилограму, тобто залежність зусилля від часу, в залежність прискорення від часу, що легко зробити, розділивши зусилля на наведену масу тіл, що стикаються. Для створеної експериментальної установки наведена маса дорівнювала  $\tilde{m} = \frac{m_B \cdot m_H}{m_B + m_H} = \frac{121 \cdot 826}{121 + 826} = 105,5$  кг. Потім проінтегрувати залежність прискорення від часу та отримати залежність швидкості від часу. Подальше інтегрування залежності швидкості від часу призведе до залежності переміщення чи пружної деформації установки від часу. Потім, виключаючи час із графіків зусилля від часу та переміщення від часу, можна отримати графік зусилля від деформації установки у вигляді лінійної (для постійної жорсткості) або криволінійної (для змінної жорсткості) залежності. Нахил цієї залежності або похідна зусилля по деформації покаже жорсткість установки. Всі ці дії можна виконувати графічно, але є можливість теоретичного вирішення такого завдання при зіставленні теорії чи теоретичної осцилограми з експериментальною осцилограмою. Для побудови теоретичної осцилограми можна використати два підходи. В одному випадку можна використовувати відомий з теоретичної механіки "інтеграл енергії", відповідно до якого повна механічна енергія ударної системи зберігає постійну величину в процесі руху [175]:

$$T + P = const \quad (2.43),$$

де -  $T$  - кінетична енергія ударних частин,  $P$  - потенційна енергія пружної деформації ударних частин.

Для цієї ударної системи з двох тіл, що рухаються назустріч, рівняння (2.43) матиме вигляд:

$$\frac{\tilde{m} \cdot V^2}{2} + \frac{C_1 \cdot h^2}{2} = \frac{\tilde{m} \cdot V_0^2}{2} \quad (2.44),$$

де -  $V_0$  - початкова швидкість зіткнення двох тіл,  $V$  - поточна швидкість зіткнення,  $\tilde{m}$  - наведена маса ударних тіл установки,  $C_1$  - наведена жорсткість ударних частин установки,  $h$  - пружна деформація ударної системи.

Враховуючи, що поточна швидкість зіткнення дорівнює похідній деформації за часом  $V = dh/dt$  рівняння (2.44) можна переписати:

$$\left(\frac{dh}{dt}\right)^2 + \omega^2 h^2 = V_0^2 \quad (2.45),$$



де -  $\omega = \sqrt{C_1/\tilde{m}}$ - кругова або циклічна частота коливального процесу.

Рішенням даного диференціального рівняння (2.45) є вираз:

$$t = \frac{1}{\omega} \cdot \text{arcSin} \left( h \cdot \frac{\omega}{V_0} \right) \quad (2.46).$$

Звідки величина пружної деформації ударної системи визначається за такою формулою:

$$h = \frac{V_0}{\omega} \cdot \text{Sin}(\omega \cdot t) \quad (2.47).$$

Такий же вираз для пружної деформації виходить у разі використання найпростішого рівняння, що відображає другий закон Ньютона:

$$m \cdot w = P \quad (2.48),$$

де  $m$  - маса тіла, що рухається з прискоренням  $w$  під дією сили  $P$ .

Однак при використанні даного рівняння слід враховувати той факт, що при зіткненні двох тіл прискорення має від'ємну величину і, отже, перед лівою частиною рівняння (2.48) має стояти знак «-». Подаючи прискорення як другу похідну переміщення або деформації установки  $h$  за часом, а зусилля як добуток жорсткості  $C_1$  на деформацію  $h$  отримаємо з силового співвідношення (2.48) з урахуванням знака перед прискоренням просте диференціальне рівняння другого порядку з постійними коефіцієнтами при членах рівняння:

$$\frac{d^2 h}{dt^2} + \frac{C_1}{\tilde{m}} h = 0 \quad (2.49).$$

Рішенням цього рівняння за початкових умов, коли при  $t=0$  деформація дорівнює нулю,  $h=0$ , а швидкість зіткнення дорівнює початковій швидкості  $V_0$ ,  $dh/dt=V_0$ , є вираз (2.47) [176]. Диференціювання цього виразу дає зміну швидкості від часу:

$$V = V_0 \cdot \text{Cos}(\omega \cdot t) \quad (2.50),$$

а диференціювання швидкості призводить до формули для прискорення:

$$w = -V_0 \cdot \omega \cdot \text{Sin}(\omega \cdot t) \quad (2.51).$$

Щоб отримати теоретичну осцилограму або залежність зусилля від часу, необхідно рівняння (2.51) помножити на наведену масу установки. Така залежність матиме вигляд:

$$P = -V_0 \cdot \omega \cdot \tilde{m} \cdot \text{Sin}(\omega t) \quad (2.52).$$

При цьому залежність зусилля від часу відповідатиме першому напівперіоду синусоїди. Але можна це рівняння записати через жорсткість установки, яка

невідомо і яку треба визначити за експериментальною осцилограмою:

$$P = -V_0 \cdot \sqrt{C_1 \tilde{m}} \cdot \text{Sin} \left( \sqrt{\frac{C_1}{\tilde{m}}} \cdot t \right) \quad (2.53).$$

З даного рівняння видно, що при постійній жорсткості ударної установки та постійної наведеної маси кругова частота буде постійною і величина напівперіоду, яка визначається як  $\frac{T}{2} = \frac{\pi}{\omega} = \frac{\pi \cdot \sqrt{\tilde{m}}}{\sqrt{C_1}}$ , також буде постійною, а величина зусилля або амплітуда синусоїди залежатиме від початкової швидкості зіткнення мас. При відомій наведеній масі частин установки, що стикаються, 105,5 кг, і відомій тривалості напівперіоду наведених вище експериментальних осцилограм, ~1,8 мс, жорсткість установки виходить рівною 321 кН/мм. Проте реальна осцилограма «сухого» удару у даному випадку представляє, як видно на рис. 2.8, поєднання низькочастотного (основне зусилля) та високочастотного (додаткове зусилля) коливального процесів. Тому інтерес викликає можливість побудови теоретичної осцилограми, що включає основний та коливальний процеси зміни зусилля. Для отримання такої осцилограми необхідно підібрати: (1) частоту або жорсткість коливального процесу, (2) початкову амплітуду, (3) ступінь загасання амплітуди та (4) зсув фази коливального процесу навантаження щодо основного навантаження. Наявність оцифрованої експериментальної осцилограми та можливості у комп'ютерній програмі «Математика 10» варіювати параметри графіка теоретичної осцилограми дозволяють провести таку добірку та порівняти теоретичну осцилограму з експериментальною. Рівняння для теоретичної осцилограми з низькочастотною та високочастотною зі загасанням коливальними процесами має такий вигляд:

$$P = 105,5[V_0 \cdot \omega \cdot \text{Sin}(\omega \cdot t) + V_1 \cdot \omega_1 \cdot \text{Sin}(\omega_1 \cdot t - g) \cdot \text{Exp}(-r \cdot t)] \quad (2.54),$$

де  $V_0$  – швидкість зіткнення рухомих мас,  $V_1$  – умовна швидкість зіткнення, яка визначає амплітуду високочастотного навантаження,  $\omega$  и  $\omega_1$  – кругова частота низькочастотного та високочастотного коливальних процесів,  $g$  – зсув фази високочастотного процесу щодо низькочастотного процесу,  $r$  – коефіцієнт стухання високочастотного процесу.

Результат поєднання теоретичної осцилограми з оцифрованою (точковою)

експериментальною осцилограмою для трьох різних енергій удару представлений на рис. 2.9. Як видно на цьому малюнку, збіг теоретичної осцилограми з експериментальною для різних по енергії пружних ударів є задовільним. Рівняння теоретичних осцилограм з коливальним високочастотним процесом після поєднання їх з експериментальними осцилограмами мають такий вигляд:

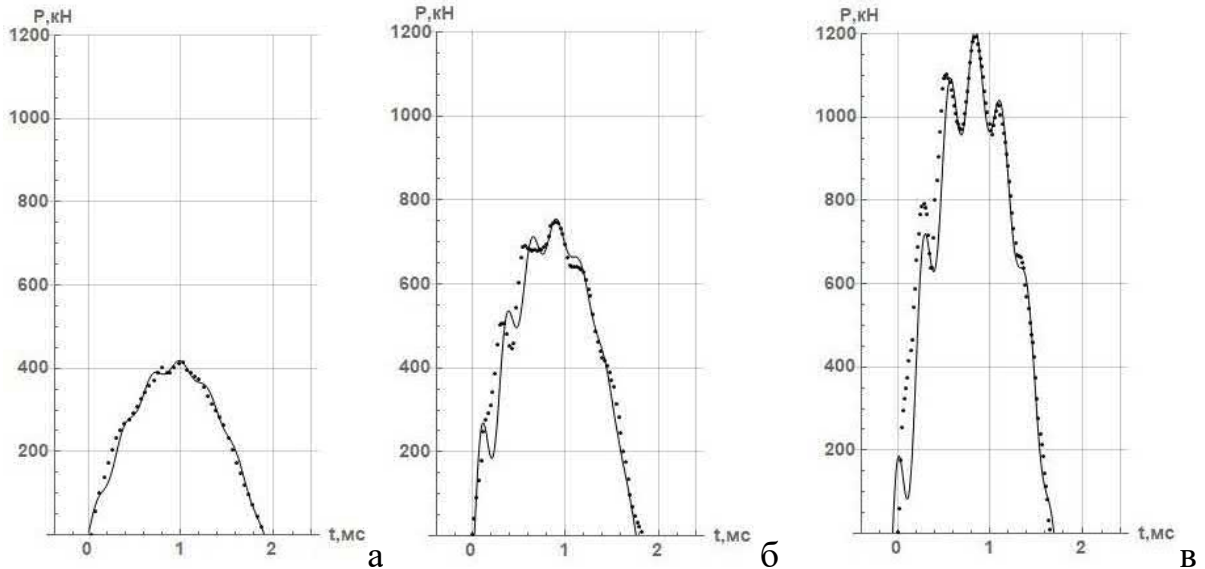


Рис. 2.9. – Зіставлення теоретичної та експериментальної осцилограм «сухих» ударів із різною енергією, отриманих на експериментальній установці для високошвидкісного ущільнення порошків. Суцільна лінія – теоретичні осцилограми, точки – оцифровані експериментальні осцилограми, які представлені вище на рис. 2.8

$$\text{- для осцилограми на рис. 2.9а: } - P = 105,5 \cdot [2,33 \cdot 1,656 \cdot \text{Sin}(1,656t) + 0,009 \cdot 20,55 \cdot \text{Sin}(20,55t - 0,08) \cdot \text{Exp}(-0,465t)] \quad (2.55),$$

$$\text{- для осцилограми на рис. 2.9б: } - P = 105,5 \cdot [3,85 \cdot 1,785 \cdot \text{Sin}(1,785t) + 0,061 \cdot 23,45 \cdot \text{Sin}(23,45t - 7,19) \cdot \text{Exp}(-1,745t)] \quad (2.56),$$

$$\text{- для осцилограми на рис. 2.9в: } - P = 105,5 \cdot [5,57 \cdot 1,883 \cdot \text{Sin}(1,883t) + 0,077 \cdot 22,1 \cdot \text{Sin}(22,1t - 4,53) \cdot \text{Exp}(-0,665t)] \quad (2.57).$$

У цих рівняннях розмірність швидкості зіткнення  $V_0$  – м/с, кругової частоти  $\omega$  – 1/мс, параметра згасання  $r$  – 1/мс, часу  $t$  – мс.

Апроксимація експериментальної осцилограми рівнянням теоретичної осцилограми (у даному випадку за допомогою поєднання графіків) дає можливість більш точно визначити жорсткість установки при ударах з різною енергією. Як видно з наведених рівнянь (2.55)-(2.57), кругова частота основного зусилля

збільшується зі збільшенням енергії удару. Це свідчить про збільшення жорсткості установки при дії більшого навантаження. По значенням кругової частоти жорсткість ударної системи для трьох рівнів максимального зусилля становить - 289, 336 і 374 кН/мм.

Таким чином, використання теорії пружного удару за умови, що вся енергія йде на пружну деформацію, добре узгоджується з експериментом, тобто з експериментальними осцилограмами зміни основного зусилля пружної деформації. Однак слід зазначити, що фаза навантаження узгоджується з експериментом гірше, ніж фаза розвантаження. Це легко пояснити тим, що в теоретичній осцилограмі коливальний процес задається заздалегідь і накладається на основний процес від початку збільшення навантаження. Але в експериментальній осцилограмі на початку збільшення зусилля ще немає високочастотного коливального процесу, оскільки він є наслідком дії основного зусилля і може з'явитися тільки після певної величини основного зусилля. На етапі зниження основного навантаження (фаза розвантаження) коливальний процес з певним рівнем згасання явно присутній, і тому теоретична і експериментальна осцилограми по фазі розвантаження добре узгоджуються. Ще одна причина відмінності як теоретичних, так і експериментальних фаз навантаження від фаз розвантаження може бути пов'язана з тим, що на практиці навіть при статичному пружному навантаженні обладнання фази навантаження та розвантаження дещо відрізняються. Таке явище може мати місце і при динамічному пружному ударі, що буде показано далі.

Хотілося б ще звернути увагу і на те, що експериментальні осцилограми з наявністю високочастотного коливального навантаження можна апроксимувати однією синусоїдою, що відображає основне навантаження, у припущенні, що високочастотний коливальний процес з низькою амплітудою по зусиллю не суттєво впливає на характер основного процесу. Для прикладу проведемо апроксимацію наведених вище трьох експериментальних осцилограм з високочастотною складовою лише одним рівнянням, характерним для основного зусилля (2.52). Результати проведеної апроксимації показано на рис. 2.10, а теоретичні осцилограми при такому підході описуються для випадків (а), (б) та (в) на рис. 2.10 відповідно рівняннями:

$$P = 105,5 \cdot 2,34 \cdot 1,639 \cdot \sin(1,639t + 0,04), R^2=0,9919 \quad (2.58),$$

$$P = 105,5 \cdot 4,06 \cdot 1,687 \cdot \sin(1,687t + 3,25), R^2=0,9776 \quad (2.59),$$

$$P = 105,5 \cdot 5,98 \cdot 1,782 \cdot \sin(1,782t + 0,15), R^2=0,9557 \quad (2.60).$$

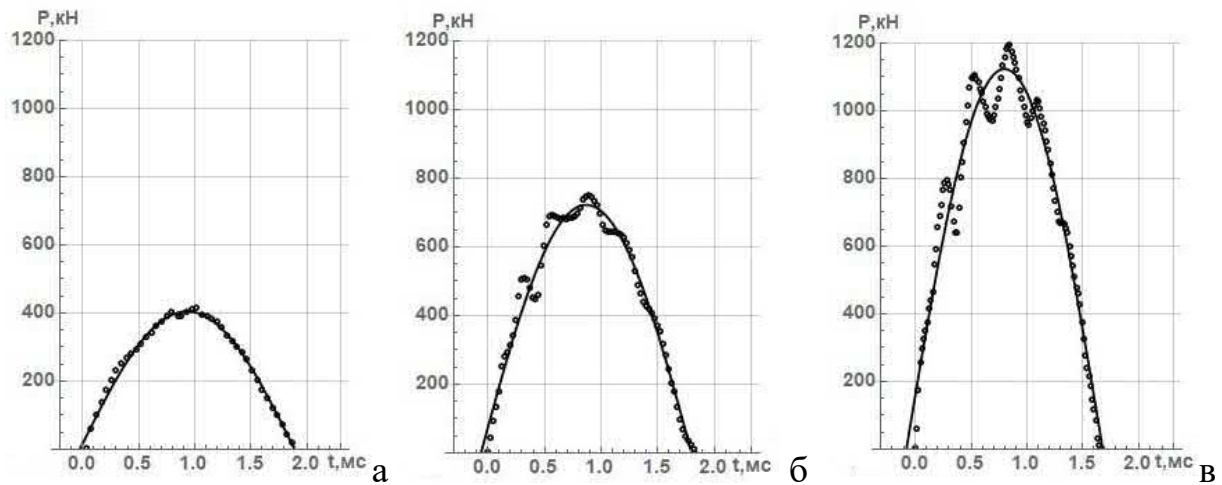


Рис. 2.10. Результати апроксимації експериментальних осцилограм «сухих» ударів теоретичною кривою за рівнянням (2.52)

При такій апроксимації експериментальних осцилограм жорсткість установки виходить дещо меншою: (а) – 283 кН/мм, (б) – 300 кН/мм та (в) – 335 кН/мм. При цьому швидкість зіткнення та енергія удару для цих випадків дорівнюють відповідно – 2,34 м/с та 289 Дж, 4,06 м/с та 869 Дж, 5,98 м/с та 1886 Дж. Важливо при цьому показати і величину пружної деформації установки, яка для трьох випадків дорівнює відповідно – 1,43 мм, 2,41 мм та 3,36 мм.

Важливим висновком зі зіставлення теоретичних та експериментальних осцилограм є те, що пружний удар може бути описаний аналітично з досить високою точністю. І такий опис показує, що експериментальна установка характеризується наявністю змінної жорсткості, яку необхідно визначати для максимального конкретного зусилля при ударному ущільненні порошку в жорсткій матриці. У разі ущільнення конкретного порошку або пористого брикету в жорсткій матриці жорсткість установки в першому наближенні можна визначити по фазі розвантаження експериментальної осцилограми, оскільки фаза розвантаження відображає в основному пружне розвантаження установки.

### *Модернізація експериментальної установки*

Для розробки більш досконалої установки треба було вирішити спочатку два питання: усунути високочастотну складову зусилля при пружному ударі і збільшити

час навантаження для того, щоб при ущільненні порошку або пористої заготовки більшою мірою сприяти процесу схоплювання контактуючих частинок під тиском. У першому розділі було показано, що час схоплювання між частинками залежить від тиску, що діє на частинки, але переважно від температури частинок. І чим більше час контакту, тим менше може бути температура для утворення міцного зв'язку поміж частинками. Для визначення способу збільшення часу навантаження необхідно проаналізувати рівняння (2.52) зміни зусилля від параметрів ударної установки. Щоб при заданій енергії удару забезпечити необхідний рівень зусилля, рівняння (2.52) необхідно дещо змінити для обліку енергії удару. В цьому випадку швидкість зіткнення треба виразити через енергію удару  $W$ . Тоді рівняння для визначення зусилля набуде вигляду:

$$P = \sqrt{2W \cdot C} \cdot \sin\left(\sqrt{\frac{C}{m}} \cdot t\right) \quad (2.61).$$

З цього рівняння випливає, що при постійних енергії удару і жорсткості установки величина кругової частоти ( $\sqrt{C/m}$ ) буде зменшена або тривалість напівперіоду буде збільшена у разі збільшення наведеної маси або мас частин установки, які стикаються. Тому для збільшення тривалості дії навантаження на ущільнюваний порошок необхідно модернізувати конструкцію установки у бік істотного збільшення мас рухомих частин (баби і ковадла).

Що стосується усунення високочастотного коливального навантаження, то повністю усунути його, очевидно, неможливо, але можна істотно зменшити амплітуду коливального процесу за рахунок зниження сумарної маси колон і енерговузла, що створює навантаження в момент удару на ковадло. Збільшення маси ковадла частково вирішує і це завдання.

Крім удосконалення конструкції ударної частини експериментальної установки необхідно було також вирішити питання із забезпеченням високого вакууму в процесі нагрівання порошку, збереженням вакууму в камері при завантаженні та вивантаженні зразка, а також забезпеченням рівномірного нагрівання пористої заготовки при невеликій висоті нагрівальної графітової втулки.

У початковій конструкції експериментальної ударної установки вакуум у закріпленій на матричній плиті камері забезпечувався невеликим високовакуумним

агрегатом ВА-05-4Пр зі швидкістю відкачування газу 20 л/с в діапазоні тисків  $10^{-5}$  –  $10^{-4}$  мм. рт. ст. Це в багатьох випадках призводило до того, що при нагріванні порошкових заготовок насос не встигав відкачувати гази, що виділяються з порошку, і вакуум в камері істотно знижувався. Особливо велике за обсягом і тривалістю за часом газовиділення спостерігалось у разі проходження хімічних реакцій між вуглецем і киснем (що містяться у порошку) з виділенням газів СО та СО<sub>2</sub>. Тому необхідно було вдосконалити вакуумну систему експериментального молота шляхом встановлення не тільки більш продуктивного дифузійного паромасляного насосу (Н 250/2500), але і високопродуктивного бустерного паромасляного насосу (БН-3). Для вирішення питання про завантаження та вивантаження заготовок без розгерметизації вакуумної камери було сконструйовано відповідний шлюз, який прикріплюється до вакуумної камери.

Завдання забезпечення рівномірного нагрівання порошкової заготовки було вирішено за рахунок розробки нової конструкції відповідних водоохолоджуваних струмопідводів, що дозволяють рівномірно нагрівати коротку графітову втулку по висоті зі зразком.

В результаті таких конструкторських доробок була виготовлена більш досконала та потужніша установка ударної дії з ефективними вакуумною та

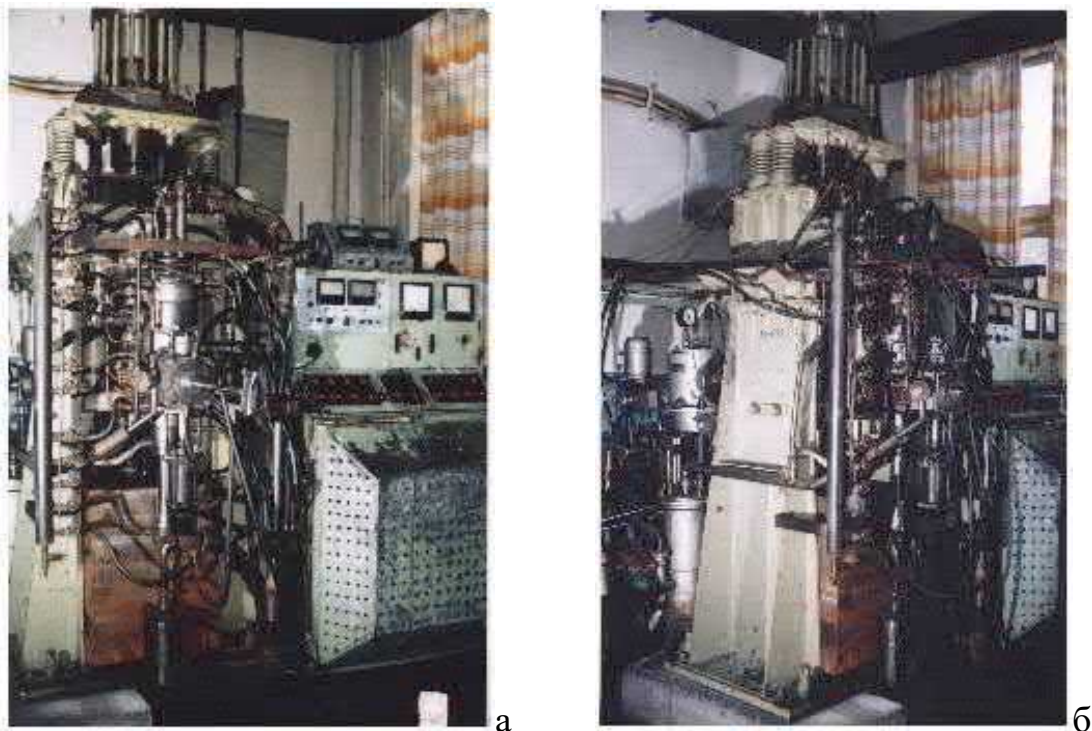


Рис. 2.11. – Вид зсередини (а) та збоку (б) модернізованої експериментальної установки ударного ущільнення порошків у вакуумі

нагрівальною камерами. Зовнішній вигляд цієї установки, а також її принципова схема показано відповідно на рис. 2.11 та рис. 2.12.

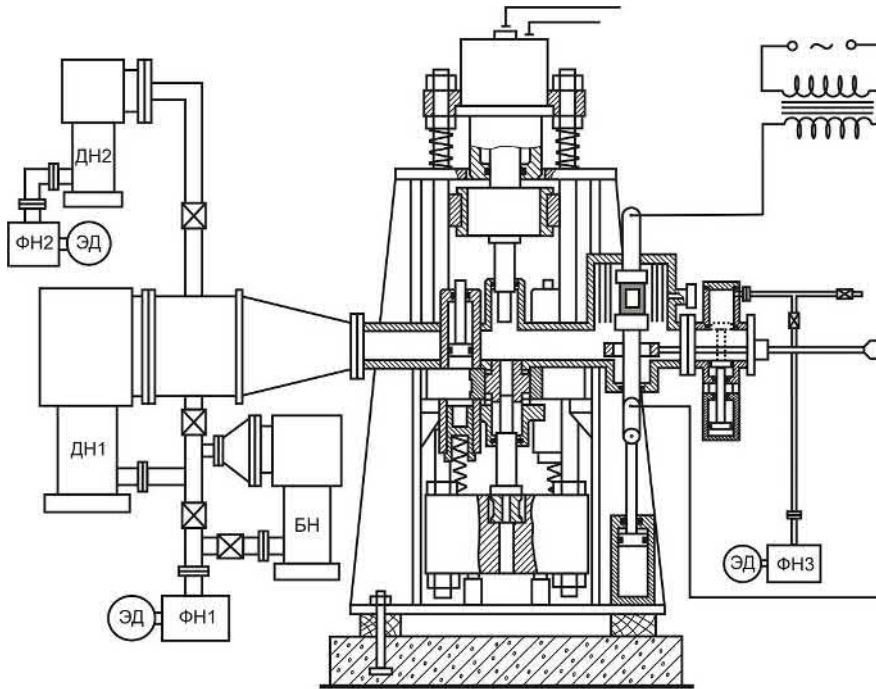


Рис. 2.12. – Принципова схема модернізованої експериментальної установки ударного ущільнення порошків у вакуумі. На схемі показані форвакуумні насоси (ФН), дифузійні (паромасляні) насоси (ДН) та бустерний насос (БН)

Максимальна енергія даної установки збільшена з 10 до 16 кДж, а максимальна швидкість зіткнення знижена з 13 до 9 м/с за рахунок збільшення маси ударних частин. При цьому маса баби стала 444 кг, а маса ковадла з колонами та енерговузлом – 2130 кг. В результаті наведена маса ударних частин дорівнювала 367,5 кг.

На цій установці були зроблені «сухі» удари (без порошку) з метою визначення її жорсткості та часу дії пружного навантаження. Одна з осцилограм «сухого» удару та апроксимація (співставлення) її з теоретичною осцилограмою показано на рис. 2.13. Апроксимація була проведена за допомогою програми «Математика10» рівнянням:

$$P = \tilde{m} \cdot V_0 \cdot \omega \cdot \text{Sin}(\omega t - g) \quad (2.62),$$

де –  $P$  – зусилля в кН,  $\tilde{m}=367,5$  кг – нова наведена маса установки,  $V_0$ – швидкість зіткнення баби та ковадла (м/с),  $\omega = \sqrt{C/\tilde{m}}$ – кругова частота (1/мс),  $t$  – час (мс),  $g$  – зсув фази щодо початку координат.

В результаті апроксимації були встановлені значення трьох параметрів -  $V_0$ ,  $\omega$



та  $g$  і отримано наступне рівняння теоретичної осцилограми, що описує процес пружного зіткнення рухомих частин нової установки з досить високою точністю ( $R^2 = 0,9840$ ):

$$P = 367,5 \cdot 2,018 \cdot 1,2045 \cdot \text{Sin}(1,2045t - 0,056) \quad (2.63)$$

Наведене рівняння теоретичної осцилограми дозволяє визначити жорсткість установки –  $C = \omega^2 \times \tilde{m}$ , і вона виходить рівною 533,2 кН/мм.

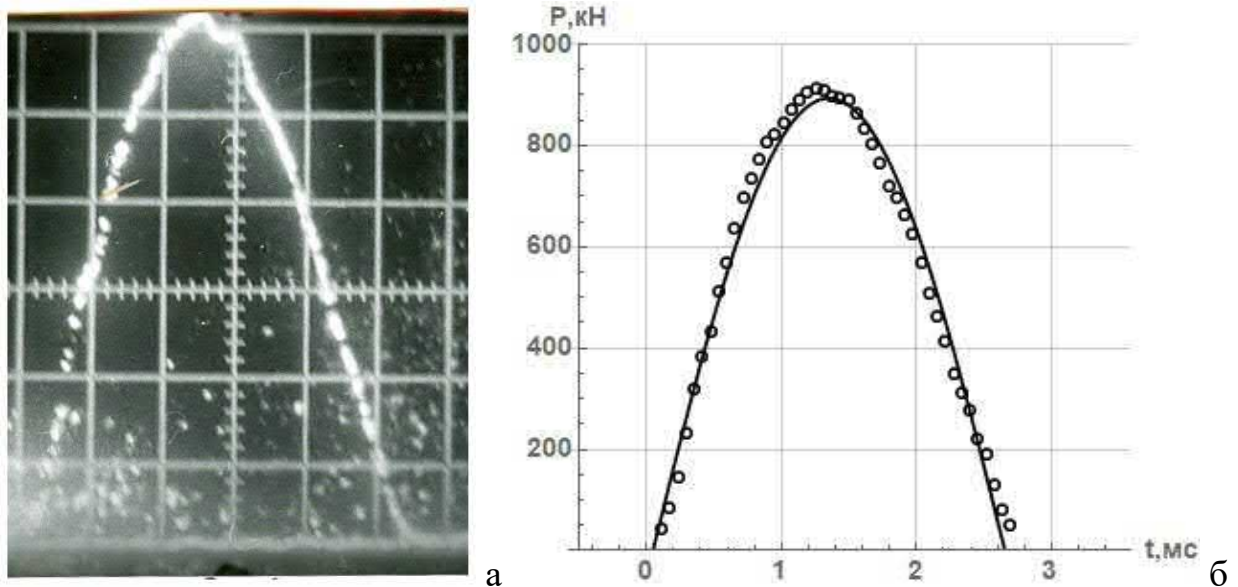


Рис. 2.13. – Експериментальна осцилограма «сухого» удару (а) на установці після її модернізації та апроксимація оцифрованої осцилограми теоретичною кривою (б). Масштаб клітин на осцилограмі: по осі ординат зусилля – 150 кН/поділ, по осі абсцис час – 0,5 мс/поділ

Подані на рис. 2.13 результати свідчать про те, що збільшення маси частин установки, що стикаються, призвело, як і планувалося, до збільшення часу дії навантаження (з 1,8 мс до 2,5 мс). Крім того, на експериментальній осцилограмі високочастотне коливальне навантаження практично не видно і тому воно майже не впливає на основну низькочастотну осцилограму через істотне зниження амплітуди коливального процесу, обумовленого вибором відповідного співвідношення мас в конструкції рухомої рами, що включає ковадло, колони і енерговузол.

Видається доцільним розглянути питання апроксимації рівнянням (2.62) ще однієї експериментальної осцилограми «сухого» удару, отриманої при меншій енергії зіткнення рухомих частин. Ця осцилограма та апроксимація її рівнянням (2.62) показані на рис. 2.14. Точність апроксимації вийшла досить високою,  $R^2 = 0,9889$ , а значення параметрів виявилися такими: початкова швидкість зіткнення  $V_0$

= 1,33 м/с; кругова частота  $\omega = 1,2357 \text{ мс}^{-1}$ , зсув фази  $g = 0,0998$ . У результаті теоретична осцилограма відповідає рівнянню:

$$P = 367,5 \cdot 1,33 \cdot 1,2357 \cdot \text{Sin}(1,2357t - 0,0998) \quad (2.64).$$

За значенням кругової частоти легко визначити жорсткість цієї установки. Вона виходить рівною 561,2 кН/мм. Ця величина жорсткості відрізняється від величини жорсткості, визначеної за першою осцилограмою, на 5,3%, що свідчить про невеликий розкид значень жорсткості, обчислених внаслідок апроксимації різних експериментальних осцилограм. Крім того, на даній осцилограмі фаза навантаження та розвантаження за характером або часом майже однакові, і вони добре узгоджуються з відповідними фазами теоретичної осцилограми. Пружна деформація тут дорівнює 1.1 мм, а енергія пружної деформації – 325 Дж.

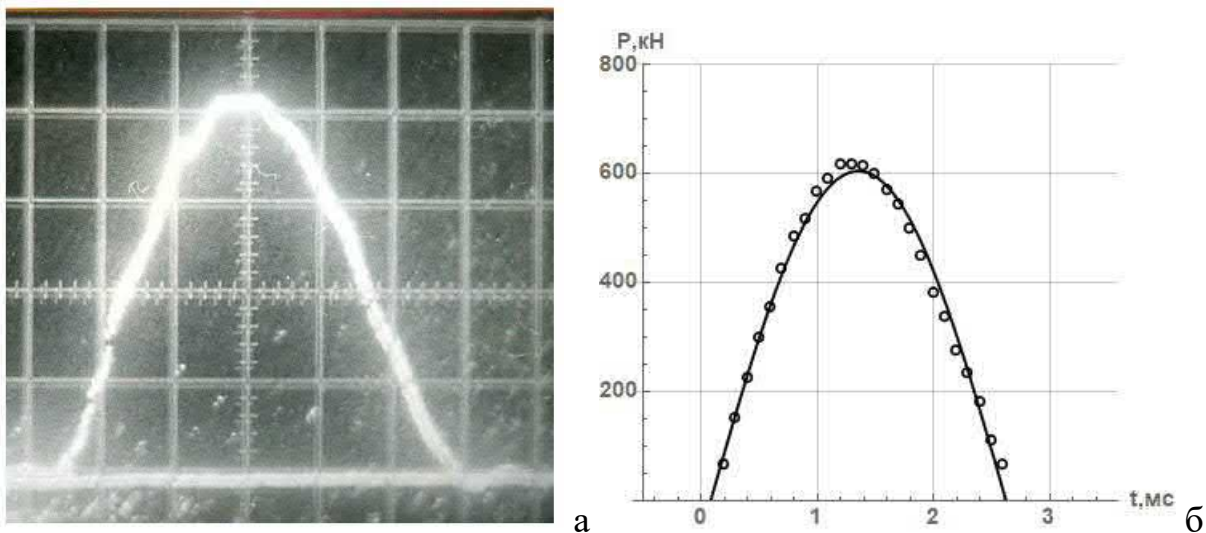


Рис. 2.14. – Експериментальна осцилограма іншого «сухого» удару (а) на модернізованій установці та апроксимація оцифрованої осцилограми теоретичною кривою (б). На експериментальній осцилограмі – зусилля по осі ординат – 150 кН/поділ, час по осі абсцис – 0,5 мс/поділ

Таким чином, на основі аналізу особливостей роботи створеної у першому варіанті експериментальної установки для високошвидкісного ущільнення порошків були виявлені певні недоліки, які були усунені в результаті подальшої модернізації конструкції установки. На модернізованій установці були проведені великі за обсягом дослідження ущільнення в широкому діапазоні температур різних порошків та порошкових сумішей і вивчення властивостей на отриманих з порошків зразках.

### 2.3. Рівняння для опису дифузії атомів та їх аналіз

Для опису процесу масопереносу чи дифузії атомів існують два рівняння Фіка. Перше рівняння Фіка визначає по суті потік частинок під дією перепаду концентрації речовини. І кількість речовини  $dq$ , яка проходить за час  $dt$  через поверхню  $S$ , маючи концентрацію  $C(x, t)$ , дорівнює [177, 178]:

$$dq = -DS \frac{\partial C(x,t)}{\partial x} dt \quad (2.65),$$

де  $D$  – коефіцієнт пропорційності, який називається коефіцієнтом дифузії.

Якщо оперувати щільністю дифузійного потоку, тобто величиною, що характеризує кількість частинок, що проходять через одиницю площі за одиницю часу, перше рівняння Фіка матиме вигляд:

$$j_x = \frac{dq}{Sdt} = -D \frac{\partial C(x,t)}{\partial x} \quad (2.66).$$

Швидкість дифузії  $V$  можна визначити за рівнянням:

$$V = \frac{dq}{dt} = DS \frac{\partial C(x,t)}{\partial t} \quad (2.67).$$

Але важливішим є друге рівняння Фіка, яке описує зміну концентрації дифузної речовини у просторі та в часі. Для одновірної задачі концентрація речовини залежить тільки від одного напрямку  $x$  і рівняння зміни концентрації має вигляд [177]:

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \frac{\partial^2 C(x,t)}{\partial x^2} \quad (2.68).$$

Друге рівняння Фіка є диференціальним рівнянням в приватних похідних і його рішення залежить від початкових і граничних умов, яким повинна задовольняти концентрація дифузної речовини. Для нас інтерес становлять два рішення другого рівняння Фіка.

1. У першому випадку розглядається дифузія в необмежений з одного боку зразок ( $0 < x < \infty$ ) з нульовою початковою концентрацією із нескінченного тонкого шару із заданою потужністю  $q$  у точці  $x_0=0$ . Рішення має вигляд:

$$C(x, t) = \frac{q}{2\sqrt{\pi Dt}} \exp\left(-\frac{x^2}{4Dt}\right) \quad (2.69).$$

Для того, щоб побачити, як змінюється концентрація речовини від поверхні (де розташоване джерело) углиб зразка в залежності від часу при постійній величині коефіцієнта дифузії та від величини коефіцієнта дифузії при постійному часі доцільно розглянути конкретний приклад. При цьому в рівнянні (2.69) зворотну величину кореня квадратного з добутку коефіцієнта дифузії на час можна виразити

одним параметром, наприклад,  $b$ , тобто  $b = 1 / \sqrt{(D \cdot t)}$ . Тоді рівняння (2.69) набуде вигляду:

$$C(x, t) = \frac{q \cdot b}{2\sqrt{\pi}} \exp(-0.25(bx)^2) \quad (2.70).$$

Параметр  $b$  змінюється однаковою мірою від коефіцієнта дифузії  $D$  і від часу  $t$ , а також може бути постійним зі збільшенням коефіцієнта дифузії та зменшення в такий же мірі часу. Тому важливо показати залежності зміни концентрації дифузної речовини по глибині ( $x$ ) проникнення атомів у напівпростір з іншої речовини за різних параметрів  $b$ . Ці залежності при значеннях параметра  $b = 0.4, 0.3, 0.2$  та  $0.1$   $\text{мкм}^{-1}$  представлені на рис. 2.15а. Величину  $q$  обрано рівною  $120$   $\text{мкм}$ . Для конкретизації представлених на рис. 2.15а залежностей розглянемо дифузію радіоактивних атомів (ізоотопів) заліза у кількості, що відповідає параметру  $q$ , у напівнескінченний зразок із заліза. Припустимо, що дифузія йде за нормальної температури  $900$   $^{\circ}\text{C}$ . Відомо, що коефіцієнт дифузії ізоотопів заліза в залізо практично дорівнює коефіцієнту самодифузії і тому при температурі  $900$   $^{\circ}\text{C}$  він дорівнює  $D = 4,65 \cdot 10^{-11}$   $\text{см}^2/\text{с}$  відповідно до розрахунку по роботі [179].

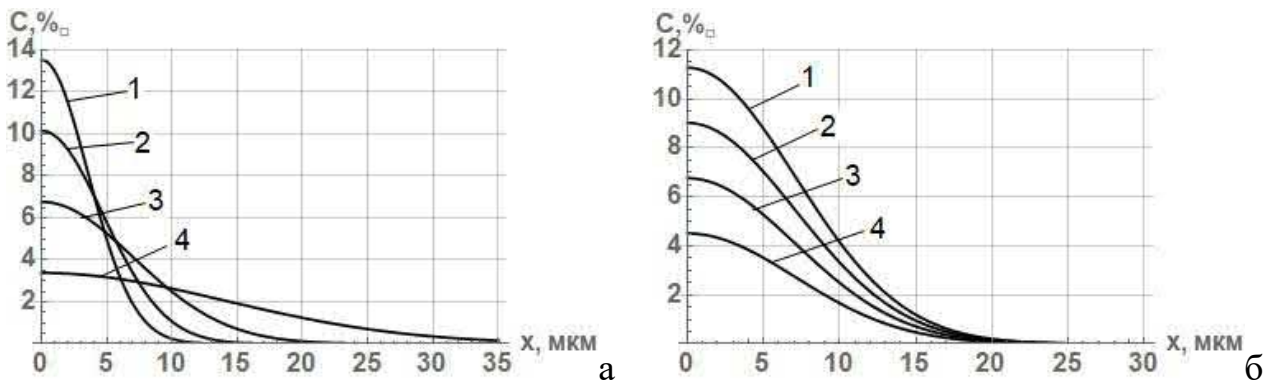


Рис. 2.15. – Зміна концентрації речовини при дифузії його атомів у напівпростір за різних значень параметрів  $b$  (а) та  $q$  (б): а -  $b = 0,4$  (1);  $0,3$  (2);  $0,2$  (3);  $0,1$ (4), тут  $q = 120$   $\text{мкм}$ ; б -  $q = 200$  (1);  $160$  (2);  $120$  (3);  $80$  (4) тут  $b = 0,2$   $\text{мкм}^{-1}$

У довіднику [180, с. 137] коефіцієнт самодифузії заліза за даної температури дорівнює  $3,97$  або  $4,07 \cdot 10^{-11}$   $\text{см}^2/\text{с}$ , а розрахунок за даними з довідника за редакцією Г. В. Самсонова [105] дає  $D = 4,27 \cdot 10^{-11}$   $\text{см}^2/\text{с}$  ( $4,27 \cdot 10^{-3}$   $\text{мкм}^2/\text{с}$ ). Якщо орієнтуватися на останнє значення коефіцієнта дифузії, для проникнення радіоактивних атомів заліза на глибину  $7$   $\text{мкм}$  при рівні концентрації  $2$  % (крива 1 на рис. 2.15а) знадобиться при  $T=900$   $^{\circ}\text{C}$  час  $1463$  с ( $\sim 25$  хв), а для проникнення атомів на відстань  $15$   $\text{мкм}$  при тому ж рівні концентрації (крива 4 на рис. 2.15а) знадобиться час  $23419$

с або 6,5 годин ( $t = 1 / (b^2 D)$ ). З іншого боку, якщо час дифузії дуже короткий, наприклад, 0,005 с як при ударному або імпульсному навантаженні зразків, то для проникнення атомів на відстань 7 мкм коефіцієнт дифузії повинен дорівнювати  $D = 1250 \text{ мкм}^2/\text{с}$ , тобто  $1,25 \cdot 10^{-5} \text{ см}^2/\text{с}$  ( $D = 1 / (b^2 t)$ ), що більше від звичайного коефіцієнта дифузії на 6 порядків. На практиці і, зокрема, при ущільненні дрібних порошоків не потрібна велика глибина проникнення атомів. Тому при дифузії атомів на глибину близько 0,5 мкм за час 0,005с коефіцієнт дифузії повинен бути на рівні  $D = 2 \text{ мкм}^2/\text{с}$ , тобто  $2 \cdot 10^{-8} \text{ см}^2/\text{с}$  ( $b \approx 10$ ), що більше лише на три порядки звичайного коефіцієнта дифузії. Отже, при звичайному коефіцієнту дифузії атоми зможуть проникнути на глибину 0,5 мкм при температурі 900 °С за 5-10 с при рівні концентрації на цій глибині 2-4 %. Рівень концентрації речовини на даній глибині може бути збільшений при вищому значенні параметра  $q$ , тобто параметра, що відповідає вихідній кількості речовини в нескінченно тонкому шарі на границі з напівнескінченим зразком. Як змінюватиметься концентрація дифузної речовини по глибині напівнескінченного зразка при різних значеннях  $q$ , можна побачити на рис. 2.15б, де залежності отримані для конкретних значень  $q = 200, 160, 120$  і  $80$  мкм при постійному значенні  $b = 0,2 \text{ мкм}^{-1}$ .

2. У другому випадку дифузія розглядається також у напівнескінченний зразок з нульовою початковою концентрацією, але кількість або концентрація речовини  $C_0$  на границі з іншою речовиною підтримується на постійному рівні. Тоді рішення другого рівняння Фика має такий вигляд:

$$C(x, t) = C_0 \cdot \left(1 - \operatorname{erf} \frac{x}{2\sqrt{D \cdot t}}\right) \quad (2.71),$$

де  $\operatorname{erf}$  – функція помилок або функція Лапласа у вітчизняній літературі.

Якщо використовувати позначення  $b$ , як у попередньому випадку, то рівняння (2.71) можна переписати у вигляді:

$$C(x, t) = C_0 \cdot [1 - \operatorname{erf}(0.5 \cdot b \cdot x)] \quad (2.72).$$

Це рівняння дозволяє побачити, як змінюється концентрація речовини, що дифундує вглиб зразка на відстань  $x$ , залежно від величини коефіцієнта дифузії  $D$  або тривалості процесу дифузії  $t$ , які діють на рівень концентрації однаковою мірою і враховані за допомогою параметра  $b$ . Вигляд графіків зміни концентрації дифузної речовини для різних значень параметра  $b = 0.1, 0.2, 0.3$  та  $0.4$  при вихідній

концентрації речовини  $C_0 = 12\%$  показано на рис. 2.16а. Для конкретизації представлених на рис. 2.16 кривих розглянемо також дифузію радіоактивних атомів заліза у напівнескінченний залізний зразок.

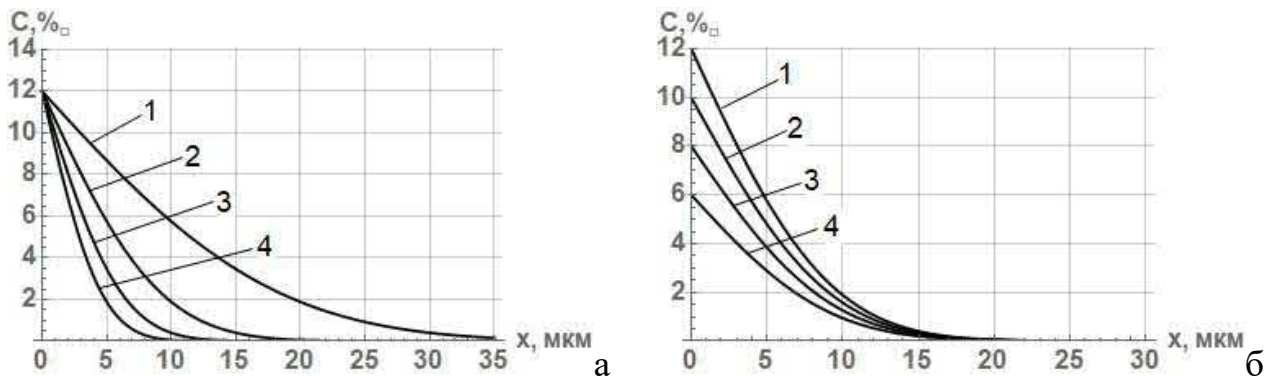


Рис. 2.16.— Зміна концентрації речовини при дифузії його атомів у напівнескінченний зразок за різних значень параметра  $b$  (1/мкм): 1 – 0,1; 2 – 0,2; 3 – 0,3; 4 – 0,4 (а) та параметра  $C_0$  (%): 1 – 12; 2 – 10; 3 – 8; 4 – 6. Тут  $b = 0,2$  (б)

Як було зазначено вище, коефіцієнт дифузії радіоактивних атомів практично не відрізняється від коефіцієнта самодифузії, і він при температурі  $900\text{ }^\circ\text{C}$  може бути прийнятий рівним  $D = 4,27 \cdot 10^{-3}$  мкм<sup>2</sup>/с. При такому коефіцієнті дифузії і при вибраних значеннях  $C_0$  і параметра  $b$  слідує, що радіоактивні атоми зможуть продифундувати до 2% концентрації на відстань 5 мкм за час 1463 с (крива 4 на рис. 2.16а) і на відстань 20 мкм за час 23419 с (крива 1 на рис. 2.16а). В даному випадку також, як і в попередньому випадку, час легко визначається при відомих значеннях коефіцієнта дифузії і параметра  $b$ . Якщо ж задано час і глибина проникнення атомів до необхідного рівня концентрації, то можна при відомому параметрі  $b$  визначити необхідний рівень коефіцієнта дифузії. Ще одним параметром, що впливає на дифузію атомів, а точніше на рівень концентрації атомів за певної глибини їх проникнення є величина початкової концентрації. Відмінність у характері концентраційних залежностей пов'язане з різницею у значенні вихідної концентрації речовини показано на рис. 2.16б, на якому криві отримані для початкових концентрацій  $C_0 = 10; 8; 6$  і  $4\%$  при постійному значенні параметра  $b = 0,2$ . Як видно з наведених на рис. 2.16б кривих, збільшення вихідної концентрації дифузної речовини призводить до підвищеної їх концентрації на заданій глибині від границі зразка.

3. Ще одне рівняння для опису концентраційної залежності дифундуючих

атомів необхідно розглянути. Йдеться про рівняння, запропоноване в роботах дослідників [150, 181, 182], які вивчали явище аномально високої швидкості дифузії при ударному чи імпульсному навантаженні металів. Було встановлено, що при імпульсному навантаженні експериментально отримані концентраційні профілі дифузної речовини описуються залежністю (1.41), представленою у параграфі 1.4 [142]. За твердженням авторів [142] суттєве збільшення швидкості деформації, що реалізується при ударному навантаженні має приводити до зменшення параметра  $n$ . Інтерес викликає фізичний зміст чи структура параметра  $\alpha$  в рівнянні (1.41). Оскільки добуток  $\alpha \cdot X^n$  є безрозмірною величиною, а відстань  $X$  має розмірність довжини, то розмірність параметра  $\alpha$  повинна відповідати зворотній довжині у степені  $n$ . Тобто, якщо  $X$  вимірюється в мкм, то розмірність  $\alpha$  відповідає  $(1/\text{мкм})^n$ . Оскільки розмірність, що відповідає зворотній довжині, має введений вище параметр  $b$ , який дорівнює  $1/\sqrt{Dt}$ , то параметр  $\alpha$  можна представити як параметр, який пропорційний параметру  $b$  у степені  $n$ ,  $\alpha \sim b^n$ . Отже, у першому наближенні можна припустити, що  $\alpha \sim b^n$  та рівняння (1.41) уявити як:

$$C(X) = C_0 \exp[-(b \cdot X)^n] \quad (2.73).$$

Однак, у наведених вище формулах (2.70) і (2.72), що описують зміну концентрації дифузних атомів, перед добутком  $(b \cdot X)$  стоїть числовий множник. Причому якщо у формулі (2.72) добуток  $(b \cdot X)$  стоїть у першій степені (функція помилок), то чисельний множник дорівнює 0,5, а якщо добуток  $(b \cdot X)$  стоїть у квадраті (формула (2.70) - експоненційна залежність), чисельний множник дорівнює 0,25, тобто  $(0,5)^2$ . Логічним наслідком цього спостереження є висновок про те, що перед добутком  $(b \cdot X)^n$  у формулі (2.73) повинен стояти чисельний множник  $(0,5)^n$ . Якщо припустити, що такий висновок відповідає дійсності, то формулу (2.73) можна уточнити:

$$C(X) = C_0 \exp[-(0,5 \cdot b \cdot X)^n] \quad (2.74).$$

У цьому випадку коефіцієнт  $\alpha$  з формули (1.41) відповідає виразу -  $\alpha = (0,5 \cdot b)^n = (0,5 / \sqrt{Dt})^n$ . Далі важливо розглянути характер концентраційних залежностей дифундуючих атомів, що відповідають формулі (2.74), при зміні параметрів  $b$  та  $n$ . При цьому діапазон зміни параметра  $b$  доцільно вибрати таким же, як і в попередніх двох випадках (з експоненційною функцією та функцією помилок), тобто від 0,1 до

0,4, а границі зміни параметра  $n$  можуть набувати значень, як зазначено в роботі [181], від 0,5 до 2. Однак, теоретичний інтерес представляє і більш широкий діапазон зміни параметра  $n$  за рахунок збільшення верхньої границі, наприклад, до 4. У зв'язку з цим розглянемо спочатку концентраційний профіль або вид залежностей зміни концентрації атомів, що дифундують за рівнянням (2.74) при постійному значенні вихідної концентрації  $C_0 = 10\%$  та постійному значенні параметра  $b = 0,2$ , але за зміни показника степеня  $n$  від 0,5 до 4,5 при фіксованих значеннях  $n = 0,5; 1,5; 2,5; 3,5$  та 4,5. Важливо також порівняти отримане сімейство кривих при значенні параметра  $b = 0,2$  з новим сімейством кривих для тих же значень  $n$  але за меншого значення параметра  $b$ , наприклад  $b = 0,1$ , який відображає більш високий коефіцієнт дифузії або більш тривалий час термічної активації дифузії. Два сімейства концентраційних профілів для різних значень  $n$ , але при постійному значенні  $b$  рівному 0,2 і 0,1 показані відповідно на рис. 2.17а та рис. 2.17б. З наведених на рис. 2.17 кривих видно, що показник степеня  $n$  у рівнянні (2.74) істотно впливає на характер концентраційної залежності в напрямку перерозподілу атомів по довжині дифузійної зони. Малі значення показника степеня  $n$  (менше 1) характеризують різке падіння концентрації атомів на границі та швидке їх поширення вглиб зразка,

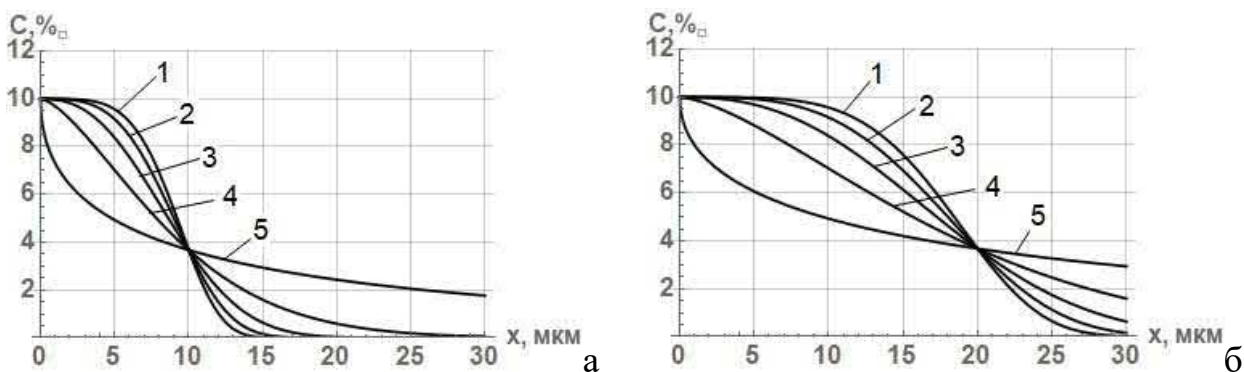


Рис. 2.17.— Зміна концентрації речовини при дифузії його атомів у напівнескінченний зразок при постійному значенні параметра  $b = 0,2$  (а) та  $b = 0,1$  мкм<sup>-1</sup> (б) у рівнянні (2.74), але за різних значень показника степеня  $n$ : 1 – 0,5; 2 – 1,5; 3 – 2,5; 4 – 3,5 та 5 – 4,5

а високі значення  $n$  (більше 2) характеризують суттєве зниження глибини проникнення атомів але більшу концентрацію атомів поблизу границі напівнескінченного зразка. Тут важливо з'ясувати, що краще для якості або міцності границі між двома контактуючими зразками – випадок з високою концентрацією поблизу границі дифундуючих атомів, які проникають в інший зразок неглибоко або



випадок з різким зниженням концентрації атомів поблизу границі, но які проникають на велику глибину в інший зразок. Це питання залишається поки що відкритим.

Інтерес представляють також графіки концентраційних залежностей за рівнянням (2.74), у яких показник степеня  $n$  є постійним, а змінюється параметр  $b$ . Два сімейства концентраційних профілів для  $n=1,5$  та  $n=3,5$  при значеннях  $b=0.1, 0.2, 0.3, 0.4$  та  $0,5$  показані відповідно на рис. 2.18а та рис. 2.18б. З представлених кривих видно, що збільшення параметра  $b$  (що рівносильно зменшенню коефіцієнта дифузії або зменшенню часу термічної активації дифузії) призводить до зменшення глибини проникнення атомів дифузії. При цьому збільшення показника степеня  $n$  також зменшує глибину проникнення атомів, але збільшує концентрацію атомів поблизу границі напівнескінченного зразка.

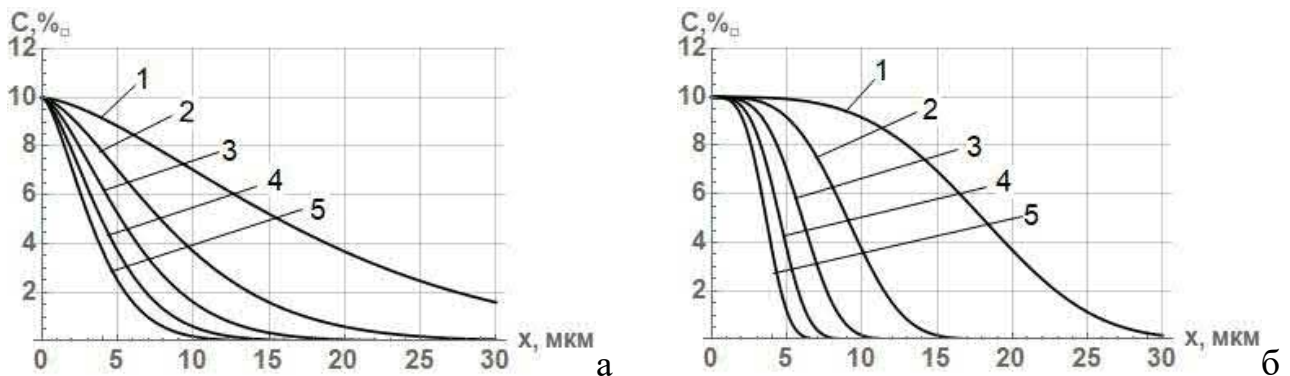


Рис. 2.18. – Зміна концентрації речовини при дифузії її атомів у напівнескінченний зразок при постійному значенні показника степеня  $n = 1,5$  (а) та  $n = 3,5$  (б) у рівнянні (2.74), але за різних значень параметра  $b$  : 1 - 0,1; 2 – 0,2; 3 – 0,3; 4 – 0,4 та 5 – 0,5

При розгляді концентраційних профілів дифундууючої речовини за рівнянням (2.74), які представлені на рис. 2.17 та рис.2.18, хотілося б ще раз відзначити, що авторами рівняння (2.74) не передбачено випадок, коли показник степеня  $n$  може бути більшим за 2, оскільки важко в цьому випадку запропонувати механізм дифузії. Проте такий випадок не слід виключати хоча б теоретично, оскільки він може стати в нагоді для опису поки що невідомих дифузійних процесів.

Таким чином, в даному параграфі представлені різні варіанти опису дифузійних процесів, які можуть бути використані при аналізі та інтерпретації конкретних експериментальних даних щодо дифузії атомів при гарячому ударному ущільненні різнорідних чи специфічних порошоків.

## РОЗДІЛ 3. МАТЕРІАЛИ ТА МЕТОДИКИ ПРОВЕДЕННЯ ДОСЛІДЖЕНЬ

### 3.1. Вибір вихідних порошків та підготовка порошкових сумішей

Для дослідження процесу ущільнення порошків під дією ударного навантаження в широкому діапазоні температур інтерес становлять як однофазні порошки, так і двофазні порошкові суміші з різних металів (біметалічні), а також металу з керамічною добавкою в різних кількостях (метало-керамічні). При цьому серед різних металів важливо було досліджувати процес ущільнення при різних температурах як металів із відносно низькою температурою плавлення, наприклад, мідь, так і металу з найвищою температурою плавлення, тобто вольфраму. Ну і природньо інтерес для дослідження представляли метали групи Fe, що широко використовуються, тобто залізо, нікель і кобальт. Крім того, серед однофазних порошків є як метали, так і сплави, а також сполуки (інтерметалідні), які виявляють низьку здатність до ущільнення при звичайному вільному спіканні. До таких матеріалів можна віднести металевий титан, жароміцну нержавіючу сталь X17H2, жаростійкий сплав ніхром X20H80, інтерметалідну сполуку типу алюмініду нікелю Ni<sub>3</sub>Al. Ущільнення цих порошків важливо досліджувати не стільки для отримання та застосування їх у чистому вигляді, скільки для використання їх як основу або матрицю для створення різних високоміцних та зносостійких композитів. Тому розглянемо особливості та характеристики різних однофазних порошків, а також біметалічних та метало-керамічних порошкових сумішей, які обрані для ущільнення.

#### 3.1.1. Однофазні порошки (Cu, Fe, Ni, Co, Ti, W, X17H2, X20H80, Ni<sub>3</sub>Al)

##### Мідь

Для дослідження ущільнення порошків міді вибрали найбільш поширений порошок міді марки ПМС-1 [183, 184]. Цей порошок має дендритну структуру та його зовнішній вигляд показано на рис. 3.1. Середній розмір дендритів та агломератів становить приблизно 30 мкм, але середній розмір частинок в агломератах та дендритах знаходиться в області 1-3 мкм. Питома поверхня даного порошку дорівнює 0,25 м<sup>2</sup>/г, що відповідає еквівалентному діаметру частинок 27 мкм. Вміст кисню у цьому порошку перед дослідженням був 0,1 мас. %, а вміст інших домішок відповідає вимогам ГОСТ 4960-75 [184].

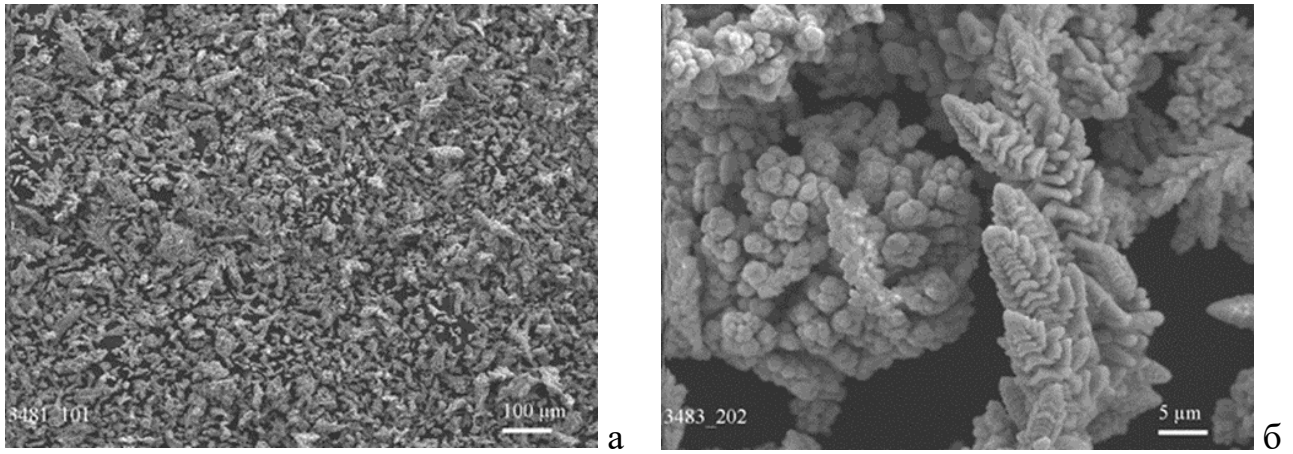


Рис. 3.1.– Порошок міді ПМС-1 при різних збільшеннях: (а) –  $\times 80$ , (б) -  $\times 1500$

### Залізо

Для дослідження ущільнення порошків заліза було вибрано два порошки різних виробників. В одному випадку використано вітчизняний порошок марки ПЖЗМ2 виробництва Броварського заводу порошкової металургії (БЗПМ, Україна), а в іншому випадку – німецький порошок марки Diafe5000 [185], виробництва фірми “Dr. Fritsch” (Німеччина). Зовнішній вигляд вітчизняного та німецького порошків показаний на рис. 3.2. Гранулометричний склад порошків представлений у табл. 3.1,

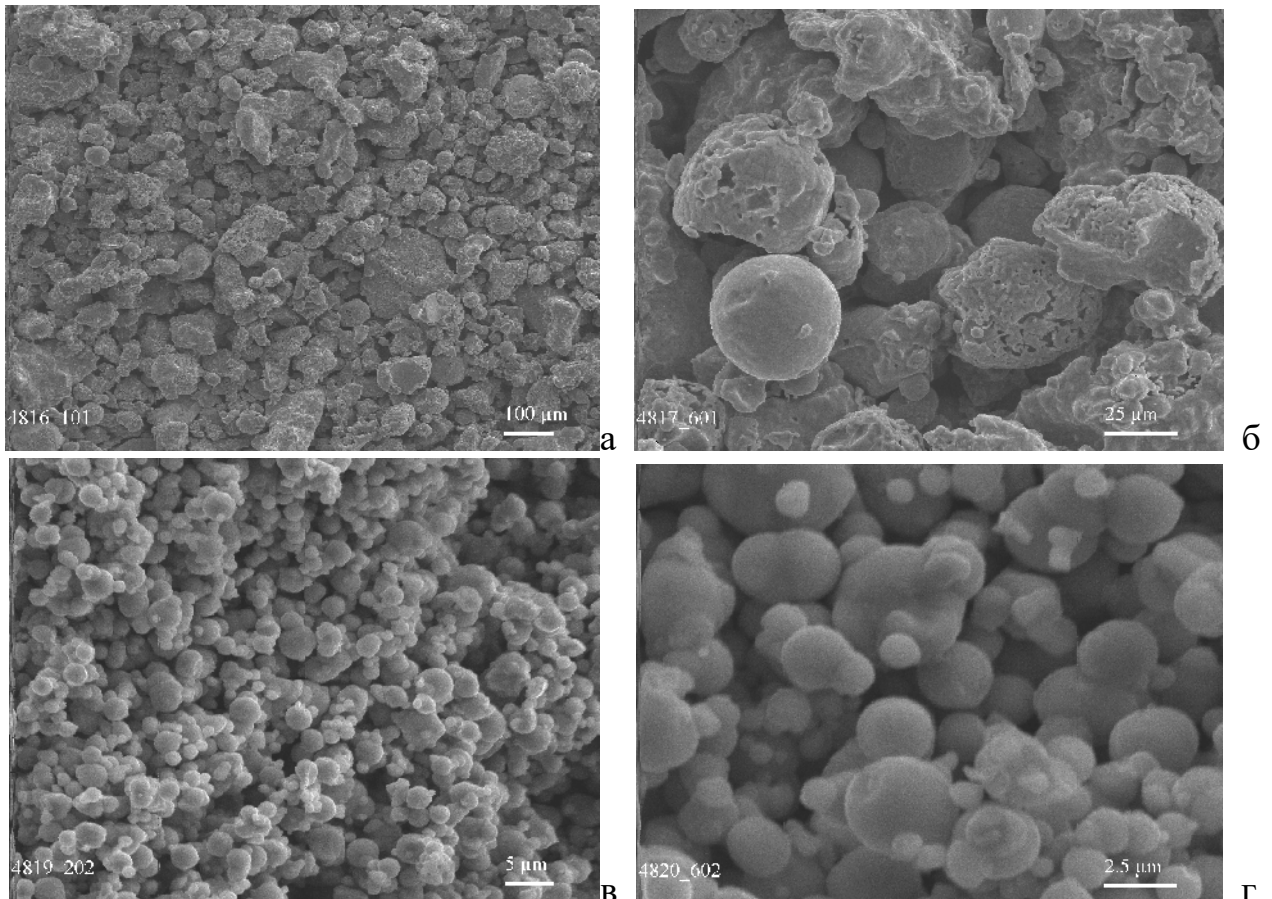


Рис. 3.2. Зовнішній вигляд порошків ПЖЗМ2 (а, б) та Diafe5000 (в, г) при різних збільшеннях. . (а) –  $\times 80$ , (б) -  $\times 1500$ , (в) -  $\times 400$ , (г) -  $\times 4000$

а хімічний склад – у табл. 3.2. Питома поверхня порошку ПЖЗМ2 не визначена через великий розмір частинок, а питома поверхня порошку DIAFe5000, яка визначена методом BET в ІПМ НАН України, була 0,31 м<sup>2</sup>/г, що відповідає середньому еквівалентному діаметру 2,5 мкм. Хімічний склад вітчизняного порошку відповідає ГОСТ 9849-74.

Таблиця 3.1. – Гранулометричний склад залізних порошоків ПЖЗМ2 та DIAFE5000

Матеріал	Гранулометричний склад					
	-0,045мм	+0,045-0,056	+0,056-0,071	+0,071-0,100	+0,100-0,160	+0,160-0,250
ПЖЗМ2	25 %	11,1 %	8,1 %	34,9 %	19,7 %	1,2 %
DIAFe5000	d(10)-4,2 мкм		d(50)-8,5 мкм		D(90)-27мкм	

Таблиця 3.2. - Хімічний склад залізних порошоків ПЖЗМ2 та DIAFE5000

Матеріал	Хімічний склад							
	Fe	O <sub>2</sub>	C	N <sub>2</sub>	P	S	Si	Mn
ПЖЗМ2	98,0	0,32	0,07	-	0,012	0,011	0,09	0,09
DIAFe5000	99,5	0,33	0,04	0,01	-	-	-	-

### Нікель

При дослідженні спікання порошку нікелю інтерес представляли дрібнозернисті порошки і, зокрема, карбонільні порошки, оскільки вони активніші і виявляють здатність до ущільнення при знижених температурах. Для дослідження було обрано карбонільний порошок нікелю ПНК російського виробництва (підприємство «Сєверонікель» або «Норільскнікель»). Зовнішній вигляд порошку представлений на рис. 3.3.

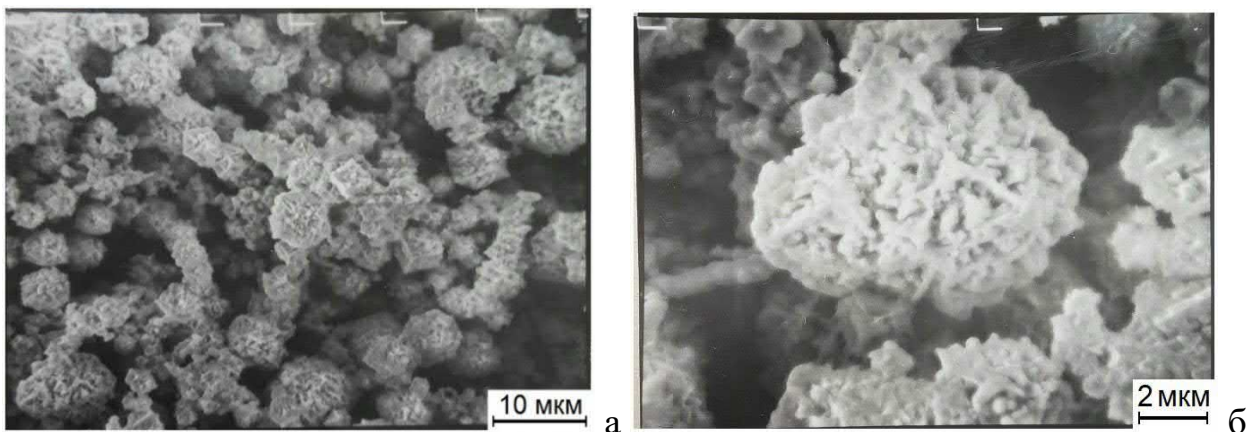


Рис. 3.3. - Зовнішній вигляд карбонільного порошку нікелю ПНК російського виробництва при різних збільшеннях (а, б)

## Кобальт

При дослідженні спікання порошку кобальту вибрали два порошки з різним середнім розміром частинок. Один порошок був електролітичним (за даними постачальника ТОВ "Укрсплав" [186]), тобто відносно крупнозернистим, другий порошок був ультрадрібнозернистим або за класифікацією виробника (Бельгія) марки "extra-fine" [187] (постачальник ТОВ "Оргсинтез"). Зовнішній вигляд порошків на рис. 3.4.

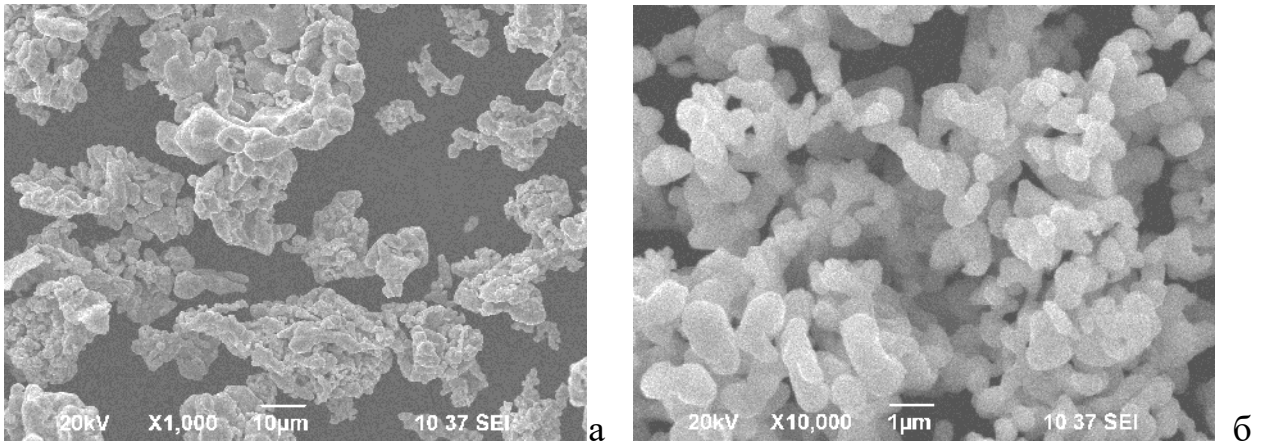


Рис. 3.4. – Зовнішній вигляд російського електролітичного (а) та бельгійського карбонільного порошків кобальту (б)

Питома поверхня електролітичного та карбонільного порошків кобальту була відповідно 2,52 та 12,1 м<sup>2</sup>/г, що відповідає еквівалентному діаметру 0,3 та 0,06 мкм.

Хімічний склад цих порошків показаний у табл. 3.3.

Таблиця 3.3. – Хімічний склад кобальтових порошків – звичайного електролітичного ПКЕ-1 та ультрадисперсного карбонільного (Бельгія)

Матеріал	Хімічний склад, мас. %							
	Co	O <sub>2</sub> *	C*	N <sub>2</sub>	P	S	Si	Mn
ПКЕ-1	99,5	-/0,5	-/0,03	-	-	-	-	0,03
Co**	99,9	-/1,1	0,015/0,05	-	-	0,001	0,0005	0,001

\* у знаменнику аналіз ІПМ НАН України

\*\* додаткові елементи в мас. %: Fe – 0,002, Cu – 0,0005, Zn – 0,0005, Ni – 0,002

Для підготовки порошкових сумішей карбиду вольфраму з кобальтом були використані також інші карбонільні порошки кобальту. В одному випадку застосовували порошок кобальту (п.95) з ВНІТС, а в іншому випадку використовували порошок кобальту з ВО «Куйбишевбурмаш». Зовнішній вигляд цих порошків є на рис. 3.5. За даними хімічного аналізу ІПМ НАНУ вміст кисню в порошок кобальту із ВНІТС було 1,78 мас. % та 1,2 мас. % у порошок кобальту із

ВО «Куйбишевбурмаш». Хімічний склад порошку кобальту з ВО «Куйбишевбурмаш» за паспортом був наступним, мас. %: Ni - 0,1; Fe – 0,1; Ca - 0,05; Si - 0,03; C<sub>общ</sub> - 0,05; S - 0,02; O<sub>2</sub> - 1,0.

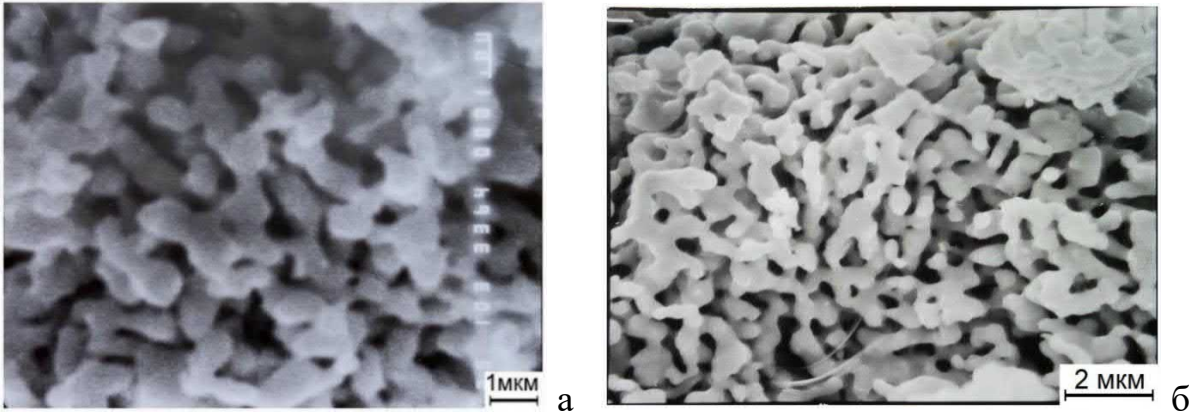


Рис. 3.5. – Зовнішній вигляд карбонільних порошоків кобальту, поставлених із ВНІІТС (а) та з ВО «Куйбишевбурмаш» (б)

### Титан

Особливий інтерес для низькотемпературного ущільнення становлять титанові порошки, оскільки для їх спікання потрібні висока температура, більше 1200 °С, і тривала витримка більше 2 годин. Для досліджень ударного ущільнення спочатку було використано (за ініціативою професора Ю. М. Подрезова) титановий елетролітичний порошок марки ПТЕС, виготовленого на ТОВ «Запорізький титано-магнієвий комбінат» (Україна) [188], а в іншому випадку дослідження проводили на російському порошку марки ПТМ-1, виробленого на підприємстві АТ «Полема» (Тула, Росія) [189]. Основні результати щодо ударного ущільнення титанового порошку ПТЕС було викладено у кандидатській дисертації В. А. Назаренка (2010 р.), а в даному випадку увага була зосереджена на порошку ПТМ-1, рис. 3.6.

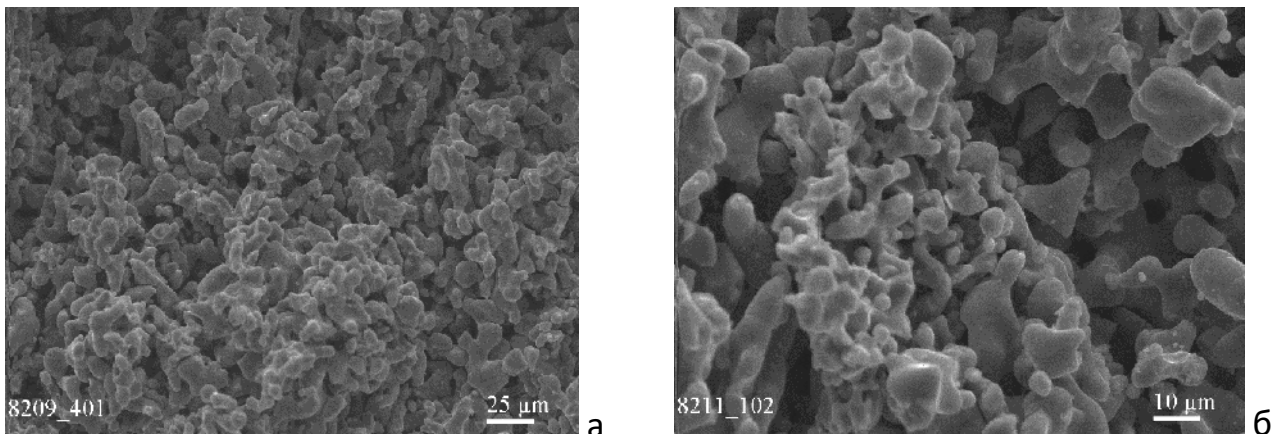


Рис. 3.6. Зовнішній вигляд гідридно-кальцієвого титанового порошку ПТМ-1 при різних збільшеннях: (а) -  $\times 400$ , (б) -  $\times 1000$

Гранулометричний склад наведено у табл. 3.4, а хімічний склад у табл. 3.5. Питома поверхня даного порошку була на рівні  $0,05 \text{ м}^2/\text{г}$ , що відповідає еквівалентному діаметру частинок  $26,7 \text{ мкм}$ , але якщо судити по фотографії порошку, розмір частинок в агломератах відповідає розміру  $5\text{-}10 \text{ мкм}$ . Вміст кисню у цьому порошку з аналізу ПІМ НАНУ дорівнює  $0,2 \text{ мас. \%}$ , а загального вуглецю –  $0,04 \text{ мас. \%}$ .

Таблиця 3.4. - Гранулометричний склад титанового порошку ПТМ-1

Матеріал	Гранулометричний склад, мас. % за фракціями, мкм			
	+280	+100	+45	-45
ПТМ-1	0,0	$\leq 2,0$	$\geq 15,0$	Баланс

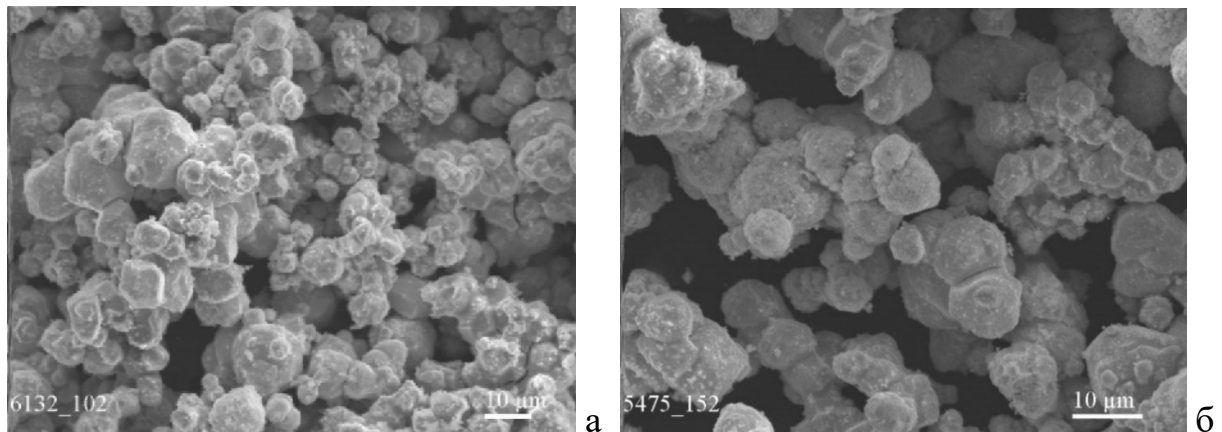
Таблиця 3.5. - Хімічний склад порошку титанового ПТМ-1

Матеріал	Домішки, мас. %, не більше							
	Ti	O <sub>2</sub> *	C*	N <sub>2</sub>	H <sub>2</sub>	Fe+Ni	Si	Cl
ПТМ-1	основа	-/0.2	0,05/0.04	0,08	0,35	0,40	0,10	0,004

\* У знаменнику аналіз ПІМ НАН України

### Вольфрам

Для проведення досліджень було обрано стандартний порошок вольфраму з розміром більшості частинок  $3\text{-}6 \text{ мкм}$ , і цей порошок показано на рис. 3.7.



3.7. – Зовнішній вигляд стандартного порошку вольфраму при різних збільшеннях: (а) –  $\times 800$ , (б) -  $\times 1200$

Вміст кисню у цьому порошку було  $0,79 \text{ мас. \%}$  за наслідками хімічного аналізу ПІМ НАНУ. Хімічний склад порошку відповідає ТУ14-22-143-2000, у якому вміст вольфраму становить  $99,98 \text{ мас. \%}$ . Представлений порошок піддавався також розмелюванню в кульовому барабані протягом 48 годин для отримання більш дрібних частинок. Розмел проводився в середовищі ацетону при співвідношенні мас твердосплавних куль і порошку вольфраму  $6:1$ . Однак такий розмел призвів не

стільки до подрібнення частинок, скільки до їх сплюскування, що видно на рис. 3.8.

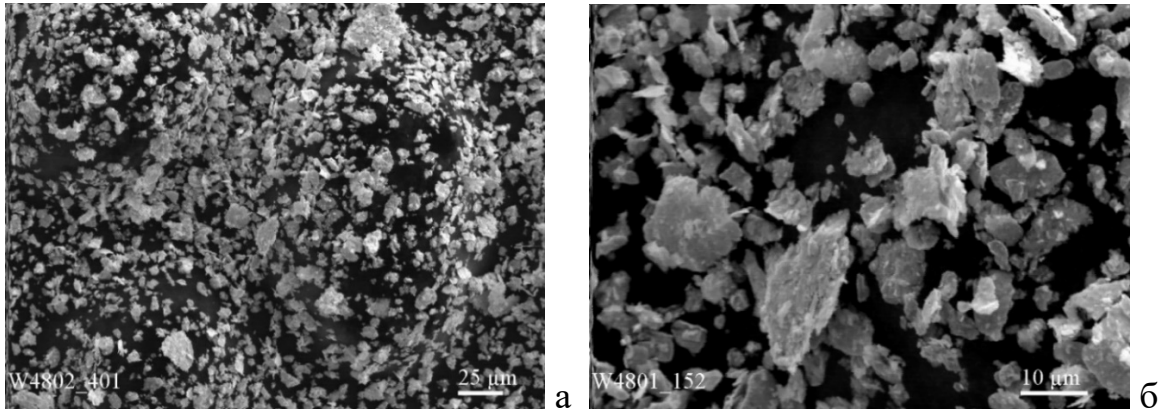


Рис. 3.8. – Зовнішній вигляд порошку вольфраму після розмелу в кульовому барабані протягом 48 годин при різних збільшеннях: (а) –  $\times 400$ , (б) -  $\times 1500$

Хімічний аналіз на вміст кисню та вуглецю, а також питома поверхня вихідного та розмеленого порошку вольфраму представлені в табл. 3.6.

Таблиця 3.6. – Вміст кисню та вуглецю у вихідному та розмеленому порошках вольфраму, а також їх питома поверхня та еквівалентний діаметр

Порошок	Вміст, мас. %		Питома поверхня, м <sup>2</sup> /г	Еквівалентний діаметр, мкм
	O <sub>2</sub>	C		
W – вихідний	0,2	0,02	0,05	6,2
W - розмелений	0,5	0,12	0,82	0,38

Далі для дослідження були обрані однофазні порошки сплавів і сполук і, зокрема, порошки нержавіючої сталі, ніхрому та інтерметаліду.

### Нержавіюча сталь X17H2

Порошок даної нержавіючої сталі, який отримано розпиленням, має сферичну форму з розмірами частинок 100-250 мкм. Сама частинка не є гомогенною, а складається з дрібніших частинок з розмірами 5-10 мкм, які в деяких місцях

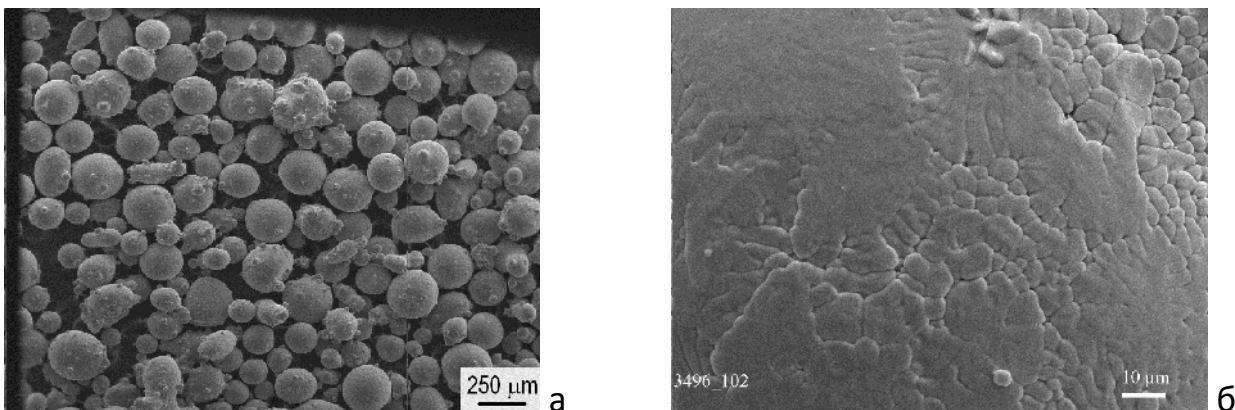


Рис. 3.9 – Зовнішній вигляд розпиленого порошку нержавіючої сталі X17H2 при різних збільшення. (а) –  $\times 30$ , (б) -  $\times 800$



з'єднуються (зливаються) у більші ділянки. Вид частинок цієї сталі за різних збільшеннях показано на рис. 3.9. Хімічний аналіз ІПМ НАНУ на вміст вуглецю та кисню в даному порошку дав такі значення в мас. %: С - 0,13 та О<sub>2</sub> - 0,01.

### Сплав Х20Н80 (ніхром)

Такий сплав є досить жаростійким і він використовується в основному для виготовлення спіралей нагрівальних пристроїв. В даному випадку важливо відзначити, що процес спікання порошку ніхрому при температурі 1385 °С протягом 10 годин приводить у кращому випадку (при початковій відносній густини 81%) до кінцевої густини 96%. Тобто, дуже високі температури та досить тривалі витримки при вільному спіканні даного порошку не забезпечують високу (близьку до 100%) щільність зразків [190, с.174]. Тому цей порошок також був цікавим для низькотемпературного ударного ущільнення. Порошок виготовлено в Росії на підприємстві «Полема» [191] та його зовнішній вигляд показано на рис.3.10.

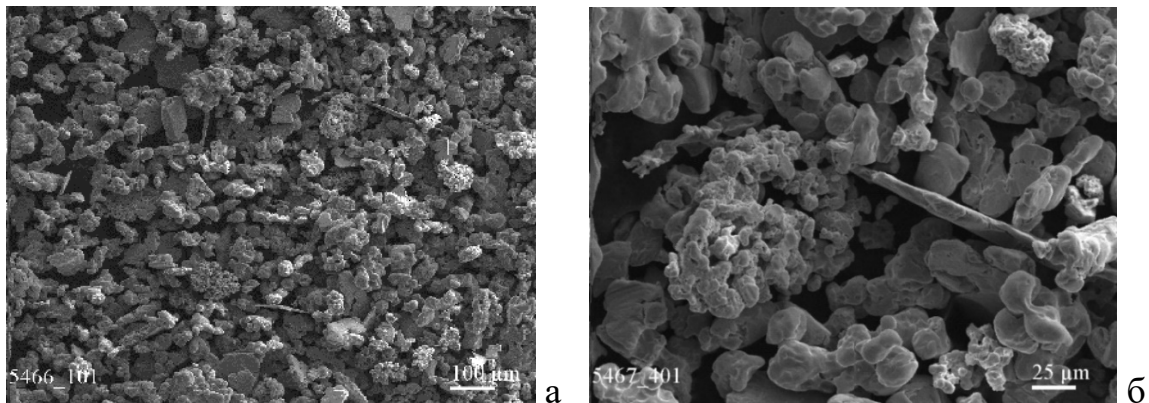


Рис. 3.10. – Зовнішній вигляд відновленого порошку нікель-хромового сплаву ПХ20Н80 при різних збільшеннях. (а) -  $\times 75$ , (б) -  $\times 300$

Середній розмір частинок порошку 25 мкм, хоча є агломерати розміром 100-150 мкм, в яких частинки розміром 3-7 мкм з'єднані між собою. Хімічний склад порошку наведено у табл. 3.7. Питома поверхня цього порошку не визначалася.

Таблиця 3.7. – Хімічний склад порошку нікель-хромового сплаву ПХ20Н80

Матеріал	Хімічний склад, мас. %							
	Fe	Cr	Ni	Ti	C	O <sub>2</sub>	S	Ca
ПХ20Н80	-	20	основа	-	0,06	0,30	0,01	0,20

### Інтерметалід Ni<sub>3</sub>Al

Основне застосування даної сполуки пов'язане з розробкою перспективних жароміцних матеріалів для деталей авіаційних газотурбінних двигунів. Традиційна

технологія отримання матеріалів на основі інтерметалідів заснована головним чином на плавленні та литві. Однак труднощі цієї технології, пов'язані з наявністю дендритної та зональної ліквідації в злитках, призвели до появи гранульної технології та залучення методів порошкової металургії [7, 192-194]. При цьому серед різних методів порошкової металургії застосування отримали методи, засновані на гарячій обробці тиском, оскільки традиційний метод такий, як вільне спікання жароміцних порошків навіть при передплавильних температурах зберігає високий рівень залишкової пористості. Методи гарячого пресування і, зокрема, метод гарячого пресування високочистих розпорошених порошків використовують фірми “General Electric”, “Pratt and Whitney”, “Rolls-Royce” для виробництва дисків газових турбін [7]. Тому порошок інтерметаліду  $\text{Ni}_3\text{Al}$  є досить цікавим для дослідження процесу ущільнення методом ударного навантаження в широкому діапазоні температур. Цей порошок виготовлено на підприємстві «Полема» і позначено як ПВ-Н85Ю15 [191]. Порошок отримано методом відновлення та його вигляд представлено на рис. 3.11

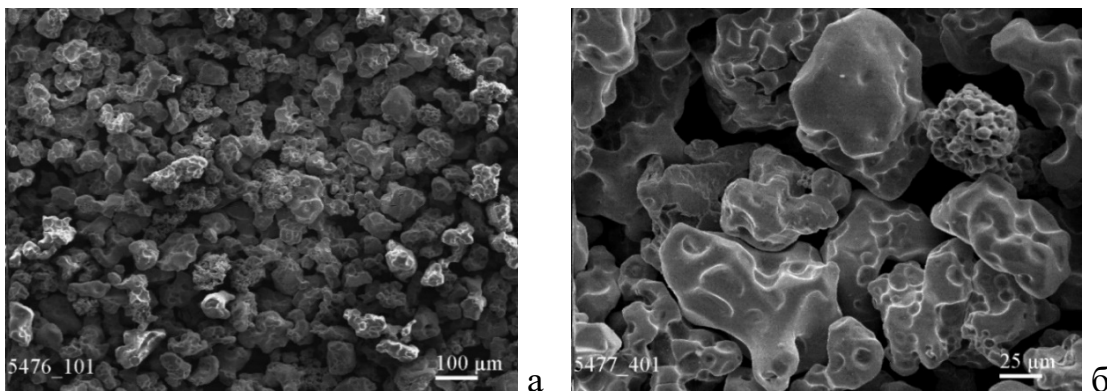


Рис. 3.11. – Зовнішній вигляд порошку інтерметаліду  $\text{Ni}_3\text{Al}$  при різних збільшеннях: (а) -  $\times 75$ , (б) -  $\times 300$

За даними виробника у цьому порошку 15 мас. % алюмінію, а також домішки заліза менше 0,2 мас. % та вуглецю менше 0,07 мас. %. Основна маса частинок порошку має розмір від 50 до 100 мкм. За даними хімічного аналізу ІПМ НАНУ вміст кисню та вуглецю в даному порошку дорівнює відповідно 0,13 та 0,05 мас. %.

Підвищений інтерес становили також порошкові суміші. Причому увагу привертала як суміші двох металевих порошків (біметалічні), так і суміші металевих порошків з твердими частинками, що не деформуються, і, зокрема, частинками карбіду вольфраму (метало-карбідні суміші).

### 3.1.2. Суміші порошків з двох металів (біметалічні) – (Ag-Ni, Cu-W, Cu-Cr)

#### *Підготовка суміші порошків срібла та нікелю*

Композиційні матеріали на основі срібла отримали достатньо широке поширення в якості контактів різних електричних апаратів, завдяки високій стійкості срібла до окислення при роботі в повітряному середовищі. При цьому більш висока ерозійна стійкість контактів досягається за рахунок додавання в срібло більш тугоплавких, ніж срібло, матеріалів і зокрема нікелю. Заміна звичайних порошків високодисперсними порошками призвела до збільшення експлуатаційної стійкості контактів у 2-5 разів [195-200]. У той самий час при вільному спіканні таких композитів відбувається, по-перше, укрупнення структури, тобто збільшення розмірів дрібних вихідних частинок нікелю та срібла, а, по-друге, збереження деякої пористості у зразку. Тому на даному етапі важливо було дослідити метод ударного ущільнення у вакуумі срібло-нікелевого композиту в широкому діапазоні температур з метою визначення ефективності методу в питанні забезпечення як високої щільності і дрібної структури у зразках, так і міцного зв'язку поміж однойменними та різнойменними частинками. Інтерес для низькотемпературного ударного ущільнення (спікання) представляли як наддрібнозернисті суміші порошків срібла і нікелю, так і звичайні (крупнозернисті) суміші Ag-Ni.

Для вивчення процесу ущільнення був обраний (за ініціативою д. т. н. Р. В. Мінакової та к. т. н. Л. А. Крячко) один з найбільш поширених срібло-нікелевих композитів із вмістом нікелю 30 мас. %. Порошкова суміш для звичайного композиту, позначеного як СН30, була приготована зі звичайних порошків срібла (вторинного) та нікелю (карбонільного) шляхом механічного розмелювання в планетарному млині протягом 10 хв у середовищі спирту і при співвідношенні мас кулі: суміш - 8:1. Для приготування наддрібнозернистої порошкової суміші Ag-Ni (композит СН30м) був застосований досить відпрацьований хімічний спосіб, що полягає в спільному осадженні оксалатів срібла та нікелю, прожарювання опадів для отримання суміші оксидів та відновлення нікелю та срібла з оксидів. В результаті такої обробки вдалося отримати порошкову суміш з розміром частинок 0,5 мкм і з високим ступенем однорідності в розподілу компонентів (нікелю в сріблі). Типова структура порошкової суміші, отриманої хімічним (безрозмольним) методом,

показана на рис. 3.12а, а порошкова суміш, отримана механічним змішуванням порошків нікелю та срібла, – на рис. 3.12б.

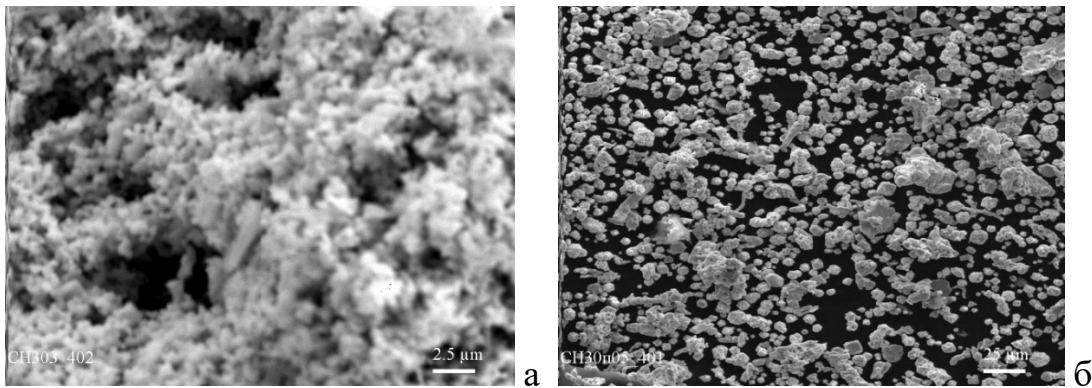


Рис. 3.12.– Суміш порошків срібла та нікелю, отриманих термолізом оксалатів з подальшим відновленням металів (а) та механічним змішуванням звичайних порошків у планетарному млині (б)

### *Підготовка суміші порошків міді та високодисперсного вольфраму*

До класу біметалічних (металоматричних) композитів можна віднести і тип дисперсно-зміцнених матеріалів, які на відміну від звичайних композитів мають відносно низький вміст зміцнюючої фази 2 – 15 об. %. В даному випадку інтерес представляла можливість отримання дисперсно-зміцненої міді за відносно низької температури. При цьому вирішено було (за ініціативою д. т. н. В. В. Панічкіної, д.т.н. О. І. Гетьман та ст. н. с. П. Я. Радченко) зупинитися на мідних композитах із вмістом вольфраму за об'ємом 2, 5 та 10 %.

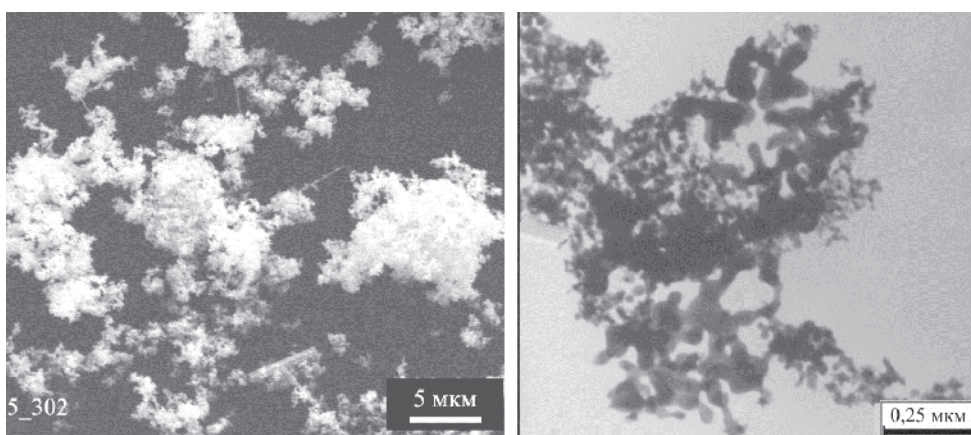


Рис.3.13. – Вид вигляд вихідного високодисперсного порошку вольфраму при різних збільшеннях

В якості вихідних порошків були обрані порошок міді марки ПМС-1 (рис. 3.1) і високодисперсний порошок вольфраму, який показано на рис. 3.13 і який складався з конгломератів частинок розміром близько 20-50 нм.

Дисперсність порошків оцінювали за величиною питомої поверхні (метод

БЕТ), яка для міді та вольфраму становила 0,2 та 6,4 м<sup>2</sup>/г, відповідно. Порошки змішували в змішувачі з мідними тілами, що виключало намел матеріалу млина.

***Підготовка суміші порошків вольфраму та міді із суміші порошків  
вольфраму з оксидом міді***

Вольфрам-мідні композиційні матеріали, які часто називають псевдосплавами, досить широко використовують як електричні контакти, та як електроди для контактного зварювання і електроерозійної обробки. Проблема отримання мідно-вольфрамових композитів методом вільного спікання у твердій або рідкій фазах полягає у неможливості отримати високощільні вироби із сумішей, що містять понад 50 об.% вольфраму [201, 202]. Для підвищення щільності деталей використовують додаткові операції, такі як повторне пресування і повторне спікання, прокатка, гаряче ізостатичне пресування та ін. [203-206].

Численними дослідженнями встановлено, що здатність до спікання значно зростає при використанні високодисперсних сумішей, які можуть бути отримані різними способами, зокрема шляхом спільного розмелювання порошків металів [207-211] або хімічними методами [212, 213]. Тому одним із першочергових завдань при отриманні мідно-вольфрамових композитів було не стільки вивчення можливості максимального зниження температури ущільнення, скільки забезпечення високої щільності зразків при їх ущільненні в твердій фазі. У зв'язку з цим інтерес представляло дослідження мідно-вольфрамового композиту із вмістом частинок вольфраму 50 об. %. При цьому необхідно було врахувати той факт, що механічне змішування порошків вольфраму та міді призводить до невисокого рівня рівномірності розподілу їх між собою. Тому для вирішення задачі рівномірного розподілу компонентів особливо важливої для дрібнозернистих порошкових сумішей вирішено було використати в якості вихідної суміші дрібнозернисті порошки вольфраму і оксиду міді  $\text{Cu}_2\text{O}$ , яку потім слід було відновити для отримання дрібнозернистої суміші частинок міді і вольфраму.

Таким чином, для проведення досліджень було обрано промисловий порошок вольфраму, розмелений протягом 48 год (див. рис. 3.8), і порошок оксиду міді, який показано на рис.3.14. Розмелений порошок вольфраму та порошок оксиду міді змішували в середовищі ацетону в кульовому барабані з твёрдосплавними кулями,

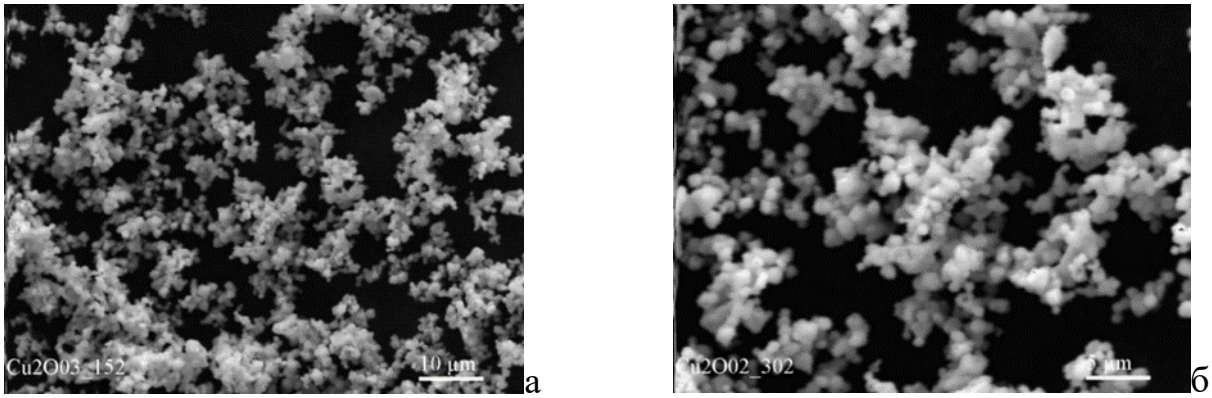


Рис. 3.14. – Зовнішній вигляд оксиду міді  $\text{Cu}_2\text{O}$  при різних збільшеннях: (а) –  $\times 1000$ , (б) -  $\times 2000$

який також крутили 48 годин. Вигляд отриманої суміші після змішування та розмелювання показано на рис.3.15. Як видно на цьому рисунку, порошкова суміш попередньо розмеленого вольфраму з оксидом міді має вигляд сплюснених частинок, покритих дрібними частинками оксиду міді.

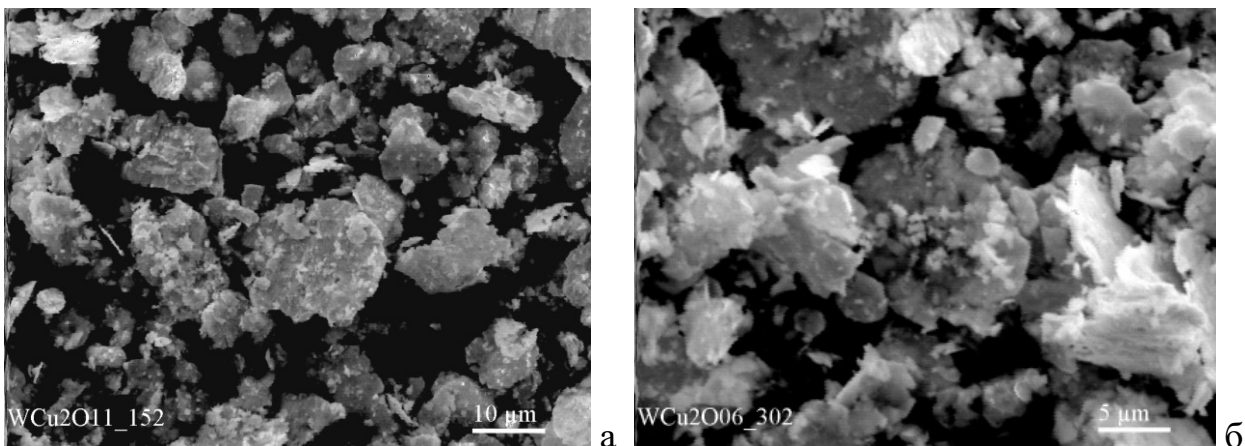


Рис. 3.15. – Зовнішній вигляд суміші порошоків попередньо розмеленого вольфраму та оксиду міді  $\text{Cu}_2\text{O}$  при різних збільшеннях: (а) –  $\times 1500$ , (б) –  $\times 3000$

Для отримання дрібнозернистої вольфрамо-мідної суміші порошоків з даної суміші вольфраму та оксиду міді останню піддавали відновленню у водні спочатку при температурі  $650\text{ }^\circ\text{C}$ , а потім при  $850\text{ }^\circ\text{C}$  протягом 1,5 години, як це прийнято у виробництві дисперсного порошку вольфраму шляхом відновлення триоксиду  $\text{WO}_3$  [214]. Додаткове відновлення призвело до поліпшення якості суміші, оскільки рефлекси оксиду вольфраму на рентгенограмі зникли, проте якась частина кисню, очевидно, залишилася на поверхні частинок вольфраму, оскільки відновлена мідь не повністю покривала поверхню частинок вольфраму, а групувалася в окремі скупчення, що видно на рис. 3.16.

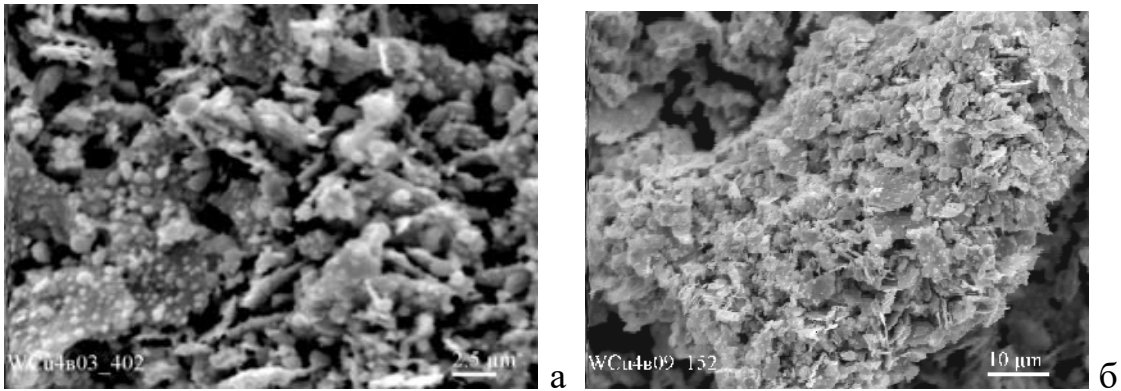


Рис. 3.16. Суміш W–Cu, відновлена із суміші W- Cu<sub>2</sub>O воднем при T=850 °C: а – ізольовані частинки міді на поверхні вольфраму, б – агломерат W–Cu

Як правило, відновлення металів із їх оксидів проводять при використанні гостро осушеного водню. Проте існує спосіб відновлення металів з їх оксидів вуглецем. Цей спосіб застосовують здебільше для отримання металів з оксидів, що важко відновлюються воднем, але іноді його можна застосувати і для звичайних оксидів. Тому в даному випадку інтерес представляв і спосіб відновлення суміші W- Cu<sub>2</sub>O високоактивним вуглецем з урахуванням того, що в суміші крім оксиду міді присутні і оксиди вольфраму. У зв'язку з цим важливо було оцінити ефективність відновлення металу з оксиду вольфраму та оксиду міді вуглецем в порівнянні з відновленням металу з цих оксидів воднем шляхом проведення розрахунків щодо зміни вільної енергії або енергії Гіббса в залежності від температури нагрівання або температури реакції оксиду з відновником. Розрахунок енергії Гіббса був проведений методом Тьомкіна-Шварцмана [215] для випадків використання водню і вуглецю та проходження реакції при атмосферному тиску. Розрахунок проводили за трьома можливими реакціями, які дали наступні вирази зміни енергії Гіббса в залежності від температури процесу:

1.  $WO_3 + 3H_2 = W + 3H_2O; \rightarrow \Delta G = 21857 - 18.18 \times T$ , Кал/моль ( $\Delta G = 91514 - 76.12 \times T$ , Дж/моль), точка перетину з віссю температури 1171,7 К (898,7 °C);
2.  $WO_3 + 3C = W + 3CO; \rightarrow \Delta G = 118628. - 120.54 \times T$ , Кал/моль ( $\Delta G = 496672 - 504.675 \times T$ , Дж/моль), точка перетину з віссю температури 978,4 К (705,4 °C);
3.  $WO_3 + 1,5C = W + 1,5CO_2; \rightarrow \Delta G = 57148.5 - 57.42 \times T$ , Кал/моль ( $\Delta G = 239269. - 240.4 \times T$ , Дж/моль), точка перетину з віссю температури 986,6 К (713,6 °C);

Аналогічні розрахунки зміни енергії Гіббса були проведені і для відновлення міді з його оксиду Cu<sub>2</sub>O воднем і вуглецем. Ці розрахунки проведено також за трьома реакціями, які наведено нижче і які дають наступні рівняння зміни енергії:

4.  $0,5\text{Cu}_2\text{O}+0,5\text{H}_2=\text{Cu}+0,5\text{H}_2\text{O}$ ;  $\rightarrow \Delta G=-9595-1.44\times T$ , Кал/моль ( $\Delta G=-40172-6.015\times T$ , Дж/моль), точка перетину з віссю температури 364,7 К (91,7 °С);
5.  $0,5\text{Cu}_2\text{O}+0,5\text{C}=\text{Cu}+0,5\text{CO}$ ;  $\rightarrow \Delta G=6529-18.5\times T$ , Кал/моль ( $\Delta G=27337 -77.4\times T$ , Дж/моль), точка перетину кривих за реакціями 4 та 5 – 946,9 К (673 °С);
6.  $0,5\text{Cu}_2\text{O}+0,25\text{C}=\text{Cu}+0,25\text{CO}_2$ ;  $\rightarrow \Delta G=-3717-7.98\times T$ , Кал/моль ( $\Delta G=-15562-33.4\times T$ , Дж/моль), точка перетину кривих за реакціями 4 і 6 - 908.4 К (635 °С).

Зазначимо, що термодинамічні константи для учасників хімічної реакції було взято з роботи [216]. Результати розрахунків щодо зміни енергії Гіббса при відновленні металів з їх оксидів різними відновниками показані на рис. 3.17.

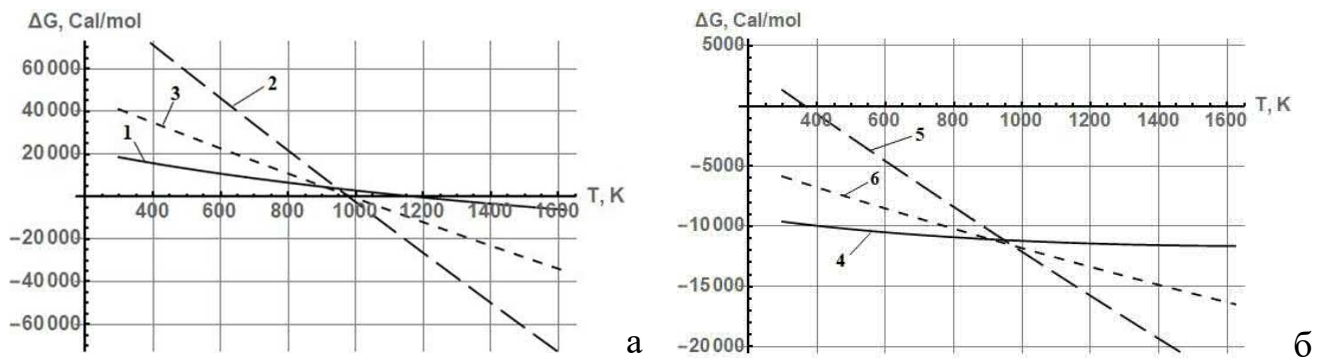


Рис.3.17. – Зміна енергії Гіббса від температури реакції між оксидом вольфраму  $\text{WO}_3$  та відновниками воднем та вуглецем за реакціями: 1-  $\text{WO}_3+3\text{H}_2=\text{W}+3\text{H}_2\text{O}$ , 2 -  $\text{WO}_3+3\text{C}=\text{W}+3\text{CO}$  и 3 -  $\text{WO}_3+1,5\text{C} = \text{W}+1,5\text{CO}_2$  (а), і зміна енергії Гіббса від температури реакції між оксидом міді  $\text{Cu}_2\text{O}$  та такими ж відновниками за реакціями: 4 –  $0,5\text{Cu}_2\text{O}+0,5\text{H}_2=\text{Cu}+0,5\text{H}_2\text{O}$ , 5 –  $0,5\text{Cu}_2\text{O}+0,5\text{C}=\text{Cu}+0,5\text{CO}$  и 6 –  $0,5\text{Cu}_2\text{O}+0,25\text{C}=\text{Cu}+0,25\text{CO}_2$  (б)

Як показує розрахунок та рис. 3.17а вольфрам з оксиду вольфраму енергетично вигідніше відновлювати вуглецем при температурах вище 700 °С, а відновлення міді з оксиду міді воднем енергетично вигідніше в порівнянні з відновленням вуглецем до температур 635 °С. З цих же розрахунків видно, що якщо оксид міді та оксид вольфраму нагрівати до температури вище 700 °С, енергетично вигідніше відновлювати метали з цих оксидів вуглецем, а не воднем.

Тому друга серія експериментів була проведена із сумішшю W-Cu, отриманої із суміші W-32.4 мас. %  $\text{Cu}_2\text{O}$  шляхом додавання до неї як сахарози, так і високодисперсної сажі К354 та подальшого прогріву отриманої шихти при температурі 900 °С. Кількість доданої сахарози та сажі була різною. Однак вплив кількості сахарози та сажі на якість порошкової суміші окремо не вивчалось, а досліджувалися властивості ущільнених при різних температурах зразків.



### *Підготовка суміші порошоків міді та хрому*

Композити на основі міді та хрому найбільш ефективно використовуються як дугогасні контакти вакуумних вимикачів [217, 218]. Більшість досліджень цих матеріалів стосується композитів із вмістом хрому 15-30 мас.% [219-224]. Такі композити отримують, як правило, вільним спіканням за наявності рідкої фази, що, однак, не виключає пористість у зразках. Більш високий вміст хрому порошкової суміші погіршує процес ущільнення і призводить до підвищеної пористості виробів і, отже, зниження властивостей і стійкості контактів. Крім того, висока температура спікання зразків сприяє зростанню частинок хрому та укрупненню структури в цілому, що також негативно впливає на експлуатаційну стійкість виробів. Тому важливо було провести дослідження щодо вивчення впливу температури ударного ущільнення у вакуумі на щільність, структуру та властивості зразків мідно-хромових композитів з різним вмістом хрому. Ініціаторами цього дослідження були співробітники ІПМ НАН України зав. лаб., д.т.н. Р. В. Мінакова та ст. н. с., к. т. н. Є. В. Хоменко.

Інтерес представляли три мідно-хромові композити з об'ємним вмістом хрому 35, 50 і 65%. В якості вихідних компонентів для підготовки порошкових сумішей Cu–Cr було обрано порошок електролітичної міді марки ПМС-1 і порошок хрому (вміст металу 99,3 мас.%), відновлений гідридом кальцію і показаний на рис. 3.18.

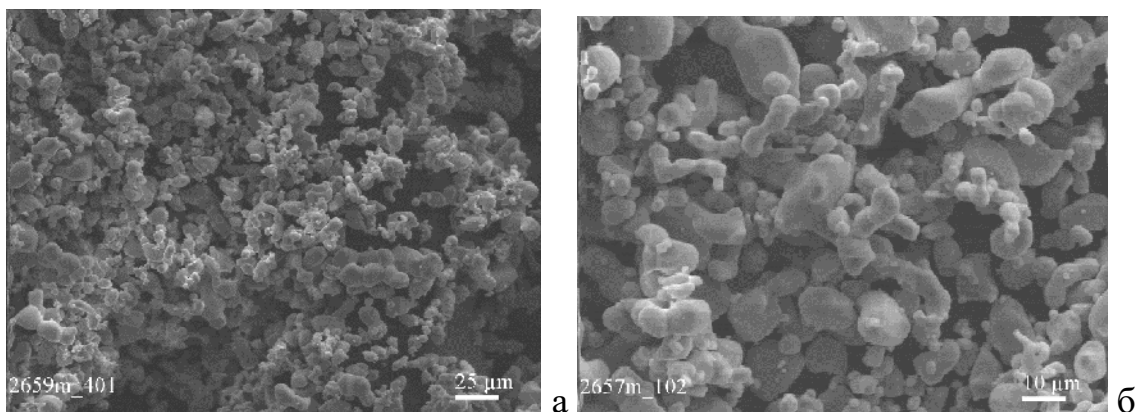


Рис. 3.18. – Зовнішній вигляд порошку хрому, відновленого гідридом кальцію, при різних збільшеннях: (а)  $\times 300$ , (б)  $\times 750$

Порошки міді та хрому з об'ємним вмістом останнього 35, 50 та 65 об. % змішували і розмелювали в кульовому млині з твердосплавними кулями протягом 48 годин в середовищі етилового спирту при співвідношенні маси куль до маси суміші 8:1, 9:1 і 11:1 відповідно.

### 3.1.3. Суміші порошків кобальту та карбїду вольфраму Co-WC

Перед вибором для досліджень щодо ударного ущільнення конкретних порошкових сумішей Co-WC зауважимо, що такі суміші та спечені з них вироби знайшли широке застосування в промисловості під назвою тверді сплави, і вони (суміші WC-Co) містили в основному карбїд вольфраму, а кобальт використовували як зв'язку для карбїдних частинок та його об'ємний вміст залежав від призначення виробів та змінювався від 10 до 37%. Суміші даних порошків з вмістом кобальту більше половини за обсягом не мають практичного застосування, хоча такі суміші становлять інтерес для створення алмазовмісних композицій для яких, як відомо з робіт [19, 20, 225], кобальт є найкращою матрицею серед інших металів. Традиційна технологія одержання твердих сплавів WC-Co заснована на рідкофазному спіканні, що дозволяє отримувати практично щільні зразки з високими значеннями міцності на вигин, тріщиностійкості та твердості. У той же час, технологія спікання в рідкій фазі має ряд недоліків таких як: наявність при незначній пористості великих пор; висока інтенсивність зростання дрібнозернистих частинок карбїду вольфраму; наявність обмежених можливостей для створення градієнтних структур.

Для усунення таких недоліків як інтенсивне зростання карбїдних частинок і деградація градієнтних структур ефективним може бути напрямок розробки та використання методу ущільнення порошків у твердій фазі, тобто при знижених температурах, а також у рідкій фазі, але при коротких ізотермічних витримках. Тому проведення досліджень із ударного ущільнення даних порошкових сумішей в широкому діапазоні температур було і є актуальним напрямком.

Для проведення досліджень щодо впливу ударного навантаження при різних температурах на процес ущільнення, спікання, структуру та властивості зразків WC-Co було обрано порошкові суміші з різним вмістом пластичної фази, тобто кобальту.

#### ***Порошкова суміш із вмістом кобальту 25 об. % (16 мас. %)***

Спочатку інтерес представляли класичні тверді сплави WC-Co з відносно невеликим вмістом кобальту і для дослідження було обрано стандартну середньозернисту порошкову суміш із вмістом кобальту 16 мас. % (25 об. %), яка використовується для виготовлення зубків бурових доліт.

Поряд з дослідженнями середньозернистої суміші порошків WC і Co важливо було дослідити також дрібнозернисту порошкову суміш з таким же вмістом кобальту. Але через відсутність стандартної дрібнозернистої суміші WC-Co з об'ємним вмістом кобальту 25%, таку суміш необхідно було підготувати. Для підготовки дрібнозернистої суміші порошків карбиду вольфраму та кобальту в якості вихідних порошків були використані стандартна малокобальтова суміш ВК6М і порошковий кобальт, фото якого представлено на рис. 3.5б. Порошкову суміш ВК6М, порошок кобальту та додану сажу (0,107 мас. % від маси ВК6М та кобальту) змішували в кульовому барабані з твердосплавними кулями протягом 24 годин у середовищі ацетону і при співвідношенні мас кулі: порошок = 9:1. В результаті такого змішування і розмелювання була отримана дрібнозерниста суміш ВК16М. Вигляд порошкових сумішей ВК6М та ВК16М представлено на рис. 3.19. Питома поверхня суміші ВК16М була 1,92 м<sup>2</sup>/г. Вміст кисню у цій суміші був 1,6 мас. %, а вуглецю – 5,7 мас. % (проба №149).

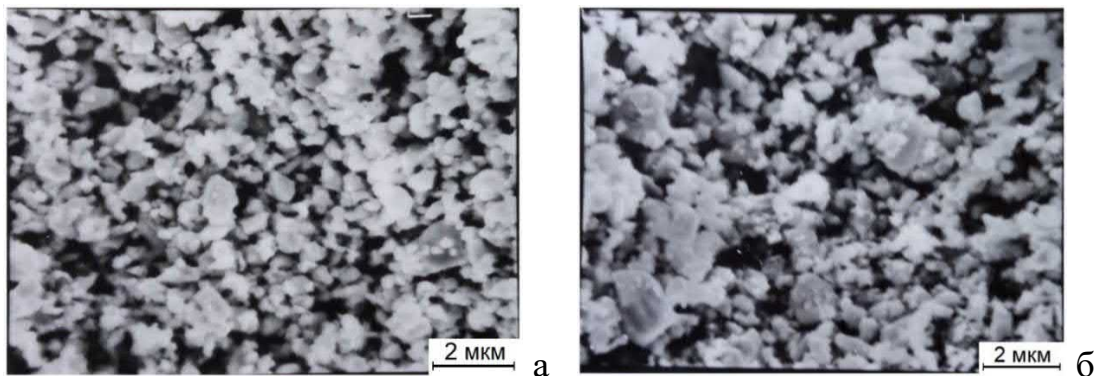


Рис. 3.19. – Зовнішній вигляд стандартної дрібнозернистої суміші ВК6М (а) та нової підготовленої суміші ВК16М(б)

#### ***Порошкова суміш із вмістом кобальту 30 об.% (20 мас. %)***

Карбидовольфрамкові тверді сплави з підвищеним вмістом металевої зв'язки використовують в промисловості меншою мірою, ніж малокобальтові тверді сплави, але вони мають підвищену міцність на вигин. Тому їх застосовують у найбільш важких умовах експлуатації, тобто для виготовлення інструменту, що сприймає при експлуатації ударні навантаження, наприклад, при висаджуванні болтів, заклепок, гайок та інших деталей, які одержують за допомогою обробки тиском. Можна нагадати, що середньозернистий твердий сплав ВК20 (середній розмір частинок карбиду вольфраму 2 мкм) характеризується максимальною міцністю на вигин у

відомій залежності міцності від вмісту зв'язки, показаної в роботі [226, с. 14]. Однак цей максимум міцності відповідає рівню 2300 МПа, хоча з інших джерел впливає, що міцність на вигин сплавів WC-20 мас. % Co може досягати 3000 МПа [227, 228].

Для проведення досліджень з вільного спікання та ударного ущільнення сплаву з 30 об. % кобальту було обрано звичайний середньозернистий твердий сплав BK20, хімічний склад якого за даними виробника та за результатами визначення в ІПМ НАН України представлено у табл. 3.8.

Таблиця 3.8. – Хімічний склад порошкової суміші WC-20 мас. %Co

Матеріал	Хто виконав	Хімічний елемент				
		C <sub>обц</sub>	C <sub>своб</sub>	O <sub>2</sub>	Co	Fe
BK20	ВНІТС	4,76	0,08	0,41	20,1	не визнач.
	ІПМ НАНУ	5,1	не визнач	0,36	19,0	0,02

Зауважимо, що теоретичний вміст вуглецю у суміші карбіду вольфраму з 20 мас. % кобальту становить 4,9 мас. % ( $6,13 \times 0,8$ ). Але для забезпечення при спіканні двофазної структури допускається і більш низький вміст вуглецю, але не нижче 4,75 мас. % за даними І. М. Чапорової та К. С. Чернявського [229] або 4,53 мас. % за даними М. М. Бабича [230]. Таким чином, ця суміш за хімічним складом є відносно якісною. Питома поверхня цієї суміші була 0,72 м<sup>2</sup>/г.

### ***Порошкова суміш із вмістом кобальту 38 об. % (26 мас. %)***

У зв'язку з тим, що дрібнозернисті суміші мають підвищену твердість, але знижену тріщиностійкість, то інтерес для дослідження викликала дрібнозерниста суміш з підвищеним вмістом кобальту, в якій можуть поєднуватися відносно високі значення твердості і в'язкості руйнування. Крім того, більш високий вміст пластичного кобальту в сплаві WC-Co може полегшити процес ущільнення пористих заготовок у твердій фазі при ударному навантаженні. Тому в даному випадку була підготовлена дрібнозерниста суміш із підвищеним вмістом пластичної фази. Така суміш із вмістом кобальту майже 40 % за обсягом була отримана змішуванням у кульовому барабані стандартної дрібнозернистої суміші BK6M та дрібнозернистого порошку кобальту, представленого на рис. 3.5а. Змішування проводили в середовищі ацетону протягом 24 годин при співвідношенні маси куль до маси суміші 3:1. Отримана суміш порошоків мала розмір частинок в основній масі менше 1 мкм і ця суміш показана на рис. 3.20. Питома поверхня даної суміші була

виміряна методом ртутної порометрії і дорівнювала  $1,92 \text{ м}^2/\text{г}$ .

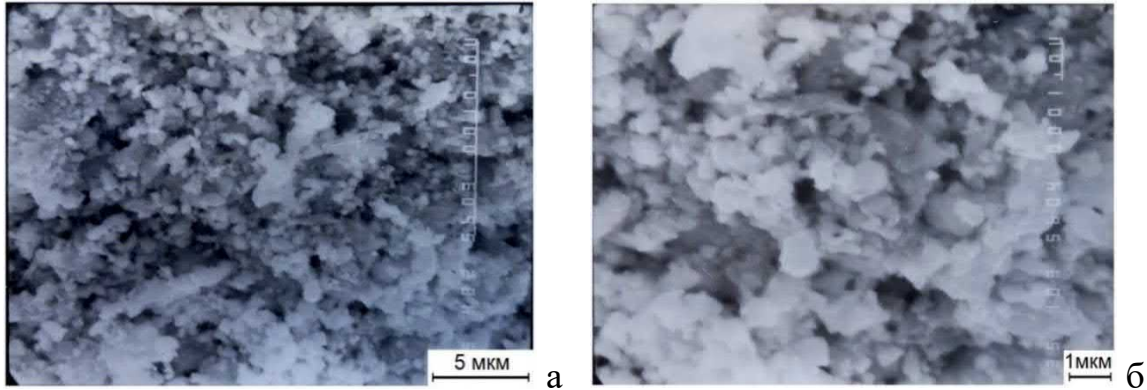


Рис. 3.20. – Зовнішній вигляд порошкової дрібнозернистої суміші WC-Co з вмістом кобальту по масі 26 % (38 об. %) при різних збільшеннях: (а)  $\times 3000$ , (б) –  $\times 7500$

### ***Порошкова суміш із вмістом кобальту 54 об. % (40 мас. %)***

Порошкова суміш BK40 (WC-40 мас.% Co) була підготовлена шляхом додавання до стандартної суміші WC-20 мас.% Co звичайного дрібнозернистого порошку кобальту. Змішування суміші BK20 і порошку кобальту проводили в кульовому барабані в середовищі спирту протягом 76 годин при співвідношенні мас кулі:суміш = 6:1. Суміш BK20 та отримана в результаті змішування її з кобальтом суміш WC-40 мас. % Co показані на рис. 3.21. Вміст загального вуглецю та кисню у новій суміші BK40 було на рівні 3,8 та 2,19 мас. % відповідно. Оскільки суміш містила підвищену кількість кисню, то спочатку проводився пошук оптимальної добавки вуглецевмісної сполуки (сахарози) для нейтралізації (видалення) надлишкового кисню. Було встановлено, що для твердого сплаву BK40 необхідно вводити в порошкову суміш 3,5% сахарози від маси порошкової заготовки. Порошок сахарози додавали в порошкову суміш і перемішували вручну в агатовій ступці перед пресуванням при кімнатній температурі одного брикету.

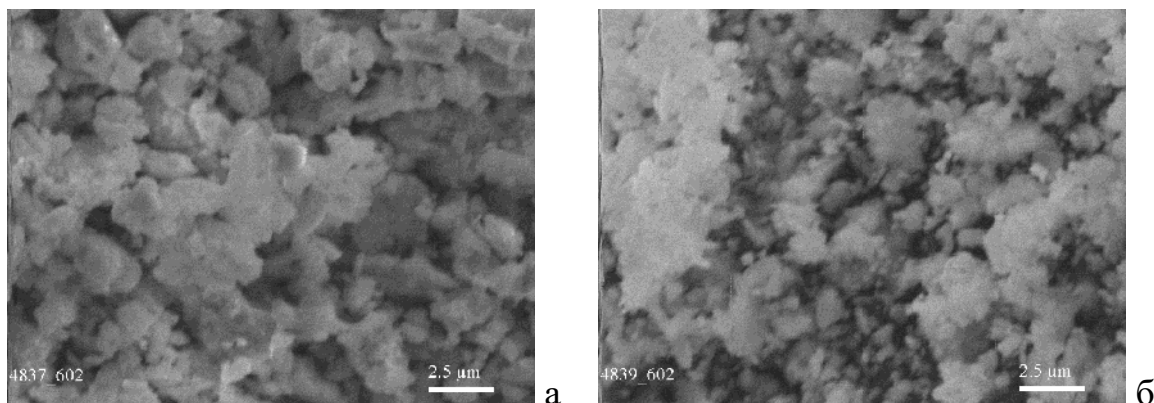


Рис. 3.21. – Зовнішній вигляд стандартної порошкової суміші WC-20 мас. % Co (а) і цієї ж суміші з додатковим вмістом кобальту WC-40 мас.% Co (б)

### 3.1.4. Суміші порошків карбіду вольфраму WC з іншими металами та інтерметалідною сполукою (WC-Ni, WC-Cu, WC-Ni<sub>3</sub>Al)

Спроби замінити кобальт у класичних твердих сплавах WC-Co робилися фактично з появи твердосплавних виробів у промисловості, тобто на початку ХХ століття. З одного боку, це було обумовлено дорожнечою кобальту, а, з іншого боку, прагненням отримати ще більш якісний матеріал. Однак, досі карбідовольфраміві тверді сплави з кобальтовою зв'язкою випускаються у великому обсязі і тільки в деяких випадках використовуються тверді сплави з альтернативною кобальту зв'язкою. Тим не менш, роботи з дослідження твердих сплавів з іншими металевими і металопоподібними зв'язками періодично проводяться.

#### *Суміш порошків карбіду вольфраму з 38 об.% нікелю (26 мас. %).*

Для отримання дрібнозернистої суміші порошків WC-26 мас. % Ni застосували дві стадії. Спочатку провели розмелювання мікронного порошку карбіду вольфраму в кульовому барабані протягом 120 годин у середовищі ацетону і при співвідношенні маси твердосплавних куль до маси порошку WC 15:1. В результаті цього процесу середній розмір частинок карбіду вольфраму вийшов в області 0,3 мкм. Потім цей порошок змішали з порошком карбонільного нікелю розміром 2-5 мкм (див. рис. 3.3) також в кульовому барабані в середовищі ацетону протягом 132 годин при співвідношенні мас кулі:суміш=11:1. Зовнішній вигляд розмеленого порошку карбіду вольфраму та отриманої суміші його з нікелем показано на рис. 3.22.

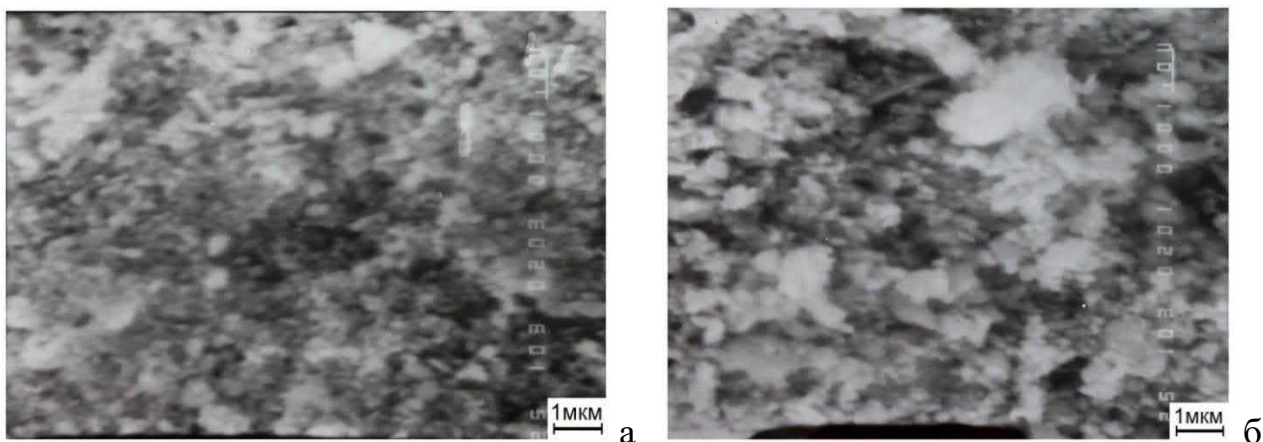


Рис.3.22. – Зовнішній вигляд порошку карбіду вольфраму, розмеленого в кульовому барабані протягом 120 годин, (а) та наддрібнозернистої суміші порошків карбіду вольфраму та нікелю (б)

***Порошкова суміш карбїду вольфраму з 50 об.% мідї (36 мас. %)***

Як відомо, мідь не використовується в якості зв'язки для карбїду вольфраму, оскільки вона гірше змочує карбїд вольфраму (кут змочування - 20-31° [231-234]) і практично не взаємодіє з карбїдом вольфраму (не розчиняє карбїд вольфраму і не розчиняється в ньому), а також є менш міцною і м'якшою, ніж кобальт, нікель і залізо. Однак, композит на основі карбїду вольфраму з мідною складовою представляє інтерес як перспективний матеріал для декількох додатків, зокрема, для отримання високозносостійких електричних контактів і електродів, для використання як матриці алмазовмісних композитів, а також для створення градієнтних композитів, необхідних в ядерній енергетиці [235-242]. Слід зазначити, що найбільш поширеними методами одержання композитів, що містять мідь та тугоплавку складову, є рідкофазне спікання [243, 244] та просочення міддю каркасу з тугоплавких частинок [245-247]. Але підвищений інтерес представляє метод ударного ущільнення в твердій фазі.

Для проведення досліджень з ударного ущільнення було вибрано композит на основі карбїду вольфраму з об'ємним вмістом мідї 50 % (36 мас. %). Такий об'ємний вміст мідї застосовується для виготовлення вольфрам-мідних псевдосплавів, механічні властивості яких можуть бути базою для порівняння з властивостями досліджуваного композиту на основі карбїду вольфраму. В якості вихідних порошків були обрані стандартні порошки карбїду вольфраму КД12 і мідї ПМС-1. З метою отримання наддрібнозернистої суміші порошків вихідний порошок карбїду вольфраму розмелювали в кульовому барабані протягом 24 годин в середовищі спирту. При цьому співвідношення маси тврдосплавних куль до маси порошку

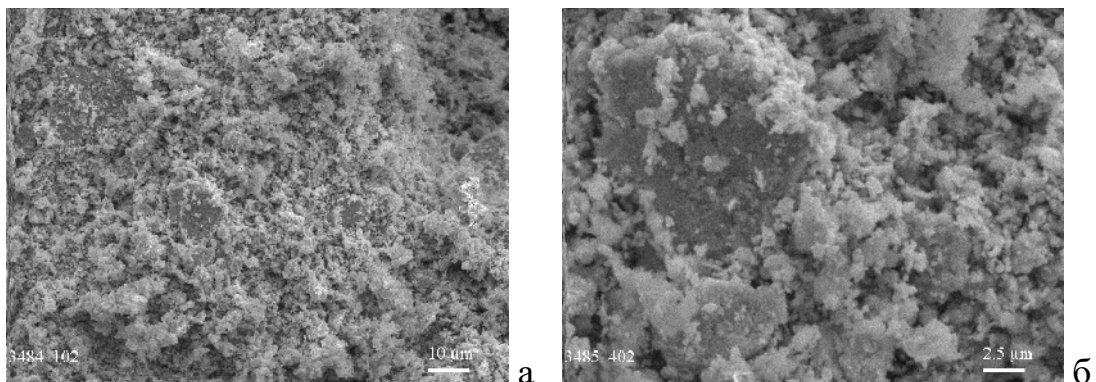


Рис. 3.23. – Суміш порошків WC-36 мас. % Cu після інтенсивного механічного розмелювання в кульовому барабані при різних збільшеннях: (а) –  $\times 750$ , (б) –  $\times 300$

карбіду вольфраму було 9:1. Потім задану кількість порошку міді, просіяного через сито з коміркою 40 мкм, додали в розмелений порошок карбіду вольфраму і суміш порошоків WC і Cu розмелювали ще 50 годин. Вигляд підготовленої таким чином суміші порошоків показано на рис. 3.23. Висушена суміш містила 4,01 мас. % вуглецю та 2,22 мас. % кисню.

***Порошкова суміш карбіду вольфраму з 55 об.% інтерметаліду Ni<sub>3</sub>Al (37 мас. %)***

У зарубіжній літературі представлені результати дослідження композитів WC-Ni<sub>3</sub>Al з різним об'ємним вмістом інтерметаліду від 17 до 68% [248-255]. При цьому для отримання щільних зразків були використані різні методи порошкової металургії - від звичайного спікання в рідкій фазі та інфільтрації до гарячого пресування та лазерної обробки [256]. Більшу увагу привертають все ж таки методи, засновані на гарячій обробці тиском і, зокрема, метод ущільнення під дією ударного навантаження. Для проведення за допомогою даного методу досліджень з вивчення структури та властивостей матеріалу було обрано композит на основі карбіду вольфраму з об'ємним вмістом інтерметаліду 55 % (37 мас. %).

Для підготовки суміші використовували розмелений порошок карбіду вольфраму марки KM22 і порошок інтерметаліду Ni<sub>3</sub>Al. Ці порошки змішували і розмелювали в кульовому барабані в середовищі бензину при співвідношенні маси куль до маси порошку 8:1 протягом 73 годин. Отриману суміш порошоків WC+Ni<sub>3</sub>Al представлено на рис. 3.24. Хімічний аналіз цієї суміші показав наявність вуглецю в кількості 3,9 мас. %, а кисню – 0,9 мас. %.

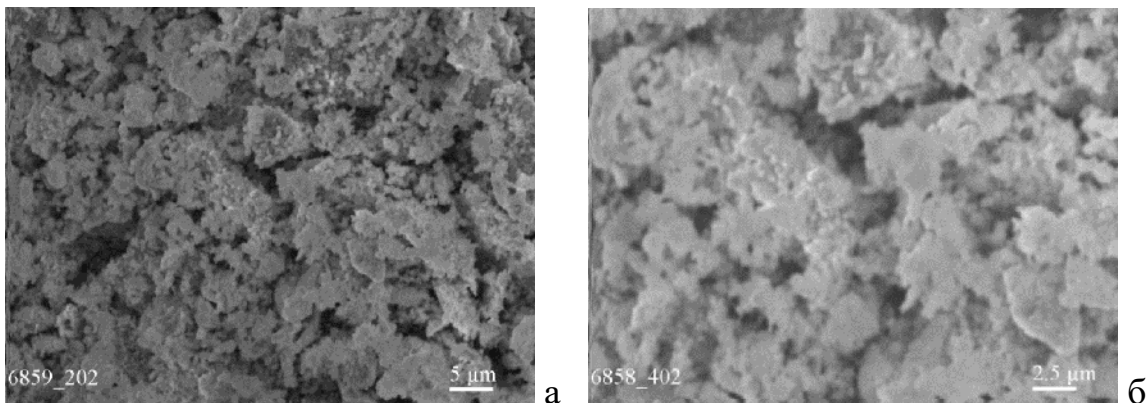


Рис. 3.24. – Суміш порошоків попередньо розмеленого карбіду вольфраму та інтерметаліду Ni<sub>3</sub>Al при різних збільшеннях: (а) – ×1500, (б) – ×3000



### 3.2. Схема процесу ударного ущільнення, вибір температурно-часових та енергосилових параметрів отримання зразків

#### 3.2.1. Схема ударного ущільнення порошків та порошкових брикетів у вакуумі при заданій температурі

Перед ударним ущільненням порошків проводили, як правило, холодне (при кімнатній температурі) пресування порошку для отримання брикету циліндричної форми або форми таблетки з конічною бічною поверхнею, що має кут між віссю і твірною конуса  $5^\circ$ . Ударне ущільнення порошку з насипаного стану практично не проводилося. Порошкові брикети з конічною бічною поверхнею використовувалися в тому випадку, коли при нагріванні брикету спостерігалася підвищена ступінь усадки, і діаметр брикету перед ударом суттєво зменшувався, що призводило до великого зазору між зразком і стінкою графітової втулки, в яку вставлявся зразок, як показано на рис. 3.25а. Для виключення зазору графітова втулка, яка виконана під конічні брикети, мала внутрішню поверхню у вигляді відповідного конуса, як показано на рис. 3.25б, і зразок при нагріванні та зменшенні в діаметрі опускався в графітову втулку, виключаючи при цьому утворення зазору.

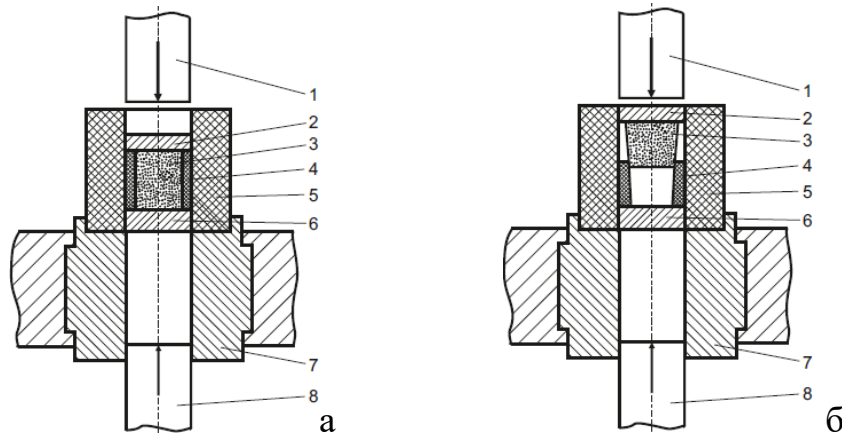


Рис. 3.25. – Схема розташування у графітовій втулці циліндричного (а) та конічного (б) брикетів із порошку перед ударним ущільненням. 1, 8 – верхній та нижній пуансони; 2, 6 – верхня та нижня прокладки; 3 – брикет із порошку; 4 – пориста втулка; 5 – нагрівальна втулка; 7- сталева матриця

Отримані із порошку шляхом холодного пресування брикети були двох типорозмірів. В одному випадку діаметр циліндричних брикетів був 25 мм, а в іншому – 15 мм. Такі брикети показано на рис. 3.26. Великі брикети вставляли в пористу графітову втулку так, як показано на рис. 3.27а, яку після нагрівання у вакуумній камері разом з брикетом піддавали ударному ущільненню в холодній

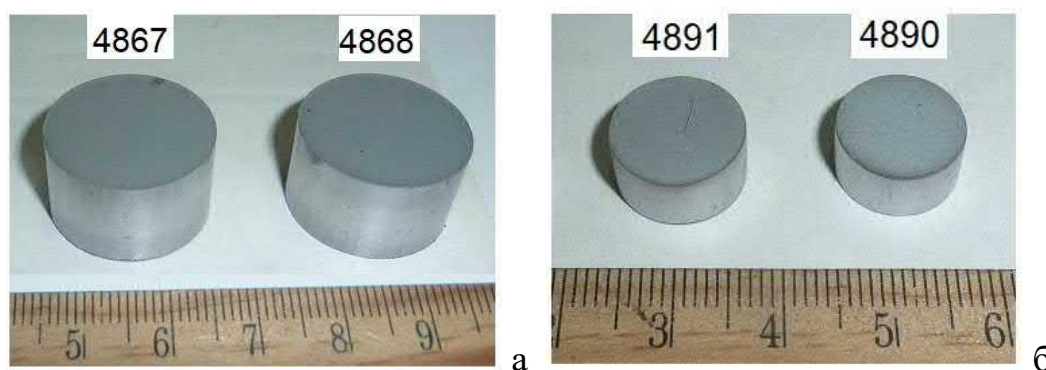


Рис. 3.26. – Зовнішній вигляд сирих циліндричних брикетів із порошку Fe (Diafe5000) двох типорозмірів: великого,  $\varnothing$  25 мм, (а) та маленького,  $\varnothing$  15 мм, (б). Зверху показані номери конкретних зразків

матриці. При цьому графітова втулка запобігала контакту нагрітого брикету з холодною стінкою матриці і забезпечувала радіальну деформацію брикету при ущільненні. Вид самих брикетів після ударного ущільнення при різних температурах показано на рис. 3.27б.

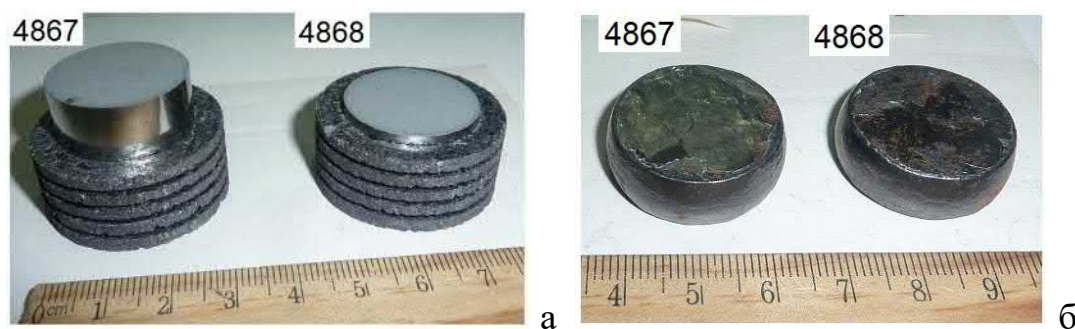


Рис. 3.27. – Зовнішній вигляд сирих брикетів, розташованих у графітовій втулці перед ущільненням (а), та після ударного ущільнення при вибраній температурі (б), але вже без графітової втулки

Однак при використанні маленьких за розміром брикетів і ущільненні їх у матриці для великих брикетів потрібно було використовувати додаткові деталі у вигляді пористих кілець з металу, що оточують маленький брикет і мають зовнішній діаметр, який дорівнює діаметру великого брикету. Маленький брикет розташовувався всередині металевих пористих кілець і піддавався ударному ущільненню разом з пористими металевими кільцями. Отриманий після ущільнення зразок був комбінованим, тобто він складався з основного зразка, розташованого в центрі та двох концентричних кілець. Допоміжні кільця виготовлялися в основному із крупнозернистого залізного порошку, але в деяких випадках, особливо для низькотемпературного ущільнення, для внутрішніх кілець використовували порошки міді або нікелю. Окремо зібрані комбіновані брикети і потім вставлені в

пористу графітову втулку перед ударним ущільненням показані на рис. 3.28. Комбіновані брикети на рис. 3.28а, відрізняються матеріалом серцевини. Зокрема, серцевина комбінованого брикету під номером 4919 складається з порошку заліза, а серцевина брикету під номером 4920 – з порошку нікелю. Такі брикети вставляли в одну графітову втулку, рис. 3.28б для проведення спільного ударного ущільнення.

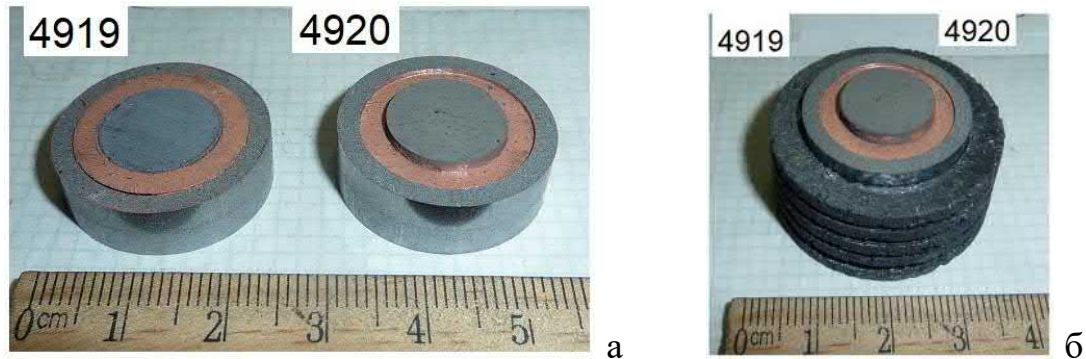


Рис. 3.28. – Зовнішній вигляд самостійних комбінованих брикетів з серцевиною із Fe та Ni (а) та після їх укладання в пористу графітову втулку для нагрівання та ударного ущільнення (б), де зразок 4919 (Fe-Diafe5000) розташований знизу, а зразок 4920 (Ni-ПНК-ОТ1) - зверху

Для запобігання схоплювання двох брикетів між собою при ударному ущільненні їх розділяли всередині графітової втулки прокладками із молібденової фольги. Отримана в результаті ударного ущільнення відразу двох комбінованих брикетів заготовка показана на рис. 3.29а. Таку заготовку легко розділити на два зразки завдяки молібденовим прокладкам між зразками, що показано на рис. 3.29б.

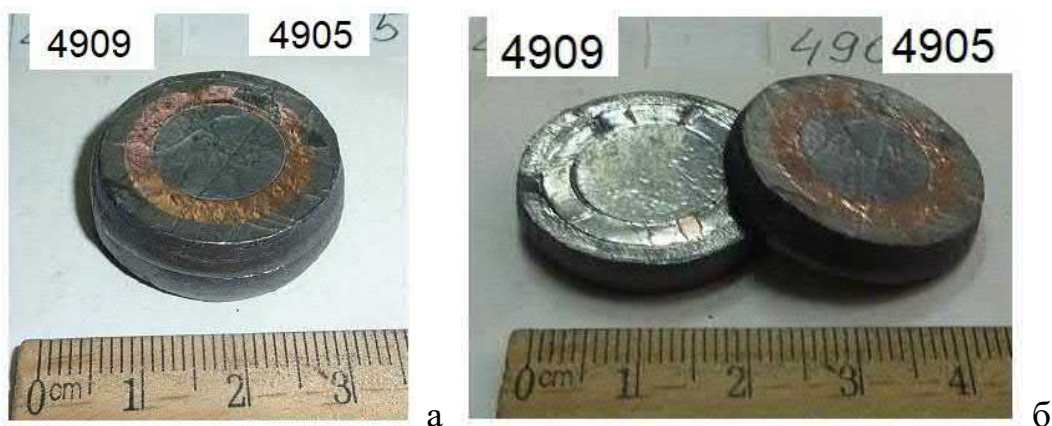


Рис. 3.29. – Зовнішній вигляд зразка, отриманого ударним ущільненням двох комбінованих брикетів (а), та вигляд цих брикетів після розділу (б), де зразок 4909 (Ni+WC) розташований знизу, а зразок 4905 (Fe+WC) – зверху

Слід зазначити і те, що ударне ущільнення відразу двох розташованих один над іншим брикетів проводили як у разі використання комбінованих брикетів, так і у разі дослідження ущільнення одинарних чи великих брикетів. Спільне ударне

ущільнення двох одинарних брикетів застосовували в основному для випадків, коли брикети із зменшеною вдвічі висотою попередньо спікали для оцінки їхньої усадки при різних температурах. Такі брикети потім вставляли в графітову втулку та піддавали ударному ущільненню при тій чи іншій температурі. Як приклад наведемо результати експерименту ударного ущільнення порошку титану, де брикети спочатку спікали, а потім повторно нагрівали для ударного ущільнення. Такі брикети спочатку спечені протягом 80 хв при температурі 950 °С (4658, 4659) і 1100 °С (4625, 4626), а потім повторно нагріті до температури 850 °С (4625, 4658) і 950 °С (4626, 4659) і ущільнені під дією ударного навантаження, показані на рис.3.30.



Рис.3.30. – Вигляд спечених протягом 80 хв при температурі 950 °С (4658,4659) та 1100 °С (4625, 4626) брикетів з порошку титану (а) та їх зовнішній вигляд після ударного ущільнення при температурі 850 °С (4658, 4659) (4626, 4626) (б)

Графітова втулка з розташованим усередині порошковим брикетом закривається знизу та зверху дисковими прокладками з жароміцного матеріалу (молібденового евтектичного сплаву або жароміцного нікелевого сплаву) так, як показано на рис. 3.31 (а, б). Така конструкція або «збірка», що складається з порошкового брикету, який оточено з усіх боків прокладками, вставляється ще у велику графітову втулку, рис. 3.31в. Велика графітова втулка з розташованою



Рис. 3.31. – Вигляд «збірки», що складається з сирого брикету, вставленого в графітову втулку з кільцевими виточками і закритого з торців жароміцними прокладками з молібдену (а) і сталі (б), яка, в свою чергу, вставляється у велику нагрівальну графітову втулку (в)

всередині «збіркою» завантажується у вакуумну камеру і нагрівається до заданої температури шляхом пропускання через неї електричного струму. Після ізотермічної витримки велика графітова втулка переміщується разом із брикетом у зону вакуумної камери, де здійснюється ударне ущільнення нагрітого брикету в холодній матриці. Після ущільнення зразок з прокладками виштовхується з матриці у велику графітову втулку і переміщується до шлюзової камери для остаточного охолодження і виймання з вакуумної камери. Вид спресованої в результаті ударного ущільнення «збірки», а також вид ущільненого зразка після видалення графітової втулки показані на рис. 3.32.

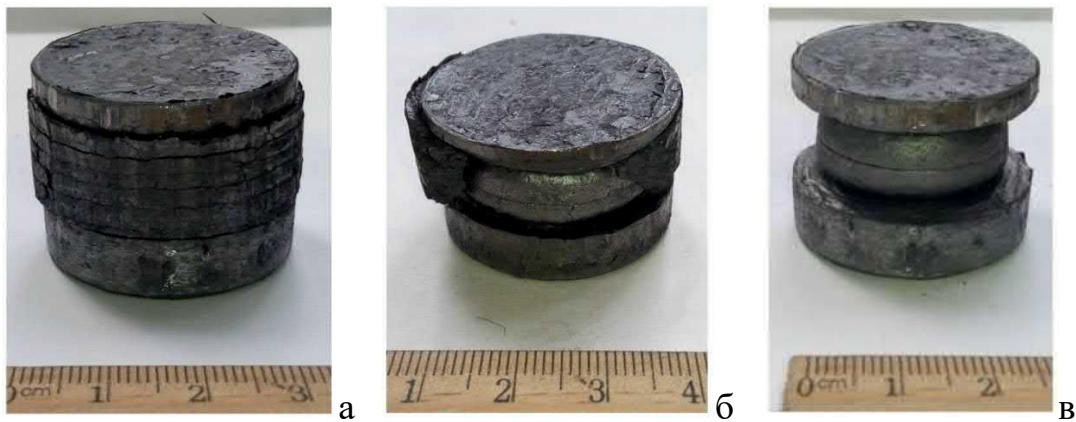


Рис. 3.32. – Вигляд «збірки» після ударного ущільнення при заданій температурі (а), та вид ущільнених зразків усередині графітової втулки (б) та без втулки (в)

Постадійна схема процесу нагріву, ударного ущільнення, виштовхування з матриці та охолодження брикету з навколишніми прокладками показана в розділі 1 на рис. 1.35. Цей процес здійснювали на модернізованій експериментальній установці, вид якої показано на рис. 2.11, а принципова схема – на рис. 2.12.

### 3.2.2. Температурно-часові та енерго-силові параметри ударного ущільнення порошків для отримання зразків

#### *Однофазні металеві порошки (Cu, Fe, Ni, Co, Ti, W)*

##### **Мідь**

Мідний порошок марки ПМС-1, див. рис.3.1, попередньо ущільнювали при кімнатній температурі в циліндричній матриці під тиском 100 МПа. При цьому відносна щільність циліндричних брикетів відповідала значенням 57-58% щільності компактної міді. Отримані сирі брикети завантажували у вакуумну камеру з тиском  $10^{-4}$  мм. рт. ст., нагрівали до заданої температури, витримували та ущільнювали ударним способом з енергією 8 кДж. Ущільнення проводили при температурах 25, 250, 450, 650, 750, 850, 950 і 1050 °С, але після ізотермічної витримки протягом 20 хв. Проводилося контрольне вільне спікання зразків у вакуумі при температурах 850 і 1050 °С протягом 20 хв для визначення пористості брикетів перед ударним пресуванням. Було встановлено, що щільність зразків у результаті спікання при 850 °С була збільшена до 71 %, а при 1050 °С – до 84 %. Крім того, проводилося пресування брикету при температурі 250 °С, але перед цим пресуванням він був нагрітий до температури 850 °С, витриманий протягом 20 хв, потім охолоджений до температури 250 °С, знову витриманий протягом 20 хвилин і ущільнений під дією удару. Спресовані за різних температур зразки мали вигляд плоских дисків з діаметром 26-27 мм і висотою 9-10 мм.

##### **Залізо**

В даному випадку для досліджень було вибрано два порошки заліза – вітчизняний ПЖЗМ2 та німецький Diafe5000, див. рис.3.2.

Для проведення ударного ущільнення сирі брикети були отримані при тиску 500 МПа. Такий тиск забезпечив відносну щільність брикетів із порошку ПЖЗМ2 на рівні 80-82%, а з порошку DIAFe5000 – 74-75%. Отримані брикети завантажували у вакуумну камеру, нагрівали до заданої температури та після ізотермічної витримки протягом 20 хв ущільнювали шляхом застосування ударного навантаження. Питома енергія удару становила 1200 Дж/см<sup>3</sup>, а швидкість деформування – 6,5 м/с. Ущільнення проводили при температурах 600, 700, 800, 900,

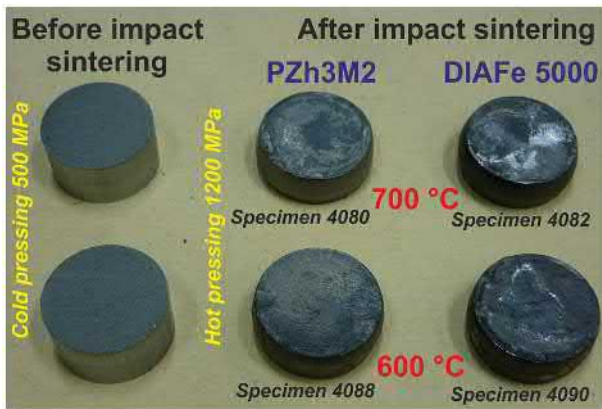


Рис. 3.33. – Загальний вигляд брикетів із порошків ПЖЗМ2 і Diafe5000, які отримані до та після ударного ущільнення при температурах 700 та 800 °С



Рис.3.34. – Загальний вигляд зразків із залізних порошків після електроіскрового різання на бруски для механічних випробувань

1000 і 1100 °С, а для порошку марки ПЖЗМ2 ущільнення проводили також при температурі 500 °С.

Внаслідок ударного ущільнення при різних температурах попередньо спресованих із порошку брикетів були отримані зразки у вигляді дисків діаметром 26-27 мм та висотою 9-10 мм. Брикети після холодного пресування, а також зразки після ударного ущільнення показані на рис. 3.33. З отриманих після ударної консолідації дисків вирізали електроіскровим способом прямокутні балочки (бруски) різних розмірів, як показано на рис. 3.34 для проведення механічних випробувань.

### Нікель

Було використано карбонільний порошок нікелю ПНК. З цього порошку були спресовані при кімнатній температурі брикети,  $\varnothing$  25 мм, при тиску 400 МПа. При цьому відносна щільність сирих брикетів була на рівні 60%. Проведено контрольне короткочасне спікання брикетів при температурах 630 і 870 °С протягом 20 хв. При цьому щільність брикету після спікання при 630 °С збільшилася з 57 до 64 %, а щільність брикету, спеченого при 870 °С, збільшилася з 58 до 77 %. Ці ж брикети потім піддавали ударному ущільненню за таких же температур і їх щільність була збільшена відповідно до 98 і 99%. Брикети, які не були підпечені, ущільнювали під впливом удару при температурах 630, 730, 830 і 910 °С.

### Кобальт

Як уже зазначалося, для проведення досліджень із ударного ущільнення при різних температурах було вибрано два порошки кобальту – електролітичний та карбонільний (див. рис. 3.4.). Ударне ущільнення проводили на комбінованих

циліндричних брикетах, що складаються із серцевини діаметром 15 мм з порошку кобальту і двох допоміжних кілець з порошоків заліза, хоча для найнижчої температури ударного ущільнення внутрішнє кільце було спресовано з порошку нікелю. Брикети з порошку кобальту мали циліндричну (для низьких температур ущільнення) та конічну (для високих температур ущільнення) форму.

Для дослідження процесу ударного ущільнення брикетів із порошоків електролітичного та карбонільного кобальту було обрано п'ять температур – 500, 600, 700, 800 та 900 °С. Для ущільнення при цих температурах попередньо були спресовані сирі брикети при кімнатній температурі і тиску 400 МПа в циліндричній і конічній матрицях. Але перед пресуванням брикетів у порошок було додано розчин сахарози для зв'язування частинок. Після висихання рідкого розчину сахарози (в результаті підігріву) маса порошку була збільшена на 2,48% для електролітичного кобальту та на 3,24% для карбонільного кобальту. З висушеного порошку з невеликою кількістю сахарози пресували сирі брикети. Потім сирі брикети підпікали у вакуумі протягом 40 хв за таких же температур, як зазначено вище. Вигляд підпечених брикетів з електролітичного та карбонільного порошоків кобальту показано на рис. 3.35. Підпікання брикетів при різних температурах

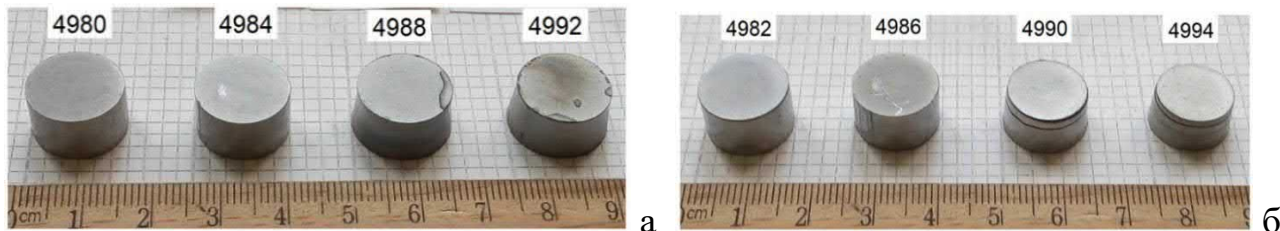


Рис. 3.35. – Зовнішній вигляд підпечених протягом 40 хв брикетів з електролітичного (а) та карбонільного (б) порошку кобальту при температурах 600 (4980, 4982), 700 (4984, 4986), 800 (4988, 4990) та 900 °С (4992, 4994)

дозволило визначити їхню втрату маси та об'ємну усадку в залежності від температури. Після підпікання брикети з електролітичного та карбонільного кобальту вставляли в додаткові порошоків кільця так, як показано на рис. 3.36. Потім два комбіновані брикети, один з електролітичним кобальтом, а другий – з карбонільним кобальтом, підпечені за однієї температури, вставляли в пористу графітову втулку для подальшого нагрівання та ударного ущільнення. Між цими брикетами клали дві молібденові фольги, які дозволяли розділити спільно ущільнені ударом брикети як при низькій (550 °С), так і при високій (950 °С) температурах.



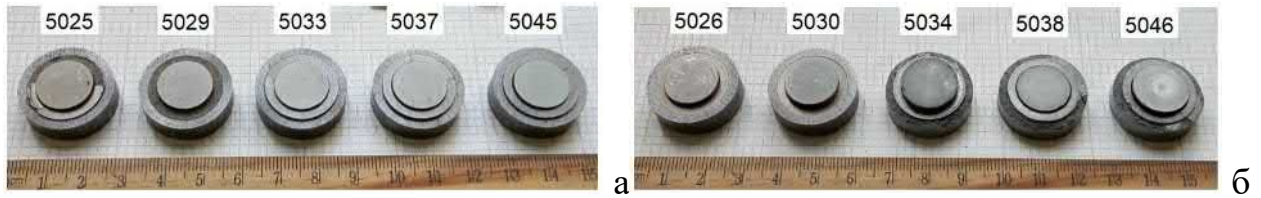


Рис. 3.36. – Комбіновані брикети з підпеченими заготовками з електролітичного (а) та карбонільного (б) кобальту, розташованими у центрі комбінованого брикету. Температури підпікання 500 (5025, 5026), 600 (5029, 5030), 700 (5033, 5034), 800 (5037, 5038) та 900 °С (5045, 5046)

Тобто ударне ущільнення проводили відразу двох комбінованих брикетів, розташованих один над одним в одній графітовій втулці. Вигляд отриманих ударним ущільненням компактних дисків, що містять два зразки разом, показано на рис. 3.37, а вид дисків після їхнього поділу на два зразки представлено на рис. 3.38. Отримані у такий спосіб зразки розрізали електроіскровим способом на бруски для визначення властивостей.



Рис. 3.37. – Вигляд зразків (компактів) після ударного ущільнення за різних температур комбінованих брикетів, що містять електролітичний (знизу) і карбонільний (зверху) кобальт. Температури ущільнення: 550 (5041, 5042), 650 (4980, 4982), 750 (4984, 4986), 850 (4988, 4990) та 950 °С (4992, 4994)

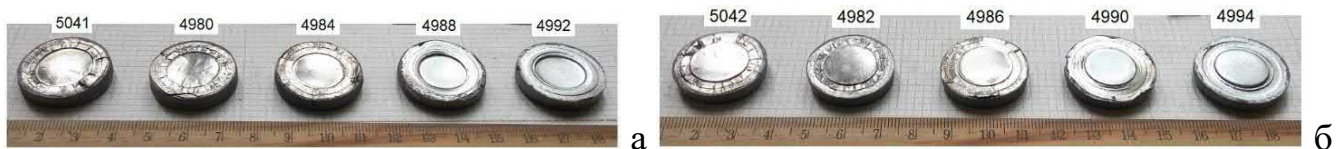


Рис. 3.38. – Вигляд комбінованих зразків з електролітичним (а) і карбонільним (б) кобальтом у центрі після ударного ущільнення при температурах 550 (5041, 5042), 650 (4980, 4982), 750 (4984, 4986), 850 (99) °С (4992, 4994)

### Титан

Для проведення досліджень ударного ущільнення порошку титану найбільший інтерес представляв дрібнозернистий порошок титану ПТМ-1. Цей порошок показано на рис. 3.6. У зв'язку з тим, що інформацію про умови спікання такого порошку поки не знайдено, важливо було спочатку подивитися на поведінку порошку при звичайному спіканні у вакуумі. Тому для вивчення ущільнення даного порошку при спіканні у вакуумі були застосовані різні режими спікання, що

відрізняються як тиском холодного пресування брикетів, так і температурою спікання, а також часом ізотермічної витримки. При цьому для отримання брикетів циліндричної форми застосовували три рівня тиску пресування – 200, 400 та 600 МПа. Температури спікання варіювали у широкому діапазоні значень, а конкретні фіксовані температури відповідали величинам – 750, 850, 900, 950, 1100 та 1280 °С. Ізотермічна витримка при спіканні у вакуумі переважно становила 20 хв, але у деяких випадках вона була 80 хв. При цьому для температур спікання 900, 1100 і 1280 °С ізотермічна витримка була переривчастою, тобто спочатку ізотермічна витримка була 20 хв, а після охолодження, вимірювання усадки та повторного нагрівання брикетів ізотермічна витримка була вже 60 хв. Перед спіканням сирі брикети мали діаметр 25 мм, але для спікання при температурі 1280 °С брикети пресували в матриці діаметром 30 мм. Фотографії спечених брикетів з початковим діаметром 25 мм показано на рис. 3.39а, а з діаметром 30 мм – на рис. 3.39б.

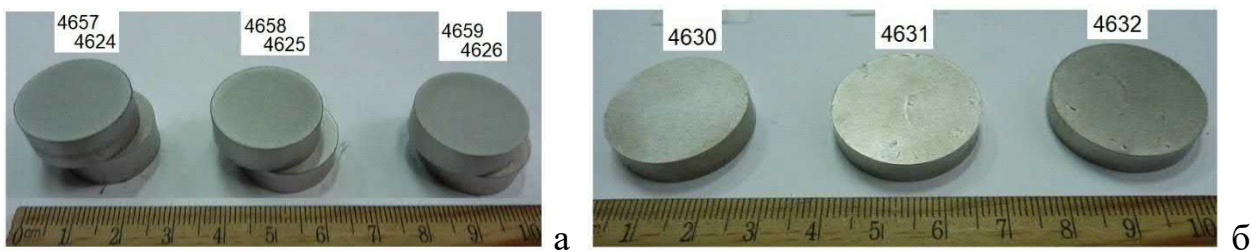


Рис.3.39. – Зовнішній вигляд брикетів з порошку титану ПТМ-1, підпечених у вакуумі при температурі 950 °С (верхні) та 1100 °С (нижні) протягом 20+60 хв (а) та спечених у вакуумі при температурі 1280 °С протягом 80 хв (б). Тиск холодного пресування в МПа: 200 (4657, 4624, 4630), 400 (4658, 4625, 4631), 600 (4659, 4626, 4632)

Після вивчення усадки брикетів в результаті вільного спікання були проведені експерименти з ударного ущільнення деяких сирих, так і підпечених брикетів. Підпечені брикети становили інтерес для подальшого ударного ущільнення з двох причин. По-перше, більшість спечених при різних температурах брикетів мали досить високий рівень пористості від 5 до 35 %, а по-друге, ці брикети мали якісніші контакти між деякими частинками в результаті вакуумного спікання при високих температурах. Для ударного ущільнення було обрано три відносно невисокі температури – 750, 850 і 950 °С. При цьому ударне ущільнення при зазначених температурах та з ізотермічною витримкою 30 хв проводилося як на сирих брикетах, так і на брикетах, попередньо підпечених протягом 20 хв при температурах

наступного ударного спікання, а також на брикетах, попередньо підпечених при температурах 850, 900, 950 і 1100 °С протягом 20 та 80 хв. При цьому підпечені брикети мали зменшену вдвічі масу і, отже, зменшену вдвічі висоту від звичайної висоти одинарних брикетів для ударного ущільнення. Тому ударне ущільнення проводили одразу двох таких брикетів. Зовнішній вигляд брикетів після ущільнення показано на рис. 3.40 та рис. 3.41. Після ударного ущільнення подвійні зразки були поділені на два одинарні зразки для подальшого розрізання електроіскровим способом на бруски для визначення властивостей.



Рис. 3.40. – Одинарні зразки з порошку титану ПТМ-1 після ударного ущільнення сирих брикетів при температурах 750 (4651), 850 (4652) та 950 °С (4653)



Рис.3.41. - Подвійні зразки з дрібнозернистого порошку титану ПТМ-1, отримані в результаті ударного ущільнення при температурах 750 (4654/4618), 850 (4655/4619) і 950 °С (4656/4620) двох попередньо підпечених при 850 и 900 °С брикетів (а) та отримані ударним ущільненням при температурах 750 (4624/4657), 850 (4625/4658) і 950 °С (4626/4659) попередньо підпечених брикетів при 950 і 1100 °С (б)

### Вольфрам

Перед проведенням експерименту ударного ущільнення порошку вольфраму, показано на рис. 3.7, спочатку отримували сирі брикети шляхом пресування порошку при кімнатній температурі в циліндричній матриці діаметром 25 мм під тиском 150 МПа. Відносна щільність сирих брикетів вольфраму становила 50-55%. Ущільнення брикетів проводили з енергією удару 1200 Дж/ см<sup>3</sup> за температур 850, 1050, 1250, 1450, 1500, 1600, 1650 °С. При цьому ударне ущільнення в діапазоні температур 850–1450 °С проводилося з попереднім підпечанням, тобто сирі брикети

спочатку підпікалися при заданій температурі і під час другого нагрівання проводилося ущільнення за тієї ж температури під дією удару. В області температур 1550-1650 °С ущільнення брикетів ударом проводили двічі (дворазове ущільнення) з попереднім ударним ущільненням при нижчій температурі (1500-1550 °С) без попереднього підпікання. Тривалість ізотермічної витримки брикетів перед ударним ущільненням складала 20 хв.

Отримані внаслідок ударного ущільнення зразки розрізали на дві половинки. З першої вирізали прямокутні зразки для вивчення структури, щільності і фізико-механічних властивостей. А друга половина піддавалася відпалу у вакуумній печі при температурі 1600 °С протягом 1 години. Після відпалу друга половина також розрізалася на зразки для визначення фізичних і механічних властивостей по аналогії з першою половиною. Зазначимо, що для порівняння з порошковими зразками проводили такі ж випробування зразків, виготовлених з вольфрамового промислового прутка діаметром 6 мм.

### ***Однофазні порошки сплавів та сполук (X17H2, X20H80, Ni<sub>3</sub>Al)***

#### **Нержавіюча сталь X17H2**

Оскільки вихідний порошок є досить крупним, див. рис. 3.10, то з метою з'ясування можливого ступеня розмелювання частинок та отримання в щільному зразку дрібнозернистої структури, порошок піддавали інтенсивному розмелу в кульовому млині твердосплавними кулями (при співвідношенні маси куль до маси порошку 17:1) протягом 72 годин у середовищі бензину. В результаті такої обробки порошку виявилось, що ні велика маса куль, ні тривалий час дії не призвели до подрібнення частинок, і вони залишилися за розміром на колишньому рівні. Дуже міцний стан частинок після розпилення виявився і в тому, що при кімнатній температурі порошок не можна було скомпактувати в брикет навіть при тиску 800 МПа. Тому ударне ущільнення порошку виконували в насипаному стані, але в основному в стані після попереднього підпікання при температурах 1050 °С або 1150 °С протягом 20 хв. При таких температурах відносна щільність підпеченої циліндричної заготовки практично не відрізнялася від щільності насипаного порошку і становила приблизно 55-57% від теоретичної щільності незалежно від температури підпікання.

Для оцінки ступеня ущільнення даного порошку під дією зовнішнього тиску ударне навантаження виконували при температурах 1050, 1100, 1150, 1200 і 1250 °С. При цьому нагрівання заготовок здійснювалося у вакуумі  $10^{-3}$  мм рт. ст. зі швидкістю 15 град/хв, а ізотермічна витримка при заданій температурі становила 20 хв. Ущільнення виконували як порошку, який тривалий час розмелювали, так і порошку, який не розмелювали, а також порошку, що представляв суміш цих порошоків. В результаті ударного ущільнення порошку при заданих температурах і максимальному тиску порядку 1200 МПа були отримані плоскі циліндричні зразки діаметром 26 мм і висотою  $\sim 10$  мм. При цьому тривалість процесу ударного ущільнення становила приблизно 0,003-0,004 с, як це впливає з типових осцилограм процесу пресування залізного порошку, представлених на рис. 1.33.

### Ніхром Х20Н80

Порошок, який показано на рис. 3.10, попередньо пресували при кімнатній температурі та тиску 200 МПа для одержання сирих брикетів. Відносна щільність таких брикетів становила 59–60%. Вони були циліндричної форми з діаметром 25 мм і висотою 17 мм. Було проведено контрольне нетривале (20 хв) вільне спікання деяких брикетів при температурах 1250 (№ 4201) та 1340 °С (№ 4205), яке показало, що пористість зразків після такого спікання становить 38,5 та 31,7% відповідно.

Для проведення ударного ущільнення такі брикети вставляли в графітову пористу втулку, як показано на рис. 3.27а, потім завантажували у вакуумну камеру експериментальної установки, нагрівали до заданої температури і після ізотермічної витримки ущільнювали шляхом застосування ударного навантаження. Ущільнення



Рис. 3.42. – Зовнішній вигляд зразків (половинок) з порошку Х20Н80, отриманих ударним ущільненням брикетів при температурах 1100 (а), 1150 (б), 1200 (в), 1250 (г) та 1330 °С (д) з ізотермічною витримкою 20 хв. Номери зразків: а – 4229, 4230, 4231 (зверху-вниз); б - 4219, 4226, 4232; в - 4210, 4227, 4233; г - 4218, 4228, 4234; д – 4201'/4205', 4211, 4235

проводили з енергією удару  $1200 \text{ Дж/ см}^3$  та початковою швидкістю деформування  $6,5 \text{ м/с}$  при температурах  $1100, 1150, 1200, 1250$  та  $1320 \text{ }^\circ\text{C}$ . Тривалість ізотермічної витримки перед ущільненням складала  $20 \text{ хв}$ . В результаті ударного ущільнення брикетів за різних температур були отримані зразки у вигляді дисків діаметром  $25\text{-}27 \text{ мм}$  і висотою  $9\text{-}10 \text{ мм}$ , рис. 3.42. Як звичайно, з цих дисків були вирізані електроіскровим способом прямокутні бруски різних розмірів для визначення щільності, питомого електроопору та проведення механічних випробувань.

### Інтерметалідна сполука $\text{Ni}_3\text{Al}$

Перед ударним ущільненням з цього порошку були отримані брикети шляхом пресування при кімнатній температурі і тиску  $400 \text{ МПа}$ . Відносна щільність брикетів була  $63\%$ . Брикети мали циліндричну форму діаметром  $25 \text{ мм}$  та висотою  $16 \text{ мм}$ . Ударне ущільнення проводили при температурах  $1100, 1150, 1200, 1250$  і  $1320 \text{ }^\circ\text{C}$ , а тривалість ізотермічної витримки перед ущільненням становила  $20 \text{ хв}$ . В результаті ударного ущільнення брикетів за різних температур були отримані зразки у вигляді дисків діаметром  $26\text{-}27 \text{ мм}$  і висотою  $9\text{-}10 \text{ мм}$ , рис. 3.43.



Рис. 3.43.— Зовнішній вигляд зразків (половинок) з порошку  $\text{Ni}_3\text{Al}$  (ПХ85Ю15), отриманих ударним ущільненням брикетів при температурах  $1100$  (а),  $1150$  (б),  $1200$  (в),  $1250$  (г) і  $1320 \text{ }^\circ\text{C}$  (д). Номери зразків: а – 4245, 4247, 4254 (згори донизу); б - 4242, 4248, 4251; в - 4243, 4249, 4252; г - 4244, 4250, 4255; д - 4246, 4253, 4256

Крім ударного ущільнення сирих брикетів, було проведено контрольне ударне ущільнення за температури  $1250 \text{ }^\circ\text{C}$  брикетів, які підпікали протягом  $20 \text{ хв}$  при температурах  $1200$  і  $1320 \text{ }^\circ\text{C}$ .

### *Біметалічні порошкові суміші (Ag-Ni, Cu-W, Cu-Cr).*

#### **Суміш порошоків срібла та нікелю Ag-Ni**

Для ударного ущільнення крупнозернистої (СН30) та дрібнозернистої (СН30м) порошкових сумішей використовували комбіновані брикети, окремі

частини якого показані на рис. 3.44а а зовнішній вигляд брикетів після ударного ущільнення представлений на рис. 3.44б.

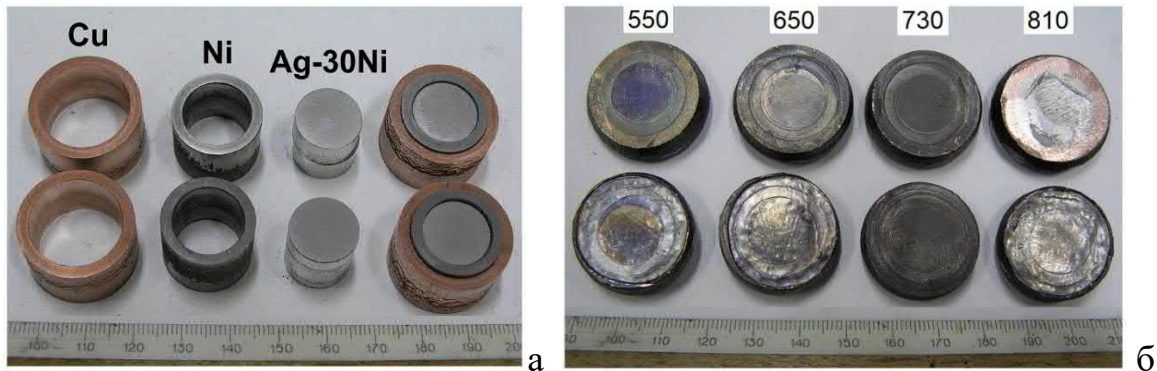


Рис. 3.44. – Схема отримання та вигляд комбінованих брикетів (а) для подальшого ударного ущільнення, а також вигляд брикетів після ударного ущільнення (б) при температурах 550, 650, 730 та 810 °С (цифри зверху). Верхній ряд зразків з композитом Ag-Ni в центральній частині зі звичайної крупнозернистої суміші порошків, а нижній ряд – з наддрібнозернистої суміші порошків Ag-Ni

Враховуючи те, що об'ємний вміст нікелю в даному композиті становить третину об'єму (33,75 %), а срібло має не дуже високу температуру плавлення (962 °С), ударне ущільнення проводили при температурах 460, 550, 650, 730, 810 та 890 °С. Ізотермічна витримка перед ударним ущільненням була 20 хв. Після ударного ущільнення зразки мали діаметр 26-27 мм та висоту 9-10 мм.

### **Суміш порошків міді та високодисперсного вольфраму Cu-W**

З приготовлених механічним способом сумішей металевих порошків міді та вольфраму пресували брикети циліндричної форми діаметром 25 мм при тиску 100 МПа. Пористість брикетів при цьому була на рівні 40 %. Такі брикети перед ударним ущільненням відпалювали у водні при 850 °С протягом 2 годин для видалення залишкових оксидів з брикетів. Крім того, в один з порошкових зразків міді та 5 об.% вольфраму було додано сахарозу у кількості 2,5 % від маси порошку для порівняння її дії на кисень порошкової суміші з дією на кисень водневої обробки. Спикання брикету з сахарозою при 800 °С протягом 60 хв не призвело до помітної усадки, оскільки вимірювання розмірів зразка до і після спикання показало об'ємну усадку на рівні 1,3%.

Ударне ущільнення брикетів з різним вмістом вольфраму проводили при температурі 850 °С, а ізотермічна витримка перед ущільненням була 20 хв. Вибір однієї температури ущільнення був обумовлений наявністю невеликої кількості

порошкової суміші з міді та високодисперсного (нанокристалічного) вольфраму. Отримані після ударного ущільнення дискові зразки розрізали на прямокутні бруски для визначення фізичних і механічних властивостей.

### **Суміш порошоків вольфраму та наддрібнозернистої міді, яка отримана *in situ* з $\text{Cu}_2\text{O}$**

У параграфі 3.1.2.3 описані різні умови підготовки мідно-вольфрамової суміші із суміші вольфраму та оксиду міді, включаючи традиційне відновлення міді з її оксиду воднем та нетрадиційне відновлення міді з оксиду високоактивним вуглецем. Отримані різними способами суміші порошоків вольфраму та наддрібнозернистої міді, а точніше брикети з такої суміші зазнавали ударного ущільнення при різних температурах. Для суміші порошоків, які отримані відновленням у водні при 850 °С, ударне ущільнення у вакуумі проводили при трьох температурах - 850, 950 та 1050 °С. Ізотермічна витримка за вказаних температур становила 20 хв. Для брикетів, що складаються з суміші вольфраму, оксиду міді та сахарози, ударне ущільнення проводили при температурах 900 і 1000 °С але при нагріванні таких брикетів варіювали температуру, час і середовище нагріву (вакуум, аргон).

Після ударного ущільнення брикетів було отримано зразки у вигляді дисків діаметром 26-27 мм та висотою 5,5-6,5 мм, які розрізали на прямокутні бруски для визначення фізичних та механічних властивостей.

### **Суміш порошоків міді та хрому $\text{Cu-Cr}$**

З отриманих сумішей порошоків міді та хрому пресували циліндричні брикети діаметром 25 мм при тиску 200 МПа. Відносна щільність сирих брикетів була на рівні 59, 56 та 52,5 % відповідно для порошкових сумішей  $\text{Cu-35Cr}$ ,  $\text{Cu-50Cr}$  та  $\text{Cu-65 об.}\%$   $\text{Cr}$ . Спочатку проводили контрольне короткочасне спікання зменшених удвічі по масі брикетів при температурах 950, 1050 і 1150 °С з ізотермічною витримкою 20 хв для оцінки ступеня усадки брикетів та втрати маси в результаті вакуумного спікання. Деякі брикети спікали за температури 850 °С з ізотермічною витримкою 40 і 80 хв для оцінки впливу тривалості спікання на щільність зразків. Тривале спікання, тобто з ізотермічною витримкою 80 хв, проводили також за



температури 1150 °С, але тільки для брикетів з об'ємним вмістом хрому 50 %. Це дозволило встановити можливий рівень щільності зразків у разі рідкофазного спікання їх у вакуумі.

Брикетів з масою 40 г піддавали ударному ущільненню при температурах 750, 850, 950 і 1050 °С. При цьому ізотермічна витримка перед ударним ущільненням складала 20 хв. Ударне ущільнення брикетів при температурі 850 °С проводилося з ізотермічною витримкою 40 і 80 хв. Крім того, інтерес представляло дворазове ударне ущільнення брикетів за досить низької температури, 750 °С. При цьому вихідний діаметр брикетів був 20 мм, а дворазове ударне ущільнення дозволило збільшити загальний рівень радіальної деформації з 13 до 26 %. Проводили ударне



Рис.3.45. – Зовнішній вигляд зразків (половинок) із суміші Cu-35Cr, отриманих вільним спіканням у вакуумі при температурах 950 (в) та 1050 °С (г) – тонкі зразки, а також ударним ущільненням при температурах 750 (а), 850 (б), 950 (в) та 1050 °С (г). Номери зразків: а - 3360, 3365, 3387 (знизу-вгору), б - 3358, 3366, 3385, 3386, в - 3341, 3357, 3368, г - 3344, 3359, 3367

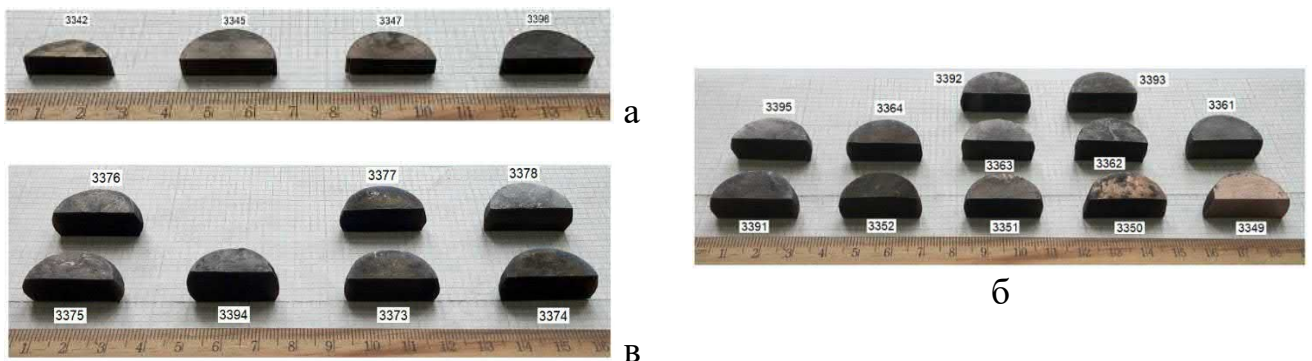


Рис. 3.46.– Зовнішній вигляд зразків із суміші Cu-50Cr, отриманих спіканням у вакуумі (а) протягом 20 хв при температурах 950 (3342), 1050 (3345) та 1150 °С (3347, 3396 – 40 хв), ударним ущільненням (б) при температурах 650 (3391, 3395), 750 (3352, 3364), 850 (3351, 3363, 3392), 950 (3350, 3362, 3393) і 1050 °С (3349, 3361), а також ударним ущільненням (в) за два удари при температурі 750 °С (3375, 3376, 3394) і з підвищеною ізотермічною витримкою - 40 хв (3373, 3377) і 80 хв (3374, 3378) при температурі 850 °С



Рис. 3.47. – Зовнішній вигляд зразків (половинок) із суміші Cu-65Cr, отриманих вільним спіканням у вакуумі (а) при температурах 950 (3343), 1050 (3346) та 1150 °С (3348) та ударним ущільненням (б) при температурах 750 (3353, 3370, 3389), 850 (3354, 3372, 3388, 3390), 950 (3355, 3371) та 1050 °С (3356, 3369)

ущільнення відразу двох брикетів, раніше спечених при температурі 850 °С протягом 40 і 80 хв. В результаті ударного ущільнення були отримані зразки у вигляді дисків діаметром 25-26 мм та висотою 9-10 мм. Зовнішній вигляд половинок зразків з порошкових сумішей Cu-35Cr, Cu-50Cr та Cu-65Cr, які отримані як вільним спіканням, так і ударним ущільненням за різних температур, показані відповідно на рис. 3.45, рис. 3.46 і рис. 3.47.

На рис. 3.47б зразок під номером 3389 отримано дворазовим ущільненням, але перше ущільнення проходило за температури 850 °С, а друге ущільнення – при температурі 750 °С. Зразки 3388 і 3390 мали ізотермічну витримку перед ударом відповідно 40 і 80 хв, тоді як інші зразки мали ізотермічну витримку 20 хв.

Отримані в результаті вільного спікання та ударного ущільнення циліндричні зразки, а точніше, непоказані половинки зразків розрізали, як звичайно, на прямокутні бруски для визначення щільності, електроопору, механічних властивостей та вивчення структури.

### *Метало-карбідні порошкові суміші на основі кобальту та карбиду вольфраму*

#### *Co-WC*

Для проведення досліджень інтерес спочатку являли суміші з відносно малим вмістом пластичного кобальту, і тому для початку були обрані дві суміші з об'ємним вмістом кобальту 25% (16 мас.%). Але в одному випадку суміш була середньозернистою, а в другому випадку - дрібнозернистою.

## **Промислова середньозерниста суміш порошків карбїду вольфраму з 25 об. % кобальту (ВК16)**

З цієї суміші спочатку були спресовані за кімнатної температури циліндричні брикети діаметром 35 мм під тиском 100 МПа. При цьому пористість сирих брикетів становила 45 %. Відгін парафіну з отриманих брикетів проходив в окремій вакуумній печі при температурі 600 °С. Потім брикети ущільнювали двома способами – вільним спіканням та пресуванням під дією ударного навантаження. Для вільного спікання з ізотермічною витримкою 20 хв були обрані температури 1200, 1250, 1300, 1350, 1400 та 1450 °С. А для ударного ущільнення були застосовані ці температури і нижчі температури, а саме, 950, 1050 і 1150 °С. Ізотермічна витримка перед ударним ущільненням була 20 хв. Крім того, ударному ущільненню піддавали не тільки сирі брикети, але і спечені або підпечені брикети. При цьому підпікання та ударне ущільнення проводили при однакових температурах, рівних 1200, 1250, 1300, 1400 та 1450 °С. Отже, зразки із середньозернистої порошкової суміші були отримані фактично трьома способами: вільним спіканням, ударним ущільненням сирих брикетів та ударним ущільненням спечених або підпечених брикетів.

З метою вивчення впливу додаткової термообробки на структуру та властивості даного металокерамічного композиту частину спечених і ударно ущільнених зразків піддавали відпалу за двома режимами: відпал при 1200 °С протягом 3 годин ("відпал твердофазний"-ВТ) і відпал при 1320 °С протягом 1 години ("Відпал рідкофазний" - ВР).

### **Дрібнозерниста суміш порошків карбїду вольфраму та кобальту ВК16М1**

Цю заново підготовлену порошкову суміш не пластифікували для виключення операції відгонки пластифікатора і запобігання появі додаткових домішок у вигляді сірки. З такої суміші пресували за кімнатної температури циліндричні брикети діаметром 25-30 мм під тиском 100 МПа. Сирі брикети мали пористість 55%. Ущільнення брикетів здійснювали за двома технологічними схемами. В одному випадку проводили нагрівання брикетів до заданої температури, ізотермічну витримку та ударне ущільнення з енергією 8 кДж. У другому випадку ущільнення брикетів обмежувалося процесом нагріву до заданої температури та короткою

ізотермічною витримкою, тобто процесом вільного спікання. Температури ударного ущільнення та вільного спікання були 950, 1050, 1150, 1200, 1250, 1300 та 1350 °С. При цьому тривалість ізотермічної витримки як перед ударним ущільненням, так і при вільному спіканні була 15 хв. В результаті ударного ущільнення та вільного спікання були отримані зразки у формі диска із зовнішнім діаметром 25-26 мм та висотою 10-13 мм.

Отримані зразки було розрізано на дві половинки, одна з яких піддавалася відпалу при температурі 1150 °С протягом 4,5 годин. Відпалені та не відпалені половинки зразків розрізали електроіскровим способом на прямокутні бруски для визначення фізичних та механічних властивостей.

### **Середньозерниста суміш порошків карбиду вольфраму з 30 об. % кобальту (ВК20)**

В даному випадку була використана стандартна суміш порошків ВК20. Дослідження з ущільнення цієї суміші порошків (п.2007) проводили за двома технологічними схемами - вільним спіканням у вакуумі та ударним ущільненням у такому ж вакуумі. Для ущільнення були обрані три температури – одна в твердофазній області спікання 1270 °С та дві в рідкофазній області – 1330 і 1390 °С. При цьому ізотермічна витримка при вільному спіканні та при ударному ущільненні (перед самим ударом) була нетривалою - 10 хв, але при температурі 1330 °С було проведено ущільнення ще при двох ізотермічних витримках - 20 і 40 хв. Однакова ізотермічна витримка при вільному спіканні і при ударному ущільненні обрана для того, щоб знати, який вплив на властивості вільно спечених зразків має додаткове ударне навантаження.

Ударне ущільнення проводили на експериментальній установці при швидкості зіткнення рухомих частин з пресуючими пуансонами ~8 м/с та енергії удару ~10 кДж. У деяких випадках процес ударного ущільнення реєстрували на запам'ятовуючий електронно-променевий осцилограф, що дозволяло визначити максимальне зусилля ущільнення та час ущільнення. Типові осцилограми процесу ущільнення зразків при різних температурах та ізотермічних витримках показано на рис. 3.48. На наведених осцилограмах зареєстровано по осі абсцис – час процесу

ущільнення, де один поділ відповідає тривалості 0,5 мс, а по осі ординат – зусилля ущільнення, де один поділ відповідає величині зусилля 200 кН (~20 тс). З отриманих осцилограм випливає, що тривалість процесу ущільнення становить приблизно 7 поділів, тобто дорівнює 3,5 мс, а величина максимального зусилля відповідає приблизно 6 поділів, тобто дорівнює 1200 кН. При площі зразка 10 см<sup>2</sup> (діаметр 35-36 мм) максимальний тиск ущільнення виходить ~1200 МПа.

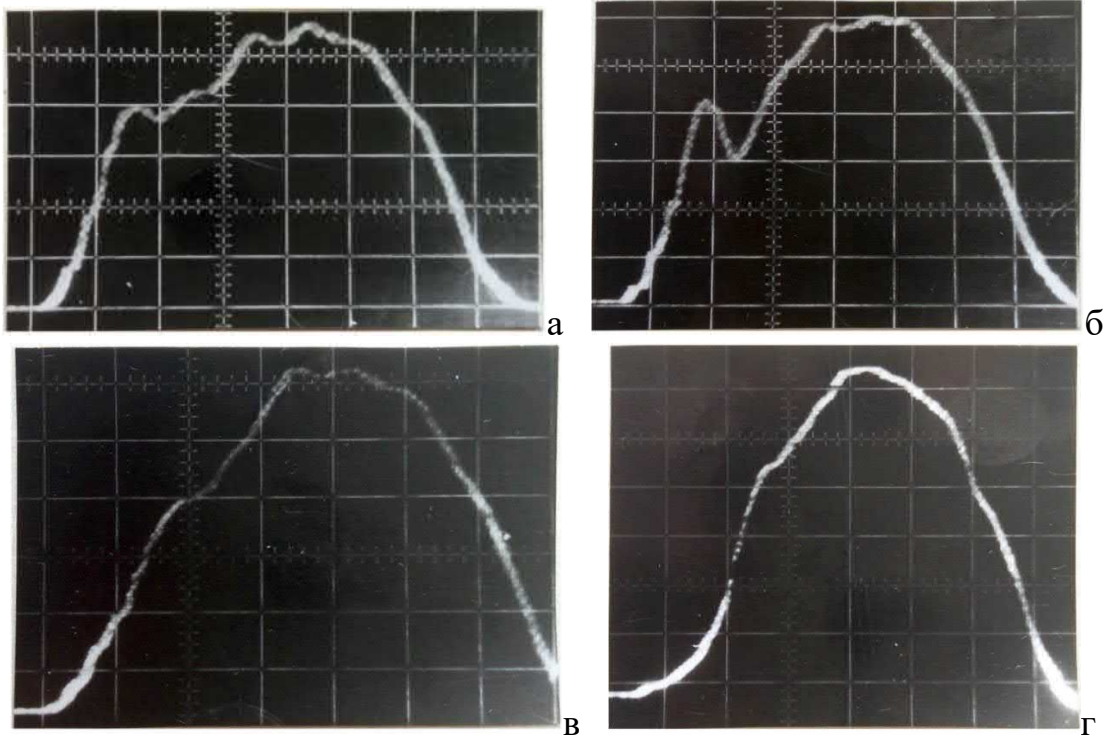


Рис. 3.48. – Типові осцилограми процесу ударного ущільнення порошкових брикетів твердого сплаву ВК20 при температурах 1270 (а), 1330 (б), 1390 °С (в) з ізотермічною витримкою 10 хв і при температурі 1330 °С (г) з ізотермічною витримкою 40 хв. По осі абсцис 1 поділ - 0,5 мс, по осі ординат 1 поділ - 200 кН

Після ущільнення попередньо спресованих за кімнатної температури брикетів за вказаними режимами були отримані зразки у вигляді дисків діаметром 34-36 мм і висотою 5-6 мм, які розрізали на прямокутні балочки для визначення фізичних властивостей та проведення механічних випробувань.

### **Дрібнозерниста суміш порошоків карбиду вольфраму з 38 об. % кобальту (ВК26)**

З цієї суміші пресували за кімнатної температури циліндричні брикети під тиском 100 МПа. У деяких випадках тиск застосовували 400 МПа. Відносна щільність сирих брикетів при цьому становила відповідно 46 і 53 %. Для

дослідження впливу температури ударного ущільнення на фізичні та механічні властивості зразків ущільнення проводили в широкому діапазоні температур з наступними значеннями: 950, 1050, 1100, 1150, 1175, 1200, 1225, 1250 і 1300 °С.

Нагрів попередньо спресованих брикетів та їх подальше ударне ущільнення проводили у вакуумі  $10^{-4}$  мм. рт. ст. Ізотермічна витримка перед ударним навантаженням за кожної температури ущільнення була переважно 15 хв. У деяких випадках використовували витримку 60 хв. При середніх температурах ущільнення було отримано по 5 зразків, а за низьких та високих температур – по 2-3 зразки. Для порівняння було проведено вільне спікання зразків у такому ж вакуумі та з такою ізотермічною витримкою. Крім того, у разі вільного спікання зразків була взята ще температура 1350 °С, при якій зазвичай проводиться звичайне спікання твердих сплавів з високим вмістом кобальту. Для забезпечення більш високої щільності зразків застосували метод триразового ущільнення брикетів, нагрітих до температур 1050, 1100 та 1150 °С.

Після ущільнення всі зразки мали форму диска діаметром ~25 мм і висотою ~10 мм. Такі диски були розрізані електроіскровим способом на прямокутні бруски з розмірами 4×4×25 мм та 4×2×23 мм для дослідження фізичних (щільність, питомий електроопір, коерцитивна сила) та механічних (міцність на триточковий вигин, тріщиностійкість, твердість по Віккерсу при навантаженні 300Н) властивостей.

#### **Дрібнозерниста суміш порошків карбиду вольфраму з 54 об. % кобальту (ВК40)**

Для дослідження ударного ущільнення цієї порошкової суміші був обраний температурний інтервал, що відповідав ущільненню в твердій фазі. Зокрема, процес ущільнення проводили при температурах 1150, 1200, 1250 та 1290 °С. Для порівняння властивостей були отримані зразки методом вільного рідкофазного спікання у вакуумі при температурі 1340 °С. Ізотермічну витримку перед ударним ущільненням та при спіканні обрали в даному випадку тривалістю 20 хв.

Перед завантаженням у вакуумну камеру порошкову суміш ущільнювали за кімнатної температури під тиском 150 МПа для отримання брикетів. При цьому відносна щільність сирих брикетів становила 44-46 %. Для видалення надлишкового

кисню з порошкової суміші шляхом з'єднання його з вуглецем сахарози та утворення летких газів CO і CO<sub>2</sub> (див. параграф 3.1.3) всі брикети піддавали попередньому нагріванню у вакуумі при температурі 1050 °С протягом 30 хв. Далі попередньо прогріті та охолоджені брикети знову нагрівали до необхідної температури та ущільнювали у вакуумі під дією ударного навантаження. Енергія ущільнення становила 8-10 кДж, що дозволяло реалізувати при ущільненні максимальний тиск ~1200 МПа. Половинки дискових зразків піддавали відпалу при температурі 1250 °С протягом 3 годин.

***Порошкові суміші карбіду вольфраму з металами та інтерметалідною сполукою (WC-Ni, WC-Cu, WC-Ni<sub>3</sub>Al)***

**Дрібнозерниста суміш порошків карбіду вольфраму з 38 об. % нікелю (ВН26)**

З підготовленої суміші дрібнозернистої порошоків WC-Ni (див. параграф 3.1.4) були спресовані при кімнатній температурі сирі брикети. При тиску пресування 100 МПа відносна щільність брикетів становила 40-42%. Подальше ущільнення сирих заготовок здійснювали, як завжди, за двома схемами: звичайним спіканням у вакуумі та ударним ущільненням у вакуумі з максимальним тиском близько 1200 МПа. Було вибрано декілька фіксованих значень температур нагріву, при яких відбувалося ущільнення зразків - 950, 1050, 1150, 1200 і 1250 °С. Крім цього, вільне спікання зразків проводилося ще за температур 1300 і 1350 °С. Частину сирих брикетів піддавали триразовому ущільненню при температурах 1000, 1050 і 1100 °С з метою досягнення високощільного стану. Тривалість ізотермічної витримки зразків як при спіканні, так і перед ударним ущільненням становила 20 хв.

**Надрібнозерниста суміш порошків карбіду вольфраму з 50 об. % міді (36 мас. %)**

Отриману механічним розмелом у рідкому середовищі і потім висушену суміш WC-36 мас. % Cu (див. рис. 3.23) пресували без пластифікатора в циліндричній матриці при кімнатній температурі і тиску 100 МПа для отримання сирих брикетів. При цьому щільність сирих брикетів була на рівні 49 – 50 % (6,1-6,3 г/см<sup>3</sup>). Отримані брикети піддавали ударному ущільненню у вакуумі при температурах 750, 850, 950 та 1050 °С. Для порівняння сирі брикети спікали без

застосування тиску при тих же температурах і додатково при температурі 1150 °С, тобто за наявності рідкої фази. Ізотермічна витримка при вільному спіканні, а також при температурах перед ударним ущільненням становила 20 хв. Крім того, зразки були отримані за іншими схемами ущільнення: і - шляхом подвійного ударного ущільнення при температурі 750 °С, ii - ударним ущільненням при 850 °С, але з ізотермічною витримкою перед ударом 120 хв, та iii - ударним ущільненням при 750 °С, але після попереднього вільного спікання при 950 °С. Отримані зразки у формі диска діаметром 26 мм і висотою 10 мм розрізали електроіскровим способом на дві половинки. Потім одну з половинок розрізали на прямокутні бруски для визначення механічних властивостей. Половинки зразків, які залишилися для відпалу, або для повторних механічних випробувань показані на рис. 3.49 зі своїми власними номерами.



Рис. 3.49. – Загальний вигляд половинок зразків, отриманих ударним ущільненням при температурах 750 (а), 850 (б), 950 (в) та 1050 °С (г), а також рідкофазним спіканням при 1150 °С (д)

### **Суміш порошоків карбіду вольфраму та інтерметаліду $\text{Ni}_3\text{Al}$ з об'ємним вмістом 55% (37 мас. %)**

З суміші порошоків карбіду вольфраму та алюмініду нікелю (WC-37 мас.%  $\text{Ni}_3\text{Al}$ ) були спресовані при кімнатній температурі та під тиском 300 МПа сири брикети діаметром 25 мм. Вони мали висоту 15 мм та пористість 35 %. Для проведення ударного ущільнення сирих брикетів було обрано температури 1160, 1220, 1280, 1330 °С. Перед ударом при вказаних температурах брикети витримували 20 хв, але для температур 1160 і 1220 °С додатково була застосована ізотермічна витримка тривалістю 45 хв. Ущільнення всіх брикетів здійснювалося з енергією 9 кДж та швидкістю деформування 6 м/с. При цьому тривалість ударного ущільнення становила  $(4-6) \times 10^{-3}$  с. Для порівняння проводили вільне спікання зразків композиту при температурах 1280, 1330 і 1360 °С з ізотермічною витримкою при спіканні 20



хв. Також проводилося комбіноване ущільнення брикетів, що полягає в ударному ущільненні при 1220 °С подальшому вільному спіканні при 1330 °С з витримкою 20 хв у кожному випадку, а також в попередньому спіканні і подальшому ударному ущільненні при різних температурах. Після ударного ущільнення зразки мали форму дисків з розмірами 27 мм у діаметрі і висотою 10 мм.

Зовнішній вигляд зразків (половинок), отриманих вільним спіканням, показано на рис. 3.50, а зразків, отриманих ударним ущільненням при температурах 1160, 1220, 1280 і 1330 °С, представлено на рис. 3.51.



Рис. 3.50. – Зовнішній вигляд зразків  $Ni_3Al$ , отриманих вільним спіканням при температурах 1280 (4445), 1330 (4439) та 1360 °С (4437) протягом 20 хв та при температурі 1360 °С (4537) протягом 30 хв



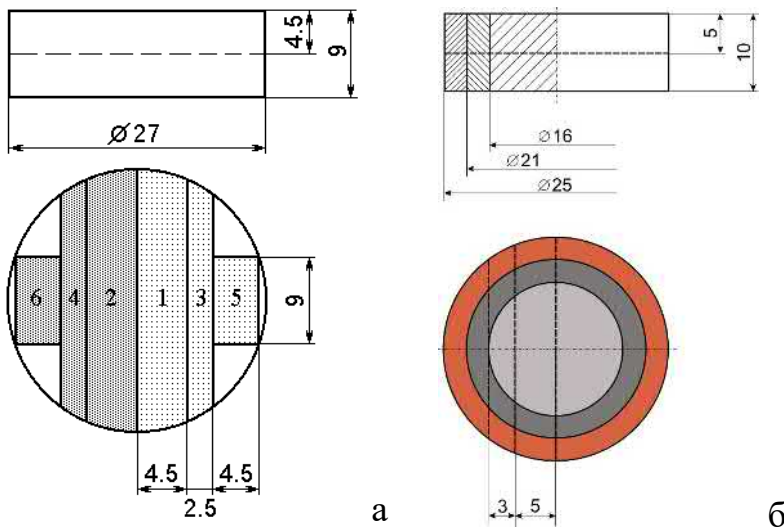
Рис. 3.51. – Зовнішній вигляд зразків  $Ni_3Al$ , отриманих ударним ущільненням при температурах 1160 (а), 1220 (б), 1280 (в) та 1330 °С (г). Номери зразків: а - 4447, 4449, 4451 (зверху-вниз); б - 4453, 4455, 4457; в - 4459, 4461, 4463; г - 4467, 4469, 4473

Отримані по різних режимам зразки розрізали електроіскровим способом на прямокутні бруски для визначення фізичних властивостей та для проведення випробувань з метою визначення механічних властивостей.

### 3.3. Визначення фізико-механічних властивостей зразків та структурні дослідження

#### 3.3.1. Формули для визначення фізико-механічних властивостей та оцінка статистичної міцності зразків

Спресовані та спечені при різних температурах зразки у разі необхідності зачищали на абразивному крузі, а потім розрізали латунним дротом діаметром 0,2 мм за допомогою електроіскрових верстатів моделей 4531 та 4А731 на прямокутні бруски різної ширини та за різними схемами залежно від виду зразків. Оскільки ущільнені з порошку зразки були двох видів – одинарні та комбіновані, то схема розкрою була різною. Для одинарних зразків схема розкрою показано на рис. 3.52а, а комбінованих – на рис. 3.52б. Одну половинку зразків готували до випробувань (непарна нумерація штабиків) відразу після ударного ущільнення, а іншу половинку (парна нумерація штабиків) піддавали, як правило, відпалу або термообробці. В



результаті такого розкрою циліндричних заготовок були підготовлені зразки для механічних випробувань на вигин, в'язкість руйнування та стискання. До того ж, висота одинарних зразків становила 10-12 мм, що дозволяло розрізати відрізані бруски по середині висоти, завдяки чому удвічі збільшувалася кількість зразків для

Рис. 3.52. - Схема розкрою одинарних (а) та комбінованих (б) зразків на штабіки для визначення механічних властивостей: 1, 2 – зразки на вигин або розтяг; 3, 4 - зразки на в'язкість руйнування; 5, 6 – зразки на стиск. 1, 3, 5 -зразки після ударного ущільнення; 2, 4, 6 – термооброблені (відпалені) зразки

випробувань. Відрізані бруски піддавалися шліфування алмазним кругом АПП 250×25×5×75 на органічній або металевій зв'язках та з зернистістю 160/100 мкм при 100% концентрації алмазів. На шліфованих зразках знімали фаски трохи більше 0,2

мм під кутом  $45^\circ$ . Відхилення від паралельності граней не перевищувало 0,02 мм. У деяких випадках на брусках, які призначені на вигин (номери 1 і 2), шліфувалася шийка для проведення випробувань на розтяг.

Перед проведенням механічних випробувань на зразках здійснювалося визначення фізичних властивостей: щільності  $\gamma$ , питомого електроопору  $r$  та коерцитивної сили  $H_c$ . Щільність зразків твердих сплавів визначали гідростатичним зважуванням відповідно до ГОСТ 20018-74.

Визначення питомого електроопору  $r$  було засноване на вимірі падіння напруги по довжині зразка при проходженні через нього струму та порівняння цього падіння напруги з падінням напруги на еталонному зразку при проходженні того ж струму:

$$R_{\text{обр}} = \frac{U_{\text{обр}} R_{\text{эт}}}{U_{\text{эт}}} = r \frac{l}{S} \quad (3.1)$$

де  $U_{\text{эт}}$ ,  $U_{\text{обр}}$  - відповідно падіння напруги на еталонному зразку та експериментальному зразку;  $R_{\text{эт}}$  - еталонний опір, що дорівнює 0.001 Ом;  $l$  – довжина між контактами;  $S$  – переріз зразка.

Падіння напруги вимірювалося за допомогою цифрових вольтметрів Щ 302, В2070 та Щ304-2. Щоб уникнути помилок, за рахунок виникнення термо-е.д.с. при нагріванні зразка струмом, вимірювання падіння напруги проводилося двічі – при пропусканні струму через зразок та еталонний опір у прямому та зворотному напрямках. Коерцитивну силу зразків  $H_c$  визначали в Інституті надтвердих матеріалів ім. В. Н. Бакуля на приладі "Кобальт-1", що перед вимірами тарувався еталонними зразками.

Випробування на вигин всіх зразків проводили за триточковою схемою навантаження. Відстань між опорами була різною – від 14 до 30 мм, але переважно відповідало 20 мм. Більшість зразків мали розміри –  $4 \times 4 \times 25$  мм, але бруски, які вирізані з комбінованих зразків, мали розміри  $3 \times 3,5 \times 24$  мм, і відстань між опорами у деяких випадках була 14 мм. Випробування проводили на випробувальних машинах Ceramtest System та MTS Qtest<sup>tm</sup>/10, при швидкості навантаження 1 мм/хв. Розрахунок границі міцності на вигин проводили за формулою:

$$\sigma = \frac{3Pl}{2bh^2} \quad (3.2),$$

де  $P$  – зусилля руйнування, Н;  $l$  – відстань між опорами, мм;  $b$  – ширина зразка, мм;  $h$  – висота зразка, мм.

Слід зазначити, що в деяких випадках, а точніше при короткій відстані між опорами (14 мм) для розрахунку напруження при триточковому вигину сплавів WC-Co іноді використовували більш точну формулу, яка враховує вплив на величину напруження співвідношення висоти зразка  $h$  до відстані між опорами  $l$  [257, 258]:

$$\sigma = \frac{3Pl}{2bh^2} \cdot \left(1 - \frac{4h}{3\pi l}\right) \quad (3.3).$$

Визначення міцності на стискання,  $\sigma_{сж}$ , проводили на зразках з розмірами 4×4×8 мм. Стискання здійснювали на випробувальних машинах UTM-100, Instron 8802 та Zwick/Roell Z250. Границю міцності розраховували як відношення максимального навантаження (навантаження руйнування) до початкової площі поперечного перерізу зразка. При випробуванні зразків на стискання записувалася діаграма навантаження в координатах "зусилля-час". Це дозволило, по-перше, встановити залишкову пластичну деформацію, а, по-друге, визначити границю текучості зразків та рівень пластичної деформації. Твердість зразків визначали за допомогою піраміди Віккерса на приладах ТП-2, IT-5010 та Zwick/Roell ZHU0,2 при навантаженні 300 Н та 100 Н.

В'язкість руйнування,  $K_{1c}$ , визначали за схемою триточкового вигину при відстані між опорами 20, 18, 16 або 14 мм залежно від довжини зразка. Навантаження здійснювали на машинах Ceramtest System та MTS Qtest<sup>tm</sup>/10. Розміри зразків були переважно 2×5×24 мм, і в середині цих зразків робили надріз на глибину 2 мм комбінованим методом. Спочатку зразок надрізували на глибину 1,5 мм електроіскровим способом латунним дротом діаметром 0,2 мм, а потім надріз поглиблювали на 0,2-0,5 мм вольфрамовим дротом діаметром 0,06 мм, який при зворотньо-поступальному переміщенні з абразивними частинками зношував матеріал. Це поглиблення провадилося на пристрої Wire Saw type WS-22. У багатьох випадках надріз виконували за спрощеною схемою – латунним дротом  $\varnothing$  0,1 мм на всю глибину надрізу. Значення в'язкості руйнування розраховували за формулою:

$$K_{1c} = \frac{3Pl}{2bh^2} \cdot Y \cdot \sqrt{a} \quad (3.4),$$

де  $a$  – глибина надрізу,  $Y$  – геометричний параметр, який обчислюється за такою формулою:

$$Y = 1.93 - 3.07 \frac{a}{h} + 14.5 \left(\frac{a}{h}\right)^2 - 25.1 \left(\frac{a}{h}\right)^3 + 25.8 \left(\frac{a}{h}\right)^4 \quad (3.5).$$

Типовий вигляд шліфованих зразків на вигин, стискання та в'язкість руйнування показано на рис. 3.53, а типові зразки на розтяг з одинарних зразків - на рис. 3.54.

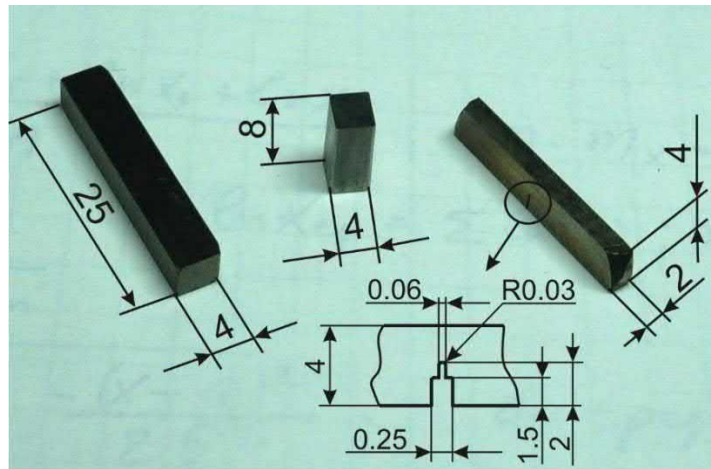


Рис. 3.53. – Зовнішній вигляд шліфованих зразків для проведення випробувань на вигин (ліворуч), стискання (у центрі) та в'язкість руйнування (праворуч). Зразки вирізані із великих одинарних зразків



Рис. 3.54. – Зовнішній вигляд типових зразків на розтяг. Тут показано для прикладу зразки з порошку титану ПТМ-1, які отримані ударним ущільненням при температурах 750 (4651, 4648), 850 (4652, 4649) та 950 °С (4653, 4650)

Розрахунок довірчого інтервалу розкиду властивостей або статистичну обробку експериментальних даних проводили відповідно до розподілу випадкових величин, запропонованим Стюдентом для невеликої кількості спостережень ( $n < 20$ ) [259] і за ГОСТ 8.207-76. За наявними даними фізико-механічних властивостей для кожного режиму ущільнення визначали середнє значення конкретної властивості,  $a$ , середньоквадратичне відхилення,  $S_n$ , окремого вимірювання і середньоквадратичне відхилення серії вимірювань,  $S_a$ , за формулами:

$$a = \frac{\sum a_i}{n} \quad (3.6),$$

$$S_n = \sqrt{\sum (a - a_i)^2 / (n - 1)} \quad (3.7),$$

$$S_a = \sqrt{\sum (a - a_i)^2 / n(n - 1)} \quad (3.8).$$

Величину довірчого інтервалу  $\Delta a$  середнього значення  $a$  визначали за допомогою коефіцієнта Стюдента  $t_\alpha$ :

$$\Delta a = t_\alpha S_a \quad (3.9).$$

Значення коефіцієнтів Стюдента брали з таблиці [260] залежно від кількості вимірювань  $n$  і необхідної надійності  $\alpha$ . Для механічних властивостей зразків приймали надійність  $\alpha = 0.90$ , а для фізичних –  $\alpha = 0.95$ .

### *Розподіл властивостей по Вейбуллу.*

У деяких випадках і, зокрема, при дослідженні ударного ущільнення твердого високоміцного сплаву на основі карбіду вольфраму з 30 об. % кобальту (ВК20) випробовували по 10-12 зразків. У зв'язку з цим інтерес представляло вивчення статистичного розподілу властивостей за формулою Вейбулла та величина параметра Вейбулла в залежності від температури ударного ущільнення та тривалості ізотермічної витримки перед ущільненням. Для оцінки статистичного розподілу міцності на вигин, стискання, в'язкості руйнування по Вейбуллу використовували таку формулу [261, 262]:

$$P = 1 - \exp[-(\sigma/\sigma_0)^m] \quad (3.10),$$

де  $P$  – ймовірність руйнування зразків або накопичена частота зруйнованих зразків,  $\sigma$  – напруження,  $\sigma_0$  та  $m$  – постійні параметри, що залежать від масштабу та форми зразків.

Накопичену частоту  $P$  розраховують, як правило, по одній із двох формул. В одному випадку використовують формулу [261, 262]:

$$P = (i - 0.5)/N \quad (3.11),$$

де  $i$  – порядковий номер зразка по зростанню напруження руйнування зразків,  $N$  – загальна кількість зразків.

У другому випадку застосовують іншу формулу [263]:

$$P = i/(N + 1) \quad (3.12).$$

Ми використовували першу формулу для розрахунку накопиченої частоти, а для побудови розподілу властивостей та визначення параметрів  $m$  та  $\sigma_0$  формулу (3.10) перетворювали шляхом подвійного логарифмування до виду:

$$\ln[\ln(1/(1 - P))] = m(\ln\sigma - \ln\sigma_0) \quad (3.13).$$

За теорією ця формула дає лінійну залежність між виразом  $\ln[\ln(1/(1-P))]$  та

ln $\sigma$  з нахилом, рівним параметру  $m$ , названим як параметр Вейбулла. Параметр  $\sigma_0$  дорівнює напруженню  $\sigma$ , коли ліва частина рівняння (3.13) дорівнює нулю, і це значення напруження називають «характеристичною міцністю» [261], яка дещо відрізняється від середнього значення міцності. Зауважимо, що вісь ординат на графіку за формулою (3.13) або ліва частина цієї формули позначається в роботі [261] як ранг Вейбулла (Weibull Rank).

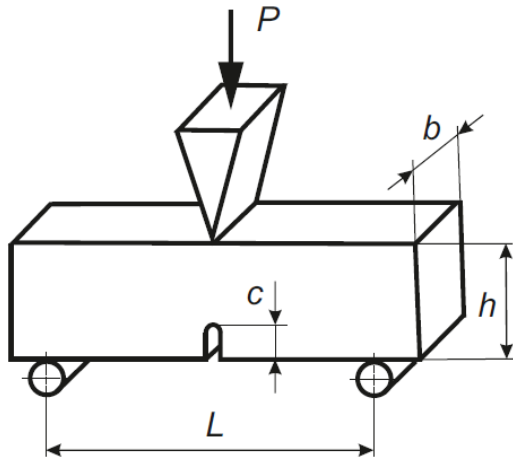


Рис. 3.55. – Схема навантаження зразка з надрізом при триточковому вигині [264]

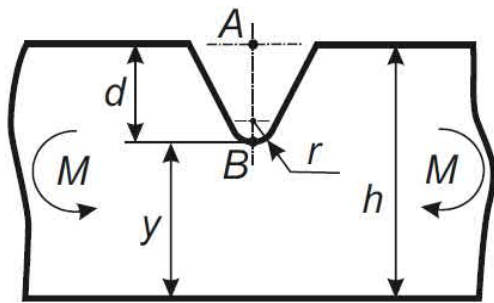


Рис. 3.56. – Форма зразків твердих сплавів із надрізом для визначення максимального значення міцності на вигин [257]

Поряд із визначенням механічних характеристик у даній дисертаційній роботі широко застосовували розрахунок напруження в гирлі надрізу при триточковому вигину як крихких, так і пластичних зразків з надрізом. Надріз, як зазначалося, виконували електроіскровим способом дротом діаметром 0,1 мм на глибину, як правило, 1/3 висоти зразка  $h$ . Схему навантаження зразка з надрізом показано на рис. 3.55 [264]. Для розрахунку цього напруження використовували формулу, яка була використана в статті [270] для оцінки міцності твердих сплавів WC-Co з невеликою кількістю кобальту, 6 і 11 мас. % (10 та 17,8 об. %). У цій статті використовували зразки з надрізом радіусом 0,5 мм, рис. 3.56, та застосовували формулу:

$$\sigma_{yh} = K \frac{3P_n l}{2b(h-c)^2} \quad (3.14),$$

де  $\sigma_{yh}$  – напруження у гирлі надрізу,  $K$  – геометричний чинник чи коефіцієнт концентрації напруження,  $P_n$  – зусилля, при якому відбувається руйнація зразка з надрізом (notch),  $b$  – ширина зразка,  $h$  – висота зразка,  $c$  чи  $d$  – глибина надрізу.

Міцність зразка без надрізу визначається за наведеною вище формулою (3.6). Отже, співвідношення між міцністю зразка в гирлі надрізу та міцністю зразка на вигин без надрізу визначається за формулою:

$$\sigma_{\text{ун}} = K \frac{P_n h^2}{P(h-c)^2} \sigma \quad (3.15).$$

З формул (3.14) та (3.15) слідує, що для розрахунку напруження в гирлі надрізу необхідно знати величину коефіцієнта концентрації напруження  $K$ . Для крихких твердих сплавів і, зокрема, для сплавів ВК6 і ВК11 з різним середнім розміром частинок, цей коефіцієнт коливається в межах 1,9-2,5 при зміні співвідношення  $h/(h-c)$  від 1,125 до 1,8 [257]. Якщо дане геометричне співвідношення між висотою зразка і глибиною надрізу витримувати постійним, наприклад, рівним 1,5 ( $c/h = 1/3$ ) то коефіцієнт концентрації напруження можна взяти постійним і рівним приблизно 2,2.

Інтерес викликає ще одне співвідношення між напруженнями у гирлі надрізу зразка та зразка без надрізу. Якщо уявити, що напруження в гирлі надрізу дорівнює добутку напруження в гирлі надрізу при  $K=1$  на коефіцієнт концентрації напруження  $K$ , тобто:

$$\sigma_{\text{ун}} = \sigma'_{\text{ун}} \times K \quad (3.16),$$

де  $\sigma'_{\text{ун}}$  - напруження в гирлі надрізу при  $K = 1$ , то з формули (3.15) після підстановки до неї формулу (3.16) виходить важлива залежність між напруженням в гирлі надрізу при  $K=1$  та іншими силовими параметрами при руйнуванні зразка без надрізу та зразка з надрізом без урахування коефіцієнта концентрації напруження:

$$\sigma'_{\text{ун}} = \frac{P_n h^2}{P(h-c)^2} \sigma \quad (3.17).$$

Зіставлення величини напруження в гирлі надрізу, розрахованої за формулою (3.17) та формулою (3.14) при  $K=1$ , покаже, наскільки напруження у зразку без надрізу відповідає напруженню зразка з надрізом, тобто у гирлі надрізу. Це напруження  $\sigma'_{\text{ун}}$  в принципі повинно дорівнювати напруженню зразка без надрізу, поділеному на коефіцієнт концентрації  $K$ . Однак ця рівність може виконуватися за умови відсутності великих дефектів у зразку без надрізу, які, як відомо, занижують напруження руйнування. З цього припущення виходить, що напруження в гирлі надрізу за умови, що коефіцієнт концентрації напруження дорівнює одиниці, важливо також знати. Крім того, це умовне напруження в гирлі надрізу дозволяє проводити порівняння міцності зразків, які отримані при різних температурно-часових режимах, а також зразків з різним об'ємним вмістом металевої фази, але за умови збереження постійним геометричного співвідношення  $h/(h-c)$  для порівнюваних зразків.



### 3.3.2. Кількісний аналіз структури гетерофазних матеріалів та, зокрема, зразків із твердих сплавів WC-Co

Структуру зразків вивчали в основному на плоскій полірованій поверхні зразків (шліф) та рідше по поверхні руйнування. Тому з однієї половинки зруйнованого при вигину зразка готували шліф, а іншу половинку зберігали для фрактографії. Половинки для шліфів заливали в сталеві втулки пластмасою, що самотвердіє, "Протакрил-М". Потім зразки шліфували алмазним кругом і полірували за допомогою алмазної пасти різної зернистості, нанесеної на круг з ватману, що обертається, або за допомогою прогумованих алмазних кругів з почерговою їх зміною у бік зменшення розміру алмазних частинок (80, 40, 3 мкм).

Дослідження структури на шліфах проводили відповідно до ГОСТ 9391-80 на растрових електронних мікроскопах Т-20, "Superprob 733" та JSM-6490LV фірми "JEOL" (Японія), а також JAMP 9500F.

На плоскій поверхні або шліфі було визначено кількісні стереологічні характеристики структури за методикою, запропонованою у роботах [265-267]. Для визначення параметрів структури таких як, об'ємна частка карбідної фази  $V_V^{WC}$ , питома міжфазна поверхня  $S_V^{WC-Co}$ , питома міжкарбідна (міжконтактна) поверхня  $S_V^{WC-WC}$ , питома повна поверхня карбідних зерен  $S_V^{WC}$ , середня хорда частинок карбіду вольфраму  $L_{WC}$ , середня товщина кобальтового прошарку  $L_{Co}$ , ступінь контакту частинок карбіду вольфраму (суміжність)  $C_{WC-WC}$ , використовували метод пересічних ліній, одна з яких показана на рис.3.57.

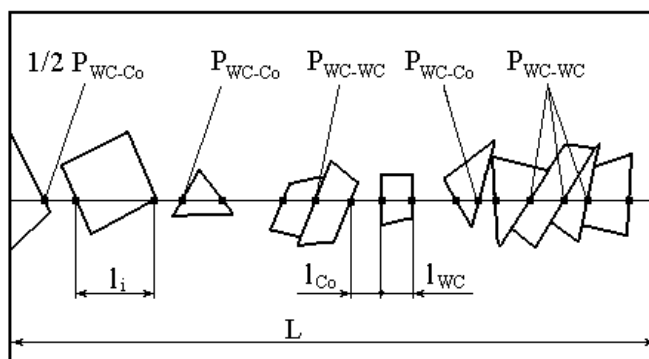


Рис. 3.57. – Схема визначення кількісних характеристик структури за допомогою пересічної лінії

Обробка фотографій структур по 30 пересічним лініям забезпечувала точність визначення параметрів структури з похибками  $V_V^{WC} \pm 3\%$ ;  $S_V^{WC} \pm 4\%$ ;  $S_V^{WC-Co} \pm 4.5\%$ ;  $S_V^{WC-WC} \pm 9\%$ ;  $L_{WC} \pm 6.5\%$ . Параметри, для яких зазначена похибка, є основними, тобто

вимірюються безпосередньо на шліфі, а суміжність  $C_{WC-WC}$  є комбінацією основних характеристик. Для розрахунку кількісних характеристик структури різних зразків використовували такі формули:

$$V_V^{WC} = A_A^{WC} = L_L^{WC} = \Sigma l_{WC_i} / L_{\Sigma} \quad (3.18),$$

$$S_V^{WC-Co} = 2P_L^{WC-Co} \quad (3.19),$$

$$S_V^{WC-WC} = 2P_L^{WC-WC} \quad (3.20),$$

$$S_V^{WC} = S_V^{WC-Co} + 2S_V^{WC-WC} = 4n_i^{WC} / L_{\Sigma} \quad (3.21),$$

$$l_{WC} = \Sigma l_{WC_i} / n_i^{WC} \quad (3.22),$$

$$L_{WC} = 4V_V^{WC} / S_V^{WC} \quad (3.23),$$

$$L_{Co} = 4V_V^{Co} / S_V^{WC-Co} \quad (3.24),$$

$$C_{WC-WC} = \frac{2P_L^{WC-WC}}{(P_L^{WC-Co} + 2P_L^{WC-WC})} = \frac{S_V^{WC-WC}}{S_V^{WC}} \quad (3.25),$$

де  $A_A^{WC}$  и  $L_L^{WC}$  - ареальна та лінійна частка карбідної фази;  $l_{WC_i}$  – середня хорда зерна карбиду вольфраму при його перетині лінією, мкм;  $L_{\Sigma}$  - загальна (сумарна) довжина пересічних ліній, мкм;  $P_L^{WC-Co} = P_{WC-Co} / L_{\Sigma}$  - кількість точок перетину границь між Co і WC на одиницю довжини пересічних ліній, мкм<sup>-1</sup>;  $P_L^{WC-WC} = P_{WC-WC} / L_{\Sigma}$  - кількість точок перетину контактів зерен WC на одиницю довжини пересічних ліній, мкм<sup>-1</sup>;  $n_i^{WC}$  – загальна кількість хорд від перетину лініями зерен WC;  $A$  – досліджувана площа шліфу, мкм<sup>2</sup>. Для прикладу наведемо фотографії двох зразків твердого сплаву BK16 (55B), кількісні характеристики структури яких визначали за допомогою нанесених на них пересічних ліній, рис. 3.58.

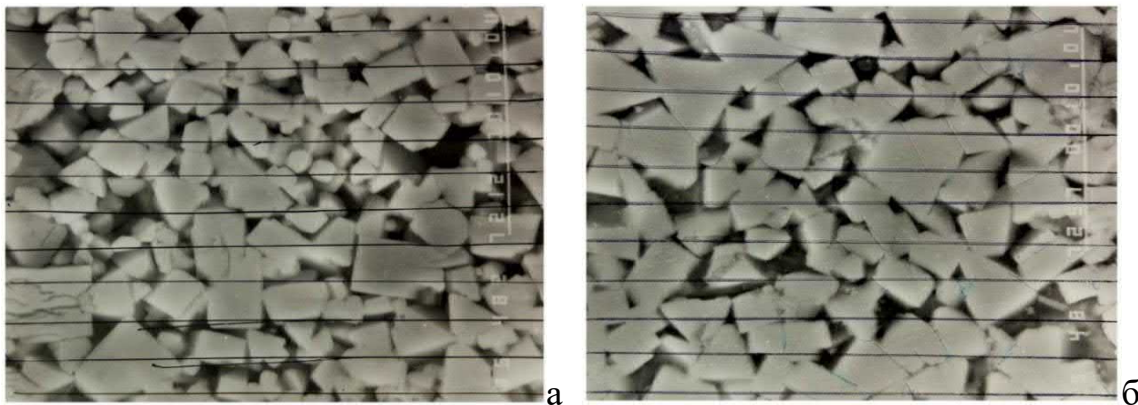


Рис. 3.58.– Плоска полірована поверхня зразків сплаву BK16, які отримані ударним ущільненням при температурах 1320 (а) и 1350 °C (б), з нанесеними лініями для розрахунку та визначення кількісних характеристик структури

### 3.4. Методика розрахунку напруження в процесі стискання зразків з урахуванням сил тертя між зразком і стискаючими плитами

Отримані ударним ущільненням при різних температурах зразки різних порошків були також випробувані на стискання. Випробування на стискання пластичних матеріалів практично не проводяться, але у зв'язку з наявністю різної структури і якості порошків, що використовуються, а також у зв'язку з меншою «чутливістю» зразків при стисканні до пористості і до якості міжчастинкових границь такі випробування в багатьох випадках становлять інтерес. Однак при випробуванні пластичних матеріалів на стискання розраховані напруження є завищеними через вплив сил тертя між торцями зразка та поверхнею стискаючих плит. У загальному випадку ці сили тертя невідомі через відсутність даних по коефіцієнту тертя між матеріалом зразка та матеріалом стискаючих плит. Тому для обліку впливу сил тертя на напруження стискання необхідно проводити спеціальні експерименти щодо визначення коефіцієнта тертя для кожного конкретного випадку випробування зразків, що суттєво ускладнює процедуру визначення напруження стискання зразків при їх деформації. У той же час є можливість оцінити напруження стискання у разі дії максимальних сил тертя і, таким чином, отримати найменше значення або нижню границю напруження стискання при випробуванні зразків.

Облік максимальних сил тертя спирається на той факт [122], що максимальне напруження тертя не в змозі перевищити половину границі текучості матеріалу –  $\tau_k \leq 0,5\sigma_s$ . У книзі з теорії обробки металів тиском [122] було показано, що при осадженні циліндра питома зусилля або тиск  $p$  за наявності тертя визначається за формулою:

$$p = \sigma_s + (1/3)\tau_k(d/h) \quad (3.26),$$

де  $\sigma_s$  – границя текучості матеріалу,  $\tau_k$  – контактне дотичне напруження,  $d$  і  $h$  – відповідно діаметр та висота циліндричного зразка при стисканні.

У загальному випадку  $\tau_k = \mu_s \sigma_s$ , де коефіцієнт  $\mu_s$  називається фактором тертя і може набувати значень  $0 \leq \mu_s \leq 0,5$ . Після підстановки виразу для  $\tau_k$  у формулу (3.26) виходить відома формула Зібеля [122, с. 257], а при підстановці максимально можливого значення коефіцієнта  $\mu_s$  у формулу Зібеля виходить формула для оцінки

тиску при осадженні циліндра з максимальними силами тертя:

$$\sigma = \frac{p}{(1+h/6d)} \quad (3.27),$$

де  $\sigma$  - напруження у зразку,  $p$  – зовнішній тиск на зразок.

З цієї формули легко визначається реальне напруження в циліндричному зразку по зусиллю з діаграми навантаження за умови дії максимальних сил тертя. Слід зауважити, що така сама формула застосовується і для зразків, що мають у перерізі правильний багатокутник, хоча вона дає в цьому випадку трохи підвищений результат. Для випадку випробування на стискання зразків з поперечним перерізом у вигляді багатокутника, прямокутника або квадрата у формулу (3.27) необхідно підставляти еквівалентний діаметр, який визначається за формулою:

$$d = 2\sqrt{F/\pi} \quad (3.28),$$

де  $F$  – площа поперечного перерізу зразка.

Тоді для зразків із поперечним перерізом, відмінним від кола, розрахунок напруження при дії максимальних сил тертя треба проводити за формулою:

$$\sigma = \frac{p}{(1+h/6,77\sqrt{F})} \quad (3.29).$$

Важливо також відзначити, що при стисканні зразка величини  $F$  і  $h$  змінюються, і ці зміни необхідно враховувати під час розрахунку поточного значення напруження. В результаті такого розрахунку ми отримуємо нижню границю напруження у зразку, а верхня границя напруження дорівнює зовнішньому тиску  $p$ . Таким чином, облік максимальних сил тертя при стисканні зразка дозволяє визначити «виделку» значень напруження, між якими існує реальне напруження стискання. Крім цього, облік максимальних сил тертя призводить до зміни характеру діаграми стискання зразків і дозволяє визначити максимальне напруження стискання при пластичній деформації, тоді як в іншому випадку на діаграмі стискання максимум міцності може бути відсутнім аж до руйнування зразка. Для підтвердження цього факту наведемо приклади реальних діаграм стискання та їх перетворення на діаграми істинного напруження від істинної деформації. Розглянемо діаграми стискання зразків із порошку ніхрому, одержаних ударним ущільненням при температурах 1150 і 1300 °С. Вихідні діаграми в координатах зусилля-час отримані при випробуванні зразків на американській

випробувальній машині «Instron 8802». А перераховані діаграми в координатах «напруження-відносна деформація» (1), а також у координатах «істинне напруження – істинна деформація» без урахування (2) та з урахуванням (3) сил тертя на торцях зразка показані на рис. 3.59.

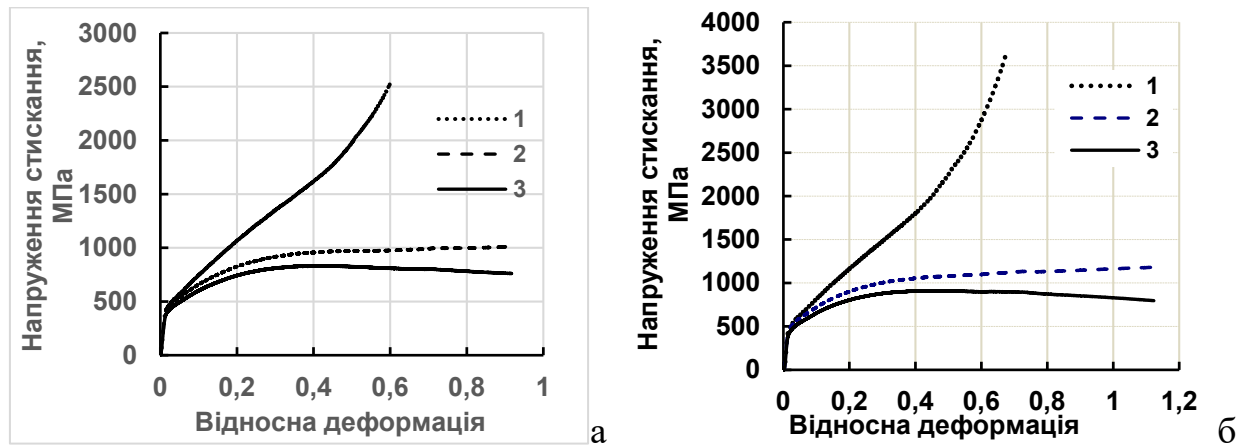


Рис. 3.59. – Типові діаграми стискання, які отримані в результаті перерахунку записаної на комп'ютері діаграми «зусилля – час» для зразків Х20Н80, які ущільненні при температурах 1150 (а) та 1300 °С (б). Діаграми відповідають залежностям: 1 – «умовне напруження – відносна деформація», 2 – «істинне напруження без урахування сил тертя – істинна деформація», 3 – «істинне напруження з урахуванням максимальних сил тертя – істинна деформація»

Облік сил тертя показав, що при стисканні даного пластичного матеріалу на перерахованій діаграмі «напруження – відносна деформація» з'являється максимум міцності, що свідчить про те, що і при стисканні після зміцнення настає процес розміцнення, пов'язаний, швидше за все, з мікроруйнуванням через вичерпання ресурсу пластичності матеріалу. На діаграмі ж без урахування сил тертя максимум міцності відсутній і створюється хибне уявлення про постійне зміцнення матеріалу та підвищену його пластичність.

## РОЗДІЛ 4. РЕЗУЛЬТАТИ ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНИХ ДОСЛІДЖЕНЬ ЩОДО УДАРНОГО УЩІЛЬНЕННЯ ПОРОШКІВ ТА ПОРОШКОВИХ СУМІШЕЙ В ШИРОКОМУ ДІАПАЗОНІ ТЕМПЕРАТУР

### 4.1. Результати експериментальних досліджень з ударного ущільнення однофазних порошків

#### 4.1.1. Ущільнення мідного порошку ПМС-1

В результаті проведення ударного ущільнення брикетів при різних температурах була отримана спочатку інформація про щільність зразків та їх питомий електроопір. Залежності цих характеристик від температури ударного ущільнення показані на рис. 4.1.1 [268]. Як впливає з рис. 4.1.1 а ударне ущільнення пористих брикетів при кімнатній температурі призводить до відносної щільності більше 97%. Ущільнення зразків при температурах 250-450 °С збільшує щільність

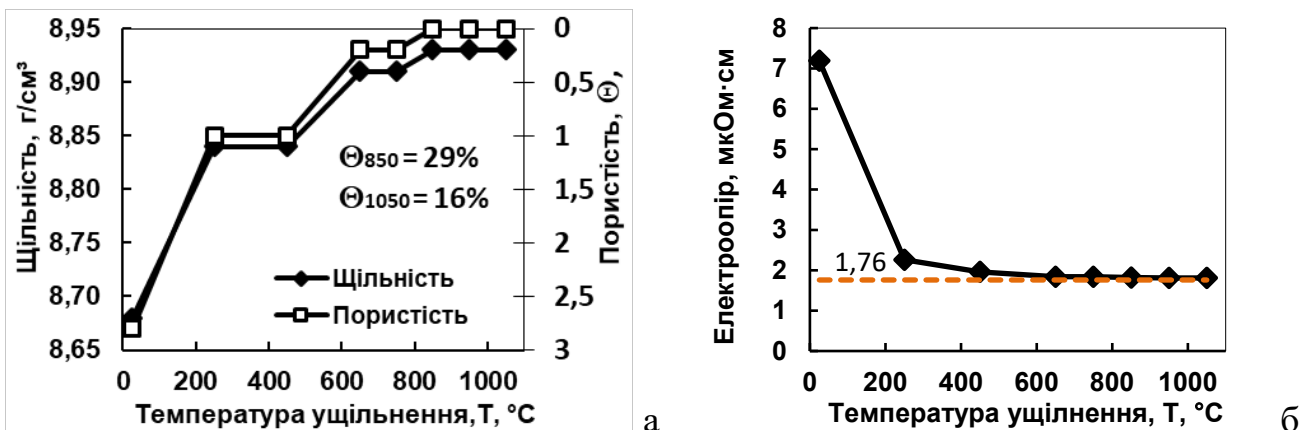


Рис. 4.1.1. – Щільність (пористість) (а) та питомий електроопір (б) порошкових зразків міді в залежності від температури ударного ущільнення, а також пористість зразків, спечених при 850 та 1050 °С протягом 20 хв

до рівня 99 %, а при 850 °С зразки виходять практично щільними, оскільки значення щільності цих зразках збігаються зі значеннями щільності на зразках з листової (промислової) міді. Важливо звернути увагу на те, що відносна щільність брикетів, спечених у вакуумі протягом 20 хв при температурах 850 і 1050 °С, дорівнює відповідно 71 і 84 %, що свідчить про низьку здатність даного мідного порошку до ущільнення при вільному спіканні. Питомий електроопір на зразках, які спресовані при температурі 250 °С, досить низький і дорівнює 2,26 мкОм·см, а при температурах ущільнення 850-1050 °С він становить 1,82–1,81 мкОм·см у той час, коли електроопір на зразках з промислової міді мав значення 1,76 – 1,78 мкОм·см,

тобто майже довідкову величину, що дорівнює 1,72 мкОм·см. Отже, відмінність значень питомого електроопору порошкової міді від звичайної промислової становить 2%. Цю відмінність можна вважати незначною і можна припустити, що при такому електроопорі зразки повинні мати якісні границі між частинками. Непрямою характеристикою якості границь в порошкових зразках є значення їх механічних властивостей.

Тому було проведено випробування зразків спочатку на вигин, рис. 4.1.2а, оскільки порошкові матеріали часто мають підвищену крихкість і оцінка їх властивостей часто обмежується випробуваннями на вигин. В даному випадку крихкими виявилися зразки, спресовані тільки при температурах 25 і 250 °С, хоча в останньому випадку міцність на вигин виявилася порівняно високою - 432 МПа.

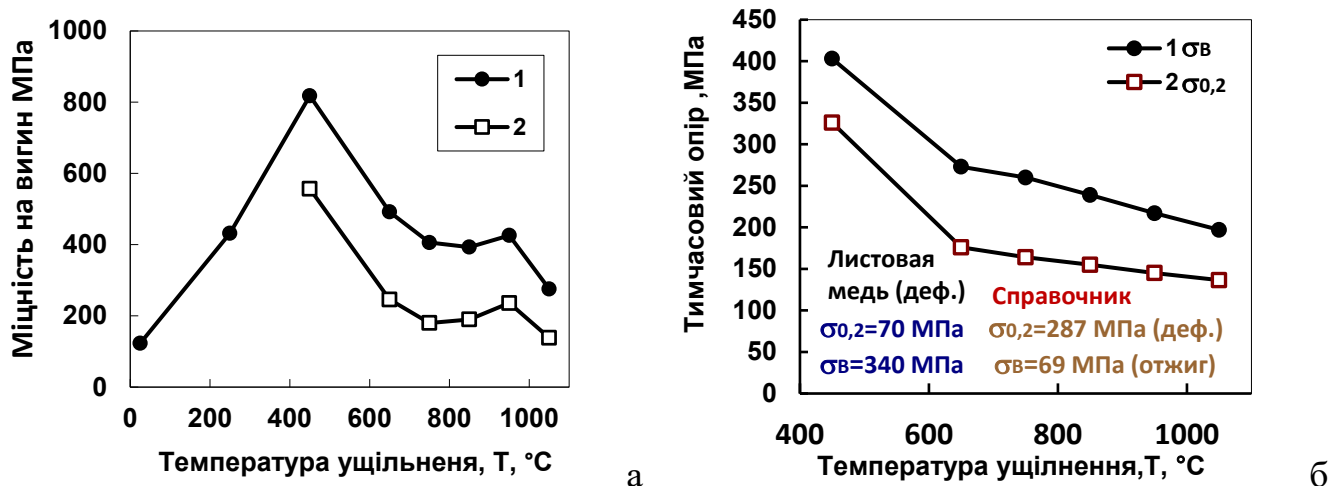


Рис. 4.1.2. – Напруження при вигину (а) та тимчасовий опір при розтягуванні (б) порошкових зразків з міді в залежності від температури ударного ущільнення у вакуумі. 1 – міцність; 2 – границя текучості при деформації 0,2 %

Інші зразки пластично згиналися і після досягнення прогину 2-3 мм зупиняли прикладання навантаження до зразків. Тому наведені на графіку напруження вигину вимагають деякого коригування з урахуванням приводу їх до однакового прогину або точніше до однакового ступеня деформації на вигин. Більш об'єктивна інформація впливає з результатів випробування зразків на розтяг, рис. 4.1.2б. З наведених даних впливає, що максимальна міцність на розтяг виходить на зразках, які спресовані за досить низької температури - 450 °С. При цьому пористість зразків була лише на рівні 1 %. Фотографії зразків, які випробувані на триточковий вигин показані на рис. 4.1.3., а фотографії зразків після випробування на розтягування

представлені на рис. 4.1.4.

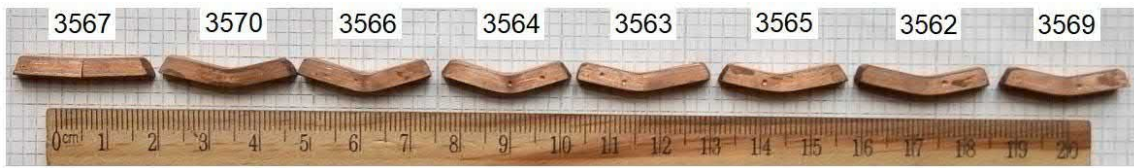


Рис. 4.1.3. – Вигляд мідних зразків із порошку ПМС-1 після випробування на вигин. Зразки отримані ударним ущільненням при температурах °С: 250 (3567, 3570), 450 (3566), 650 (3564), 750 (3563), 850 (3565), 950 (3562) і 1050 (3569). Зразок (3570) перед ущільненням при 250 °С був підпечений при 850 °С протягом 20 хв і мав пористість 29 %

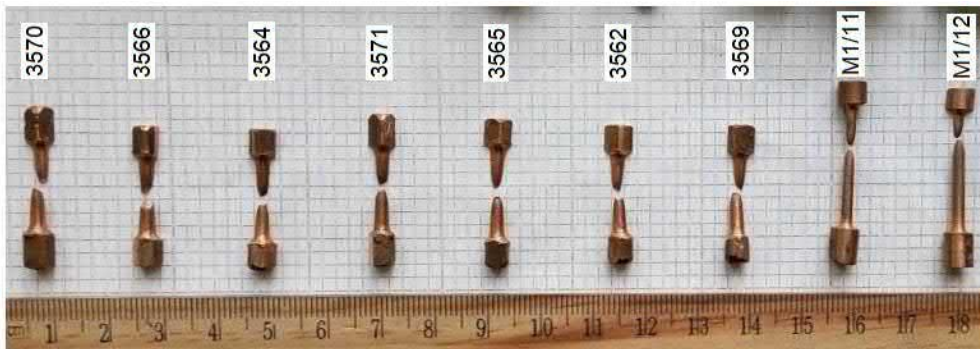


Рис. 4.1.4. – Вигляд мідних зразків із порошку ПМС-1 після випробування на розтяг. Зразки отримані ударним ущільненням при температурах в °С: 250 (3570), 450 (3566), 650 (3564), 750 (3571), 850 (3565), 950 (3562), 1050 (3569), а також зразки, які вирізані з листової міді (M1/11) та (M1/12)

У разі підвищення температури ударного ущільнення пористість зникає, а міцність зменшується майже вдвічі. З цього випливає, що незначна пористість мідних зразків не є критичною і що міцний зв'язок між частинками утворюється при ударному ущільненні при порівняно низькій температурі. При цьому необхідно звернути увагу на те, що процес ущільнення триває тисячні частки секунди, і за цей час відбувається утворення міцного зв'язку між частинками, що не поступається міцності зв'язку між зернами у звичайній міді. Границя міцності при розтягуванні промислової міді в результаті випробування в тих умовах, в яких випробовувалися порошкові зразки, склала 344 і 334 МПа. З порівняння отриманих даних по міцності порошкової та звичайної міді випливає, що міцність порошкової міді може бути вищою за міцність промислової міді. Однак необхідно враховувати те, що границя міцності або тимчасовий опір є умовною величиною, оскільки він дорівнює відношенню руйнівного навантаження до початкового перерізу зразків. Насправді при розтягуванні зразка поперечний переріз зменшується і справжнє напруження,



при якому руйнується зразок, збільшується. Тому важливо знати справжнє напруження при руйнуванні зразка. Його легко визначити, знаючи відносне зменшення площі поперечного перерізу зразка при розтягуванні (звуження)  $\psi$ . Дійсне руйнівне напруження визначається за формулою –  $\sigma_{\text{іст}} = \sigma / (1 - \psi)$ , де  $\sigma$  – тимчасовий опір в момент руйнування. Зміна значень звуження та справжнього напруження руйнування при розтягуванні зразків, які отримані за різних температур, представлено на рис. 4.1.5.

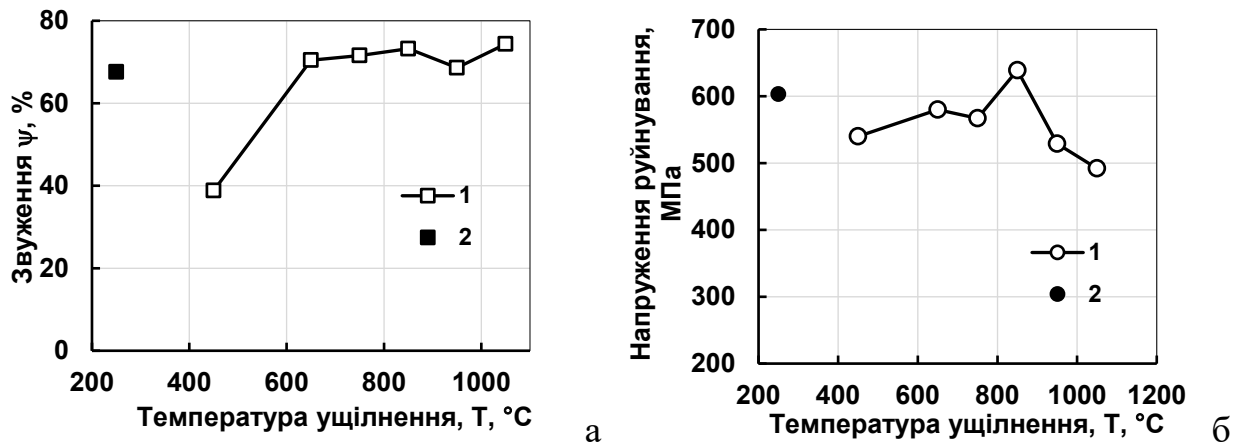


Рис. 4.1.5. – Зміна звуження (а) та справжнього напруження руйнування (б) порошкових зразків міді в залежності від температури ударного ущільнення. 1 – ізотермічна витримка 20 хв при температурі ударного ущільнення, 2 – ізотермічна витримка 20 хв при температурі 850 °С, але ударне ущільнення при 250 °С

Для порівняння зазначимо, що звуження для двох зразків промислової міді становило 53% і 64%, а руйнівне напруження відповідно – 248 МПа та 332 МПа. З цього порівняння видно, що порошкові зразки міді, ущільнені ударним методом у вакуумі при температурі всього 450 °С, мають більш низьку пластичність, але більш високу міцність, ніж ці показники для прокатоної промислової міді. Підвищення температури ущільнення до 650-850 °С призводить до підвищення як пластичності, так і справжньої міцності при руйнуванні до рівня 580-640 МПа.

Рівень пластичності, а точніше рівень звуження порошкової міді, яка спресована при температурах 650-1050 °С, трохи вище значення звуження міді, наведеного в довіднику [105], де  $\psi = 69$  %. Ще одна важлива характеристика пластичних металів - це умовна границя текучості (при залишковій відносній деформації 0,2%). Для деформованої міді за довідником [105] вона відповідає 287 МПа, для зразків з листової міді вона вийшла рівною 70 МПа, для більшості

порошкових зразків міді границя текучості становить 155-175 МПа, а для зразка, спресованого при температурі 450 °С, вона найбільш висока - 326 МПа.

Були проведені дослідження структури порошкових зразків, які ущільнені за різних температур. Насамперед було досліджено плоску поліровану поверхню, показану на рис. 4.1.6. З наведених фотографій видно, що мідь, яка спресована при 250 °С, представляє щільно спресований порошок. І лише за 750 °С структура схожа

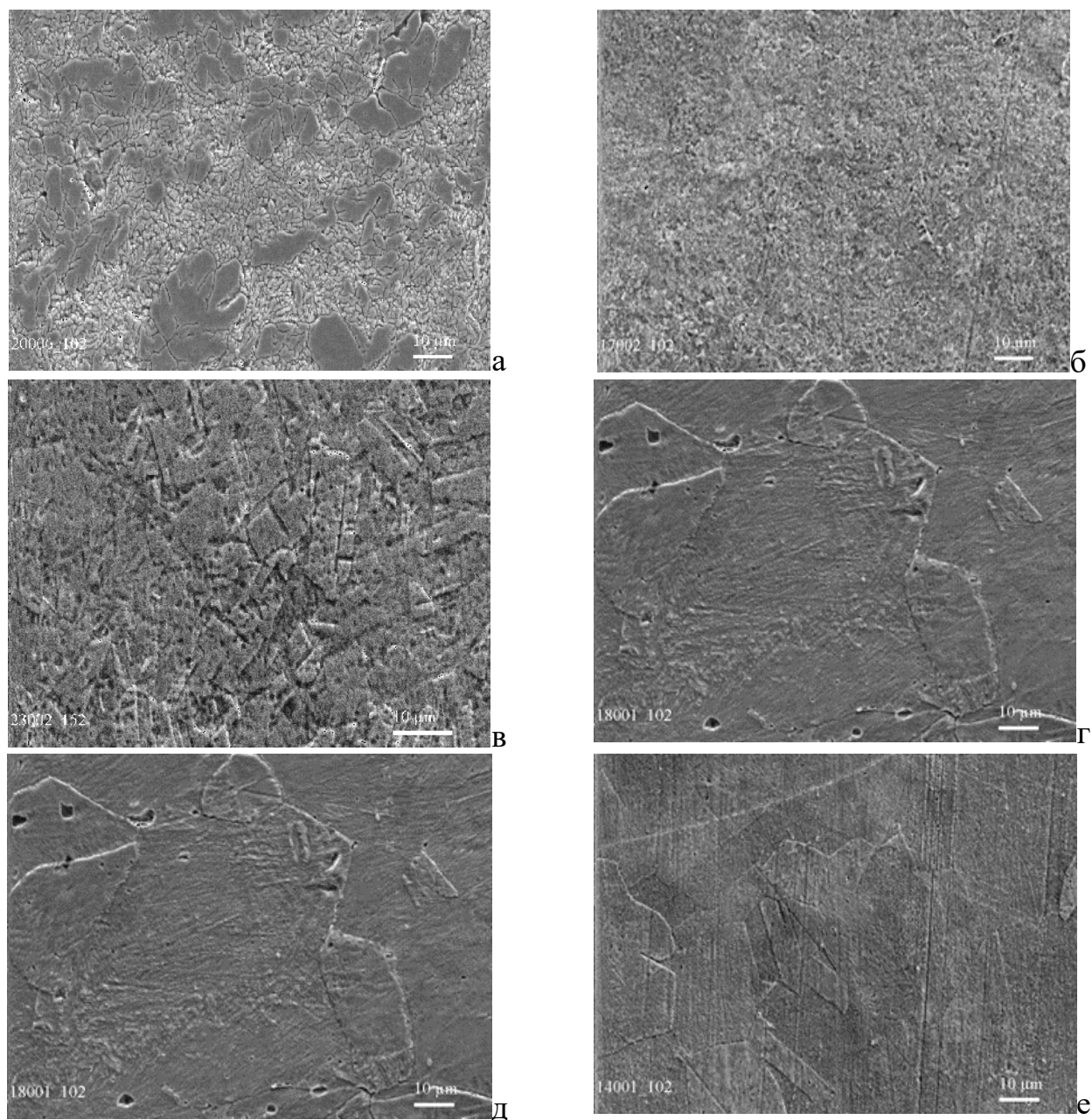


Рис.4.1.6. – Полірована поверхня зразків із порошкової міді, отриманих ударним ущільненням при температурах, °С: 250 – а, 450 – б, 750 – в, 1050 – г, 250 (850) – д, а також зразок з листової міді – е

на структуру звичайної міді. При температурі ущільнення 450 °С структура зразку є дуже дрібнозернистою. З фото видно також, що підвищення температури

ущільнення зразків однозначно призводить до укрупнення структури. У разі ж ущільнення мідного порошку при температурі 1050 °С структура зразків стає вельми крупнозернистою і навіть більш крупнозернистою, ніж структура листової міді.

Далі була досліджена структура різних зразків на поверхні руйнування. Структура поверхні руйнування зразків в залежності від температури ущільнення, а також поверхня руйнування зразку зі стандартної листової міді показані на рис. 4.1.7.

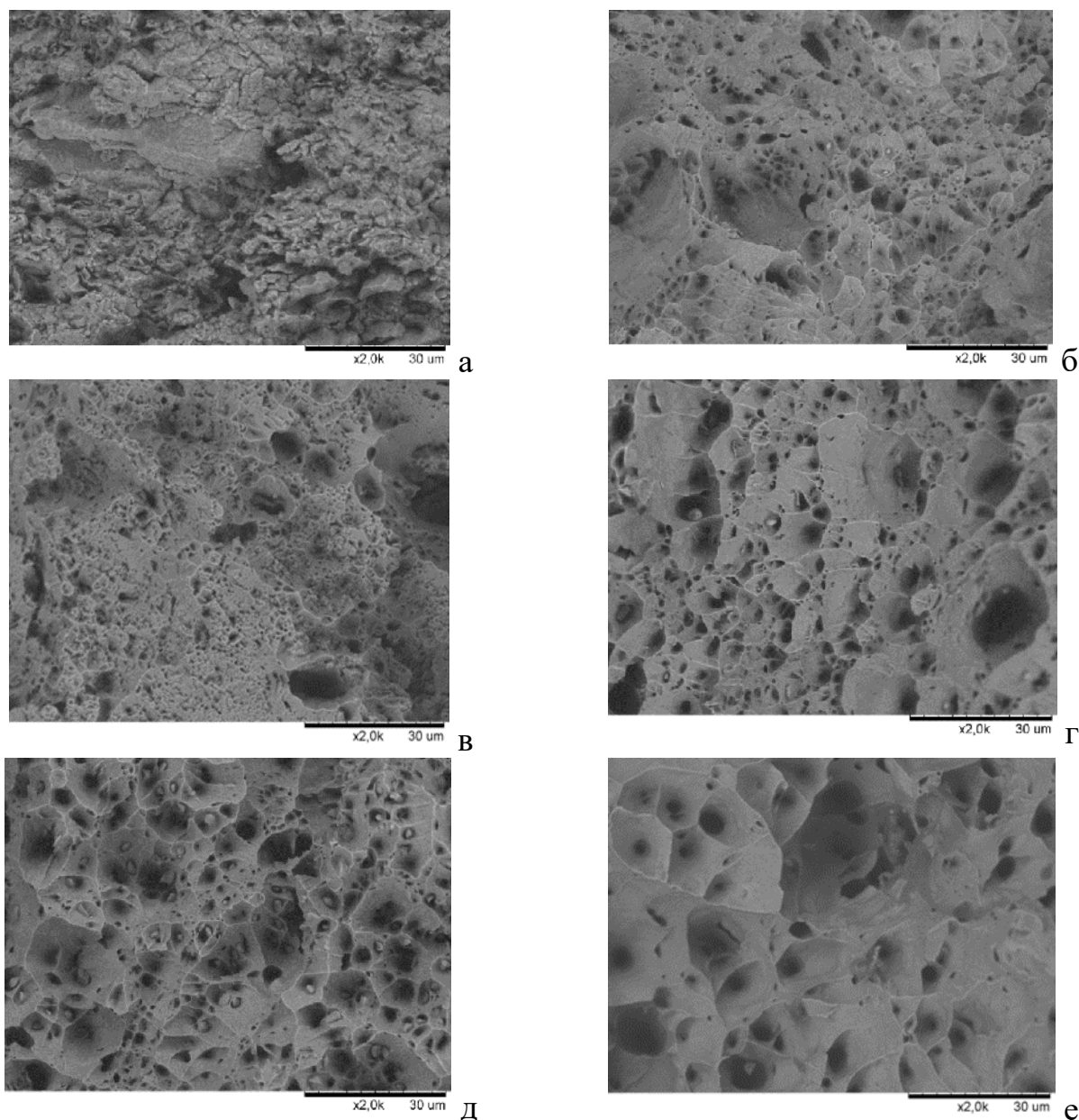


Рис. 4.1.7. – Поверхня руйнування зразків із порошкової міді, які отримані ударним ущільненням при температурах, °С: 250-а, 450-б, 750-в, 1050-г, 250 (850)-д, а також зразок з листової міді-е

З наведених фотографій поверхні руйнування також видно, що за найнижчих температур ударного ущільнення (250 °С) поверхня руйнування якісно відрізняється від поверхні руйнування зразків, ущільнених при температурах 450 °С і вище. В

останньому випадку поверхня руйнування має ямковий злам і розміри ямок збільшуються з підвищенням температури пресування, що також підтверджує зростання зерен міди.

Одним із важливих та інформативних видів випробування зразків є випробування на ударну в'язкість. Для пластичних матеріалів такі випробування проводяться на зразках з надрізом, проте в даному випадку надріз у зразках не виконувався через неясність у поведінці порошкових зразків при ударному навантаженні особливо для зразків, отриманих при низьких температурах ущільнення. Тому зразки були випробувані практично на триточковий вигин, але при використанні ударного навантаження. Ці випробування було проведено на експериментальній установці, створеній в Інституті проблем міцності НАН України [269]. Випробування проведені на зразках, ущільнених при температурах від 450 до 1050 °С. Зразки, отримані при кімнатній і температурі 250 °С, були неміцними при статичному вигину і тому не піддавалися ударному вигину. Однак зразок, який піддавався ущільненню при температурі 250 °С, але перед цим був витриманий при 850 °С протягом 20 хв і мав пористість перед ущільненням близько 29 %, виявився досить міцним і пластичним, і також зазнавав ударного вигину. Зразки, отримані за більш високих температур, виявилися дуже пластичними при ударному вигині. Початкова швидкість падаючого вантажу масою 24 кг для ударного вигину була 1.98 м/с (висота падіння 20 см). Відстань між опорами, у яких розташовувався зразок, була 20 мм. При цьому ударний вигин проходив доти, доки зразок не проскакував між опорами до приймача. Це відповідало досить високому прогину зразків, що дорівнює 10-11 мм. При цьому жоден із зразків не зруйнувався за ударного вигину. Вигляд випробуваних на триточковий ударний вигин зразків показано на рис. 4.1.8.



Рис. 4.1.8. - Вигляд випробуваних на ударний вигин зразків, які отримані з порошку ПМС-1 ударним ущільненням при температурах 250 (3570), 450 (3566), 650 (3564), 750 (3563), 850 (3565), 950 1050 °С (3569). Зразок 3570 перед ударним ущільненням був підпечений при 850 °С - 20 хв і мав пористість 29 %

Під час проведення випробування на ударний вигин проводилася реєстрація зусилля вигину залежно від часу. Типові діаграми зміни зусилля від часу показані на рис. 4.1.9 для зразків, які ущільнені при температурах 250 (№3570) та 750 °С (№3563). Однак для порівняння міцності та пластичності зразків необхідно

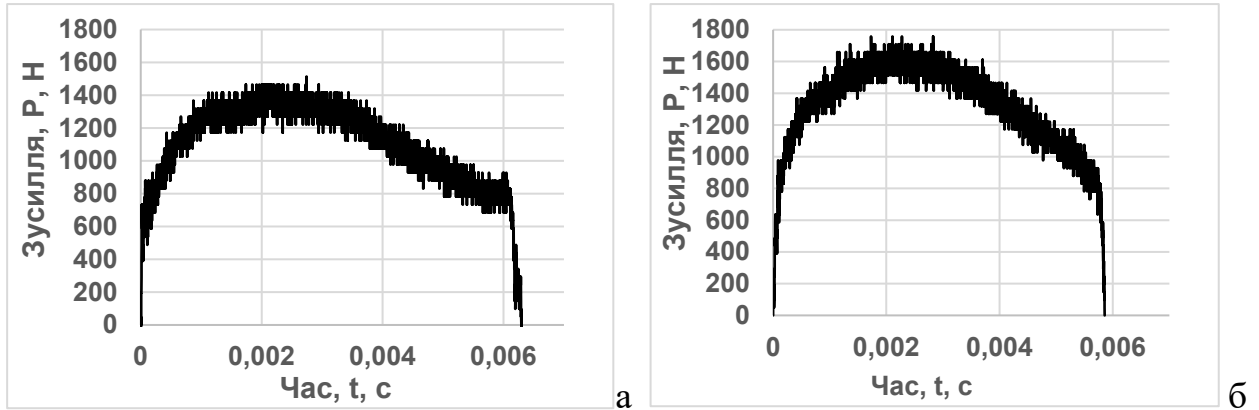


Рис. 4.1.9. – Типові діаграми ударного вигину мідних порошкових зразків, одержаних ударним ущільненням при температурах 250 (а) та 750 °С (б)

користуватися питомими характеристиками, такими як напруження та відносна деформація зразків на вигин. Тому наведені на рис. 4.1.9 типові діаграми навантаження були перераховані для побудови діаграм, що показують залежність умовного напруження вигину  $\sigma_{\text{виг}}$  (що враховує вихідні розміри зразка) від умовної відносної деформації, розрахованої за формулою:

$$\varepsilon = y \cdot \frac{6 \cdot h}{L^2} \quad (4.1.1)$$

де  $y$  – прогин,  $h$  – висота зразка,  $L$  – відстань між опорами.

В результаті перерахунку типові діаграми ударного вигину набували вигляду, показаного на рис. 4.1.10.

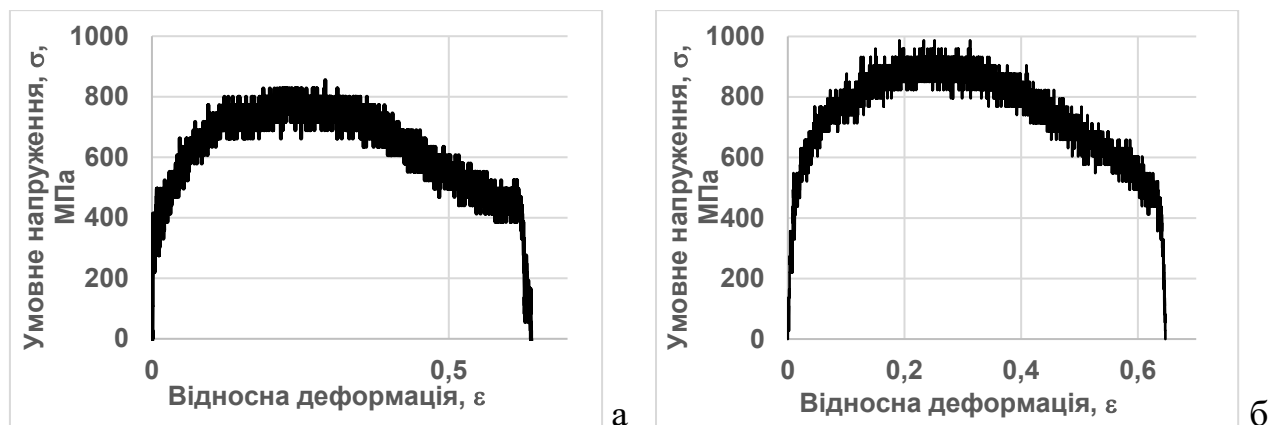


Рис. 4.1.10. – Вигляд діаграм ударного вигину мідних зразків, отриманих при температурах ущільнення 250 (а) та 750 °С (б), після перерахунку вихідних діаграм «зусилля-час» на питомі (відносні) показники міцності та деформації

Діаграми випробування зразків, які отримані при температурах 450, 650, 850 і 1050 °С, поєднані на одному малюнку для зручності порівняння, показані на рис. 4.1.11. З представлених на рис. 4.1.11 результатів видно, що найбільш високою міцністю

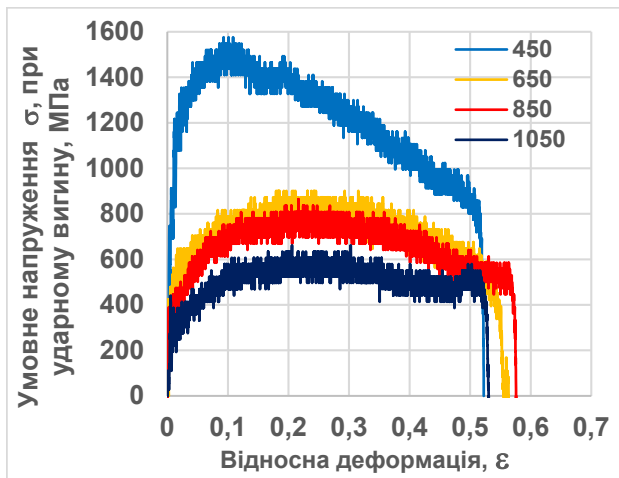


Рис. 4.1.11. – Діаграми ударного вигину мідних порошкових зразків, які отримані ударним ущільненням при 450 (1), 650 (2), 850 (3) та 1050 °С (4)

при ударному вигину має зразок, який ущільнено при відносно низькій температурі 450 °С. Цей результат узгоджується з результатами статичного вигину, при якому найбільша міцність показана на зразку, ущільненому при даній температурі. Однак принциповою відмінністю ударного вигину від статичного є вищий рівень напруження вигину у разі застосування ударного навантаження.

Це перевищення значень напруження є майже дворазовим і притаманно всім зразкам, тобто зразкам, ущільненим за різних температур. Найбільш низьке напруження ударного вигину спостерігається на зразку, ущільненому при температурі 1050 °С, але і це напруження, що дорівнює 550 МПа, вдвічі вище напруження статичного вигину, що дорівнює 275 МПа. Така суттєва відмінність напруження вигину при ударному навантаженні від напруження при статичному вигину можливо пов'язане з неточністю тарування системи реєстрації зусилля вигину на випробувальній машині при ударному навантаженні зразків. Однак факт збільшення напруження течії матеріалу при високій швидкості деформації добре відомий з обробки металів тиском.

Таким чином, при ударному гарячому ущільненні у вакуумі порошку міді відбувається якісна взаємодія між частинками за тисячні частки секунди при температурі 450 °С. При даній температурі ущільнення зразки мають міцність, порівнянну з міцністю промислової міді, а твердість і границя текучості більш високі, ніж твердість і границя текучості листової міді. Високий рівень пластичності проявляється на зразках, які ущільнені ударним навантаженням при температурі 650 °С і більше.

#### 4.1.2. Ущільнення залізних порошків ПЖЗМ2 та Diafe5000

В результаті проведення ударного ущільнення брикетів при різних температурах були отримані дані про фізичні та механічні властивості зразків в залежності від температури ударного ущільнення. Спочатку було визначено щільність зразків та його питомий електроопір, які залежно від температури ударного ущільнення показано на рис. 4.1.12. [270]. З наведених на рис. 4.1.12а даних по щільності зразків на увагу заслуговує, по-перше, більш високий рівень

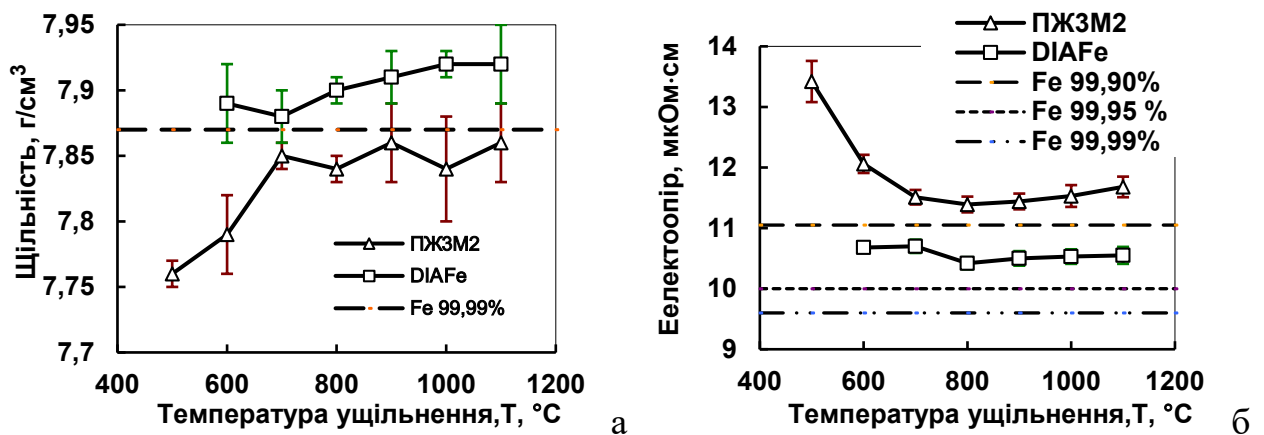


Рис. 4.1.12. – Щільність (а) та питомий електроопір (б) зразків із порошків ПЖЗМ2 та DIAFE5000 залежно від температури ударного ущільнення

щільності зразків з порошку DIAFE5000, а по-друге, практично постійне значення щільності зразків з порошку ПЖЗМ2, отриманих при 700 °С і вище. Крім того, довідкове значення щільності компактного заліза дещо нижче за щільність зразків з дрібного порошку і трохи вище за щільність зразків з крупного порошку. Така ситуація може бути пов'язана не так з наявністю пористості, як з хімічним складом залізного порошку. Наприклад, підвищений вміст домішок може знижувати абсолютну щільність заліза та підвищувати його питомий електроопір. Дійсно, питомий електроопір зразків з крупного порошку вище питомого електроопору зразків з дрібного порошку і вище питомого електроопору компактного заліза чистотою 99,90%, рис. 4.1.12б. Питомий електроопір зразків з дрібного порошку нижче питомого електроопору компактного заліза із зазначеною чистотою, але вище питомого електроопору компактного заліза чистотою 99,95%. Звернути увагу необхідно також на те, що абсолютна величина питомого електроопору зразків із дрібного порошку практично не змінюється у всьому температурному інтервалі ущільнення, а електроопір зразків із крупного порошку стає низьким при

температурі ущільнення 700 °С, а при більш високих температурах виявляє тенденцію навіть до деякого зростання. Таку тенденцію поки що важко пояснити. Таким чином, результати вимірювання щільності та питомого електроопору зразків свідчать про те, що в діапазоні температур ударного спікання 700-1100 °С, зразки мають високу щільність і низький електроопір. У зв'язку з цією обставиною інтерес викликають механічні властивості зразків з крупного та дрібного порошоків, які отримані за різних температур.

Результати визначення границі текучості, тимчасового опору, пластичності (відносного звуження) та граничного (руйнівного) напруження при розтягуванні зразків представлені на рис. 4.1.13. Як видно на рис.4.1.13а, високі значення

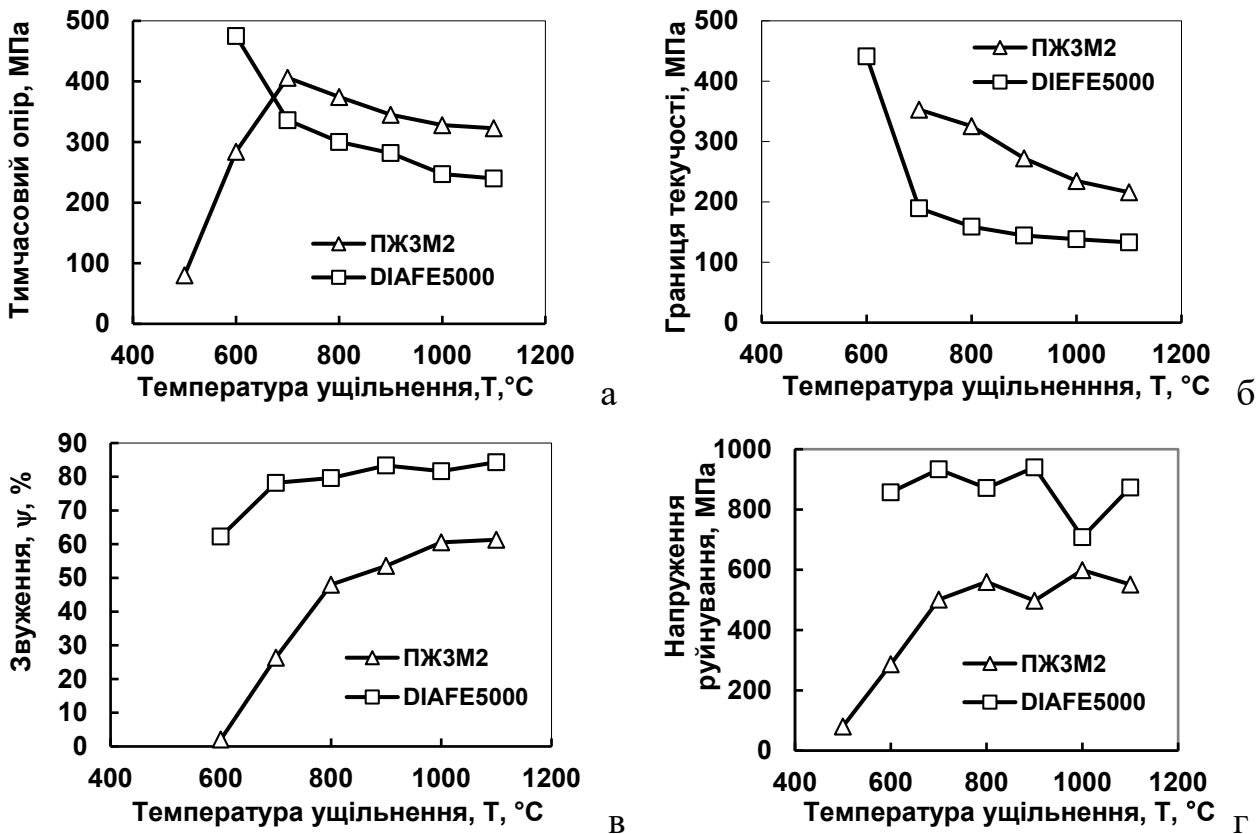


Рис. 4.1.13. – Тимчасовий опір (а), границя текучості (б), відносне звуження (в) та гранична міцність (г) зразків із крупного та дрібного порошоків заліза залежно від температури ударного ущільнення

тимчасового опору мають зразки, які ущільнені при температурі 700 і 600 °С при використанні відповідно крупного і дрібного порошоків. При цьому тимчасовий опір зразків з крупного порошку вище тимчасового опору зразків з дрібного порошку при температурах ущільнення 700 °С і вище. Перевищення становить приблизно 75 МПа, і воно практично постійне для всіх наступних після 700 °С температур



ударного ущільнення. Границя текучості зразків із крупного порошку також майже вдвічі більша за границю текучості зразків із дрібного порошку, рис. 4.1.13б. У той же час пластичні характеристики і, зокрема, відносне звуження суттєво вищі у зразків із дрібного порошку. Причому високий рівень пластичності у зразків із дрібного порошку спостерігається навіть у разі ущільнення за низької температури – 600 °С. Для порівняння отриманих властивостей порошкових зразків із властивостями звичайного заліза наведемо дані для армко-заліза з довідника [105]: границя текучості – 157 МПа, тимчасовий опір – 412 МПа, відносне звуження – 61 %. Важливо при цьому відзначити, що границя текучості та пластичність зразків із порошку DIAFE5000, отриманого при 700 °С, перевищують аналогічні характеристики звичайного заліза.

Реальна міцність проявляється при руйнуванні зразка, і вона дорівнює напруженню у найменшому перерізі шийки зразка в момент руйнування. Тому було визначено реальну міцність зразків, тобто міцність в останній момент руйнації або гранична міцність, яка показана на рис. 4.1.13г. З цього рисунку випливає, що реальна міцність дрібнозернистих зразків майже вдвічі вища за реальну міцність крупнозернистих зразків. Для підтвердження наявності більш дрібнозернистої структури у зразків із дрібного порошку було досліджено плоску поліровану поверхню, яка представлена на рис. 4.1.14. З представлених на цьому рисунку структур видно, що ущільнені зразки із дрібного порошку є більш дрібнозернистими по відношенню до зразків із крупного порошку. У той же час підвищення температури ударного ущільнення призводить до збільшення розміру зерна у зразках, як із крупного, так і з дрібного порошків, особливо у випадках ущільнення при температурах вище 700 °С. Незважаючи на це, структура зразків із порошку DIAFE5000 залишається дрібнішою, ніж структура зразків із порошку ПЖЗМ2. Відмінність у структурі зразків із порошків ПЖЗМ2 та DIAFE5000 призводить до різної поведінки зразків при випробуванні на розтягування. Це проявляється не лише на показниках міцності та пластичності, а й на діаграмах випробування зразків, які показані на рис. 4.1.15. Загальний вигляд зразків, отриманих при різних температурах і різних порошків, після розтягування показано на рис. 4.1.16.

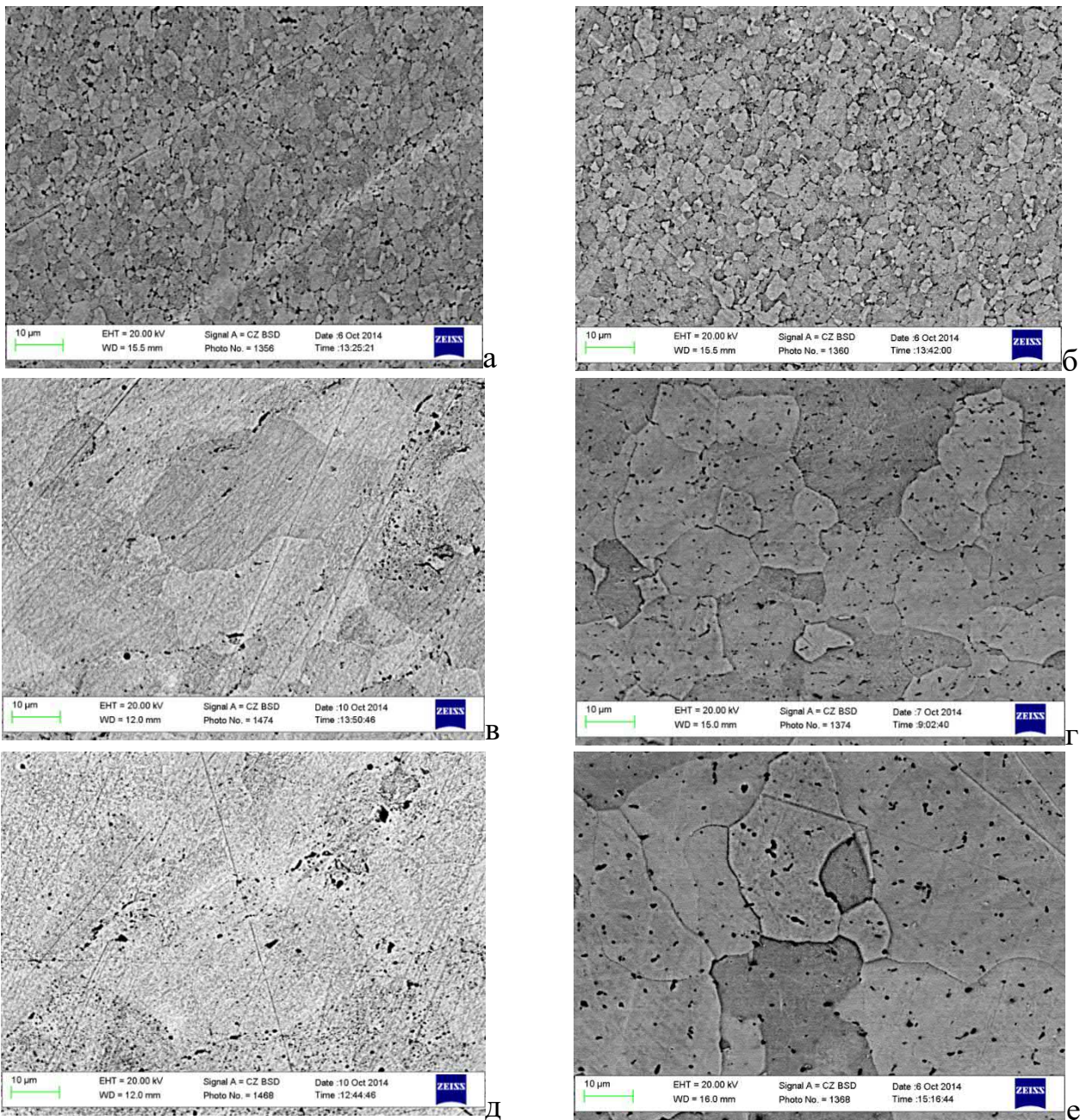


Рис. 4.1.14. – Структура зразків з порошку ПЖЗМ2 (ліворуч) та порошку DIAFE5000 (праворуч), які отримані при температурах 700 (а, б), 800 (в, г) та 900 °С (д, е)

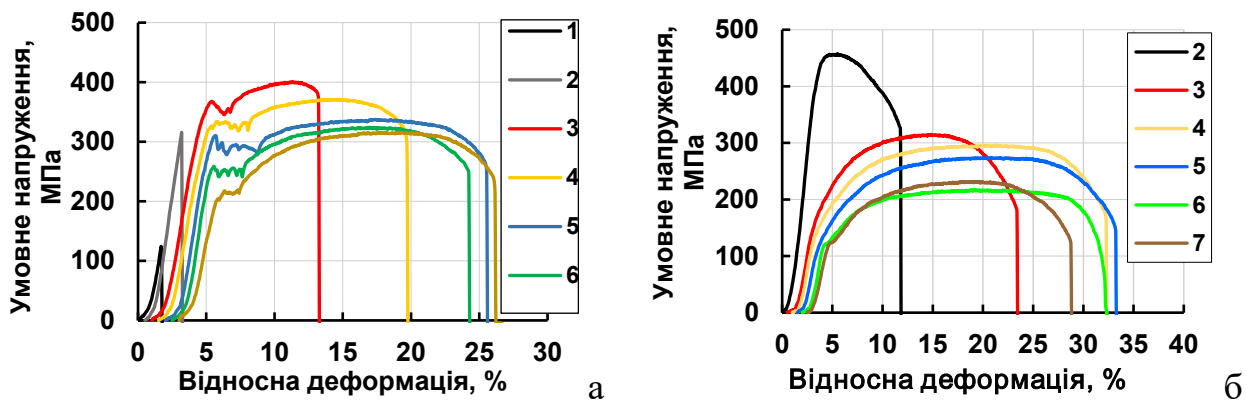


Рис. 4.1.15. – Діаграми випробування на розтяг зразків, які отримані за різних температур ударного ущільнення з порошків ПЖЗМ2 (а) та DIAFE5000 (б). Температури ущільнення, °С: 1-500, 2-600, 3-700, 4-800, 5-900, 6-1000 та 7-1100

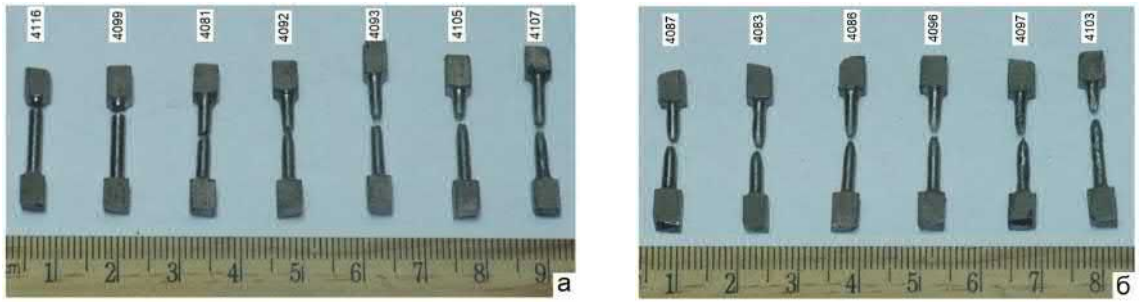


Рис. 4.1.16. – Загальний вигляд зразків із порошку ПЖЗМ2(а) та DIAFE5000(б) після випробування на розтяг. Зразки отримані ударним ущільненням при температурах, °С: 500 (4116), 600 (4099, 4087), 700 (4081, 4083), 800 (4092,4086), 900 (4093, 4096), 1000 (4105, 4097) и 1100 (4107, 4103)

Була досліджена також поверхня руйнування зразків, яка показана на рис. 4.1.17.

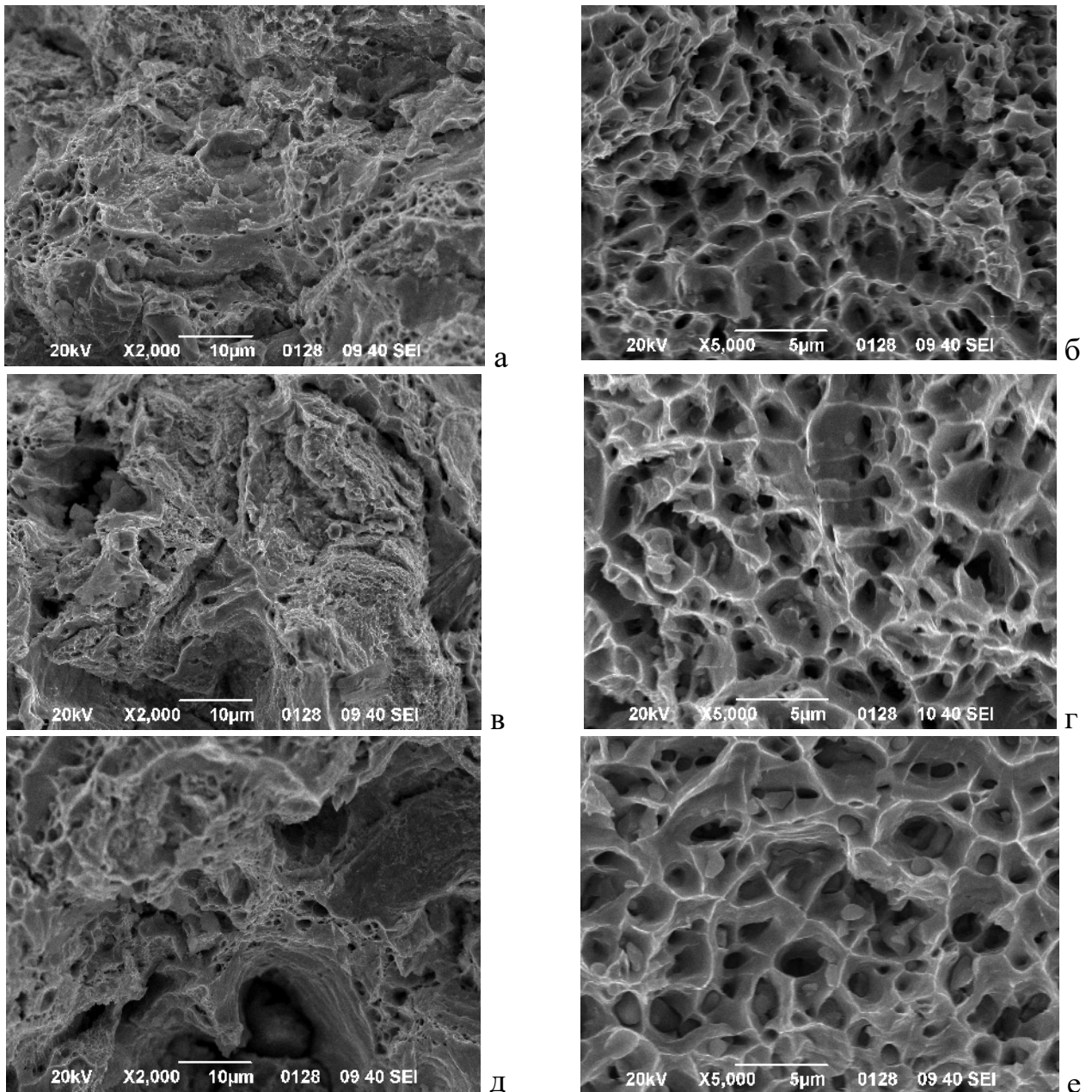
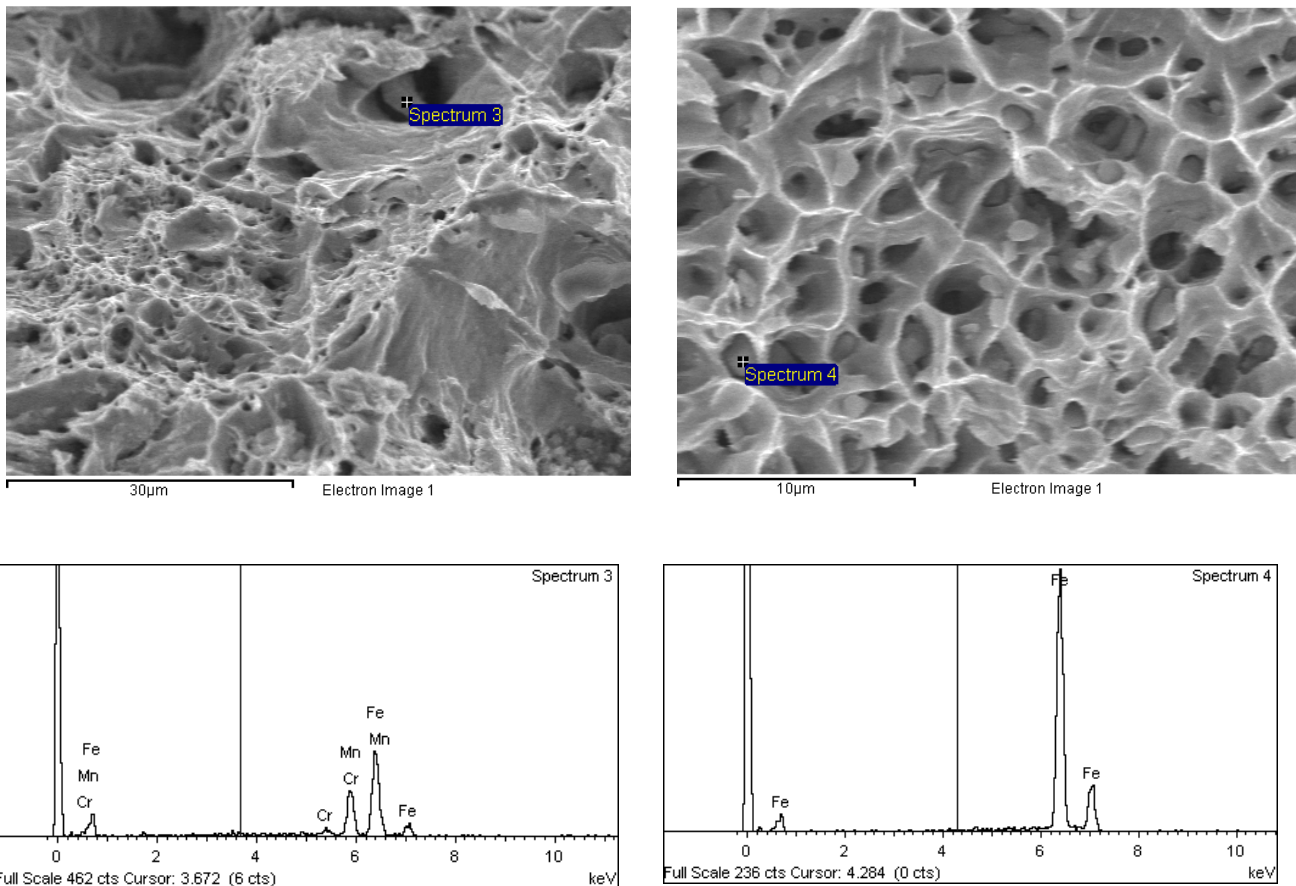


Рис. 4.1.17. – Поверхня руйнування зразків з порошків ПЖЗМ2 (ліворуч) та DIAFE5000 (праворуч), які отримані при температурах 700 (а, б), 800 (в, г) та 900 °С (д, е)

Як бачимо на рис. 4.1.17 поверхні руйнування зразків з крупного порошку ПЖЗМ2 і дрібного порошку DIAFE5000 істотно різняться. Всі зразки з порошку DIAFE5000 мають класичний ямковий злам, причому розміри ямок збільшуються з підвищенням температури ударного ущільнення. Поверхня руйнування зразків з порошку ПЖЗМ2, спечених при температурі 700 °С і вище, характеризується великими ділянками з дрібними ямками і наявністю великих поглиблень типу «кратерів». Це пов'язано, ймовірно, з неможливістю здійснення великої пластичної деформації зерен. Труднощі з реалізацією великої пластичної деформації самих зерен може бути обумовлено впливом підвищеного вмісту домішок у порошку ПЖЗМ2. Таким чином, домішки в даному залізному порошку гальмують або блокують рух дислокацій, що призводить до появи з одного боку зуба текучості, а, з іншого боку, до зниження рівня пластичності матеріалу. У зв'язку з очевидним негативним впливом домішок на пластичність зразків не зовсім зрозуміла висока



а

б

Рис. 4.1.18. – Спектральний аналіз включень у зразках із порошку ПЖЗМ2 (а) та DIAFE5000 (б)

пластичність зразків із порошку DIAFE5000, у якого за високої температури ущільнення виявляються включення на дні ямок. Подібні включення спостерігаються на дні деяких ямок зразків з порошку ПЖЗМ2. Спектральний аналіз включень у крупному порошку ПЖЗМ2 виявив наявність у них марганцю, хрому та кремнію, а у зразках з DIAFE5000 лише залізо, що встановлено за допомогою спектрального аналізу, який показано на рис. 4.1.18. Відсутність у включенні на рис. 4.1.18б будь-яких елементів крім заліза (спектр 4) викликає питання про природу даного включення. Цілковито можливо, що у зразках з DIAFE5000 включеннями можуть бути високодисперсні оксиди заліза. Але їх поява у зразках, спечених за високої температури, не вплинула істотно на пластичність зразків. Однак необхідно надалі з'ясувати справжню природу вказаних включень.

Отримані ударним ущільнення зразки з різних порошків були також випробувані на стискання, і значення границі текучості, міцності на стискання та пластичної деформації при максимальному напруженні показані на рис.4.1.19.

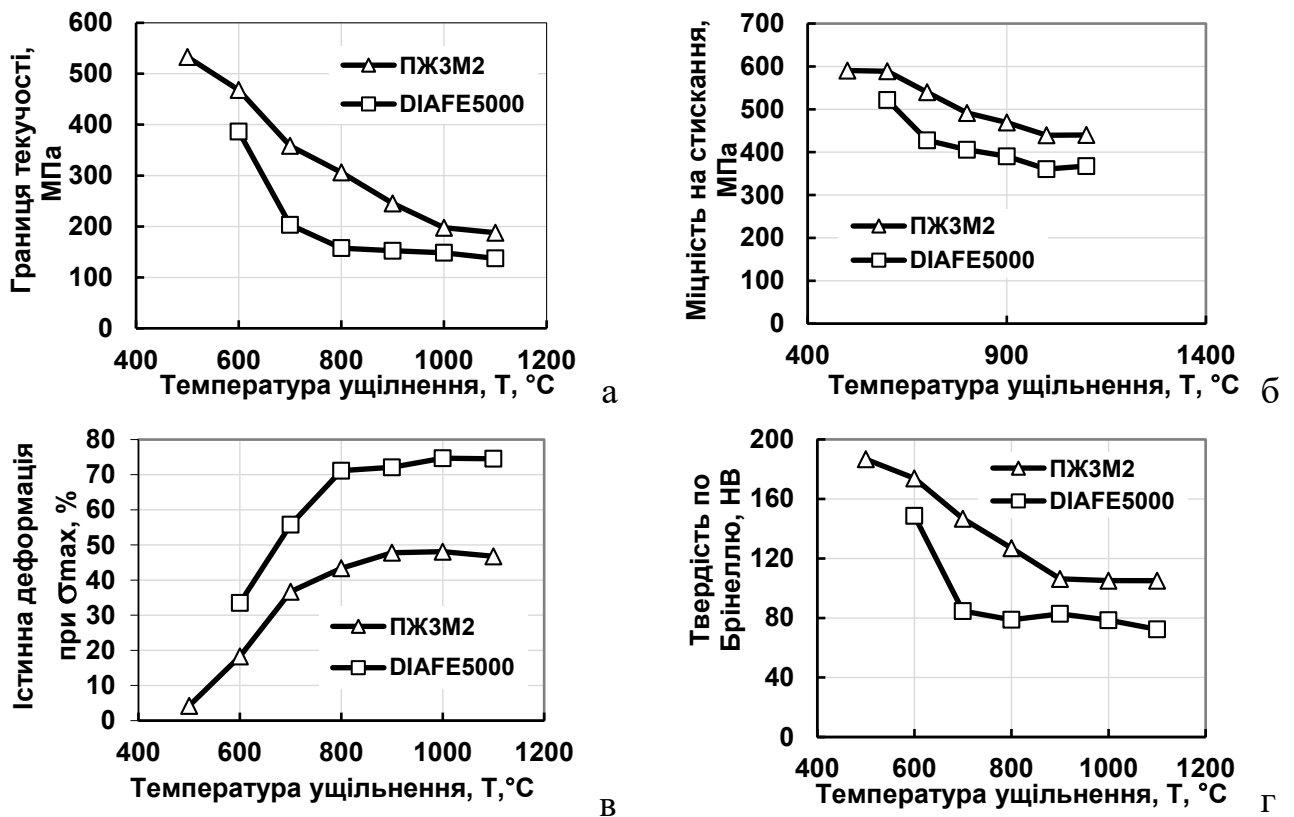


Рис. 4.1.19. – Границя текучості (а), максимальне напруження стискання (б) та відповідна максимальному напруженню пластична деформація (в), а також твердість за Брінеллем (г) для зразків із порошку ПЖЗМ2 та DIAFE5000 в залежності від температури ударного ущільнення

З цього рисунка випливає, що границя текучості та максимальне напруження

при стисканні зразків з дрібного та без домішок порошку DIAFE5000 менше границі текучості зразків з крупного та з підвищеним вмістом домішок порошку ПЖЗМ2. У той же час пластичність зразків із порошку DIAFE5000 вища за пластичність зразків із порошку ПЖЗМ2. Підвищення температури ударного ущільнення призводить до падіння границі текучості та меншою мірою до зниження максимальної міцності, але до збільшення пластичності зразків.

Проведені випробування на стискання зразків з порошку ПЖЗМ2 показали, що найбільша міцність спостерігається на зразках, ущільнених при найнижчій температурі - 500 °С, у той час як при розтягуванні ці зразки мають найнижчу міцність. Це свідчить про те, що невелика пористість та ослаблені границі між частинками незначно впливають на міцність при стисканні. Однак пластичність суттєво залежить від міцності границь та помітно знижується при ослабленні границь із зменшенням температури ударного ущільнення.

Вплив температури ущільнення порошків добре проявляється і на типових діаграмах стискання зразків, які показані на рис. 4.1.20. З наведених діаграм видно, що підвищення температури призводить до зниження максимальної міцності зразків та збільшення ступеню деформації зразків при реалізації максимальної міцності.

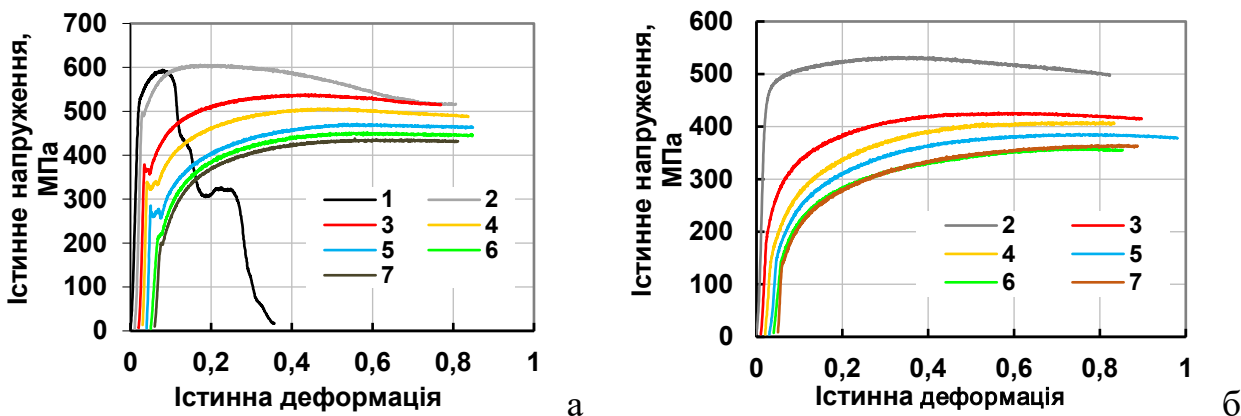


Рис. 4.1.20. – Діаграми випробування на стискання зразків із порошку ПЖЗМ2 (а) та DIAFE5000 (б). Зразки отримані при температурах ударного ущільнення, °С: 1-500, 2-600, 3-700, 4-800, 5-900, 6-1000, 7-1100

Поведінка зразків при стисканні можна якісно оцінити і по вигляду зразків після випробування, представленою на рис. 4.1.21.

Результати вимірювання твердості зразків по Брінеллю при навантаженні 1000 Н і діаметрі кульки 2,5 мм показані на рис. 4.1.19г. Привертає увагу високий рівень твердості зразків, отриманих при низьких температурах ударного ущільнення. В

даному випадку, як і у випадку стискання зразків, невелика пористість і менш міцний зв'язок між частинками не впливають на твердість. Тому значення твердості

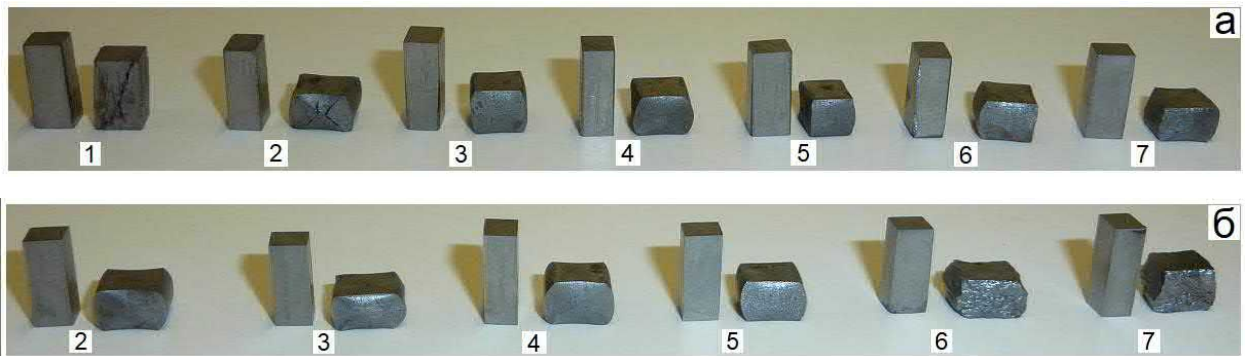


Рис. 4.1.21. – Зовнішній вигляд вихідних та випробуваних на стискання зразків із порошку ПЖЗМ2 (а) та DIAFE5000 (б). Зразки отримані при температурах ударного ущільнення, °С: 1-500, 2-600, 3-700, 4-800, 5-900, 6-1000 і 7-1100

виявилися найбільшими для «низькотемпературних» зразків, тобто у зразків з більш дрібнозернистою структурою для одного й того самого порошку. Проте порівняння твердості зразків, отриманих із різних порошків, показує, що не тільки розмір зерен впливає на твердість. Зразки з дрібного порошку DIAFE5000 мають дрібнішу структуру, ніж зразки з крупного порошку ПЖЗМ2 (див. рис. 4.1.14), але твердість перших зразків менше, ніж у других. В даному випадку істотний вплив на твердість надають домішки різних елементів у залізному порошку, вміст яких у порошку ПЖЗМ2 підвищено. Отже, підвищена кількість домішок у залізі призводить до підвищення границі текучості матеріалу та його твердості. Як відомо, у науково-технічній літературі досить часто твердість матеріалу зіставляють з його границею текучості і переконуються у багатьох випадках у справедливості співвідношення, запропонованого D. Tabor [271], що  $HV \approx 3\sigma_{0.2}$ . Виходячи з цього можна прогнозувати характер залежностей твердості зразків від температури їх отримання, як аналогічний характеру залежностей границі текучості від умов отримання зразків. Насправді так і вийшло, якщо порівняти характер залежності на рис. 4.1.19г з характером залежності на рис.4.1.19а та рис. 4.1.13б.

На зразках, які отримані при температурах 600, 900 и 1000 °С, були проведені разом з польськими колегами дослідження на розтяг і на тріщиностійкість [272]. При цьому відповідно до їхньої методики зразки були маленькими як на розтяг (переріз 0,6×0,8 мм), так і на тріщиностійкість (переріз 4×1 мм). Це призвело до більш високих значень границі текучості та границі міцності на розтяг зразків.

### 4.1.3. Ущільнення карбонільних порошків нікелю і кобальту

#### Нікель

Нагадаємо, що контрольне короткочасне спікання брикетів з карбонільного порошку ПНК1 протягом 20 хв при температурі 630 °С призвело до об'ємної усадки 6,7 %, а спікання при температурі 870 °С – до усадки 18,9 % при необхідній усадці в 42 % для повного усунення пористості. Тобто, цей порошок не виявляє високої активності до ущільнення при спіканні у вакуумі, незважаючи на те, що він дрібнозернистий. Ударне ущільнення забезпечує високий рівень щільності, 98 %, навіть за температури 630 °С. Вирізані з дискових зразків бруски були прошліфовані, після чого на них вимірювали питомий електроопір, а потім визначали механічні властивості.

Виміряні величини питомого електроопору, а також значення механічних властивостей, отриманих в результаті випробування зразків, представлені в табл. 4.1.1. Дані таблиці 4.1.1 свідчать про те, що при низькій температурі ударного ущільнення, 630 °С, виходять зразки з відносно високою міцністю, так як тимчасовий опір 476 МПа відповідає міцності деформованого нікелю марки НПО зі ступенем деформації 50%, що дорівнює 479 МПа [105, с. 436]. Крім того, границя

Таблиця 4.1.1. – Значення фізичних та механічних властивостей зразків із порошку карбонільного нікелю ПНК1, отриманих при різних температурах ударного ущільнення без підпікання та з попереднім підпіканням.

Температура ударного ущільнення, °С	№№ Зразків	Питомий електроопір, мкОм см	Міцність на вигин, МПа. ( $\epsilon=0,065^*$ )	Тимчасовий опір/справжнє напруження, МПа	Границя текучості при розтягу, МПа	Міцність при руйнуванні, МПа	Ступінь однорідної деформації, $\epsilon$ , %	Звуження, $\psi$ , %
630	3726	8,15	850	476/615	320	840	25,5	49,7
730	3727	8,13	899	504/672	352	978	28,9	64,2
830	3728	8,19	859	486/614	373	1206	23,4	76,6
910	3725	8,21	779	457/574	327	1203	22,7	79,6
630+630	3741	7,85	~843	464/575	341	871	21,7	53,0
870+870	3742	7,9	796	479/618	352	1129	25,5	68,7

\* Дана величина відносної деформації для зразка висотою 3,5 мм під навантаженням при триточковому вигину та при відстані між опорами 20 мм відповідає прогину на величину 1,24 мм.



текучості порошкових зразків 320 МПа трохи вище границі текучості звичайного нікелю, яка дорівнює 247 МПа. Збігається також зі стандартним нікелем марки НП2 і подовження порошкового низькотемпературного зразка нікелю, що дорівнює 26%. Нижчим виявилось відносне звуження зразка, що дорівнює 50% порівняно з 72% для НП2 [105, с. 472]. Але підвищення температури ударного ущільнення до 830 °С призводить до підвищення границі текучості зразків до 373 МПа, яке за подальшого підвищення температури ущільнення до 910 °С знижується до 327 МПа. У той же час зниження границі текучості з підвищенням температури ударного ущільнення зразків супроводжується зростанням пластичності, що характеризується величиною звуження, див. табл. 4.1.1, хоча ступінь однорідної деформації, тобто деформації до утворення шийки є максимальною за відносно низької температури ущільнення 730 °С. При цій температурі максимальними є тимчасовий опір і міцність на вигин при заданому рівні відносної деформації. Загальний вигляд випробуваних зразків на розтяг та вигин показані на рис. 4.1.22. Інтерес становлять діаграми випробування



Рис. 4.1.22. – Вигляд зразків з карбонільного порошку нікелю після випробування на розтяг (а) та триточковий вигин (б). Зразки отримані ударним ущільненням сирих брикетів при температурах 630 (3726), 730 (3727), 830 (3728) та 910 °С (3725), а також брикетів, підпечених і потім ущільнених при температурах 630 (3741) и 870 °С (3742)

зразків на розтяг та на вигин, які показані на рис. 4.1.23. При цьому діаграми на розтяг не враховують пружну деформацію зразків та випробувальної машини, а відображають лише характер та величину пластичної деформації.

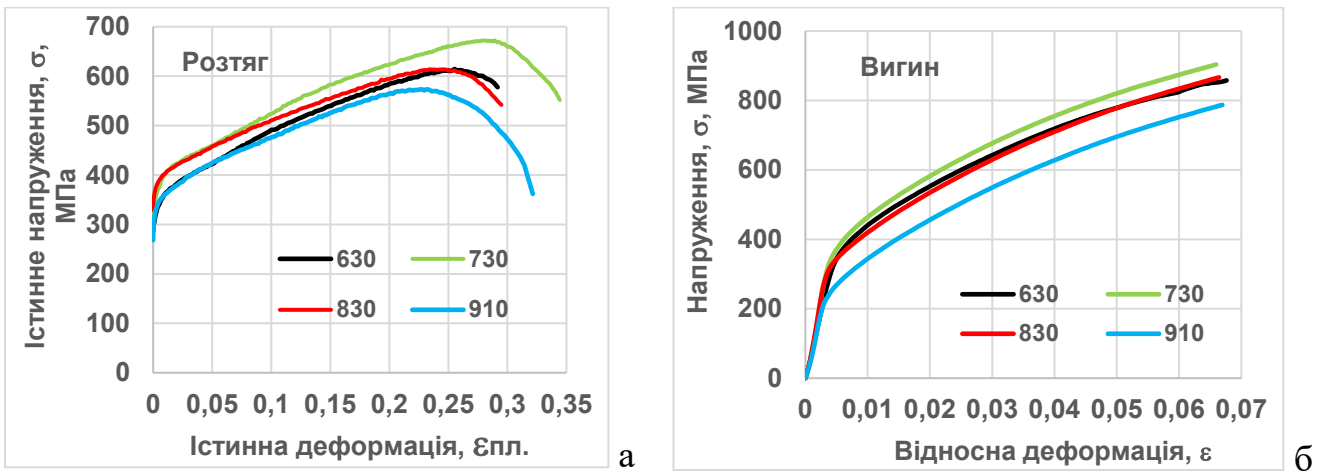


Рис. 4.1.23. – Діаграми пластичності при розтягуванні (а) та діаграми при вигині (б) зразків з карбонільного порошку нікелю, отриманих ударним ущільненням при температурах 630, 730, 830 та 910 °С

Слід звернути увагу на те, що зразки, отримані при різних температурах, характеризуються відносно близькими значеннями границі текучості при розтягуванні і практично однаковим законом зміцнення, який за винятком невеликої початкової ділянки характеризується майже лінійним зростанням міцності з майже однаковою інтенсивністю.

Важливо також відзначити, що попереднє підпікання зразків перед ударним ущільненням суттєво не вплинуло на зміну механічних властивостей. Це випливає із даних табл. 4.1.1, а також із діаграм пластичності при випробуванні зразків на розтяг, які показані на рис. 4.1.24. Однак питомий електроопір на зразках з попереднім підпіканням виявився помітно нижчим, ніж на зразках без підпікання, але вищим, ніж на монолітному нікелі, що дорівнює по довіднику 7,5 мкОм·см.

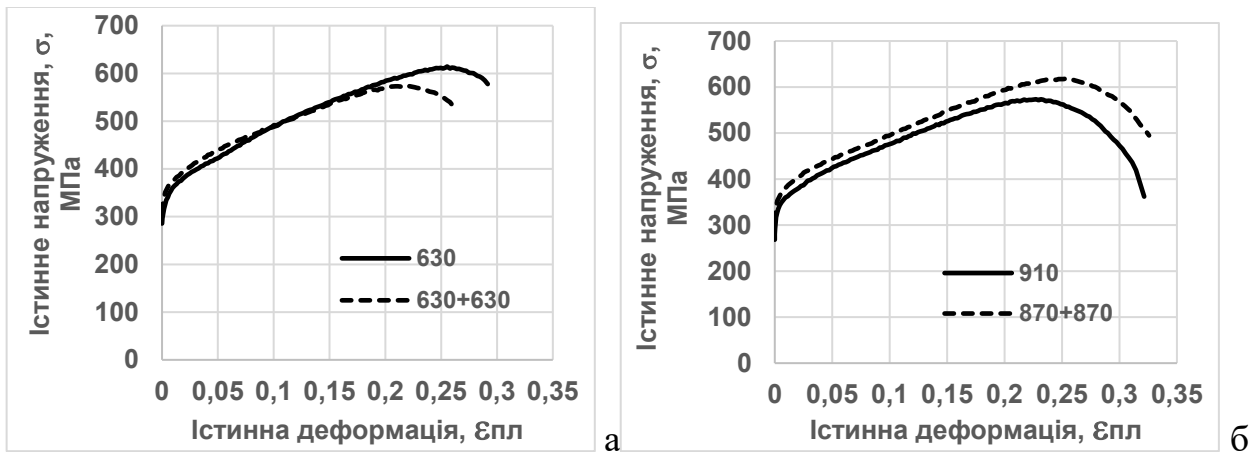


Рис. 4.1.24. – Порівняння діаграм пластичності при розтягуванні зразків, отриманих ударним ущільненням без попереднього підпікання (суцільна лінія) та з підпіканням (штрихова лінія) при низькій, 630 °С, (а) та високій, 870 °С (б) температурах

Крім досить високої пластичності зразків з карбонільного порошку нікелю, отриманих ударним ущільненням при відносно низькій температурі, звернути увагу хотілося б і на рівень справжнього напруження зразків при їх розриві. Цей рівень знаходиться в області 1100-1200 МПа, що свідчить про високу якість міжчастинкових границь, утворених при ударному ущільненні за тисячні частки секунди. Але цей рівень справжньої міцності реалізується на зразках, отриманих ударним ущільненням при температурі 830 °С.

Таким чином, ударне ущільнення порошку карбонільного нікелю у вакуумі забезпечує одержання високоякісних зразків при температурах 750-850 °С.

### Електролітичний та карбонільний порошки кобальту

Нагадаємо, що для ударного ущільнення у вакуумі двох порошків кобальту було обрано п'ять температур – 500, 600, 700, 800 та 900 °С. У цьому випадку використовували циліндричні брикети, див. рис. 3.58-3.60, які перед ударним ущільненням підікали за таких же температур протягом 40 хв. Це підікання дозволило уточнити такі показники, як усадка циліндричних брикетів і втрата маси перед ударним ущільненням. Залежність цих показників як середнє значення із трьох брикетів від температури підікання показано на рис. 4.1.25.

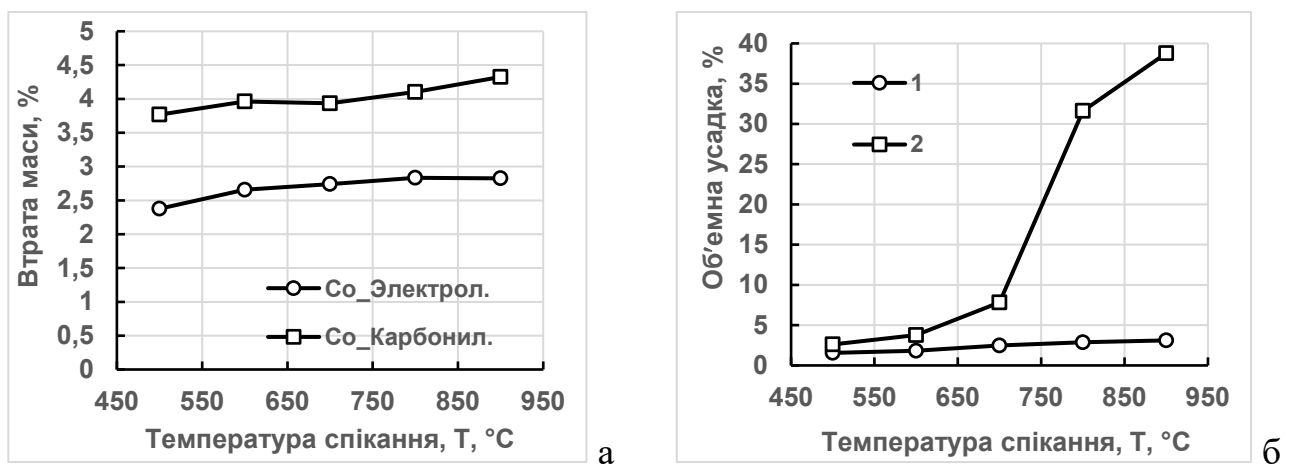


Рис.4.1.25. – Втрата маси (а) та об'ємна усадка (б) циліндричних брикетів з порошків електролітичного (1) та карбонільного (2) кобальту після спікання у вакуумі за різних температур протягом 40 хв

Ці дані свідчать про те, що, по-перше, втрата маси брикетів при їх спіканні більша у карбонільного кобальту, і вона трохи збільшується при підвищенні температури спікання. По-друге, об'ємна усадка брикетів з електролітичного кобальту в діапазоні температур 500-900 °С незначна, тобто не перевищує три відсотки, а об'ємна усадка

брикетів з карбонільного кобальту починає суттєво збільшуватися при температурі спікання 700 °С, при якій усадка вже становить 7,8 %.

Далі проводили ударне ущільнення підпечених циліндричних та конічних брикетів при підвищених на 30-50 °С від зазначених вище температур. Брикети були комбінованими і ударне ущільнення проводили відразу двох розташованих один над іншим брикетів. При цьому один брикет, як правило, нижній був з електролітичного кобальту, а другий брикет, тобто верхній - з карбонільного кобальту. Після поділу отриманої в результаті ударного ущільнення заготовки на два зразки, див. рис. 3.63, слідувало розрізання зразків на дві половинки, одну з яких відразу розрізали на два прямокутні бруски для механічних випробувань. Другу половинку піддавали відпалу при температурі 900 °С протягом 3,5 годин і потім також розрізали на два прямокутні бруски.

На шліфованих прямокутних брусках спочатку визначали питомий електроопір і потім їх піддавали механічним випробуванням. Зазначимо, що у зв'язку з тим, що ущільнені зразки були комбінованими, тобто з різномірних матеріалів, їх щільність практично не можна було визначити. Тому попередня інформація про якість зразків, які ущільнені за низьких температур, ґрунтувалася на значеннях питомого електроопору різних зразків. Дані щодо зміни питомого електроопору зразків з двох різних порошків кобальту в залежності від температури ударного ущільнення представлені на рис. 4.1.26. З цього рисунка випливає, що для двох типів порошку кобальту підвищення температури ударного ущільнення

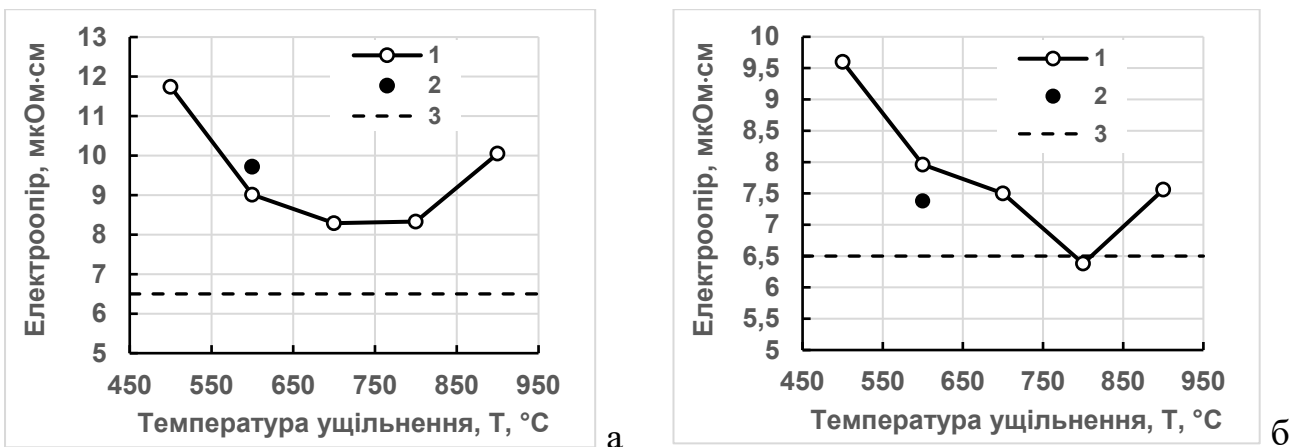


Рис. 4.1.26. – Зміна питомого електроопору зразків з електролітичного (а) та карбонільного (б) порошків кобальту, які отримані ударним ущільненням при різних температурах (1), а також які прогріті при 900 °С, але ущільнені при 600 °С (2), в порівнянні з електроопором чистого кобальту (3)

призводить до зниження питомого електроопору, але ущільнення при температурі вище 800 °С викликає вже зростання електроопору зразків. Відмінність електроопору зразків з електролітичного і карбонільного кобальту полягає в тому, що в першому випадку електроопір вищий, ніж у другому випадку. При цьому мінімальний електроопір зразків з електролітичного кобальту дорівнює 8,3 мкОм·см, а для зразків з карбонільного кобальту – 6,5 мкОм·см, що дорівнює довідковому значенню чистого компактного кобальту. Цікаво, що прогрів зразків при високій температурі та ущільнення їх при низькій температурі підвищує електроопір для електролітичного кобальту та зменшує електроопір для карбонільного кобальту, див. рис. 4.1.26.

Для оцінки механічних властивостей одержаних зразків проводили їх випробування на триточковий вигин. Результати випробування всіх зразків на триточковий вигин показано на рис. 4.1.27. Як видно з цього рисунку, міцність на вигин зразків з карбонільного порошку кобальту істотно вища за міцність на вигин зразків з електролітичного порошку кобальту. Причому це перевищення у міцності тим більше, чим нижча температура ударного ущільнення зразків. Зокрема,

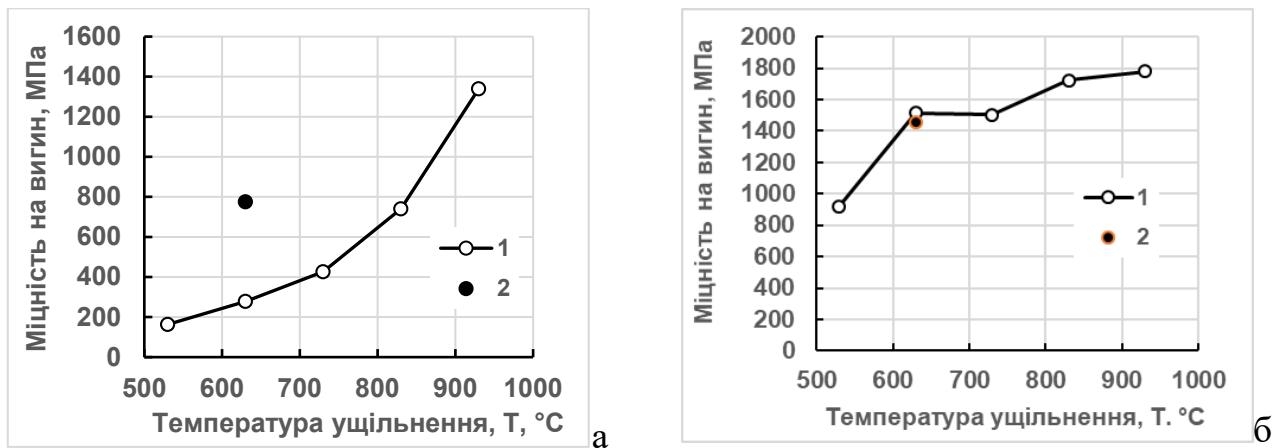


Рис. 4.1.27. – Зміна напруження при триточковому вигину зразків з електролітичного (а) та карбонільного (б) порошоків кобальту, які отримані ударним ущільненням при різних температурах (1), а також зразків, прогрітих при 950 °С, але ущільнених при 650 °С (2)

якщо при температурі ударного ущільнення 950 °С міцність на вигин зразків з електролітичного порошку дорівнює 1340 МПа, то міцність на вигин зразків з карбонільного порошку виходить рівною 1780 МПа (середня з трьох значень), тобто міцність вище в 1,33 рази. Якщо зразки отримані при температурі 650 °С, то міцність

на вигин зразків з електролітичного порошку дорівнює 280 МПа, а міцність на вигин зразків з карбонільного порошку дорівнює 1460 МПа, що вище в 5,2 рази. Важливо також відзначити, що ця міцність зразків з карбонільного порошку, тобто досягнута при температурі ущільнення всього 650 °С, вище за міцність зразків з електролітичного порошку, отриманої при температурі ущільнення 950 °С. А міцність «карбонільних» зразків, отриманих при температурі 550 °С, також досить висока, що знаходиться на рівні 920 МПа. Але підвищення температури ударного ущільнення зразків до 950 °С суттєво збільшує міцність на вигин, що характеризується дуже високим рівнем, що відповідає 1800 МПа. Крім міцності, важливою характеристикою для металевих зразків є їх пластичність. Щоправда, традиційний кобальт в порівнянні з іншими близькими за періодичною системою металами має значно меншу пластичність. Кобальтові зразки, отримані з порошку, мають також низьку пластичність. Але слід зауважити, що незважаючи на відсутність даних щодо вимірної пластичності зразків, на діаграмах випробування зразків на вигин добре видно, що їх пластичність збільшується при підвищенні температури ударного ущільнення порошкових брикетів. Ці діаграми наведено на рис. 4.1.28. З цього рисунка випливає, що зразки з електролітичного порошку

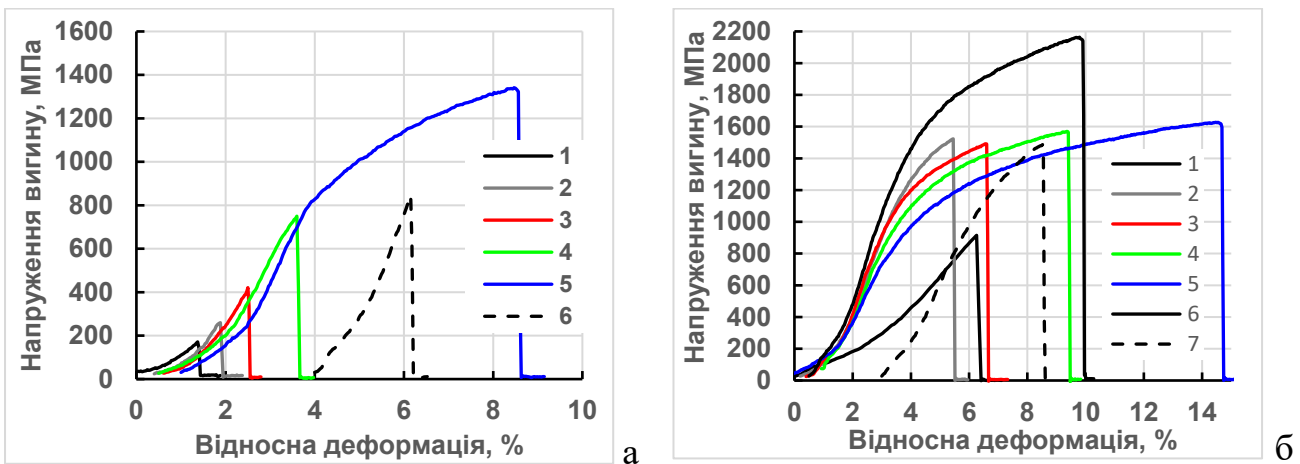


Рис. 4.1.28. – Діаграми випробування при триточковому вигину зразків з електролітичного (а) та карбонільного (б) порошків кобальту залежно від температури ударного ущільнення порошкових брикетів в °С: 550 – 1, 650 – 2, 750 – 3, 850 – 4, 950 – 5 950+650 – 6 (на рис. а) та 550 – 1, 650 – 2, 750 – 3, 850 – 4, 950 – 5,6 та 950+650 – 7 (на рис. б)

кобальту мають помітну пластичність лише у разі, коли вони отримані ущільненням за температури 950 °С. За менших температур ударного ущільнення зразки руйнуються як крихкі матеріали. У той же час зразки з карбонільного порошку

кобальту руйнуються крихко тільки тоді, коли вони отримані за найнижчої температури ущільнення, 550 °С. Але вже при температурі ущільнення 650 °С зразки мають деякий рівень пластичності, що видно по діаграмі руйнування даних зразків, рис. 4.1.28 крива 2. Подальше підвищення температури ударного ущільнення призводить до більшого збільшення пластичності зразків. І тут характерним є те, що підвищення пластичності відбувається при практично однаковому рівні міцності на вигин, що знаходиться в області  $1550 \pm 50$  МПа, але при зменшеній границі текучості, про що свідчить відхилення кривої деформації від прямолінійності при меншому напруженні. Зовнішній вигляд зразків після випробування на триточковий вигин, діаграми випробування яких представлені на рис. 4.1.28 показаний на рис. 4.1.29.

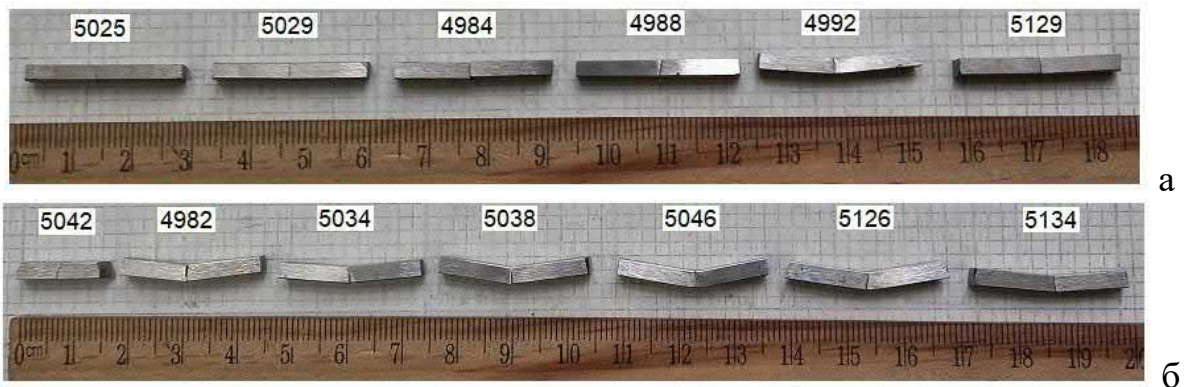


Рис. 4.1.29. – Зовнішній вигляд зразків з електролітичного (а) та карбонільного (б) порошоків кобальту після випробування на триточковий вигин. Зразки отримані ударним ущільненням при температурах 550 (5025, 5042), 650 (5029, 4982), 750 (4984, 5034), 850 (4988, 5038) і 950 °С (4992, 5046, 5126), а також при 650 °С (5129, 5134), але після прогріву при 950 °С протягом 20 хв

І ще один факт з результатів випробування зразків на вигин заслуговує на увагу. На рис. 4.1.28б спеціально наведено дві діаграми випробування для зразків, ущільнених при 950 °С, криві 5 і 6. Ці діаграми свідчать про те, що зразки, отримані за відносно високої температури, мають як високу міцність на вигин, так і високу пластичність. Але увагу привертає те, що за однієї і тієї ж температури ущільнення можуть виходити зразки як з гранично високою пластичністю (при зниженій, але ще високою міцністю), крива 5, так і з гранично високою міцністю (при зниженій, але ще високій пластичності), крива 6. Надзвичайно цікаві причини, що викликають таку поведінку зразків. І ці причини, ймовірно, пов'язані з особливостями мікроструктури отриманих зразків, які необхідно дослідити найбільш детально.

#### 4.1.4. Ущільнення гідридно-кальцієвого порошку титану ПТМ-1

Дослідження вільного спікання дрібнозернистого порошку титану у вакуумі показало, що досить висока щільність зразків, близько 97%, може бути досягнута при температурі спікання 1100 °С протягом 80 хв, але піднімання температури до 1280 °С не збільшує щільність зразків. При цьому вихідна щільність спресованого за кімнатної температури брикету повинна бути близько 80%. Зниження вихідної щільності брикету та зменшення температури спікання призводять до суттєвого збільшення пористості зразків.

Ударне ущільнення брикетів проводили при температурах – 750, 850 та 950 °С з ізотермічною витримкою 30 хв перед ударом. Всі зразки після ударного ущільнення були розрізані електроіскровим способом на прямокутні бруски, на яких після шліфування вимірювали щільність і питомий електроопір, а потім піддавали механічним випробуванням. В основному проводили випробування зразків з надрізом на триточковий вигин, і лише деяка частина зразків, а саме отриманих із сирих і підпечених брикетів (6 шт.) - на розтяг. Значення характеристик щільності та питомого електроопору в залежності від умов отримання зразків показані на рис. 4.1.30, але більш повна інформація про щільність та питомий електроопір зразків представлена в табл. 4.1.2 та табл.4.1.3.

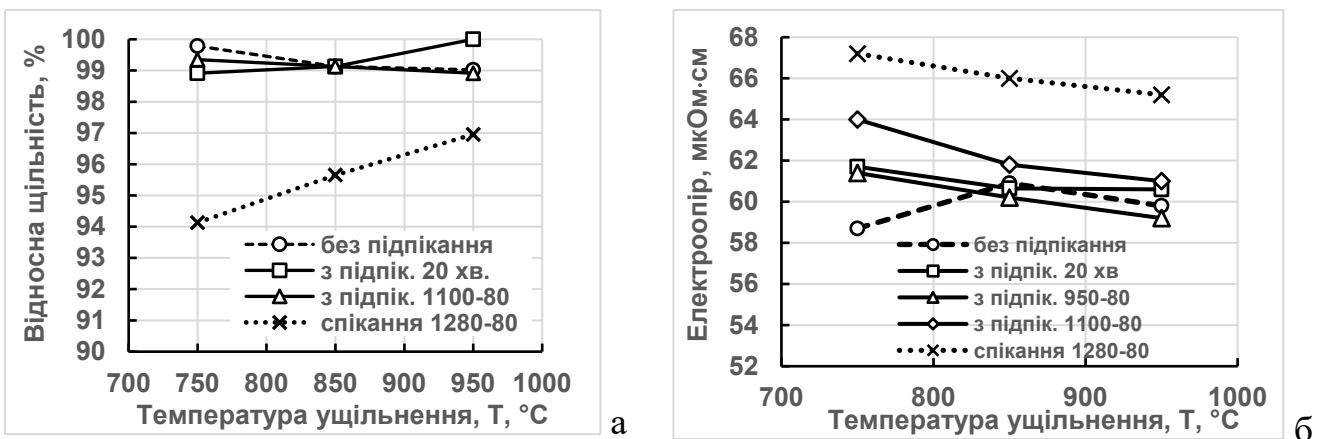


Рис. 4.1.30. – Відносна щільність (а) та питомий електроопір (б) зразків із дрібнозернистого порошку титану ПТМ-1, які отримані ударним ущільненням як сирих брикетів, так і брикетів, підпечених за різних температур протягом 20 та 80 хв. Для порівняння на рисунок нанесені значення щільності та питомого електроопору зразків, отриманих вільним спіканням при температурі 1280 °С протягом 20+60 хв, але з різною початковою щільністю. Ці значення не пов'язані з віссю абсцис

В результаті отриманої та представленої на рис. 4.1.30а та в табл. 4.1.2



інформації щодо щільності різних зразків заслуговують на увагу кілька моментів. По-перше, щільність зразків, отриманих ударним ущільненням при досить низьких температурах, є високою, 4,55 - 4,59 г/см<sup>3</sup>, і за абсолютною величиною вона виявилася вищою, ніж щільність чистого титану, 4,51 г/см<sup>3</sup>. Щільність зразків, які

Таблиця 4.1.2. – Щільність (г/см<sup>3</sup>) зразків з дрібнозернистого порошку титану ПТМ-1, одержаних ударним ущільненням як сирих, так і підпечених брикетів, а також одержаних вільним спіканням при температурі 1280 °С

Температура ударного ущільнення, °С	Тиск холодного пресування сирих брикетів, МПа	Стан брикетів перед ударним ущільненням					Вільне спікання сирих брикетів	
		Сирі брикети	Брикети після підпікання при температурах в °С та з ізотермічною витримкою 20 або 80 хв.					
			Гуд.ущ. 20 хв	850 80	900 20+60	950 80		1100 20+60
750	200	4,59	4,55	4,55	4,55	4,55	4,57	4,33
850	400	4,56	4,56	4,56	4,58	4,56	4,56	4,4
950	600	4,555	4,6	4,58	4,58	4,56	4,55	4,46

отримані вільним спіканням при високій температурі, 1280 °С, і за час 80 хв, є нижчою, ніж щільність чистого титану і змінюється від 4,33 до 4,46 г/см<sup>3</sup> при збільшенні початкової щільності сирих брикетів від 2,8 г/см<sup>3</sup> (200 МПа) до 3,51 г/см<sup>3</sup> (600 МПа). По-друге, збільшення температури ударного ущільнення брикетів практично не впливає на величину щільності, а наявність тенденцій до незначного зменшення (для сирих брикетів) або збільшення (підпечених брикетів) щільності може бути пов'язано як з помилками вимірювань, так і з неоднорідністю структури зразків. І, по-третє, вільне спікання у вакуумі дрібнозернистого порошку титану при досить високій температурі протягом 80 хв не призводить до отримання безпористих зразків навіть при початковій щільності сирого брикету близько 80%. Після такого спікання зразок має пористість на рівні 3 - 4%.

З щільністю експериментальних зразків корелює певним чином питомий електроопір. Зокрема, питомий електроопір зразків, які отримані ударним ущільненням, є нижчим, ніж питомий електроопір зразків, які отримані вільним спіканням при високій температурі. Найімовірніше це пов'язано з різною щільністю ударно ущільнених і вільно спечених зразків. Також, як і щільність, питомий електроопір досліджуваних зразків, що коливається від 59 до 64 мкОм см, див. табл. 4.1.3, по абсолютній величині істотно вище питомого електроопору чистого титану,

що має величину 45 мкОм см. Це перевищення може бути пов'язане як з наявністю

Таблиця 4.1.3. - Питомий електроопір (мкОм·см) зразків із дрібнозернистого порошку титану ПТМ-1, отриманих ударним ущільненням як сирих, так і підпечених брикетів, а також отриманих вільним спіканням при 1280 °С

Температура ударного ущільнення, °С	Тиск холодного пресований сирих брикетів, МПа	Стан брикетів перед ударним ущільненням					Вільне спікання сирих брикетів	
		Сирі брикети	Брикети після підпікання при температурах в °С та з ізотермічною витримкою 20 або 80 хв					
			Туд.ущ. 20 хв	850 80	900 20+60	950 80		1100 20+60
750	200	58,7	61,7	59,7	63,5	61,4	64	1280 °С, 20+60 хв
850	400	60,9	60,65	64,1	64,5	60,2	61,8	66
950	600	59,8	60,6	60,4	62,5	59,2	61	65,2

у зразках дрібнозернистої структури, так і з впливом домішок в титановому порошку. Крім того, результати вимірювання електроопору показали, рис. 4.1.30б, що збільшення температури ударного ущільнення підпечених брикетів призводить до незначного зниження питомого електроопору зразків, хоча щільність зразків при цьому практично залишається постійною. Поряд із щільністю та питомим електроопором зразків великий інтерес викликають механічні властивості порошкового титану, отриманого при низьких температурах спікання під дією удару. Як було зазначено, основним видом випробування експериментальних зразків було випробування на триточковий вигин надрізаних зразків. Цей вид випробування є аналогом випробування зразків на ударну в'язкість, де зразки також з надрізом випробовують на триточковий вигин, але тільки при підвищеній швидкості навантаження. Тому при такому випробуванні можна оцінити роботу руйнування матеріалу, а також величину руйнівного напруження, тобто напруження в гирлі надрізу, при якому виникає і починає рухатися тріщина. Результати випробування зразків із надрізом на триточковий вигин представлені на рис. 4.1.31, де в залежності від температури ударного ущільнення показані величина максимального напруження в гирлі надрізу зразків при їх вигину, а також енергія, яку треба підвести до зразка для початку руху тріщини, тобто для початку руйнування. Оскільки на рис. 4.1.31 показані характеристики не всіх зразків, то в додаткових таблицях 4.1.4 та 4.1.5, що відображають відповідно напруження в гирлі надрізу та енергію руйнування, представлені всі зразки.

Проведені випробування зразків показали, що ударне низькотемпературне ущільнення брикетів з дрібнозернистого порошку титану дозволяє отримувати

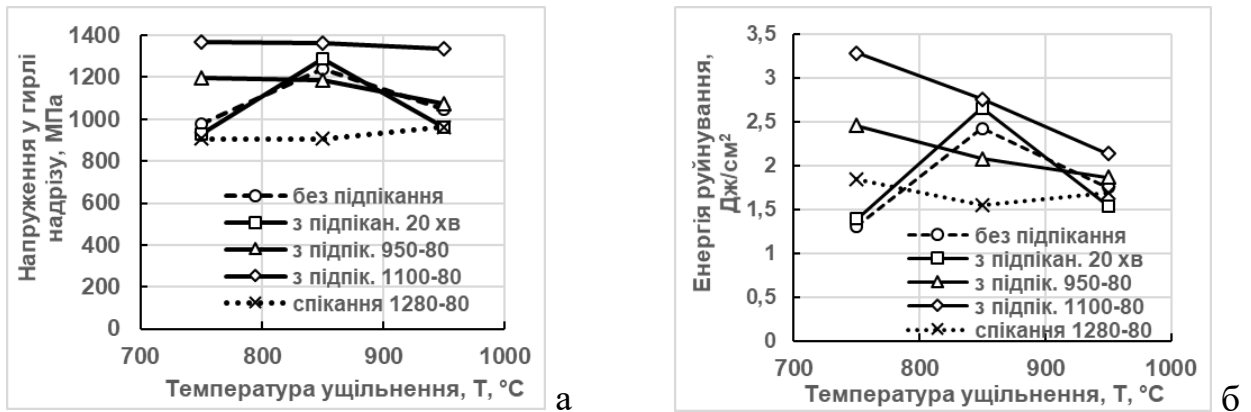


Рис. 4.1.31. – Напруження в гирлі надрізу при руйнуванні (а) та енергія для початку руйнування (б) зразків з дрібнозернистого порошку титану ПТМ-1, отриманих ударним ущільненням як сирих брикетів, так і брикетів, підпечених при різних температурах протягом 20 і 80 хв. Для порівняння на рисунок нанесені напруження у гирлі надрізу та енергії початку руйнування зразків, отриманих спіканням при температурі 1280 °С протягом 20+60 хв, але з різною початковою щільністю

Таблиця 4.1.4. – Максимальне напруження (МПа) у гирлі надрізу при вигину зразків із дрібнозернистого порошку титану ПТМ-1, які отримані ударним ущільненням як сирих, так і підпечених при різних температурах брикетів, а також вільним спіканням сирих брикетів при температурі 1280 °С

Температура ударного ущільнення, °С	Тиск холодного пресування сирих брикетів, МПа	Стан брикетів перед ударним ущільненням						Вільне спікання сирих брикетів
		Сирі брикети	Брикети після підпікання при температурах в °С та з ізотермічною витримкою 20 або 80 хв					
			Туд.ущ. 20 хв.	850 80	900 20+60	950 80	1100 20+60	
750	200	976	929	1147	1183	1199	1367	906
850	400	1240	1290	1164	1080	1184	1361	906
950	600	1045	964	1105	1172	1076	1336	964

Таблиця 4.1.5. – Енергія початку руйнування (Дж/см<sup>2</sup>) при вигину зразків з надрізом, отриманих ударним ущільненням сирих та підпечених брикетів, а також вільним спіканням сирих брикетів

Температура ударного ущільнення, °С	Тиск холодного пресування сирих брикетів, МПа	Стан брикетів перед ударним ущільненням						Вільне спікання сирих брикетів
		Сирі брикети	Брикети після підпікання при температурах в °С та з ізотермічною витримкою 20 або 80 хв					
			Туд.ущ. 20 хв.	850 80	900 20+60	950 80	1100 20+60	
750	200	1,31	1,39	1,93	2,22	2,08	3,29	1,84
850	400	2,43	2,66	2,1	2,26	2,46	2,76	1,55
950	600	1,75	1,54	1,75	2,13	1,87	2,14	1,69

зразки з високим рівнем міцності. При цьому важливо відзначити, що розраховані значення міцності в гирлі надрізу при вигину зразків еквівалентні міцності матеріалу при розтягуванні, оскільки в гирлі надрізу при вигину діють напруження розтягу. Тому ці напруження відображають реальну міцність матеріалу в жорсткому напруженому стані. Як видно із графіків на рис. 4.1.31а та даних у табл. 4.1.4 різні умови отримання зразків призводять до різних рівнів міцності зразків. І першою ж особливістю цих результатів є те, що зразки, отримані ударним ущільненням сирих брикетів при температурі 750 °С (ізотермічна витримка 30 хв) мають міцність 976 МПа, яка трохи вище за міцність зразків, спечених при 1280 °С протягом 80 хв, і мають величину 906 МПа. А ударне ущільнення сирих брикетів при 850 °С призводить до міцності 1240 МПа. Ударне ж ущільнення не сирих, а підпечених брикетів, які мають, очевидно, чистішу поверхню частинок, призводить до ще більш високих значень міцності. Зокрема, максимальні значення міцності на рівні 1340 - 1370 МПа виходять при ударному ущільненні брикетів, підпечених при 1100 °С протягом 80 хв і мають перед ударним ущільненням при температурах 750, 850 і 950 °С пористість відповідно 12, 6 і 3 %. Причому велика міцність отримана за найнижчої температури ударного ущільнення. Міцність зразків, які отримані ударним ущільненням брикетів, підпечених при нижчих ніж 1100 °С, коливається в інтервалі 1100-1200 МПа, див. табл.4.1.4.

Інша важлива характеристика при випробуванні зразків з надрізом – це робота або енергія, яку потрібно підвести до зразка для зародження та просування тріщини. За аналогією з ударною в'язкістю цю енергію відносять до площі поперечного перерізу, яким йде руйнування, і, отже, розмірність цієї характеристики - Дж/м<sup>2</sup> або в практичному застосуванні - Дж/см<sup>2</sup>. З представлених результатів за значеннями енергії початку руйнування зразків видно, що деякі зразки, які отримані ударним ущільненням, мають порівнянну з вільно спеченими зразками енергію початку руйнування. Це стосується зразків, отриманих при температурах ударного ущільнення 750 і 950 °С. Але ударне ущільнення при температурі 850 °С забезпечує значно вищий рівень енергії початку руйнування в порівнянні з вільно спеченими зразками, рис. 4.1.31б. Максимальний рівень енергії початку руйнування, рівний 3,29 Дж/см<sup>2</sup>, досягається на зразку, отриманому ударним ущільненням при

температурі 750 °С, але підпеченим перед цим при температурі 1100 °С протягом 80 хв і який мав при цьому пористість 12 %. Найбільше значення енергії початку руйнування у зразків, отриманих вільним спіканням при 1280 °С, дорівнює 1,84 Дж/см<sup>2</sup>. А величина енергії початку руйнування всіх зразків, отриманих ударним ущільненням при температурі 950 °С, коливається від 1,5 до 2,2 Дж/см<sup>2</sup>.

Заслугує на увагу ще одна особливість руйнування зразків з надрізом при вигину. Мається на увазі швидкість поширення тріщини з гирла надрізу після зародження. В одних випадках тріщина поширюється майже миттєво, що свідчить про підвищену крихкість зразків, в інших випадках тріщина швидко просувається на деяку відстань, меншу ніж висота зразка, а потім рухається повільно, що характеризує певну пластичність зразка, і в третьому випадку тріщина просувається повільно з самого початку, що свідчить про підвищену пластичність зразків. Тому важливо показати діаграми руйнування зразків з надрізом, отриманих у різних умовах і які мають різну поведінку під час руйнування. Наведемо приклади діаграм руйнування деяких зразків, котрим властиві різні види руху тріщини. Зокрема інтерес викликають діаграми руйнування, представлені на рис. 4.1.32.

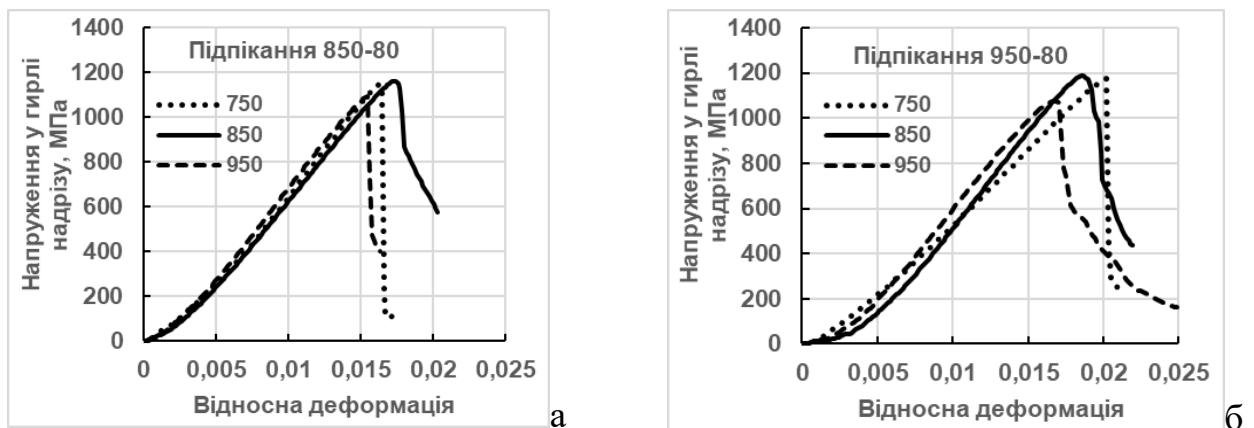


Рис. 4.1.32. – Діаграми випробування зразків з надрізом, які отримані ударним ущільненням при температурах 750, 850 та 950 °С. Перед ударним ущільненням зразки були підпечені при температурах 850 (а) та 950 °С (б) протягом 80 хв

Аналіз всіх діаграм руйнування показав, що високою міцністю та енергією початку руйнування мають зразки, спечені під дією удару при температурі 850 °С. Тому доцільно показати діаграми руйнування цих зразків, а також зразка, спеченого за температури 1280 °С. Відмінність зразків, які отримані ударним ущільненням при одній температурі, пов'язана з підготовкою брикетів для ударного ущільнення. Діаграми руйнування цих зразків показано на рис. 4.1.33, і вони свідчать про те, що

зразки з найбільш високою міцністю, тобто з найбільш високим напруженням в гирлі надрізу перед руйнуванням є і більш крихкими, оскільки вони руйнуються

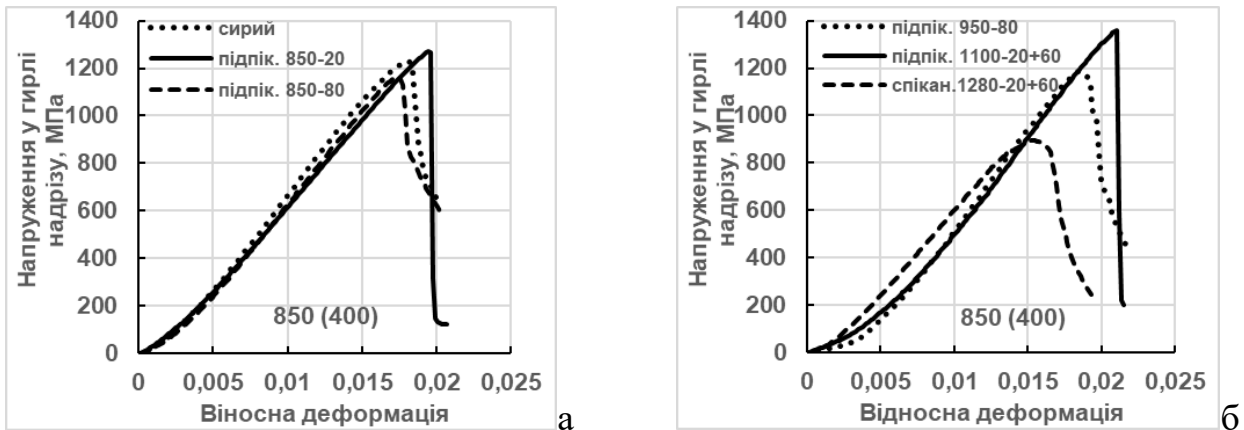


Рис. 4.1.33. – Діаграми випробування зразків з надрізом, які отримані ударним ущільненням при температурі 850°C, а також зразка, спеченого при температурі 1280 °C. Були використані сирий брикет та підпечені при температурі 850 °C протягом 20 та 80 хв (а), а також брикети, підпечені при 950 та 1100 °C протягом 80 хв (б). Тут також показано діаграму руйнування зразка, спеченого при високій температурі, 1280 °C

практично миттєво (швидкий рух тріщини). Зразки ж із меншою міцністю, хоч і досить високою, виявляють деяку пластичність, оскільки рух тріщини згасає на певному етапі її просування. Цікаво, що діаграма руйнування спеченого зразка, незважаючи на наявність пористості, характеризується підвищеною пластичністю, оскільки напруження під час руху тріщини знижується плавно, рис. 4.1.33б.

На декількох зразках з даного порошку титану, тобто зразках, які отримані ударним ущільненням при температурах 750, 850 і 950 °C як при використанні сирих брикетів, так і підпечених при таких же температурах протягом 20 хв, були проведені випробування на розтяг. В результаті цих випробувань були отримані такі характеристики порошкових зразків як тимчасовий опір, границя текучості при деформації 0,2%, напруження, при якому відбувається руйнування зразка, та ступінь пластичної деформації, виражену через звуження зразка в момент руйнування. Залежності цих характеристик від температури ущільнення сирих і підпечених брикетів показані на рис. 4.1.34. Наведені властивості порошкових зразків характеризуються високою міцністю і низькою пластичністю в порівнянні зі звичайним титаном, оскільки тимчасовий опір вдвічі вищий за тимчасовий опір зразків з крупнозернистого порошку титану і звичайного титану. Однак пластичність зразків з дрібнозернистого порошку титану значно нижча від

пластичності звичайного титану, оскільки звуження цих зразків менше звуження звичайного титану. Це пов'язано, мабуть, з тим, що зразки з дрібнозернистого титану

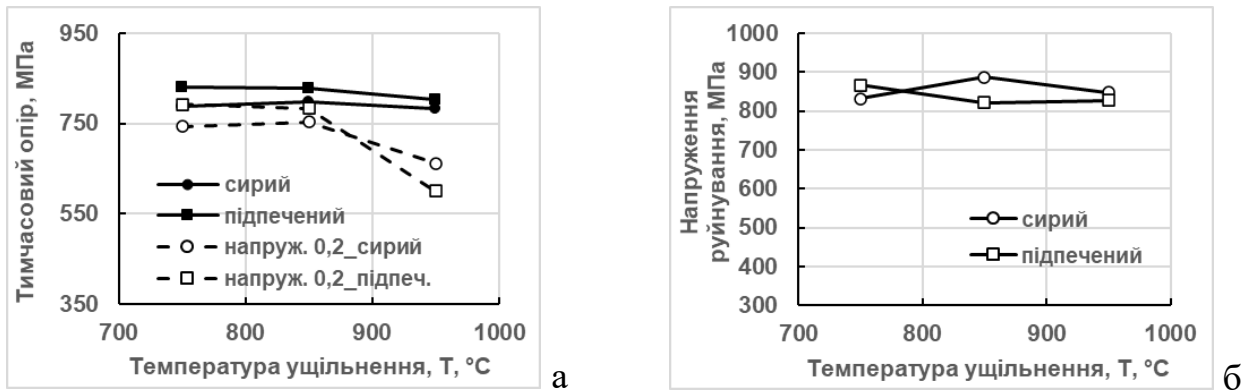


Рис. 4.1.34. – Зміна тимчасового опору і границі текучості (а), а також напруження руйнування (б) зразків із дрібнозернистого порошку титану ПТМ-1 в залежності від температури ударного ущільнення сирих та підпечених брикетів

є дрібнозернистими і, можливо, дисперсно-зміцненими. Про низьку пластичність зразків свідчить і той факт, що на зразках при розтягуванні шийка не утворюється, що видно, як на діаграмах розтягування зразків, показаних на рис. 4.1.35, так і по зовнішньому вигляду випробуваних зразків, представлених на рис. 4.1.36.

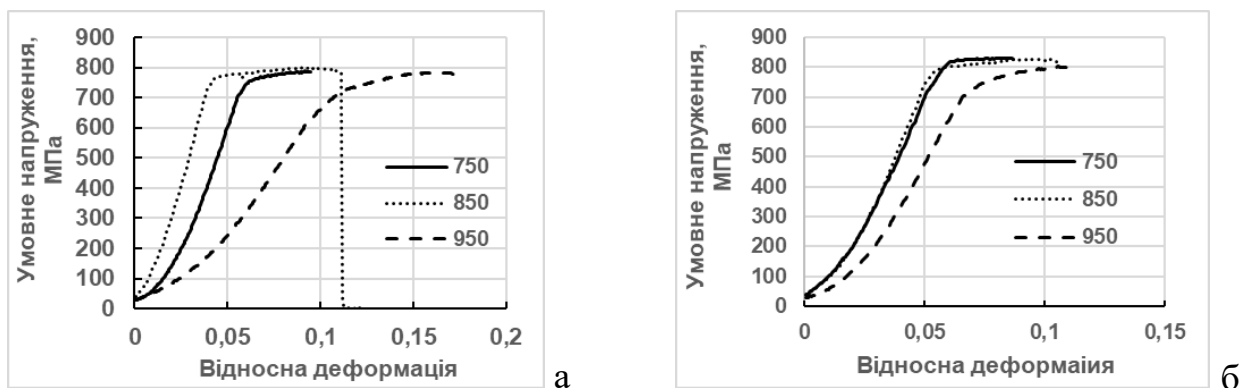


Рис. 4.1.35. – Діаграми при розтягуванні зразків із дрібнозернистого порошку титану ПТМ-1, які отримані ударним ущільненням сирих (а) та підпечених (б) брикетів при температурах 750, 850 та 950 °C



Рис. 4.1.36. – Зовнішній вигляд зразків із дрібнозернистого порошку титану ПТМ-1 після випробування на розтяг (б). Зразки отримані ударним ущільненням сирих (знизу) та підпечених (зверху) брикетів при температурах 750 (4651, 4648), 850 (4652, 4649) та 950 °C (4653, 4650)

#### 4.1.5. Ущільнення порошку вольфраму

Результати вимірювання щільності та питомого електроопору порошкових зразків, які отримані ударним ущільненням при різних температурах, а також цих же зразків, але підданих відпалу при 1600 °С протягом 1 години, представлені на рис. 4.1.37 [273]. На цьому ж малюнку штриховою лінією відзначено щільність та питомий електроопір зразків з вольфрамового прутка діаметром 6 мм. Як видно з графіків на рис. 4.1.37а, щільність зразків порошку вольфраму, які ущільнені при 850 °С, досягає значення 17,5 г/см<sup>3</sup>, що відповідає відносній щільності 91%.

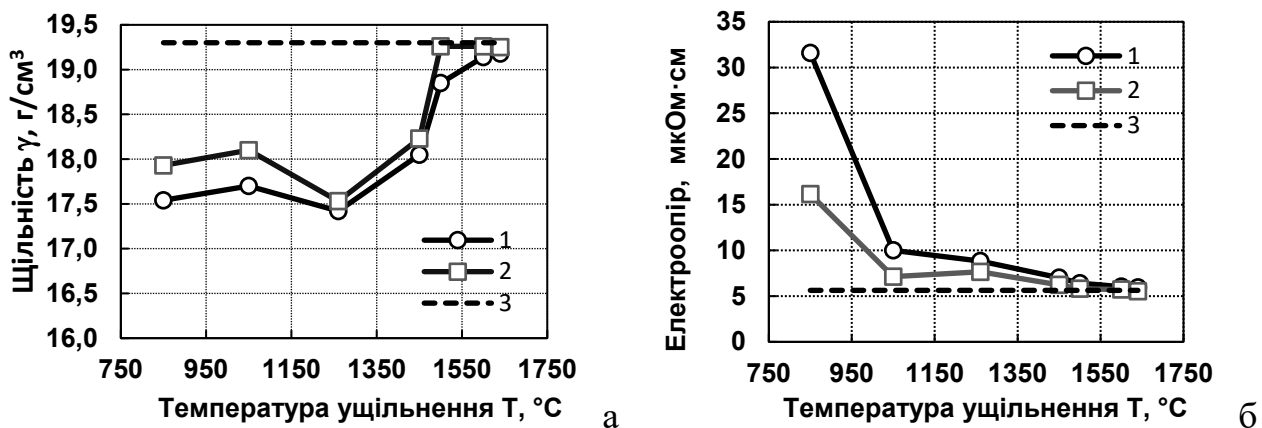


Рис. 4.1.37. – Зміна щільності (а) та питомого електроопору (б) зразків із порошку вольфраму залежно від температури ударного ущільнення (1) та після їх відпалу (2), а також зразків із промислового прутка вольфраму (3)

Підвищення температури ущільнення до 1450 °С збільшує відносну щільність не дуже значно - до 93%. І лише при температурі 1500 °С відносна щільність стає досить високою - 97,7 %, а при температурі ущільнення 1600 і 1650 °С зразки стають практично щільними з відносною щільністю 99,7-99,8 %, хоча слід зазначити, що ці зразки мали підвищену початкову щільність за рахунок попереднього ударного ущільнення при температурі 1450 °С. Проведення додаткового відпалу всіх ущільнених при різних температурах зразків дозволило трохи підвищити їх щільність, що призвело до отримання щільних зразків лише у разі малої пористості перед відпалом, тобто для зразків, ущільнених при 1500 °С і вище, рис. 4.1.37а.

Залежність питомого електроопору зразків від температури ущільнення, рис. 4.1.37б, має дві області, що характеризуються різким і пологим зниженням електроопору зі збільшенням температури ущільнення. При цьому різке падіння електроопору при збільшенні температури ущільнення спостерігається для зразків,



які ущільнені при температурі менше 1050 °С, а ущільнення зразків при температурах вище 1050 °С призводить до відносно низького значення електроопору і подальшого його плавного зниження до рівня електроопору компактного вольфраму.

Далі визначено механічні властивості зразків. Міцність на вигин та тріщиностійкість зразків в залежності від температури ударного ущільнення (спікання) показані на рис. 4.1.38 [274]. На цьому рисунку штриховою лінією позначений рівень міцності на вигин та тріщиностійкість компактного пруткового вольфраму. Як видно із рис. 4.1.38а, максимальна міцність на вигин порошкових зразків досягає значень порядку 1100 МПа, що нижче міцності на вигин пруткового вольфраму. Проте міцність на вигин вольфрамових зразків істотно залежить від

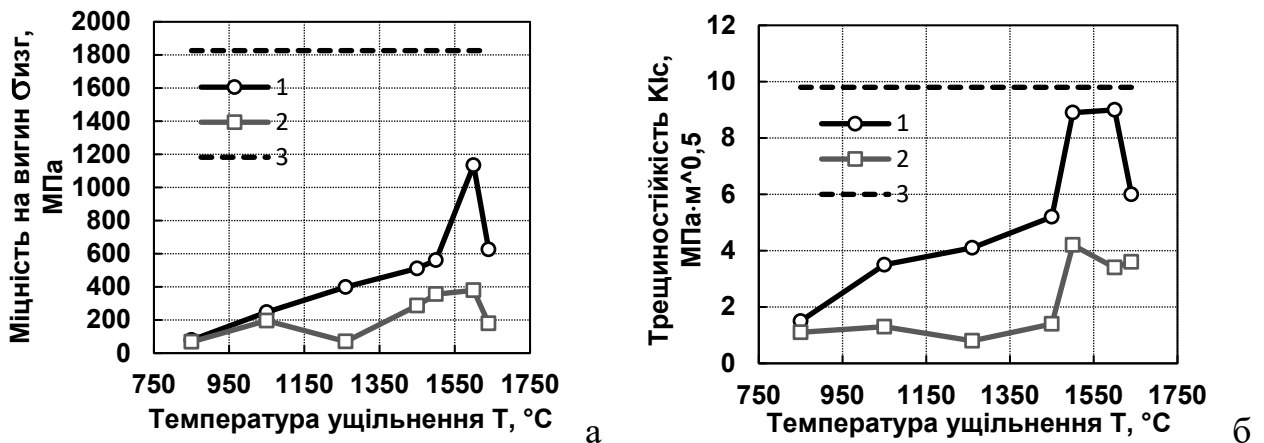


Рис. 4.1.38. – Залежність міцності на вигин (а) та тріщиностійкості (б) зразків із порошку вольфраму від температури ударного ущільнення (1), після відпалу цих же зразків (2) та для зразків із промислового прутка вольфраму

наявності структурних дефектів, які ініціюють руйнування при зниженому напруженні. Тому отриманий рівень міцності порошкових зразків, очевидно, обумовлений наявністю структурного дефекту. Структурні дефекти є і на компактному вольфрамі, оскільки один із зразків, виготовлений із прутка вольфраму, також мав міцність 1100 МПа. Міцність же порошкових зразків, спечених під впливом удару при температурі 1500 °С мають міцність на вигин на рівні 600 МПа. В даному випадку важливо відзначити, що для порошкових зразків із вольфраму цей рівень міцності збігається з міцністю зразків, які отримані вільним спіканням і звичайним гарячим пресуванням. Наприклад, з роботи [275] впливає, що вільне спікання порошку вольфраму при температурі 2000 °С протягом 1 години

в середовищі водню призводить до міцності 510 МПа при пористості 6% та розмірі зерен 4 мкм. Менші або більші значення міцності на вигин можна отримати звичайним гарячим пресуванням. Це залежить від температури, тиску гарячого пресування та розміру порошкових частинок. Конкретні величини міцності на вигин зразків, які отримані гарячим пресуванням за різних умов, є в роботі [276] і вони представлені в табл. 4.1.6. Для порівняння в цю таблицю додано значення міцності на вигин зразків, які отримані у цьому дослідженні ударним гарячим ущільненням з високим рівнем тиску пресування. Необхідно також відзначити, що міцність на вигин монокристалу вольфраму становить за даними роботи [277] 1050 МПа.

Таблиця 4.1.6. - Фізико-механічні властивості зразків вольфраму, які отримані при ущільненні порошку гарячим пресуванням та ударним ущільненням

Температура ущільнення Т, °С	Тиск ущільнення Р, МПа	Час ущільнення τ, хв	Порис- тість Θ, %	Розмір зерен d <sub>w</sub> , мм	Міцність на вигин, МПа	Джерело
I – 1700	50	15				[276]
II – 1900	100	15	14,3	58,4	175	
1200	47	30	28,2	1,2	157	
1450	47	30	17,7	1,6	314	
1700	10	10	6,8	3,0	850	
1260	1200	(3–5)·10 <sup>-3</sup> с,	9,7	7–10	400	Дана робота
1450	1200		6,5	10–15	510	
1600	1200		0,8	15–25	1130	

На відміну від міцності на вигин тріщиностійкість зразків менш чутлива до одиночних дефектів структури і тому вона більшою мірою відображає як міцність, так і пластичні властивості матеріалу. У зв'язку з цим тріщиностійкість порошкових зразків, отриманих ударним ущільненням при температурах 1500-1600 °С, вийшла досить високою і рівною 9 МПа·м<sup>0,5</sup>, що становить 90% від тріщиностійкості компактного вольфраму, див. рис. 4.1.38б. Несподіваним виявився факт зниження як міцності на вигин, так і тріщиностійкості майже всіх порошкових зразків після їх відпалу, рис. 4.1.38б. Швидше за все це пов'язано з витісненням на границю між частинками або зернами дрібних пор і домішкових включень, які знижують міцність границі і, отже, міцність та тріщиностійкість зразків. Частково це припущення підтверджується характером поверхні руйнування зразків, які отримані при

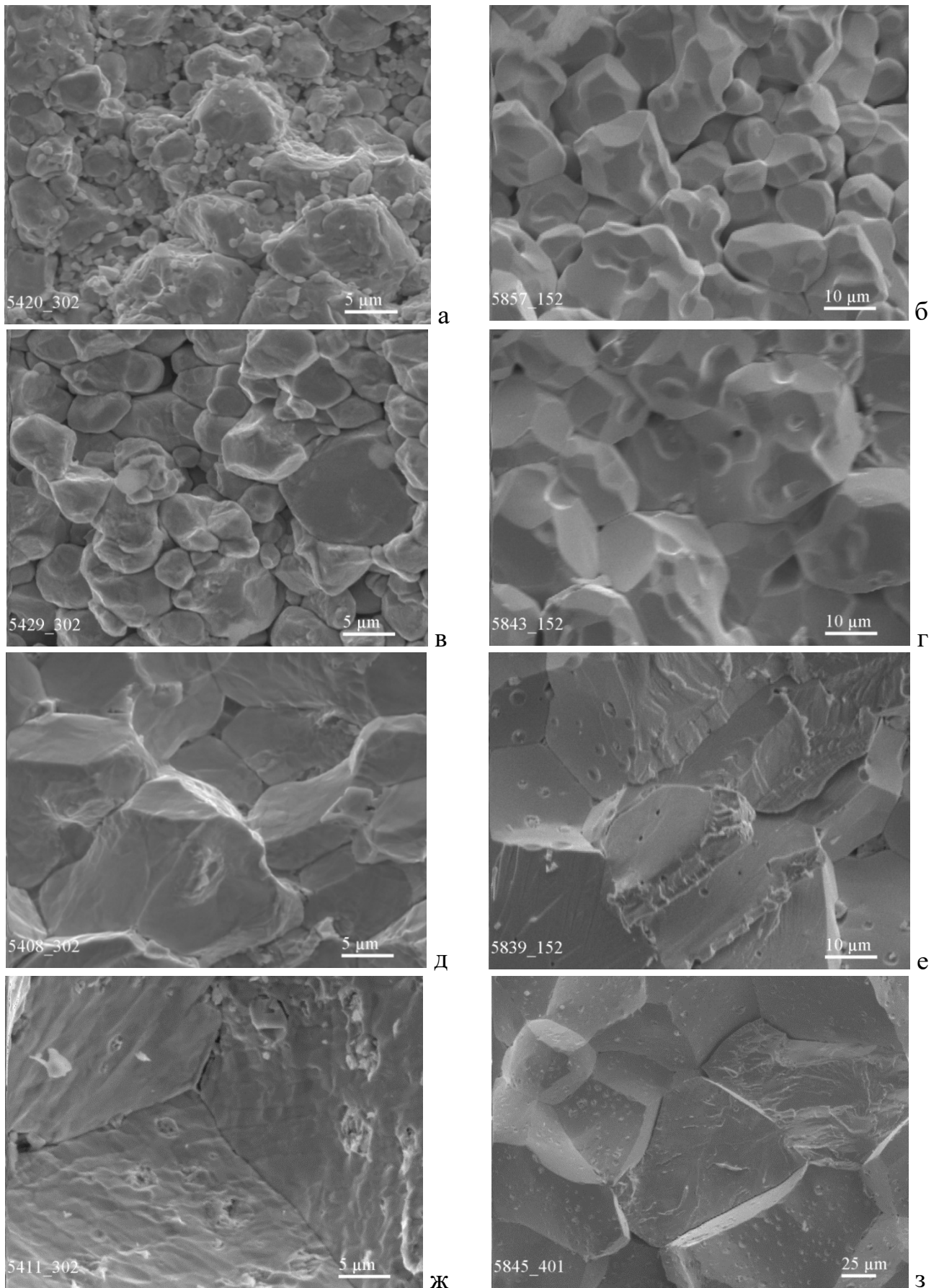


Рис. 4.1.39. – Поверхня руйнування зразків порошкового вольфраму після ударного ущільнення при температурах, °С: 1050 (а), 1450 (в), 1500 (д), 1640 (ж), а також після відпау цих зразків при 1600 ° С протягом 1 години, відповідно (б, г, е, з)

температурах ударного ущільнення вище 1450 °С. Вигляд поверхні руйнування зразків, отриманих ударним ущільненням за різних температур, а також відпалених зразків, показано на рис. 4.1.39. Цікаво, що зразки, які ущільнені при температурі 850 і 1050 °С мають на поверхні руйнування суттєво дрібніші, ніж основна маса частинки, які зникають після відпалу. Можливо, що ці дрібні частинки представляють оксид вольфраму, який при відпалі випаровується.

Менш чутливими до структурних дефектів є такі механічні властивості матеріалу як міцність на стискання та твердість. Ці характеристики порошкових зразків, ущільнених під впливом удару за різних температур показані на рис. 4.1.40.

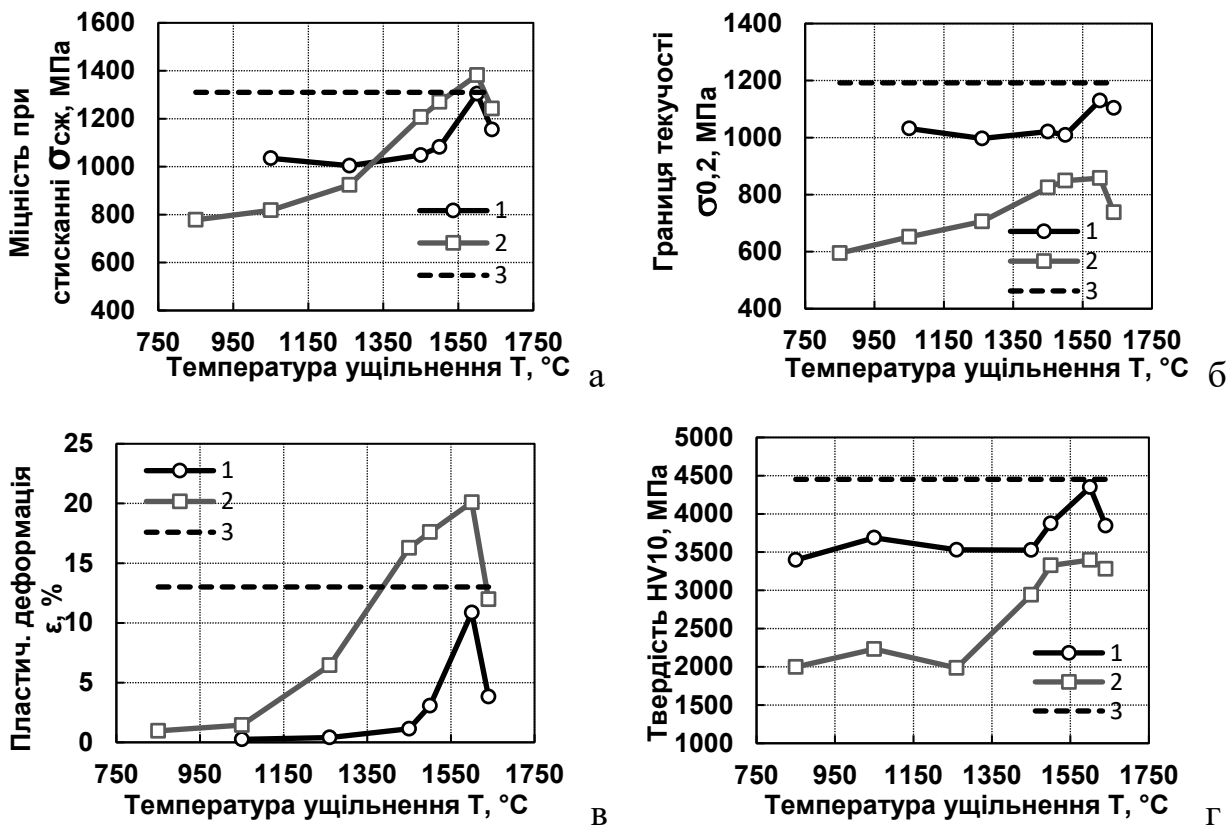


Рис. 4.1.40. – Зміна міцності (а), границі текучості (б) та пластичності (в) при стисканні зразків порошкового вольфраму, а також твердості за Віккерсом (г) залежно від температури ударного ущільнення (1) та подальшого відпалу цих же зразків (2), а також зразок із промислового прутка вольфраму (3)

Результати випробування зразків на стискання показали, що міцність та границя текучості порошкових зразків, отриманих при температурі 1600 °С практично досягають значень міцності та границі текучості компактного пруткового вольфраму, рис. 4.1.40(а, б). Але додатковий відпал по-різному впливає на міцність та границю текучості. Якщо міцність на стискання збільшується після відпалу зразків і навіть перевершує міцність компактного вольфраму, границя текучості

зменшується після відпалу. Зниження границі текучості можна пояснити збільшенням при відпалі розміру зерен зразків, але тоді і міцність на стискання повинна бути меншою за міцність невідпалених зразків. Отже, у зниженні границі текучості зразків після відпалу та у збільшенні пластичності, рис. 4.1.40 (в), може бути відповідальною інша причина. Поки що важко однозначно встановити цю причину, але можна припустити, що як зниження границі текучості, так і суттєве збільшення пластичності зразків після відпалу може бути пов'язане з полегшеною деформацією самих зерен. Укрупнення структури та полегшення деформації зерен внаслідок відпалу зразків є, очевидно, причиною зниження твердості зразків. При цьому зразки до відпалу мають досить високий рівень твердості, 3500 МПа, для випадків ущільнення брикетів при низьких температурах, 1450 і нижче, і досягають рівня твердості компактного пруткового вольфраму (4350-4450 МПа) при температурі ущільнення 1600 °С, рис. 4.1.40г.

Таким чином, використання методу ударного ущільнення дозволяє отримувати якісні зразки з порошку найбільш тугоплавкого металу при відносно низьких температурах 1600-1650 °С, які відповідають гомологічній температурі 0,51-0,53.

## 4.2. Результати експериментальних досліджень з ударного ущільнення порошків жароміцних сплавів та інтерметаліду

### 4.2.1. Ущільнення порошку нержавіючої сталі X17H2

Метою даного дослідження було вивчення, з одного боку, процесу ущільнення порошку жароміцної нержавіючої сталі мартенситного класу X17H2 (E1268) залежно від температури при ударному навантаженні з питомою енергією  $\sim 1300$  Дж/см<sup>3</sup> та швидкістю зіткнення пуансонів  $\sim 6$  м/с, а з іншого боку, якості міжчастинкового з'єднання шляхом визначення та зіставлення механічних властивостей зразків, які отримані при різних температурах, а також оцінка дифузійних процесів при нагріванні та ударному ущільненні порошку.

Вільне спікання даного порошку протягом 20 хв за досить високих температур (1200 °C) показало, що він практично не ущільнюється. Очевидно, такий результат закономірний, оскільки жароміцні матеріали, як відомо, мають низькі швидкості дифузійних (поверхневих і об'ємних) процесів, отже, низьку швидкість ущільнення порошків при спіканні. Загальмована дифузія повинна також ускладнювати міжчастинкову взаємодію при здавлюванні частинок між собою, особливо за умови знижених температур і короткого часу дії тиску. Однак результати ударного гарячого ущільнення показали несподівану ефективність процесу.

Дослідження щільності та питомого електроопору зразків, які спресовані у вибраному температурному інтервалі показало [278], табл. 4.2.1, що зразки є практично щільними, а питомий електроопір фактично відповідає довідковій величині, що дорівнює 72 мкОм·см для сталі 14X17H2 [279]. З даних, які подані у

Таблиця 4.2.1. – Значення щільності та питомого електроопору зразків нержавіючої сталі X17H2 після ударного ущільнення за різних температур.

Температура ущільнення, °C	Номери зразків	Щільність, г/см <sup>3</sup>	Питомий електроопір, мкОм·см
1050	3272	7,84	72,8
1100	3267	7,92	71,7
	3273	7,80	72,3
1150	3268	7,84	70,5
1200	3269	7,89	70,4
1250	3266	7,96	73,4
	3271	7,87	73,9

табл. 4.2.1, видно, що в досліджуваному діапазоні температур ударного пресування щільність зразків є дуже високою. Вона змінюється від  $7,8 \text{ г/см}^3$  до  $7,96 \text{ г/см}^3$ , хоча щільність цієї сталі за довідником [280] дорівнює  $7,75 \text{ г/см}^3$ . Більш висока щільність даних зразків пов'язана, швидше за все, з частковим намелом або впровадженням в сталевий порошок матеріалу куль, тобто в основному карбиду вольфраму, щільність якого дорівнює  $15,7 \text{ г/см}^3$ . Тому в даному випадку за щільність безпористого матеріалу прийнята середня щільність зразків, спечених при  $1250 \text{ }^\circ\text{C}$ , що дорівнює  $7,92 \text{ г/см}^3$ . Тоді відносна щільність зразків, ущільнених при найнижчій температурі,  $1050 \text{ }^\circ\text{C}$ , становить 99% від ймовірної густини безпористого матеріалу. Отже, використання високого тиску близько  $1200 \text{ МПа}$  при ущільненні суттєво активізує процес ущільнення навіть за знижених температур.

Про якість міжчастинкової взаємодії можна в першому наближенні судити з електропровідності або електроопору зразків. Виходячи з даних питомого електроопору зразків, представлених у табл. 4.2.1 слідує, що значення питомого електроопору практично таке ж, як у аналогічній сталі, отриманій звичайним металургійним способом [279]. Незначні відхилення в межах 2% у більшу та меншу сторону можуть бути пов'язані з похибками виміру. Хоча відхилення у велику сторону за певних температур може бути цілком закономірним явищем, пов'язаним, зокрема, з наявністю деякої пористості (ударне ущільнення при  $1050 \text{ }^\circ\text{C}$ ) або з утворенням карбідних фаз (ударне ущільнення при  $1250 \text{ }^\circ\text{C}$ ). Отже, наближена оцінка якості міжчастинкової взаємодії, яка заснована на порівнянні питомого електроопору литої та порошкової сталі X17H2, свідчить про наявність певної взаємодії між частинками порошку при гарячому пресуванні.

Структуру зразків в залежності від температури ударного ущільнення можна оцінити за фотографіями плоскої полірованої поверхні (шліфів) при різних збільшеннях, представлених на рис. 4.2.1. З представлених фотографій мікроструктури видно, що великі пори у зразках відсутні, а мікропористість з розмірами пор менше  $1 \text{ мкм}$  є на зразку, ущільненому при найнижчій температурі. При цьому пори розташовані на межчастинкових границях. У разі підвищення температури ударного ущільнення мікропори практично зникають, рис. 4.2.1б. Отже, підвищений питомий електроопір зразка, ущільненого при температурі  $1050$

°С, ймовірно, пов'язане з наявністю мікропористості на границях поміж частинками. Особливий інтерес у представлених структурах зразків викликає не так мікропористість на границі, як сама границя. По-перше, крім мікропор вона містить мікрочастинки. Причому перерізи деяких частинок мають трикутну форму, що

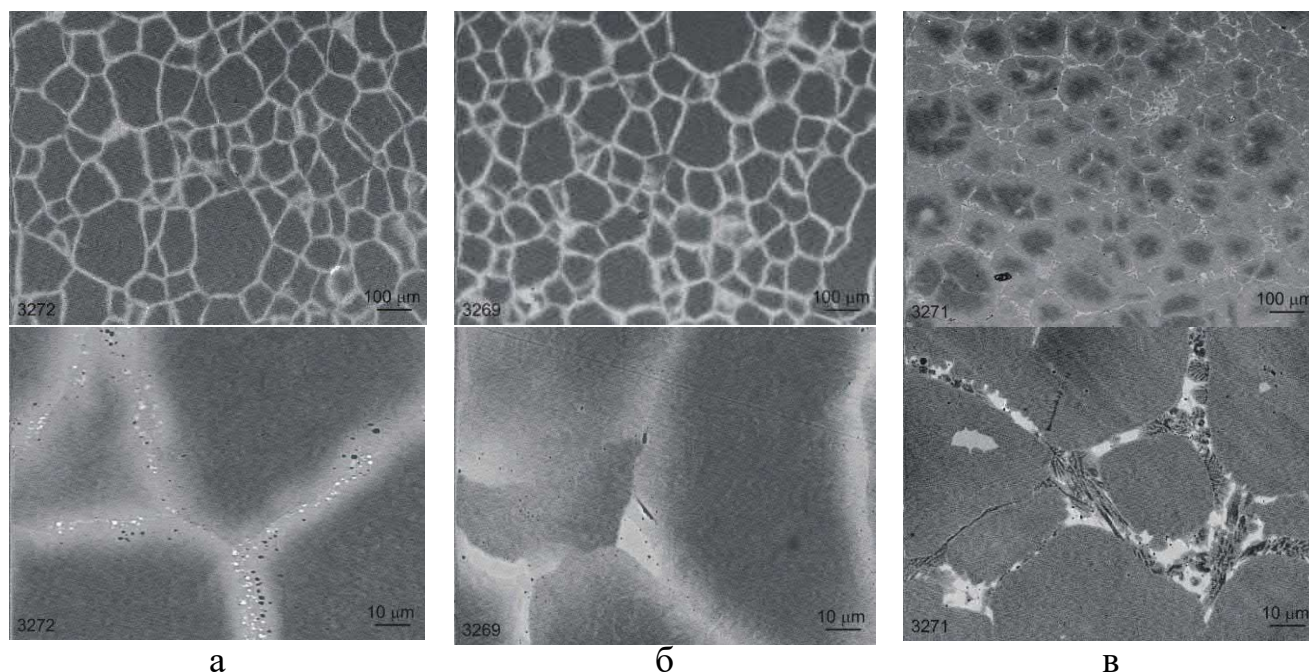


Рис. 4.2.1. – Полірована поверхня при різних збільшеннях зразків нержавіючої сталі X17H2 після ударного ущільнення при температурах 1050 (а), 1200 (б) та 1250 °С (в) дозволяє зробити припущення про те, що мікрочастинками є карбід вольфраму. По-друге, границя представляє собою досить широкий прошарок, розміром близько 10 мкм. При підвищенні температури ущільнення, а також температури попереднього спікання до 1250 °С, прошарок видозмінюється і перетворюється в багатьох місцях на структуру, рис. 4.2.1в, подібну до структури евтектики в четверній системі Fe–W–Cr–C, що плавиться при температурі ~1250 °С [281]. Фазовий склад такої евтектики згідно [281] -  $Me_{23}C_6$  ( $Fe_{21}W_2C_6$ ),  $Me_6C$  ( $Fe_3W_3C$ ) та  $\alpha$ -Fe.

Вигляд і будова границі між частинками сталі X17H2 в даному випадку обумовлена тривалою механічною обробкою частинок твердосплавними кулями з WC-Co та появою на поверхні частинок продуктів стирання цих куль, а також механічним проникненням матеріалу куль, тобто, в основному карбиду вольфраму в поверхню частинок нержавіючої сталі. Для підтвердження цього процесу було виконано рентгеноспектральний аналіз середини (центру) частинок та границі поміж частинками, а також аналіз спектрів по лінії, що перетинає таку границю. На двох зразках, спресованих при температурах 1100 °С і 1250 °С (без попереднього



спікання), було обрано три точки в центрі частинок і на границі так, як показано на рис. 4.2.2 та визначено їх елементний склад, який представлений під рисунком.

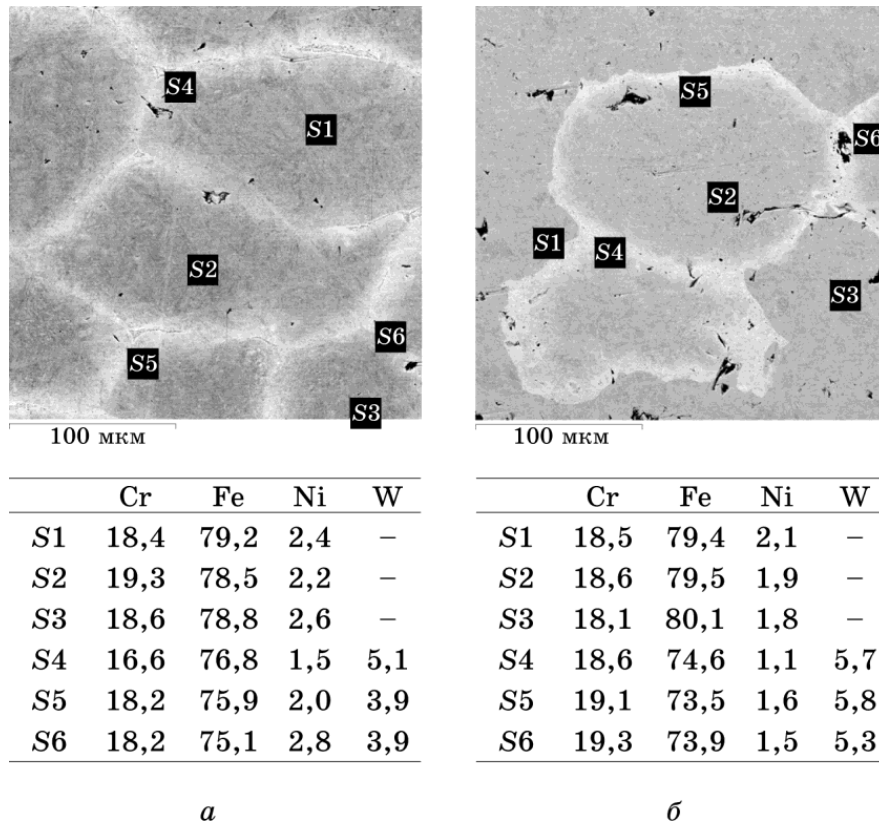


Рис. 4.2.2. - Точки спектрального аналізу на зразках, спресованих при температурах 1250 °С (а) та 1100 °С (б). Точка аналізу розташована у верхньому лівому куті чорного квадрата, позначеного літерою S

Типові спектри по точках у центрі та на межі частинок показано на рис. 4.2.3.

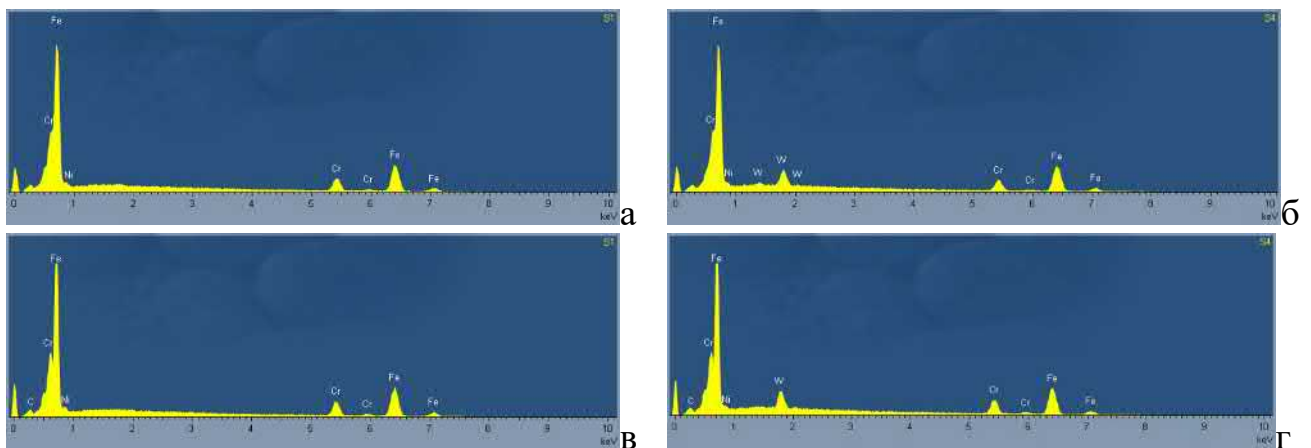


Рис. 4.2.3. – Елементний склад середини частинки (а, в) та її межі (б, г) на зразках, які отримані ударним ущільненням при температурах 1250 °С (а, б) та 1100 °С (в, г) Рентгенівські спектри вздовж лінії, що перетинає границю між частинками, були отримані також для двох зразків, спресованих при 1250 °С і 1100 °С. Але відмінною особливістю другого зразка (1100 °С), крім температури ущільнення, є і те, що цей зразок складається з суміші меленого і немеленого порошоків і обрана границя поміж

немеленою і меленою частинками, що показано на рис. 4.2.4. Як видно з цього рисунку, границя між частинками порошку збагачена вольфрамом і збіднена залізом, тобто вольфрам потрапив на границю від карбидовольфрамових куль і в процесі дифузії витіснив залізо. На межі між меленою і немеленою частинками (рис. 4.2.4б) вольфрам присутній начебто тільки з боку меленої частки, але при більш детальнішому аналізі, як буде далі показано, вольфрам неглибоко проникає і в немелену (що спочатку не має вольфраму) частинку. Слід також зазначити, що

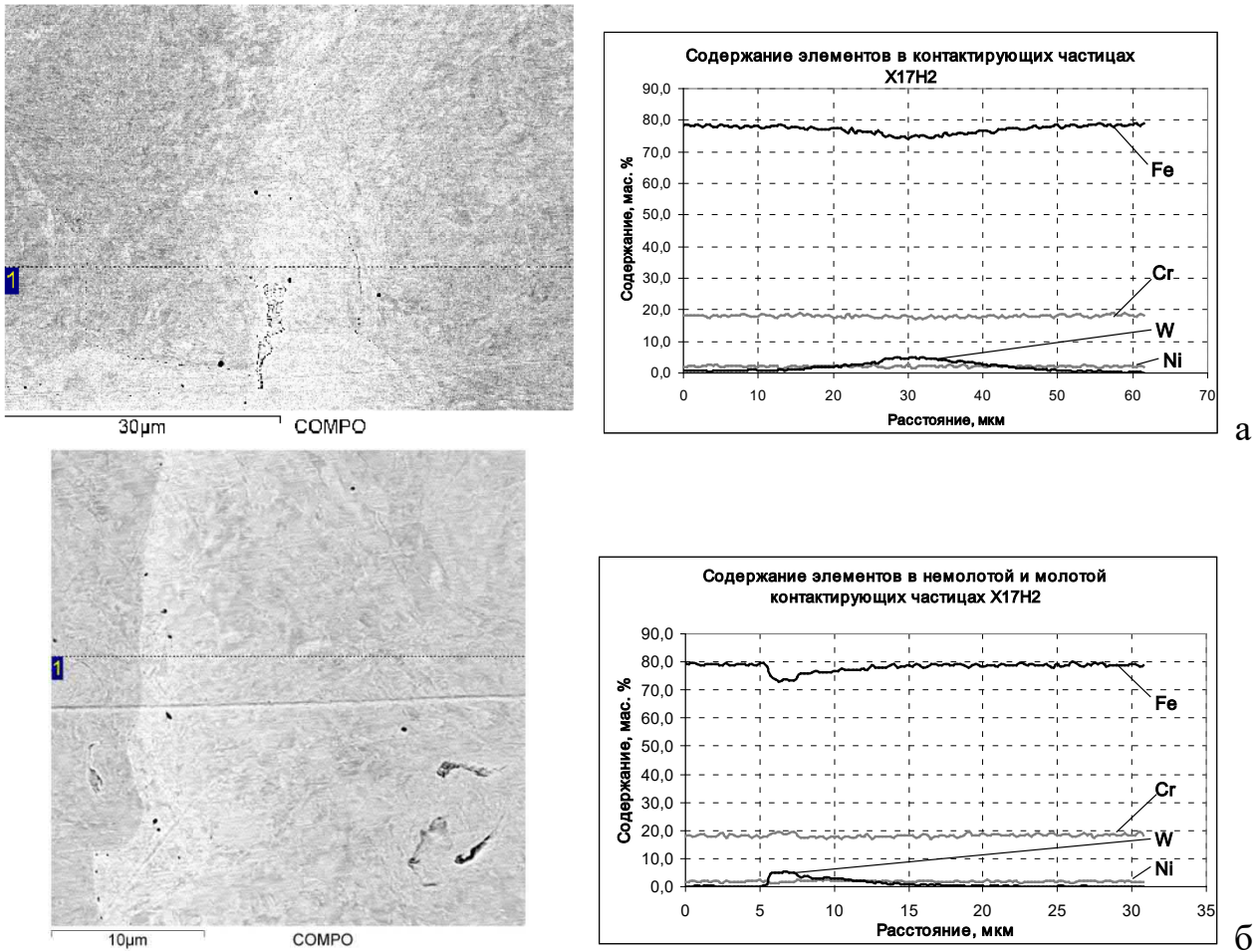


Рис. 4.2.4. – Вміст елементів у матеріалі X17H2 вздовж лінії, що перетинає границю між частинками для зразків, отриманих з меленого порошку (який тривало обробляли твердосплавними кулями) (а) та суміші меленого і немеленого порошоків (б). Уздовж лінії оброблено 124 крапки з кроком 0,5 мкм (а) та 0,25 мкм (б)

структура зразка з порошку, який не піддавався розмелу або впливу твердосплавних куль, не має світлих (збагачених вольфрамом) границь. На нетравленому шліфі границі між частинками не можна виявити. Відсутність границь (видимих) поміж немеленими частинками підтверджується на зразку, який отримано із суміші мелених і немелених порошоків і показаному на рис. 4.2.5, де частинки нерівновісної форми є сукупність немелених частинок X17H2, тобто частинок, які не мають на

поверхні сторонніх включень та дифузійного (світлого) шару з вольфраму. У той же час чітка границя поділяє мелену і немелену частинки, рис. 4.2.5б. Межі між меленими частинками є чіткими при малому збільшенні, але при великому збільшенні вони являють собою розмитий шар без чіткого поділу поміж частинками.

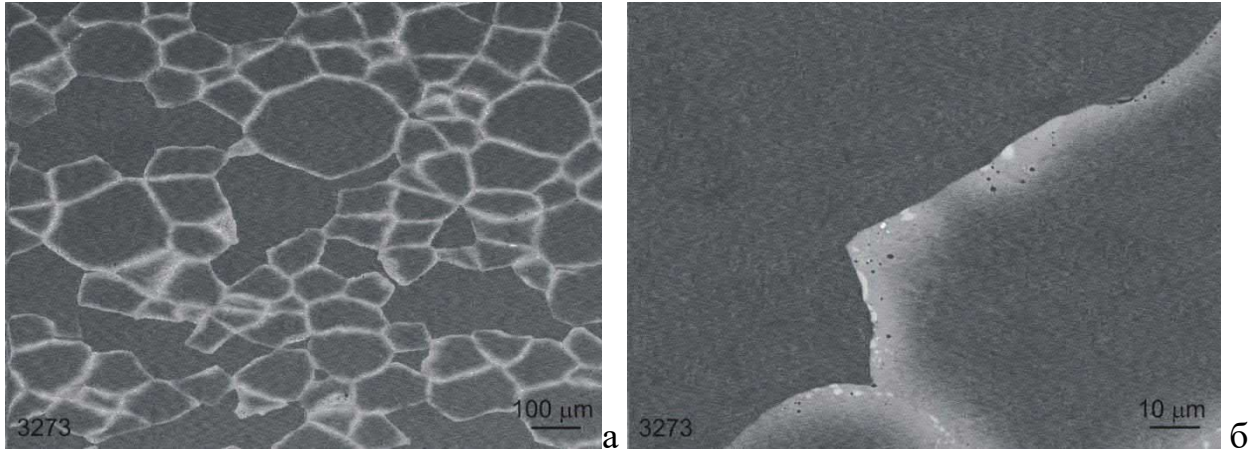


Рис. 4.2.5. – Структура зразка із сталі X17H2, в якому змішані мелені та немелені порошки. Зразок ущільнений за температури 1100 °С. На знімку (а) видно частинки, що складаються з порошинок, між якими немає видимих границь. На знімку (б) при більшому збільшенні видно границю поміж меленою (зі світлою зоною) та немеленою частинками

Зразки зі специфічною структурою були піддані випробуванням на вигин і стискання, а потім на розтяг і ударний вигин [282]. Твердість за Віккерсом вимірювали на половиках, зруйнованих при вигину зразків.

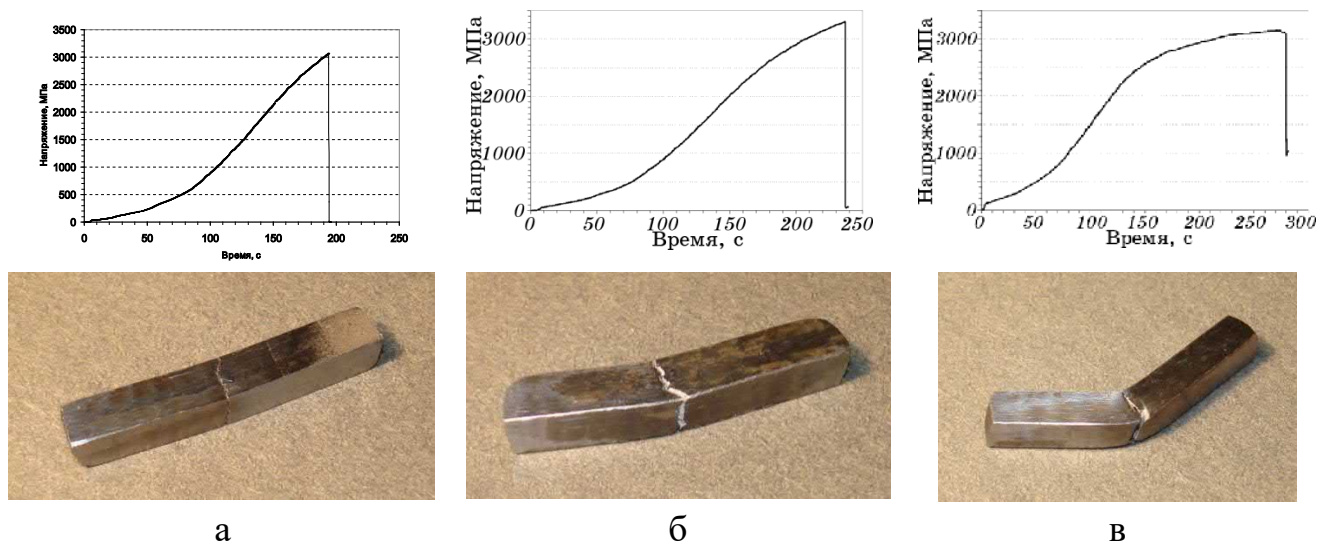


Рис. 4.2.6. – Діаграми навантаження та зовнішній вигляд зразків із сталевго порошку X17H2, випробуваних на триточковий вигин. Зразки отримані ударним ущільненням при температурах 1050 (а), 1100 (б) та 1150 °С (в)

Випробування на триточковий вигин різних зразків сталі X17H2 показали досить високий рівень міцності. При цьому найбільш високі значення міцності на

вигин від 3000 МПа до 3300 МПа отримані на зразках, які ущільнені при температурах 1050-1200 °С. Підвищення температури ущільнення до 1250 °С призвело до різкого зниження міцності. При вигину зразків спостерігається пластичність, що збільшується зі зростанням температури ущільнення, яка проявляється на діаграмі випробування зразків і на їх зовнішньому вигляді, рис. 4.2.6.

Після випробування зразків на вигин були проведені випробування на стискання, які показали такі особливості. По-перше, зразки при стисканні не руйнувалися до напруження 3000 МПа. По-друге, найбільша границя текучості спостерігається у зразків, отриманих за низьких температур. По-третє, найбільша пластична деформація реалізується на зразку з немеленого порошку. По-четверте,

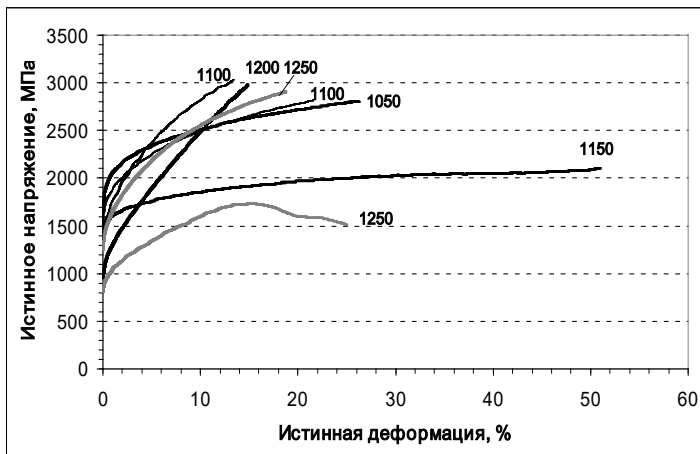


Рис. 4.2.7. — Пластична деформація при стисканні та характер зміцнення зразків, отриманих ударним ущільненням порошку за різних температур (цифри на кривих в °С). Зразок з високою пластичністю отримано з вихідного немолотого порошку

при пластичній деформації високий ступінь зміцнення властивий зразкам з наявністю вольфраму на поверхні частинок, тобто зразкам, частинки яких піддавалися обробці кулями з карбїду вольфраму. Про характер зміцнення зразків при стисканні можна судити з діаграм випробування на стискання (за врахуванням пружної деформації), показаних на рис. 4.2.7. Привертає увагу те, що зразки мають високий ступінь зміцнення, при якому напруження пластичного течії (при стисканні зразків) збільшуються у два і три рази без катастрофічного руйнування. Низький ступінь зміцнення і дуже висока пластичність характерна для зразка з немеленого порошку, тобто порошку, який не має зміцнених вольфрамом міжчастинкових границь. В даному випадку реалізується, можливо, механізм деформації, при якому границі між зернами слабо перешкоджають руху дислокацій [283].

при пластичній деформації високий ступінь зміцнення властивий зразкам з наявністю вольфраму на поверхні частинок, тобто зразкам, частинки яких піддавалися обробці кулями з карбїду вольфраму. Про характер зміцнення зразків при стисканні можна судити з діаграм випробування на стискання (за врахуванням пружної деформації), показаних на рис. 4.2.7. Привертає увагу те, що зразки мають високий ступінь зміцнення, при якому

Випробування зразків на розтяг показали, що міцність зразків є досить високою і знаходиться на рівні 1400-1600 МПа. Але пластичністю володіє зразок з немелених частинок, тобто частинок, які не мають на поверхні вольфраму. Діаграми випробування зразків та вид пластичного при розтягуванні зразка представлені на рис. 4.2.8. Для порівняння відзначимо, що міцність даної сталі, яка отримана традиційним способом, має у загартованому стані і за аналогічного відносного звуження ( $\psi = 17\%$ ) границю міцності на розтяг 1420 МПа [284].

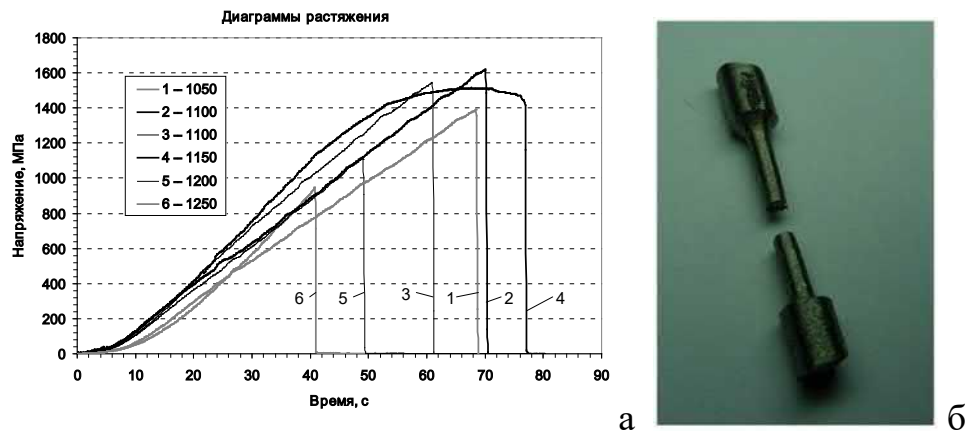


Рис. 4.2.8. – Діаграми при розтягуванні зразків порошкової сталі ПХ17Н2, які отримані ударним ущільненням при різних температурах (а) та вид зруйнованого зразка (б), що має пластичну деформацію (№ 3268)

До "жорстких" видів випробування можна віднести і випробування зразків на ударну в'язкість. Випробування на ударну в'язкість виконували на розробленому в Інституті проблем міцності ім. Г. С. Писаренко НАН України [269] вертикальному

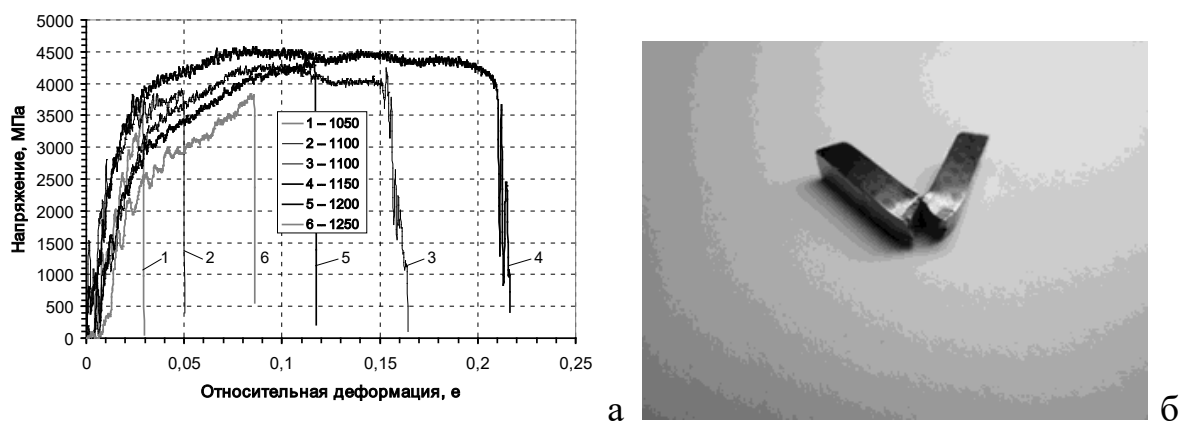


Рис. 4.2.9. – Діаграми руйнування зразків із порошкової сталі Х17Н2 при ударному триточковому вигину в залежності від температури ударного ущільнення (а) та вид зруйнованого найбільш пластичного зразка (№ 3268)

копрі, оснащеному багатоканальною системою високошвидкісної реєстрації зусиль у процесі деформування та руйнування зразка. Діаграми випробування зразків та вигляд самого пластичного зразка показані на рис. 4.2.9. При цьому вихідні діаграми зусилля від часу були перераховані в залежність напруження від відносної деформації  $\varepsilon$ , яку обчислювали за формулою:

$$\varepsilon = \frac{6yh}{L^2} \quad (4.2.1)$$

де  $y$  - прогин,  $h$  - висота зразка,  $L$  - відстань між опорами (20 мм).

Усі механічні властивості зразків, отриманих ударним ущільненням за різних температур, зведені в табл. 4.2.2.

Таблиця 4.2.2. – Механічні властивості зразків порошкової сталі X17H2, які отримані ударним ущільненням за різних температур.

Температура ударного ущільнення, оС	Номер зразка	Границя міцності на вигин, $\sigma_{\text{в}}$ , МПа	Границя міцності на стискання, $\sigma_{0,2}$ , МПа	Границя міцності на розтяг, $\sigma_{\text{в}}$ , МПа	Міцність при ударному вигину зі швидкістю 2,8 м/с, $\sigma$ , МПа	Відношення значень міцності при ударному та статичному вигину.	Питома робота пластичного руйнування при ударному вигині Дж/см <sup>3</sup>	Ударна в'язкість, Дж/см <sup>2</sup>	Твердість за Віккерсом МПа
1050	3272	3032	1873	946	3660	1,19	0	11,5	4839
1100	3267	3076	1547	1619	3859	1,25	11,6	33,0	4520
	3273	3254	1736	1545	4235	1,28	54,2	124,5	3842
1150	3268	3019	1474	1514	4525	1,44	89,6	193,2	4328
1200	3269	3320	1113	1109	4302	1,26	34,4	83,8	4224
1250	3266	2203	1444	1393	3792	1,66	22,6	47,1	4382
	3271	1114	925	—	—	—	—	—	4075

Порівняння значень ударної в'язкості показує, що найбільше значення має зразок, який отримано з немелених частинок порошку при температурі 1150 °С, див. табл. 4.2.1. При даній температурі забезпечується якісний зв'язок між частинками та в результаті висока пластичність та ударна в'язкість зразка. З літературних джерел відомо, що ударна в'язкість загартованої сталі 1X17H2 досягає рівня 120 Дж/см<sup>2</sup>, але при цьому слід враховувати, що стандартні випробування виконуються на надрізаних зразках. У нашому ж випадку випробування виконували на зразках без

надрізу і, очевидно, тому спостерігається високе значення ударної в'язкості – 193 Дж/см<sup>2</sup>.

Отримані результати випробування порошкової сталі при різних схемах навантаження показують, що рівень механічних властивостей не поступається, а може і перевищувати рівень властивостей сталі, яка отримана традиційним методом. Це свідчить про наявність потенційної можливості отримання високоміцних матеріалів з порошків та перспективності методу ударного ущільнення їх у вакуумі при знижених температурах.

У зв'язку з наявністю границь між частинками, збагачених вольфрамом, є можливість оцінити коефіцієнт дифузії вольфраму в сталеву матрицю при нагріванні зразків і при короткочасній деформації. Цей аналіз буде проведено у розділі 5.

#### 4.2.2. Ущільнення порошку ніхрому X20H80

Як завжди спочатку були визначені щільність і питомий електроопір зразків, які отримані за різних температур, і ці характеристики показані на рис. 4.2.10 [285].

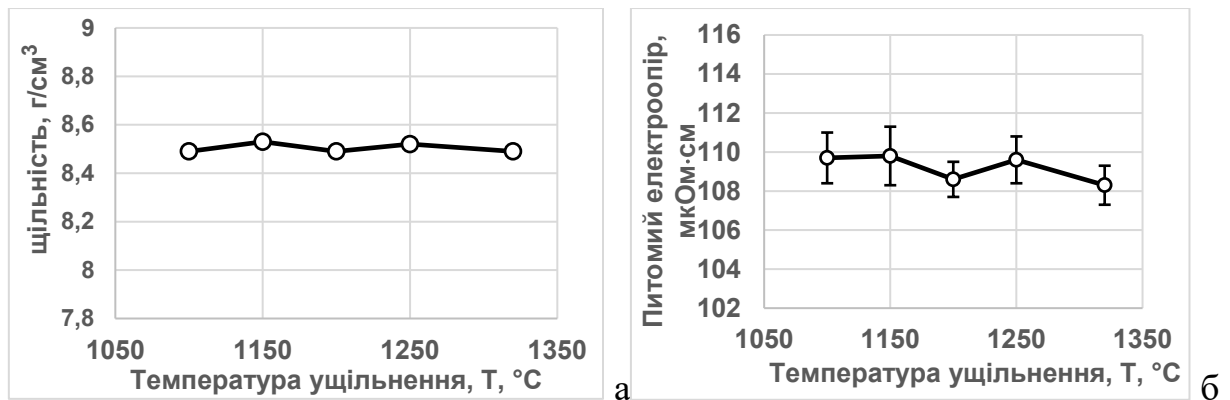


Рис. 4.2.10. – Щільність (а) та питомий електроопір (б) порошкових зразків X20H80, які отримані за різних температур ударного ущільнення

Зауважимо, що щільність монолітного матеріалу X20H80 дорівнює 8,4–8,5 г/см<sup>3</sup> [286], а питомий електроопір становить 100–112 мкОм·см [286]. З рис. 4.2.10а видно, що ударне ущільнення порошку за досить низької температури, 1100 °С, забезпечує високий рівень щільності, що дорівнює 8,49 г/см<sup>3</sup>. Він практично не змінюється у разі підвищення температури ущільнення до 1320 °С. Незначне зростання щільності до 8,52 г/см<sup>3</sup> спостерігається при температурах ущільнення зразків 1150 і 1250 °С. Дане коливання щільності дуже незначне і може бути пов'язане з неточністю

вимірювання. У той же час незначні коливання щільності збігаються з подібними коливаннями електроопору зразків, рис. 4.2.10б. Зокрема, локальні максимуми питомого електроопору, що дорівнюють 108,7 і 108,3 мкОм·см і відповідають температурам ущільнення зразків при 1150 і 1250 °С, збігаються з локальними максимумами щільності зразків, отриманих при цих же температурах ущільнення. Для уточнення того, чи є цей збіг випадковим чи закономірним, потрібен детальніший аналіз отриманих результатів і, можливо, проведення додаткових експериментів. Важливим у даному випадку є те, що як щільність, так і електроопір відповідають значенням для монолітного ніхрому. При цьому висока щільність та низький питомий електроопір спостерігається вже на зразках, які ущільнені ударом при температурі 1100 °С. Зазначимо, що пористість зразків після нетривалого (20 хв) вільного спікання при температурах 1250 і 1340 °С становить 38,5 і 31,7% відповідно, а після промислового спікання у водні при 1375 °С протягом 10 годин залишається на рівні 4% [190, с. 174]. Однакові значення щільності порошкових зразків та монолітного ніхрому не означають, що пори у порошкових зразках повністю відсутні. Мікропористість можна візуально виявити на зразках, які

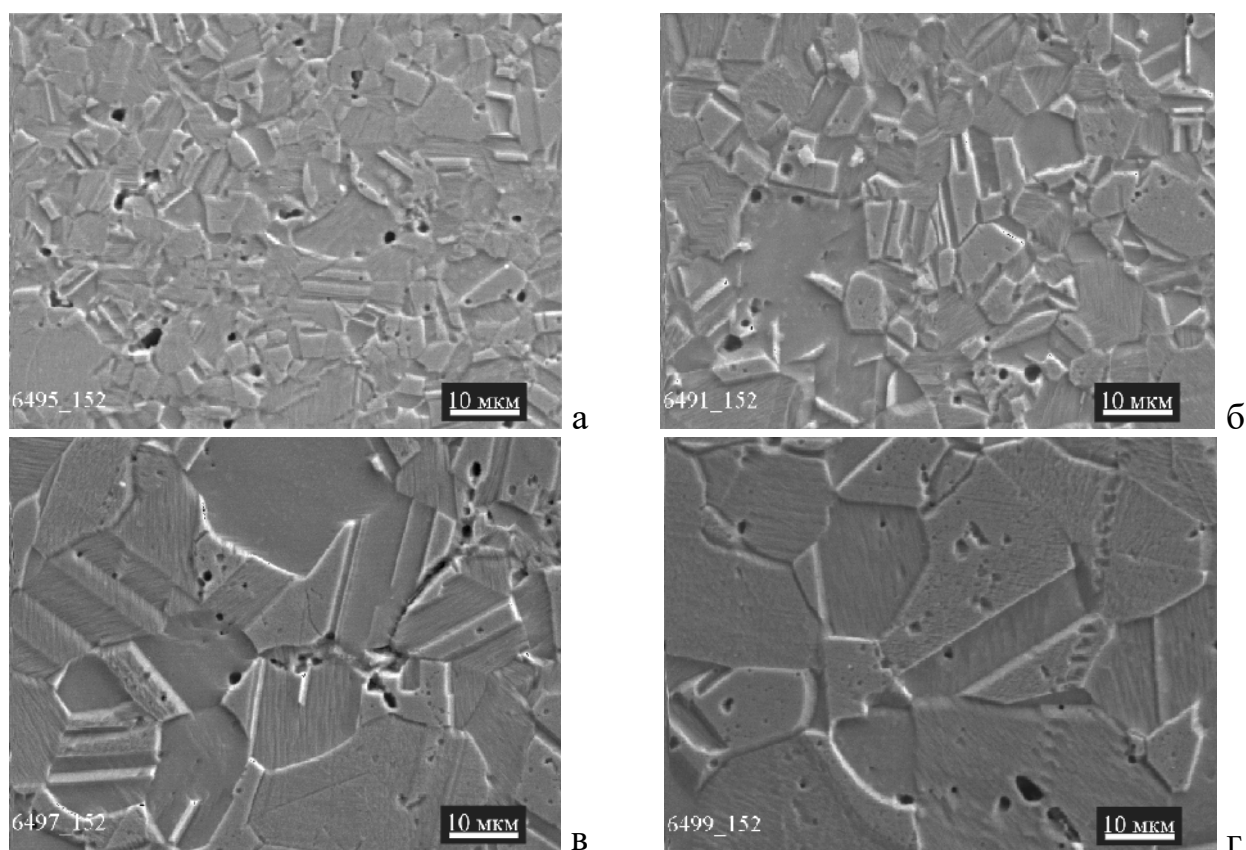


Рис. 4.2.11. - Мікроструктура зразків X20H80, які отримані ударним ущільненням при температурах 1100 (а), 1200 (б), 1250 (в) та 1320 °С (г)



ущільнені як при 1100 °С, так і при 1320 °С. Мікроструктура плоскої поверхні для зразків, отриманих ударним ущільненням при різних температурах, показана на рис. 4.2.11. З цього рисунку добре видно не тільки наявність у зразках мікропор, а й суттєву зміну, а точніше зростання зерна у зразках із збільшенням температури ударного ущільнення. У зв'язку з цим цікавими є результати механічних випробувань зразків.

Спочатку було зроблено спробу випробування зразків на триточковий вигин. Але у зв'язку з проявом високої пластичності зразків, отриманих навіть за низької температури, були підготовлені зразки для випробування на розтяг. При випробуванні зразків на розтяг були записані діаграми навантаження, що фіксують зміну зусилля від часу. Такі діаграми після перерахунку на залежність напруження від відносної деформації дозволили визначити міцність зразків і величину пластичної деформації. Вигляд перерахованих діаграм, а також зовнішній вигляд випробуваних на розтяг зразків показано на рис. 4.2.12.

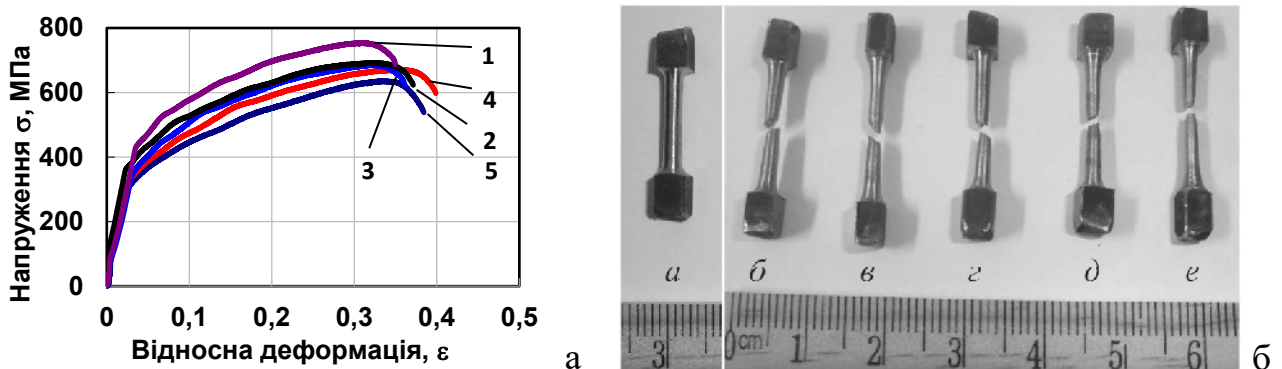


Рис. 4.2.12. – Типові діаграми розтягування (а) і зовнішній вигляд зразків Х20Н80 після випробування на розтяг (б). Зразки отримані ударним ущільненням при температурах 1100, 1150, 1200, 1250 та 1320 °С і їм відповідають криві 1, 2, 3, 4, 5 та букви б, в, г, д, е

Результати розрахунків міцності та пластичності зразків представлені на рис. 4.2.13. З цього рисунку видно, що границі міцності та текучості зразків при розтягуванні зменшуються зі збільшенням температури ущільнення зразків. У той же час пластичність зразків із підвищенням температури їх ущільнення збільшується, рис. 4.2.13б. Таку поведінку матеріалу однозначно можна пояснити укрупненням структури чи збільшення розмірів зерен, що видно на рис. 4.2.11. Інтерес представляє порівняння характеристик міцності та пластичності даних зразків зі стандартними зразками.

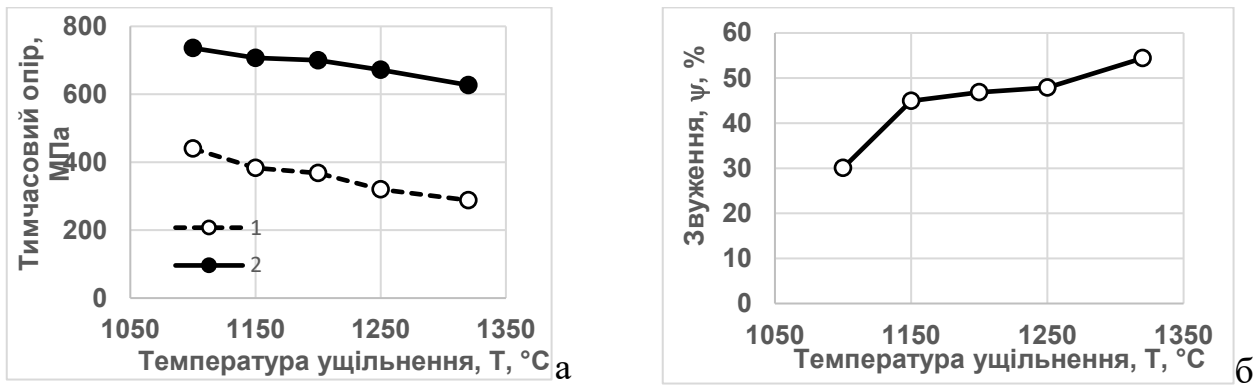


Рис. 4.2.13.– Зміна тимчасового опору  $\sigma_b$  (2) та границі текучості  $\sigma_s$  (1) при деформації 0,2% (а), а також відносного звуження  $\psi$  (б) при розтягуванні порошкових зразків Х20Н80 залежно від температури ударного ущільнення

З роботи [287] випливає, що традиційні зразки ніхрому Х20Н80 після відпалу при 900 ° С мають тимчасовий опір 600-650 МПа і відносне звуження 60%. У цій же роботі наведено властивості порошкового ніхрому, які в залежності від методу одержання порошків можуть змінюватися: тимчасовий опір – від 680 до 760 МПа, а відносне звуження – від 21 до 53% для зразків без додаткової термообробки. Наведені дані показують, що зразки зі звичайного порошку ніхрому, які отримані ударним ущільненням при відносно низьких температурах, мають такі ж механічні характеристики, як і зразки, що отримані традиційним методом.

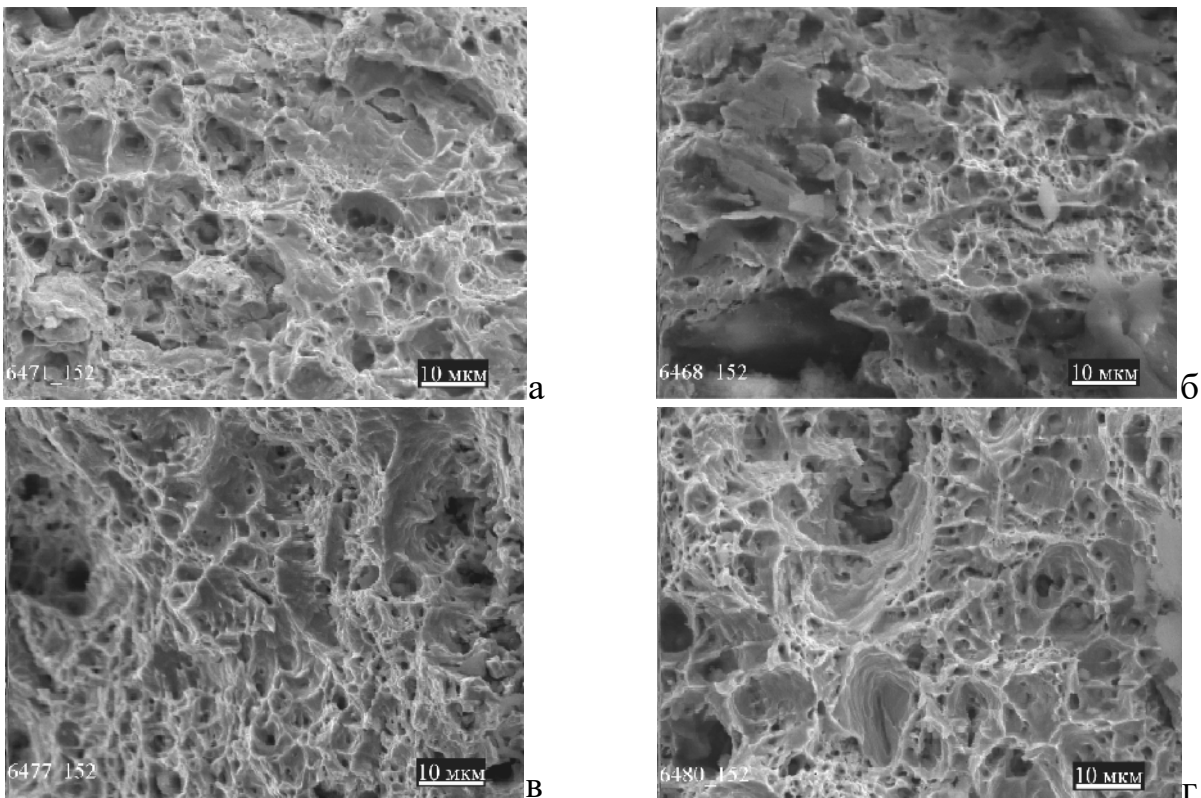


Рис. 4.2.14. – Поверхня руйнування порошкових зразків Х20Н80, які отримані ударним ущільненням при температурах 1100 (а), 1200 (б), 1250 (в) та 1320 ° С (г)

Високий рівень пластичності порошкових зразків, які отримані ударним ущільненням при різних температурах і за тисячні частки секунди, підтверджує вигляд поверхні руйнування зразків, що характеризується в'язким ямковим зломом. Структуру поверхні руйнування різних зразків показано на рис. 4.2.14. Як видно з цього рисунка, поверхня руйнування різних зразків дуже схожа, і основною відмінністю, мабуть, є те, що ямки за розміром і глибиною більше на зразках, які ущільнені при високій температурі, що і викликає підвищену пластичність зразків.

При випробуванні зразків на розтяг більш важливими є знання про істинні напруження, тобто напруження в найменшому перерізі шийки зразка. Такі напруження представлені на рис. 4.2.15а. Показано, що при низькій температурі ударного ущільнення зразки руйнуються при нижчих напруженнях, ніж зразки, отримані за високої температури. При цьому важливо зазначити, що максимум міцності спостерігається на зразках, ущільнених при температурі 1200°C, хоча і при температурі ущільнення 1150 °C зразки мають практично таку ж міцність. Падіння міцності зразків із подальшим збільшенням температури їх ущільнення пояснюється, мабуть, укрупненням структури.

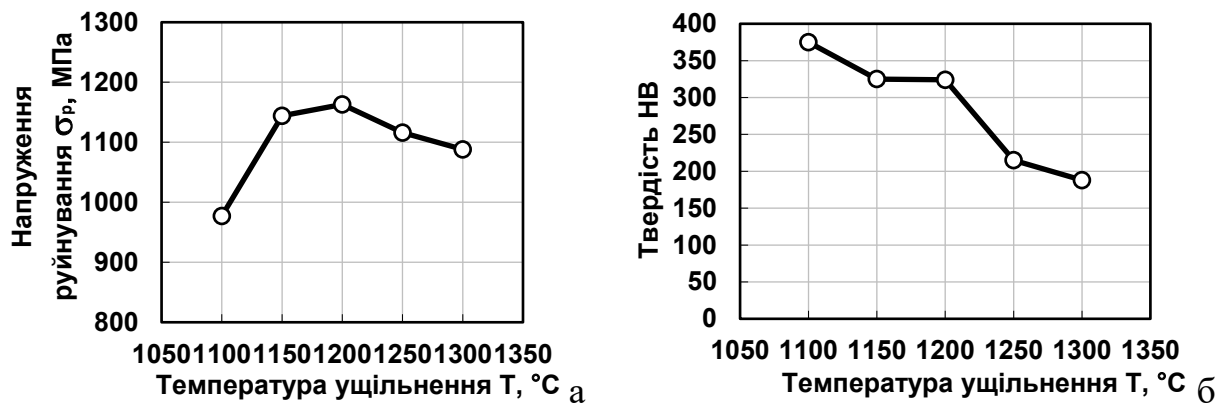


Рис. 4.2.15. – Зміна руйнівного напруження при розтягуванні  $\sigma_p$  (а) та твердості за Брінеллем HB (б) порошкових зразків X20H80 залежно від температури ударного ущільнення

Також без уваги не можна залишити рівень твердості зразків в залежності від температури ударного ущільнення. Результати вимірювання твердості по Брінеллю при навантаженні 1875 Н і діаметрі кульки 2,5 мм показані на рис. 4.2.15б. Відзначимо, що високий рівень твердості реалізується на зразках, які отримані за низьких температур ущільнення. Помилка виміру в даному випадку малоімовірна, оскільки твердість попередньо контролювали за еталонною сталеву плитою. Отже,

високий рівень твердості та її зниження зі збільшенням температури ущільнення зразків можуть бути пов'язані з наявністю в порошкових зразках дрібнозернистої структури, яка суттєво укрупнюється при підвищенні температури ущільнення брикетів.

Таким чином, порошок ніхром Х20Н80 добре ущільнюється під дією ударного навантаження з формуванням міцного зв'язку між частинками, тобто спікається при значно знижених температурах, зокрема, при 1100-1200 °С.

#### 4.2.3. Ущільнення порошку інтерметаліду $Ni_3Al$

Спочатку було визначено щільність та питомий електроопір, значення яких залежно від температури ущільнення показано на рис. 4.2.16 [288]. Через неоднозначні літературні дані щодо щільності цього інтерметаліду за величину

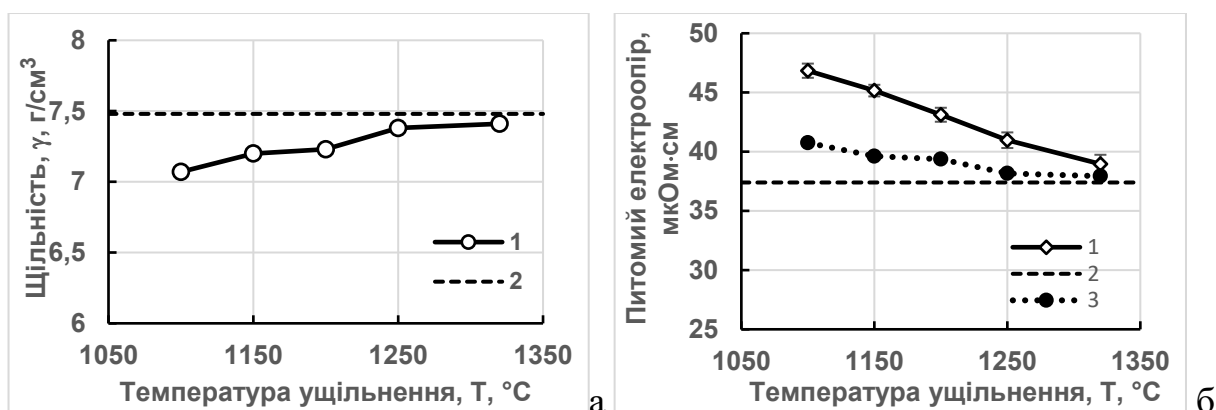


Рис.4.2.16. – Щільність (а) та питомий електроопір (б) порошкових зразків  $Ni_3Al$  залежно від температури ущільнення, де 1 – ударне ущільнення зразків, 2 – щільність [289] та електроопір [290] монолітного інтерметаліду, 3 – розрахунковий електроопір за формулою –  $\rho_{\theta} = \rho_0 / (1 - 1,5\theta)$  [291]

щільності безпористого зразка можна взяти значення 7,48 г/ см<sup>3</sup>. Тоді усереднена пористість зразків, які ущільнені за нормальної температури 1320 °С, дорівнюватиме 0,9 %, а пористість зразків, які спресовані при 1100 °С, – 5,5 %. З цього можна зробити висновок, що ударне ущільнення дозволяє отримати досить щільні зразки при відносно низьких температурах, при яких усадка практично відсутня. Але ударне ущільнення за досить високої температури не усуває повністю пористість. Тому інтерес представляло вивчення пористості зразків на плоскій полірованій поверхні. Мікроструктура зразків, отриманих за різних температур, показана на рис. 4.2.17. З наведених фотографій структури зразків видно, що пори присутні в усіх зразках, тобто підвищення температури ущільнення до 1320 °С не

призводить до усунення пор. Основна частина пор знаходиться в місцях стику трьох зерен, що цілком закономірно, оскільки у цих місцях найважче усувати пори тиском, особливо за невисокої міри зсувної деформації. Крім пористості, характерною особливістю мікроструктури представлених зразків є наявність зерен з явними скупченнями паралельних ліній ковзання. Причому скупчення ліній ковзання в межах одного зерна мають різний напрямок та найбільш чітко видно на виступаючих та утоплених зернах, рис. 4.2.17а та рис. 4.2.17в.

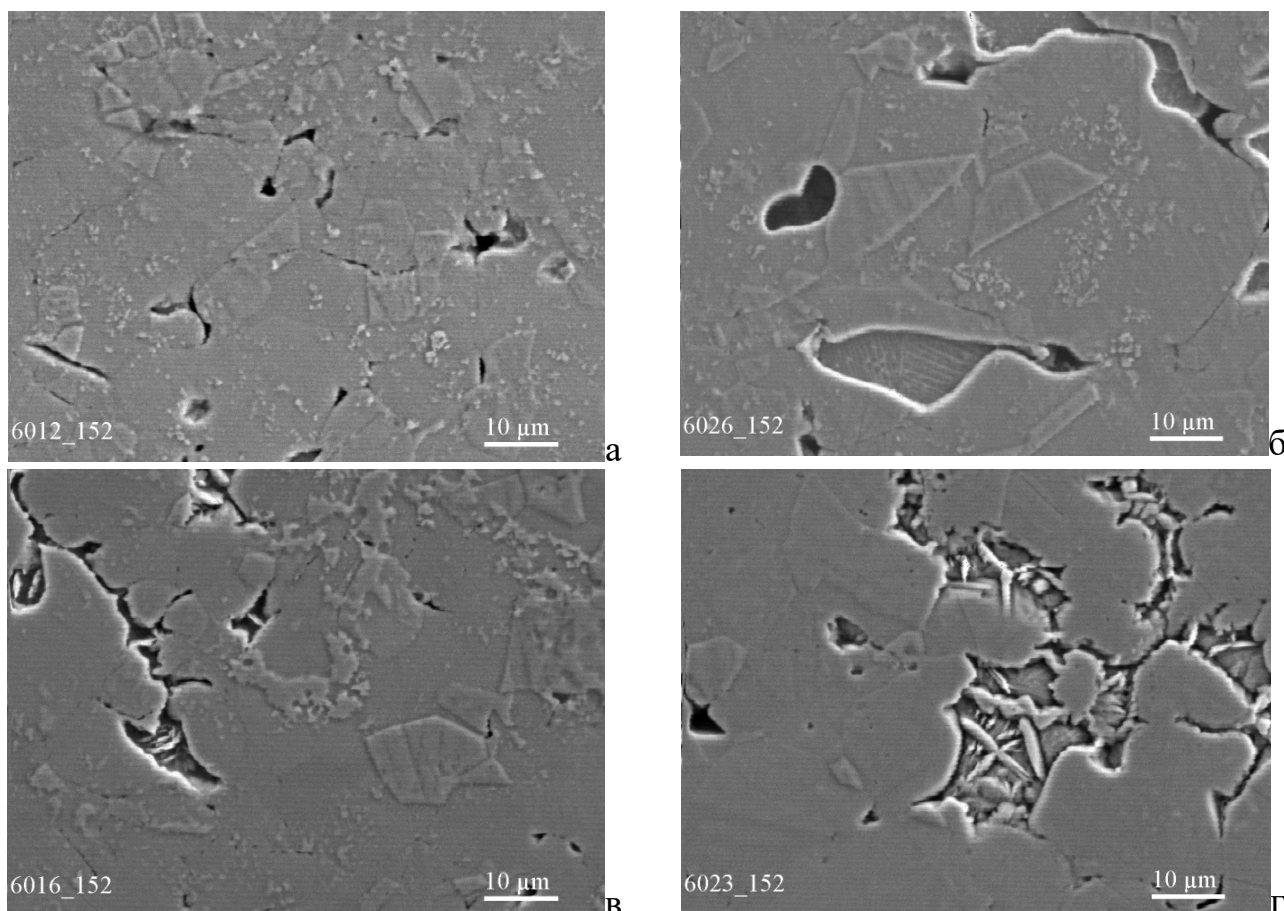


Рис. 4.2.17. - Мікроструктура зразків  $\text{Ni}_3\text{Al}$ , отриманих ударним ущільненням при температурах: 1100 (а), 1200 (б), 1250 (в) і 1320 °С (г)

Другою важливою характеристикою після щільності є питомий електроопір зразків. Ця характеристика, як бачимо на рис. 4.2.16б майже лінійно знижується зі збільшенням температури ударного ущільнення порошкових зразків з 47 до 39 мкОм·см. Питомий електроопір цього інтерметаліду за даними зарубіжної роботи [292] дорівнює 32,59 мкОм·см, а за даними вітчизняної роботи [290] – 37,4 мкОм·см. Останнє значення, ймовірно, краще відповідає вітчизняним порошкам та матеріалам. За цією величиною електроопору та за допомогою залежності, представленої в роботі [291], можна оцінити теоретичний питомий електроопір

зразка, що має певний рівень пористості:

$$\rho_{\Theta} = \rho_0 / (1 - 1,5\Theta) \quad (4.2.2)$$

де,  $\rho_{\Theta}$ ,  $\rho_0$ ,  $\Theta$  - електроопір пористого зразка, електроопір зразка з нульовою пористістю та пористість відповідно.

Зміна величини теоретичного електроопору залежно від пористості зразків, отриманих за різних температур ущільнення, показано на рис. 4.2.16б у вигляді точкової лінії, що дає можливість порівняти реальний електроопір зразків з його теоретичним значенням. Таке зіставлення показує, що реальний електроопір зразків вищий за теоретичний. Це свідчить про те, що на питомий електроопір отриманих ударним ущільненням зразків впливає, крім пористості, принаймні ще один фактор. Цей фактор найімовірніше пов'язаний з якістю міжчастинкової поверхні контакту. Тобто, зниження температури ударного ущільнення призводить не тільки до збільшення пористості, а й до погіршення якості границь поміж частинками, що виявляється у збільшенні питомого електроопору. Не виключено також і те, що відмінність в абсолютному значенні електроопору пористого та компактного зразків викликана іншими причинами, наприклад, відмінністю в хімічному складі інтерметаліду. Тим не менш, наявність пористості та підвищеного питомого електроопору в порошкових зразках, як правило, знижують їх механічні властивості. Тому важливо було оцінити рівень механічних властивостей одержаних зразків. При цьому велике значення для оцінки якості матеріалу має не лише міцність, але й пластичні характеристики, навіть якщо вони знаходяться на невисокому рівні, характерному для інтерметалідів.

Попередня оцінка міцності та пластичності зразків була отримана завдяки випробуванням порошкових зразків на вигин, рис. 4.2.18, де представлені точки відображають середнє значення з трьох випробувань. Як видно з цього рисунка, границя міцності на вигин збільшується зі збільшенням температури, але на відміну від щільності, досягає максимуму при температурі 1250 °С і дорівнює 676 МПа. Важливо при цьому відзначити, що пористість зразків з такою міцністю становить 1,3 %, а також і те, що міцність на вигин зразків, отриманих при більш низькій (1200 °С) і високій (1320 °С) температурі практично однакова, рис. 4.2.18а. Тобто, зміна щільності та електроопору зразків у діапазоні температур 1200–1320 °С не впливає

істотно на міцність при вигину. Зовсім інша картина спостерігається в оцінці пластичності зразків при вигину, де пластичність, хоч і невелика, але значно зростає зі збільшенням температури ущільнення зразків, рис. 4.2.18б.

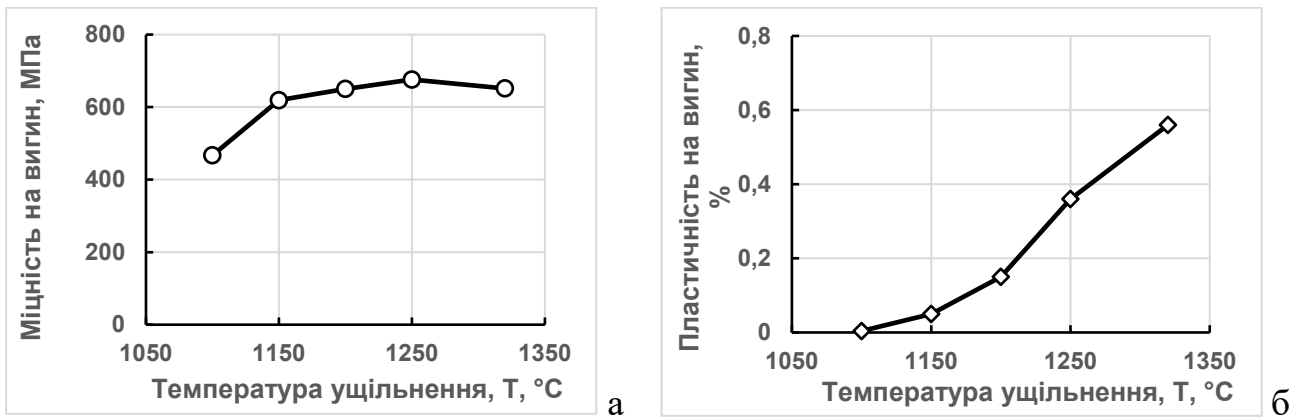


Рис. 4.2.18. – Зміна міцності на вигин (а) та пластичності (б) при вигину зразків із порошку  $\text{Ni}_3\text{Al}$  залежно від температури ударного ущільнення

Отриманий у цьому дослідженні рівень міцності на вигин зразків порошкового інтерметаліду фактично відповідає рівню міцності монолітних зразків. Хоча даних із міцності на вигин  $\text{Ni}_3\text{Al}$  у літературі мало, але з роботи [293, Fig. 3] видно, що після відпалу нанокристалічних зразків міцність на вигин падає з 3000 до 700 МПа, тобто до рівня міцності зразків зі звичайною структурою.

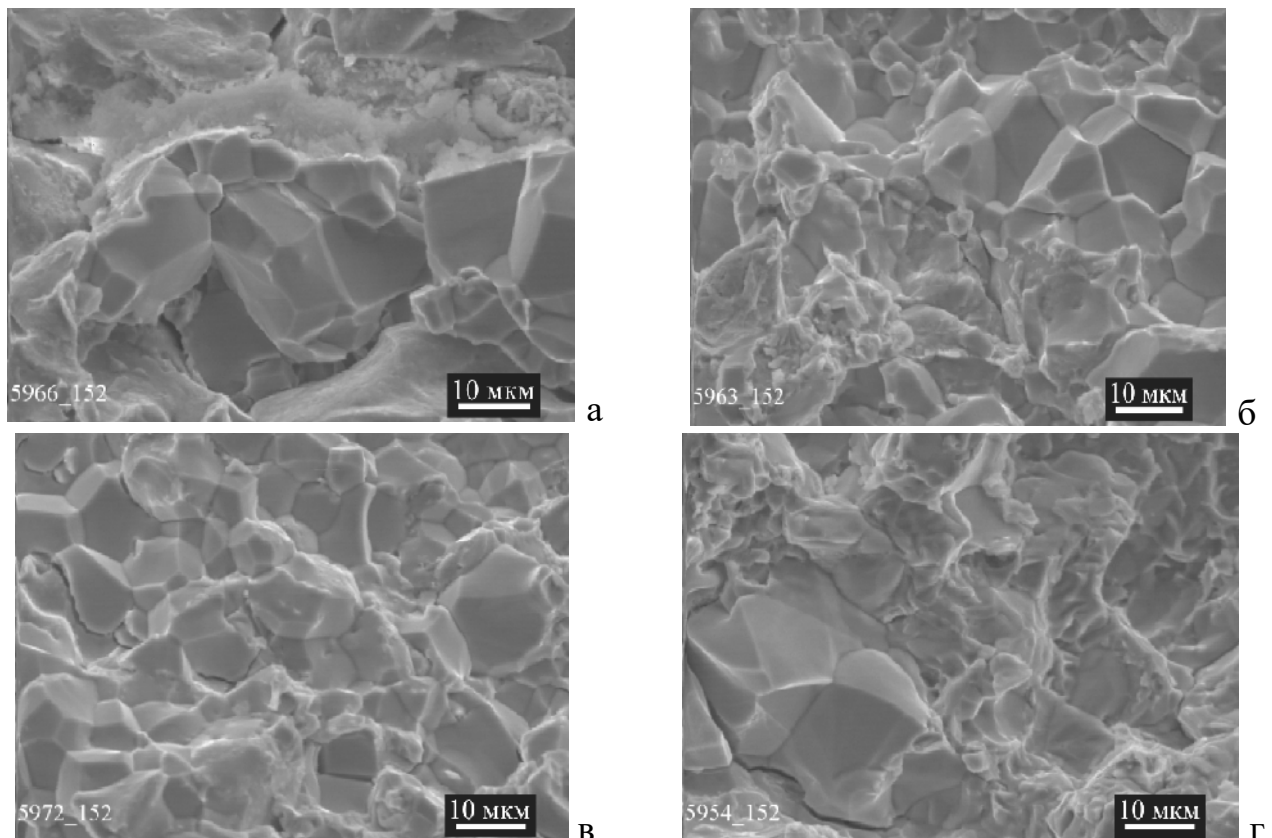


Рис. 4.2.19. – Поверхня руйнування зразків  $\text{Ni}_3\text{Al}$ , які отримані ударним ущільненням при температурах: 1100(а), 1200(б), 1250(в) та 1320°C(г)

Для наближеної оцінки механізму міцності та руйнування зразків було досліджено їх поверхню руйнування, яка представлена на рис. 4.2.19. З аналізу представлених на цьому рисунку фотографій можна відмітити те, що, по-перше, розмір частинок або зерен інтерметаліду  $Ni_3Al$  коливається від 10 до 20 мкм, а, по-друге, поверхня руйнування характеризується чергуванням ділянок з явним інтеркристалітним і якимось змішаним руйнуванням. Чергування ділянок із транскристалітним та інтеркристалітним руйнуваннями видно на зразках, ущільнених при температурах 1200–1320 °С, рис. 4.2.19(в, г, д). Незважаючи на відносно низьку пластичність зразків на вигин, яка свідчить швидше про крихкість зразків, інтерес також представляли випробування зразків на розтяг, оскільки такий вид випробування поширений для литих матеріалів. Результати випробування зразків на розтяг представлені на рис. 4.2.20, а вигляд цілого та зруйнованих зразків, які ущільнені за різних температур, показані на рис. 4.2.21.

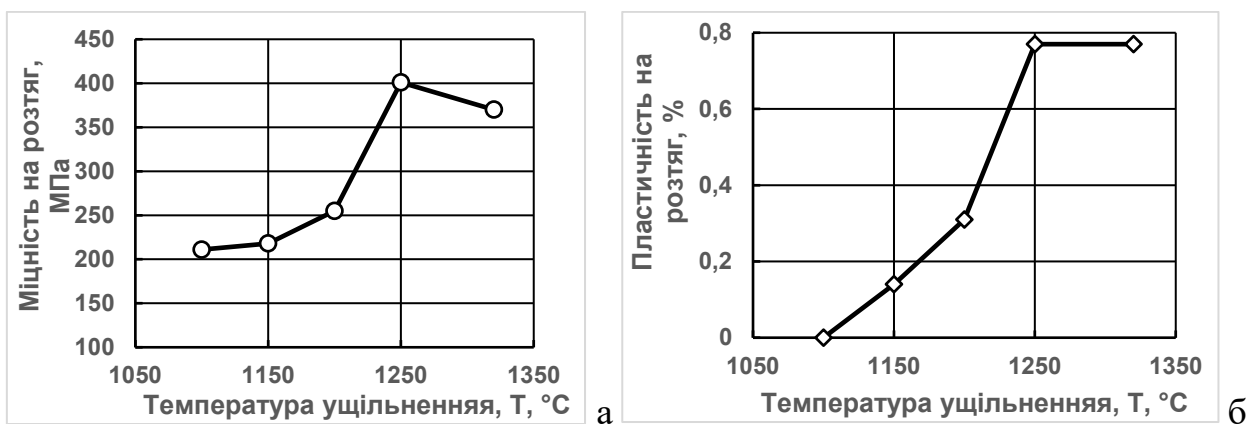


Рис. 4.2.20. – Зміна міцності на розтяг (а) та пластичності (б) при розтягуванні порошкових зразків  $Ni_3Al$  залежно від температури ударного ущільнення

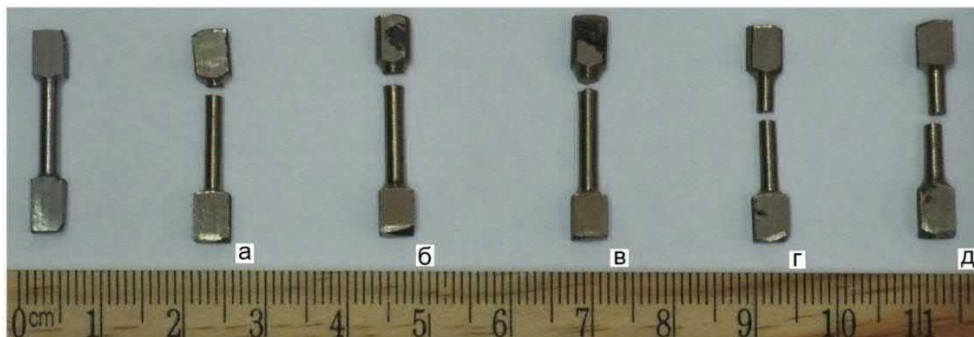


Рис. 4.2.21. – Вигляд цілого та зруйнованих при розтягуванні зразків інтерметаліду  $Ni_3Al$ , які отримані ударним ущільненням при температурах 1100 (а), 1150 (б), 1200 (в), 1250 (г) та 1320 °С (д)

З наведених значень міцності зразків на розтяг, рис. 4.2.20а видно, що з підвищенням температури ударного ущільнення міцність при розтягуванні



збільшується і досягає максимального рівня при температурі ущільнення 1250 °С, що відповідає величині 400 МПа. Такий рівень міцності характерний і для зразків, отриманих за традиційною технологією, наприклад, за технологією спрямованої кристалізації, про що йдеться у роботі [294]. Однак міцність на розтяг зменшується майже вдвічі при зниженні температури ударного ущільнення до 1100 °С. За такої температури ущільнення зразки мають і низьку, практично нульову, пластичність, рис. 4.2.20б. Пластичність зразків різко збільшується при підвищенні температури ущільнення до 1250 °С. За цієї температури ударного ущільнення досягається максимальна пластична деформація на рівні 0,8 %. Пластичність традиційних зразків за даними роботи [295] знаходиться на рівні 1-3%, а зразків після спрямованої кристалізації [294] може досягати 25%. Знижений рівень пластичності порошкових зразків, мабуть, пов'язаний з наявністю невеликої пористості, хоча це може бути і не так. Як відомо [295], полікристалічний  $\text{Ni}_3\text{Al}$  має низьку пластичність

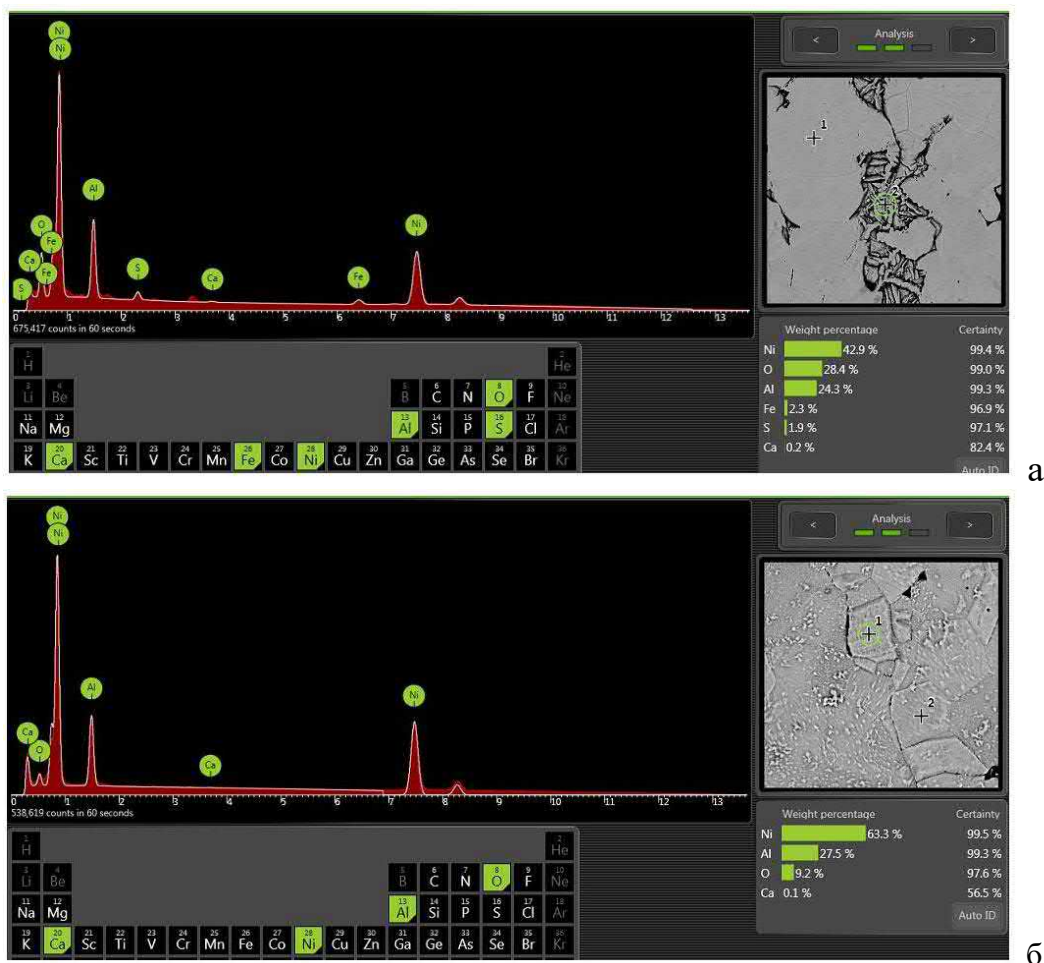


Рис. 4.2.22. – Спектральний аналіз порошкових зразків  $\text{Ni}_3\text{Al}$ , які ущільнені при температурі 1100 °С (а) та 1320 °С (б). У першому випадку аналіз зроблено у точці 1 (центр зерна), тоді як у другому випадку – у точці 2 (середина евтектичної структури)

в порівнянні з монокристалом через властиву йому зернограничну крихкість. Тобто, для полікристалу характерне міжзеренне або інтеркристалітне руйнування. Тому для двох порівнюваних зразків з однаковою границею міцності при розтягуванні та з однаковим характером руйнування різний рівень пластичності може бути пов'язаний лише з різною деформацією самих зерен до руйнування зразка. В даному випадку порошкові частинки використаного інтерметаліду  $Ni_3Al$  можуть мати меншу пластичність, ніж такого ж розміру зерна в плавленому інтерметаліді. Спектральний аналіз порошкових зразків показав наявність у них різних домішок, таких як кисень, кальцій, рис. 4.2.22а, а також сірки та заліза, рис. 4.2.22б, що насправді може призводити до зниженої їхньої пластичності.

При випробуванні зразків на розтяг привертає увагу ще й те, що деформація при максимальному напруженні у зразках, які ущільнені при 1250-1300 ° С, відбувається не плавно, а стрибкоподібно, див. рис. 4.2.23. На відміну від миттєвого руйнування зразків, які ущільнені при температурах 1200°C і нижче, руйнування зразків, отриманих при більш високій температурі, відбувається, мабуть, з утворенням мікроруйнувань, що супроводжуються незначним падінням зусилля і подальшим зростанням його до чергового падіння в результаті мікроруйнування.

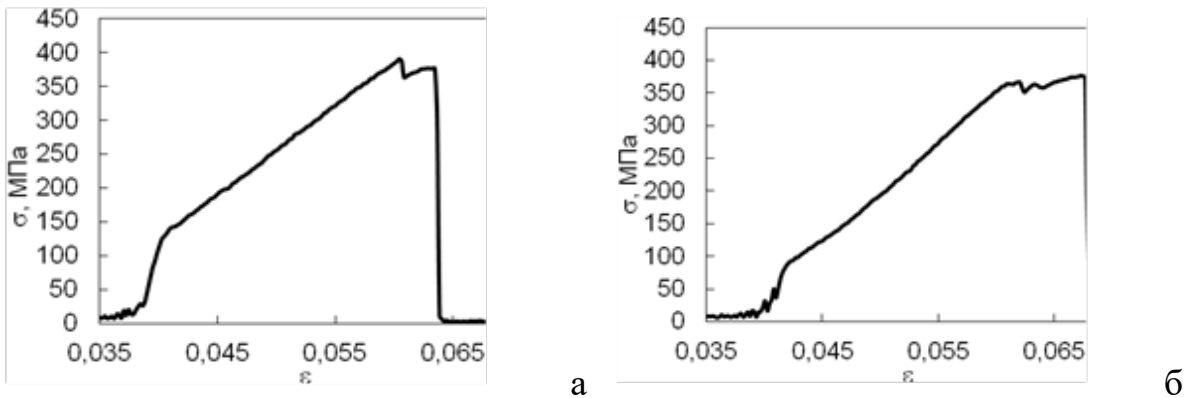


Рис. 4.2.23. – Характерні діаграми руйнування при розтягуванні зразків інтерметаліду  $Ni_3Al$ , які одержані при температурах 1250 (а) та 1320 °С (б)

Декілька таких коливань зусилля закінчується миттєвим руйнуванням зразка. При такому руйнуванні зразок показує залишкову деформацію до 1%, і ця деформація відображає, по суті, ступінь міжзеренного руйнування, а не деформацію самих зерен. Важливо зауважити, що таке ж стрибкоподібне руйнування при максимальному навантаженні спостерігалось і в роботі [294, рис. 3] на монолітних зразках, які отримані спрямованою кристалізацією.

Як було зазначено раніше, важливою механічною характеристикою особливо для матеріалів з підвищеною крихкістю є в'язкість руйнування або тріщиностійкість.

Значення тріщиностійкості порошкових зразків, ущільнених за різних температур, показані на рис. 4.2.24. Слід зазначити, що при випробуванні зразків на тріщиностійкість спостерігався невеликий розкид значень для зразків, які отримані при одній температурі. Середні значення з 5-6 зразків з довірчим інтервалом при 90% надійності показали, що збільшення температури призводить до істотного

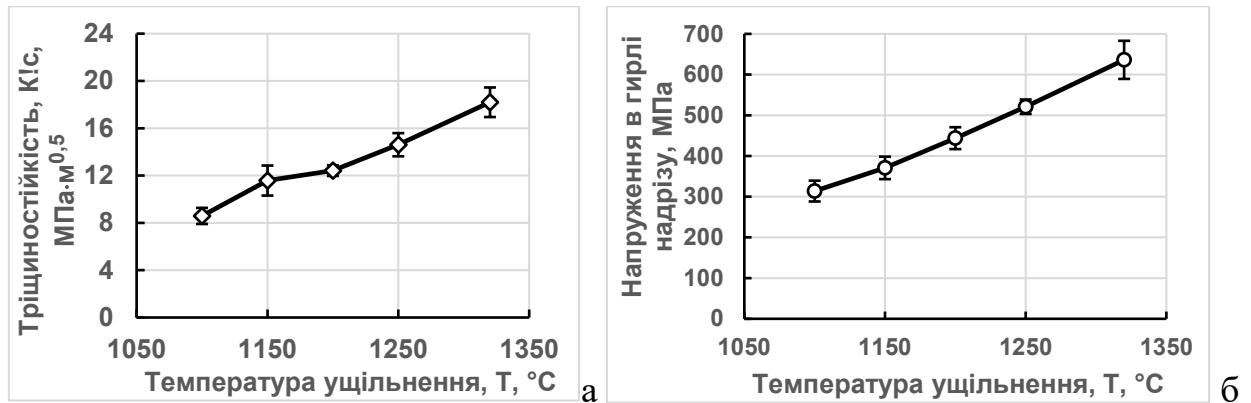


Рис. 4.2.24. – Зміна тріщиностійкості (а) та напруження у вершині надрізу (б) порошкових зразків Ni<sub>3</sub>Al залежно від температури ударного ущільнення

зростання тріщиностійкості, яка максимальна для зразків, ущільнених при температурі 1320 °C, і дорівнює 18,2 МПа·м<sup>0,5</sup>. Цей рівень тріщиностійкості також, як і міцність на розтяг зразків є досить високим, оскільки за даними роботи [296] тріщиностійкість компактного інтерметаліду без будь-яких добавок дорівнює 16

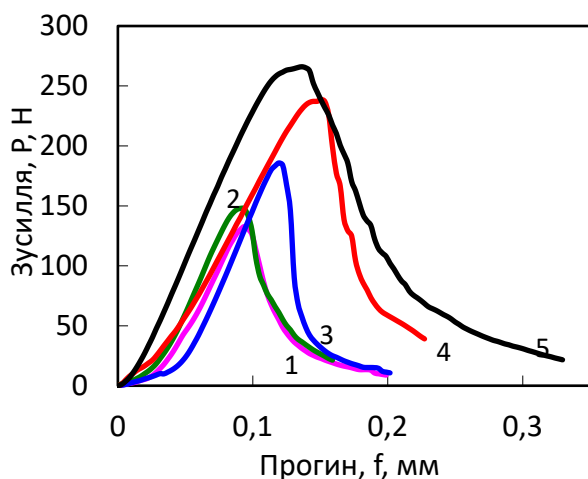


Рис. 4.2.25 – Типові діаграми деформування надрізаних зразків, які отримані за різних температур ударного ущільнення: 1 – 1100, 2 – 1150, 3 – 1200, 4 – 1250, 5 – 1320 °C

МПа·м<sup>0,5</sup>, а тріщиностійкість зразків Ni<sub>3</sub>Al з роботи [297] змінюється від 18 до 21 МПа·м<sup>0,5</sup> залежно від розміру зерен. У той же час у літературі зустрічаються публікації як з нижчими, так і з вищими значеннями тріщиностійкості даного інтерметаліду.

Типові діаграми деформування надрізаних зразків, які отримані за різних температур, показані на рис. 4.2.25. Характерною особливістю цих

діаграм є стабільне руйнування зразків, тобто повільне, а не миттєве падіння навантаження при поширенні тріщини, що зазвичай спостерігається при випробуванні крихких матеріалів. Крім того, привертає увагу той факт, що на зразках, ущільнених при 1250 і 1320 °С, діаграми мають практично горизонтальну "поличку" в процесі деформації зразків при максимальному навантаженні. Це свідчить, швидше за все, про явище, пов'язане з наявністю деякої пластичності у зразках.

Усереднені значення границі міцності та границі текучості зразків при стисканні залежно від температури консолідації, а також рівень їх пластичної деформації при стисканні показані на рис. 4.2.26. При цьому важливим є не тільки

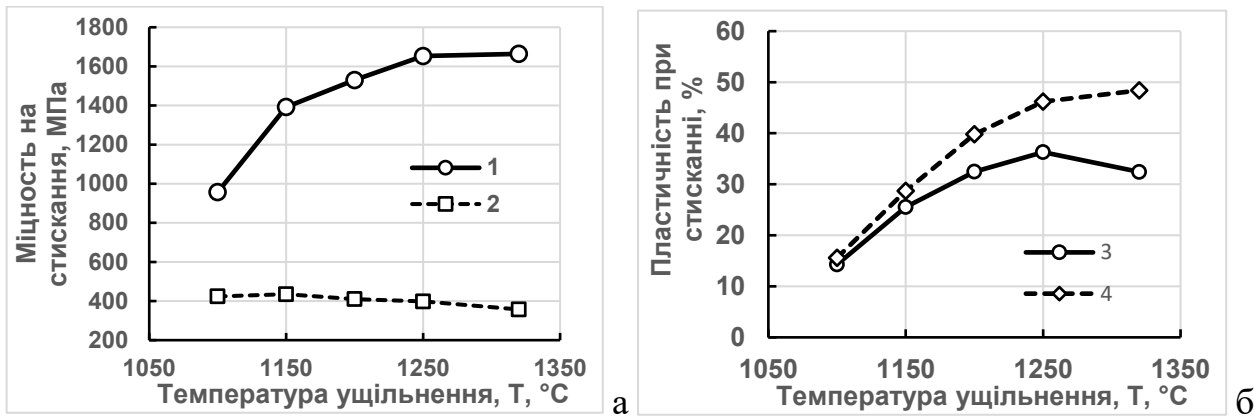


Рис. 4.2.26. – Міцність та границя текучості при стисканні (а), а також пластичність при стисканні (б) порошкових зразків  $Ni_3Al$  залежно від температури ущільнення. 1 – міцність на стискання  $\sigma_{сж}$ , 2 – границя текучості  $\sigma_{0,2}$ , 3 – пластична деформація при  $\sigma_{max}$ , 4 – пластична деформація після максимального навантаження ( $0,95\sigma_{max}$ )

рівень пластичної деформації, що відповідає максимальному навантаженню, а й рівень пластичної деформації при подальшому навантаженні і незначному його зниженні, оскільки, як буде видно далі, зразки, отримані при високих температурах, здатні пластично деформуватися і після досягнення максимального навантаження. Різниця у значеннях пластичної деформації зразків при максимальному навантаженні та при навантаженні, що зменшується при подальшому стисканні до  $0,95\sigma_{max}$ , видно на рис. 4.2.26б. З представлених на рис. 4.2.26а залежностей видно, що границя міцності на стискання збільшується при підвищенні температури ущільнення, але досягає майже максимуму вже при температурі 1250 °С. Величина границі міцності при цьому дорівнює 1913 МПа, а зразки, ущільнені при 1320 °С, мають границю міцності при стисканні 1919 МПа. У той же час границя текучості

при стисканні зі збільшенням температури ущільнення зразків практично не змінюється, знаходячись на рівні 460 МПа, хоча і виявляє тенденцію до незначного зменшення, рис. 4.2.26а.

Достатньо інформативними є діаграми стискання зразків, які показані на рис. 4.2.27. Діаграми стискання, перераховані в діаграми істинного напруження від істинної деформації, рис. 4.2.27а, показують відмінність не тільки в міцності зразків, які отримані при різних температурах, але і в їх пластичності. Крім того, досить цікавою виявилася початкова ділянка діаграм, де з'являється реальна текучість зразків, рис. 4.2.27б. При цьому слід звернути увагу на те, що зразки, ущільнені при

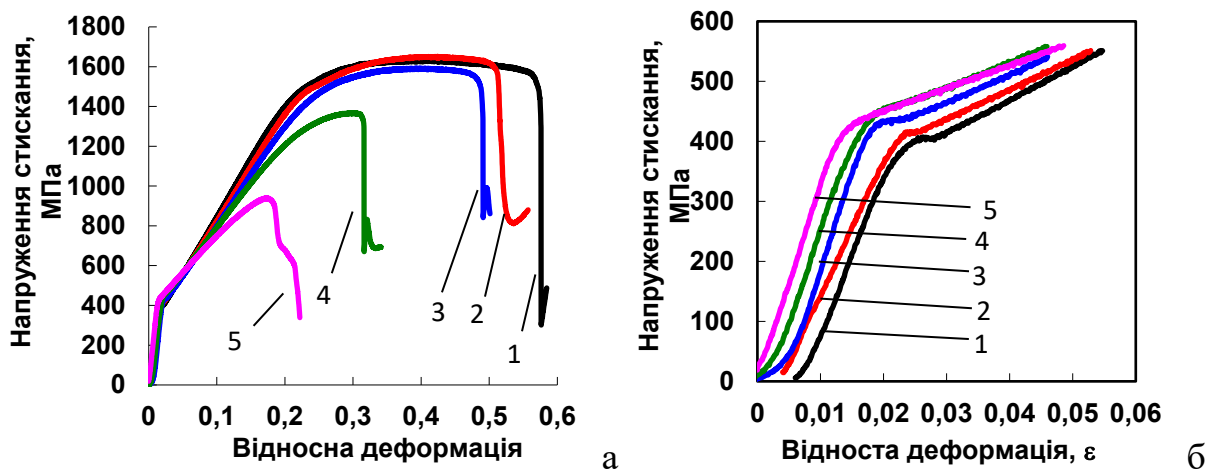


Рис. 4.2.27. – Діаграми стискання зразків  $Ni_3Al$ , які ущільнені при різних температурах (а), та початкова ділянка діаграм, що показує появу у певних зразків полиці текучості (б). Температура ущільнення зразків,  $^{\circ}C$ : 1 – 1320, 2 – 1250, 3 – 1200, 4 – 1150, 5 – 1100

температурах 1100 і 1150  $^{\circ}C$  не мають явної границі текучості, а зразки, які отримані при більш високих температурах, характеризуються наявністю класичної полиці текучості. Цю особливість досліджуваних зразків не можна було визначити випробуваннями на розтяг, оскільки величина границі міцності на розтяг виявилася дещо меншою за реальну границю текучості даних зразків. Наведені на рис. 4.2.26

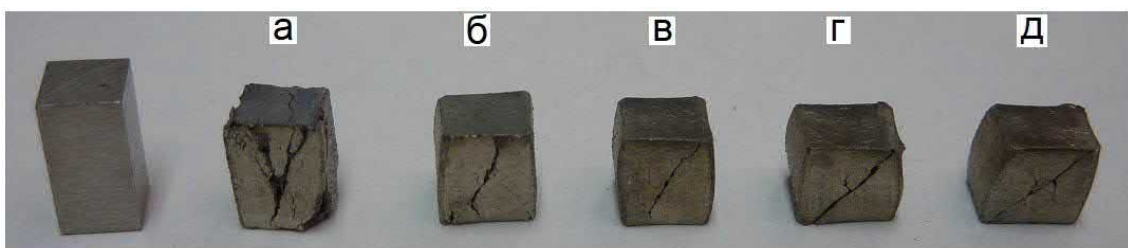


Рис. 4.2.28 – Характерний вигляд вихідного зразка та зразків із порошку  $Ni_3Al$  після випробування на стискання. Зразки отримані ударним ущільненням при температурах 1100 (а), 1150 (б), 1200 (в), 1250 (г) та 1320  $^{\circ}C$  (д)

властивості зразків, а також вигляд діаграм навантаження на рис. 4.2.27а узгоджуються з виглядом зразків після випробування на стискання, рис. 4.2.28.

З науково-технічної літератури відомо [298, 299], що випробування на стискання проводилися і на традиційних монолітних зразках. З цих робіт випливає, що міцність при стисканні зразків  $\text{Ni}_3\text{Al}$  дорівнює відповідно 1390 та 680 МПа, границя текучості – 400 та 230 МПа, а деформація – 24 та 15 %. Це порівняння свідчить про більш високу міцність і пластичність при стисканні досліджуваних порошкових зразків по відношенню до традиційних зразків. У той же час міцність і пластичність при стисканні досліджуваних порошкових зразків практично такі ж, як міцність та пластичність інтерметаліду, який леговано 0,5% бору та 5% хрому та досліджено у роботі [300]. У цій роботі матеріал був отриманий високотемпературним синтезом, що самопоширюється, і мав міцність і пластичність при стисканні 1475 МПа і 35 % відповідно. Але при подальшій екструзії матеріалу при кімнатній температурі значення міцності та пластичності було збільшено до 1660 МПа та 55 % відповідно.

Таким чином, на підставі результатів проведених досліджень з ударного ущільнення порошку інтерметаліду  $\text{Ni}_3\text{Al}$  можна зробити висновок про те, що метод ударного ущільнення у вакуумі є ефективним і перспективним оскільки забезпечує отримання якісних зразків у твердій фазі та на порошку з підвищеним вмістом шкідливих домішок.

### 4.3. Результати експериментальних досліджень з ударного ущільнення біметалевих композитів

#### 4.3.1. Ущільнення суміші порошків срібла та нікелю

Після ущільнення порошкових брикетів та підготовки зразків для визначення різних властивостей, були проведені відповідні вимірювання та випробування зразків. Насамперед інтерес представляла інформація про щільність зразків, але в даному випадку цю характеристику не можна було визначити через складну конструкцію зразків, яка була комбінованою. Тому інтерес представляла інформація про питомий електроопір різних зразків, оскільки, з одного боку, за питомим

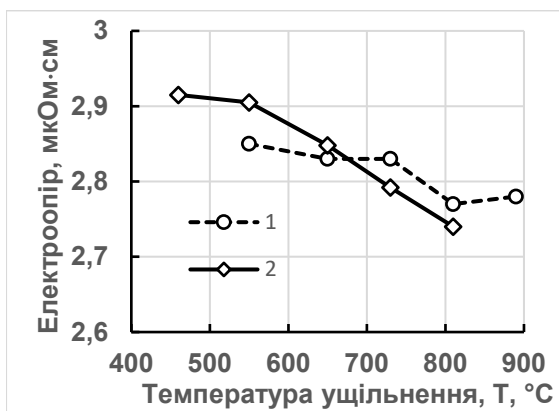


Рис. 4.3.1. — Вплив температури ударного ущільнення на величину питомого електроопору зразків зі звичайного (1) та дрібнозернистого (2) композиту Ag-30Ni

електроопором можна в першому наближенні оцінити якість границь між частинками, а з іншого боку, встановити відповідність вимогам електропровідності для електроконтактного матеріалу. Дані щодо вимірювання питомого електроопору зразків композиту із звичайних та наддрібнозернистих порошків представлені на рис. 4.3.1 [301]. Як видно з даного рисунку, збільшення температури ударного ущільнення зразків з 460 до 890 °C

призводить до зниження питомого електроопору для композитів як з крупнозернистою, так і з дрібнозернистою структурою, хоча для композиту з крупнозернистою структурою зниження електроопору менш інтенсивне. При цьому дрібнозернистий композит має більш високий опір на зразках, які ущільнені при низьких температурах, і нижчий електроопір на зразках, отриманих ущільненням при відносно високих температурах. Однак наявна відмінність в електроопорі зразків із звичайної та дрібнозернистої суміші порошків незначна (не перевищує 2 %), що дозволяє вважати їх значення практично однаковими. При порівнянні отриманих значень питомого електроопору з електроопором традиційних композитів, взятих з робіт [196, 302] і представлених у табл.4.3.1, слідує, що опір експериментальних зразків не перевищує в основному значень електроопору

стандартних зразків.

Таблиця 4.3.1.– Фізико-механічні властивості композиту Ag–30Ni з дрібнозернистою структурою (КМК–А30м, СН30м) та зі звичайною структурою (КМК–А30, СН30) за даними [196] та [302]

Композит	Питомий електроопір $\rho$ , мкОм·см	Міцність на вигин $\sigma_{\text{виг}}$ , МПа	Твердість по Брінеллю НВ	Джерело
СН30	2,8	176,4	65	[196]
СН30м	2,4	548,8	114	[196]
КМК–А30	3,0	–	55–75	[302]
КМК–А30м	2,9	–	75–100	[302]

Зауважимо також, що за технічними умовами стандарту [302] допустимою величиною питомого електроопору для промислових контактів зі сплаву Ag–30Ni вказується електроопір не вище 3,0 мкОм·см для сплаву Ag–30Ni зі звичайною структурою (сплав КМК–А30) та 2,9 мкОм·см – із дрібнозернистою структурою (сплав КМК–А30м). Таким чином, попередня оцінка (тобто оцінка за величиною питомого електроопору) якості композиту, отриманого за нестандартною технологією, свідчить про можливість отримання якісних композитів при низьких температурах ударного ущільнення. При цьому значення питомого електроопору не перевищують допустимих за ГОСТом значень навіть для зразків, ущільнених за дуже низьких температур – 450-550 °С. Але підвищення температури ущільнення все ж таки сприяє зниженню питомого електроопору і, ймовірно, поліпшенню якості композиту не тільки за рахунок цього, але і за рахунок поліпшення механічних властивостей.

Для оцінки механічних властивостей спочатку було проведено випробування зразків на триточковий вигин, оскільки ця характеристика даного композиту наведена у літературі, і з нею можна провести порівняння. Результати випробувань на вигин експериментальних зразків показано на рис. 4.3.2, де крім границі міцності і границі текучості (при відносній деформації 0,2%) представлено також рівень відносної пластичної деформації (безрозмірна величина, пропорційна прогину і висоті зразка) при вигину.

З наведених графіків на рис.4.3.2 видно, що, по-перше, зразки мають високий рівень міцності навіть при досить низьких температурах ущільнення, і, по-друге,



пластичність зразків збільшується зі збільшенням температури ударного пресування, а границя текучості на вигин знижується. При порівнянні міцності на

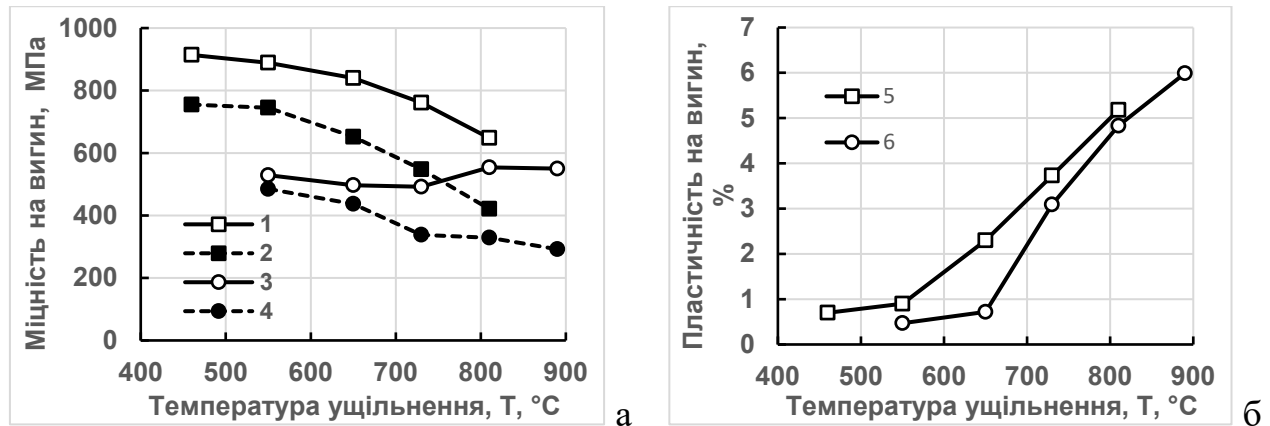


Рис. 4.3.2. – Міцність на вигин (1, 3) та границя текучості (2, 4) на малюнку (а) та пластична деформація (б) на вигин зразків композиту Ag-30Ni, отриманих із сумішей СН30 (3, 4, 6) та СН30м (1, 2, 5) за різних температур ударного ущільнення вигин отриманих зразків з міцністю зразків, наведених у літературі [195, 199, 200] видно, що міцність зразків у цьому дослідженні значно вища за міцність традиційних зразків. Зокрема, на композиті зі звичайною структурою спостерігається триразове підвищення міцності на вигин (зі 180 до 570 МПа), а на композиті з дрібнозернистою структурою у 1,5 рази (з 560 до 890 МПа). Дані пластичності традиційних зразків у літературі відсутні і тому цю характеристику важко зіставити з отриманим результатом. У цьому дослідженні підтверджується також і той факт, що зразки з дрібнозернистою структурою мають більш високу міцність на вигин. При цьому їх пластичність також вища за пластичність зразків із звичайною структурою. Типовий вид зразків, випробуваних на вигин і які мають низьку і високу пластичність, показаний на рис.4.3.3.





Т <sub>ущ.</sub> , °C	СН-30	СН-30м
550		
810		

Рис. 4.3.3. – Загальний вигляд зразків із звичайної (СН30) та дрібнозернистої (СН30м) порошкової суміші Ag-Ni після випробування на вигин. Зразки отримані ударним ущільненням при температурах 550 °C (верхній ряд) та 810 °C (нижній ряд)

У зв'язку з наявністю пластичності при вигину у більшості зразків стало можливим і доцільним провести випробування зразків на розтяг. Характеристики міцності і пластичності зразків зі звичайною та дрібнозернистою структурою в залежності від температури ударного ущільнення представлені на рис. 4.3.4.

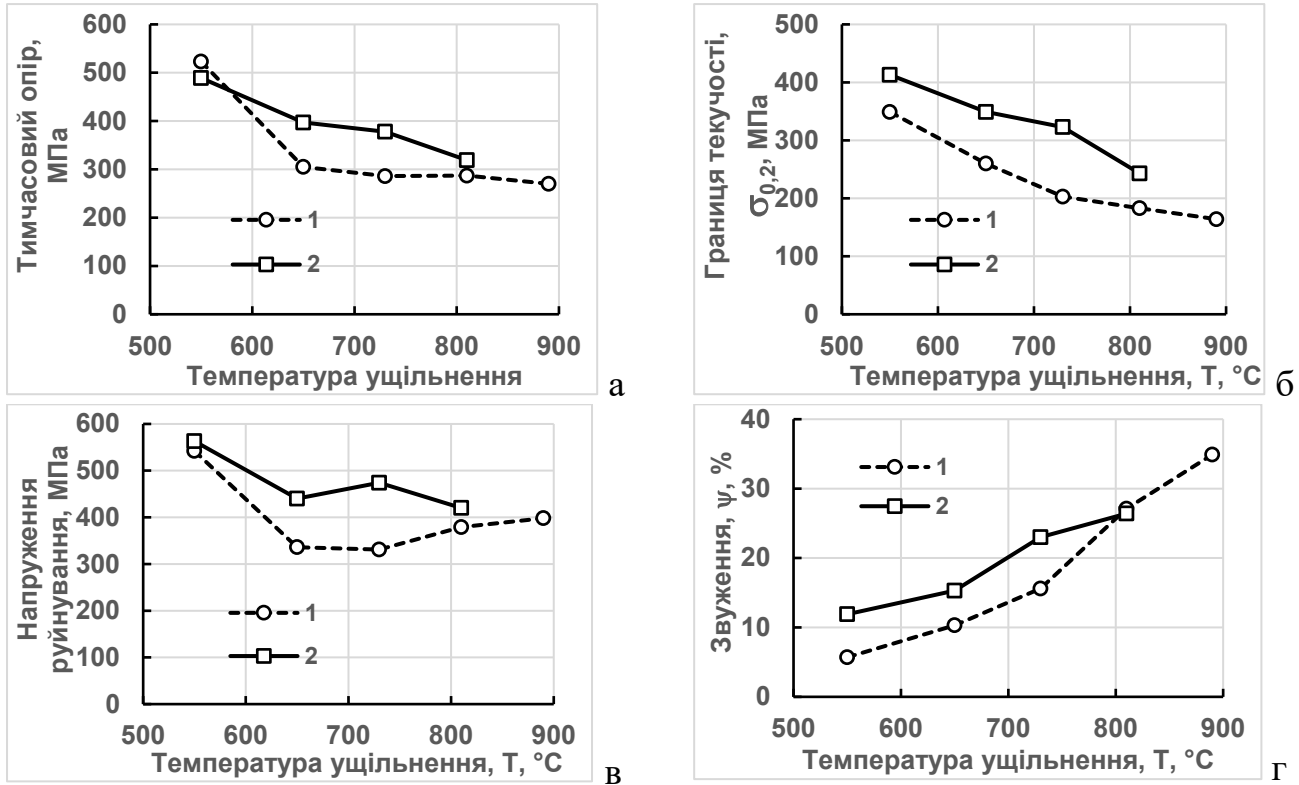


Рис. 4.3.4. – Міцність на розтяг (а), границя текучості (б), руйнівне напруження (в) та відносне звуження (г) при розтягуванні зразків зі звичайної суміші порошоків срібла та нікелю (пунктирна лінія) та дрібнозернистої суміші порошоків (суцільна лінія) залежно від температури ударного ущільнення

Проведені випробування композиту Ag-Ni на розтяг підтвердили закономірності, встановлені за результатами випробування зразків на вигин. А саме, найвищі властивості міцності спостерігаються на зразках, які ущільнені при низькій температурі, а високі значення пластичності проявляються на зразках, які отримані ущільненням при високій температурі. Тобто, збільшення температури ударного пресування призводить до зменшення границі текучості та міцності матеріалу незалежно від його структури, а також до збільшення пластичності. Абсолютний рівень умовної границі міцності при розтягуванні досягає значень близько 500 МПа на зразках, які отримані при низькій температурі ущільнення, що дорівнює 550 °C, і знижується до значень в районі 300 МПа на зразках, які ущільнені за високої температури, 800 °C. Слід також відзначити, що зразки з дрібнозернистою

структурою (СН30м) мають більш високі значення міцності та сумірні значення пластичності в порівнянні з такими ж характеристиками зразків зі звичайною структурою. Підвищення температури ущільнення зразків з суміші дрібнозернистих порошків призводить до зниження їх властивостей міцності до рівня властивостей зразків із звичайних порошків. Типові зразки із різних по зернистості порошків після їх випробування на розтяг показані на рис. 4.3.5.

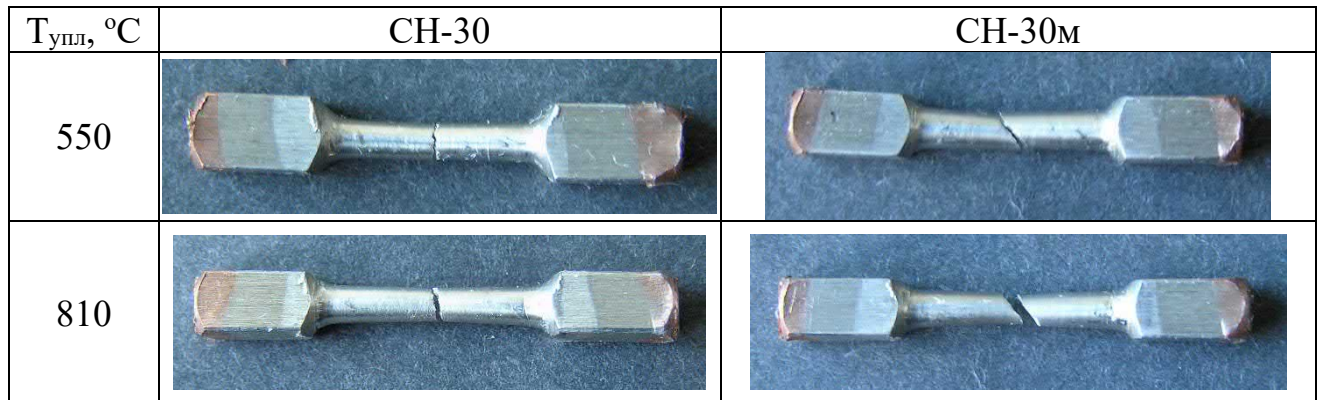


Рис. 4.3.5. – Загальний вигляд зразків зі звичайної (СН30) та дрібнозернистої (СН30м) порошкової суміші Ag-Ni після випробування на розтяг. Зразки отримані ударним ущільненням при температурах 550 °С (верхній ряд) та 810 °С (нижній ряд)

Мікроструктура деяких зразків, отриманих за різних температур, представлена на рис. 4.3.6. На представлених знімках структури видно дві фази –

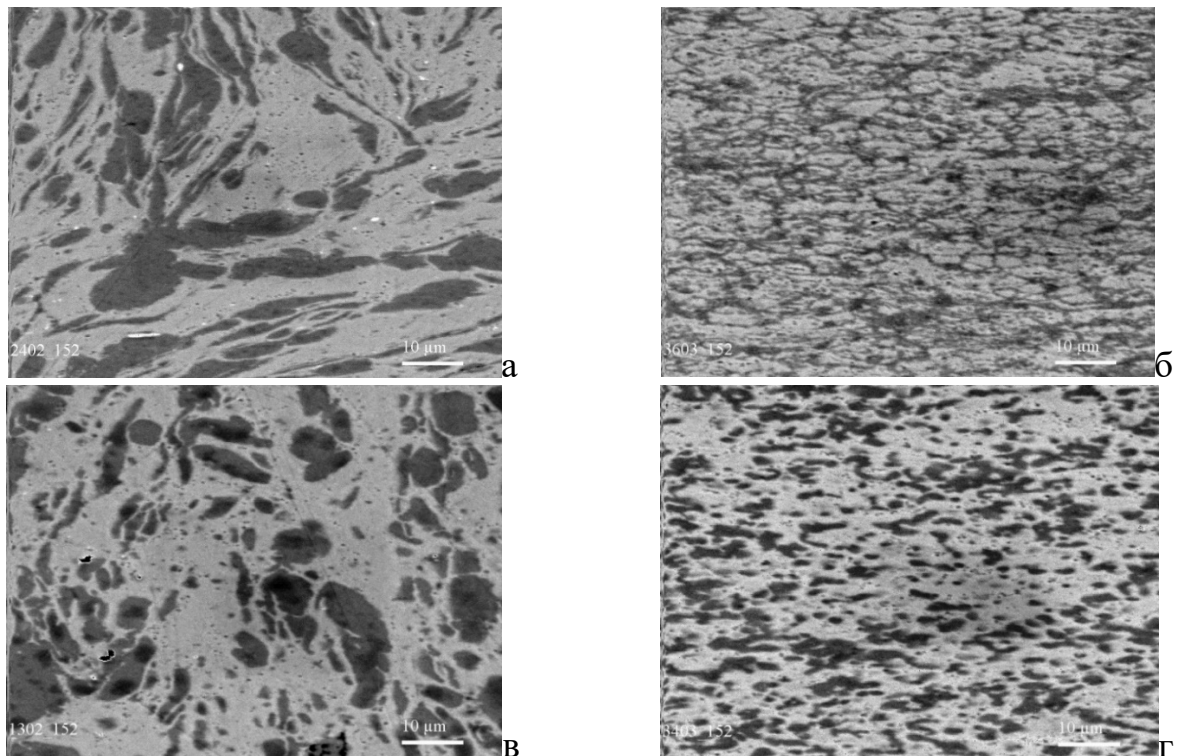


Рис. 4.3.6.– Мікроструктура композиту Ag-30Ni, який отримано ударним ущільненням брикетів із звичайної суміші порошків СН30 (а, в) та дрібнозернистої суміші СН30м (б, г) при температурах 550 °С (а, б) та 810 °С (в, г)

темна (нікель) та світла (срібло), які значно відрізняються за розмірами. Якщо на зразках із звичайної порошкової суміші розміри нікелевої фази становлять в основному 10 – 25 мкм, то на зразках із дрібнозернистої суміші нікелева фаза існує у вигляді частинок з розміром близько 1-3 мкм. Ще одна принципова відмінність у структурі представлених зразків полягає в тому, що зі збільшенням температури ущільнення на зразках із дрібнозернистої суміші спостерігається збільшення розміру нікелевих частинок, що практично не відбувається зі зразками зі звичайної крупнозернистої суміші. Таким чином, мікроструктура компактних зразків з різних сумішей суттєво відрізняється, але ця відмінність, що стосується розмірів структурних складових і головним чином величини міжфазної поверхні, впливає не дуже суттєво на питомий електроопір, рис. 4.3.1 і пластичність, але більш суттєво на границю текучості, міцність і твердість зразків.

Результати виміру твердості зразків по Брінеллю представлені на рис. 4.3.7. З цього рисунка видно, що, по-перше, твердість дрібнозернистого композиту вище твердості композиту із звичайної порошкової суміші. І, по-друге, підвищення

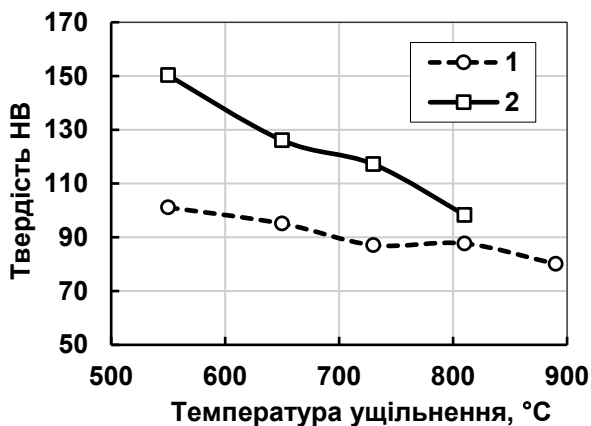


Рис. 4.3.7. – Твердість по Брінеллю композиту Ag-30Ni, отриманого ударним ущільненням зі звичайної суміші порошків срібла та нікелю (1) та ультрадрібнозернистої суміші порошків (2) залежно від температури ударного ущільнення

температури ущільнення призводить до зниження твердості зразків незалежно від їхньої зернистості. При цьому слід зауважити, що на зразках із дрібнозернистої суміші спостерігається більш інтенсивне падіння твердості, ніж на зразках із звичайної суміші порошків нікелю та срібла.

Порівняння твердості отриманих зразків з літературними даними показує, що ущільнення порошкових сумішей ударним способом при знижених температурах і навіть при однакових температурах з традиційною температурою спікання забезпечує більш високий рівень твердості. При цьому найбільше перевищення, у 1,5 рази, значень

твердості по відношенню до твердості стандартних зразків спостерігається у разі ущільнення зразків за найнижчих температур.

Було досліджено також поверхню руйнування різних зразків, що показано на рис. 4.3.8. Із представлених на рисунку фотографій поверхні руйнування різних зразків видно (з урахуванням масштабної мітки), що у зразках зі звичайної суміші порошоків (лівий ряд) поверхня руйнування по структурі змінюється з підвищенням

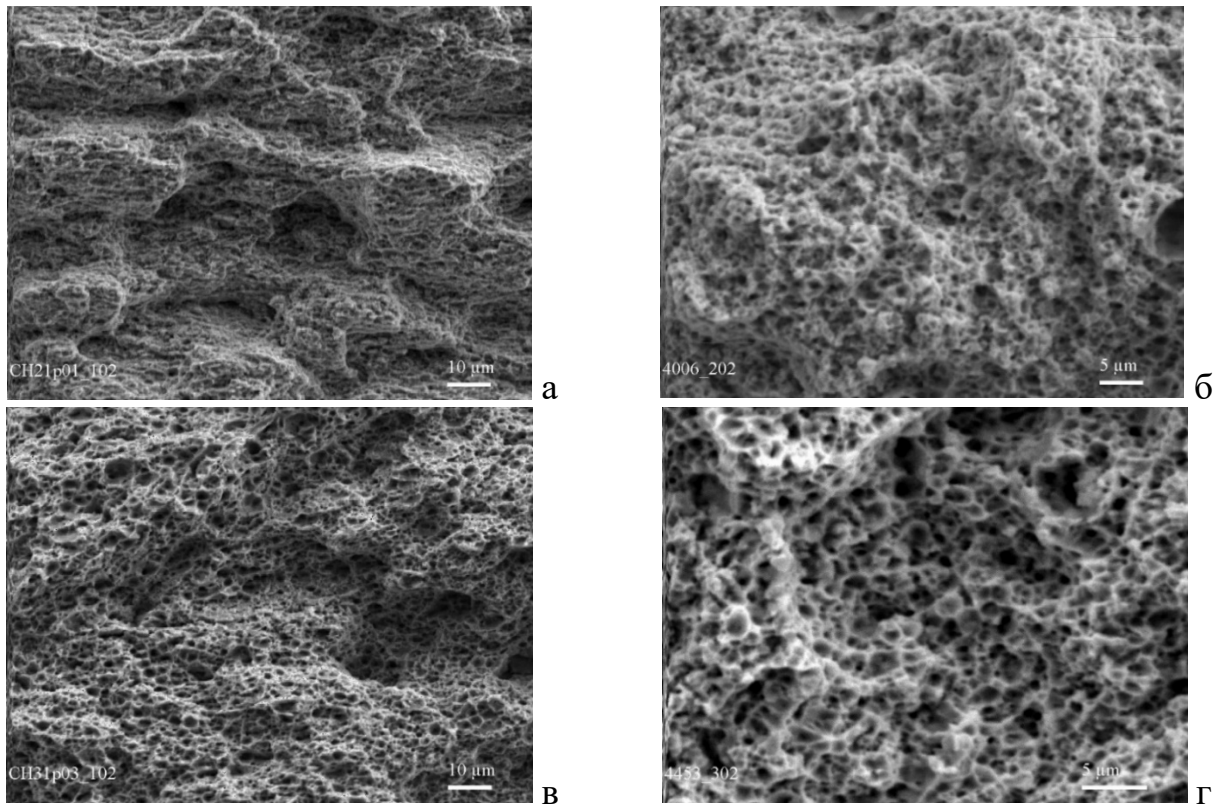


Рис. 4.3.8. – Поверхня руйнування композиту Ag–30Ni, який отримано ударним ущільненням брикетів зі звичайної суміші CH30 (а, в) та дрібнозернистої суміші CH30м (б, г) при температурах 550 (а, б) та 810 ° C (в, г).

температури ущільнення матеріалу. Спостерігається поява та укрупнення ямок на поверхні руйнування. Це свідчить про збільшення ступеня пластичної деформації, що відбувається насправді при випробуванні матеріалів. З представлених знімків поверхні руйнування зразків з дрібнозернистої суміші, рис. 4.3.8, правий ряд, також видно (з урахуванням розміру масштабної мітки), що структура матеріалу дрібніша за структуру зразків із звичайної суміші. При цьому ця відмінність у структурі зберігається між зразками до високої температури ущільнення.

Отримання комбінованих зразків при різних температурах ударного ущільнення дозволило дослідити контактоутворення поміж різнорідними матеріалами, такими як Ag–Ni та Cu–Ni, що представлено в роботі [303].

#### 4.3.2. Ущільнення суміші порошків міді та високодисперсного вольфраму

Спочатку було визначено щільність і питомий електроопір зразків. Ці дані в порівнянні з щільністю та питомим електроопором міді показані в табл. 4.3.2 [304].

Таблиця 4.3.2. – Щільність та питомий електроопір порошкової міді, зміцненої дисперсними частинками вольфраму та отриманої ударним ущільненням при температурі 850 °С

Характеристика	Величина			
	0	2	5	10
Вміст W, об. %	0	2	5	10
Щільність, г/см <sup>3</sup>	8,94	9,13	9,43	9,90
Пористість, %	0	0,4	0,5	0,9
Електроопір, мкОм·см	1,7	1,92	2,02	2,17

З наведених у табл. 4.3.2 результатів видно, що ударне ущільнення пористих мідних брикетів з дисперсними вольфрамовими частинками при відносно низькій температурі забезпечує отримання високощільних зразків, що важко досягти вільним спіканням при такій температурі. При цьому ущільнені зразки мають відносно низький рівень питомого електроопору, близький до теоретичних значень питомого електроопору двофазної суміші порошків. Теоретичне значення питомого електроопору легко обчислити за відомими формулами. Однією з таких формул є формула з роботи [305], яка передбачає розрахунок електропровідності (зворотна величина питомого електроопору) двофазних систем без обмеження на співвідношення електропровідності окремих фаз:

$$\lambda_{CuW} = \frac{(3V_{Cu}-1)\lambda_{Cu}+(3V_W-1)\lambda_W}{4} + \sqrt{\frac{[(3V_{Cu}-1)\lambda_{Cu}+(3V_W-1)\lambda_W]^2}{16} + \frac{\lambda_{Cu}\lambda_W}{2}} \quad (4.3.1)$$

де  $\lambda_{Cu}$  та  $\lambda_W$  – електропровідність міді та вольфраму,  $V_{Cu}$  и  $V_W$  – об'ємні частки міді та вольфраму в композиті.

Розрахунок за цією формулою електропровідності композитів з урахуванням того, що  $\lambda_{Cu} = 58,8 \cdot 10^6$  См/м та  $\lambda_W = 17,9 \cdot 10^6$  См/м, дає значення електропровідності для композитів з об'ємним вмістом вольфраму 2, 5 і 10 % відповідно  $57,81 \cdot 10^6$ ,  $56,33 \cdot 10^6$  та  $53,54 \cdot 10^6$  См/м. Ці значення електропровідності відповідають значенням питомого електроопору - 1,73; 1,78 і 1,87 мкОм·см. Більш високі значення питомого електроопору експериментальних зразків в порівнянні з теоретичними значеннями можуть бути пов'язані з кількома причинами. Одна з них — це дрібнозерниста

структура, яка за даними роботи [306] може призводити до суттєвого підвищення електроопору зразків. Друга причина може бути пов'язана з неякісною міжфазною поверхнею, тобто слабкою границею між міддю та вольфрамом. І третя причина криється в якості границь поміж частинками вольфраму, яка не може бути досконалою при температурі ущільнення 850 °С. Для з'ясування причин більш високого електроопору отриманих зразків була досліджена структура полірованої поверхні мідних зразків із різним вмістом високодисперсних вольфрамових частинок, яка представлена на рис. 4.3.9.

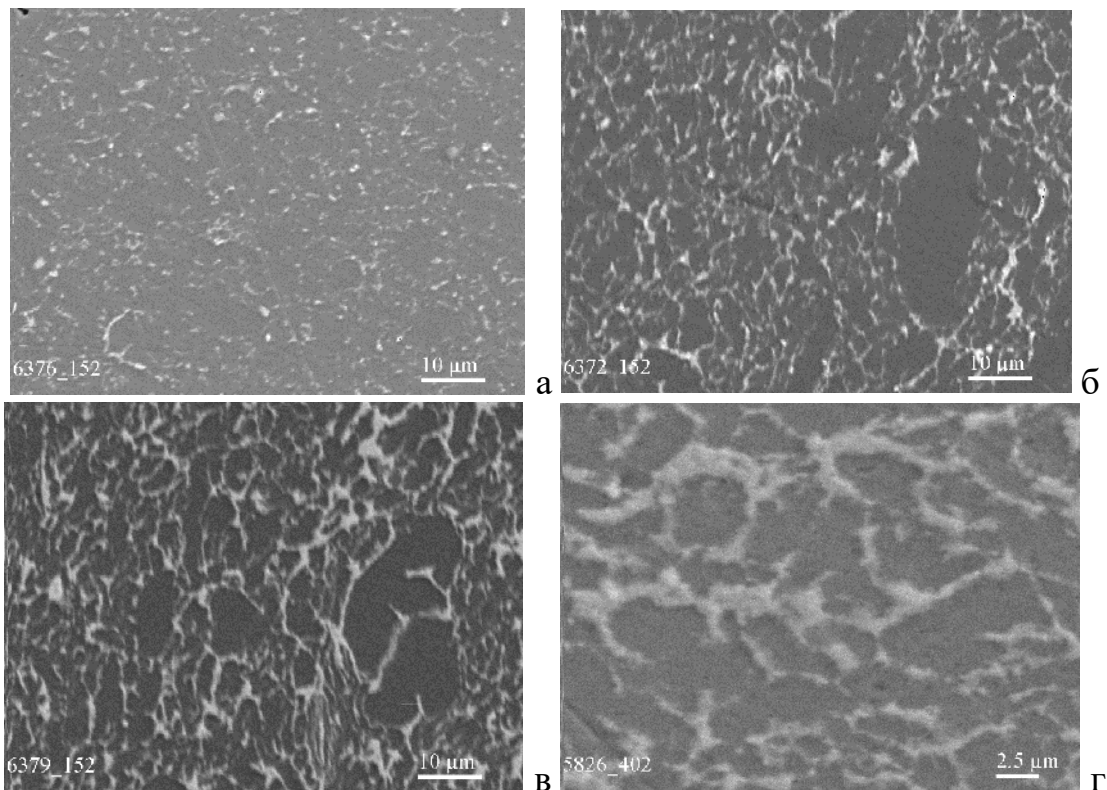


Рис. 4.3.9. - Мікроструктура псевдосплавів Cu-W із вмістом вольфраму 2 (а), 5 (б) та 10 об. % (в, г), які отримані ударним ущільненням при температурі 850 °С

Результати вивчення мікроструктури зразків показали, що при тривалому змішуванні вихідних порошків конгломерати дисперсних частинок вольфраму руйнуються та розподіляються по поверхні частинок міді. Частинки вольфраму за короткий час ущільнення брикетів (частки секунди) залишаються на міжфазних границях Cu/W, рис. 4.3.9, що сприяє зміцненню мідно-вольфрамових зразків. Спочатку були проведені випробування зразків на розтяг, і результати цих випробувань показані в табл. 4.3.3. З наведених у цій таблиці даних видно, що міцність на розтяг дисперсно-зміцненої міді збільшується зі збільшенням вмісту вольфраму в матриці.

Таблиця 4.3.3. – Механічні властивості після випробування на розтяг порошкових зразків Cu-2W, Cu-5W та Cu-10W, одержаних ударним ущільненням при температурі 850 °C

Матеріал	№№ зразків	Механічні властивості при розтягуванні					
		Тимчасовий опір, $\sigma_b$ , МПа	Границя текучості, $\sigma_{0,2}$ , МПа	Міцність руйнування $\sigma_p$ , МПа	Подовження, $\delta$ , %		Звуження, $\psi$ , %
					Рівномірне	Загальне	
Cu-0%W	-	190-270	50-100	-	-	36 [105]	67 [105]
Cu-2%W	4181	281,5	167,9	594,7	22,5	30,8	63,9
	4182	289,0	215,9	588,0	23,3	32,3	63,4
Cu-5%W	4179	316,9	215,8	500,1	15,7	21,1	43,0
	4180	319,9	218,9	482,6	17,1	23,5	39,9
	4177*	296,3	213,2	320,9	8,5	8,54	7,87
	4178**	286,1	217,4	300,9	5,2	5,2	5,0
Cu-10%W	4183	365,1	261,3	420,5	16,5	17,2	14,7
	4184	353,4	255,7	419,0	10,5	11,8	17,7

\* Зразок не оброблений воднем, а підпечений у вакуумі при 800 °C перед ударним ущільненням

\*\* Зразок не оброблений воднем, а містив 2,5 мас. % сахарози для очищення від кисню та підпечений у вакуумі при 800 °C перед ударним ущільненням

Це збільшення границі текучості становить від 2 до 5 разів. Досить цікавим є і той факт, що гранична міцність зразків, тобто справжня міцність при руйнуванні зменшується зі збільшенням об'ємної частки вольфрамових частинок. Характерними, у зв'язку з цим, є діаграми випробування зразків на розтяг, де добре видно зниження пластичності зразків та підвищення їх міцності зі збільшенням вмісту в них вольфрамових частинок, рис. 4.3.10.

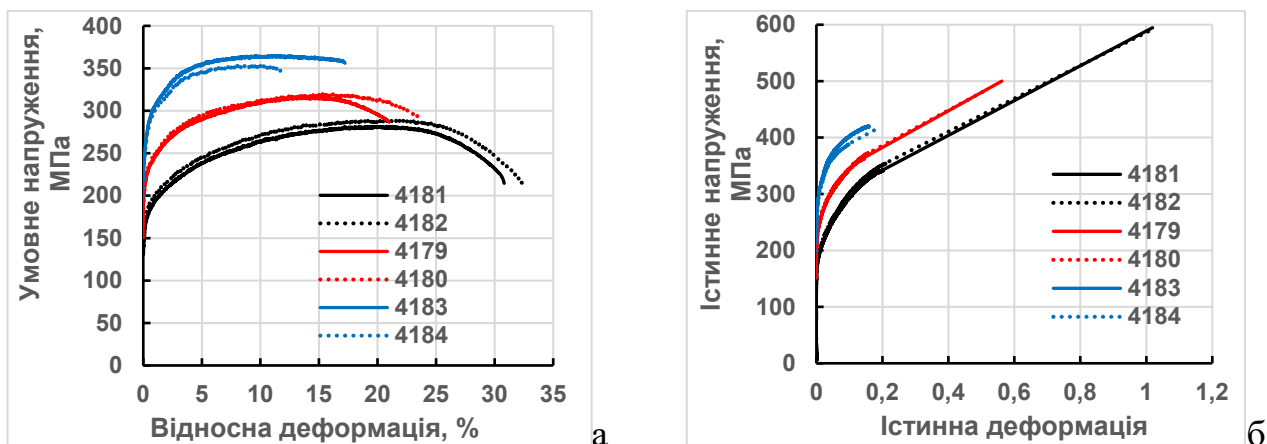


Рис. 4.3.10. – Діаграма розтягування зразків Cu-2%W (4181, 4182), Cu-5%W (4179, 4180) та Cu-10%W (4183, 4184) без пружної деформації (а) та розрахункова діаграма розтягування для залежності істинного напруження від істинної (логіарифмічної) деформації (б)



Важливо також показати в цьому дослідженні ще один експериментальний факт, який свідчить про важливість ущільнення якісного (тобто з мінімальним вмісту кисню) порошкового брикету для отримання високих механічних властивостей. Як було зазначено вище, порошкові брикети із суміші Cu-W і пористістю 40 % обробляли у водні при 850 °С для зниження вмісту кисню. Це призвело після додаткового ударного ущільнення за такої ж температури до досить високих механічних властивостей зразків. Але інтерес представляли і властивості зразків, отриманих ударним ущільненням у вакуумі без попередньої обробки воднем, а попередньо підпечених у вакуумі. Крім того, хотілося перевірити вплив сахарози на можливість зниження кисню у порошковому брикеті. У зв'язку з цим було ущільнено під дією удару у вакуумі і при 850 °С ще два зразки з вмістом 5 об. % W. При цьому один зразок був підпечений у вакуумі при температурі 800 °С, а другий зразок також був підпечений у вакуумі при такій же температурі, але він містив 2,5 % сахарози від маси порошку для одного зразка, вуглець якої здатний взаємодіяти з киснем і видалятися. Після ударного ущільнення ці зразки під номерами 4177 та 4178 показали знижену міцність та суттєво знижену пластичність при розтягуванні, див. табл. 4.3.3. Діаграми розтягування цих зразків без урахування пружної деформації та діаграми, перераховані у залежність істинного напруження від істинної деформації, показані на рис. 4.3.11. Як видно з цього рисунку,

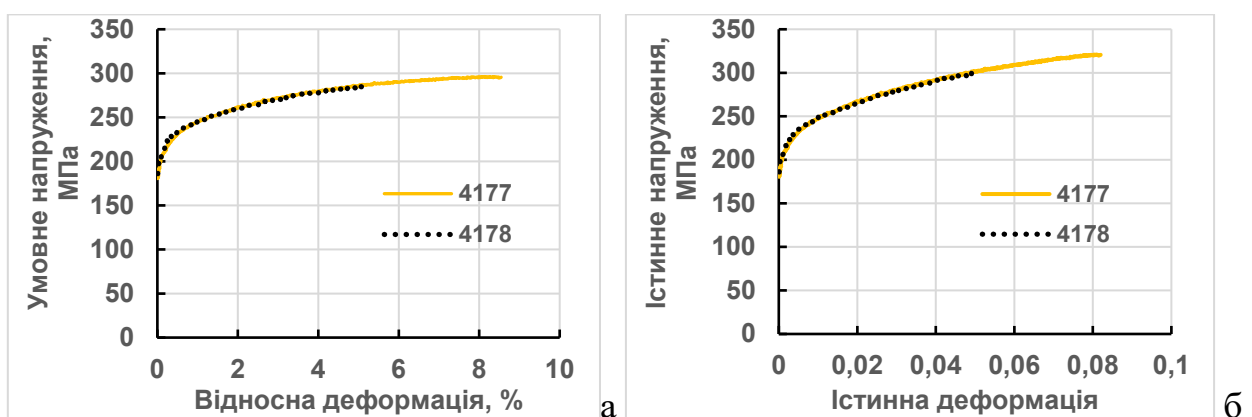


Рис. 4.3.11. – Діаграма розтягування зразків Cu-5%W (4177, 4178) без пружної деформації (а) та розрахункова діаграма розтягування для залежності істинного напруження від істинної деформації (б)

поведінка при розтягуванні зразків, що не пройшли обробку воднем перед ударним ущільненням, абсолютно однакова. Це означає, що підпікання у вакуумі як необробленого воднем зразка, так і зразка з вмістом сахарози, не призвело до

поліпшення якості суміші перед ударним ущільненням, тобто не зменшило, очевидно, в порошковому брикеті вміст кисню. Задля справедливості необхідно відзначити, що вуглець сахарози, ймовірно, не може «відібрати» кисень у оксиду вольфраму при температурі 850 °С, і тому зразок з сахарозою показав таку ж міцність, як зразок без сахарози, але на відміну від зразка без сахарози він мав ще і знижену пластичність, рис. 4.3.11.

У результаті цього дослідження можна відзначити те, що ударне ущільнення порошкової суміші мідного порошку з порошком високодисперсного вольфраму при відносно низькій температурі в твердій фазі дозволяє отримати досить щільні та міцні зразки, що не вдається отримати звичайним спіканням. Однак аналіз структури отриманих двофазних зразків на предмет оцінки розподілу високодисперсних вольфрамових частинок у мідній матриці показує, що структура, яка отримана в результаті механічного розмелювання та подальшого ударного ущільнення, не є оптимальною. Зокрема, вольфрамові частинки не розподілені рівномірно в мідній матриці, а зосереджені на границях між мідними частинками, рис. 4.3.9. І якщо врахувати, що вольфрамові частинки, які контактують між собою, не можуть мати міцного зв'язку через низьку для вольфраму температуру ущільнення, то виходить, що границя поміж вольфрамовими частинками в композиті може бути ослабленою. Однак тимчасовий опір зразків з об'ємним вмістом вольфраму 10% все ж таки вище тимчасового опору чистої міді, хоча це перевищення може бути більш суттєвим у разі рівномірного розподілу високодисперсних або нанокристалічних вольфрамових частинок в мідній матриці. Для вирішення такого завдання необхідно вибрати відповідний спосіб підготовки порошкових сумішей з високодисперсними частинками для зміцнення металеві матриці.

#### ***4.3.3. Ущільнення суміші дрібнозернистих порошків вольфраму та міді***

Особливість даної суміші полягає в тому, що з порошком вольфраму змішали не мідь, а оксид міді  $\text{Cu}_2\text{O}$ , і перед ударним ущільненням брикети з цієї суміші оброблювали воднем та вуглецем сахарози для відновлення міді з оксиду. Умови підготовки дрібнозернистої суміші порошків вольфраму та міді описані в параграфі

3.1.2, а режими ударного ущільнення сумішей, що відрізняються умовами їхньої підготовки, обумовлені в параграфі 3.2.2.

Спочатку досліджували вольфрам-мідну суміш, відновлену воднем при 850 °С, і піддану ударному ущільненню у вакуумі при температурах 850, 950 і 1050 °С. Результати визначення щільності, питомого електроопору, міцності на вигин та твердості за Віккерсом при навантаженні 100Н показані в табл. 4.3.4 [307].

Таблиця 4.3.4. - Фізико-механічні властивості суміші Cu-50 об. %W, відновленої воднем при 850 °С із суміші W- Cu<sub>2</sub>O і підданої потім ударному ущільненню у вакуумі при різних температурах

Температура ударного ущільнення, °С	Номер зразка	Властивості			
		Щільність, г/см <sup>3</sup>	Питомий електроопір, мкОм·см	Границя міцності на вигин, МПа	Твердість, HV10, МПа
850	4282/1	13,1	6,28	792	3292
950	4281/1	13,12	6,15	845	2767
1050	4280/1	13,47	5,63	849	3112

Мікроструктура виготовлених за допомогою ударного ущільнення зразків була без помітних пор, але в ній спостерігалися ділянки локальної неоднорідності, що іноді має місце при рідкофазному спіканні дисперсних композитів W-Cu [308]. Розподіл фаз в основній структурі зразка характеризується більшою рівномірністю, хоча і з досить дрібними областями неоднорідності, але при цьому тонкі прошарки міді між вольфрамовими частинками все ж таки залишаються, рис. 4.3.12.

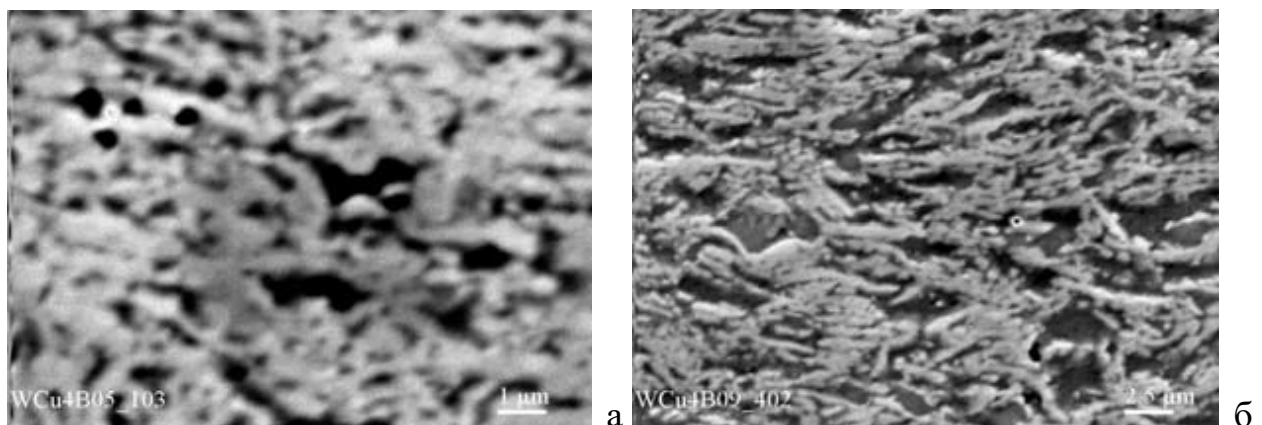


Рис. 4.3.12. – Мікроструктура композиту Cu-50 W, відновленого із суміші W- Cu<sub>2</sub>O воднем при T = 850 °С та ущільненого ударом у вакуумі при температурі 1050 °С, де є зони, збагачені вольфрамом (а) та міддю (б) (зразок № 4280)

Аналізуючи отримані фізичні (щільність, електроопір) та механічні (міцність на вигин, твердість) властивості зразків, табл. 4.3.4, слід зазначити, що щільність

вийшла меншою за теоретичне значення, яке дорівнює при умові адитивності 14,13 г/см<sup>3</sup>, а питомий електроопір – істотно вище за теоретичне значення, яке дорівнює 2,92 мкОм·см. У той же час механічні властивості і особливо твердість вийшли досить високими. Висока твердість зразків однозначно пов'язана із дрібнозернистою структурою. Але дрібнозерниста структура призвела, очевидно, і до високого питомого електроопору, хоча на цю характеристику може впливати і неповне видалення кисню з порошкової суміші після водневого відновлення. Тому був використаний другий варіант відновлення вольфрам-мідної суміші, пов'язаний із застосуванням високоактивного вуглецю у вигляді вуглецю сахарози після її термолізу та у вигляді високодисперсної сажі.

Після прогрівання шихти з різним вмістом відновника її брикетували при кімнатній температурі зі зв'язуючим, потім повторно нагрівали у вакуумі і піддавали ударному ущільненню при заданій температурі. Результати дослідження

Таблиця 4.3.5. – Властивості експериментальних зразків композиту Cu-50W, отриманого із суміші оксиду міді з вольфрамом шляхом додавання до останньої певної кількості сахарози та подальшого ударного ущільнення

№№ зразків	Кількість доданої сахарози % від маси порошкової заготовки	Температура попереднього нагріву в °С, час у хв і середовище нагріву	Температура ударного ущільнення у вакуумі °С	Щільність, г/см <sup>3</sup>	Питомий електроопір, мкОм·см	Міцність на вигин МПа	Твердість по Віккерсу, HV10, МПа
4283/1	2,2	900, 60, вакуум	900	12,46	7,97	508	3342
4284/1	2,2	850, 60, аргон	900	12,68	7,16	707	3434
4291	2,2	850, 60, вакуум-аргон-вакуум	900	13,57	6,85	1362	3810
4289/11	5,2	850, 60, вакуум	900	12,1	9,77	411	3225
4289/21	5,2	850, 60, вакуум-аргон-вакуум	900	13,15	5,65	915	3380
43021/1	5,2	850, 60, вакуум-аргон-вакуум	950	13,52	5,39	1073	2847
43022/1	5,2	850, 60, вакуум-аргон-вакуум	1000	13,69	5,58	1171	3177
4285/1	8,2	900, 60, вакуум	900	13,89	6,61	1170	3176
4286/1	8,2	850, 60, аргон	900	13,47	8,16	1337	3895
4290/1	11,2	850, 60, вакуум	900	13,57	5,56	1034	2946

зразків, які отримані ударним ущільненням після відновлення різною кількістю сахарози, наведено в табл. 4.3.5. З даних, наведених у табл. 4.3.5 слідує, що, по-перше, збільшення вмісту сахарози в оксидно-металевій суміші порошків призводить в загальному випадку до зниження питомого електроопору зразків, що, ймовірно, пов'язано з більш повним відновленням металів з оксидів (міді і вольфраму), а також до збільшення границі міцності на вигин, по-друге, при однаковому вмісті сахарози у вихідній суміші нижчий питомий електроопір і більш висока міцність спостерігається у разі проведення процесу нагрівання в аргоні, а не у вакуумі. Однак, це справедливо для низьких значень вмісту сахарози принаймні до 8,2 мас. %. І, по-третє, при однаковому вмісті сахарози у вихідній суміші, наприклад, 5,2 мас. %, і при однаковому середовищі нагріву (вакуум-аргон-вакуум) підвищення температури ударного ущільнення від 900 до 1000 °С призводить до деякого зростання щільності і міцності зразків. Після визначення механічних властивостей зразків була досліджена їхня мікроструктура на плоскій полірованій поверхні. Вигляд мікроструктури зразків з попереднім вмістом у вихідній суміші

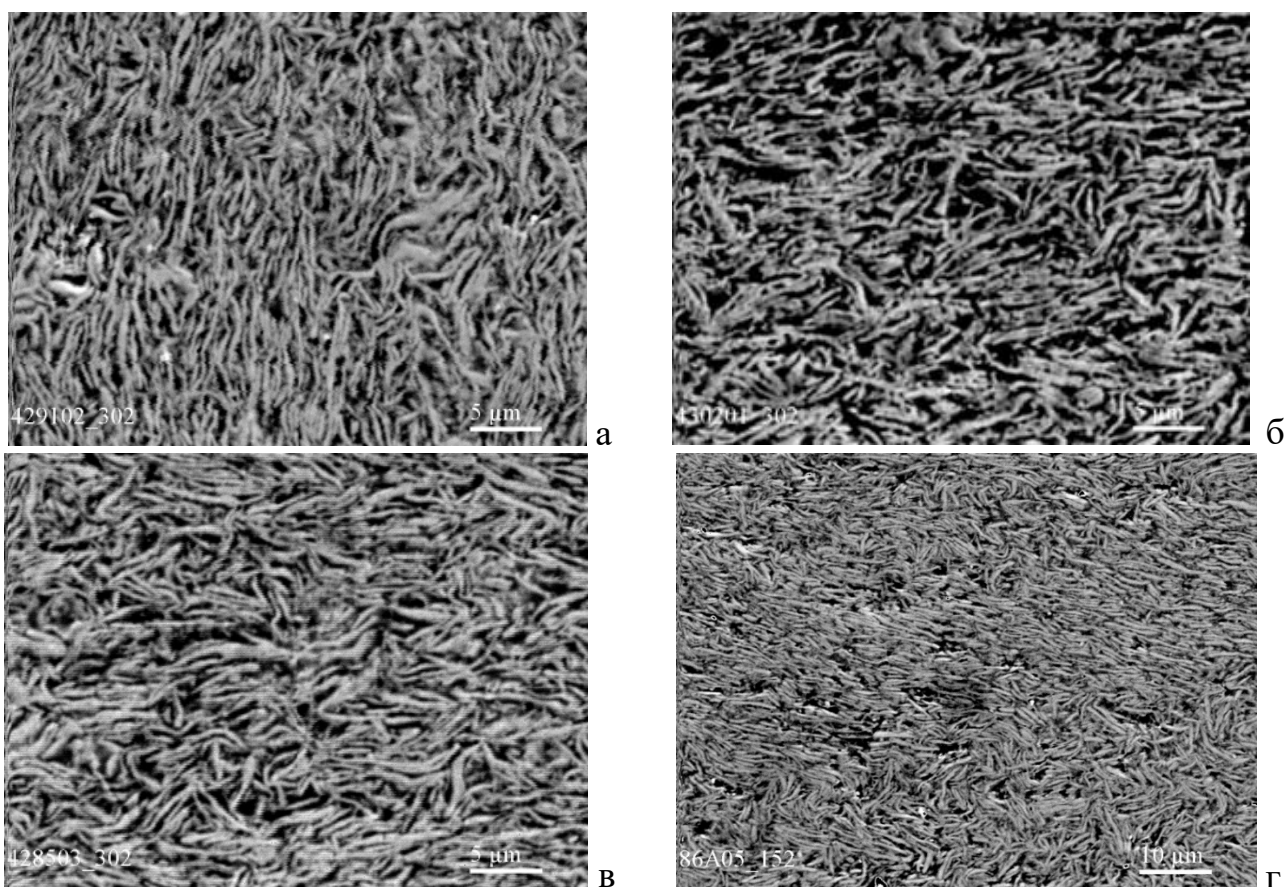


Рис. 4.3.13. – Мікроструктура зразків Cu-50W, які отримані ударним ущільненням при температурах 900 (а, в, г) та 950 °С (б) брикетів із суміші W-32,4 мас. %  $\text{Cu}_2\text{O}$  з сахарозою в кількості 2,2 (а), 5,2 (б) та 8,2 мас. % (в, г)

сахарози в кількості 2,2; 5,2 та 8,2 мас. % і наступним ударним їх ущільненням показано на рис. 4.3.13. З представлених знімків структури композиту Cu-50W видно, що структура зразків, по-перше, пластинчаста, де пластинками є сплюснені при розмелюванні частинки вольфраму, а, по-друге, дуже дрібнозерниста, якщо судити по товщині пластин і мідному прошарку між ними, що дорівнює приблизно 0,5 мкм. Виходячи з такої мікроструктури цілком зрозумілим стає підвищений рівень електроопору, міцності на вигин та твердості зразків.

Результати дослідження зразків після ударного ущільнення, які отримані перед ущільненням різними способами відновлення вихідної оксидно-металічної суміші W-32,4мас. %  $\text{Cu}_2\text{O}$ , показали, що більш високі механічні властивості досягаються у разі використання в якості відновника сахарози. Однак ще більш високий рівень міцності на вигин зразків Cu-50W був отриманий у разі, коли був використаний комбінований спосіб відновлення оксидно-металічної суміші. Тобто поєднання процесу відновлення суміші воднем з додатковим відновленням сахарозою забезпечив найкращі показники міцності на вигин в парі з високим рівнем твердості зразків. Результати дослідження зразків Cu-50W, які отримані з оксидно-металічної суміші шляхом відновлення спочатку воднем, а потім вуглецем сахарози з наступним ударним ущільненням у вакуумі при температурах 900, 950 і 1000 °C, представлені в табл. 4.3.6.

Таблиця 4.3.6. – Властивості експериментальних зразків композиту Cu-50W, отриманого із суміші оксиду міді з вольфрамом шляхом комбінованого відновлення воднем та вуглецем та подальшого ударного ущільнення

№ зразка	Тип відновлювача	Температура попереднього нагріву в °C, час у хв і середовище нагріву °C	Температура ущільнення у вакуумі, °C	Щільність, г/см <sup>3</sup>	Питомий електроопір., мкОм·см	Міцність на вигин, МПа	Твердість по Віккерсу, HV10, МПа
4288/1	Водень і сахароза,	900, 60, вакуум	900	14,18	6,42	1579	3683
43002/1		900, 60, вакуум	950	13,95	6,13	1427	3293
43001/1	2,8 мас. %	900, 60, вакуум	1000	13,94	5,99	1363	3327

Характерною особливістю структури досліджених зразків є рівномірне розподілення міді поміж пластинчастими частинками вольфраму. Це досягнуто, завдяки підготовці суміші вольфраму не з порошком міді, а з порошком оксиду міді, який є істотно дрібнішим і рівномірно розподіляється при змішуванні та розмелу з порошком вольфраму.

Таким чином, ударне ущільнення мідно-вольфрамової порошкової суміші дозволяє отримувати у твердій фазі при температурах 900-1000 °С щільні, міцні та високотверді зразки.

#### 4.3.4. Ущільнення суміші порошків міді та хрому

Результати визначення щільності і питомого електроопору композитів із вмістом хрому 35, 50 та 65 об. %, показано на рис. 4.3.14 [309-311]. Наведені результати відносної щільності мідно-хромових композитів, які отримані ударним ущільненням у твердій фазі при різних температурах, свідчать про те, що досить високий рівень щільності близько 97-99 % досягається при температурі 750 °С, а практично щільний стан забезпечується при температурі ущільнення 1050 °С.

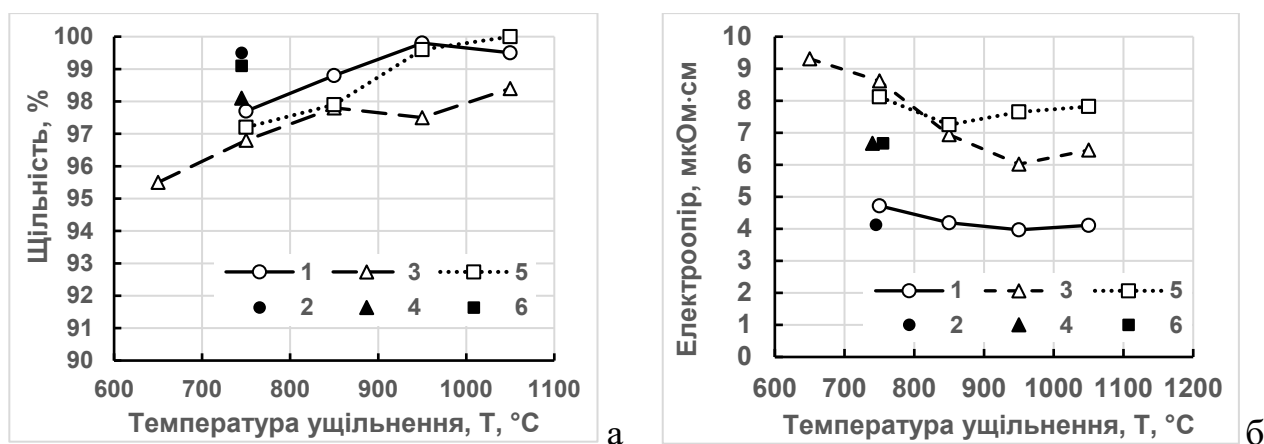


Рис. 4.3.14. – Залежність відносної щільності (а) та питомого електроопору (б) від температури ущільнення композитів Cu-35(1), 50(3) та 65 об. % Cr (5), які отримані ударним ущільненням та ущільненням з підвищеною радіальною деформацією (2, 4, б) відповідно

Вільне спікання вибраних композитів у твердій фазі, тобто при температурі 1050 °С протягом 20 хв практично не змінює початкову щільність або незначно змінює (збільшує на 2,5 % для Cu-35Cr). Спікання композитів з 50 та 65 об. % хрому у присутності рідкої фази, тобто при 1150 °С протягом 20 хв підвищує щільність до 70 %. А спікання композиту Cu-50Cr при температурі 1150 °С протягом 80 хв

призводить до відносної щільності 77 %. Отже, ударне ущільнення мідно-хромових композитів при низьких температурах є досить ефективним щодо забезпечення відносно високої щільності зразків. Але, як відомо, щільність порошкових зразків не є достатньою умовою високої якості матеріалу. Другою важливою умовою для біметалевих композитів є висока міцність однофазних та міжфазних границь, які утворені в процесі ущільнення порошкової заготовки. Попередня оцінка якості утворених при ущільненні порошку границь може бути зроблена за допомогою величини питомого електроопору отриманих зразків, яка представлена на рис. 4.3.14б.

Доцільно зіставити отримані значення питомого електроопору зразків для різних композитів з теоретичним їх значенням. Теоретичне значення питомого електроопору легко обчислити за відомою та наведеною вище у параграфі 4.3.2 формулою (4.3.1), узятій із роботи [305]. Розрахунок за цією формулою електропровідності композитів з урахуванням того, що  $\lambda_{Cu} = 58,8 \cdot 10^6$  См/м и  $\lambda_{Cr} = 6,67 \cdot 10^6$  См/м, дає значення електропровідності для композитів з об'ємним вмістом хрому 35, 50 і 65 % відповідно  $33,9 \cdot 10^6$  См/м,  $24,4 \cdot 10^6$  См/м и  $16,5 \cdot 10^6$  См/м. Ці значення електропровідності відповідають значенням питомого електроопору - 2,95; 4,1 та 6,05 мкОм·см і вони нижче значень електроопору експериментальних зразків. Однією з реальних причин суттєвого розходження між теоретичним та експериментальним значеннями електроопору мідно-хромових композитів може бути більш високе значення питомого електроопору порошкового хрому, отриманого гідридно-кальцієвим методом.

В той же час однією з причин підвищеного електроопору може бути і знижена якість міжчастинкових і міжфазних границь, що впливають на міцність і пластичність зразків. Результати визначення міцності на вигин та стискання зразків показані на рис. 4.3.15. Як видно з цього рисунку, властивості міцності зразків є відносно високими навіть у випадку ущільнення при температурі 750 °С. Підвищення температури ударного ущільнення призводить до збільшення міцності зразків на вигин, але до незначного зменшення їхньої міцності при стисканні. Міцність на вигин підвищується незначно зі збільшенням температури ударного ущільнення до 950 °С, але подальше підвищення температури ущільнення до 1050



°C підвищує міцність зразків на вигин більш суттєво. При цьому більш інтенсивне зростання міцності на вигин характерне для всіх трьох композитів, що мають різний вміст хрому в мідній матриці. Слід також відзначити, що міцність на вигин

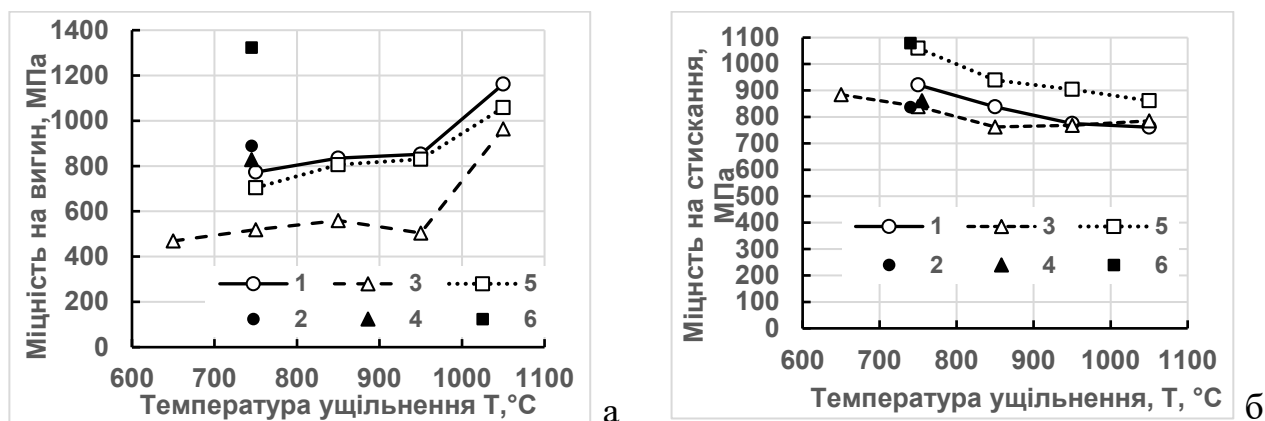


Рис. 4.3.15. – Залежність міцності на вигин (а) та стискання (б) від температури ущільнення композитів Cu–35(1), 50(3) та 65 об. %Cr (5) і після ущільнення з підвищеною радіальною деформацією (2, 4, 6) відповідно

композиту Cu-50Cr виявилася, з незрозумілої поки що причини, зниженою для випадків ударного ущільнення при всіх температурах в порівнянні з міцністю на вигин композиту з більш високим вмістом хрому, який за ідеєю повинен мати найнижчу межу міцності на вигин через високий вміст частинок хрому. Максимальна міцність для усіх композитів досягається при температурі ударного ущільнення 1050 °C, і вона дорівнює для композитів з 35, 50 і 65 об. % Cr відповідно 1160, 965 та 1060 МПа. Максимальна ж міцність при стисканні виходить для всіх композитів при найнижчій температурі ударного ущільнення, тобто при 750 °C. При цьому значення максимальної міцності при стисканні для композитів з 35, 50 і 65% Cr відповідно дорівнюють 920, 885 і 1080 МПа.

При аналізі результатів міцності на вигин та стискання зразків трьох композитів особливої уваги заслуговує міцність зразків, які отримані при найнижчій температурі, але які при ущільненні мали підвищену радіальну деформацію за рахунок повторного ударного навантаження при цій же температурі. Такий режим ущільнення сприяє підвищенню міцності як при стисканні, так і суттєвіше при вигину зразків. Найбільший ефект від збільшеної радіальної деформації виявився на композиті з високим вмістом хрому, де міцність на вигин вийшла рівною 1320 МПа. Причина такого підвищення міцності пов'язана, можливо, не так з підвищенням щільності зразка, рис. 4.3.14а, скільки з поліпшенням якості міжфазних границь,

хоча для підтвердження такого висновку потрібні додаткові дослідження.

Важливими характеристиками при випробуванні зразків на стискання є границя текучості та ступінь їхньої пластичної деформації. Ці характеристики залежно від температури ударного ущільнення трьох композитів показані на рис.

4.3.16. З цього рисунку випливає, що максимальна границя текучості трьох

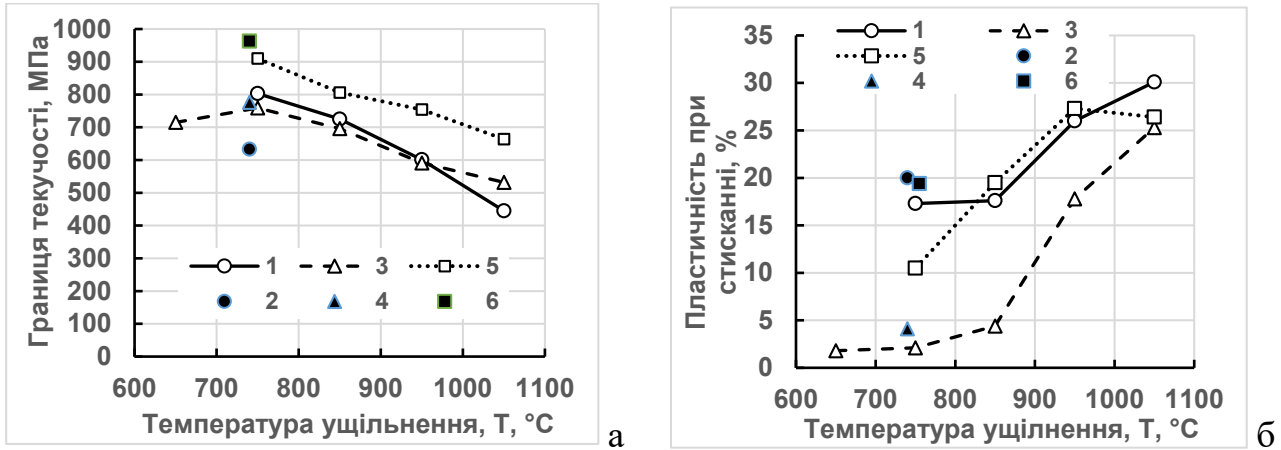


Рис. 4.3.16. – Зміна границі текучості при стисканні (а) та пластичності при стисканні (б) зразків композитів Cu-35Cr (1), Cu-50Cr (3) та Cu-65Cr (5) в залежності від температури ударного ущільнення. 1, 3, 5 – ударне ущільнення; 2, 4, 6 – ударне ущільнення з підвищеною радіальною деформацією

композитів реалізується на зразках, які ущільнені при низькій температурі, 750 °C, але пластичність зразків в цьому випадку мінімальна. Підвищення температури ударного ущільнення призводить до зниження границі текучості в 1,5-2 рази, але до збільшення пластичності зразків в 2-2.5 рази. Підвищена радіальна деформація зразків у процесі їх ущільнення сприяє підвищенню як границі текучості, так і їх пластичності, темні символи на рис.4.3.16.

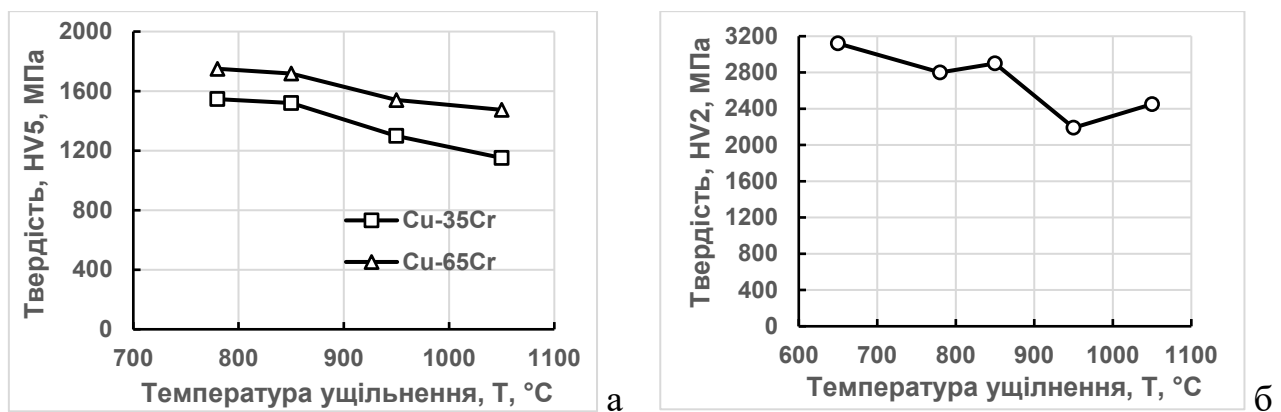


Рис. 4.3.17. – Зміна твердості за Віккерсом для зразків Cu-35Cr і Cu-65Cr при навантаженні 50 Н (а) та зразків Cu-50Cr при навантаженні 20 Н (б) в залежності від температури ударного ущільнення

Однією з найчастіше вживаних характеристик матеріалів є їх твердість. Тому в даному випадку також було визначено на зразках трьох композитів твердість за Віккерсом. При цьому навантаження на індентор для композитів з 35 і 65 об. % Cr було 50Н, а зразків композиту Cu-50 об. % Cr – 20Н. Залежність твердості зразків від температури їх ударного ущільнення показано на рис. 4.3.17. Як і очікувалося, твердість зразків є максимальною за низької температури ущільнення, і вона знижується зі збільшенням температури ущільнення зразків. Збільшення вмісту хрому в композиті призводить до підвищення його твердості. Але не лише кількість хрому підвищує твердість, а й розмір структурних складових, при зменшенні яких твердість також збільшується. Очевидно, суттєво вища твердість композиту з 50 %

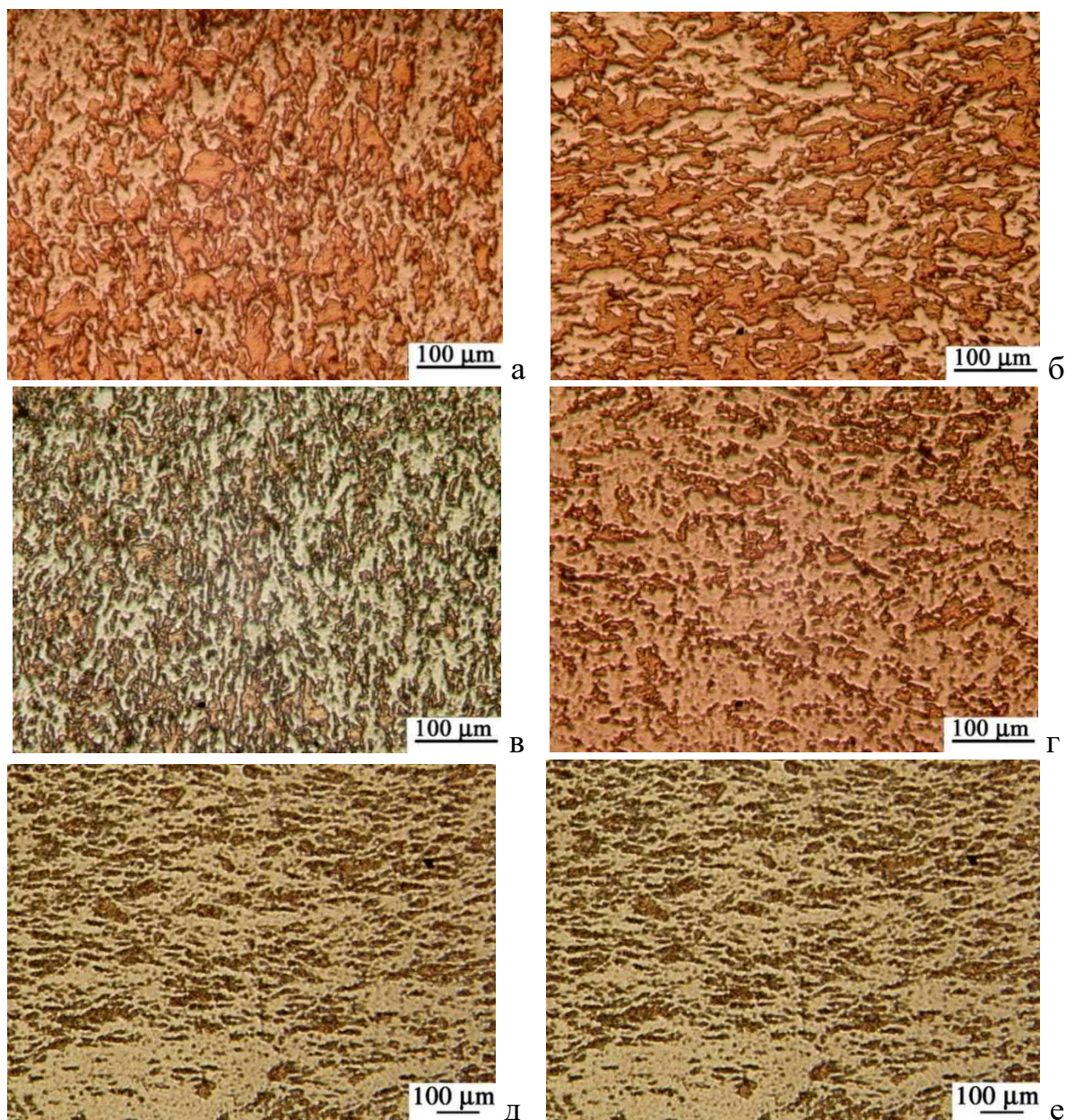


Рис. 4.3.18. – Мікроструктура композитів Cu-35Cr (а, б), Cu-50Cr (в, г) та Cu-65Cr (д, е), які отримані ущільненням при температурах 850 (а, в, д) та 1050 °C ( б, г, е)

хрому порівняно з твердістю композиту 65% хрому і пояснюється більш дрібнозернистою структурою. Для уточнення цього припущення було досліджено плоску поліровану поверхню зразків трьох композитів, отриманих при різних температурах. В даному випадку на рис.4.3.18 представлена мікроструктура зразків трьох композитів, одержаних ударним ущільненням при температурах 850 і 1050 °С.

Результати дослідження мікроструктури зразків на шліфі підтверджують, з одного боку, те, що збільшення температури ударного ущільнення призводить до збільшення розміру структурних складових особливо на композитах з 35 і 50 об % хрому, а з іншого боку, те, що структура композиту Cu-50Cr дрібніша, ніж структура композитів Cu 35Cr та Cu-65Cr. Укрупнення структури на композиті з 65% хрому практично не відбувається. Однак характерною ознакою мікроструктури всіх композитів є невисокий ступінь рівномірності розподілу хрому в мідній матриці, що, очевидно, пов'язано з неможливістю рівномірного розподілу компонентів при механічному змішуванні порошків з різною абсолютною густиною, різним розміром частинок і різною пластичністю.

Тому не варто очікувати від таких порошкових сумішей гранично високих механічних властивостей як у випадку звичайного спікання, так і у разі спікання брикетів під дією ударного навантаження особливо при низьких температурах, де відсутня можливість істотного перерозподілу компонентів за рахунок механізму дифузійної течії. Отже, метод ударного низькотемпературного ущільнення (спікання) композитів з порошкових сумішей може бути максимально ефективним за умови підготовки сумішей з найбільш рівномірним розподілом різнорідних порошків.

#### 4.4. Результати експериментальних досліджень із ущільнення металокарбідних композитів на основі кобальту та карбиду вольфраму Co-WC

##### 4.4.1. Ущільнення середньозернистої та дрібнозернистої порошкових сумішей карбиду вольфраму і кобальту з об'ємним вмістом 25% (16 мас. %)

###### Середньозерниста суміш порошків кобальту та карбиду вольфраму ВК16

Спочатку були отримані дані щодо щільності різних зразків та їх питомого електроопору. Ці результати подано на рис. 4.4.1, і вони свідчать про наявність двох температурних областей відносно інтенсивності зміни щільності [312].

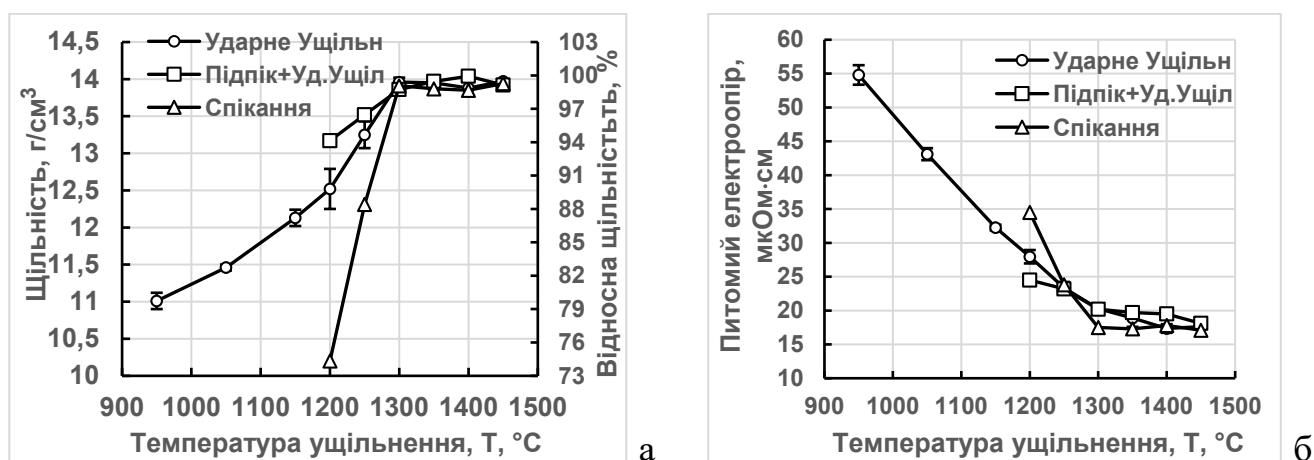


Рис. 4.4.1. – Зміна щільності (а) та питомого електроопору (б) зразків із порошкової суміші WC-16 мас. %Co залежно від температури ущільнення при вільному спіканні (трикутник), ущільнення під дією удару (коло) та ударного ущільнення з попереднім підпіканням при такій же температурі (квадрат)

В одній з них, тобто при низьких температурах ущільнення зразки характеризуються зниженим рівнем щільності та різким її збільшенням зі збільшенням температури ущільнення, а в іншій, тобто при підвищених температурах – наявністю у зразків практично щільного стану (пористість до 1%) та відсутністю суттєвого зміни щільності при подальшому збільшенні температури ущільнення. Ці області розділені температурою 1300 °C, тобто. температурою, за якої з'являється рідка фаза. Отже, характер зміни щільності зразків суттєво відрізняється для твердофазної та рідкофазної областей спікання. При цьому у твердофазній ділянці ущільнення зразків більш високу щільність можна отримати при використанні методу ударного ущільнення. Однак, як буде показано далі, для двофазного матеріалу з різними по властивостям фазами, досягнення високої щільності не є достатньою умовою для забезпечення високих механічних властивостей. Другою важливою умовою для

досягнення високого рівня властивостей матеріалу є утворення міцних границь між частинками. Про якість границь у першому наближенні можна говорити опираючись на значення питомого електроопору зразків. Ця характеристика представлена на рис. 4.4.1б. Як видно з цього рисунку, дві температурні області, розділені температурою 1300 °С, існують також і при зміні питомого електроопору зразків. Найбільш чітко це видно для зразків, одержаних звичайним спіканням.

Залежності питомого електроопору різних зразків від відносної щільності у звичайних та логарифмічних координатах показано на рис.4.4.2. Дві особливості графіків, показаних на рис. 4.4.2а можна відзначити. По-перше, це вищий

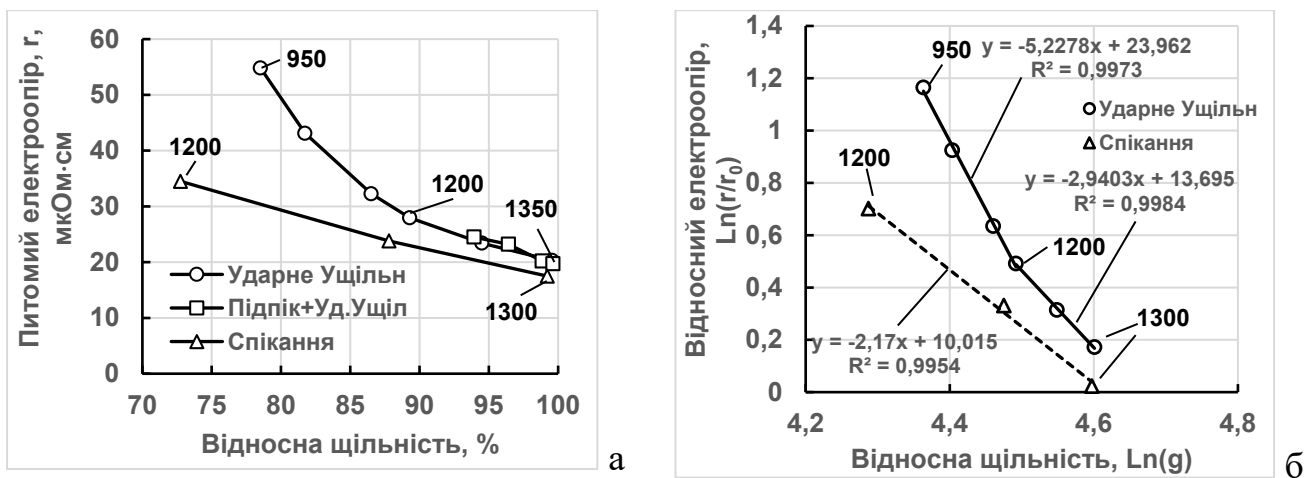


Рис.4.4.2. – Зміна питомого електроопору зразків ВК16, отриманих ударним ущільненням та вільним спіканням від відносної щільності (а) та зміна логарифму відносного питомого електроопору від логарифму відносної щільності у відсотках (б).  $r_0 = 17,1$  мкОм·см – питомий електроопір щільного зразка ВК16

електроопір зразків, що мають однакову щільність, але отриманих ударним ущільненням, порівняно із зразками, отриманими вільним спіканням, і, по-друге, це більш висока інтенсивність зниження питомого електроопору перших зразків по відношенню до інтенсивності зниження питомого електроопору других зразків. Є ще третя особливість зміни питомого електроопору від відносної щільності зразків, які отримані ударним ущільненням. Ця особливість пов'язана з наявністю чіткого перегину в інтенсивності зміни питомого електроопору зразків зі збільшенням їх щільності, що проявився в результаті представлення відносного питомого електроопору зразків  $r/r_0$ , (де  $r_0$  -електроопір компактних зразків, що дорівнює 17,1 мкОм·см) від відносної щільності в логарифмічних координатах. Наявність лінійних залежностей питомого електроопору від щільності в логарифмічних координатах

свідчить про справедливість існування степеневі залежності між питомим електроопором і відносною щільністю зразків, яка раніше [174, 313] була запропонована для визначення співвідношення між електропровідністю і пористістю зразків з досконалими границями між частинками або зернами:

$$\lambda = \lambda_0 \cdot (1 - \theta)^m \quad (4.4.1),$$

де  $\lambda$  і  $\lambda_0$  – електропровідність пористого та компактного зразків,  $\theta$  – пористість,  $m$  – показник степеня, що дорівнює 1,5-2.

Але оскільки питомий електроопір  $r$  є зворотною величиною електропровідності  $\lambda$ , то рівняння (4.4.1) можна переписати як:

$$r = r_0 \cdot \rho^{-m} \quad (4.4.2),$$

де  $\rho = 1 - \theta$  - відносна щільність зразків.

Таким чином, випрямлення залежностей питомого електроопору від відносної щільності за допомогою логарифмічних координат дозволило виявити досить важливу особливість твердофазного ущільнення порошкових сумішей вольфраму карбіду з кобальтом, пов'язану з різною інтенсивністю падіння питомого електроопору при збільшенні температури і щільності зразків. При цьому важливо зрозуміти причину перегину, тобто з чим він пов'язаний – зі щільністю або з температурою. Зважаючи на те, що на вільно спечених зразках при даному рівні відносної щільності перегину немає, рис. 4.4.2б, то логічно припустити, що перегин на зразках, які отримані ударним ущільненням, пов'язаний не із щільністю, а з температурою ущільнення. Це припущення було підтверджено тим, що при дослідженні нами вільного спікання такого ж твердого сплаву ВК16М, але з дрібнішою структурою і в ширшому діапазоні температур (дивись нижче) був виявлений такий же перегин і на спечених зразках при температурі 1200 °С.

Виходячи з цієї інформації можна стверджувати, що температура спікання або ущільнення 1200 °С для порошкової суміші WC-Co є особливою або характерною, оскільки при ній істотно змінюється інтенсивність зміни питомого електроопору зразків. Можна також припустити, що різка зміна електроопору (і не тільки електроопору, як буде показано далі) пов'язана з тим, що при температурі 1200 °С починає відбуватися активна хімічна взаємодія карбіду вольфраму і кобальту, тобто активне розчинення карбіду вольфраму в кобальті. Це сприяє формуванню якісних

границь між карбідом вольфраму та кобальтом, що і зменшує інтенсивність падіння питомого електроопору зразків при температурах вище 1200 °С.

Ще одну особливість твердофазного ущільнення порошкової суміші WC-Co було встановлено. Зразки, отримані при різних температурах ударного ущільнення були відносно щільними, що дозволило підготувати поліровані плоскі поверхні для стереологічного аналізу структури. Структура зразків, які отримані за різних температур ударного ущільнення, показана на рис. 4.4.3, і було визначено кількісні

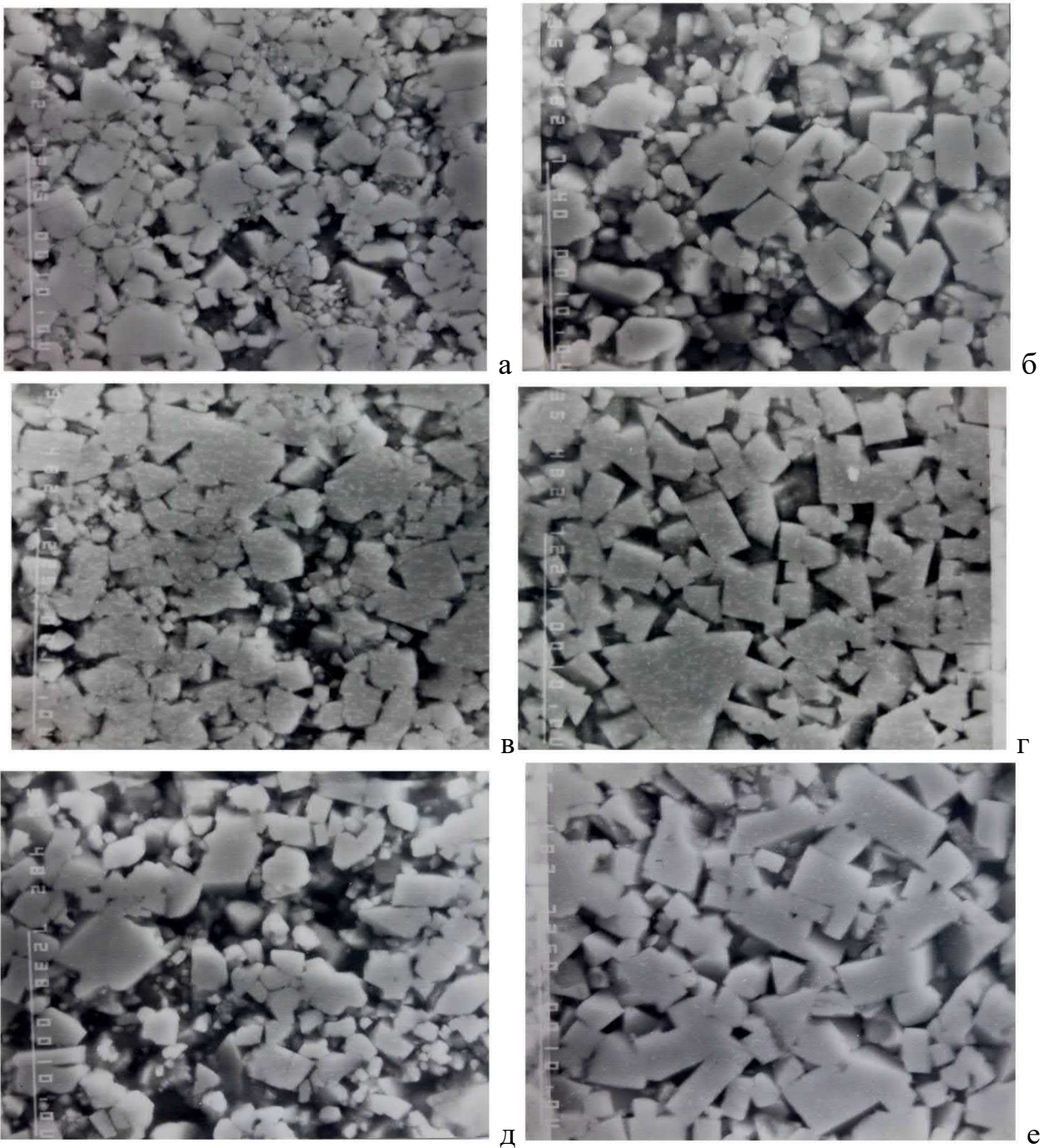


Рис. 4.4.3. – Мікроструктура зразків твердого сплаву WC16, отриманих ударним ущільненням (а, б, в, г) та вільним спіканням (д, е) при температурах 1150 (а), 1200 (б, д), 1250 (в) та 1350 °С (г е)



характеристики структури різних зразків, які представлені у табл. 4.4.1. У цій таблиці за значеннями суміжності карбідної фази  $S_{WC}$  була розрахована і ступінь матричності  $g_m$  за формулою  $g_m = 1 - S_{WC}/V_{WC}$  (для сплаву ВК16 -  $V_{WC}=0,75$ ).

Таблиця 4.4.1. – Кількісні параметри структури зразків сплаву ВК16, який отримано за різними технологіями та температурами ущільнення

Температура ущільнення, °С	Технологія*	Середня хорда, мкм		Питома поверхня, мкм <sup>2</sup> /мкм <sup>3</sup>			Суміжність, $S_{WC}$ , %	Відносна щільність g	Нормована суміжність, $S_{WC}/g$	Ступінь матричності, $g_m$
		$L_{WC}$	$L_{Co}$	$S_{WC}$	$S_{WC-WC}$	$S_{WC-Co}$				
1050	УдУщ	0,82±0,06	0,15±0,03	4200±202	460±94	3740±187	11±3	0,82	13,4	0,82
1150	УдУщ	0,91±0,08	0,22±0,05	3660±190	520±100	3140±170	14±4	0,88	15,9	0,79
1200	УдУщ	0,95±0,08	0,30±0,06	3400±184	770±122	2630±150	23±5	0,88	26,1	0,65
	ВСП	0,94±0,10	0,30±0,06	3370±182	710±118	2660±152	21±5	0,74	28,4	0,62
1250	УдУщ	1,13±0,11	0,26±0,06	3000±171	660±113	2340±140	22±5	0,97	22,7	0,70
	ВСП	0,98±0,09	0,27±0,07	3140±172	810±120	2330±138	26±5	0,87	29,3	0,61
1350	УдУщ	1,38±0,16	0,35±0,09	2390±153	460±95	1930±129	19±6	1,0	19	0,75
	ВСП	1,28±0,12	0,31±0,08	2770±162	880±132	1820±120	33±7	1,0	33	0,56

\* УдУщ - ударне ущільнення, ВСП - вільне спікання

Якщо значення середньої хорди карбідних частинок представлені в табл. 4.4.1 нанести на графік залежно від температури ущільнення, то легко побачити, що підвищення температури ущільнення призводить до зростання карбідних частинок з різною інтенсивністю. При цьому зростання частинок карбиду вольфраму до температури 1200 °С відбувається з меншою вчетверо інтенсивністю, ніж зростання частинок після температури 1200 °С, рис. 4.4.4а. Інша цікава графічна залежність, що виходить із даних табл. 4.4.1, пов'язана з впливом температури ущільнення на суміжність карбідної фази, рис. 4.4.4б.

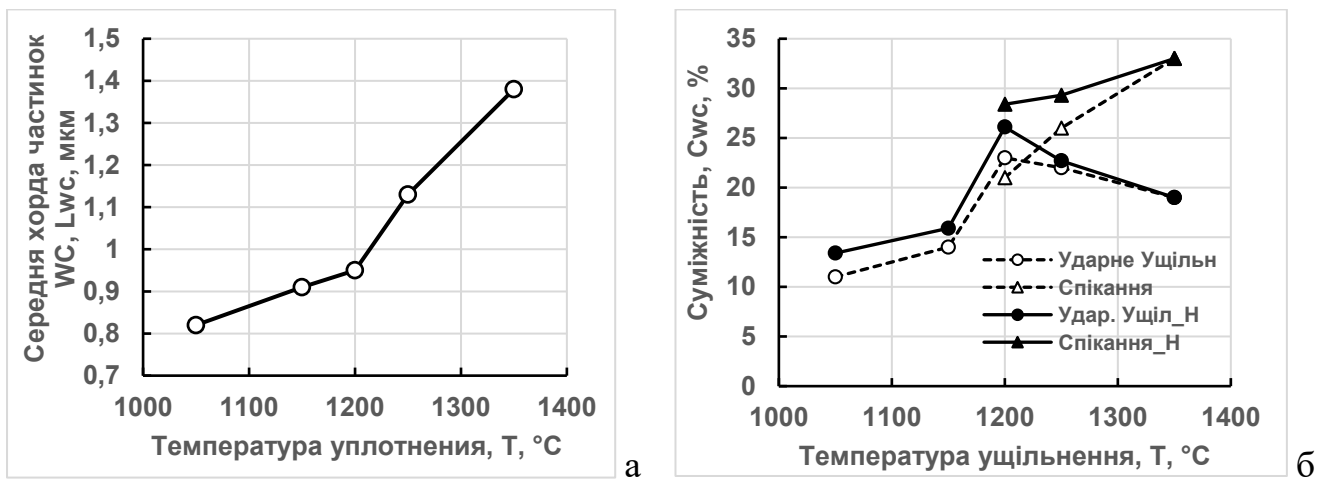


Рис.4.4.4. – Зміна середньої хорди (а) та суміжності (б) карбідних частинок у сплаві ВК16 залежно від температури ущільнення зразків. Пунктирні лінії – величина суміжності у реальних пористих зразках, суцільні лінії – нормалізована величина суміжності, тобто перерахована на нульову пористість

Як впливає із графіка, показаного на рис. 4.4.4б збільшення температури ударного ущільнення зразків призводить спочатку до зростання ступеня контакту карбідних частинок  $C_{WC}$ , а вище температури 1200 °C спостерігається зниження суміжності карбідної фази. Це свідчить про те, що температура 1200 °C є принциповою і для утворення підвищеного значення міжкарбідної поверхні, що, ймовірно, зумовлено знову-таки початком взаємодії карбиду вольфраму з кобальтом, що полегшує процес перегрупування карбідних частинок, так і утворення міжкарбідних границь. Особливість температури 1200 °C відзначена також в роботах автора [314, 315]. Таким чином, твердофазний процес ущільнення порошкової суміші карбиду вольфраму з кобальтом характеризується різними по активності процесами формування структури матеріалу, розділеними температурою 1200 °C. У зв'язку з цим важливо було встановити, як така еволюція структури відображається на механічних властивостях зразків.

Були визначені міцність різних зразків на вигин та їх тріщиностійкість. Ці дані представлені на рис. 4.4.5 [316], де показана міцність на вигин зразків після ударного ущільнення при різних температурах, після вільного короткочасного (20 хв) спікання та після ударного ущільнення у поєднанні з попереднім підпіканням протягом 20 хв при температурах наступного ударного ущільнення. Зазначимо, що кількість випробуваних зразків, отриманих ударним ущільненням, коливалася від 4 до 6 і на графіку вказані середні значення з довірчим інтервалом при надійності 90%.

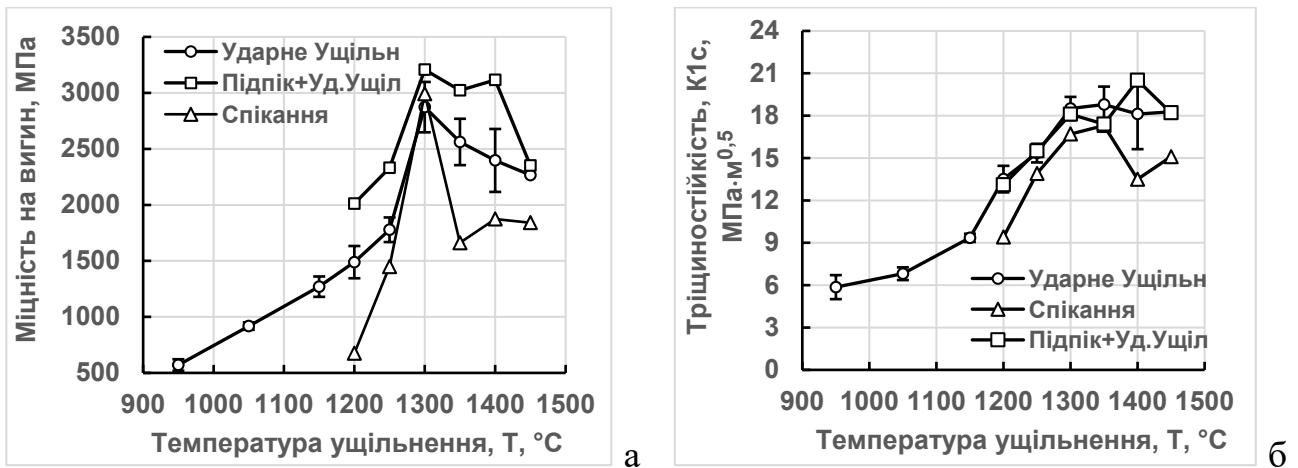


Рис.4.4.5.– Зміна міцності на вигин (а) та тріщиностійкості (б) твердого сплаву ВК16, який отримано за різними технологічними схемами і в залежності від температури ущільнення

З представлених на рис. 4.4.5а результатів слідує, що міцність на вигин зразків, отриманих ударним ущільненням в області низьких температур, також є низькою, але має місце закономірне зростання міцності на вигин з різною інтенсивністю при підвищенні температури ущільнення. Більш повільне зростання міцності спостерігається в області температур від 950 до 1250 °C і більш різке зростання міцності відбувається при ударному ущільненні зразків вище 1250 °C, хоча очікувалося, що різке зростання міцності буде спостерігатися при температурі вище 1200 °C. Максимальна міцність на вигин близько 3000 МПа ( $2873 \pm 225$  МПа) досягається при температурі 1300 °C, тобто, коли з'являється рідка фаза. Але наявність рідкої фази не є гарантією високої міцності зразків, так як за більш високої температури ущільнення, ніж температура появи рідкої фази, міцність на вигин зразків починає зменшуватися. Практично така ж закономірність спостерігається і на вільно спечених зразках, де різке зростання міцності відбувається вже з температури 1200 °C і досягає максимуму 2932 МПа при температурі спікання 1300 °C, але потім знижується з подальшим збільшенням температури спікання. Заслуговує на увагу і той факт, що міцність на вигин зразків, отриманих ударним ущільненням з попереднім підпіканням, також слідує закономірності інтенсивного збільшення міцності до температури ущільнення 1300 °C і деякому зниженню міцності при подальшому підвищенні температури. Примітним при цьому є те, що рівень міцності зразків (з попереднім підпіканням) виявився найвищим практично при всіх температурах ущільнення. Зокрема, значення границі міцності на вигин

зразків, ущільнених при температурах 1300, 1350 і 1400 °С, були відповідно 3207, 3023 і 3116 МПа, тобто вище 3000 МПа. Але не можна не відзначити і той факт, що досить хороша міцність на вигин, що дорівнює 2012 МПа, отримана на зразку, ущільненому під дією удару при 1200 °С і має пори на рівні 6%, що можна вважати незвичайним випадком для такого рівня пористості.

Результати зміни тріщиностійкості зразків в залежності від температури та умов ущільнення, показані на рис. 4.4.5б, і вони певною мірою корелюють із залежностями міцності зразків на вигин. Кореляція стосується того, що при ущільненні в твердій фазі спостерігається різна інтенсивність збільшення значень тріщиностійкості зразків, отриманих спіканням. Але на відміну від міцності на вигин інтенсивне зростання тріщиностійкості починається при температурі 1150 °С, а не при 1250 °С. Вищі значення тріщиностійкості зразків, отриманих ударним ущільненням у твердій фазі, пов'язані, мабуть, з більш високою щільністю зразків і з досить високою міцністю міжфазних границь, а при ударному ущільненні у разі появи рідкої фази більш висока тріщиностійкість обумовлена, ймовірно, меншим ступенем контакту карбідних частинок або іншим станом кобальтової фази, що характеризується підвищеним ступенем розчинення карбиду вольфраму в кобальті через швидке охолодження зразків після ударного ущільнення в холодній матриці.

Таким чином, ударне ущільнення зразків при температурах твердофазного ущільнення від 1200 до 1300 °С дозволяє сформувати якісні границі між кобальтом та карбідом вольфраму, і, отже, забезпечити високий рівень механічних властивостей. Однак проблемою залишається той факт, що суміш порошків карбиду вольфраму та кобальту з низьким вмістом кобальту (25 об. % для сплаву ВК16) важко ущільнити у твердій фазі до безпористого стану навіть при ударному навантаженні з високим рівнем тиску (1300 МПа), що не дозволяє отримати у твердій фазі високоміцні зразки твердого сплаву з відносно низьким вмістом кобальту.

### **Дрібнозерниста суміш порошків кобальту та карбиду вольфраму ВК16М1**

При дослідженні ударного ущільнення даної порошкової суміші отримані результати, аналогічні результатам середньозернистої суміші ВК16. Крім того, отримана додаткова інформація про еволюцію структури при ущільненні порошку

в твердій фазі. Результати визначення щільності зразків, які наведені на рис.4.4.6, підтвердили [317], що у твердій фазі щільність збільшується інтенсивніше, починаючи з температури ущільнення 1200 °С, а в рідкій фазі щільність досягає

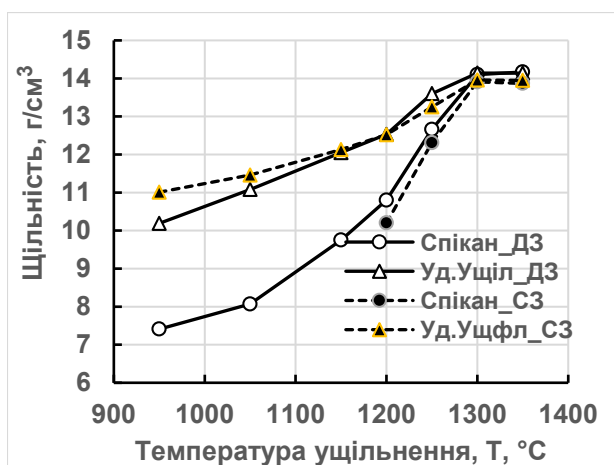


Рис.4.4.6. – Зміна щільності зразків з дрібнозернистої (ДЗ) та середньозернистої (СЗ) порошкової суміші WC-16 мас. % Со в залежності від температури ущільнення при вільному спіканні та ударному ущільненні

максимальної величини і не змінюється. Але порівняння щільності зразків з дрібнозернистої та середньозернистої порошкової суміші показало, що дрібнозерниста суміш при вільному спіканні ущільнюється у твердій фазі краще, ніж середньозерниста, але при ударному ущільненні спостерігається зворотна картина, тобто дрібнозерниста суміш ущільнюється гірше, ніж середньозерниста.

При ущільненні дрібнозернистої суміші була досліджена еволюція пористості та, зокрема, зміна розмірів пор або порових каналів у зразках, отриманих у твердій фазі спіканням та ударним ущільненням. Виміряні за допомогою ртутної порометрії діаметри порових каналів у різних зразках свідчать про істотну відмінність у діаметрі пор для зразків, які отримані двома способами. Зміну абсолютної величини середнього діаметра порових каналів в залежності від температури ущільнення та відносної щільності зразків, які отримані вільним спіканням та ударним ущільненням, показано на рис. 4.4.7. Як видно з цього рисунку, середній діаметр порових каналів у зразках після ударного ущільнення менший у 2-3 рази середнього діаметра порових каналів у зразках після вільного спікання при температурі 1200 °С або в діапазоні зміни відносної щільності від 75 до 85 %. При цьому йдеться про діаметри порових каналів для відкритої пористості. Але ж така картина може мати місце і для розмірів пор у разі закритої пористості, коли навіть незначна за величиною пористість може якісно відрізнятися, тобто бути у вигляді декількох великих пор або у вигляді рівномірно розподілених мікроскопічних пор. Цей факт є досить важливим для забезпечення

високої міцності матеріалів з підвищеною крихкістю, оскільки наявність у них великих пор може ініціювати руйнування і суттєво знижувати міцність зразків.

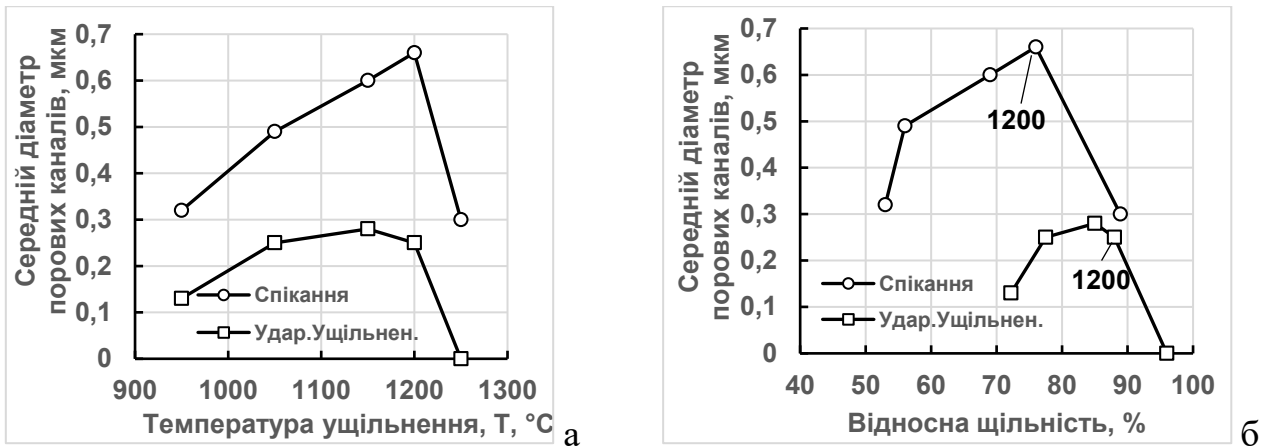


Рис. 4.4.7 – Зміна середнього діаметра порових каналів залежно від температури ущільнення (а) та відносної щільності (б) зразків сплаву ВК16М1, які отримані вільним спіканням (круглі точки) та ударним ущільненням (квадратні точки)

Подані на рис. 4.4.7 графіки показують також, що зміна середнього діаметра порових каналів зі збільшенням відносної щільності проходить через максимум, який пов'язаний не з щільністю або пористістю зразків, а з температурою ущільнення. Різке зменшення діаметра порових каналів починається при температурі 1200 °C незалежно від методу ущільнення зразків, хоча для ударного ущільнення зменшення порових каналів починається вже за температури 1150 °C.

Те, що температура 1200 °C є особливою або критичною для твердофазного ущільнення сплавів WC-Co, було підтверджено і на дрібнозернистій суміші

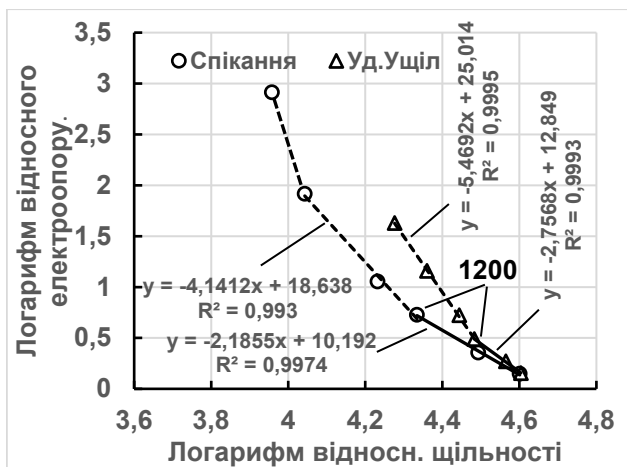


Рис. 4.4.8. – Зміна логарифму відносного питомого електроопору від логарифму відносної (у відсотках) щільності

порошків при вимірюванні питомого електроопору зразків. Графік зміни питомого електроопору зразків даного сплаву, які отримані спіканням та ударним ущільненням в залежності від відносної щільності в логарифмічних координатах представлено на рис. 4.4.8. Цей графік показує, що незалежно від щільності зразків і незалежно від методу ущільнення зразків електроопір зразків різко змінюється при

температурі 1200 °С. Цей перегин не пов'язаний також із розміром частинок карбиду вольфраму і кобальту. Фактично цей перегин відображає початок хімічної активності між карбідом вольфраму та кобальтом.

На даному сплаві кількісний аналіз структури не проводився через труднощі ідентифікації розмірів частинок при доступному збільшенні, але візуально можна виявити явну відмінність у структурі зразків, які отримані спіканням та ударним ущільненням при температурах нижче 1200 °С, рис. 4.4.9.

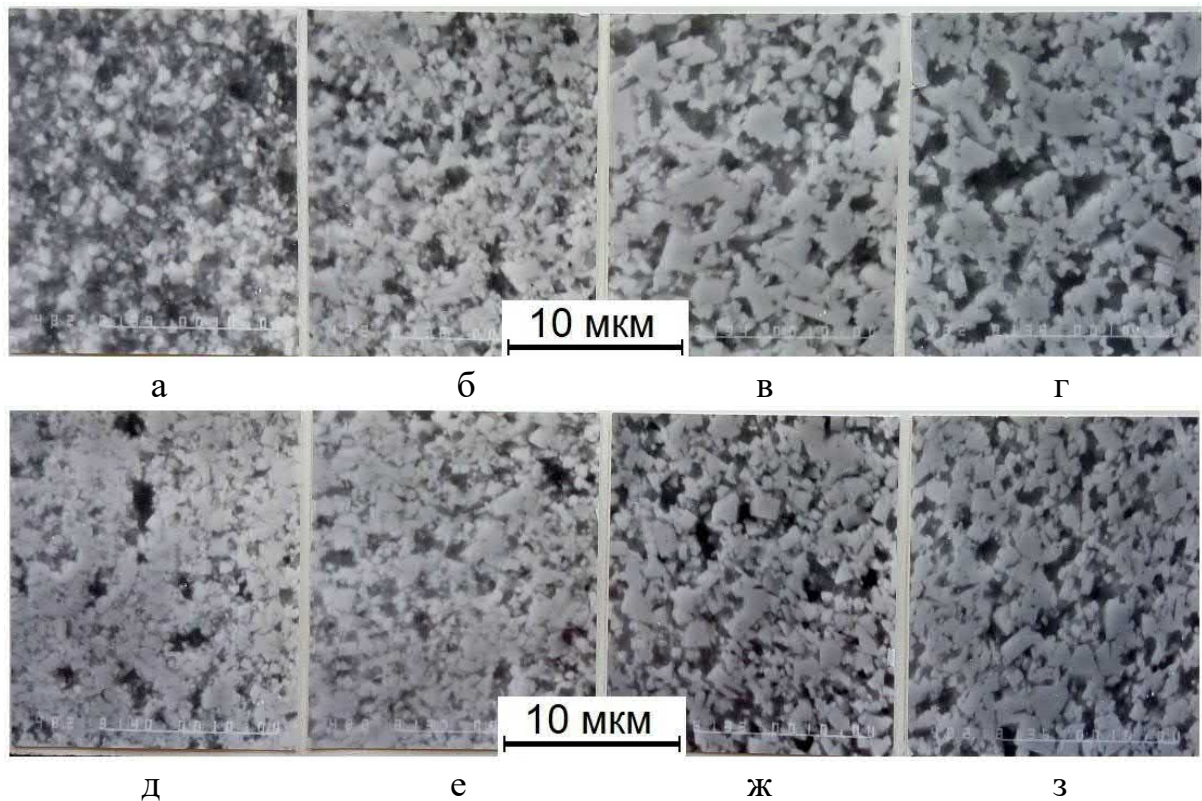


Рис. 4.4.9. – Мікроструктура зразків дрібнозернистого сплаву WC-16 % Co (VK16M1), які отримані вільним спіканням (верхній ряд) та ударним ущільненням (нижній ряд) при температурах 1050 (а, д), 1150 (б, е), 1250 (в, ж) та 1300 °С (г, з)

З представлених знімків структури слідує, що, по-перше, вихідна порошкова суміш була дрібнозернистою, оскільки розмір основної маси частинок карбиду зразків вольфраму, ущільнених при температурі 1050 °С, менше 1 мкм (світла фаза). По-друге, збільшення температури ущільнення зразків призводить до зростання частинок карбиду вольфраму. Причому більш різке зростання спостерігається при переході від зразків, які ущільнені при 1150 °С, до зразків, які ущільнені при 1250 °С. І, по-третє, зразки, які отримані ударним ущільненням при температурах 1250 і 1300 °С, мають більш дрібну структуру з більш рівномірним розподілом карбідної та кобальтової фаз в порівнянні зі структурою зразків після вільного спікання.

#### 4.4.2. Ущільнення суміші порошків карбиду вольфраму та кобальту з об'ємним вмістом 30% (20 мас. %)

Як завжди, перша для аналізу інформація стосується вивчення рівня щільності різних зразків та їх питомого електроопору. Результати визначення щільності та питомого електроопору зразків, які отримані вільним спіканням та ударним ущільненням при різних температурах і при одній температурі, але різних ізотермічних витримках, показано на рис.4.4.10 [318]. Зазначимо, що вказані на рисунку значення щільності та питомого електроопору є середніми величинами з 8-10 вимірних зразків, а довірчий інтервал визначений, виходячи з розподілу Стюдента, відповідає 95% ймовірності.

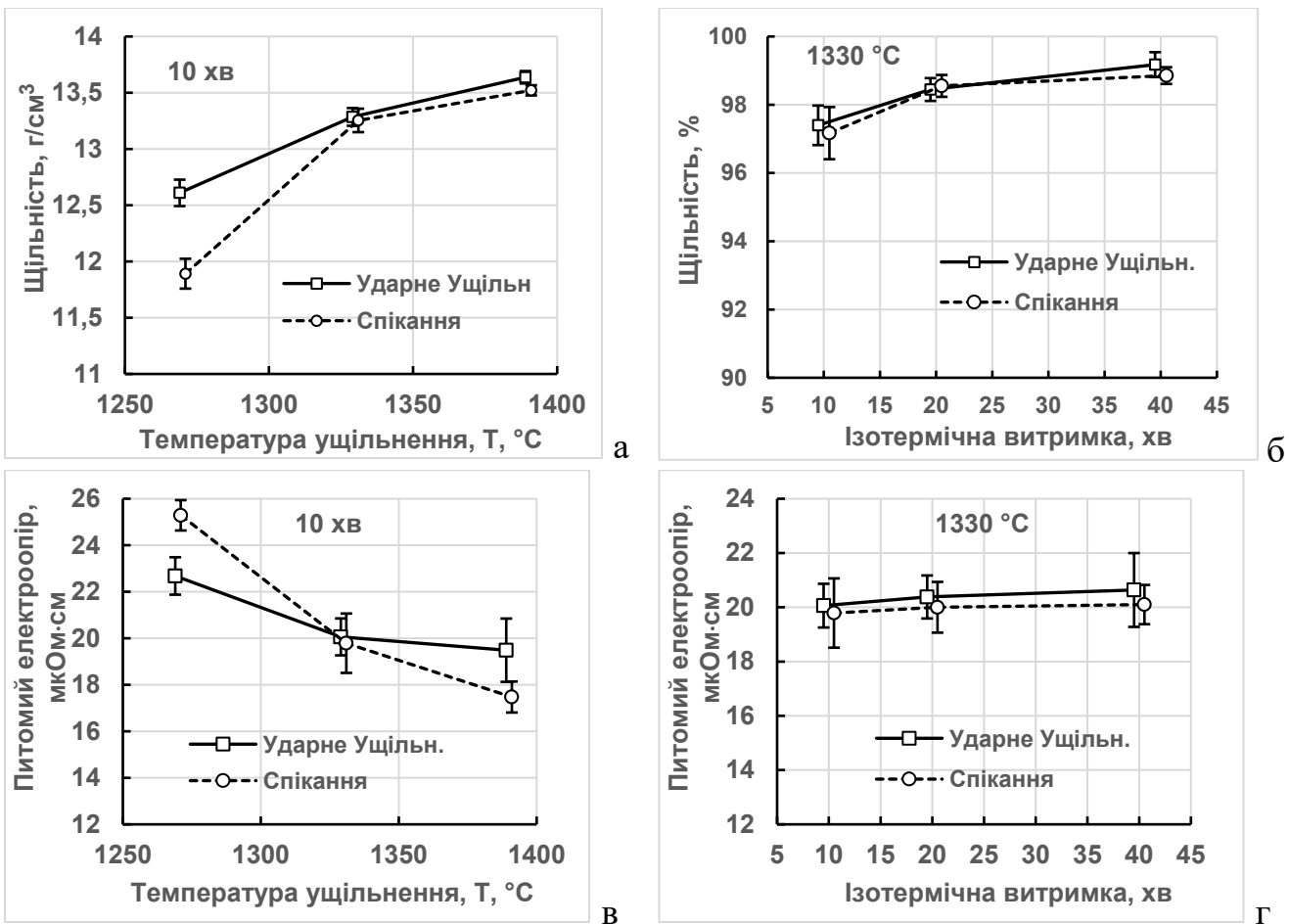


Рис. 4.4.10. – Відносна щільність (а, б) та питомий електроопір (в, г) зразків сплаву ВК20 залежно від температури ущільнення (а, в) з ізотермічною витримкою 10 хв та від тривалості ізотермічної витримки (б, г) при температурі ущільнення 1330 °С

Подані на цьому рисунку результати свідчать про те, що збільшення температури ущільнення та збільшення часу ізотермічної витримки призводять до збільшення щільності зразків та зниження питомого електроопору. При цьому щільність зразків,



які ущільнені вільним спіканням і ударним ущільненням при температурах 1330 і 1390 °С практично не відрізняється, а щільність зразків, які отримані цими методами при температурі 1270 °С відрізняється суттєво. Електроопір зразків, які отримані спіканням і ударним ущільненням, відрізняється суттєво для випадків отримання зразків при температурах 1270 і 1390 °С. Якщо пористість зразків, вільно спечених при 1270 °С, становить середньому 12%, то пористість зразків після ударного ущільнення при цій температурі дорівнює 7%. Очевидно тому електроопір зразків після ударного ущільнення нижче за електроопір зразків після спікання. Але при температурі ущільнення 1330 °С пористість зразків відрізняється незначною мірою, і вона знаходиться на рівні 2,1 – 2,3 %, що, мабуть, позначається і на незначній відмінності в електроопорі зразків. Спікання зразків при температурі 1390 °С протягом 10 хв призводить до пористості 0,3 %, а ударне ущільнення зразків при цій температурі практично усуває пористість. Але питомий електроопір зразків після ударного ущільнення є більшим, ніж електроопір спечених зразків також практично щільних. Цей факт, очевидно, пов'язаний із зміною стану кобальтової фази, а точніше з підвищеною концентрацією вольфраму в кобальті в результаті швидкого охолодження зразка при ударному ущільненні в холодній матриці.

Збільшення тривалості ізотермічної витримки при температурі 1330 °С як у випадку спікання, так і при ударному ущільненні (перед ударом) сприяє також збільшенню щільності зразків, але більш інтенсивне збільшення щільності проходить при збільшенні часу від 10 до 20 хв. А збільшення тривалості ізотермічної витримки від 20 до 40 хв збільшує щільність менш інтенсивно, рис. 4.4.10б. При 40-хвилинній витримці пористість спечених зразків становить 0,6%, а пористість зразків після ударного ущільнення дорівнює 0,3%. Питомий електроопір зразків незначно збільшується зі збільшенням тривалості ізотермічної витримки як зразків, отриманих спіканням, так і зразків, отриманих ударним ущільненням, рис. 4.4.10г.

Підвищена концентрація вольфраму в кобальті може впливати і на магнітну характеристику зразків, таку як коерцитивна сила. Тобто більш висока концентрація вольфраму в кобальті може призводити до підвищеної величини коерцитивної сили. Це очевидно і проявляється при вимірі значень коерцитивної сили зразків, які отримані за різними технологіями та температурно-тимчасовими режимами.

Значення коерцитивної сили різних зразків залежно від температури ущільнення та часу ізотермічної витримки наведено на рис. 4.4.11, де представлені середні значення з 8-10 вимірених зразків. Величина коерцитивної сили зразків, ймовірно,

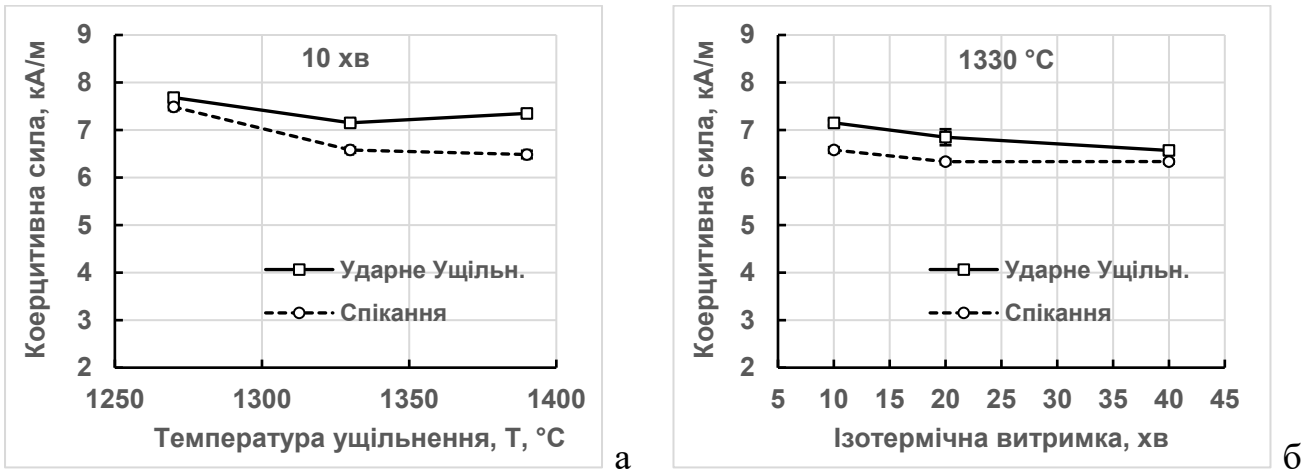


Рис.4.4.11 – Величина коерцитивної сили зразків сплаву ВК20 залежно від температури ущільнення (а) з ізотермічною витримкою 10 хв та від тривалості ізотермічної витримки (б) при температурі ущільнення 1330 °С

більшою мірою залежить від кількості розчиненого вольфраму в кобальті і тому вона є більш високою не тільки за найвищої температури ущільнення, але і за найнижчої температури спікання. Однак необхідно враховувати ще й ту обставину, що на величину коерцитивної сили впливає товщина кобальтового прошарку. Чим тонший кобальтовий прошарок, тим вища коерцитивна сила. А товщина кобальтового прошарку у зразках зменшується при постійному вмісті кобальту у двох випадках: при зменшенні розміру карбідних частинок та при зменшенні ступеня контакту карбідних частинок. Для зразків, які отримані ударним ущільненням, товщина прошарку кобальту може бути меншою за рахунок зменшеного ступеня контакту карбідних частинок в результаті деформації зразків при ударі. Отже, більш висока коерцитивна сила зразків, отриманих ударним ущільненням, може бути обумовлена як підвищеною концентрацією вольфраму в кобальті, так і меншою товщиною кобальтового прошарку. Крім того, незначне зниження коерцитивної сили зразків як зі збільшенням температури ущільнення, так і зі збільшенням часу ізотермічної витримки може бути пов'язане з деяким укрупненням структури за рахунок зникнення дрібних карбідних частинок внаслідок їх розчинення у кобальту.

Далі було визначено найважливіші механічні властивості зразків сплаву з 30

об. % кобальту, які отримані вільним спіканням і ущільненням під дією ударного навантаження при однакових температурно-часових параметрах. Найбільш поширеною механічною характеристикою твердих сплавів або композитів Co-WC є міцність зразків на триточковий вигин, а також тріщиностійкість. Результати випробування зразків на вигин та тріщиностійкість показані на рис. 4.4.12. Зауважимо, що вихідні зразки для випробування на вигин були прошліфовані алмазним кругом і мали розміри  $5 \times 5 \times 34$  мм, а відстань між нижніми опорами була 30 мм. І така сама відстань між опорами була для зразків з надрізом для визначення тріщиностійкості. На даному графіку показані середні значення з 4-5 зразків з довірчим інтервалом, що відповідає 90% ймовірності.

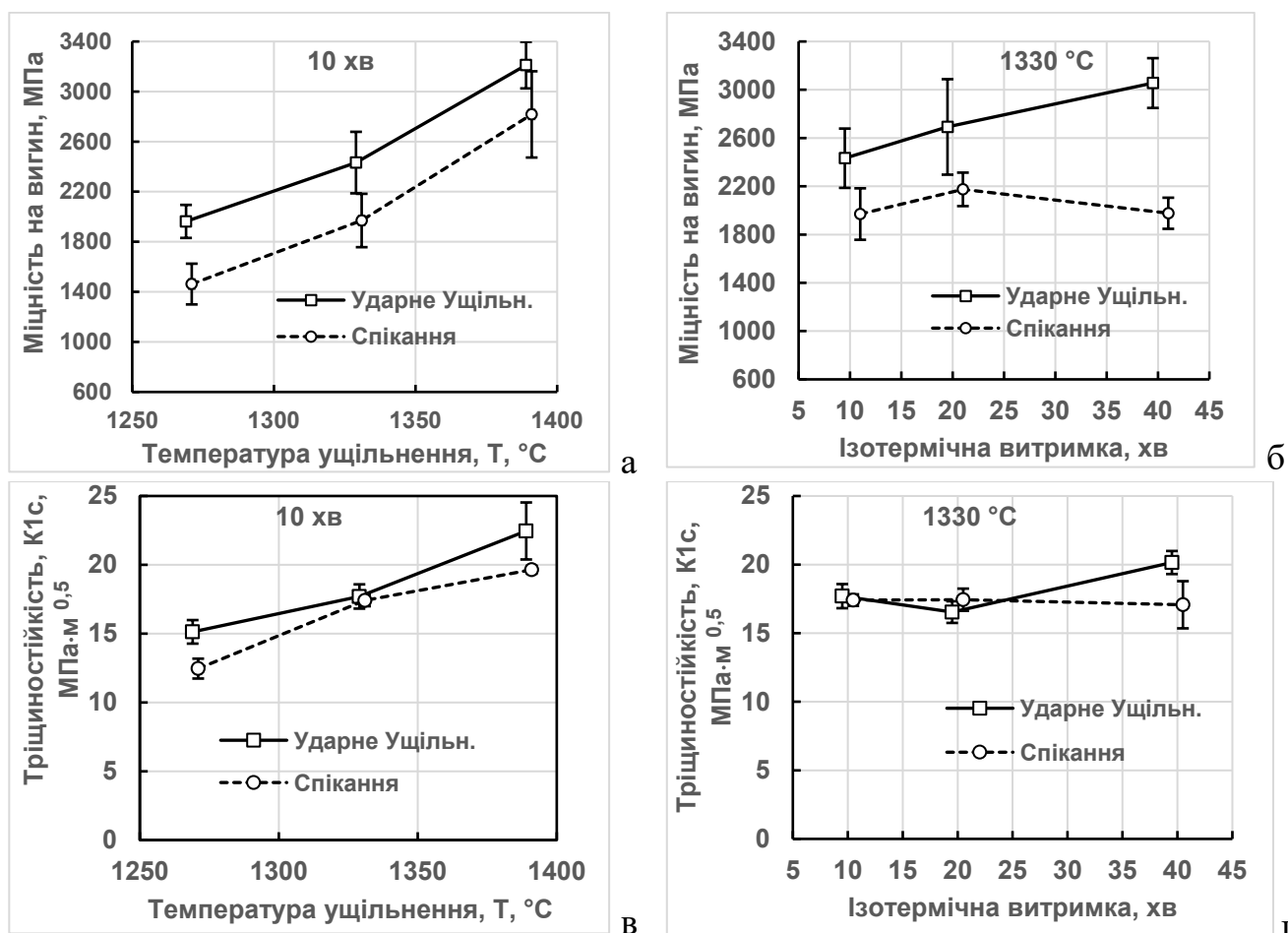


Рис. 4.4.12. – Зміна міцності на триточковий вигин (а, б) та тріщиностійкості (в, г) зразків сплаву VK20 залежно від температури ущільнення з ізотермічною витримкою 10 хв (а, в) та від тривалості ізотермічної витримки при температурі ущільнення 1330 °C (б, г)

Результати випробування різних зразків сплаву VK20 на вигин показують, рис. 4.4.12(а, б), що підвищення температури ущільнення зразків як при вільному спіканні, так і при ударному навантаженні однозначно призводить до підвищення

міцності зразків, рис. 4.4.12а. При цьому міцність зразків, які отримані ударним ущільненням вище міцності зразків, які отримані вільним спіканням при всіх температурах ущільнення. Однак причини вищої міцності зразків після ударного ущільнення різні для різних температур ущільнення. Якщо при низькій температурі ущільнення, 1270 °С, підвищена міцність зразків після удару, що дорівнює 1960±130 МПа, (міцність спечених зразків 1460±160 МПа), пояснюється більш високою щільністю зразків, див. рис. 4.4.12, то при високій температурі ущільнення, 1390 °С, де щільність зразків практично однакова, висока міцність зразків після удару, що дорівнює 3210±186МПа, може бути пов'язана з двома факторами: з міцнішим станом кобальтового прошарку через підвищену концентрацію в ній вольфраму і з меншим ступенем контакту карбідних частинок через деформацію зразка при ударі (міцність вільно спечених при цій температурі зразків 2820±340 МПа). Вища міцність зразків після ударного ущільнення при середній температурі, 1330 °С, обумовлена, швидше за все, як деяким перевищенням в щільності зразків, так і поліпшеним станом кобальтової зв'язки. Тріщиностійкість зразків після ударного ущільнення також вище тріщиностійкості зразків, отриманих спіканням, і підвищення температури спікання та ударного ущільнення призводять до збільшення значень тріщиностійкості як в одному випадку (з 12,5±1,1 МПа·м<sup>0,5</sup> до 19,6±0,3 МПа·м<sup>0,5</sup>), так і в іншому випадку (з 15,1±1,3 МПа·м<sup>0,5</sup> до 22,5±2,5 МПа·м<sup>0,5</sup>). Збільшення тривалості ізотермічної витримки при спіканні зразків і перед ударним ущільненням при температурі 1330 °С по-різному вплинуло на міцність зразків при вигину, але майже однаково позначилося на тріщиностійкості. Міцність на вигин зразків після ударного ущільнення суттєво збільшилася (з 2430±245 МПа до 3055±205 МПа) зі збільшенням ізотермічної витримки з 10 до 40 хв, і практично не змінилася на зразках, які отримані спіканням (1970±210 МПа -10 мин и 1976±130 МПа – 40 хв). Тріщиностійкість також дещо збільшилася при отриманні зразків ударним ущільненням (з 17,7±1,2 МПа·м<sup>0,5</sup> до 20,2±1 МПа·м<sup>0,5</sup>) та не змінилася на зразках, які отримані спіканням (17,4±0,5 МПа·м<sup>0,5</sup> - 10 мин и 17,1±2,1 МПа·м<sup>0,5</sup> – 40хв). Підвищену тріщиностійкість зразків після ударного ущільнення можна пояснити підвищеною щільністю при низькій температурі ущільнення і більш

міцним станом кобальтового прошарку при високій температурі ущільнення. Таке пояснення корелює з поясненням різниці між міцністю зразків на вигин, хоча кореляція між міцністю на вигин та тріщиностійкістю зразків не завжди спостерігається.

Ще одна характеристика твердих сплавів, яка рідко визначається та використовується, але є також важливою – це ударна в'язкість. Результати випробування зразків на ударну в'язкість, як середнє значення з 4-5 зразків, наведено на рис. 4.4.13. З цих даних видно, що ударна в'язкість зразків, які отримані за різними технологіями, змінюється зі збільшенням температури та часу ізотермічної витримки так само, як і міцність зразків на вигин. При цьому ударна в'язкість

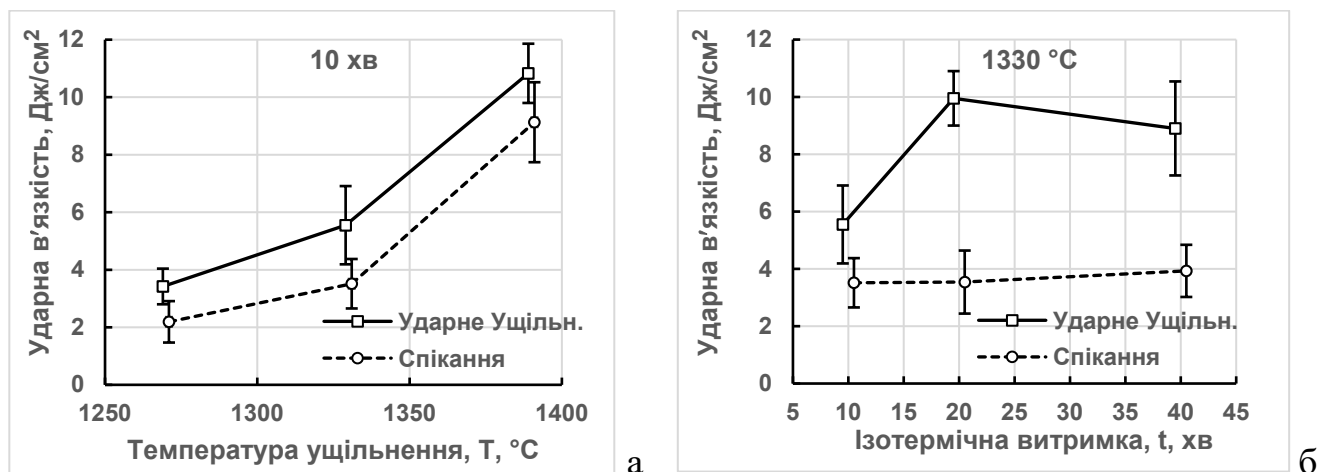


Рис. 4.4.13. – Зміна ударної в'язкості зразків сплаву VK20 залежно від температури ущільнення з ізотермічною витримкою 10 хв (а) та тривалістю ізотермічної витримки при температурі ущільнення 1330 °C (б)

зразків після ударного ущільнення також вище ударної в'язкості зразків після вільного спікання. Але увагу на себе звертає те, що збільшення температури ущільнення зразків призводить до значного збільшення, в кілька разів, ударної в'язкості. Наприклад, ударна в'язкість зразків після ущільнення під тиском при температурах 1270 и 1390 °C дорівнює відповідно  $3 \pm 0,2$  и  $10,8 \pm 1,0$  Дж/см<sup>2</sup>, а ударна в'язкість зразків після спікання при таких же температурах становить відповідно  $2,2 \pm 0,7$  и  $9,1 \pm 1,4$  Дж/см<sup>2</sup>. Слід також відзначити, що більш тривалі ізотермічні витримки позитивно впливають на ударну в'язкість зразків після ударного ущільнення і практично не впливають на ударну в'язкість зразків після спікання зразків при температурі 1330 °C. Причини більш високої ударної в'язкості зразків, які отримані ущільненням під дією ударного навантаження, ймовірно, такі ж, які були вказані при

аналізі міцності зразків на вигин. Тобто, при низькій температурі – це підвищена щільність зразків, а при високій температурі – це більш міцний стан кобальтової зв'язки через підвищену в ній концентрацію вольфраму.

Більш висока ступінь підвищення ударної в'язкості зразків, ніж ступінь підвищення міцності на вигин при збільшенні температури ущільнення пов'язана, мабуть, з тим, що ударна в'язкість або точніше енергія руйнування матеріалу на вигин залежить від напруження при вигину в квадраті:

$$A = \frac{\sigma^2}{18E} Lbh = \frac{\sigma^2}{18E} V \quad (4.4.1),$$

де, А-енергія руйнування зразка на триточковий вигин,  $\sigma$  - напруження при вигину, Е – модуль пружності матеріалу зразків, L, b та h – довжина зразка між опорами, його ширина та висота. Добуток величин L, b та h дає об'єм V зразка, що знаходиться під навантаженням, або об'єм зразка, який обмежено довжиною, що дорівнює відстані між нижніми опорами.

На закінчення даного дослідження слід навести приклад того, як випробування зразків на триточковий вигин при малій відстані між опорами завищують значення міцності. Методом ударного ущільнення було отримано з порошку ВК20 десять зразків при температурі  $1340 \pm 10$  °С з ізотермічною витримкою 10 хв перед ударом. З цих зразків було вирізано по два прямокутні бруски для проведення механічних випробувань. Шліфовані бруски були випробувані на вигин ( $5 \times 5 \times 35$  мм), тріщиностійкість ( $5 \times 2 \times 33$  мм) та ударну в'язкість ( $5 \times 5 \times 35$  мм). Спочатку випробування на вигин були проведені на відстані між опорами 30 мм. Ударний вигин зразків проводили також на відстані між опорами 30 мм. Потім половинки зруйнованих зразків випробовували на вигин повторно на відстані між опорами 15 мм. Результати визначення міцності на вигин зразків на базі 30 мм і на базі 15 мм представлені в табл. 4.4.2. У цій таблиці також наведені дані щодо ударної в'язкості та тріщиностійкості зразків. Тріщиностійкість визначали на зразках із надрізом глибиною 2 мм, виконаним електроіскровим способом дротом діаметром 0,1 мм. Крім того, при випробуванні зразків на вигин при малій відстані між опорами (15 мм) був проведений розрахунок руйнівного напруження за уточненою формулою [257], що наближає величину напруження до істинного значення:

$$\sigma_{\text{ист}} = \frac{3}{2} \cdot \frac{PL}{bh^2} \left(1 - \frac{4h}{3\pi L}\right) \quad (4.4.2),$$

де Р – зусилля, L – відстань між опорами, b, h – ширина та висота зразка.

З представлених у табл. 4.4.2 даних видно, що міцність на вигин зразків на малій базі є дуже високою, що досягає значення 4000 МПа. При цьому середнє значення з 15 зразків становить величину 3650±135 МПа. Таке значення міцності на

Таблиця 4.4.2. – Механічні властивості зразків сплаву ВК20 після ударного ущільнення у вакуумі при температурі 1340±10 °С з ізотермічною витримкою 10 хв перед ущільненням

Номери зразків	Міцність на вигин в МПа при відстані між опорами		Напруження на вигин з урахуванням поправки за формулою (4.4.2)	Ударна в'язкість, Дж/см <sup>2</sup> (база 30 мм)	Тріщинистість, МПа·м <sup>0,5</sup> (база 30 мм)
	30 мм	15 мм			
489/1	3156	3641	3120		20,58
489/2		3798	3270	12,76	
490/1	3352	2966*	2538		18,34
490/2		3510	3002	6,03	
491/1		3537	3017	10,94	19,29
491/2	3135	3766	3220		
492/1		3844	3317	8,59	21,40
492/2	3149	2657*	2286*		
493/1		3184	2725	9,90	22,67
493/2	3558	3485	3010		
494/1					20,59
494/2		3802	3293		
495/1	2678				22,12
495/2		4006	3423	2,00*	
496/1	3236	3417	2960		21,65
496/2		3247	2808	7,64	
497/1		3869	3309	10,87	20,72
497/2	3300	2084*	1792*		
498/1	3414	3785	3243		20,55
498/2		3896	3371	3,62	
Середнє значення	<b>3220</b>	<b>3650</b>	<b>3140</b>	<b>9,53</b>	<b>20,79</b>
Стандартне відхилення	246	245	210	2,27	1,28
Довірчий інтервал	<b>171</b>	<b>135</b>	<b>116</b>	<b>2,21</b>	<b>0,8</b>

\* Зразки зруйновані від дефекту структури, розташованого далеко від максимального напруження, і не відображають реальну міцність зразка. Ці зразки не враховані для розрахунку середнього значення

вигин зразків твердого сплаву ВК20 є дуже високим. Однак насправді це значення міцності на вигин є завищеним через відповідний ефект (розклинювання), який залежить від співвідношення висоти зразка до відстані між опорами. Розрахунок істинного напруження за відповідною формулою призводить до середнього напруження  $3140 \pm 116$  МПа. Зауважимо, що це напруження також є високим і воно близько до середнього напруження, яке дорівнює  $3220 \pm 170$  МПа для зразків, які випробувані на базі 30 мм.

Тут слід зауважити, що відповідно до міжнародного стандарту ISO 3227 передбачено два типи зразків твердих сплавів для випробування на вигин. В одному випадку зразки повинні мати розміри  $5 \times 5 \times 35$  мм (зразки А) та їх випробування проводять на відстані між опорами 30 мм, а в іншому випадку зразки мають розміри  $5 \times 6,25 \times 20$  мм (зразки В) та їх випробовують на відстані між опорами 14,5 мм. При цьому міжнародний стандарт не передбачає необхідність перерахунку напруження для зразків типу В з метою визначення істинного значення. Наведені у табл. 4.4.2 дані щодо міцності зразків на вигин дозволяють побудувати статистичний розподіл міцності по Вейбуллу та визначити параметр Вейбулла. Такий розподіл значень міцності довгих (база 30 мм) та коротких (база 15 мм) зразків представлено на рис. 4.4.14. Крім того, на цьому рисунку праворуч показано розподіл Вейбулла і для значень тріщиностійкості з 10 випробуваних зразків. Показаний на рис. 4.4.14а статистичний розподіл Вейбулла для значень міцності на вигин показує, що у разі

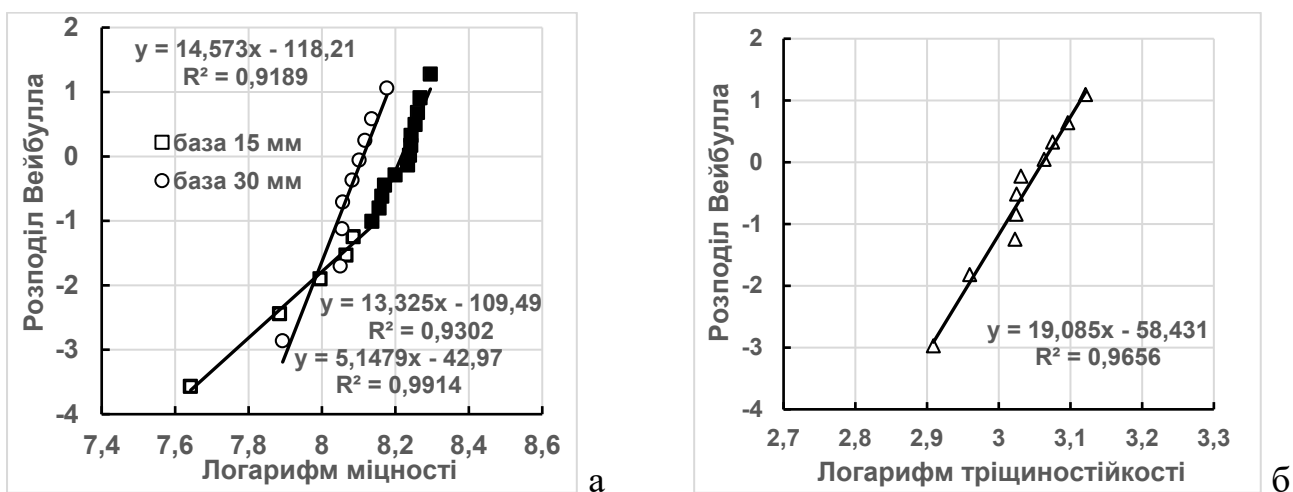


Рис. 4.4.14. – Статистичний розподіл Вейбулла для значень міцності на вигин (а) довгих (база 30 мм) та коротких (база 15 мм) зразків, а також розподіл Вейбулла для значень тріщиностійкості зразків з надрізом та випробуваних на базі (відстань між опорами) 30 мм (б)



випробування зразків типу А розкид значень міцності не є вузьким і відповідає параметру Вейбулла  $m = 14,6$  (коефіцієнт при аргументі в апроксимаційній лінійній залежності). У той же час при випробуванні на вигин коротких зразків типу В (відстань між опорами 15 мм) розкид значень міцності збільшується і з'являється два типи розподілу - з меншим нахилом до осі абсцис або з меншим параметром Вейбулла ( $m = 5,1$ ) та з більшим нахилом ( $m = 13,3$ ). Тобто в цьому випадку реалізується два механізми руйнування.

Для зразків з малим параметром Вейбулла руйнування зразків відбувається, як зазначено у роботі [261], від наявності у структурі матеріалу великих за розміром дефектів (більше 20 мкм). А для зразків із відносно високим параметром Вейбулла руйнування зразків визначається мікроструктурою чи структурою зразка без великих дефектів.

При аналізі розподілу Вейбулла визначають також так зване «характеристичне» напруження на вигин [261]. Це є напруження  $\sigma_0$ , яке відповідає розподілу Вейбулла при нульовому значенню рангу Вейбулла на осі ординат. В даному випадку для зразків, випробуваних на базі 30 мм  $\sigma_0 = 3300$  МПа, а для зразків, зруйнованих на базі 15 мм  $\sigma_0 = 3700$  МПа. Зауважимо, що величина «характеристичного» напруження практично дорівнює середньому напруженню.

При випробуванні зразків на тріщиностійкість, тобто зразків з надрізом, розкид значень тріщиностійкості помітно зменшується, що обумовлено впливом тільки мікроструктури зразків на величину тріщиностійкості і відсутністю впливу великих дефектів структури через малоїмовірне попадання їх в зону максимальних напружень від надрізу. Тому параметр Вейбулла для значень тріщиностійкості високий і дорівнює  $m = 19$ , рис. 4.4.16б. Що стосується величини тріщиностійкості та ударної в'язкості зразків, представлених у табл. 4.4.2, то середні значення цих характеристик відповідають найбільш високим значенням таких же характеристик для зразків, вільно спечених у вакуумі.

Таким чином, дослідження ущільнення твердого сплаву з об'ємним вмістом кобальту 30 % методами вільного спікання та ударного ущільнення у твердій та рідкій фазах показує, що ударне ущільнення дозволяє отримати більш міцні зразки як у твердій, так і рідкій фазах.

#### 4.4.3. Ущільнення дрібнозернистої суміші порошків карбиду вольфраму і кобальту з об'ємним вмістом 38% (ВК26)

Щільність та питомий електроопір зразків, отриманих за різними режимами та технологіями, представлені на рис. 4.4.15. Результати визначення щільності зразків свідчать про те, що при низьких температурах ущільнення нижче 1200 °С високу щільність важко отримати навіть ударним ущільненням з високою енергією удару, при якій максимальний тиск досягає, як правило, значень 1200 МПа. Тільки

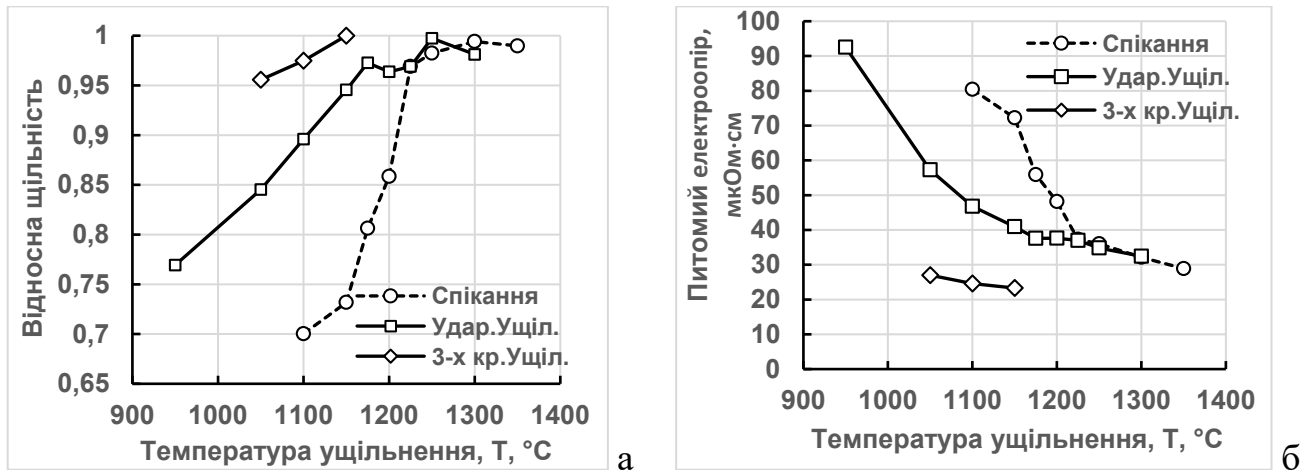


Рис. 4.4.15. – Зміна відносної щільності (а) та питомого електроопору (б) зразків композиту ВК26 залежно від температури ущільнення зразків при вільному спіканні, одноразовому та триразовому ударному ущільненні у вакуумі

триразове ущільнення зразків дозволило одержати практично щільні зразки при температурі 1150 °С [319]. А за температури ударного ущільнення 1050 °С зразки мали відносну щільність ~96 %. Одноразове ударне ущільнення зразків при температурі 1150 °С забезпечує щільність близько 94,5 %, а вільне спікання при цій температурі з ізотермічною витримкою 15 хв дає відносну щільність 73 %. Збільшення ізотермічної витримки до 60 хв за даної температури сприяє підвищенню відносної щільності на 2,5-3,0%. Отже, високий рівень щільності зразків при низькій температурі твердофазного ущільнення (1150 °С) можна отримати при триразовому ударному навантаженні на брикет, рис. 4.4.15а. Однак висока щільність зразків не є достатньою умовою для забезпечення високих механічних властивостей, оскільки, крім щільності на якість зразків, впливає ще й міцність границь поміж частинками. Про якість границь у першому наближенні можна судити по питомому електроопору зразків, який представлено на рис. 4.4.15б. Як видно з цього рисунка, електроопір зразків закономірно зменшується зі

збільшенням температури їхнього ущільнення. Це пов'язано зі зменшенням пористості зразків, і з формуванням у них більш якісних границь. Увага тут заслуговує на той факт, що зразки, отримані триразовим ущільненням, мають нижчий питомий електроопір, ніж зразки після одноразового ударного ущільнення та після вільного спікання при однаковому рівні щільності. Це пов'язано, ймовірно, з тим, що у зразках для триразового ущільнення був підвищений вміст вуглецю (спеціально збільшений шляхом додавання сажі), що призводить, як відомо, до меншого розчинення вольфраму в кобальті і до меншого електроопору зв'язки. Звернути увагу можна також і на те, що при ущільненні зразків як спіканням, так і за допомогою удару при температурі 1225 °С і вище їх щільність і питомий електроопір істотно не відрізняються.

Було досліджено мікроструктуру деяких зразків. Зокрема, були підготовлені шліфи зразків, отриманих триразовим ударним ущільненням при температурі 1150 °С, одноразовим ударним ущільненням при температурі 1250 °С та вільним спіканням при температурі 1350 °С, рис. 4.4.16. З представлених знімків структури

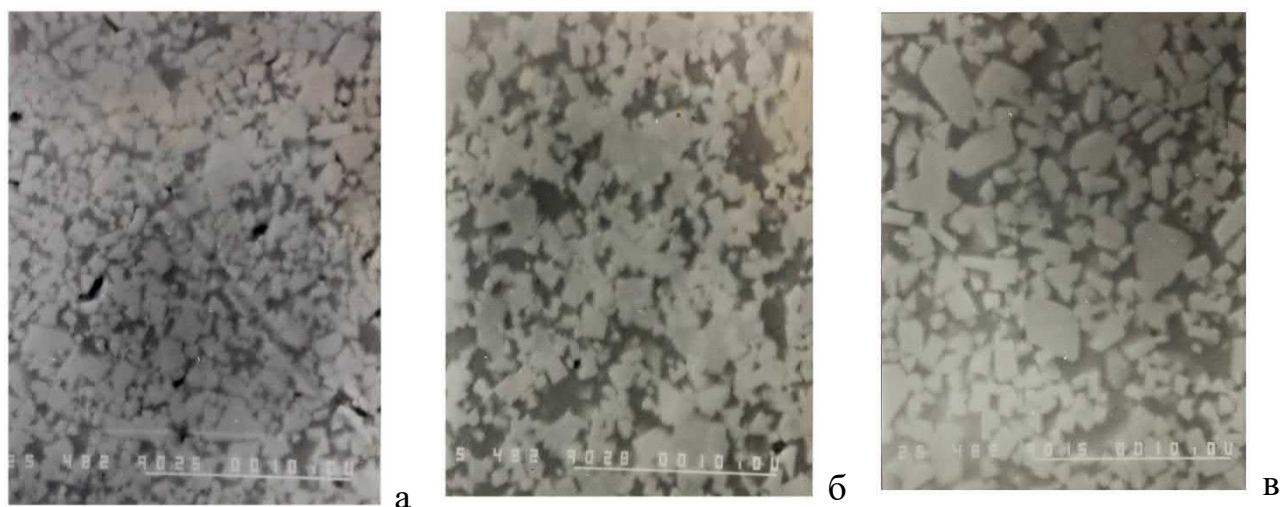


Рис. 4.4.16.– Мікроструктура на полірованій поверхні зразків, які отримані триразовим ударним ущільненням при температурі 1150 °С (а), одноразовим ущільненням при 1250 °С (б) та спіканням при 1350 °С (в)

випливає очевидний висновок про зростання частинок карбиду вольфраму зі збільшенням температури ущільнення зразків. Крім того, добре видно явище об'єднання карбідних частинок при температурі твердофазного ущільнення та подальшого поділу вже більших частинок при рідкофазному спіканні. Тут доречно зауважити, що при твердофазному з'єднанні карбідних частинок в процесі спікання

утворюються міжкарбідні границі, швидше за все, з різною енергією. Це призводить до того, що при появі рідкої фази границі з великою енергією, більшою за енергію між карбідом вольфраму і рідким кобальтом, зникають. Тобто в них проникає рідкий кобальт і частинки роз'єднуються. Тому мікроструктура зразків після рідкофазного спікання є матричною, тобто карбідні частинки переважно є ізольованими.

Результати випробування зразків на триточковий вигин та тріщиностійкість показані на рис. 4.4.17 [320]. Тут важливо відзначити, що, по-перше, дуже висока

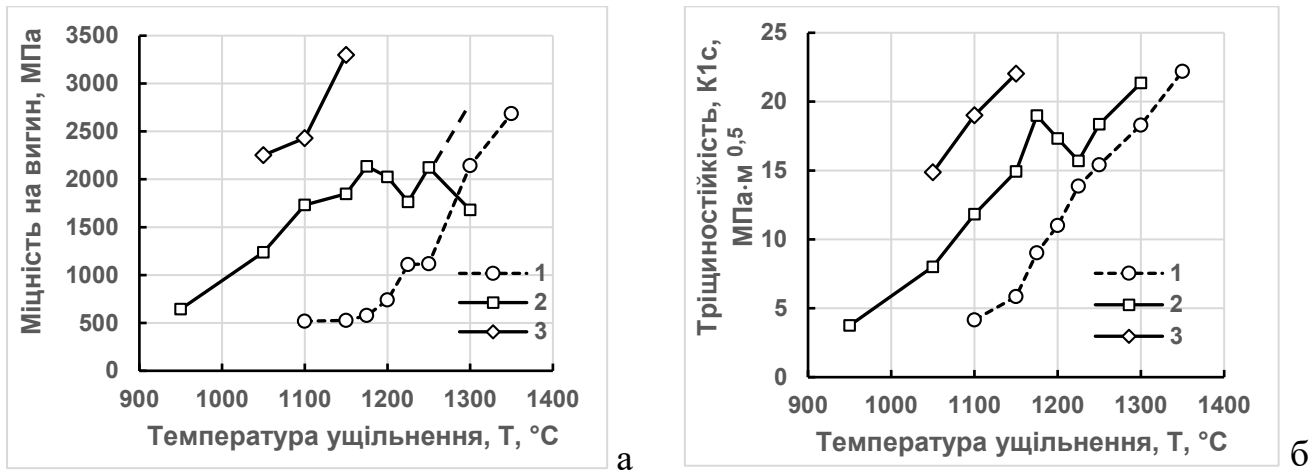


Рис. 4.4.17. – Зміна міцності на вигин (а) та тріщиностійкості (б) зразків в залежності від температури їх ущільнення при вільному спіканні (1), одноразовому (2) та триразовому (3) ударному ущільненні у вакуумі

міцність на вигин, 3300 МПа, може бути отримана в твердій фазі при температурі 1150 °С, по-друге, зразки з пористістю 4,5%, тобто ущільнені при 1050 °С, мають також досить високу міцність, 2250 МПа, яка у разі спікання досягається тільки за наявності рідкої фази, по-третє, вільно спечені у твердій фазі зразки мають низьку міцність через високу пористість, але різке зростання міцності починається при температурі 1200 °С, і, по-четверте, при одноразовому ударному ущільненні зразків в області температури 1200 °С, а точніше в діапазоні температур від 1175 до 1225 °С, спостерігається падіння міцності зразків, після чого знову відбувається зростання міцності на вигин. Локальне зниження міцності, ймовірно, пов'язане також з явищем зрощення карбідних частинок в цьому діапазоні температур і руйнуванням зрощених ділянок під дією тиску, що призводить до зниження міцності зразків в цілому.

Подані на рис. 4.4.17б дані по тріщиностійкості свідчать, по-перше, про те, що високу тріщиностійкість зразки можуть мати при твердофазному ущільненні при

низькій температурі, тобто при 1150 °С. При більш низькій температурі ударного ущільнення тріщиностійкість зразків все ж таки знижується, можливо, через більш дрібнозернисту структуру або через ослаблення міцності міжфазних границь. По-друге, тріщиностійкість зразків, які отримані ударним ущільненням в діапазоні температур від 1175 до 1225 °С, також характеризується зниженням, очевидно, з тієї ж причини, з якої відбувається зниження міцності на вигин в цьому інтервалі температур ущільнення. По-третє, тріщиностійкість спечених зразків різко збільшується зі збільшенням температури спікання. Але це збільшення зумовлено, більшою мірою поліпшенням якості міжфазних границь, ніж зменшенням пористості. Таке припущення засноване на тому, що інтенсивність збільшення тріщиностійкості зразків, отриманих ударним ущільненням, практично така ж, як і інтенсивність збільшення тріщиностійкості зразків, отриманих спіканням, але зміна пористості в ударно ущільнених зразках зі збільшенням температури ущільнення відбувається меншою мірою, ніж зміна пористості в зразках при вільному спіканні.

Крім представлених вище механічних властивостей твердого сплаву з об'ємним вмістом зв'язки близько 40% інтерес викликає і така характеристика як твердість, оскільки цей сплав є дрібнозернистим і повинен мати підвищену

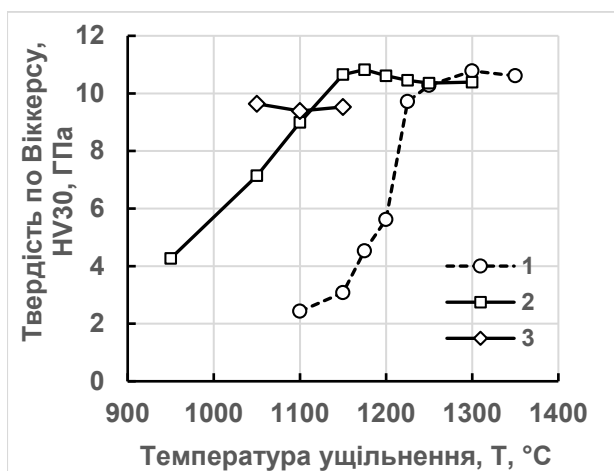


Рис. 4.4.18. – Зміна твердості за Віккерсом зразків ВК26М в залежності від температури їх ущільнення при спіканні (1), одноразовому (2) та триразовому (3) ударному ущільненні

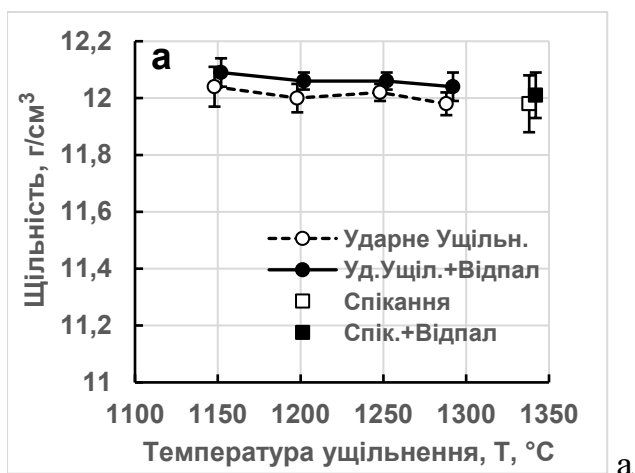
триразового ударного ущільнення, що пов'язано з підвищеним вмістом вуглецю в цих зразках і, як наслідок, зі зниженим вмістом вольфраму у кобальті.

твердість. Результати визначення твердості за Віккерсом при навантаженні 294 Н (30 кгс) представлені на рис. 4.4.18. З цих даних видно, що максимальні значення твердості зразків близько 11 ГПа досягаються при ударному ущільненні в твердій фазі при температурі 1175 °С. Але у разі вільного спікання така твердість виходить за відносно високої температури 1300 °С. Знижений рівень твердості, близько 9,5 ГПа, спостерігається на зразках після

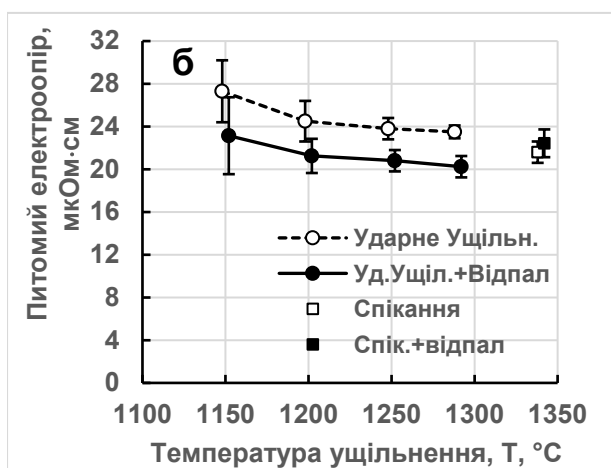
Таким чином, найбільш важливим результатом даного дослідження є те, що дрібнозернистий сплав з підвищеним вмістом кобальту може мати високий рівень механічних властивостей при ущільненні в твердій фазі навіть при температурі нижче 1200 °С. Але це забезпечується у разі, коли досягається висока щільність зразків. Як видно з цього дослідження, високу щільність на твердому сплаві з відносно високим вмістом кобальту важко отримати навіть при ударному ущільненні з максимальним тиском близько 1200 МПа. Тобто наявність у металокарбідній порошковій суміші твердих частинок за об'ємом більше половини суттєво ускладнює процес ущільнення брикетів під тиском. У зв'язку з цим подальший інтерес був зумовлений прагненням отримати щільний зразок за низької температури за один удар. Для цього була обрана порошкова суміш із вмістом карбіду вольфраму менше половини.

#### 4.4.4. Ущільнення суміші порошків карбиду вольфраму і кобальту з об'ємним вмістом 54% (ВК40)

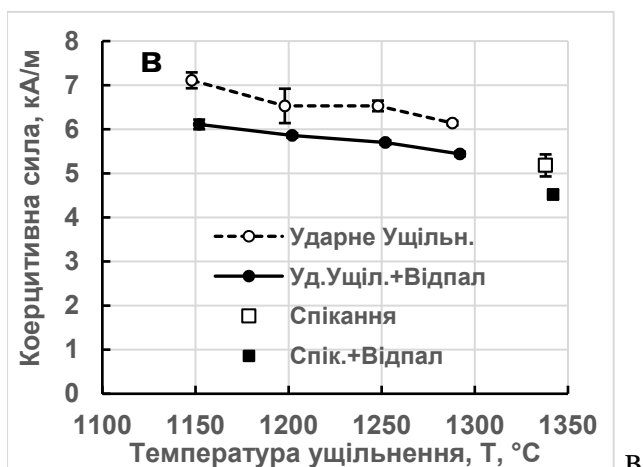
Значення щільності зразків, отриманих ударним ущільненням за різних температур, а також значення питомого електроопору та коерцитивної сили показані



а



б



в

Рис. 4.4.19. – Зміна щільності (а), питомого електроопору (б) та коерцитивної сили (в) зразків сплаву ВК40 в залежності від температури ущільнення та після відпалу

на рис. 4.4.19 [321]. Зазначені характеристики відображають середнє значення з 6-8 зразків, а довірчий інтервал відповідає ймовірності 95%. На рис. 4.4.19 представлені також значення щільності, питомого електроопору та коерцитивної сили для тих же самих зразків, але після додаткової термообробки – відпалу при 1250 °С протягом 180 хв. Додатковий відпал дозволяє зменшити пористість, збільшити ступінь взаємодії між частинками, а також змінити стан зв'язки – зняти залишкові напруження, знизити ступінь розчинення компонентів (вольфраму, вуглецю) у кобальті. Адитивна щільність даного сплаву дорівнює 11,99 г/см<sup>3</sup> та на спечених в рідкій фазі зразках щільність практично така ж, 11,98 г/см<sup>3</sup>. Більш високі значення щільності отримані на зразках, які ущільнені при низьких температурах, а також на зразках, що піддавалися додатковому відпалу. Підвищення щільності на зразках в результаті відпалу може бути пов'язане з усуненням деякої

пористості, проте підвищення щільності зі зменшенням температури ущільнення не може бути пояснено зменшенням пористості. В даному випадку на щільність зразків може впливати також різний ступінь розчинення вольфраму та вуглецю в кобальті. Зокрема підвищення ступеня розчинення карбїду вольфраму в кобальті може призводити до зниження щільності зразків. А розпад твердого розчину на основі кобальту (осадження вольфраму та вуглецю на частинках WC [230]) може збільшувати щільність зразків. Оскільки при відпалі зразків найбільш вірогідним є розпад твердого розчину на основі кобальту, то це явище також може бути, поряд зі зменшенням пористості, однією з причин підвищення щільності зразків в результаті проведення додаткового відпалу. Розпад твердого розчину (виділення вольфраму та вуглецю з кобальту), як правило, супроводжується зниженням питомого електроопору та коерцитивної сили зразків. Саме така зміна питомого електроопору та коерцитивної сили на зразках після відпалу спостерігається на рис. 4.4.19б та на рис. 4.4.19в. Зменшення цих показників зі збільшенням температури ущільнення зразків пов'язані з укрупненням структури, що далі буде підтверджено при дослідженні мікроструктури зразків.

Абсолютний рівень питомого електроопору відпалених зразків сплаву ВК40 зменшується від 23 до 20 мкОм·см і відповідає рівню питомого електроопору звичайних сплавів WC-Co [322]. На жаль, ми не змогли знайти в технічній літературі даних із питомого електроопору для сплаву WC-40 мас. % Co. Тим не менш, можна говорити про низький питомий електроопір відпалених зразків.

Значення коерцитивної сили залежить не тільки від кількості кобальту в композиті, а й від середнього розміру частинок карбїдної фази, точніше від товщини прошарків кобальта. Тому коерцитивна сила може суттєво відрізнятись на зразках з однаковим вмістом кобальту та різним середнім розміром частинок WC. Тому більш правильно говорити про залежність коерцитивної сили не стільки від змісту кобальту, скільки від товщини кобальтового прошарку. Чим тонший прошарок, тим вище коерцитивна сила навіть за однакового вмісту кобальту в сплаві. Крім того, коерцитивна сила залежить і від стану кобальтового прошарку, а точніше від кількості розчиненого в кобальті вольфраму та вуглецю. При підвищеному вмісті вольфраму в кобальті коерцитивна сила буде більшою. У зв'язку з цим деяке



зменшення коерцитивної сили зразків зі збільшенням температури ущільнення може бути викликане збільшенням середньої товщини прошарку кобальту, тобто

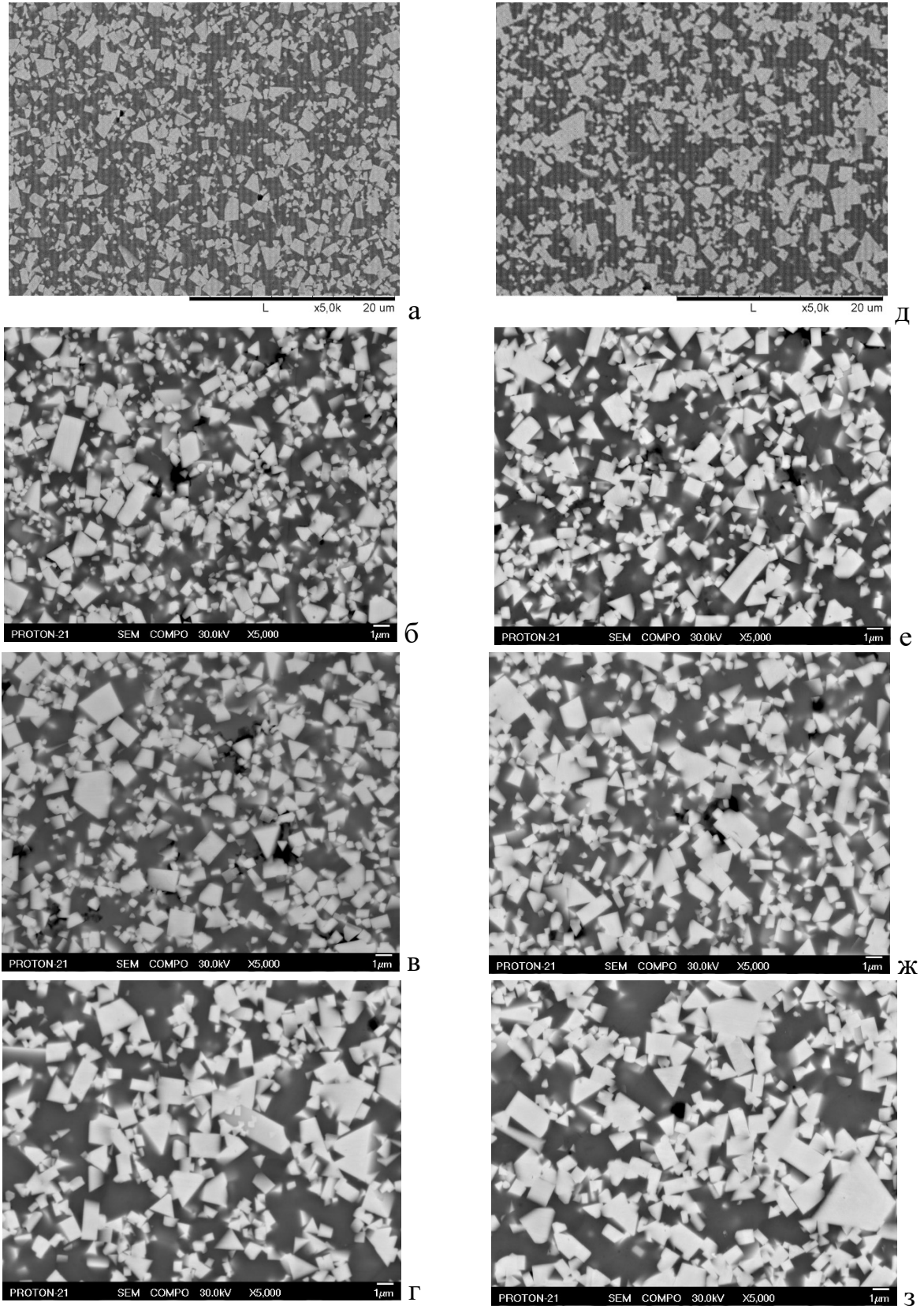


Рис. 4.4.20. - Мікроструктура зразків композиту ВК40, отриманих ударним ущільненням при температурах 1200 (а), 1250 (б), 1290 °С (в) і вільним спіканням при 1340 °С (г), а також мікроструктура цих зразків після додаткового відпалу (д-з)

укрупненням карбідних частинок, а зниження коерцитивної сили зразків після відпалу, очевидно, пов'язане з розпадом твердого розчину на основі кобальту, тобто виділенням вольфраму та вуглецю з кобальту при відпалі.

Зростання карбідних частинок зі збільшенням температури ущільнення зразків можна побачити при дослідженні полірованої поверхні різних зразків. Мікроструктура зразків, які отримані за різних температур, а також після їх відпалу показана на рис.4.4.20. З представлених знімків мікроструктури видно, що збільшення температури ущільнення зразків призводить до зростання карбідних частинок. При цьому слід звернути увагу на те, що збільшення середнього розміру карбідних частинок при нетривалих ізотермічних витримках відбувається в основному за рахунок розчинення найдрібніших частинок WC, рис. 4.4.20 (а-е). На рис.4.4.20 у правій колонці представлена структура зразків після відпалу, яка свідчить (за візуальної оцінки) про відсутність впливу температури відпалу на зростання карбідних частинок. З цього випливає, що зниження коерцитивної сили в результаті відпалу викликано переважно зазначеною вище зміною стану зв'язки, тобто виділенням вольфраму і вуглецю з твердого розчину на основі кобальту.

Особливий інтерес викликає рівень механічних властивостей зразків, спресованих у твердій фазі за різних температур і, насамперед, міцність на вигин та тріщиностійкість. Результати випробування зразків на вигин та тріщиностійкість представлені на рис. 4.4.21. Як видно з цього рисунку, максимальний рівень міцності на вигин  $3143 \pm 53$  МПа є характерним для зразків, які спресовані при температурі

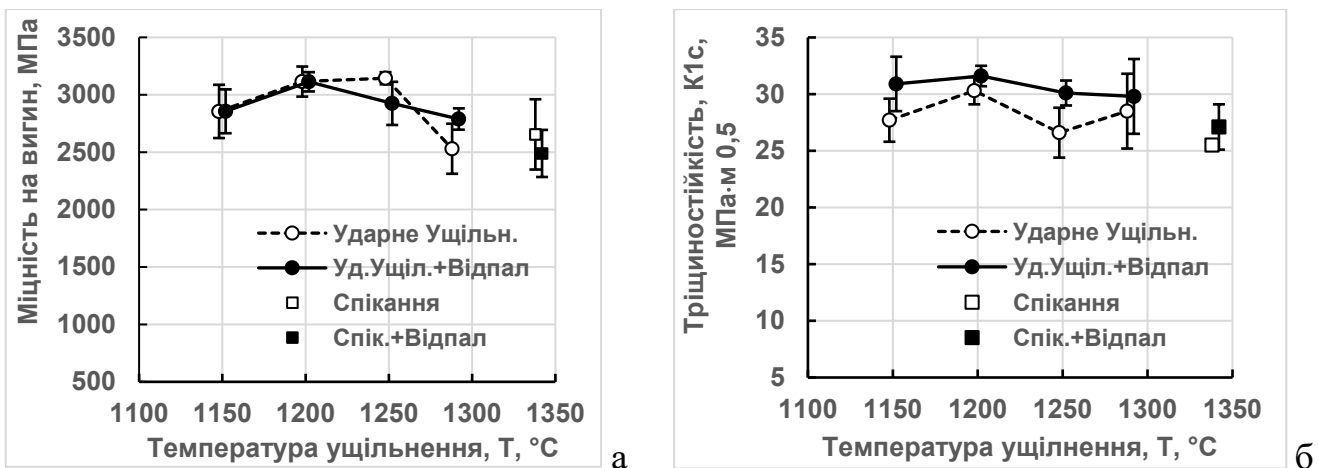


Рис. 4.4.21. –Міцність на вигин (а) та тріщиностійкість (б) зразків композиту ВК40 залежно від температури ударного ущільнення та після відпалу, а також зразків, які отримані вільним спіканням при  $1340$  °C протягом 20 хв

1250 °С. При підвищенні температури ударного ущільнення до 1290 °С міцність на вигин знижується до рівня  $2530 \pm 218$  МПа.

Міцність спечених в рідкій фазі зразків знаходиться на досить високому рівні  $2655 \pm 306$  МПа, але вона нижче міцності зразків, ущільнених у твердій фазі в інтервалі температур 1150-1250 °С. Цей факт показує і підтверджує висновок із попередніх досліджень, що не тільки за наявності рідкої фази, але й при ущільненні суміші порошків карбиду вольфраму та кобальту у твердому стані можна отримати практично щільні зразки з міцними міжфазними границями та високими механічними властивостями.

При аналізі результатів визначення міцності зразків на вигин привертає увагу і той факт, що відпал зразків, ущільнених при температурах 1150 і 1200 °С, не вплинув на міцність при вигину, хоча відпал був при вищій температурі, 1250 °С протягом 3 годин. Це свідчить про те, що міцні границі між карбідом вольфраму та

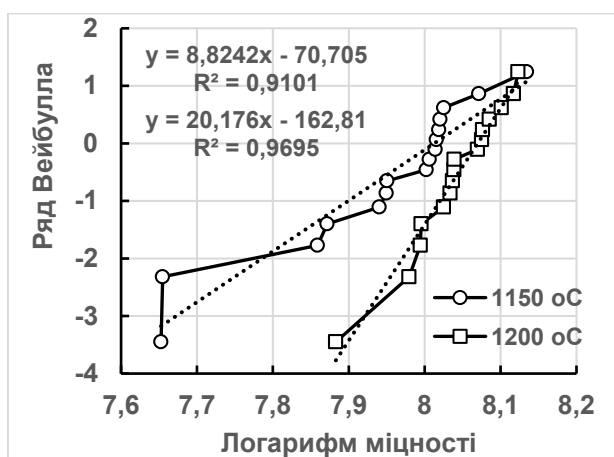


Рис. 4.4.22. – Статистичне розподілення по Вейбуллу міцності на вигин зразків композиту ВК40, отриманих при температурах ударного ущільнення 1150 і 1200 °С

кобальтом утворюються навіть за температури 1150 °С. Оскільки середня міцність з восьми відпалених і восьми невідпалених зразків виявилася однаковою, була зроблена спроба визначити параметр Вейбулла для 16 зразків, ущільнених окремо при температурах 1150 і 1200 °С. Графіки визначення параметра Вейбулла і величина цього параметра показано на рис. 4.4.22. Як впливає з цього

рисунок, ударне ущільнення зразків при температурі 1150 °С призводить до великого розкиду міцності на вигин, при якому параметр Вейбулла дорівнює  $m = 8,8$  але максимальна міцність зразків є високою і дорівнює 3410 МПа. У разі ущільнення зразків при температурі 1200 °С розкид значень міцності при вигину істотно зменшується, про що свідчить величина параметра Вейбулла, що дорівнює  $m=20,2$ . При цьому максимальне значення міцності на вигин трохи менше і дорівнює 3372 МПа. Цікаво, що максимальна

міцність на вигин зразків, які отримані при температурі 1250, ще менше – 3366 МПа. Це свідчить насамперед про те, що при твердофазному ущільненні порошків WC-Co в діапазоні температур від 1250 до 1150 °С можуть формуватися міцні границі між фазами.

Висока міцність міжфазних границь, сформованих за тисячні частки секунди за досить низьких температур ударного ущільнення, проявилася і при випробуванні зразків на тріщиностійкість, рис. 4.4.21б. В даному випадку середні значення тріщиностійкості з 3-5 зразків свідчать про те, що тріщиностійкість дещо коливається щодо значення 28 МПа м<sup>1/2</sup>, але максимальні значення в області 31,6 МПа м<sup>1/2</sup> утворюються при температурі ударного ущільнення 1200 °С. При цьому середня тріщиностійкість зразків, отриманих спіканням в рідкій фазі, вийшла рівною 25,5 МПа м<sup>1/2</sup>. І тут важливо відзначити, що якщо при спіканні міжфазні границі формуються в даному випадку протягом 20 хв, то при ударному ущільненні формування границь відбувається майже миттєво, тобто за час 0,003-0,005 сек.

Додатковий відпал зразків, які ущільнені за різних температур, призводить до збільшення тріщиностійкості, рис. 4.4.21б, що може бути пов'язано зі зміною стану кобальтового прошарку, а саме, з розпадом твердого розчину на основі кобальту, при якому з кобальту виділяється вольфрам та вуглець. З іншого боку, відомо [323], що незалежно від міцності та пластичності кобальтового прошарку збільшення тільки її товщини призводить до збільшення тріщиностійкості зразків. Тому при збільшенні температури ущільнення зразків та незначному укрупненні їх структури очікувалося і незначне збільшення тріщиностійкості, але у даному випадку можна говорити про тенденцію до зменшення тріщиностійкості з підвищенням температури ущільнення зразків. Отже, для аналізу тріщиностійкості необхідно враховувати не тільки товщину металевого прошарку, а й його механічні властивості, причому міцність і пластичність *in situ*. Важливим результатом дослідження тріщиностійкості даного композиту є факт наявності високого рівня тріщиностійкості на зразках, які отримані у твердій фазі при низькій температурі.

Була зроблена також спроба з'ясування причин високих рівнів міцності та тріщиностійкості досліджуваних зразків за допомогою дослідження поверхні руйнування різних зразків, яка представлена на рис. 4.4.23. Однак, представлені

фотографії поверхні руйнування досить складно візуально аналізувати щодо оцінки слабого елемента структури. Найвність тонких світлих ліній навколо карбідних

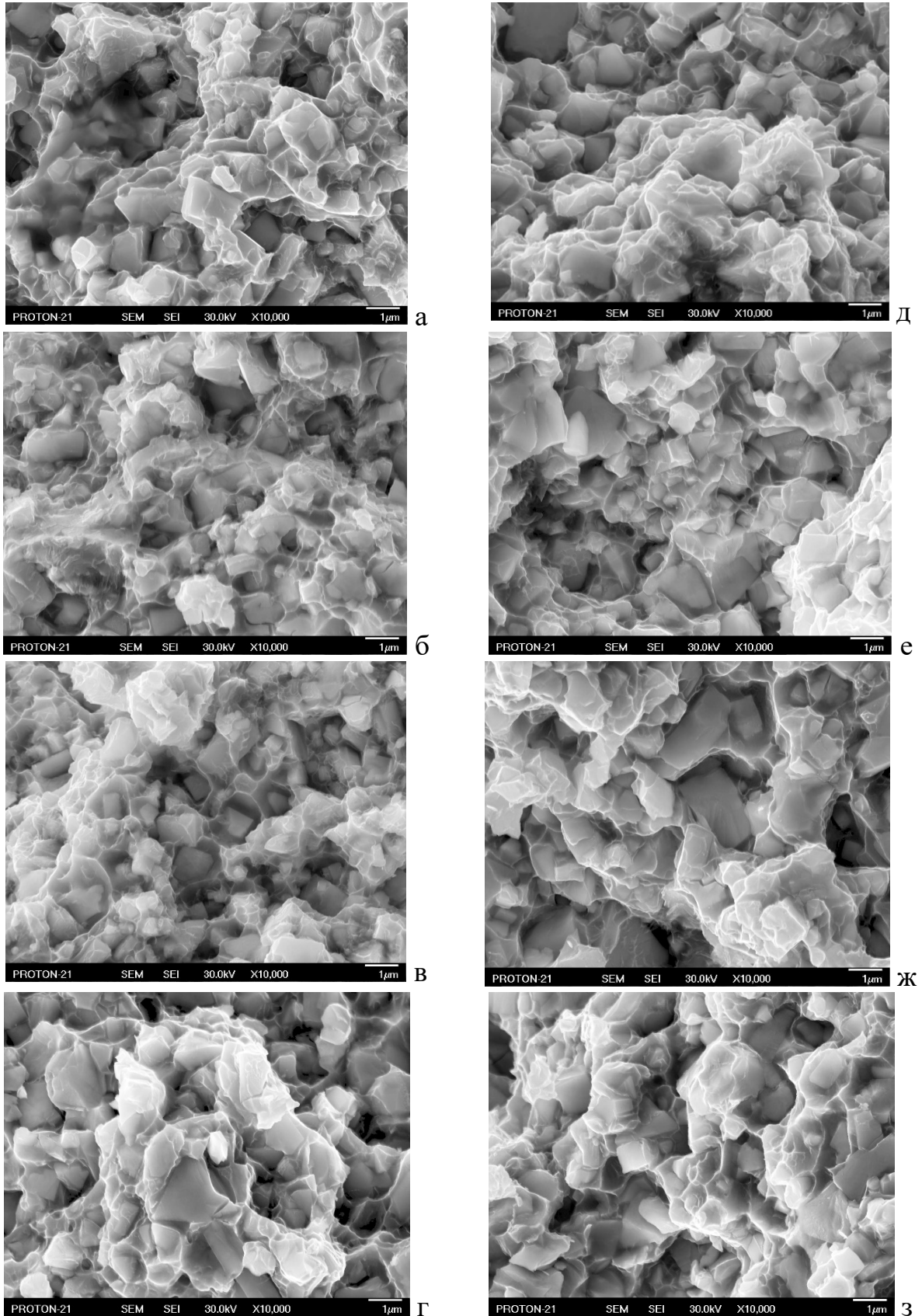


Рис. 4.4.23. – Поверхня руйнування зразків сплаву ВК40, отриманих ударним ущільненням при різних температурах, °С: 1200 (а), 1250 (б), 1290 (в) і звичайним спіканням при 1340 °С (г), а також цих зразків після додаткового відпалу (д-з)

частинок, рис. 4.4.23а свідчить про руйнування зразка по кобальтовій фазі, прошарки якої витягуються при деформації. Це забезпечує високу міцність зразків.

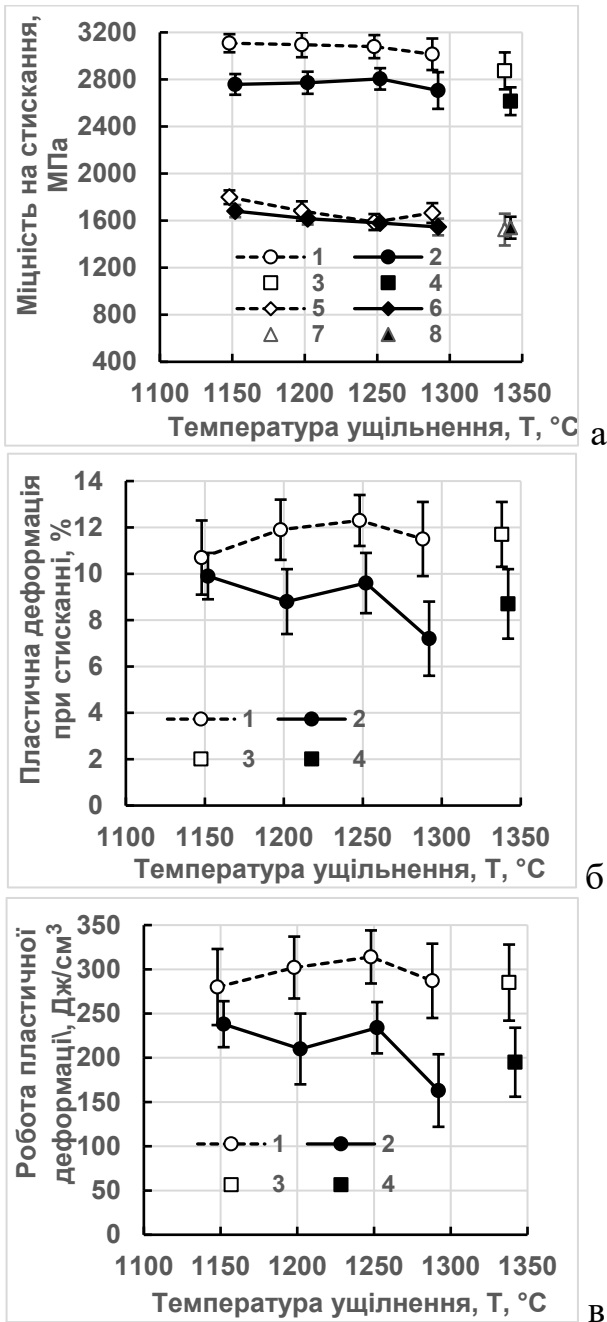


Рис. 4.4.24. – Міцність та границя текучості (а), пластична деформація (б) та робота пластичної деформації (в) при стисканні зразків VK40 в залежності від температури ударного ущільнення, а також зразків, які спечені при 1340 °С, і цих зразків після відпалу. 1, 5-ударне ущільнення, 2, 6-уд. ущ.+відпал, 3, 7-спікання, 4, 8-спік.+відпал, 5-8 – границя текучості  $\sigma_{0,2}$

На поверхні руйнування інших зразків можна бачити грані карбідних частинок, що свідчить про слабку міжфазну або міжкарбідну границю. Однак наявність таких нечисленних елементів структури не призводить, мабуть, до суттєвого зниження міцності та тріщиностійкості матеріалу.

Результати випробування різних зразків на стискання та, зокрема, такі характеристики як міцність, границя текучості, ступінь пластичної деформації та робота пластичної деформації залежно від умов отримання зразків представлені на рис. 4.4.24. Спираючись на отримані результати необхідно спочатку відзначити, що найбільша міцність при стисканні, що дорівнює  $3108 \pm 77$  МПа, і найбільша границя текучості -  $1799 \pm 58$  МПа виходять на зразках, ущільнених при найнижчій температурі, 1150 °С. Але підвищення температури ущільнення призводить до невеликого зниження міцності та границі текучості. Спечені в рідкій фазі зразки мають міцність і границю текучості при

стисканні відповідно  $2873 \pm 157$  МПа та  $1524 \pm 135$  МПа. Максимальна пластичність зразків при стисканні,  $12,3 \pm 1,1\%$ , досягається при температурі ущільнення  $1250$  °С, тоді як пластичність спечених зразків практично така сама і дорівнює  $11,7 \pm 1,4$  %.

Дещо несподіваним виявилось те, що відпал зразків призвів до істотного зниження як міцності, так і пластичності зразків при стисканні, хоча границя текучості зменшилася несуттєво. Такий вплив відпалу на міцність при стисканні можна пояснити зміною стану зв'язки, про яке згадувалося вище під час аналізу електроопору та коерцитивної сили зразків. Виділення з кобальту при відпалі розчинених в ньому вольфраму та вуглецю, очевидно, у даному конкретному випадку сприяє зниженню його міцності, рис.4.4.24а. При цьому відпал зразків привів, ймовірно, і до зменшення пластичності кобальтового прошарку, що за результатами роботи [324] цілком можливо. Тому пластичність зразків загалом також зменшилася, рис. 4.4.24б. Зниження після відпалу міцності та пластичності зразків виявилось і на зниженні роботи руйнування зразків, рис. 4.4.24в. Робота, витрачена на пластичну деформацію зразків у процесі навантаження до стадії руйнування, є дуже важливою характеристикою, оскільки стійкість інструменту, що працює з ударними навантаженнями, значно збільшується у разі підвищення роботи пластичної деформації [325]. Тому при аналізі даної характеристики важливо відзначити, що максимальна величина роботи руйнування, що дорівнює  $314 \pm 30$  Дж/см<sup>3</sup>, спостерігається на зразках, ущільнених при температурі  $1250$  °С. При цьому зразки, отримані звичайним спіканням, мають нижчу роботу руйнування,  $285 \pm 43$  Дж/см<sup>3</sup>.

Таким чином, на підставі проведеного дослідження ударного ущільнення композиту WC-Co з високим вмістом пластичної фази можна зробити важливий висновок про те, що композит із кобальтовою матрицею та частинками карбіду вольфраму в обсязі  $46$  % можна отримати практично щільним та з міцними границями при температурі ударного ущільнення  $1150$  °С. При цьому зберігається більш дрібнозерниста структура з рівномірним розподілом структурних складових, що забезпечує високу міцність та пластичність зразків. Але аналіз науково-технічної літератури щодо сплавів WC-Co за останні роки показав [326, 327], що перспективними мають бути і сплави з нерівномірною або градієнтною структурою.

## 4.5. Результати досліджень із ущільнення порошкових композитів на основі карбіду вольфраму з різними зв'язками

### 4.5.1. Ущільнення дрібнозернистої суміші порошоків карбіду вольфраму та нікелю з об'ємним вмістом 38% (ВН26)

Результати визначення щільності та питомого електроопору зразків даного композиту в залежності від температури ущільнення різними методами показано на рис. 4.5.1 [328]. З графіків, наведених на цьому рисунку, видно, що ударне ущільнення сплаву WC-26% Ni у твердій фазі забезпечує отримання зразків з високою щільністю. Наприклад, при температурі ударного ущільнення 950 °C щільність зразків виходить рівною 95% від теоретичної, тоді як після звичайного

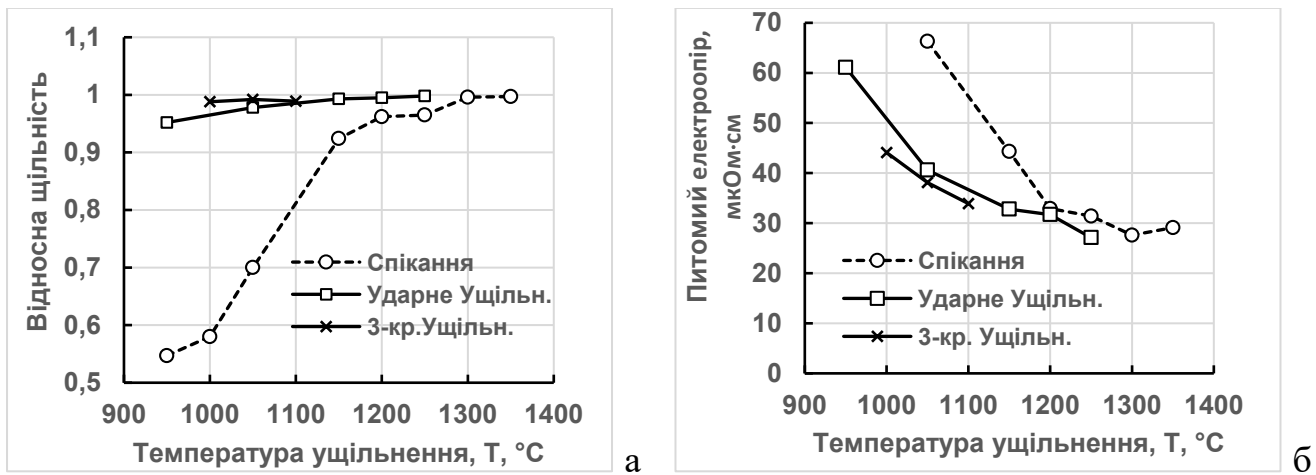


Рис. 4.5.1. – Вплив температури та методу ущільнення на щільність (а) та питомий електроопір (б) зразків із дрібнозернистої суміші порошоків WC-26 мас. % Ni

спікання при цій температурі відносна щільність зразків дорівнює 55%, незважаючи на застосування наддрібнозернистої суміші порошоків. Триразове ударне ущільнення дозволяє отримати зразки з пористістю менше 1% за температури 1000 °C. Пористість на зразках, які ущільнені під впливом удару при зазначених температурах, складається з рівномірно розподілених пор розміром 0,3-0,8 мкм. На спечених при температурі 1050 °C зразках розмір пор 1,0-2,0 мкм. Підвищення температури пресування зразків призводить до незначного збільшення пор як на спечених, так і ударно ущільнених зразках. Але дуже великі пори розміром 3,0-5,0 мкм виявлені на зразках, спечених при температурі 1300 °C та на зразках, отриманих ударним ущільненням при T = 1250 °C. Структура зразків, які отримані методами спікання та ударного ущільнення за різних температур, показана на рис. 4.5.2.



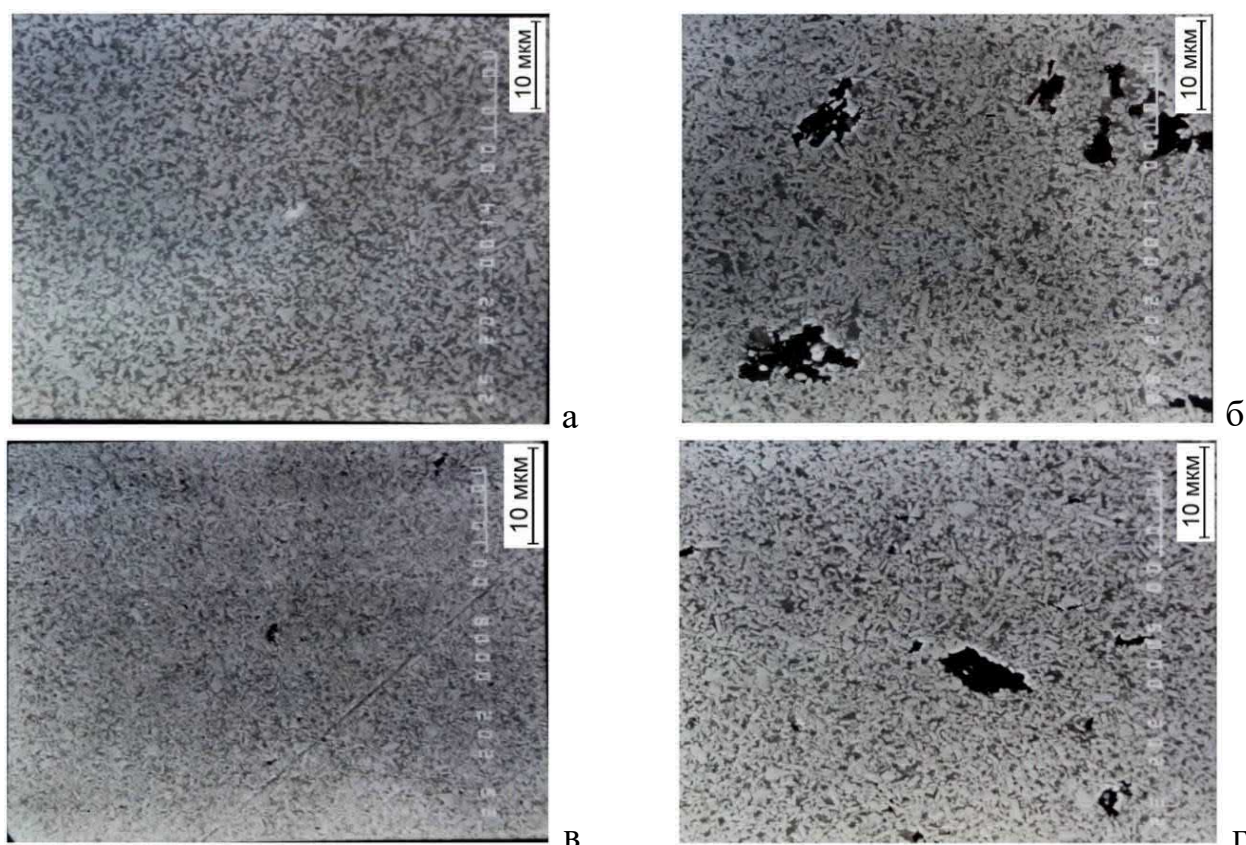


Рис. 4.5.2. – Мікроструктура зразків сплаву WC-26 мас.% Ni, які отримані вільним спіканням (а, б) та ударним ущільненням (г, д) при температурах 1250 (а), 1300 (б), 1150 (в) та 1250 °C (г)

Явище збільшення розміру пор при підвищенні температури спікання до певного рівня, що супроводжується зменшенням загальної пористості, було нами раніше встановлено на сплаві WC-16%, див. параграф 4.4.1 і рис. 4.4.9. Це явище є відомим в порошковій металургії при спіканні порошків [329], і воно є наслідком нерівномірної усадки, яка, у свою чергу, обумовлена такими факторами, як розкид частинок за розмірами, нерівномірність розподілу компонентів у двофазних сумішах, неоднорідність хімічного складу. Однак у порошкових сумішах WC-Co і, ймовірно, WC-Ni спікання при температурах вище 1250-1300 °C призводить до зникнення великих пор, що пов'язано з початком активної взаємодії карбиду вольфраму та металевої зв'язки.

При вільному спіканні даної дрібнозернистої суміші порошоків карбиду вольфраму і нікелю привертає увагу висока інтенсивність ущільнення зразків, що починається вже за температури 1000 °C, рис. 4.5.1. З підвищенням температури спікання швидкість усадки поступово зменшується і після 1200 °C вона майже нульова, хоча при 1250 °C спостерігається деяке підвищення швидкості ущільнення.

Максимальна щільність на спечених зразках досягається за температури 1350 °С, тобто за наявності рідкої фази. Ударне ущільнення брикетів забезпечує отримання щільності більше 99% за температури 1150 °С, а триразове ущільнення – при температурі - 1000 °С, рис. 4.5.1.

При низьких температурах ущільнення порошоків, як відомо, зразки мають не тільки підвищену пористість, а й ослаблені границі між однойменними частинками і різнойменними. Ці два фактори впливають на питомий електроопір зразків, який представлено на рис. 4.5.1б. З цього рисунку випливає, що високий електроопір мають зразки, отримані при найнижчій температурі, оскільки у цих зразків зберігається висока пористість і слабкий зв'язок між частинками. На зразках, які отримані ударним ущільненням за низьких температур, щільність досить висока, але питомий електроопір не є низьким. Тобто, щільність зразків у даному випадку не визначає кінцеву величину питомого електроопору. Особливо добре це видно на зразках, які отримані триразовим ударним ущільненням, де при зміні температури ущільнення від 1000 до 1100 °С щільність зразків практично не змінюється, а питомий електроопір знижується на 23% (з 44,1 до 33,9 мкОм·см). Це свідчить про те, що на питомий електроопір зразків, крім їх щільності, впливає щонайменше ще й якість границь між частинками, яка покращується при підвищенні температури ущільнення пористих брикетів. На питомий електроопір може впливати і стан металевої зв'язки, який залежить від ступеня наклепу в результаті обробки тиском, а також від ступеню розчинення в нікелі вольфраму і вуглецю. Ці фактори і призводять до того, що при однаковій щільності вільно спечених і ударно ущільнених зразків, на останніх спостерігається підвищений питомий електроопір.

Границя міцності на триточковий вигин та значення в'язкості руйнування або тріщиностійкості зразків, які отримані спіканням та високоенергетичним ударним пресуванням за різних температур, показані на рис. 4.5.3. Розглядаючи отримані залежності механічних властивостей від температури ущільнення, необхідно звернути увагу на те, що ударне ущільнення забезпечує досить високі значення міцності на вигин та тріщиностійкості зразків при відносно низьких температурах консолідації. Зокрема, за температури ущільнення 950 °С міцність зразків становить 2200 МПа, тобто така сама, як на зразках, спечених при температурі 1300 °С, рис.

4.5.3а. Максимальна міцність на вигин, що дорівнює 2600 ГПа, досягається при температурі ударного ущільнення 1100 °С. Спикання брикетів при даній температурі не забезпечує високу щільність, і тому зразки мають низьку міцність.

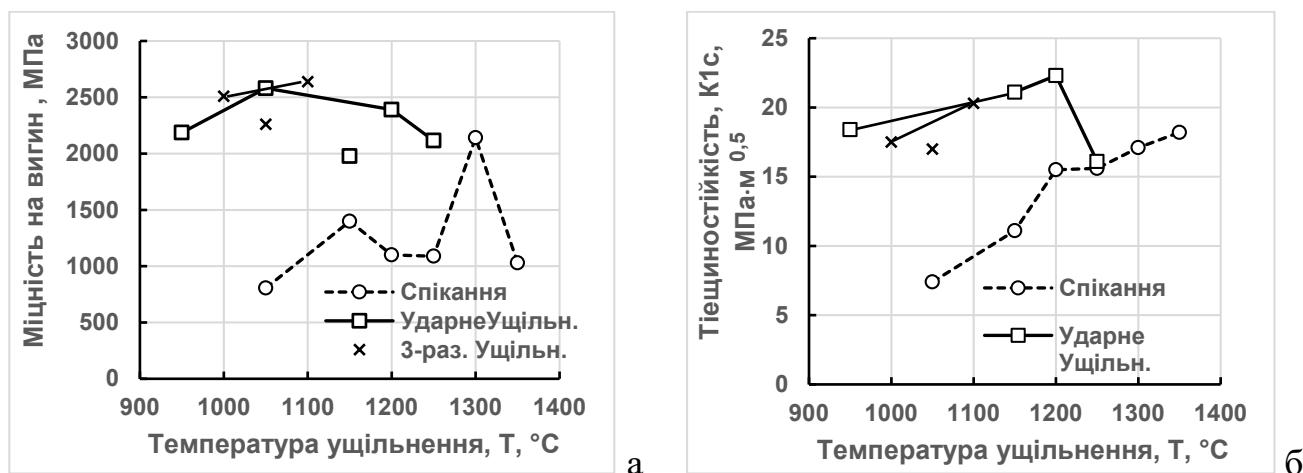


Рис. 4.5.3. – Вплив температури ущільнення на границю міцності на вигин (а) та в'язкість руйнування (б) зразків дрібнозернистого сплаву WC-26%Ni, які отримані вільним спіканням, одноразовим та триразовим ударним ущільненням

Результати визначення тріщиностійкості зразків зі збільшенням температури ударного ущільнення свідчать про наявність максимального значення тріщиностійкості на зразках, ущільнених при температурі 1200 °С. В даному випадку можна говорити про те, що зростання тріщиностійкості зразків зі збільшенням температури їх ущільнення обумовлено як поліпшенням якості міжфазних границь, так і укрупненням структури, а точніше, потовщенням нікелевих прошарків внаслідок зростання карбідних частинок. У той же час спад тріщиностійкості за таких умов може бути обумовлений зрощенням карбідних частинок. Однак тріщиностійкість зразків, одержаних спіканням, постійно збільшується при підвищенні температури спікання, рис. 4.5.3б, що, ймовірно, пов'язане зі зменшенням пористості зразків, яка на спечених зразках є досить високою. Максимальна тріщиностійкість, що дорівнює  $22,3 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$ , досягнута на зразках, які отримані ударним ущільненням при температурі 1200 °С. А тріщиностійкість зразків, отриманих спіканням в рідкій фазі при температурі 1350 °С, дорівнює  $18 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$  і відповідає тріщиностійкості зразків, які отримані ударним ущільненням при температурі 950 °С. Цей факт викликає особливу увагу у зв'язку з тим, що не зовсім зрозуміла причина щодо високої тріщиностійкості зразків, ущільнених за дуже низької температури. Справа в тому, що при низькій

температурі ущільнення зразки володіють найбільш тонкими прошарками зв'язки, пористістю на рівні 5%, а також послабленими міжфазними границями, що повинно призводити до меншої тріщиностійкості, ніж у зразків, які спечені в рідкій фазі і мають міцні границі, більш товсті прошарки нікелю і практично нульову пористість. Така ситуація є незвичайною і вимагає більш детального дослідження.

Мікроструктура зразків, які отримані вільним спіканням та ударним ущільненням за різних температур показана на рис. 4.5.4. З наведених на цьому рисунку знімках видно, що основна маса частинок карбіду вольфраму у зразках, які ущільнені при температурах 950-1150 °С менше 1 мкм. І тільки при температурах ущільнення зразків 1250 °С і вище карбідні частинки стають помітно більшими.

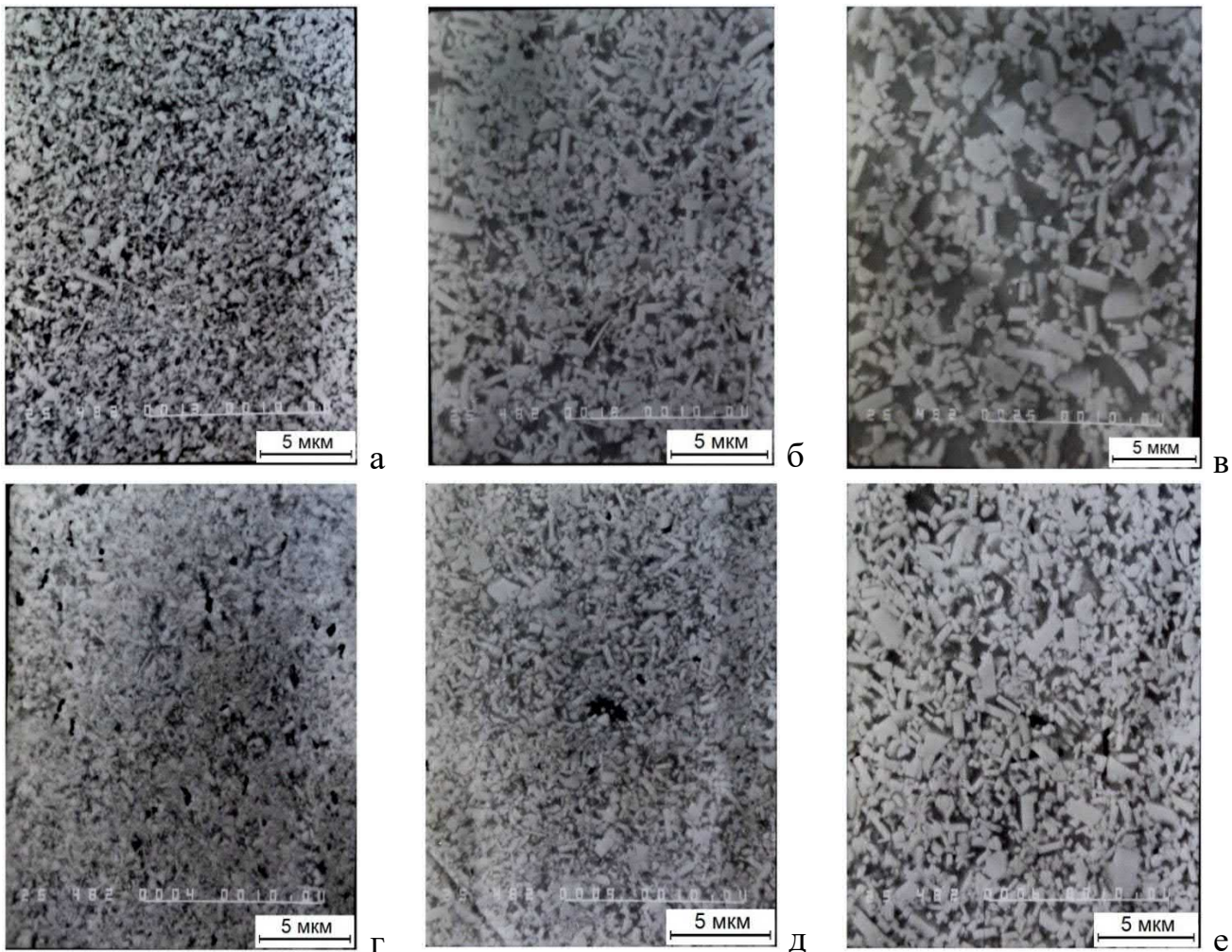


Рис. 4.5.4. - Мікроструктура зразків сплаву WC-26 мас.% Ni, які отримані вільним спіканням (а, б, в) та ударним ущільненням (г, д, е) при температурах 1050 (а), 1300 (б), 1340 (в), 950 (г), 1150 (д) та 1250 °С (е)

Крім тріщиностійкості дрібнозернистих зразків підвищений інтерес становлять дані з випробування зразків на стискання, які показані на рис. 4.5.5а. Як видно з цього рисунку, міцність на стискання є досить високою за найнижчої температури

ударного ущільнення, але максимум міцності, 2870 МПа, виходить на зразках, ущільнених при 1150 °С. Дещо несподіваним є результат значного підвищення міцності на стискання зразків після їх триразового ущільнення при температурах 1000 і 1100 °С, де міцність досягає величини 3255 МПа. Дане підвищення міцності важко пояснити незначним збільшенням щільності зразків. Цей рівень міцності на стискання є вищим у порівнянні з міцністю стандартного твердого сплаву WC-Co аналогічного складу.

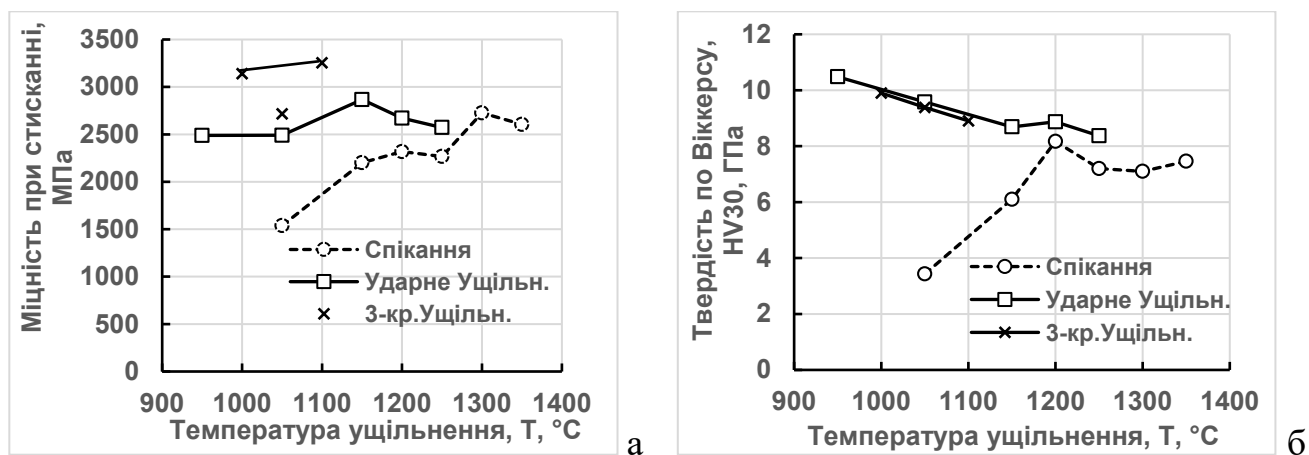


Рис. 4.5.5. – Вплив температури ущільнення на границю міцності на стискання (а) та твердість за Віккерсом (б) зразків дрібнозернистого сплаву WC-26% Ni

Досліджувані зразки даного композиту є дрібнозернистими і тому була досліджена їхня твердість, яка показана на рис. 4.5.5б. Найбільшу твердість - 10,5 ГПа - мають зразки, які отримані ударним ущільненням за найнижчої температури - 950 °С. При цьому зразки мають пористість на рівні 5%, високий питомий електроопір (~53мкОм·см) і найдрібніші з досліджуваних зразків частинки WC - 0,5 мкм. Підвищення температури ударного ущільнення призводить, як видно з рис. 4.5.5б, до зниження твердості, незважаючи на зменшення пористості та покращення якості границь. Це свідчить про те, що вирішальним фактором, що впливає на твердість гарячепресованих зразків, є розмір карбідних частинок. Зростання частинок карбиду вольфраму викликає зниження твердості, що узгоджується з відомими залежностями, отриманими на спечених зразках [330]. У той же час спікання у твердій фазі не забезпечує високої твердості через наявність у зразках великої пористості. Тому вирішальним фактором, що впливає на твердість зразків, які отримані спіканням у твердій фазі, є не розмір частинок, а пористість.

Ущільнення зразків при температурі 1200 °С як вільним спіканням, так і

ударним ущільненням характеризується деяким підйомом твердості, рис. 4.5.5б. Цей факт можна пояснити тим самим явищем, про яке ми говорили раніше. А саме, при зазначеній температурі починається взаємодія карбіду вольфраму зі зв'язкою та утворення карбідного каркасу (скелета), що спричиняє підвищення твердості зразків. При подальшому підвищенні температури ущільнення відбувається частковий поділ деяких зрощених частинок і в результаті ослаблення карбідного скелета, а також зростання частинок WC, що в підсумку і призводить до падіння твердості зразків.

Порівнюючи отримані значення твердості на даному сплаві з твердістю субмікронного сплаву WC-26%Co, представленого в параграфі 4.4.3, видно, що заміна кобальту на нікель призводить до деякого зниження твердості, незважаючи на більш дрібну структуру сплаву WC-26%Ni. Цей факт свідчить, можливо, про те, що твердість зв'язки також істотно впливає на твердість зразка загалом. І тому нижча твердість нікелю в порівнянні з твердістю кобальту призводить до нижчої твердості сплаву WC-Ni в порівнянні зі сплавом WC-Co з аналогічним вмістом зв'язки. Крім того, необхідно враховувати і такий фактор як ступінь розподілу карбідних частинок у зв'язці, оскільки при нерівномірному розподілі твердих частинок у м'якій зв'язці твердість повинна знижуватися за аналогією зі зниженням твердості при укрупненні структури. У той же час твердість зразків, отриманих ударним ущільненням у твердій фазі, відповідає твердості стандартного сплаву з кобальтовою зв'язкою і перевищує твердість даного сплаву, який отримано рідкофазним спіканням.

Таким чином, результати дослідження показують, що використання низькотемпературної (твердофазної) технології консолідації твердих сплавів з високим вмістом нікелевої зв'язки є ефективним напрямком поліпшення їх якості.

#### 4.5.2. Ущільнення наддрібнозернистої суміші порошків карбиду вольфраму та міді з об'ємним вмістом 50 % (36 мас. %)

Як відомо, для зразків, отриманих з порошку, такі фізичні характеристики як щільність і питомий електроопір представляють інтерес у першу чергу. Тому після ущільнення за різних температур порошкових брикетів були виміряні спочатку їх щільність і електроопір, значення яких в залежності від температури ущільнення брикетів показані на рис. 4.5.6 [331].

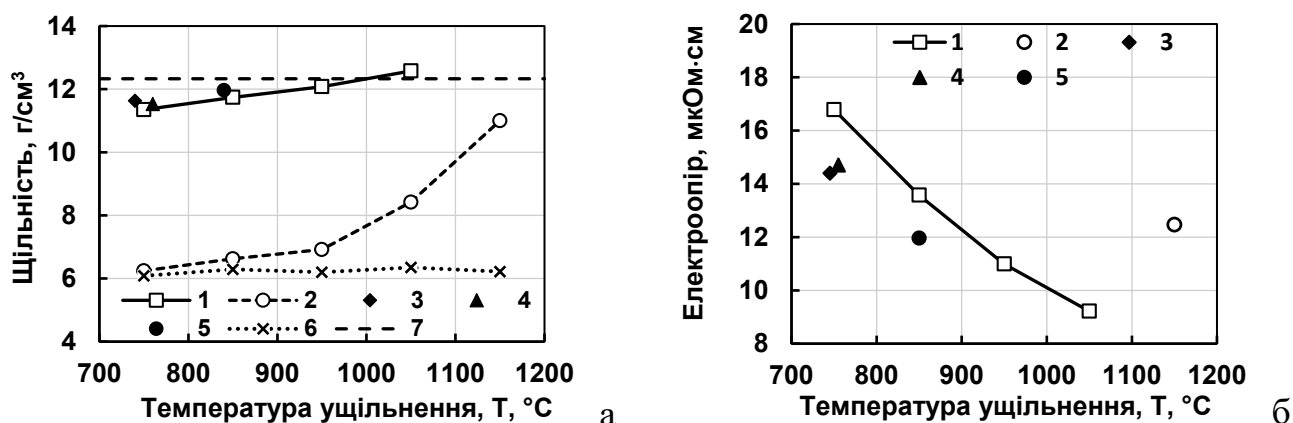


Рис. 4.5.6. – Зміна щільності (а) та питомого електроопору (б) зразків композиту WC-36 мас. % Cu залежно від температури та умов ущільнення. 1-ударне ущільнення, 2-вільне спікання, 3-дворазове ударне ущільнення, 4-ударне ущільнення після вільного спікання при 900 °С, 5-ударне ущільнення після ізотермічної витримки 120 хв, 6-щільність сирих брикетів, 7-аддитивна щільність композиту WC-36 мас. % Cu – 12,33 г/см<sup>3</sup>

Зміна щільності зразків, яка показана на рис. 4.5.6а, свідчить про суттєвий вплив на щільність зразків способу ущільнення. При ударному ущільненні сирих брикетів вдається значно підвищити щільність (з 50 до 92 %) навіть за температури 750 °С. Подальше підвищення температури ущільнення до 1050 °С призводить до отримання практично безпористих зразків, незважаючи на відсутність за цієї температури рідкої фази. При вільному спіканні зразків високу щільність важко отримати. Зокрема, спікання зразків у діапазоні температур 750-950 °С, дуже слабо впливає на щільність, рис. 4.5.6а, і тільки за подальшого підвищення температури процес ущільнення стає більш інтенсивним. Вільне спікання при температурі 1150 °С, тобто за наявності рідкої фази, забезпечило відносну щільність зразків 88,4 % (абсолютна щільність 11,12 г/см<sup>3</sup>). Зауважимо, що відносна щільність визначалася стосовно щільності найбільш щільних зразків у цьому дослідженні, що дорівнює

12.58 г/см<sup>3</sup>. При цьому треба враховувати, що значення адитивної щільності даного композиту значно менше –  $\gamma_{ад} = 12.33$  г/см<sup>3</sup>. Більш високе, ніж теоретичне, значення щільності на досліджуваних зразках, ймовірно, пов'язано з підвищеним вмістом карбиду вольфраму в композиті через намел матеріалу куль при розмелюванні порошків, а також з появою частинок вольфраму або частинок W<sub>2</sub>C в результаті взаємодії карбиду вольфраму з киснем в порошковій суміші. Слід зазначити також, що зміна умов ударного ущільнення за низьких температур (збільшення ізотермічної витримки, попереднє спікання або повторне ущільнення) призвели до незначного збільшення щільності зразків, рис. 4.5.6а.

Питомий електроопір можна було визначити лише на зразках, які отримані ударним ущільненням у твердій фазі та які спечені у рідкій фазі. З результатів цих вимірів, рис. 4.5.6б можна відзначити, що електроопір зразків, які отримані у твердій фазі за допомогою удару, істотно знижується (від 16,8 до 9,2 мкОм·см) зі збільшенням температури ущільнення. Але величина мінімального електроопору зразків залишається все ж таки високою в порівнянні з теоретичним значенням, рівним 5,7 мкОм·см. Високий питомий електроопір щільних зразків даного композиту може бути обумовлено щонайменше трьома причинами: 1 – низькою якістю міжфазних границь при твердофазному ущільненні, 2 – наявністю кобальту в мідній фазі від намелу матеріалу куль (WC-6Co) та 3 – наявністю в зразках наддрібнозернистої структури. Для встановлення структури різних зразків було досліджено їхню плоску поліровану поверхню, рис. 4.5.7. Як видно з цього рисунку, мікроструктура різних зразків є досить дрібнозернистою. Велика кількість частинок карбиду вольфраму (точніше випадкових перерізів частинок) має розмір менше, ніж 0,5 мкм. У той же час добре видно, що частинки карбиду вольфраму у зразках, спечених у рідкій фазі, є більшими, ніж у зразках, ущільнених у твердій фазі (порівняй рис. 4.5.7в і рис. 4.5.7г). Крім того, на зразках, які ущільнені у твердій фазі при низьких температурах, видно більш менш рівномірно розподілені скупчення мідної фази. На зразках же, спечених у рідкій фазі, скупчень чи озерків мідної фази практично немає. Отже, досліджуваний композит WC-36 Cu після ущільнення порошкової суміші характеризується наявністю наддрібнозернистої структури, що може бути однією з причин високого рівня електроопору. Таке явище було



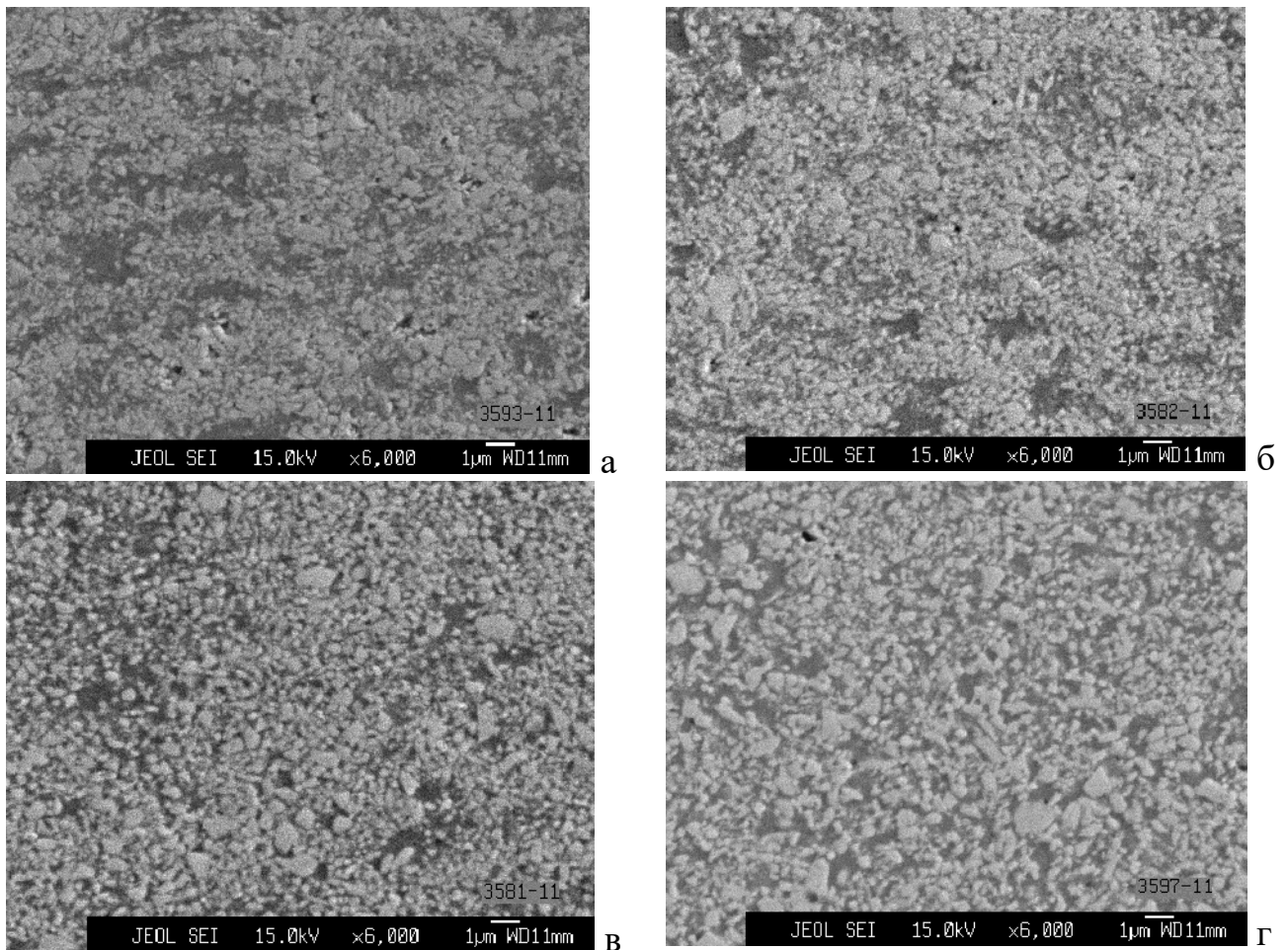


Рис. 4.5.7. - Мікроструктура зразків композиту WC-36 мас. % Cu, які отримані ударним ущільненням при температурах 850 (а), 950 (б), 1050 (в) та вільним спіканням при 1150 °C (г)

виявлено нами на твердих сплавах WC-Co, де зразки з наддрібнозернистою структурою мали підвищений на 30-60% електроопір в порівнянні з електроопором звичайних твердих сплавів [332]. Отже, дослідження фізичних властивостей та структури різних зразків показали, що температура та метод ущільнення суттєво впливають на пористість та питомий електроопір зразків, але незначно впливають на структуру, зберігаючи її досить дрібнозернистою.

Результати визначення міцності на вигин та тріщиностійкості різних зразків представлені на рис. 4.5.8. З цього рисунку випливає, що підвищення температури ударного ущільнення призводить до суттєвого збільшення міцності на вигин (більш ніж удвічі) і тріщиностійкості (більш ніж у 3.5 рази) зразків. При цьому найбільш інтенсивне збільшення міцності і тріщиностійкості спостерігається на зразках, які отримані при температурах ударного ущільнення вище 950 °C. Максимальні значення міцності на вигин та тріщиностійкості виходять у разі ущільнення зразків

при температурі 1050 °С, і вони рівні відповідно 1796 МПа та 19,3 МПа·м<sup>0,5</sup> (середнє з чотирьох значень). Рідкофазне спікання зразків зберегло пористість на рівні 11,5 % і тому призвело до більш низьких властивостей: межа міцності на вигин – 806 МПа та тріщиностійкість – 9,2 МПа·м<sup>0,5</sup>. Зниження температури вільного спікання

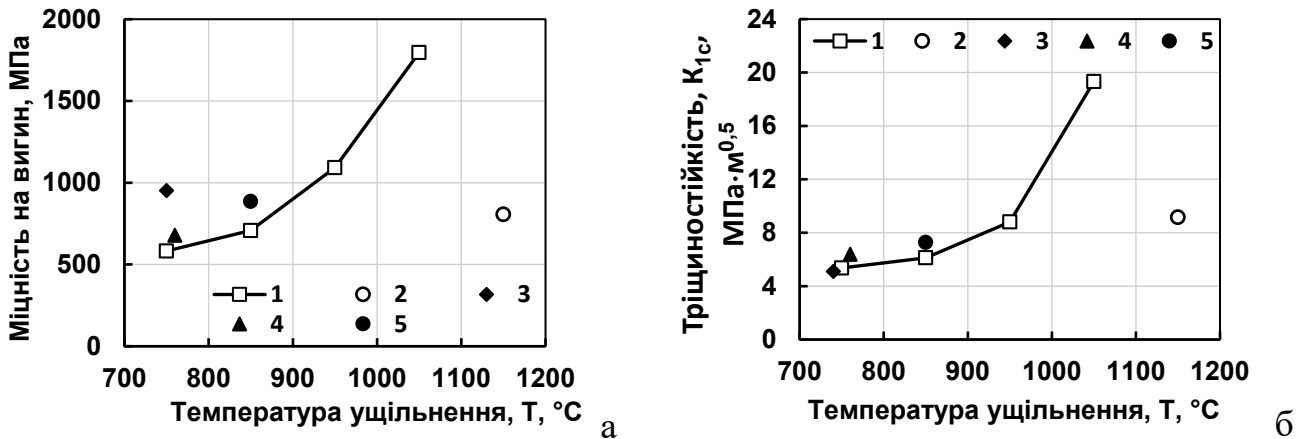


Рис. 4.5.8. – Зміна міцності на вигин (а) та тріщиностійкості (б) композиту WC–36 мас.% Si залежно від температури та методу ущільнення. 1-ударне ущільнення, 2-вільне спікання, 3-дворазове ударне ущільнення, 4-ударне ущільнення після спікання при 900 °С, 5-ударне ущільнення після ізотермічної витримки 120 хв

призвело до істотного збільшення пористості зразків, що унеможливило їх випробування. При ударному ж ущільненні зразків зниження температури призвело також до збільшення пористості, але значно меншою мірою, і, швидше за все, до послаблення міжфазних границь. Тим не менш, зразки вийшли відносно міцними. А саме, при температурі ущільнення 750 °С зразки мали міцність на вигин 733 МПа та тріщиностійкість - 5,4 МПа МПа·м<sup>0,5</sup> при пористості близько 9 %. Коментуючи отримані значення міцності на вигин, слід зазначити, що досягнутий рівень міцності на вигин  $\sim 1800 \pm 150$  МПа на зразках, які ущільнені у твердій фазі, є досить високим. Цей рівень міцності обумовлено, ймовірно, високою міцністю мідних прошарків у композиті за наявності досить високої міцності міжфазної границі WC/Si. Нагадаємо при цьому, що подібний композит з кобальтовою зв'язкою (WC-54 об. % Co), який отримано також у твердій фазі, мав міцність на вигин  $3143 \pm 53$  МПа, див. параграф 4.4.4. Більш висока міцність композиту WC-Co в порівнянні з міцністю композиту WC-Si може бути обумовлена тим, що, по-перше, прошарки кобальту можуть бути міцнішими, ніж прошарки міді, і, по-друге, міцність міжфазної границі WC/Co повинна бути більшою, ніж міцність границі WC/Si, оскільки кобальт

краще, ніж мідь, змочує карбід вольфраму і забезпечує більш високу роботу адгезії ( $3,82 \text{ Дж/м}^2$  проти  $2,47 \text{ Дж/м}^2$ ) [232]. У той же час досягнутий рівень міцності на вигин досліджуваного композиту може бути не граничним, якщо припустити, що в рідкій фазі міцність міжфазної границі WC/Cu буде більшою за міцність міжфазної границі при твердофазному спіканні. Однак таке припущення потребує перевірки, оскільки наявність навіть невеликої кількості кобальту в міді, що сприяє зменшенню кута змочування карбиду вольфраму міддю [231, 316], може підвищити міцність міжфазної границі WC/Cu, яка сформована і в твердій фазі.

З метою аналізу причин тієї чи іншої міцності зразків було досліджено їх поверхню руйнування, рис. 4.5.9. З представлених на цьому рисунку знімків

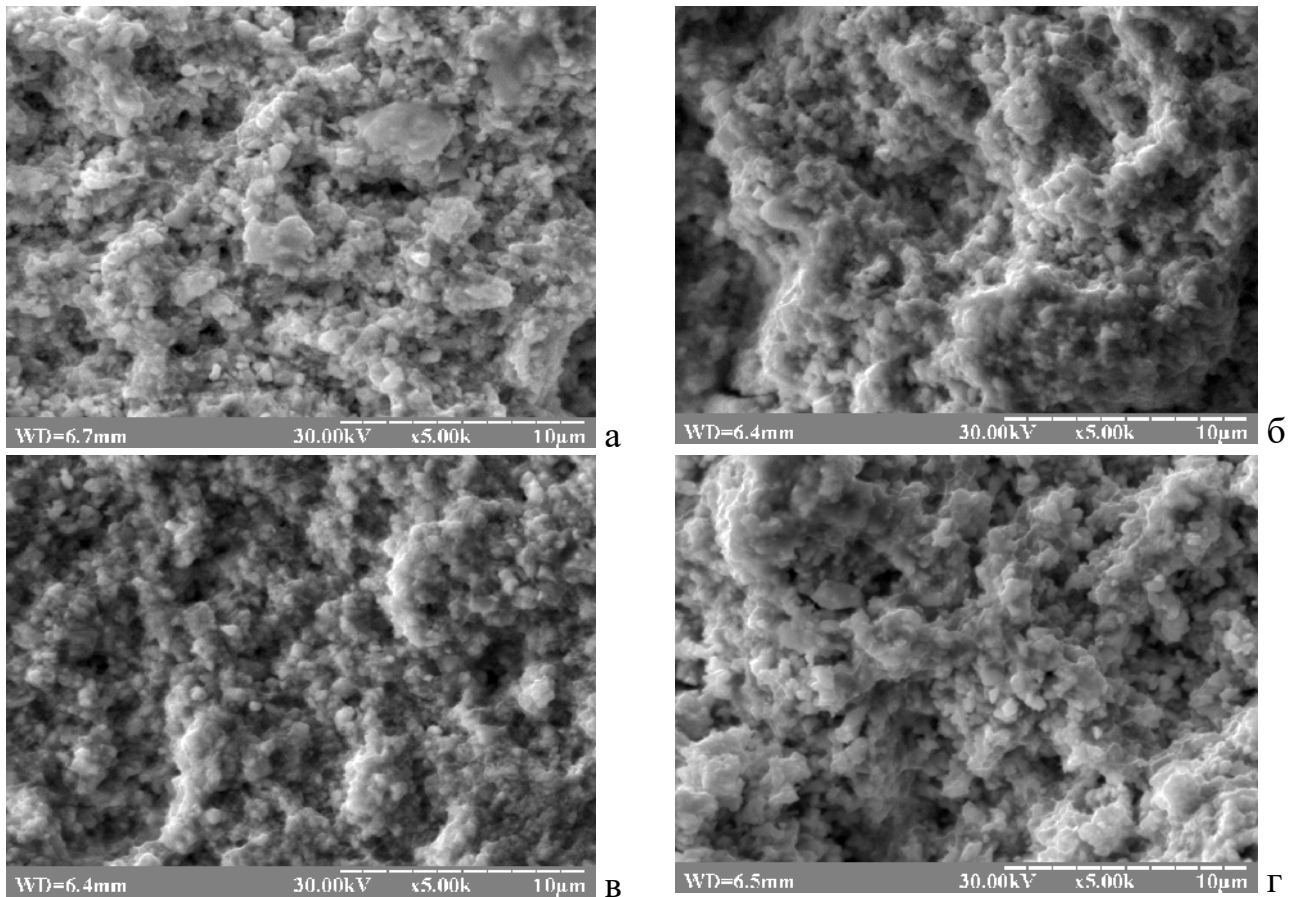


Рис. 4.5.9. - Поверхня руйнування зразків композиту WC-36 мас. % Cu, які отримані ударним ущільненням при температурах 850 (а), 950 (б), 1050 (в) та вільним спіканням при 1150 °C (г)

поверхні руйнування зразків можна зробити, мабуть, два ствердних висновки: про наявність у зразках дрібнозернистої структури та про відсутність зруйнованих карбідних частинок. Що стосується виявлення слабких елементів структури, по яким йде руйнування зразків, то при досягнутому збільшенні структури поверхні

руйнування або при наявній роздільній здатності мікроскопа РЕМ-200 ідентифікувати частку руйнування по мідній зв'язці чи по міжфазній границі важко.

Крім міцності на вигин та тріщиностійкості інтерес представляли і такі властивості зразків, як міцність і пластичність при стисканні. Як відомо, випробування на стискання є більш «м'якою», ніж вигин схемою навантаження і тому зразки менш «чутливі» до таких дефектів структури, як пористість та слабкі границі. Крім того, при стисканні відносно крихких матеріалів можна виявити певний рівень пластичності. Результати випробування зразків на стискання наведено на рис. 4.5.10 з яких слідує, що міцність і пластичність зразків, які отримані у твердій фазі, істотно змінюються при збільшенні температури ударного ущільнення. Найвища міцність 1840 МПа була досягнута на зразках, які отримані ударним ущільненням за температури 1050 °С. При зниженні температури ущільнення до 750 °С міцність зменшилася до 830 МПа. При цьому пластичність зразків, які отримані за низьких температур, близька до нуля, але вона різко

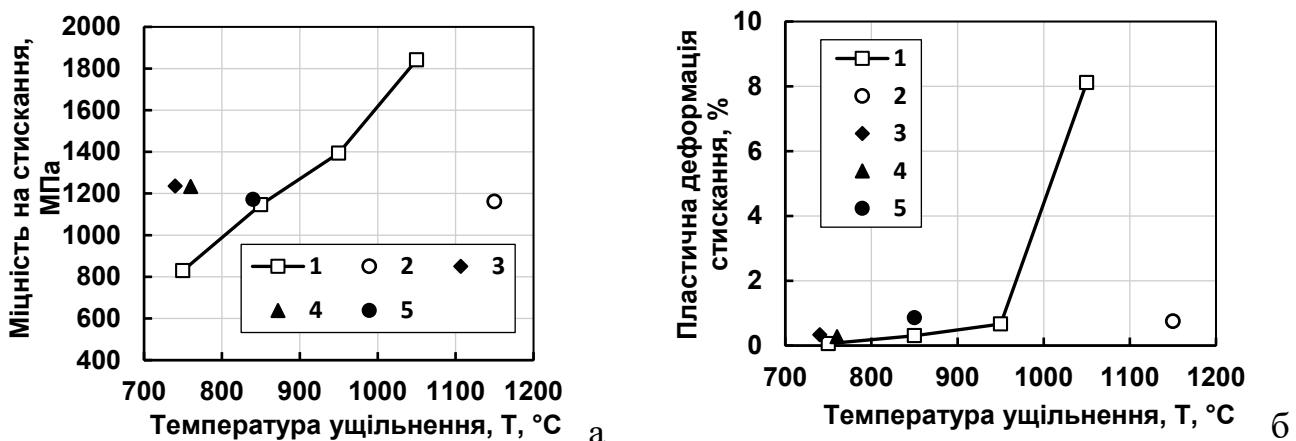


Рис. 4.5.10. – Зміна міцності (а) та пластичності (б) при стисканні композиту WC–36 мас.% Cu залежно від температури та методу ущільнення. 1-ударне ущільнення, 2-вільне спікання, 3-дворазове ударне ущільнення, 4-ударне ущільнення після спікання при 900 °С, 5-ударне ущільнення після ізотермічної витримки 120 хв

збільшується до 8 % у разі ущільнення зразків при 1050 °С. Міцність та пластичність при стисканні зразків, які отримані спіканням у рідкій фазі, дорівнює 1160 МПа та 0,75 % відповідно. Причина наявності сильного впливу температури на міцність та пластичність зразків пов'язана з якістю сформованих при даній температурі міжфазних границь WC/Cu.

На відміну від міцності на стискання та інших механічних властивостей даного композиту твердість зразків, які отримані ударним ущільненням за різних

температур, виявилася слабо залежною від температури ущільнення, рис. 4.5.11.

Більш того, найвища твердість, 4150 МПа, вийшла на зразках, ущільнених при 750 °С. Підвищення температури ударного ущільнення до 1050 °С спричинило

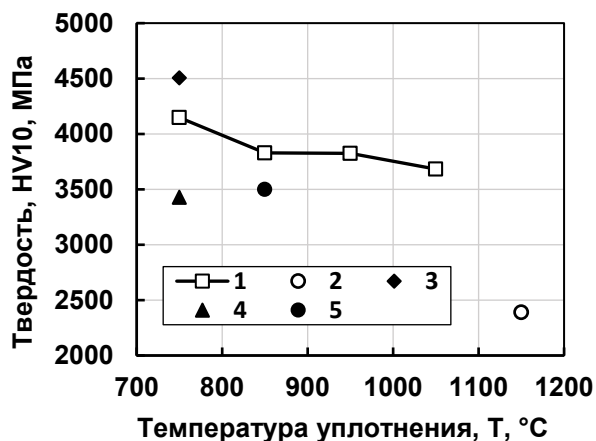


Рис. 4.5.11. – Твердість за Віккерсом композиту WC-36 мас. % Си в залежності від температури та методу ущільнення. Позначення як на рис. 4.5.10

зниження твердості до 3680 МПа. Зразки, спечені в рідкій фазі, мають нижчий рівень твердості – 2390 МПа. Цей рівень твердості вільно спечених зразків може бути обумовлений як наявністю більш крупнозернистої структури, див. рис. 4.5.7Г, так і підвищеним рівнем пористості (11,6 %), рис. 4.5.6. У той же час наявність пористості 8,5 % на зразках, які отримані ударним ущільненням при 750 °С, не знизило твердість зразків, хоча зниження твердості могло бути перекрито

збільшенням твердості за рахунок збереження більш дрібнозернистої структури. З цього випливає, що така властивість композиту як твердість не дозволяє повною мірою оцінити якість матеріалу. Більше того, важко провести повноцінне порівняння аналогічних матеріалів за єдиною механічною характеристикою такою, як твердість. Наприклад, аналогічний композит 50WC-50Cu (об'ємні частки) було отримано у роботі [238] методом гарячого пресування. За наявності у цьому композиті пористості 8% та середньому розмірі частинок карбиду вольфраму 2 мкм зразки мали досить високу твердість, точніше мікротвердість – 3950 МПа. Однак через відсутність інших механічних властивостей важко зробити висновок про ідентичність нашого та іноземного композитів.

Проведення різних механічних випробувань зразків дозволяє об'єктивно оцінити якість матеріалу. У нашому випадку, знання таких властивостей як міцність на вигин, тріщиностійкість, міцність і пластичність при стисканні, дає можливість стверджувати, що досить якісні зразки композиту WC-36 мас. % Си можна отримати методом ударного ущільнення у твердій фазі при температурі 1050 °С.

### 4.5.3. Ущільнення суміші порошків карбиду вольфраму WC та інтерметаліду Ni<sub>3</sub>Al з об'ємним вмістом 55 % (37 мас. %)

Ущільнення сирих брикетів із порошкової суміші WC-55 об.% Ni<sub>3</sub>Al за допомогою удару в обраному діапазоні температур призводить до отримання зразків з відносно високою щільністю, рис. 4.5.12а [334]. Зокрема, при низькій температурі ущільнення (1160 °C) відносна щільність зразків виходить на рівень 96,5 %, а за високої температури ущільнення (1330 °C) – 97%.

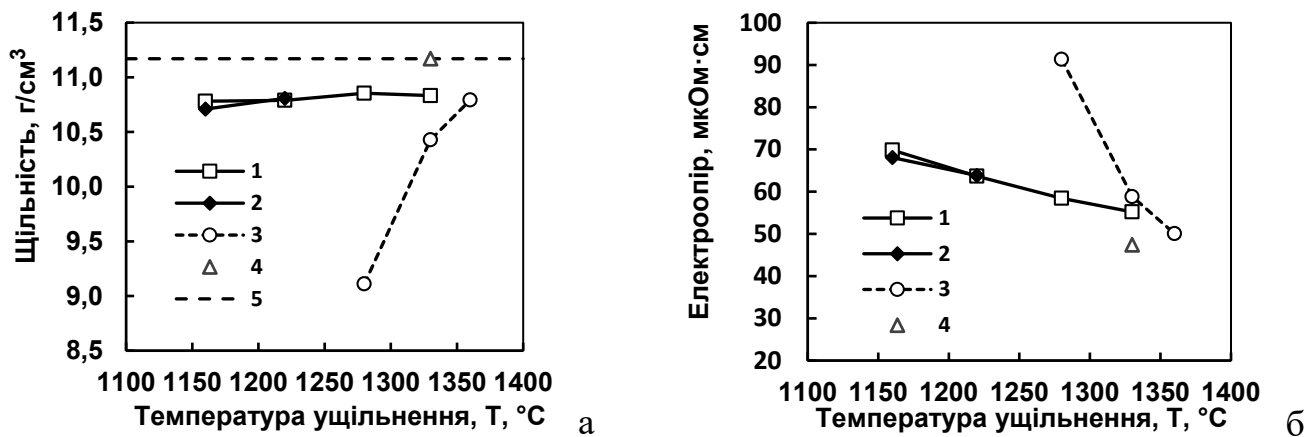


Рис. 4.5.12. – Залежність щільності (а) та питомого електроопору (б) від температури та способу ущільнення порошкового композиту WC–55об.% Ni<sub>3</sub>Al: 1, 2 – ударне ущільнення з витримкою 20 і 45 хв, 3 – вільне спікання, 4 – комбінована обробка (ударне ущільнення + вільне спікання); 5 – адитивна щільність суміші порошків 37Ni<sub>3</sub>Al-60,5WC-2,5W<sub>2</sub>C (мас. %) дорівнює 11,17 г/см<sup>3</sup>

Збільшення тривалості ізотермічної витримки перед ударним ущільненням з 20 до 45 хв при температурах ущільнення 1160 і 1220 °C не забезпечило підвищення щільності зразків. Звичайне спікання сирих брикетів дозволило отримати щільність лише на рівні 96,6 % лише за температури 1360 °C. При зниженні температури звичайного спікання щільність зразків різко падає, рис. 4.5.12а. Примітним є той факт, що додаткове вільне спікання при 1330 °C брикетів, які попередньо ущільнені під дією удару при температурі 1220 °C і які при цьому мали пористість 3,3%, сприяло усуненню цієї пористості, рис. 4.5.12а (світлий трикутник). При оцінці досягнутої щільності даного композиту в результаті ударного ущільнення важливо відзначити, що його відносна щільність практично не відрізняється від відносної щільності одного інтерметаліду (без карбідних частинок WC), ущільненого в такому ж діапазоні температур (див. параграф 4.2.4). Тобто додавання в порошок

інтерметаліду великої кількості частинок карбіду вольфраму (45 об. %) не загальмувало процес ущільнення при застосуванні ударного навантаження.

Другим важливим фактором (після щільності), що визначає якість композиту, є міцність міжчастинкових границь. Для попередньої оцінки якості границь можна використовувати величину питомого електроопору зразків. Залежність питомого електроопору зразків від температури та способу їх ущільнення показана на рис. 4.5.12б. Як видно з даного рисунку, підвищення температури ущільнення сирих брикетів призводить до зниження питомого електроопору, що є закономірним явищем у зв'язку зі зниженням пористості зразків. Але різке зменшення електроопору зразків з підвищенням температури ущільнення в даному випадку може бути пов'язане і з поліпшенням якості границь у композиті. Однак величина питомого електроопору практично щільного зразка, що дорівнює 47,4 мкОм·см, істотно вище за теоретичне значення, що відповідає рівню 27,5–31,5 мкОм·см і розрахованого за кількома методиками, запропонованими в роботі [291], і з урахуванням того, що електроопір WC дорівнює 19,3 мкОм·см, а  $Ni_3Al$  - 38 мкОм·см. На даному етапі дослідження питання про причини високого електроопору зразків залишається відкритим, але інтерес представляла мікроструктура отриманих зразків у плані оцінки розміру та розподілу структурних складових. Знімки плоскої полірованої поверхні представлені на рис. 4.5.13. Як видно з цього рисунку, розподіл карбідних частинок не є рівномірним. Спостерігаються скупчення як карбідних частинок (світлі частинки), так і інтерметалідної фази (темні ділянки). Така структура зразків відображає, швидше за все, структуру підготовленої порошкової суміші з  $Ni_3Al$  і WC, що характеризується чергуванням великих частинок інтерметаліду та скупчень дрібних частинок карбіду вольфраму. Ущільнення такої суміші під тиском при низьких температурах не дозволяє здійснити перерозподіл карбідних частинок. Тому в ущільненому зразку фіксується такий ступінь розподілу компонентів, який був в порошковій суміші. При підвищенні температури спікання зразків відбувається деякий перерозподіл компонентів, і мікроструктура зразків стає більш рівномірною, як це видно, наприклад, на рис. 4.5.13в. Але перерозподіл карбідних частинок може бути ускладнено і за високої температури, якщо зразок перед цим був ущільнений до високої щільності за допомогою удару.

Мікроструктура зразка, який був ущільнений ударом при 1220 °С, а потім додатково спечений при 1330 °С і мав практично 100% щільність, показана на рис. 4.5.13г.

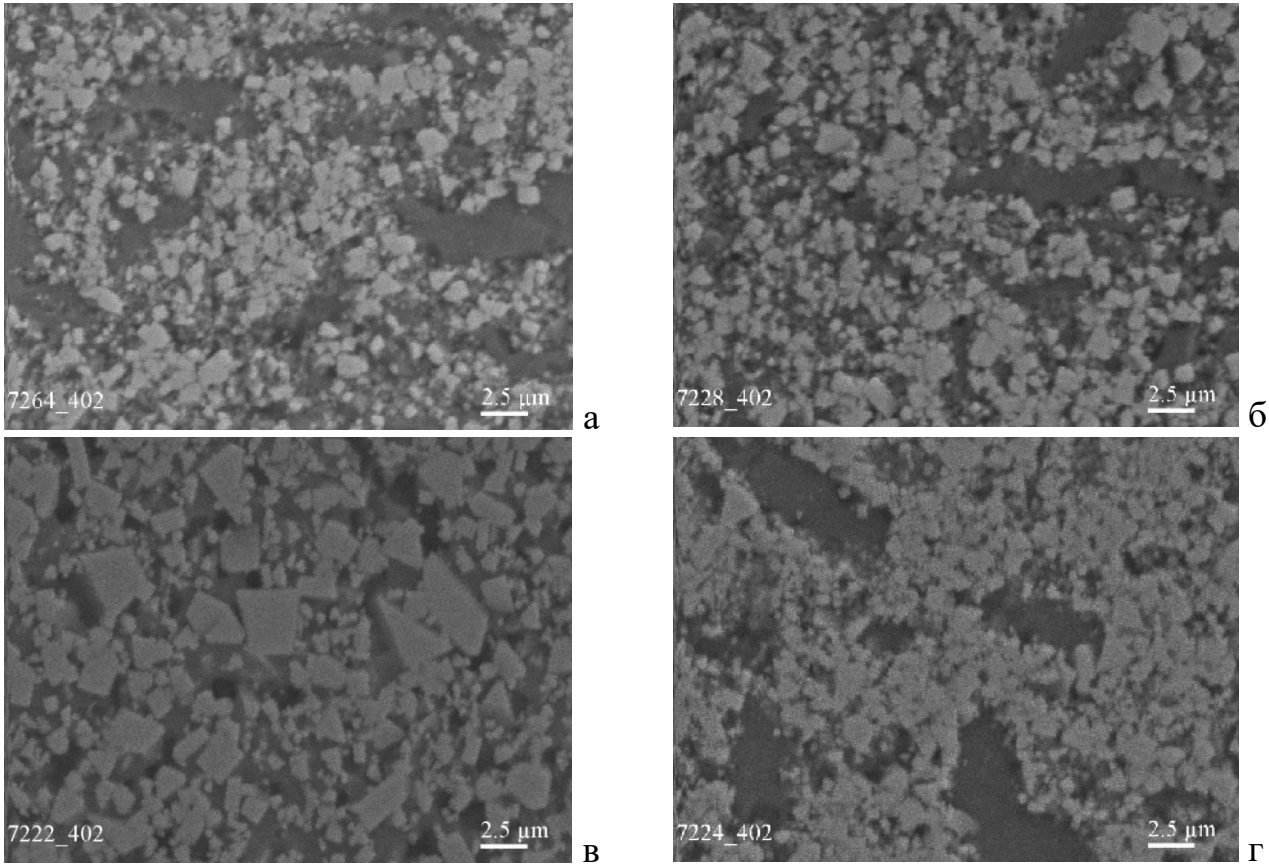


Рис. 4.5.13. - Мікроструктура композиту WC-55 об.% Ni<sub>3</sub>Al, який отримано ударним ущільненням при 1220 °С (а) і 1330 °С (б), вільним спіканням при 1360 °С (в) і комбінованим методом – ущільнення при 1220 °С + спікання при 1330 °С (г)

Для оцінки механічних властивостей зразків були визначені міцність зразків на вигин та на стискання, значення яких в залежності від температури та методу ущільнення показані на рис. 4.5.14. Важливим результатом цих залежностей є те, що

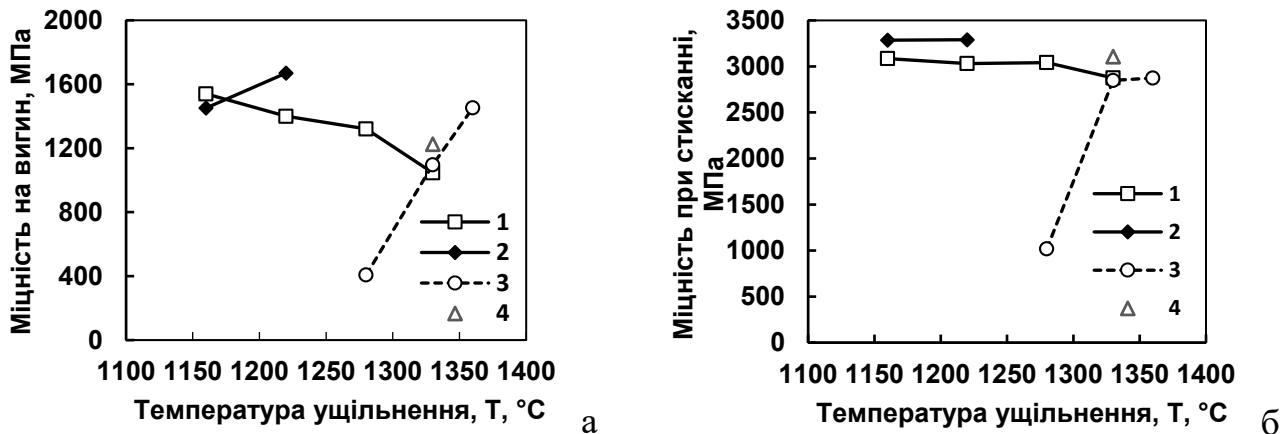


Рис. 4.5.14. – Залежність міцності на вигин (а) та стискання (б) від температури та способу ущільнення порошкового композиту WC-55 об. % Ni<sub>3</sub>Al: 1 – ударне ущільнення з витримкою 20 хв, 2 – ударне ущільнення з витримкою 45 хв, 3 – вільне спікання, 4 – комбінована обробка (ударне ущільнення + вільне спікання)



найбільша міцність на вигин та на стискання зразків спостерігається для процесу ударного ущільнення при низькій температурі. При цьому збільшення тривалості ізотермічної витримки до 45 хв перед ударним ущільненням при температурі 1220 °С призвело до підвищення міцності на вигин до рівня 1670 МПа, а міцності на стискання до 3290 МПа. Максимальна міцність зразків, які отримані вільним спіканням у вакуумі при 1360 °С, дорівнює 1400 МПа у разі вигину і 2875 МПа у разі стискання.

Досягнутий рівень міцності на вигин зразків, які ущільнені при низькій температурі, є досить високим, оскільки він відповідає рівню міцності на вигин аналогічних композитів [248, 252, 255], але такий рівень майже вдвічі менше за міцність на вигин композиту з кобальтовою матрицею при такому ж її об'ємному вмісті у композиті, який отримано нами також низькотемпературним ударним ущільненням (див. параграф 4.4.4). У той же час міцність даного композиту на стискання виявилася такою самою, як у композиту з кобальтовою зв'язкою.

Отже, при виготовленні виробів, що працюють в умовах стискаючих навантажень композит з інтерметалідною зв'язкою може забезпечити гідну заміну композиту з кобальтовою зв'язкою. Більше того, у композиту з інтерметалідною зв'язкою виявилася ще одна гідність та перевага по відношенню до композиту з кобальтовою зв'язкою. Йдеться про величину границі текучості на стискання зразків. Дані по границі текучості при стисканні досліджуваного композиту з інтерметалідною сполукою, які представлені на рис. 4.5.15а, свідчать про реалізацію

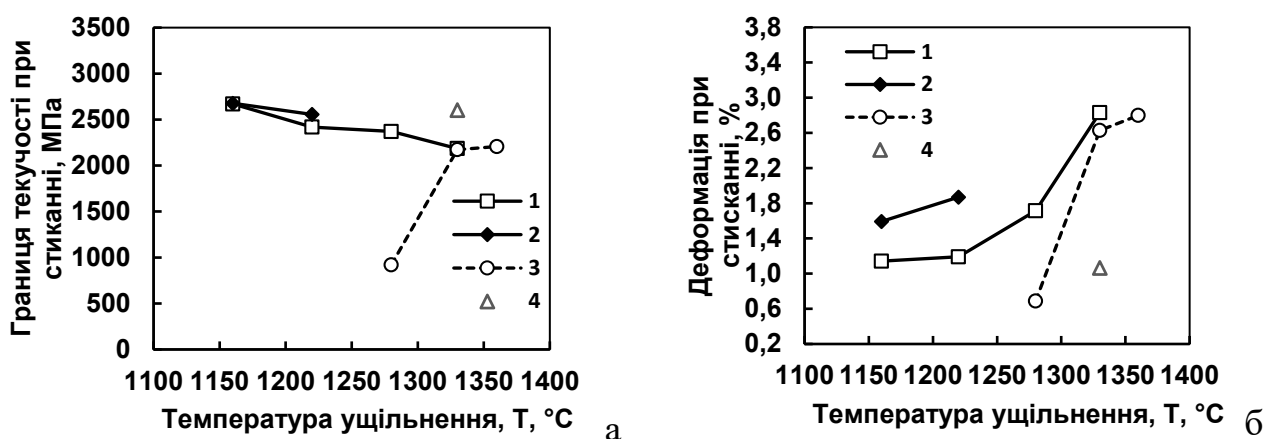


Рис. 4.5.15. – Залежність границі текучості при стисканні (а) та пластичної деформації при стисканні (б) від температури та способу ущільнення порошкового композиту WC – 55 об. % Ni<sub>3</sub>Al. Позначення як на рис. 4.5.14

дуже високих значень границі текучості, що досягає величини 2700-2500 МПа на зразках, які ущільнені відповідно при температурах 1160-1220 °С. Цей рівень границі текучості вище в 1.5 рази границі текучості композиту з аналогічним вмістом кобальтової зв'язки, що відповідав значенню 1800-1600 МПа. У той же час необхідно відзначити і той факт, що висока границя текучості даного композиту супроводжується відносно низькою пластичністю, значення якої в залежності від температури ударного ущільнення показано на рис. 4.5.15б. Зокрема, при температурі ударного ущільнення 1160 °С композит має пластичність 1,2-1,6 %, а ущільнення композиту при температурі 1330 °С призводить до підвищення пластичності до 2,8 %, що може бути цілком достатнім для випадків експлуатації виробів в умовах дії стискаючих навантажень.

Важливими характеристиками таких композитів є тріщиностійкість і твердість. Тому результати визначення значень цих властивостей в залежності від температури та методу ущільнення брикетів показано на рис. 4.5.16.

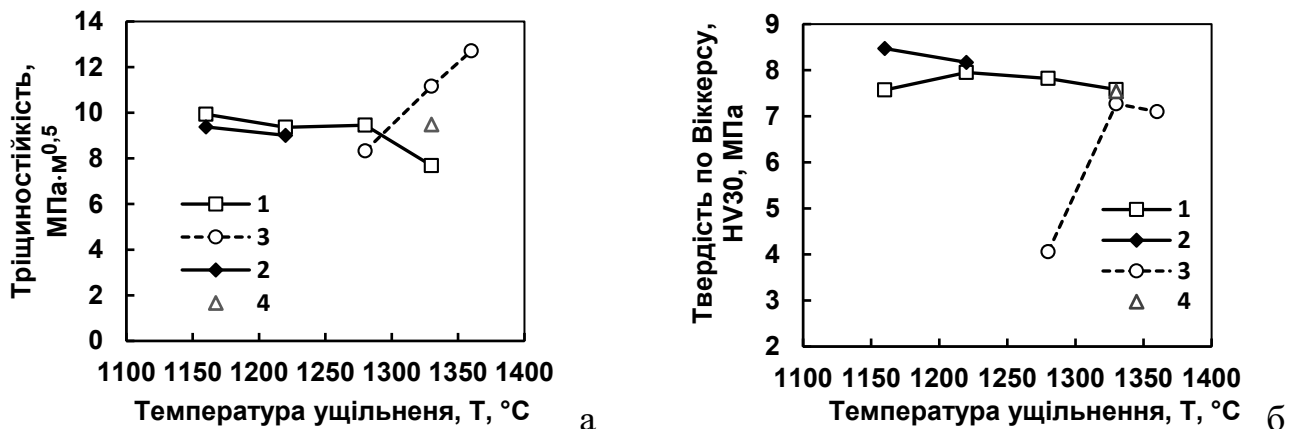


Рис. 4.5.16. – Залежності тріщиностійкості (а) та твердості (б) від температури та способу ущільнення порошкового композиту WC-55 об. % Ni<sub>3</sub>Al: ударне ущільнення з витримкою 20 хв (1) та 45 хв (2), вільне спікання (3), комбінована обробка: ударне спікання + вільне спікання (4)

Тріщиностійкість зразків, які отримані ударним ущільненням, також вийшла найбільшою для зразків, ущільнених при низькій температурі, але вона виявилася нижчою за тріщиностійкість зразків, отриманих вільним спіканням при високих температурах. Одна з найбільш вірогідних причин вищої тріщиностійкості спечених при високій температурі зразків пов'язана з більш крупнозернистою структурою і більш рівномірним розподілом карбідних частинок в інтерметалідної матриці. Підтвердженням того, що більш висока тріщиностійкість може бути обумовлена

більш крупнозернистою структурою, а, отже, товстішими прошарками інтерметалідної фази, є поверхня руйнування зразків, представлена на рис. 4.5.17.

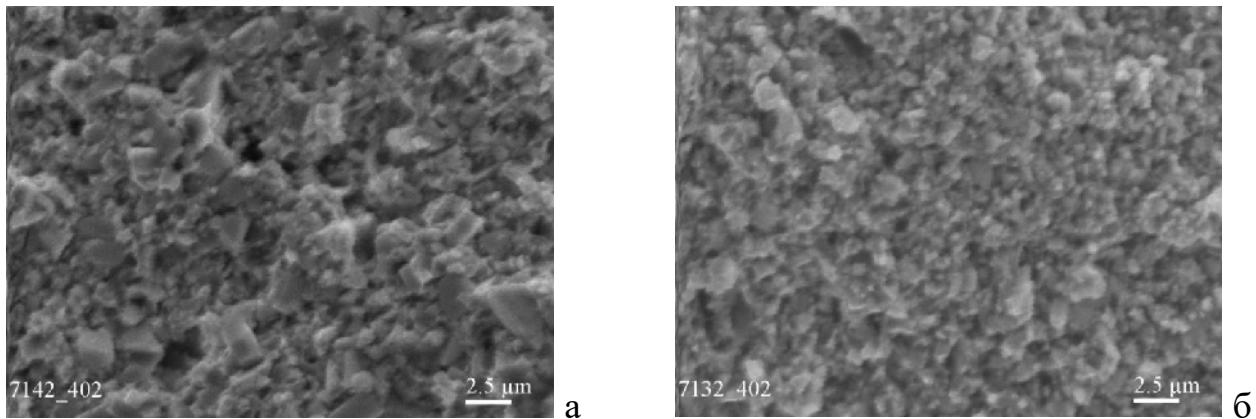


Рис. 4.5.17. – Поверхня руйнування зразків композиту WC-55 об. % Ni<sub>3</sub>Al після їх ущільнення при температурі 1330 °С методами вільного спікання (а) та ударного ущільнення (б)

На відміну від тріщиностійкості, твердість зразків є найбільшою у випадку їх ущільнення під дією удару при низьких температурах, рис. 4.5.16б. При цьому збільшення ізотермічної витримки перед ударом підвищує твердість зразків до рівня 8500 МПа в той час, як максимальна твердість спечених зразків дорівнює 7270 МПа. Твердість подібних по типу композитів, яка подана у зарубіжних роботах, наступна. Інтерметалідний композит з 32 об.% WC має твердість 7000 МПа [248], композит з об'ємним вмістом карбідних частинок 60% має твердість 8540 МПа [253], а композити з 70 об. % WC досягають значень твердості на рівні 9700 МПа [252].

Таким чином, представлені в даній роботі результати досліджень щільності, мікроструктури та властивостей композиційного матеріалу на основі карбиду вольфраму та інтерметаліду Ni<sub>3</sub>Al з об'ємним вмістом останнього 55 % та отриманого ударним ущільненням показують, що більш високі механічні властивості, за винятком тріщиностійкості, характерні для зразків, які отримані ударним ущільненням за низької температури, 1160 °С. Крім того, важливо відзначити, що досить високий рівень механічних властивостей композиту реалізовано за допомогою низькотемпературного ударного ущільнення на інтерметаліді невисокої якості (з підвищеним вмістом шкідливих домішок) та порошкової суміші з невисоким ступенем рівномірності в розподілі компонентів. Тому потенційні можливості методу ударного ущільнення у даному випадку не реалізовані повною мірою.

## РОЗДІЛ 5. ОБГОВОРЕННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНИХ ДОСЛІДЖЕНЬ

### 5.1. Аналіз процесів ущільнення та спікання під впливом ударного навантаження однофазних порошків

#### 5.1.1. Ущільнення та спікання під впливом удару порошку міді

Одні з перших результатів по ударному ущільненню і спіканню металевих порошків були отримані на мідному порошку ПМС-1. Проведення ударного ущільнення мідного порошку у вакуумі за різних температур (від кімнатної до передплавильної) дозволило встановити температуру, при якій відбувається міцне з'єднання між частинками порошкової міді. В даному експерименті і при вибраних температурах ударного ущільнення такою температурою виявилася температура 450 °С, оскільки за цієї температури ущільнення зразок має максимальну міцність при розтягуванні. Поки важко сказати, що ця температура є нижньою границею, при якій відбувається захоплювання між частинками, оскільки нижча температура ущільнення була 250 °С, і вона не забезпечувала утворення міцних границь між частинками, а проміжної температури ударного ущільнення між 250 і 450 °С в експерименті не було. Проте температура 450 °С є відносно низькою для формування за тисячні частки секунди міцного зв'язку між частинками, оскільки з літературних джерел динамічного гарячого пресування міді [113] температура утворення міцного зв'язку між мідними пластинами була 750 °С.

#### Оцінка ступеню деформації

Для прояву захоплювання між частинками, як було показано раніше, велике значення має величина пластичної деформації при ущільненні порошку. Тому важливо знати, яка деформація мала місце при ущільненні порошку у цьому випадку. Для оцінки рівня деформації слід розглянути схему ущільнення та деформації конкретного порошкового брикету. Схема ущільнення та деформації порошкового брикету при температурі 450 °С показано на рис. 5.1 з якої випливає, що загальна пластична деформація частинок порошку складається з двох частин. Одна частина включає деформацію частинок за рахунок збільшення щільності або зменшення пористості, а друга частина пов'язана з радіальною деформацією вже

ущільненого зразка. Якщо ступінь радіальної деформації легко визначити, то ступінь деформації частинок при їх ущільненні без радіальної деформації, тобто як би в жорсткій матриці, визначити непросто через неоднозначні теоретичні рекомендації, розглянуті в параграфі 1.3. Тому важливе значення при оцінці пластичної деформації частинок має експеримент із ущільнення конкретного порошку в матриці, що дозволяє найбільш точно оцінити рівень пластичної

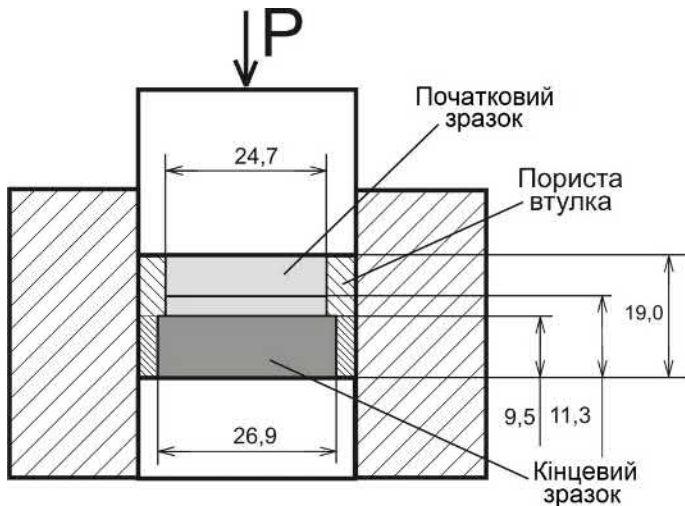


Рис. 5.1. – Спрощена схема ущільнення пористої заготовки із порошку ПМС-1. Представлені початкові та кінцеві розміри заготовки в мм. Висота 11,3 мм відповідає висоті компактної заготовки за умови відсутності радіальної деформації

розглянутого мідного порошку.

У результаті процес ущільнення даного порошку в жорсткій матриці описується з дуже високою точністю (коефіцієнт детермінації  $R^2=0,9997$ ) наступним рівнянням:

$$p = 1140 \sqrt{2/3} \sqrt{\frac{\rho^{8,359}}{1-0,808\rho^{12,51}}} = 930,8 \frac{\rho^{4,18}}{\sqrt{1-0,808\rho^{12,51}}} \quad (5.1.1)$$

Отримана залежність та експериментальні точки щодо ущільнення мідного порошку показані на рис. 5.2а. Ця залежність дозволяє (див. параграф 3.1) визначити величину пластичної деформації частинок при їх ущільненні в заданому діапазоні зміни відносної щільності. Якщо щільність при ущільненні змінюється в інтервалі від 0,3 до 0,995, тоді ступінь пластичної деформації дорівнюватиме 0,279. Цікаво

деформації частинок, як це було показано в параграфі 2.1. Оскільки власних даних щодо ущільнення порошку ПМС-1 у жорсткій матриці у нас поки немає, то скористаємося експериментальними даними М. Ю. Бальшина, наведеними у роботі [129]. Апроксимація цих експериментальних даних, запропонованим у параграфі 2.1, нетрадиційним рівнянням (2.34) дозволила встановити постійні параметри цього рівняння, що відповідають ущільненню

порівняти цей ступінь деформації з величиною, яка розрахована за формулою М. Ю. Бальшина (див. параграф 1.3 формула (1.57)) і яка дорівнює 0,345. Поки важко сказати, яка величина пластичної деформації відповідає дійсності, але, з одного боку, різниця між величинами не дуже велика, а, з іншого боку, точність опису процесу ущільнення рівнянням М. Ю. Бальшина є нижчою, оскільки його розрахункові значення тиску для конкретної щільності не збігаються з експериментальними значеннями. У той же час можна використовувати ще одне

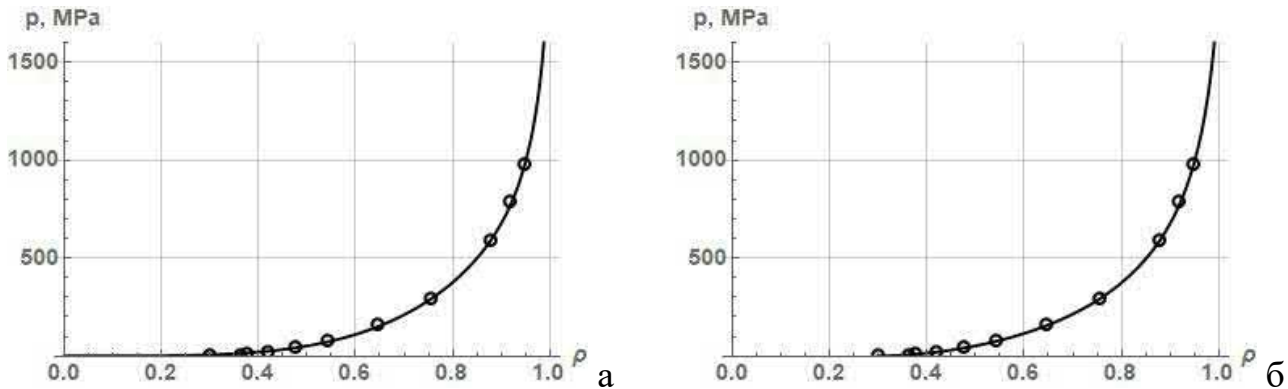


Рис. 5.2. – Апроксимаційні залежності (суцільна лінія) експериментальних даних щодо ущільнення мідного порошку ПМС-1 (круглі символи) за рівнянням (2.32), що не враховує початкову щільність (а) та за рівнянням (2.37), що враховує початкову щільність (б) порошку, засипаного в матрицю

апроксимаційне рівняння для опису процесу ущільнення порошку, яке враховує той факт, що процес ущільнення порошку починається не з нульової щільності, а з певної початкової щільності, що не дорівнює нулю. Для такого випадку в параграфі 2.1 наведено рівняння (2.39), апроксимація яким експериментальних даних М. Ю. Бальшина [166] щодо ущільнення міді призводить до наступного рівняння:

$$p = 549 \sqrt{\frac{2}{3}} \cdot \frac{(1-0.3)^{(0.5 \cdot 1,5234 - 1,7848)} (\rho - 0.3)^{1,7848}}{\sqrt{(1-0.3)^{1,5234} - 0,9434 (\rho - 0.3)^{1,5234}}} = 644.7 \cdot \frac{(\rho - 0.3)^{1,785}}{\sqrt{0.582 - 0,943 (\rho - 0.3)^{1,523}}}. \quad (5.1.2)$$

Отримана за цим рівнянням апроксимаційна залежність наведена на рис. 5.1.2б і вона дозволила описати процес ущільнення мідного порошку з надзвичайно високою точністю, при якій значення коефіцієнта детермінації  $R^2$  вийшло гранично високим -  $R^2=0,9999$ . Іншою виявилася і величина пластичної деформації частинок, розрахована з використанням постійних параметрів даної апроксимаційної залежності. Нагадаємо, що величина чи інтенсивність пластичної деформації (не зсувної) визначається за формулою (2.40), див. параграф 2.1. Ця величина після чисельного інтегрування вийшла рівною 0,566 при зміні відносної щільності від 0,3

до 0,995, що вдвічі вище від ступеня деформації, розрахованої за рівнянням (2.36), що не враховує початкову щільність. Не виключено, що саме ця величина пластичної деформації відповідає істинній деформації частинок, оскільки границя текучості мідних частинок, яка визначена також завдяки даному апроксимаційному рівнянню і дорівнює 549 МПа, більшою мірою відповідає дійсності, ніж границя текучості 1140 МПа, визначена по апроксимації, яка не враховує початкову щільність. Отже, одна частина пластичної деформації мідних частинок дорівнює 56,3%. Однак, при цьому необхідно враховувати, що дана величина деформації виходить при ущільненні порошку від початкової щільності  $\rho_0=0,3$  до кінцевої щільності  $\rho_k = 0,995$ . Але гарячому ударному ущільненню піддається не вільно насипаний порошок, а попередньо спресований при кімнатній температурі і тиску 100 МПа брикет, у якого початкова щільність більша і в нашому випадку вона дорівнює 0,57. Теоретична початкова щільність брикету з мідного порошку, дослідженого М. Ю. Бальшин, дорівнює 0,56 при тиску 100 МПа. Розрахунок пластичної деформації порошку при його ущільненні від щільності 0,3 до щільності 0,56 дає величину 6,1%. Отже, пластична деформація при гарячому ущільненні брикету становить  $56,3 - 6,1 = 50,2$  %. Це частина пластичної деформації тільки від усунення пористості. Друга частина пластичної деформації пов'язана з радіальною деформацією, і вона визначається як натуральний логарифм відношення квадратів діаметрів (кінцевого та початкового) порошкової заготовки. У даному випадку ступінь деформації дорівнює  $\varepsilon = \ln(d_k^2/d_n^2) = 2\ln(26,9/24,7) = 0.171$ , див. рис. 5.1. Таким чином, загальна деформація мідних частинок у процесі ударного ущільнення при температурі 450 °С становить орієнтовно 67,3%. Такий рівень пластичної деформації є відносно високим, що, ймовірно, сприяє схоплюванню частинок при відносно низькій температурі, 450 °С, ударного ущільнення. Необхідний для схоплювання рівень пластичної деформації неоднозначний, оскільки залежить від різних чинників і, зокрема, від рівня гідростатичного тиску. Але в цьому випадку він виявився достатнім. Тут доцільно відзначити роботу [109], в якій було показано, що при ударному зварюванні металів у вакуумі зі швидкістю деформування (швидкість інструменту) близько 10 м/с схоплювання забезпечується за ступенем пластичної деформації контактних поверхневих шарів на рівні 30-40 %.

### Термічна активація схоплювання

Пластична деформація є основою механічної активації процесу схоплювання. У той же час температура, при якій відбувається деформація, є причиною термічної активації схоплювання. Тому спираючись на положення кінетичної теорії міцності матеріалів, розглянутої в параграфі 1.2.5, інтерес викликає можливість оцінки температури, за якої може відбуватися схоплювання між частинками за тисячні частки секунди за рахунок однієї термічної активації. Для проведення такої оцінки можна використовувати формулу (1.7) у параграфі 1.2.4, де основною термодинамічною характеристикою є енергія активації сублімації атомів металу  $E_0$ . Для міді величина цієї енергії відповідно до довідника [105] та роботи [335] дорівнює  $\sim 339$  кДж/моль. Розрахунок величини температури деформації для забезпечення термічної активації процесу схоплювання за час високошвидкісної деформації  $\tau$  (рівне кільком тисячним часткам секунди) можна проводити за перетвореною формулою (1.7):

$$T = \frac{(E_0/2) - \gamma\sigma}{R \cdot \ln(\tau/\tau_0)} \quad (5.1.3)$$

де;  $T$  – абсолютна температура процесу,  $E_0$  – енергія активації сублімації;  $\sigma$  - діюче напруження;  $\gamma$  - коефіцієнт перенапруження;  $R$  - універсальна газова постійна ( $R=8,31446$  Дж/моль К);  $\tau_0 = 10^{-13}$  с - період власних коливань атомів.

На думку авторів роботи [119] величина добутку  $\gamma\sigma$  у чисельнику цієї формули істотно менша за половину енергії активації сублімації  $E_0$ . Тому для початку можна визначити температуру утворення металевих або міжатомних зв'язків без дії механічного напруження за час, що дорівнює кільком тисячним часткам секунди. Якщо цей час взяти  $\tau = 0,003$  с, що відповідає тривалості процесу ударного ущільнення порошку, то за цей час утворення міжатомних зв'язків у мідному зразку відбудеться при температурі  $612$  °С ( $0,65$  Тпл). Отже, за цієї температури може статися схоплювання між частинками мідного порошку навіть без дії механічного навантаження. У разі дії зовнішнього навантаження температура схоплювання порошку буде меншою. На жаль, через складність визначення величини  $\gamma$  у даному випадку важко заздалегідь знати величину добутку  $\gamma\sigma$  і, отже, ступінь зниження температури для забезпечення схоплювання між частинками. Проведений



експеримент по гарячому ударному ущільненню мідного порошку показав, що міцні зразки або міцний зв'язок між частинками утворюється, принаймні, при температурі 450 °С. Цей факт свідчить, що тиск при ударному ущільненні порошку дозволяє знизити температуру схоплювання між частинками. В даному випадку тиск порядку 1200 МПа привів до зниження температури схоплювання на 162 °С по відношенню до температури схоплювання без напруження. Інтерес у зв'язку з цим викликає оцінка величини коефіцієнта перенапруження  $\gamma$ , а точніше величини так званого активаційного об'єму, оскільки розмірність параметра  $\gamma$  відповідає розмірності об'єму – м<sup>3</sup>. Розрахунок величини цього параметра дає значення  $\gamma=26,0$  Дж/(моль·МПа) або 26,0 см<sup>3</sup>/моль. Але поки що важко говорити про ступінь відповідності величини цього параметра дійсності. Питання про істинність розрахованого нами параметра  $\gamma$  для випадку гарячого ударного ущільнення у вакуумі порошку міді при 450 °С залишається поки відкритим і вимагає додаткового аналізу і, можливо, проведення додаткових експериментів.

У проведеному експерименті привертає увагу ще один факт, що стосується того, що міцний зв'язок між частинками міді може бути отриманий при температурі ударного ущільнення 250 °С. За цієї температури було два варіанти ущільнення мідного порошку. В одному випадку ущільнювали сирий брикет, який отримано холодним пресуванням порошку при тиску 100 МПа і який мав пористість 44 %, а в іншому випадку ущільнювали брикет, прогрітий при 850 °С протягом 20 хв, і який мав пористість в районі 29 % перед ударним ущільненням. У першому випадку зразок після удару мав пористість 1,3% і міцність на вигин 432 МПа, але був крихким. У другому випадку зразок мав пористість 0,45% і таку ж міцність на вигин, 414 МПа, але був пластичним, що видно на діаграмах випробування зразків при вигину, які показані на рис. 5.3. З цього результату випливає, що міцний зв'язок між металевими частинками міді може бути сформована за тисячні частки секунди і при температурі 250 °С, тобто при температурі нижче за температуру рекристалізації, яка дорівнює 270 °С. Однак в одному випадку (сирий брикет) міцність є недостатньою для забезпечення пластичності зразка (хоча тут необхідно враховувати наявність дрібнозернистої структури), а в іншому випадку міцність міжчастинкової взаємодії така сама, як міжзеренна міцність у звичайній міді, якщо

судити по поведінці зразків при механічному навантаженні. Крім того, структура поверхні руйнування підпеченого зразка після ударного ущільнення при 250 °С

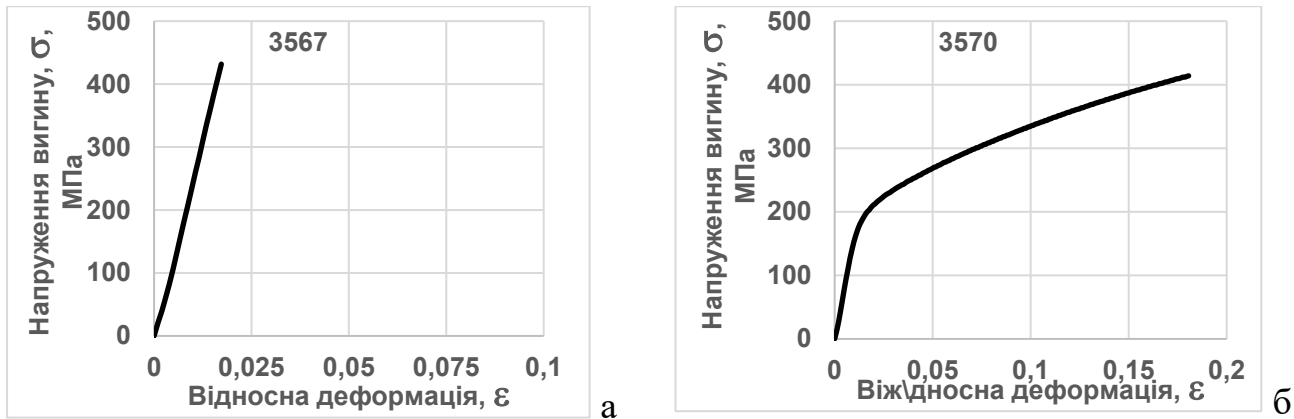


Рис. 5.3. – Залежність напруження при триточковому вигину від відносної деформації мідних зразків, які отримані ударним ущільненням при температурі 250 °С у разі ущільнення сирого (пористість 44 %) брикету (а) та брикету, підпеченого при 850 °С (пористість 29 %)

свідчить про схожість зі структурою поверхні руйнування звичайної міді, що характеризується ямковим зламом, але відрізняється дрібнішим зерном. Отже, підпечений, але пористий брикет з порошку міді може бути отриманий практично щільним і міцним при температурі 250 °С шляхом ударного ущільнення у вакуумі. Важлива інформація про механічні властивості зразків, одержаних ударним ущільненням при температурі 250 °С, впливає при проведенні інших видів випробувань. У разі йдеться про випробування на стискання, де матеріал виявляє меншу «чутливість» до пористості і до міцності міжчастинкових границь. Випробування на стискання показали, що зразок, отриманий ущільненням при 250 °С без попереднього підпікання, має не тільки високу границю текучості та міцності, але й деякий рівень пластичності. У той же час зразок, також ущільнений при 250 °С, але попередньо підпечений, має суттєво меншу границю текучості та суттєво відмінний процес зміцнення. Діаграми стискання зазначених зразків показано на рис. 5.4. Як видно з цього рисунку, діаграми стискання зразків, які ущільнені за однакової температури, істотно відрізняються. Це пов'язано з різною структурою зразків, яка на зразку (а) є більш дрібнозернистою, див. рис.4.1.9 і характеризується більш низькою пластичністю при стисканні. Інтерес викликає характер зміцнення зразків під час пластичної деформації. Із загальної деформації зразків під час стискання, показаної на рис. 5.4, було виділено одну пластичну деформацію, яка

показана на рис. 5.5. Для опису цієї деформації була проведена апроксимація експериментальних даних залежністю  $\sigma = \sigma_0 + a\varepsilon^n$ . Як виявилось, така залежність досить точно описує зміцнення мідних зразків з різною мікроструктурою,

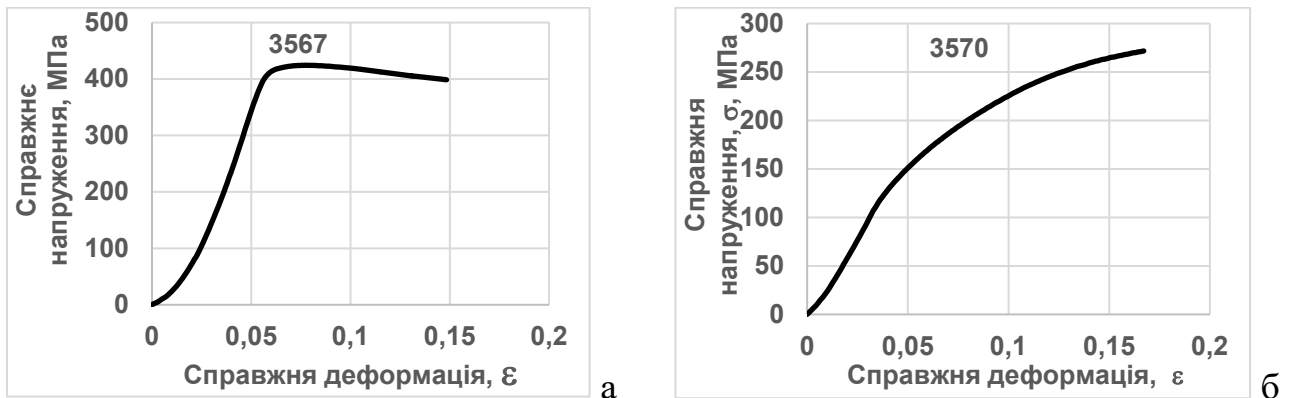


Рис. 5.4.– Залежність напруження стискання від відносної деформації порошкових мідних зразків, які отримані ударним ущільненням при температурі 250 °С у випадку ущільнення сирого брикету (а) та брикету, підпеченого при 850 °С (б)

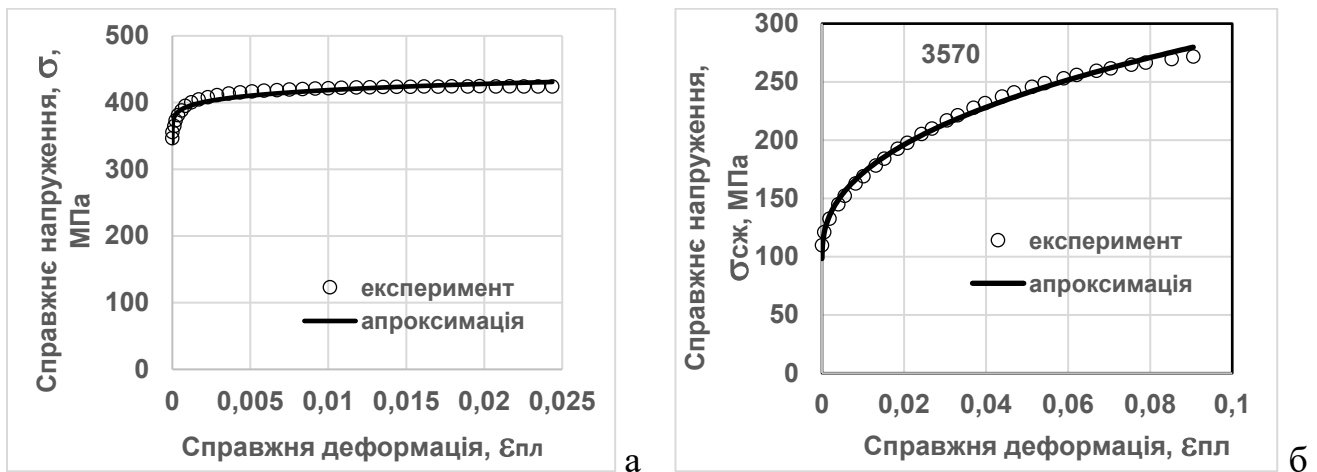


Рис. 5.5. – Діаграми пластичності при стисканні та їх апроксимація для порошкових мідних зразків, які отримані ударним ущільненням при температурі 250 °С у випадку ущільнення сирого брикету (а) та брикету, підпеченого при 850 °С (б)

принаймні, в діапазоні відносних деформацій від 0 до 10-20%. Зокрема зміцнення зразка на рис. 5.5а описується залежністю  $\sigma = 340 + 166\varepsilon^{0,16}$  з точністю  $R^2 = 0.9339$ , а зміцнення зразка на рис. 5.5б – залежністю  $\sigma = 98 + 486\varepsilon^{0,41}$  з точністю  $R^2 = 0.9943$ .

Як видно з проведеної апроксимації, різний характер зміцнення може описуватися одним типом залежності, але постійні параметри цієї залежності суттєво відрізняються для порівнюваних зразків порошкової міді. Така суттєва зміна закону зміцнення пов'язана із зміною мікроструктури зразків за рахунок проходження процесу рекристалізації, спричиненої деформацією частинок порошкової міді при ударному ущільненні. Тобто ударне ущільнення мідного

порошку при досить низькій температурі забезпечує формування не тільки міцного зв'язку між частинками, але проходження релаксаційного процесу, що призводить до зміни структурного стану зразка.

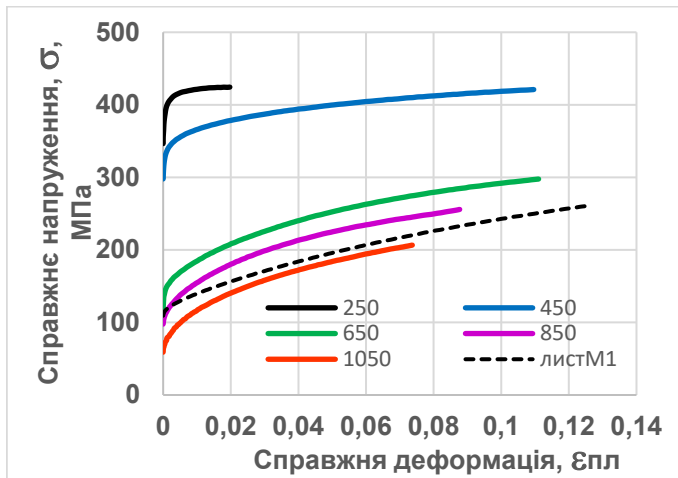


Рис. 5.6. – Експериментальні діаграми пластичності на стискання мідних зразків, які отримані ударним ущільненням порошку при температурах 250, 450, 650, 850 і 1050 °C (суцільні лінії), а також зразка листової міді М1 (штрихова лінія)

Видається важливим показати, наскільки різними є властивості мідних зразків, отриманих з одного і того ж порошку, але мають різну структуру через різні температури ущільнення. Діаграми пластичності на стискання зразків, які отримані при температурах ударного ущільнення від 250 до 1050 °C, показані на рис. 5.6. Подані діаграми добре апроксимуються степеневою залежністю виду  $y=a+bx^n$ . Результати апроксимації експериментальних

діаграм пластичності дають наступні залежності для зразків, ущільнених при температурах:

$$450\text{ °C} \rightarrow \sigma = 279 + 223\varepsilon_{\text{пл}}^{0,205}, (R^2=0.9992);$$

$$650\text{ °C} \rightarrow \sigma = 119 + 448\varepsilon_{\text{пл}}^{0,409}, (R^2=0.9987);$$

$$850\text{ °C} \rightarrow \sigma = 89,5 + 476\varepsilon_{\text{пл}}^{0,424}, (R^2=0.9979);$$

$$1050\text{ °C} \rightarrow \sigma = 55 + 500\varepsilon_{\text{пл}}^{0,453}, (R^2=0.9994);$$

$$\text{і для зразка з листової міді М1} \rightarrow \sigma = 109 + 563\varepsilon_{\text{пл}}^{0,624}, (R^2=0.9995).$$

Таким чином, механічні випробування порошкових зразків і, зокрема, випробування на стискання показали, що температура ударного ущільнення порошку істотно впливає на структуру зразків і, отже, на границю текучості та закон зміцнення при пластичній деформації. При цьому ударне ущільнення мідного порошку забезпечує утворення міцного зв'язку між частинками за тисячні частки секунди при температурі 450 °C.

### ***5.1.2. Ущільнення та спікання під дією удару двох залізних порошків, що відрізняються хімічним складом та розміром частинок***

У попередньому параграфі було показано, що для мідного порошку температура, при якій відбувається міцне з'єднання або схоплювання між нагрітими частинками, вище за температуру рекристалізації міді, але нижче температури термічної активації схоплювання атомів міді за час 0,003 с. При ущільненні залізних порошків має місце така сама картина. Температура міцного з'єднання між дрібними частинками карбонільного заліза марки DIAFE5000 виявилася рівною 600 °С, що вище температури рекристалізації, але вона нижче температури термічної активації схоплювання атомів заліза, яка дорівнює 820 °С (0,6  $T_{пл}$ ) за умови, що енергія активації сублімації заліза дорівнює 418,5 кДж/моль [105] і час схоплювання відповідає 0,003 с (розрахунок виконаний за формулою (5.1.3)). Оскільки визначення температури схоплювання в результаті термічної активації проведено без урахування дії напруження, вона закономірно є більш високою, ніж температура схоплювання при дії напруження. Однак додавання одного напруження при ущільненні різних залізних порошків призвело до різних температур утворення міцних зв'язків між частинками. Для крупнозернистого та менш чистого порошку заліза ПЖЗМ2 температура формування міцного зв'язку була 700 °С, що на 100 °С вище температури схоплювання для дрібнозернистого та чистого порошку заліза від німецького виробника. Однак причина вищої температури схоплювання вітчизняного порошку може бути пов'язана не лише з підвищеним вмістом шкідливих домішок. Однією з причин може бути різна ступінь пластичної деформації при ударному ущільненні порошку. Тому важливо оцінити рівень пластичної деформації дрібних і крупних частинок порошку при ударному ущільненні. Спрощені схеми ущільнення брикетів даних порошків показані на рис. 5.7.

Для оцінки повного ступеня деформації частинок при ущільненні за схемою, показаною на рис. 5.7, яка забезпечує додаткову радіальну деформацію, необхідно визначити (як було зроблено у параграфі 5.1.1) дві складові – деформацію від ущільнення порошку у жорсткій матриці до практично компактного стану та деформацію від радіального розширення. Для точної оцінки деформації частинок

порошку при його ущільненні в жорсткій матриці необхідно мати експериментальні дані щодо ущільнення конкретного порошку. Але оскільки цих даних зараз немає,

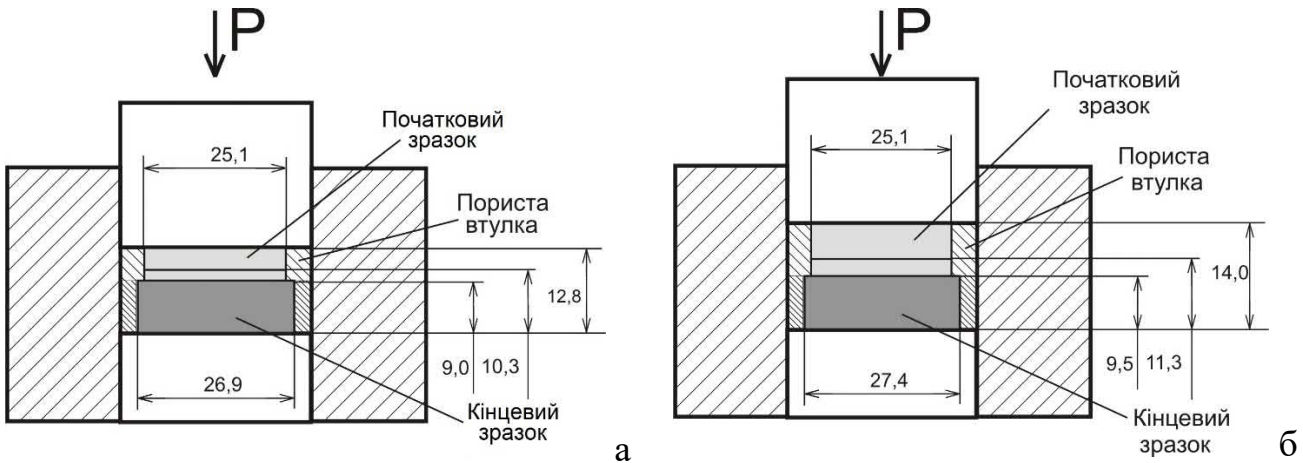


Рис. 5.7. – Спрощена схема ударного ущільнення пористої заготовки із порошку ПЖЗМ2 (а) та DIAFE5000 (б). Представлені початкові та кінцеві розміри заготовки в мм. Висота 10,3 мм (а) та 11,3 мм (б) відповідає висоті компактної заготовки за умови відсутності радіальної деформації

то скористаємося експериментальними даними щодо ущільнення подібних порошків. Залізний порошок марки ПЖЗМ2 подібний до залізного порошку, який був використаний в роботі [336] і по якому є експериментальні дані з ущільнення в жорсткій матриці до тиску 1000 МПа. У цих даних відсутня початкова щільність порошку, але її орієнтовне значення можна визначити за відомою стандартною насипною щільністю цього порошку, яка відповідно до ГОСТ 9849-61 дорівнює 1,8-2,1 г/см<sup>3</sup>. Тобто початкова щільність цього порошку несуттєво відрізнятиметься від значення  $\rho_0=0,268$ . Досить важливим у роботі [336] є й те, що крім експериментальних даних щодо ущільнення порошку автори навели експериментальні дані і з бокового тиску при різних значеннях щільності, що дозволило визначити залежність бічного тиску від щільності. Проводячи апроксимацію експериментальних даних з бокового тиску степеневою залежністю, що враховує початкову щільність, тобто залежністю  $\xi = \alpha \left( \frac{\rho - \rho_0}{1 - \rho_0} \right)^\beta$ , вийшла така формула:

$$\xi = 0.654 \left( \frac{\rho - 0.267}{1 - 0.267} \right)^{1.828} = 1.155(\rho - 0.267)^{1.828}, R^2 = 0.9963 \quad (5.1.4).$$

Графік цієї досить точної залежності та експериментальні точки бічного тиску наведені на рис. 5.8а. Наявність залежності коефіцієнта бічного тиску від щільності

дозволяє провести апроксимацію експериментальних точок по ущільненню залізного порошку в жорсткій матриці наведеним у параграфі 2.1 рівнянням (2.31),

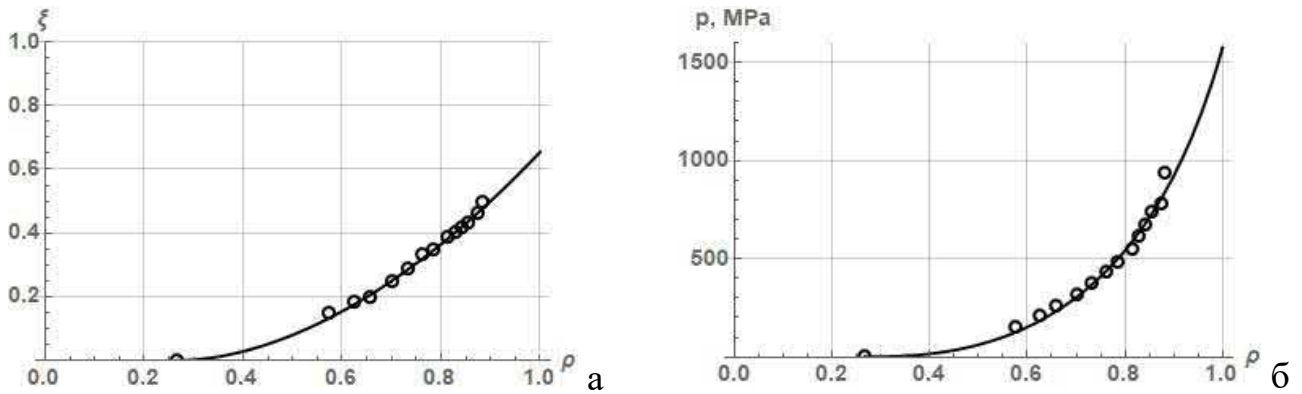


Рис. 5.8. – Апроксимація степеневую функцією (суцільна лінія) коефіцієнта бічного тиску (а) та рівнянням (5.1.5) тиску пресування у жорсткій матриці залізного порошку (б) відповідних експериментальних даних (точки) з роботи [336]

яке у разі обліку при апроксимації початкової щільності порошку  $\rho_0$  перетворюється на вид:

$$p = \sigma_s \sqrt{\frac{2}{3}} \cdot \frac{(\rho - \rho_0)^n}{(1 - \rho_0)^n \sqrt{(1 - \xi)}} \quad (5.1.5)$$

У цьому рівнянні є два постійні параметри  $\sigma_s$  і  $n$ , які легко визначаються при комп'ютерній апроксимації експериментальних точок. Результатом проведеної апроксимації є наступне рівняння, яке записано нижче та графічно представлено на рис. 5.8б.

$$p = 1134 \sqrt{\frac{2}{3}} \cdot \frac{(\rho - 0.267)^{2.395}}{(1 - 0.267)^{2.395} \sqrt{[1 - 1.155(\rho - 0.267)]^{1.828}}} = 1948.3 \frac{(\rho - 0.267)^{2.395}}{\sqrt{[1 - 1.155(\rho - 0.267)]^{1.828}}}, \quad R^2 = 0.9853, \quad (5.1.6)$$

Дане апроксимаційне рівняння має хорошу точність і характеризується тим, що передбачає кінцеву величину тиску при досягненні відносної щільності рівної одиниці. Ця величина тиску виявляється не дуже високою і дорівнює  $p_{\max} = 1574,9$  МПа. Крім цього, дане рівняння дозволяє визначити рівень пластичної деформації порошку за формулою:

$$\varepsilon_p = \sqrt{\frac{2}{3}} \cdot \int_{\rho_0}^{\rho} \frac{(\rho - \rho_0)^n}{(1 - \rho_0)^n \sqrt{(1 - \xi)}} \cdot \frac{d\rho}{\rho^2} \quad (5.1.7)$$

В результаті чисельного інтегрування цього виразу в межах від  $\rho_0 = 0,268$  до  $\rho = 0,884$  (щільність останньої експериментальної точки) та при підстановці параметрів  $n$  та  $\xi$  з рівняння (5.1.6) виходить величина пластичної деформації частинок, яка дорівнює

$\varepsilon_p = 0,2297$ . Якщо ж розширити діапазон зміни щільності до 0,995, то вийде  $\varepsilon_p = 0,3565$ . Зауважимо, що цей практично максимальний рівень пластичної деформації частинок не є досить високим.

В той же час згадані експериментальні дані щодо ущільнення залізного порошку з роботи [336] можна апроксимувати залежністю (2.39) з параграфу 2.1, яка перетворена з урахуванням початкової щільності з рівняння (2.34). Особливість рівняння (2.39) полягає у тому, що дозволяє провести апроксимацію експериментальних даних без знання конкретної залежності коефіцієнта бічного тиску від щільності. Більше того, рівняння (2.39) дозволяє при апроксимації визначити саму залежність коефіцієнта бічного тиску від щільності. Однак для цього необхідно знати величину межі плинності  $\sigma_s$  частинок залізного порошку. У першому наближенні за величину границі текучості можна взяти значення 1134 МПа, яке було визначено вище за першої апроксимації експериментальних даних. Тоді в результаті другої апроксимації експериментальних даних рівнянням (2.39) виходить наступна залежність:

$$p = 1134 \sqrt{\frac{2}{3}} \cdot \frac{(1-0.267)^{(0.5 \cdot 8,774 - 2,07)} (\rho - 0.267)^{2,07}}{\sqrt{(1-0.267)^{8,774} - 2,197 (\rho - 0.267)^{8,774}}} = 450,8 \cdot \frac{(\rho - 0.267)^{2,07}}{\sqrt{0.0655 - 2,197 (\rho - 0.267)^{8,774}}},$$

$$R^2 = 0.9946 \quad (5.1.8)$$

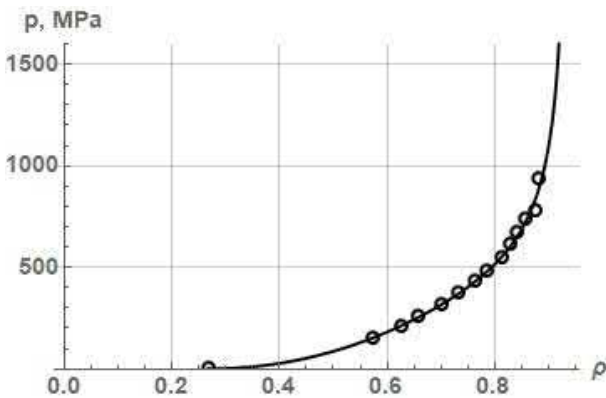


Рис. 5.9. – Апроксимаційна залежність тиску пресування в жорсткій матриці залізного порошку від відносної щільності в результаті обробки експериментальних даних з роботи [336] рівнянням (2.39) та за умови, що границя текучості частинок 1134 МПа

Графічно ця залежність разом з експериментальними точками показана на рис. 5.9. Точність апроксимації рівнянням (5.1.8) при такій же границі текучості, як при першій апроксимації, виявилася помітно вище ( $R^2=0.9946$ ), ніж точність першої апроксимації ( $R^2=0.9853$ ). Але важливішим результатом другої апроксимації виявилось те, що відповідно до цієї апроксимації тиск пресування прагне до нескінченності зі збільшенням



щільності до граничного значення. Причому тиск прагне до нескінченності при наближенні щільності не до одиниці, а до істотно меншого значення, що дорівнює 0,9371. Ще один «парадокс» заслуговує на увагу. Ця апроксимація дозволила встановити нові параметри для залежності коефіцієнта бічного тиску від щільності, які істотно відрізняються від параметрів, представлених вище та отриманих в результаті апроксимації експериментальних даних. Зокрема, вийшла наступна залежність коефіцієнта бічного тиску від щільності:

$$\xi = 2.197 \left( \frac{\rho - 0.267}{1 - 0.267} \right)^{8.774} = 33.542(\rho - 0.267)^{8.774} \quad (5.1.9).$$

Ця залежність графічно представлена разом із експериментальними даними на рис.

5.10. Як видно з цього рисунка, залежність коефіцієнта бічного тиску від щільності,

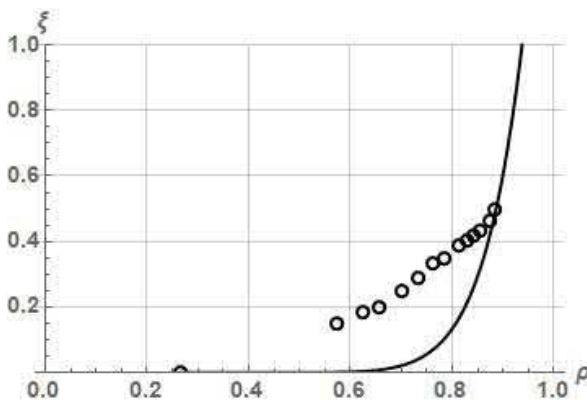


Рис. 5.10 -. Залежність коефіцієнта бокового тиску від щільності (суцільна лінія), яка отримана з апроксимаційної залежності тиску від щільності (5.1.8). Круглі точки відповідають експериментальним значенням із роботи [336]

яка отримана з апроксимаційної залежності тиску від щільності (5.1.8), не збігається з експериментальними значеннями коефіцієнта бічного тиску, хоча апроксимаційне рівняння (5.1.8) більш точно описує процес ущільнення порошку. Причину такої розбіжності буде з'ясовано пізніше, але попереднє пояснення може бути засноване на тому, що величина бічного тиску  $i$ , отже, коефіцієнт бічного тиску були визначені в роботі [336] на зразках з різною

вихідною масою і тому можуть відрізнятися від істинних значень.

Для забезпечення наочної оцінки отриманої розбіжності між двома апроксимаціями експериментального процесу ущільнення залізного порошку та між двома залежностями бічного тиску від відносної щільності доцільно поєднати порівнювані графіки на одному рисунку, що зроблено та представлено на рис. 5.11. Не вдаючись поки в деталі розбіжності двох апроксимацій повернемося до апроксимаційного рівняння (5.1.8) і до оцінки за цим рівнянням рівня пластичної деформації частинок порошку при їх ущільненні.

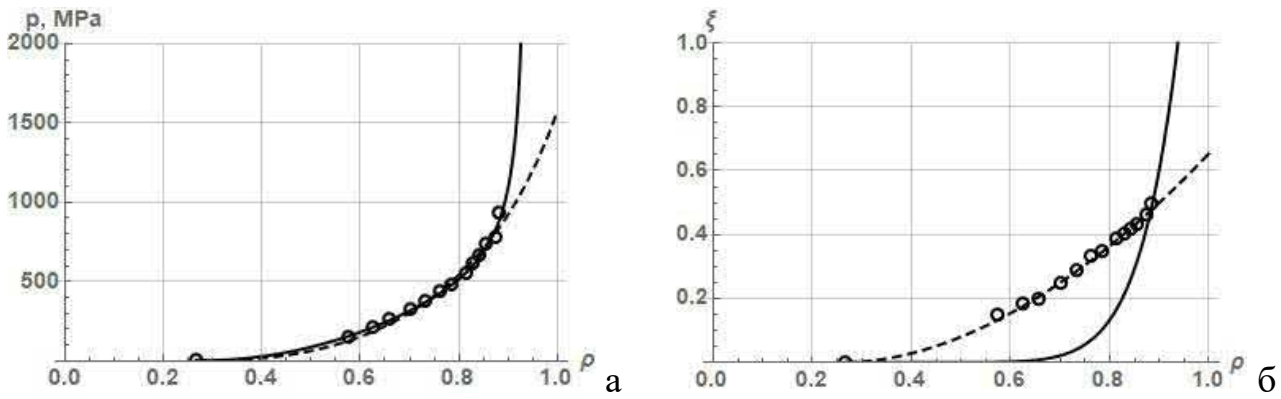


Рис. 5.11. – Порівняння (а) двох апроксимацій одних і тих же експериментальних даних щодо ущільнення залізного порошку з роботи [336] одним і тим самим рівнянням (5.1.5), але з підстановками різних параметрів у вихідне рівняння – коефіцієнта бічного тиску (штрихова лінія) та границі текучості (суцільна лінія), а також порівняння (б) експериментальної залежності бічного тиску від щільності (штрихова лінія) та залежності бічного тиску, отриманої з рівняння (5.1.8) в результаті підстановки в нього границі текучості та проведення апроксимації експериментальних точок щодо ущільнення порошку

Розрахунок ступеня пластичної деформації проведено за такою формулою:

$$\varepsilon_p = \sqrt{\frac{2}{3}} \cdot \int_{\rho_0}^{\rho} \frac{(1-0.267)^{(0.5-8.774-2.07)}(\rho-0.267)^{2.07}}{\sqrt{(1-0.267)^{8.774-2.197}(\rho-0.267)^{8.774}}} \cdot \frac{d\rho}{\rho^2} \quad (5.1.10).$$

Чисельне інтегрування цього рівняння в межах зміни щільності від  $\rho_0=0,268$  до  $\rho=0,884$  дає значення пластичної деформації  $\varepsilon_p = 0,2515$ . При розширенні діапазону зміни щільності майже до граничного значення  $0,937$  пластична деформація збільшується до значення  $\varepsilon_p = 0,349$ . Важливо помітити, що рівень пластичної деформації частинок, розрахований за більш точним апроксимаційним рівнянням (5.1.10), має дещо більшу величину, ніж пластичність за рівнянням (5.1.7), за умови інтегрування рівнянь в однаковому діапазоні зміни щільності. Тому для оцінки загальної деформації частинок порошку за ударного ущільнення за схемою на рис. 5.1.7а приймемо, що величина деформації частинок від ущільнення без радіальної деформації дорівнюватиме 35%. Друга стадія деформації від радіального перебігу заготовки при ударному ущільненні має величину 13,5% ( $\varepsilon_p'=\ln(10.3/9.0)=0.135$ ). Отже, загальна деформація частинок порошку ПЖЗМ2 за ударного ущільнення становить 48,5 %.

Тепер визначимо у першому наближенні деформацію частинок порошку DIAFE5000. Оскільки цей порошок є карбонільним, а експериментальних даних

щодо його ущільнення немає, то оцінка ступеня деформації першої стадії, тобто на стадії ущільнення без радіальної деформації, візьмемо експериментальні дані щодо ущільнення карбонільного порошку з роботи [172]. Ущільнення цього порошку було проаналізовано без урахування початкової щільності в параграфі 2.1. Зараз ми проведемо апроксимацію експериментальних даних щодо ущільнення карбонільного порошку FeКН6 (наше позначення) рівнянням (2.39), що враховує при апроксимації початкову щільність порошку, при якій тиск дорівнює нулю. Нагадаємо, що для проведення апроксимації таким рівнянням, в якому є чотири константи, необхідно одну з констант, наприклад, границю текучості  $\sigma_s$  заздалегідь задавати. Оптимальне значення границі текучості, що задається визначається в результаті оцінки точності апроксимації даним рівнянням експериментальних даних при різних значеннях границі текучості. Оскільки при зміні границі текучості точність апроксимації проходить, як правило, через максимум, то максимальному значенню точності відповідає оптимальне значення границі текучості. Такий аналіз процесу апроксимації дозволив встановити оптимальне значення границі текучості, що дорівнює  $\sigma_s = 1770$  МПа, а також оптимальні значення констант  $n$ ,  $a$  та  $m$ . Підсумкове апроксимаційне рівняння, що описує з високою точністю ( $R^2=0.9933$ ) весь процес ущільнення карбонільного порошку FeКН6, має такий вигляд:

$$p = 1770 \sqrt{\frac{2}{3}} \times \frac{(1-0.438)^{(0.5 \cdot 30.45 - 2.573)} (\rho - 0.438)^{2.573}}{\sqrt{(1-0.438)^{30.45} - 8.923 (\rho - 0.438)^{30.45}}} = \frac{0.986 \cdot (\rho - 0.438)^{2.573}}{\sqrt{2.4 \cdot 10^{-8} - 8.923 (\rho - 0.438)^{30.45}}}, \quad (5.1.11).$$

Графік цієї залежності разом з експериментальними точками з ущільнення порошку карбонільного заліза показано на рис. 5.12. Отримана крива процесу ущільнення порошку в жорсткої матриці є незвичайною, оскільки вона описує весь процес ущільнення порошку до гранично високої щільності з досить високою точністю і показує, що на певному етапі ущільнення зростання щільності припиняється, оскільки тиск прагне до нескінченності. У даному випадку ущільнення карбонільного залізного порошку виходить, що гранична щільність відповідає значенню 0,961. Це означає, що при такому значенні відносної щільності немає можливості зменшити пористість до нуля за рахунок пластичної деформації. Але до цього граничного значення щільності пластична деформація проходила і її значення можна визначити за формулою (2.40). Розрахунок за цією формулою з

використанням констант із формули (5.1.11) та в інтервалі зміни щільності від 0,438 до 0,96 дає невелике значення пластичної деформації, що дорівнює  $\epsilon_p = 0,1552$ .

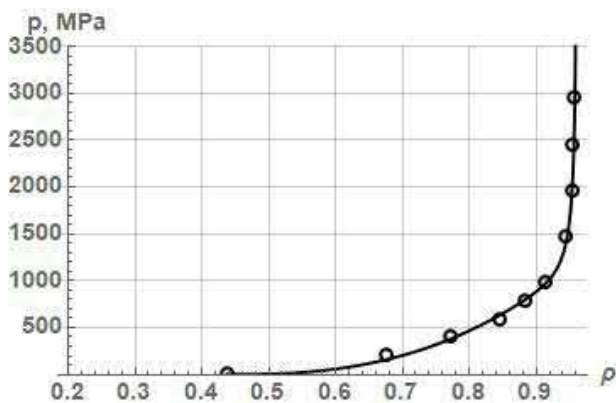


Рис. 5.12. – Апроксимаційна залежність за рівнянням (2.37) тиску пресування в жорсткій матриці карбонільного залізного порошку від відносної щільності в результаті обробки експериментальних даних (кружки) з книги [172]

Зауважимо, що невеликою була і величина питомої роботи пластичної деформації, яка вийшла рівною  $w_p = 274,8$  Дж / см<sup>3</sup>.

Відзначимо також, що на даному етапі поки важко сказати, якою мірою процес ущільнення даного карбонільного порошку відповідає процесу ущільнення карбонільного порошку DIAFE5000, але для першої спроби приймемо, що ступінь деформації при ущільненні порошку

DIAFE5000 без радіальної деформації дорівнює 15,5%. Друга стадія деформації частинок пов'язана з радіальним розширенням порошкової заготовки, див. рис. 5.76 і її величина є однозначною при відомих значеннях початкового і кінцевого діаметрів або висот заготовки. В даному випадку величина пластичної деформації дорівнює 17,3% ( $\epsilon_p' = \ln(11,3/9,5)=0,173$ ). В підсумку сумарна деформація частинок карбонільного металевого порошку при ударному ущільненні становить в першому наближенні 32,8 %.

Таким чином, наближена оцінка ступеня деформації частинок двох залізних порошків показує, що деформація частинок при їх ущільненні відрізняється і вона вища для порошку ПЖЗМ2 в порівнянні з порошком DIAFE5000 (48,5 % проти 32,8 %). Це означає, що процес низькотемпературного схоплювання частинок порошку ПЖЗМ2 повинен бути полегшений завдяки підвищеному ступеню деформації і проявлятися за нижчої температури, ніж для порошку DIAFE5000. Але насправді виявилось, що температура формування міцних міжчастинкових зв'язків для порошку ПЖЗМ2 вище на 100 °С від температури схоплювання для порошку DIAFE5000 (700 проти 600 °С). Однак, важливо розуміти, що, з одного боку, проведена оцінка ступеню деформації частинок є наближеною і може не

відображати справжню ступінь деформації конкретних порошків, а, з іншого боку, ступінь деформації частинок при їх ущільненні при кімнатній температурі може відрізнятися від ступеню деформації частинок при підвищеній температурі.

При обговоренні явища низькотемпературного схоплювання залізних порошків при їх ударному ущільненні необхідно звернути увагу на явище рекристалізації структури зразків після високошвидкісної деформації. Як і у випадку з мідними зразками, залізні зразки після швидкісного ущільнення та досить швидкого охолодження мають різну мікроструктуру. Йдеться про різну величину зерна у зразках, які отримані за різних температур ударного ущільнення. Як впливає з рисунку мікроструктури в параграфі 4.1.2, розмір зерна у зразках збільшений вже при температурі 700 °С, принаймні для дрібного порошку DIAFE5000, а при температурі 800 °С розмір зерен збільшений, за візуальною оцінкою, вже в кілька разів. Це відбувається в результаті первинної та збиральної рекристалізації частинок і зерен, викликані їх деформацією при ударному ущільненні. Більші зерна у зразках, які отримані при високих температурах, швидше за все, пояснюються більш тривалим процесом охолодження зразків і, отже, більш тривалим періодом рекристалізації. Невеликий ступінь рекристалізації структури при низьких температурах ущільнення зразків свідчить про проходження процесу схоплювання між атомами на поверхні частинок, що деформуються, оскільки процес схоплювання передуює процесу рекристалізації за твердженням А. П. Семенова [96].

### ***5.1.3. Ущільнення та спікання під дією удару порошків нікелю та кобальту, а також порошків титану та вольфраму***

#### **Порошок нікелю**

З наведених вище експериментів по властивостям зразків з карбонільного порошку нікелю, ущільнених за допомогою удару у відносно низькому діапазоні температур, можна говорити про те, що міцні зразки утворюються при температурі ущільнення 630-650 °С, рис.4.1.23. Якщо орієнтуватися лише на термічну активацію схоплювання частинок при контактуванні за час 0,003 с, то розрахунок температури схоплювання за формулою (5.1.3) дає величину температури 847 °С (0,65  $T_{пл}$ ). При

цьому енергія активації сублімації Ni, яка узята з довідника [105] дорівнює 428,9 кДж/моль. Тобто, як і у випадку з мідним та залізним порошком температура схоплювання нікелевих порошоків при ударному ущільненні також нижче теоретичної температури схоплювання, розрахованої без урахування дії напруження на частинки. Тому і при ударному ущільненні брикетів з нікелевого порошку дія тиску і наявність деформації зсуву сприяють зниженню температури, при якій відбувається схоплювання поверхонь контактуючих частинок або утворення між частинками металічного зв'язку. Оцінити ступінь зсувної деформації карбонільного порошку нікелю при ударному ущільненні в даному випадку неможливо, оскільки відсутні експериментальні дані з ущільнення цього порошку в жорсткій матриці, що дозволяють оцінити справжню ступінь деформації частинок.

### **Кобальтові порошки**

При дослідженні низькотемпературного ущільнення порошоків кобальту двох типів – електролітичного та карбонільного – температура, за якої утворюється міцний зв'язок між частинками є різним. Розрахункова температура термічної активації для кобальту за умови, що час контактування дорівнює 0,003 с, становить 846 °С при енергії активації сублімації, що дорівнює 428,5 кДж/моль [105]. Тобто нікель та кобальт мають однакову розрахункову температуру схоплювання при термічній активації порошоків. Це виходить за теоретичними розрахунками для чистих металів, але на практиці дрібні частинки металів можуть мати різну кількість домішок, можуть бути різною мірою окисленими і тому температура схоплювання таких порошоків при ударному ущільненні насправді може відрізнитися навіть для одного металу. Така відмінність виявилася на кобальтових порошках. Дослідження по ударному ущільненню електролітичного кобальту показали, що досить високий рівень міцності, оцінений за напруженням в гирлі надрізу, і трохи більше 1000 МПа, досягається тільки при температурі ущільнення 950 °С. Зниження температури ущільнення на 100 °С призводить до зменшення міцності в 2,5 рази, оскільки напруження в гирлі надрізу в даному випадку дорівнює 400 МПа. Такий же рівень міцності мають зразки з карбонільного порошку кобальту, ущільнені за найнижчої температури - 550 °С. Ударне ж ущільнення карбонільного порошку кобальту при

температурі 650 °С підвищує міцність зразків в 2 рази, доводячи міцність в гирлі надрізу до рівня 800 МПа, а ударне ущільнення при температурі 950 °С вже забезпечує міцність на рівні 1600 МПа. Така висока міцність зразків з високодисперсного карбонільного порошку кобальту обумовлена або наддрібнозернистою структурою зразків, або дисперсним зміцненням кобальтової матриці наддрібними частинками, наприклад, оксиду кобальту. Справжня причина високої міцності даних зразків буде з'ясована, але важливим результатом цього дослідження є факт формування досить високої міцності зразків при низькій температурі ударного ущільнення, тобто при температурах 650-750 °С. Однак, при цих температурах ударного ущільнення зразки як з карбонільного порошку кобальту, так і з електролітичного порошку мають дуже низьку пластичність, оскільки при досягненні максимального при вигину навантаження вони крихко руйнуються, про що свідчать діаграми руйнування зразків. Тільки при відносно високих температурах ущільнення, 850-950 °С, зразки стають більш пластичними.

### **Дрібнозернистий порошок титану**

Інтерес викликають також результати ударного ущільнення за різних температур дрібнозернистого порошку титану ПТМ-1. Нагадаємо, що зразки з дрібнозернистого порошку титану (розмір частинок в агломератах 5-10 мкм) ущільнювали під впливом удару при трьох температурах 750, 850 і 950 °С. Ці три температури менші за температуру термічної активації, що дорівнює 962 °С (енергія активації сублімації титану дорівнює 473 кДж/моль), але завдяки дії тиску і високої швидкості деформації міцний зв'язок між частинками утворюється при менших температурах. В даному випадку було встановлено, що міцні зразки утворюються при температурі ущільнення 750 °С, при якій тимчасовий опір зразків становить 800-830 МПа. Збільшення температури ущільнення не призводить до збільшення міцності, але сприяє деякому збільшенню пластичності зразків, хоча рівень пластичності залишається невисоким (відносне звуження 8-12%). Високий рівень міцності, що вдвічі перевищує рівень міцності зразків з крупнозернистого порошку титану, і низький рівень пластичності, ймовірно, обумовлені дрібнозернистою структурою зразків, яка отримана в результаті використання дрібнозернистого порошку титану. Але важливішим у цьому випадку є той факт, що незалежно від

розміру порошкових частинок титану міцний зв'язок між ними можна сформувати при низькотемпературному ударному ущільненні, що забезпечує зниження температури схоплювання контактуючих поверхонь на 150-200 °С порівняно з температурою схоплювання за рахунок однієї термічної активації ( без силового впливу).

### **Порошок вольфраму**

Наприкінці даного параграфа важливо обговорити ударне ущільнення порошку найбільш тугоплавкого металу – вольфраму. При ущільненні порошку вольфраму під впливом ударного навантаження також проявляється ефект схоплювання за допомогою механічної активації. Розрахунок температури термічної активації схоплювання поверхонь частинок вольфраму дає величину 1951 °С ( $0,61 T_{пл}$ ) за умови, що енергія активації сублімації вольфраму дорівнює 851,6 кДж/моль. Така температура означає, що при розігріві до такої температури поверхонь частинок вольфраму вони здатні схопитися при контактуванні за 0,003 с. Якщо ж до контактуючих частинок прикласти тиск або силу, що стискає, то температура схоплювання поверхонь вольфрамових частинок може бути знижена. Проведені нами експерименти з ударного ущільнення порошку вольфраму при різних температурах і напруженні в області 1200-1300 МПа показали, що міцні зразки утворюються при температурі 1650 °С, тобто при температурі меншій від температури термічної активації на 300 °С.

Таким чином, проведені експерименти показали, що при ударному ущільненні різних металевих порошків проявляється ефект схоплювання за рахунок механічної активації поверхні порошків, і рівень впливу механічної активації схоплювання на зниження температури схоплювання залежить від рівня тиску, ступеню і швидкості деформації порошкових частинок. При ущільненні металевих порошків у жорсткій матриці під тиском 1200 МПа та за наявності деформації частинок порошкового брикету на рівні 35-50 %, а також при швидкості деформації 50-100 с<sup>-1</sup> нижня границя гомологічної температури схоплювання знаходиться на рівні 0,5-0,55.



## **5.2. Ущільнення та спікання під дією удару порошків жароміцних сплавів та інтерметалідної сполуки**

Порошки жароміцних, жаростійких сплавів і порошки інтерметалідних сполук характеризуються низькою здатністю до ущільнення при вільному спіканні навіть при температурах близьких до температур їх плавлення. Вище було досліджено процес ударного ущільнення у вакуумі порошків жароміцних сплавів X17H2, X20H80 та інтерметалідної сполуки Ni<sub>3</sub>Al. Важливо зауважити, що порошки з цих матеріалів мають меншу температуру плавлення, ніж чисте залізо чи нікель, але при спіканні даних порошків необхідно застосовувати досить високі температури і тривалі ізотермічні витримки, які все одно не забезпечують отримання безпористих зразків із зазначених матеріалів. У попередньому параграфі ми порівнювали температуру ударного ущільнення, при якій утворюються міцні зразки, тобто зразки з міцною міжчастинковою границею, з температурою, при якій можливе утворення міцної міжчастинкової границі за рахунок однієї термічної активації. Для оцінки температури термічної активації матеріалу необхідно знати його енергію активації сублімації. Але не завжди ця енергія відома, і в даному випадку ми не маємо даних про цю величину для зазначених сплавів і інтерметалідної сполуки. Тому при встановленні температури ударного ущільнення, при якій утворюється міцний зв'язок між частинками порошку, доцільно порівнювати її з температурою плавлення матеріалу.

### **Порошок нержавіючої сталі X17H2**

Дослідження ударного ущільнення жароміцного сплаву аустенітно-мартенситного класу X17H2 показало, що температура ударного ущільнення, яка забезпечує міцний зв'язок між частинками, дорівнює 1050 °С, але в даному випадку це була найнижча температура ударного ущільнення, що дозволяє зробити припущення про можливість отримання міцних зразків і при більш низькій температурі ущільнення. Зазначимо, що міцність, а саме тимчасовий опір зразків при розтягуванні становить 1400 МПа у разі ущільнення при 1050 °С і 1500-1600 МПа при ущільненні порошку при 1100-1150 °С. Така міцність на розтяг властива зразкам із нержавіючої сталі, яка отримана традиційним способом. Однак, слід зазначити, що зразки після ударного ущільнення є відносно крихкими, крім зразка,

отриманого з немолотого порошку X17H2. Зразок із немолотого порошку, і ущільнений при температурі 1150 °С, має таку ж пластичність, яка є у традиційної сталі. Відсутність пластичності у зразків, отриманих ущільненням порошку, який піддавався тривалому розмелу, але не розмолочився, пояснюється зміцненням поверхні частинок X17H2 мікроскопічними частинками карбїду вольфраму, що містяться в розмельних твердосплавних кулях. При нагріванні такого порошку частинки карбїду вольфраму розчиняються в поверхневому шарі нержавіючих частинок, що призводить до зміцнення границь поміж частинками. Таке зміцнення і призводить до зниження пластичності зразків загалом. З іншого боку, наявність розчиненого вольфраму на границі поміж частинками нержавіючої сталі дозволило провести аналіз дифузійних процесів, які стосуються дифузії атомів вольфраму в сталь, як при нагріванні порошку та ізотермічній витримці, так і при ударному ущільненні. Цей цікавий аналіз буде представлений у наступному параграфі.

### **Порошок ніхрому X20H80**

Ще один сплав не стільки жароміцний, скільки жаростійкий, тобто нікель-хромовий сплав X20H80 був досліджений щодо встановлення температури ударного ущільнення, при якій відбувається утворення міцного зв'язку між частинками. Температура плавлення даного сплаву 1400 °С та спікання порошку навіть при температурі 1385 °С, як раніше вказувалося, не забезпечує безпористий стан зразків. Тому ударне ущільнення цього порошку було проведено в діапазоні температур 1100-1320 °С, хоча, як з'ясувалося після проведення досліджень, можна було взяти менші температури для ударного ущільнення. Ударне ущільнення даного порошку при температурі 1100 °С забезпечує практично щільний стан, низький питомий електроопір, тобто електроопір, що дорівнює електроопору монолітного матеріалу, високий рівень тимчасового опору - 730 МПа, і дещо знижену, але задовільну пластичність, при якій відносне звуження дорівнює 30%. При більш високих температурах ударного ущільнення зразки при достатньо швидкому охолодженні встигають рекристалізуватися, і тому в них удвічі збільшується пластичність, якщо судити по звуженню зразків, і незначно знижується міцність або тимчасовий опір. З цих результатів дослідження ударного ущільнення випливає, що при температурі ущільнення 1100 °С між частинками порошку утворюється міцний зв'язок під час

ударного ущільнення, що триває 0,003-0,005 с. Зараз важко сказати, що ця температура є граничною для прояву схоплювання, тому що немає даних щодо міцності зразків, які отримані при нижчій температурі ущільнення, але навіть ця температура не є високою для отримання якісних зразків з такого порошку.

Що стосується температури ударного ущільнення, яка забезпечує міцний зв'язок між частинками, то необхідно розуміти, що для оцінки цього зв'язку необхідно оперувати не тимчасовим опором, оскільки це умовна характеристика, а істинним напруженням, при якому відбувається руйнування зразка. Цей момент є особливо важливим у разі випробування пластичних матеріалів з утворенням шийки, оскільки за відсутності шийки та при випробуванні малопластичних матеріалів тимчасовий опір та істинне напруження руйнування не дуже відрізняються. Якщо орієнтуватися на істинне напруження, при якому відбувається руйнація зразків, то це дослідження показало, що зі збільшенням температури ударного ущільнення напруження руйнування проходить через максимум, який відповідає температурі ущільнення 1200 °С і дорівнює 1160 МПа. При температурі ущільнення 1100 °С напруження руйнування менше і становить 980 МПа, а при температурі ущільнення 1150 °С напруження руйнування вже дорівнює 1145 МПа. Тобто найбільш якісний матеріал з порошку ніхрому Х20Н80 можна отримати ударним ущільненням при температурі 1150 °С. Ця температура становить 0,85 від температури плавлення ніхрому. Тобто при ударному ущільненні ніхрому температура, при якій утворюються міцні зв'язки між частинками, є відносно високою. Але при вільному спіканні порошку ніхрому важко досягти безпористого стану навіть за температур, близьких до температури плавлення, тобто при 0,99  $T_{пл}$ .

### **Порошок інтерметаліду $Ni_3Al$**

Відносно висока температура потрібна і у разі ударного ущільнення порошку інтерметалідної сполуки  $Ni_3Al$ . Температура плавлення даного інтерметаліду майже така сама як у ніхрому і дорівнює 1395 °С. Але отримати вільним спіканням щільні зразки із цього порошку ще важче, ніж із порошку ніхрому. Тому жароміцні вироби з цього матеріалу отримують за ливарною технологією із застосуванням, як правило, способу спрямованої кристалізації. Спроба отримати якісні зразки даного порошку методом ударного ущільнення у вакуумі показала, що це вдається зробити також

при досить високій температурі нагрівання порошку або порошкового брикету. У вибраному діапазоні температур ударного ущільнення від 1100 до 1320 °С максимальний рівень міцності на розтяг, що дорівнює в середньому 400 МПа, мають зразки, які ущільнені при температурі 1250 °С. Такий рівень міцності мають і зразки інтерметаліду, які були отримані фахівцями з Чехії методом спрямованої кристалізації. При температурі ударного ущільнення 1320 °С міцність зразків дещо нижча, 370 МПа, але ця міцність більш стабільна, якщо орієнтуватися на міцність трьох зразків, які отримані при даній температурі. Крім того, максимальна температура ударного ущільнення призводить до найвищої тріщиностійкості зразків,  $18,2 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{0,5}$  та енергії, витраченої на руйнування зразка,  $0,7 \text{ Дж/см}^2$ . Спираючись на результати даного дослідження низькотемпературного ущільнення інтерметаліду  $\text{Ni}_3\text{Al}$ , можна говорити про те, що малопластичний від природи матеріал, такий як даний інтерметалід, не дозволяє значно знизити температуру ущільнення навіть при ударному навантаженні для отримання міцного зв'язку між частинками. Якщо традиційна міцність інтерметаліду  $\text{Ni}_3\text{Al}$  може бути отримана при температурі ущільнення 1250 °С ( $0,9 T_{\text{пл}}$ ), високий рівень тріщиностійкості досягається при досить високій температурі ущільнення 1320 °С ( $0,95 T_{\text{пл}}$ ). Однак необхідно при цьому звернути увагу на те, що ущільнення при високій температурі відбувається у твердій фазі, а твердофазне ущільнення дозволяє уникнути деяких недоліків рідкої фази, зокрема, таких як дендритна та зональна ліквіація, концентрація домішок на границях зерен, а також утворення крупнозернистої структури. Тому технологія ударного ущільнення інтерметалідів у твердій фазі навіть за високих температур має потенційні можливості для отримання більш якісних матеріалів.

### 5.3. Оцінка коефіцієнтів дифузії вольфраму в сталь X17H2 при ізотермічній витримці та при ударному ущільненні порошку

Як було показано в параграфі 4.2.2, границі між частинками сталі X17H2 збагачені вольфрамом в результаті механічного впливу на них куль із твердого сплаву WC-6Co при тривалому обертанні в кульовому барабані. Оскільки надалі такі частинки піддавалися нагріванню з ізотермічною витримкою та подальшої високошвидкісної обробки тиском, то концентрація вольфраму на границі поміж частинками була змінною і характеризувалася наявністю максимуму на самій границі зі спаданням при віддаленні від границі в тіло частинки. Зміна концентрації атомів вольфраму при перетині границі між двома частинками для двох зразків, які отримані за різних температур ущільнення, показана на рис. 5.13, з якого випливає, що при вищій температурі консолідації порошку атоми вольфраму дифундують

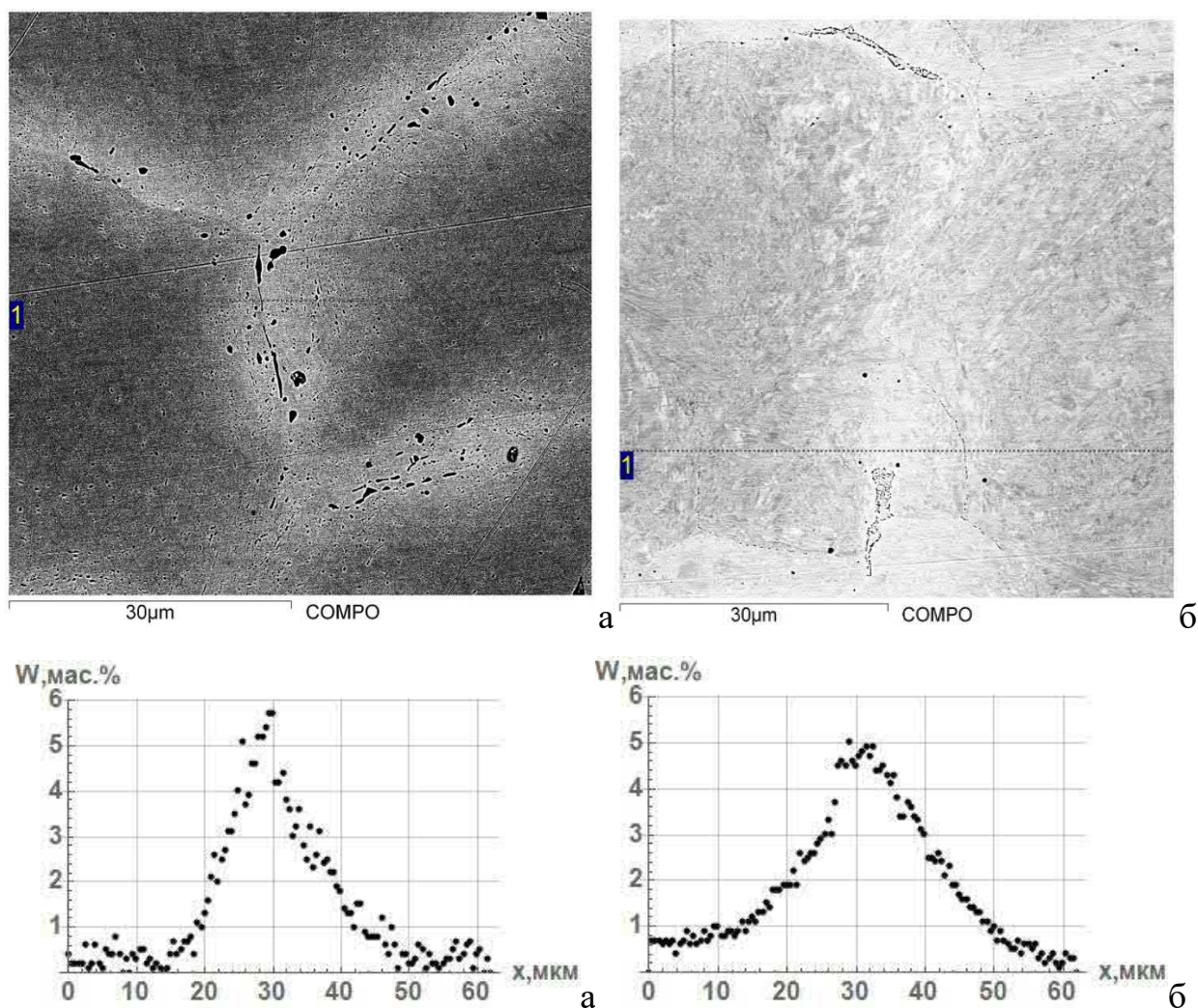


Рис. 5.13. – Концентраційний профіль розподілу атомів вольфраму по лінії «1» між двома частинками сталі X17H2 у зразку №3272 після ущільнення при температурі 1050 °С (а) та у зразку №3266, який було ущільнено при 1250 °С (б)

в стальну частинку на більшу відстань. При цьому на границі між частинками зразка (№3272), який отримано при низькій температурі, є мікропори, а на границі між частинками зразка (№3266), який отримано при більш високій температурі, пор практично немає.

У цьому дослідженні з ущільнення порошку сталі X17H2 особливий інтерес представляють зразки, які отримані ущільненням суміші різних порошків, тобто порошків, що не піддавалися впливу твердосплавних куль і не мають вольфраму на поверхні, з порошками, що містять вольфрам в поверхневому шарі. Такі зразки після ущільнення мають три типи границь: границі поміж частинками з вольфрамом на поверхні що містять змінну концентрацію вольфраму (див. рис. 5.13); границі поміж частинкою без вольфраму з частинкою, що містить вольфрам, і невидимі границі поміж вихідними (не меленими) частинками, що не містять вольфрам. Ці три типи границь можна побачити та позначити на рис. 4.2.5 параграфу 4.2.1. Оскільки ці границі утворюються в результаті ударного ущільнення за час 0,003-0,004 с, і забезпечують високу міцність зразків, то можна припустити, що вони також мають високу міцність, пов'язану, очевидно, з реалізацією процесу схоплювання. Крім того, при високошвидкісній деформації, як було зазначено у параграфі 1.4, може бути реалізований процес прискореної дифузії. Тому підвищений інтерес викликає границя поміж вихідною та вольфрамівмісною частинками, де при ударному стисканні цих частинок вольфрам може проникнути з вольфрамівмісної частинки в частинку, що не містить перед ударом вольфраму. У зв'язку зі з'ясуванням цього явища був проведений спектральний аналіз на вміст вольфраму ділянки зразка по лінії, що перетинає таку границю. Ділянка зразка та лінія, по якій проводився спектральний аналіз з кроком 0,25 мкм, а також отриманий в результаті аналізу концентраційний профіль вольфраму показано на рис. 5.14.

Таким чином, при гарячому ударному ущільненні порошку сталі X17H2 були отримані границі з різним концентраційним профілем за вмістом у них атомів вольфраму. У зв'язку з цим була проведена апроксимація експериментальних даних по розподілу атомів вольфраму різними рівняннями, що описують дифузійні процеси (див. параграф 2.3), а також оцінити коефіцієнти дифузії для різних зразків. При цьому необхідно мати на увазі те, що на розподіл атомів вольфраму на границі

між частинками може впливати температура ізотермічної витримки (25 хв), а також високошвидкісна деформація при ударному ущільненні. Як відомо, прискорена

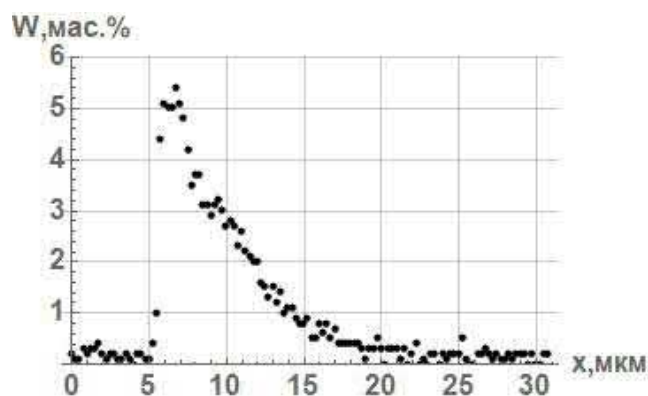
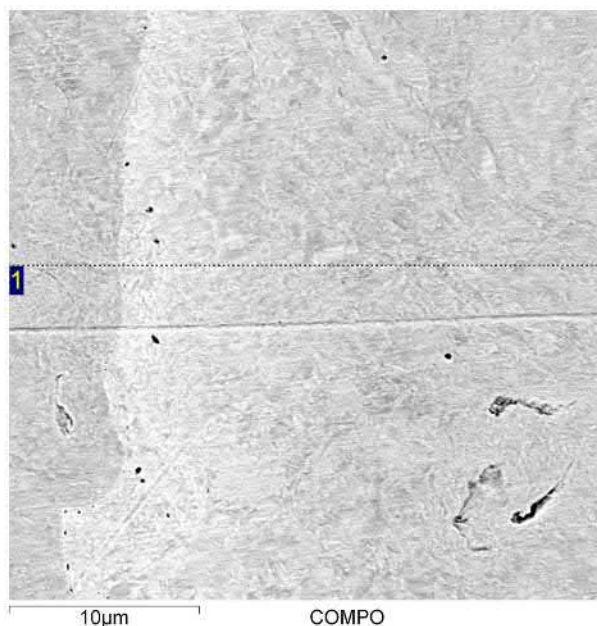


Рис. 5.14. – Концентраційний профіль розподілу вольфраму по лінії «1» між частинкою без вольфраму та частинкою, що містить вольфрам, у зразку №3273 після ущільнення при 1100 °С

дифузія атомів проявляється за високої швидкості деформації металів. Тому в даному випадку важливо знати, з якою швидкістю деформуються при ударному ущільненні частинки даного порошку. Середню швидкість деформації легко обчислити, якщо відома справжня ступінь деформації частинок при зміні відносної щільності в даному випадку від 0,57 до, мабуть, 0,999. Однак обчислення ступеню деформації частинок за відомими рівняннями, наведеними в параграфі 1.3, призводить до неоднозначної та суттєво різної величини. Експериментальних даних щодо ущільнення порошку сталі X17H2 немає і, отже, немає можливості визначити ступінь деформації з експерименту. Для наближеної оцінки ступеню пластичної деформації

частинок даного порошку була використана формула Ю. Г. Дорофєєва та Б. Г. Гасанова, відповідно до якої величина пластичної деформації дорівнює 38%. Однак у нашому випадку ущільнення порошку має місце не тільки осьове стискання, але й невелика (приблизно 10%) радіальна деформація, як показано на рис. 5.15. Тому загальна пластична деформація частинок у даному випадку дорівнює близько 50%. Оскільки тривалість процесу ущільнення становить 0,005 с, швидкість деформації виходить  $100 \text{ с}^{-1}$ , що може призводити до прояву прискореної дифузії, як це зазначено в ряді публікацій, представлених в параграфі 1.4.

Для визначення реальних коефіцієнтів дифузії як при ізотермічній витримці,

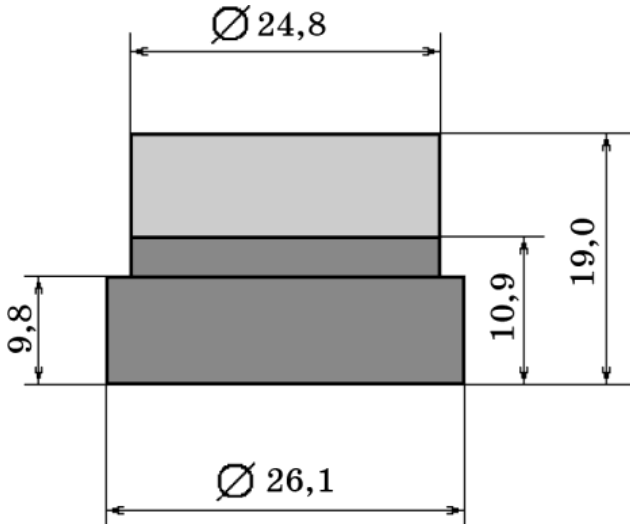


Рис. 5.15. – Спрощена схема ущільнення пористої заготовки із порошку ПХ17Н2, де початкові та кінцеві розміри зразка в мм. Висота 10,9 мм відповідає висоті компактної заготовки за умови відсутності радіальної деформації

так і при гарячому ударному ущільненні розглянемо детальніше результати спектрального аналізу міжчастинкових границь, які наведені на початку параграфу на рис.5.13 та рис. 5.14. Подані на рис. 5.13 експериментальні дані щодо розподілу атомів вольфраму можна апроксимувати насамперед стандартною експоненційною залежністю для випадку дифузії атомів із нескінченно тонкого шару та з заданою кількістю речовини, яка представлена рівнянням (2.76) у параграфі 2.3. Для випадку, коли  $x_0 \neq 0$ ,

це рівняння має вигляд:

$$C(x, t) = \frac{q}{2\sqrt{\pi Dt}} \exp\left(-\frac{(x-x_0)^2}{4Dt}\right) \quad (5.3.1).$$

При виконанні апроксимації зручніше використовувати рівняння з меншою кількістю символів. Тому після введення позначення  $b = 1/\sqrt{Dt}$  та підстановки відповідних чисел це рівняння отримає більше прийнятний для апроксимації вигляд:

$$C(x) = 0,282 \cdot q \cdot b \cdot \exp[-0,25b^2(x - x_0)^2] \quad (5.3.2).$$

При апроксимації рівнянням (5.3.2) експериментальних даних на рис. 5.3.1 вдається встановити значення трьох параметрів –  $q$ ,  $b$  и  $x_0$ , і навіть визначити точність апроксимації з допомогою величини коефіцієнта детермінації  $R^2$ . В результаті проведення апроксимації за допомогою програми «Математика 10» отримано такі апроксимаційні рівняння:

для концентраційного профілю на рис. 5.13а –

$$C_w = 4.32 \cdot \exp[-0.01189(x - 29.9)^2] \quad (5.3.3),$$

де у цьому рівнянні  $q = 70,2$  мкм та  $b = 0.218$  мкм<sup>-1</sup>, а коефіцієнт детермінації  $R^2 = 0,9053$ . Знаючи величину параметра  $b$  і час ізотермічної витримки зразків перед ударом,  $t = 1500$  с, легко визначити коефіцієнт дифузії. У цьому випадку він



дорівнює  $D = 0,014 \text{ мкм}^2/\text{с}$  або  $1,4 \times 10^{-10} \text{ см}^2/\text{с}$ ;

для концентраційного профілю на рис. 5.3.1б -

$$C_W = 4.31 \cdot \exp[-0.00485(x - 31.8)^2] \quad (5.3.4),$$

де у цьому рівнянні  $q = 109,6 \text{ мкм}$  та  $b = 0.139 \text{ мкм}^{-1}$ , а коефіцієнт детермінації  $R^2 = 0,9453$ . З урахуванням часу термічної активації,  $t = 1500 \text{ с}$ , коефіцієнт дифузії виходить  $D = 0,034 \text{ мкм}^2/\text{с}$  чи  $3,4 \cdot 10^{-10} \text{ см}^2/\text{с}$ .

Отримані в результаті апроксимації експериментальних даних аналітичні криві для двох зразків представлені на рис. 5.16 де на рис. 5.16а показано зразок після ущільнення за температури  $1050 \text{ }^\circ\text{C}$ , а на рис. 5.16б - після ущільнення при  $1250 \text{ }^\circ\text{C}$ .

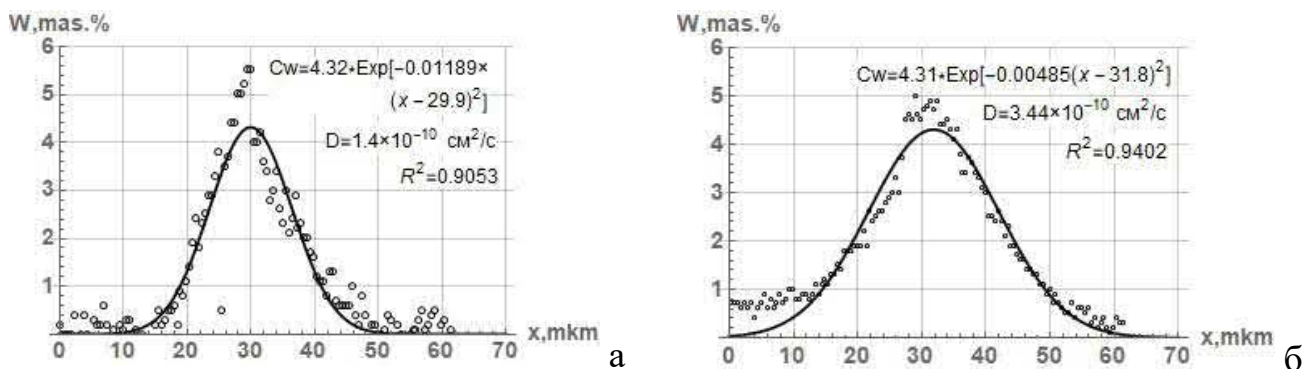


Рис. 5.16. – Вигляд апроксимаційних залежностей за рівнянням (5.3.2) в результаті обробки експериментальних даних з розподілу атомів вольфраму при перетині границі поміж частинками сталі X17H2 при ударному ущільненні їх при температурах  $1050 \text{ }^\circ\text{C}$  (а) та  $1250 \text{ }^\circ\text{C}$  (б) з ізотермічною витримкою перед ущільненням 25 хв

Завдяки проведеній апроксимації та визначення коефіцієнта дифузії видно, по-перше, те, що коефіцієнт дифузії більше для зразків, ущільнених при вищій температурі, а по-друге, за величиною він перевищує коефіцієнт дифузії вольфраму в залізо за відповідних температур. Наприклад, коефіцієнт дифузії вольфраму в  $\gamma\text{-Fe}$  при температурі  $1050 \text{ }^\circ\text{C}$ , розрахованому за даними довідника [105], дорівнює  $11,3 \cdot 10^{-12} \text{ см}^2/\text{с}$ , що на два порядки нижче за коефіцієнт дифузії вольфраму в нашому випадку, рис. 5.16а. А коефіцієнт дифузії вольфраму в залізо за температури  $1250 \text{ }^\circ\text{C}$  дорівнює згідно з довідником [105]  $1,2 \cdot 10^{-10} \text{ см}^2/\text{с}$ , що у 2,5 разу менше коефіцієнта дифузії в нашому експерименті, рис. 5.16б. Виходячи з даного порівняння, можна зробити припущення, що при ударному ущільненні порошку після попередньої ізотермічної витримки атоми вольфраму, що знаходяться на поверхні сталевих частинок, продифундували вглиб частинки як в процесі ізотермічної витримки, так

і в результаті удару. Це, ймовірно, і призвело до підвищеного коефіцієнта дифузії атомів вольфраму в сталеві частинки.

Крім того, ударне стискання частинок порошку призвело ще до однієї особливості. На границі між частинками (середина дзвоноподібної кривої) спостерігається підвищена концентрація атомів вольфраму, рис. 5.16, порівняно з концентрацією згідно з кривою, що описує процес дифузії при ізотермічному відпалі. Причина вищої концентрації вольфраму на границі може бути пов'язана з ударним стисканням двох частинок, що мають на поверхні певну концентрацію вольфраму, яка частково підсумовується при високошвидкісній деформації.

Розглянемо результати апроксимації різними рівняннями концентраційного профілю з розподілу атомів вольфраму у зразку (№3266), ущільненому при температурі 1250 °С і показаному на рис. 5.16б. Тут доцільно проаналізувати концентраційний профіль окремо лівої та правої частинки, але зупинимось тільки на правій частинці, оскільки на концентраційний профіль лівої частинки наклалася дифузія атомів вольфраму від сусідньої третьої частинки, що спотворює реальну картину дифузії. Концентраційний профіль правої частинки не спотворений, і він апроксимований трьома рівняннями: традиційним експоненційним рівнянням (2.70), рівнянням з використанням функції помилок (2.72) та експоненційним рівнянням з показником степеня  $n$  (2.74). Результати апроксимації цими рівняннями концентраційного профілю правої контактуючої частинки у зразку, ущільненому при 1250 °С, показано на рис. 5.17. З наведених на рис. 5.17 результатів апроксимації видно, що всі три рівняння дифузії описують експериментальні дані з дуже високою точністю. Однак найнижча точність ( $R^2 = 0.9810$ ) виходить у разі використання традиційного експоненційного рівняння, і це, очевидно, пов'язано з неможливістю врахувати підвищену концентрацію вольфрамових атомів на самій границі між частинками. Більш висока точність ( $R^2 = 0.9898$ ) досягається під час використання функції помилок, при якій враховується підвищена концентрація атомів на границі. При цьому важливо помітити, що коефіцієнт дифузії в цьому випадку рівно вдвічі вищий за коефіцієнт дифузії, який отримано при апроксимації традиційною експоненційною функцією, що було виявлено і на зразку, ущільненому при температурі 1050 °С. І, нарешті, найвища точність апроксимації ( $R^2 = 0.9916$ )

забезпечується у разі використання експоненційної залежності з показником степеня  $n$ , який у даному випадку дорівнює 1,5, що свідчить про прискорену дифузію. При цьому розрахований, за умови проходження дифузійного процесу

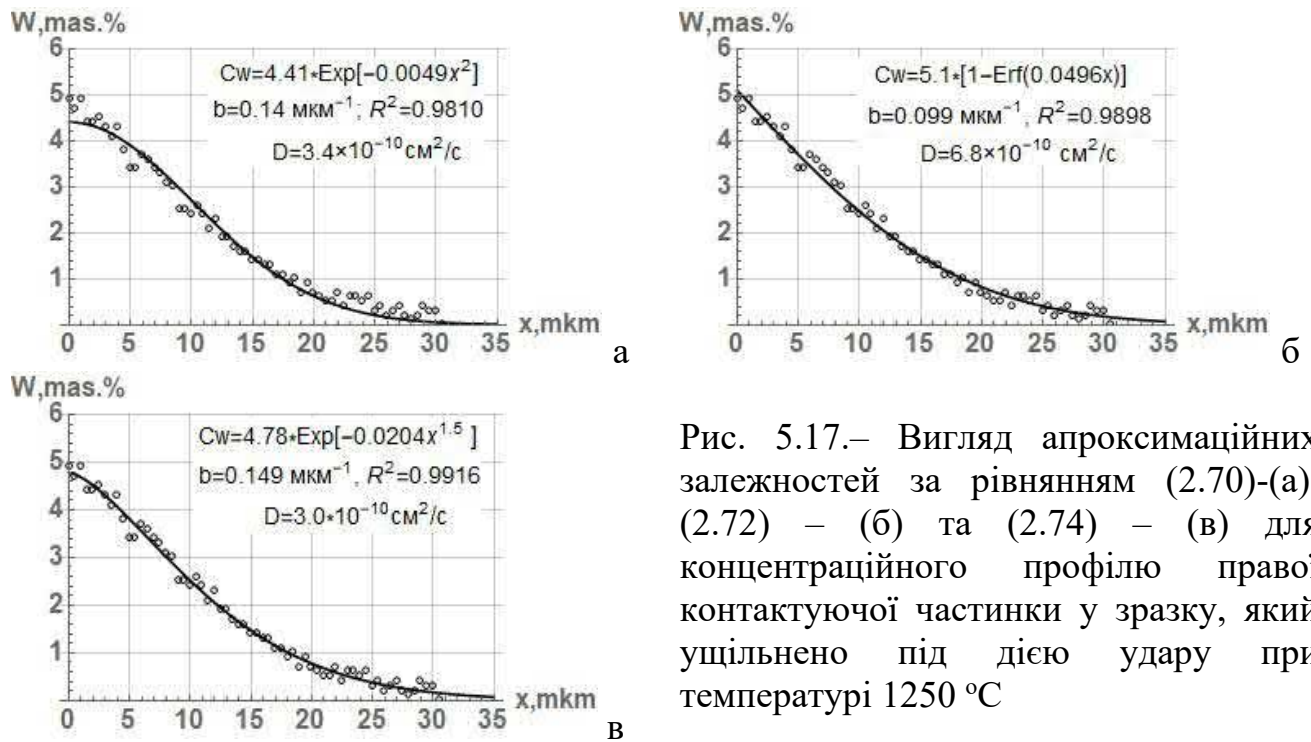


Рис. 5.17.— Вигляд апроксимаційних залежностей за рівнянням (2.70)-(а), (2.72) – (б) та (2.74) – (в) для концентраційного профілю правої контактуючої частинки у зразку, який ущільнено під дією удару при температурі 1250 °С

протягом 1500 с, коефіцієнт дифузії виявляється не більше, а практично такий же коефіцієнт дифузії, який отримано з апроксимації традиційним експоненційним рівнянням. З аналізу цієї інформації випливає, що запропоноване дослідниками прискореного масопереносу рівняння дифузії є досить ефективним для апроксимації концентраційних профілів, але залишається поки що незрозумілим значення показника степеня  $n$  у даному рівнянні. У зв'язку з цим розглянемо останній приклад аналізу концентраційного профілю найбільш цікавої границі, в якій контактують дві частинки, одна з яких спочатку не мала атомів вольфраму на поверхні (не піддавалася обробці твердосплавними кулями), а друга містила певну кількість атомів вольфраму. Концентраційний профіль такої границі в результаті ударного ущільнення при 1100 °С показано на рис. 5.14.

Проаналізуємо спочатку концентраційний профіль правої частинки, яка містить на поверхні атоми вольфраму у вихідному стані. Але перед цим необхідно визначитися з тим, де проходить границя між двома частинками. Насправді це зробити важко, але для першого наближення умовна границя між двома частинками обрана на відстані приблизно 1,5 мкм від мінімального значення (на лівій частинці)

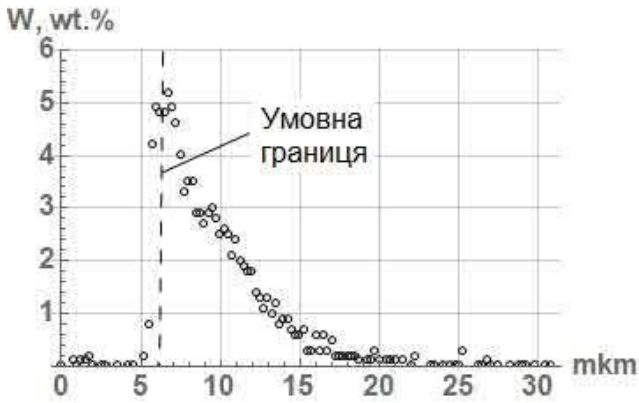


Рис. 5.18. – Вибір умовної границі поміж двома контактуючими частинками сталі Х17Н2 з різною поверхнею у вихідному стані – без впровадженого вольфраму та з наявністю вольфраму від обробки твердосплавними кулями

концентрації вольфраму, або між двома однаковими значеннями концентрації вольфраму, рівними приблизно 5 мас. %. Для кращого сприйняття розташування умовної границі наведено рис. 5.18, де ця границя графічно показана штриховою лінією. Зауважимо при цьому, що експериментальні дані з концентрації вольфраму на цьому рисунку зменшено на величину 0,2 % (фон). Після встановлення границі

поміж частинками можна провести апроксимацію концентраційного профілю атомів вольфраму на кожній частинці окремо. Результати апроксимації експериментальних даних щодо зміни концентрації атомів вольфраму в правій частинці рівняннями (2.70), (2.72) та (2.74) показані на рис. 5.19.

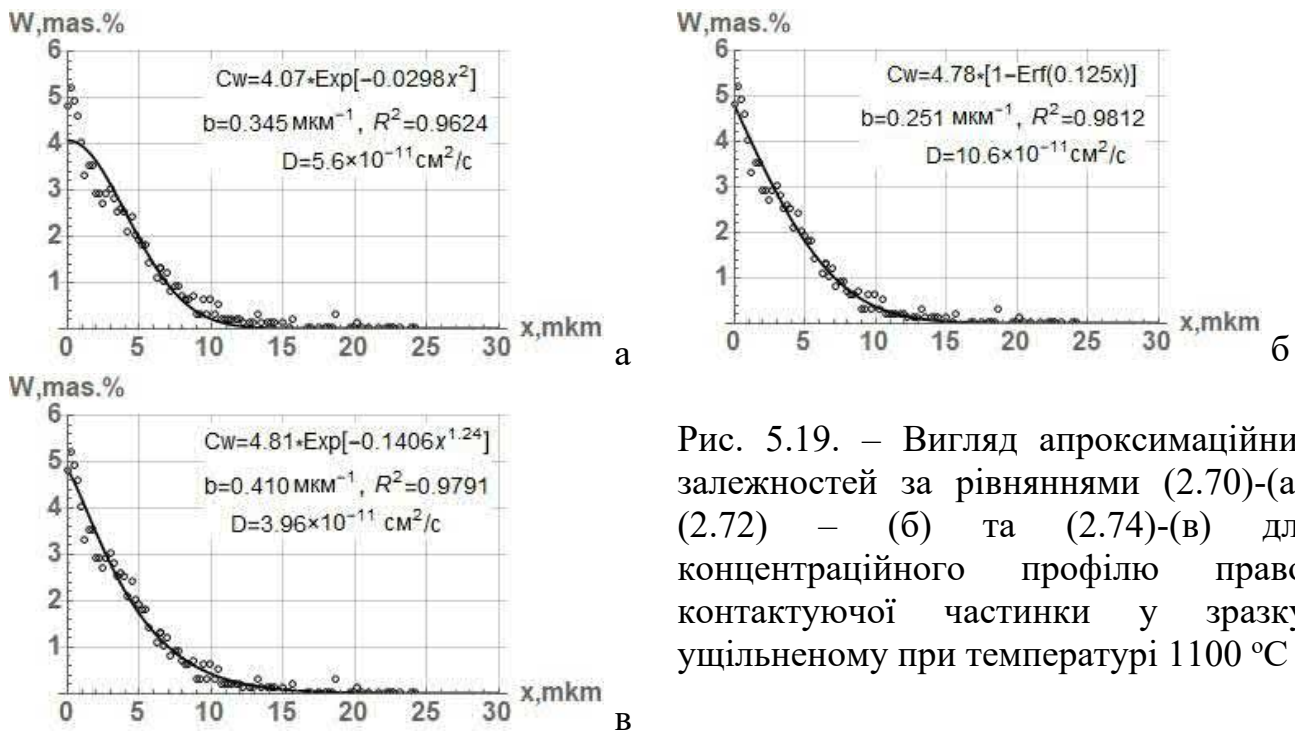


Рис. 5.19. – Вигляд апроксимаційних залежностей за рівняннями (2.70)-(а), (2.72) – (б) та (2.74)-(в) для концентраційного профілю правої контактуючої частинки у зразку, ущільненому при температурі 1100 °С

Для розрахунку коефіцієнта дифузії тривалість термічної активації обрана така сама, як і раніше, тобто  $t = 1500 \text{ с}$ . Графіки наведені на рис. 5.19, підтверджують в принципі картину з апроксимацією трьома рівняннями концентраційного профілю попереднього зразка, де більш низька точність апроксимації виходить у разі

використання традиційного експоненційного рівняння і більш висока точність апроксимації досягається при використанні функції помилок або експоненційного рівняння с показником степеня  $n$  при аргументу. Правда в даному випадку використання функції помилок забезпечує більш високу точність апроксимації, хоча вона несуттєво перевищує точність апроксимації експоненційною функцією з параметром  $n$ . І знову ж таки коефіцієнт дифузії при використанні функції помилок удвічі вище коефіцієнта дифузії, який отримано від апроксимації традиційною експоненційною функцією, і трохи більше ніж удвічі вище коефіцієнта дифузії, який отримано в результаті апроксимації експоненційною функцією з параметром  $n$ , див. рис. 5.19. В останньому випадку привертає увагу також низьке значення показника степеня  $n = 1,24$  при аргументу  $x$ . Тобто і в даному випадку спостерігається ситуація, коли зниження показника степеня  $n$  супроводжується не збільшенням коефіцієнта дифузії за рахунок міжувзельного переміщення атомів, а хоч і незначним, але зменшенням коефіцієнта дифузії. Зазначимо також, що коефіцієнт дифузії вольфраму в залізі при  $1100\text{ }^\circ\text{C}$  дорівнює  $3,4 \times 10^{-11}\text{ см}^2/\text{с}$ .

Найбільший, мабуть, інтерес викликає аналіз дифузійного процесу для лівої частинки на рис. 5.18, де спочатку не було атомів вольфраму, а після ударного ущільнення за тисячні частки секунди атоми вольфраму проникли в неї. На жаль, невелика кількість атомів вольфраму в лівій частинці не дозволяє встановити високий рівень надійності при визначенні коефіцієнта дифузії, але для наближеної оцінки параметрів дифузії в лівій частинці отримані експериментальні дані можна використати. У зв'язку з цим було проведено апроксимацію концентраційного профілю атомів вольфраму в лівій частинці різними рівняннями. Результати цієї апроксимації трьома рівняннями показано на рис. 5.20, у якому концентраційний профіль повернутий на  $180^\circ$  щодо границі. Результати проведеної апроксимації показали, що використання функції помилок у цьому випадку призвели до найнижчої точності апроксимації ( $R^2=0,9077$ ). Вища точність ( $R^2=0,9552$ ) виходить за апроксимації звичайною експоненційною функцією, але найбільш високу точність ( $R^2=0,9959$ ) забезпечила експоненційна функція з показником степеня  $n$  при аргументі. При цьому вельми несподіваним виявилось те, що величина цього показника степеня вийшла не меншою, а набагато вищою за 2, а саме  $n=6.23$ , що не

вписується у звичайні уявлення для дифузійних процесів. У той же час коефіцієнти дифузії, які розраховані для експоненційних залежностей, практично збігаються та його величина менше на чотири порядки від звичайних коефіцієнтів дифузії, оскільки атоми вольфраму у даному випадку проникають у частинку за час 0,004-0,005 с.

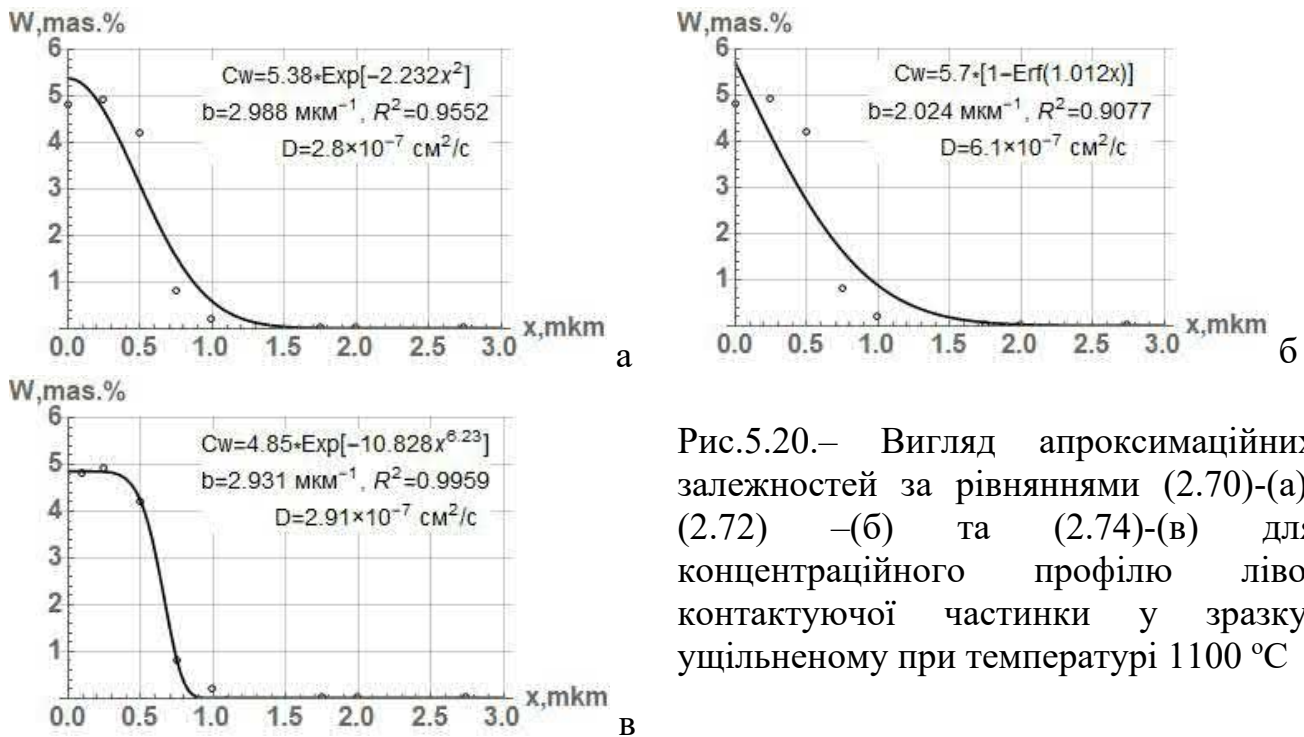


Рис.5.20.— Вигляд апроксимаційних залежностей за рівняннями (2.70)-(а), (2.72) –(б) та (2.74)-(в) для концентраційного профілю лівої контактуючої частинки у зразку, ущільненому при температурі 1100 °С

Таким чином, аналіз концентраційних профілів атомів вольфраму при перетину границі між частинками показав, що ці профілі в основному відповідають дифузійному процесу, характерному для ізотермічного відпалу, тобто коли атоми вольфраму дифундують в частинку під час ізотермічної витримки порошкових зразків перед ударним ущільненням. Підвищена концентрація атомів вольфраму на границі між частинками в порівнянні з теоретичною концентрацією, передбаченою експоненційним законом, є, швидше за все, наслідком ударної деформації частинок, що містять на поверхні певну кількість атомів вольфраму. У тому ж випадку, коли одна з частинок не містить на своїй поверхні атоми вольфраму, то при її ударному стисканні з частинкою, яка містить атоми вольфраму, відбувається проникнення атомів вольфраму з однієї частинки до іншої за тисячні частки секунди. Тобто при ударному стисканні порошків зі швидкістю деформації порядку  $100 \text{ с}^{-1}$  має місце явище прискореної дифузії атомів вольфраму в сталеву частинку, хоча оціночний коефіцієнт дифузії збільшений лише

на чотири порядки, а не на дев'ять порядків, як це виявлено для металів у роботах дослідників Інститутів металофізики та електрозварювання НАН України [136, 138]. Особливий інтерес викликає концентраційний профіль атомів вольфраму в частинці, що не має атомів вольфраму до ударного стискання, і висока точність апроксимації його експоненційним рівнянням з аргументом в степені  $n$ , де виявилось, що  $n > 2$ . Такий випадок несподіваний, оскільки не передбачає механізм дифузії. Однак характер дифузійної кривої з  $n > 2$ , що показує високу концентрацію атомів поблизу границі, призводить до думки, що це може бути наслідком механічного перемішування поверхневих шарів частинок або так званої «механічної дифузії». Про можливість прояву механізму механічного перемішування при імпульсному стисканні йдеться у книзі [144, с. 168].

Зрештою можна сказати, що отриманий результат дуже цікавий і потребує детальнішого дослідження, хоча вже зараз видно, що при ударному ущільненні порошку утворюється дуже міцний зв'язок між частинками за тисячні частки секунди.

#### **5.4. Особливості ущільнення та спікання під дією удару біметалічних порошкових сумішей**

Раніше було досліджено особливості ущільнення та можливості спікання при відносно низьких температурах, але під дією ударного навантаження однофазних порошків. Було встановлено, що пластичні матеріали і, зокрема, метали можна отримати з порошку при температурах, суттєво знижених по відношенню до температур вільного спікання. Зниження температури утворення міцних зв'язків між частинками сприяють такі фізичні явища як зовнішній тиск, ступінь деформації та швидкість деформації. Ці фактори лежать в основі механічної енергії, підведеної до порошку, що дозволяє зменшити теплову енергію або температуру для забезпечення спікання, тобто утворення міцних зв'язків між частинками, і ущільнення порошку. Іншими словами, підведена механічна енергія сприяє, з одного боку, зменшенню пористості зразків, а, з іншого боку, реалізації схоплювання між частинками при зниженій температурі. При ущільненні порошків у жорсткій матриці можливості застосування дуже високих тисків та великих ступенів деформації обмежені і тому не завжди можна суттєво знизити температуру ущільнення порошків для отримання безпористих та міцних зразків. Зокрема було показано, що можливості зниження температури ударного ущільнення і спікання зразків обмежені у випадку використання жароміцних матеріалів, типу нержавіючих сталей, і малопластичних навіть при високих температурах матеріалів, типу інтерметалідів. Можливості істотного зниження температури ущільнення та спікання зразків також можуть бути обмежені і при отриманні гетерофазних матеріалів з різними по механічним властивостям фазам. До таких матеріалів можна віднести досить поширені такі матеріали, як срібло-нікель, мідь-вольфрам, мідь-хром. Експерименти щодо ущільнення зазначених біметалевих композитів призвели до наступних результатів.

##### **Композит срібло-нікель**

В даному випадку об'ємний вміст нікелю, тобто більш тугоплавкого матеріалу, у срібній матриці було трохи менше 34%. Тому основна частка міжчастинкових границь припадала на границі між частинками відносно легкоплавкого срібла. Це дозволило знизити температуру ущільнення брикетів з



порошкової суміші на значну величину. Якщо при вільному спіканні використовується температура 900 °С, то при ударному пресуванні щільні і міцні зразки з даного композиту виходять при температурі 450 °С. Чи є ця температура гранично низькою для забезпечення міцного зв'язку між частинками поки що сказати важко, оскільки при нижчій температурі ударне ущільнення брикетів не проводилося. Але навіть ця температура є досить низькою для забезпечення високої міцності зразків, враховуючи те, що в композиті третину обсягу займають більш тугоплавкі частинки нікелю і чималу частку міжчастинкових границь займають міжфазні границі між сріблом і нікелем, міцність яких, ймовірно, також є досить високою при температурі ущільнення 450 °С. Тут важливо відзначити, що міцність на вигин зразків з дрібнозернистої суміші порошоків, отриманих при температурі 450 °С, становить 915 МПа в той час, коли традиційні зразки мають міцність 550 МПа, а міцність на вигин зразків з крупнозернистої суміші порошоків, які отримані при температурі ущільнення 550 °С, дорівнює 530 МПа проти міцності на вигин 180 МПа для зразків, отриманих за стандартною технологією. Підвищення температури ударного ущільнення зразків або зменшує міцність на вигин (для дрібнозернистої суміші), або не змінює рівень міцності (для крупнозернистої суміші), але істотно впливає на пластичність зразків, яка збільшується як у першому випадку, так і в другому. Зростання пластичності порошкових зразків, як правило, пов'язують з поліпшенням якості границь між частинками, але в даному випадку збільшення пластичності зразків зі збільшенням температури їх ущільнення, очевидно, обумовлено укрупненням структури, принаймні для дрібнозернистих порошоків і більш рівномірним розподілом компонентів двофазної структури. Чи покращується при підвищенні температури міцність границь і, зокрема, міжфазних границь сказати поки що важко. Але можна припустити, що міжфазні границі стають якіснішими, оскільки незначна розчинність нікелю в сріблі помітно збільшується при підвищенні температури. А саме, якщо за 510 °С розчинність нікелю в сріблі становить 0,018 мас. %, то за температури 860 °С розчинність стає 0,084 мас. % [337]. Однак, важливо розуміти, що рівень пластичності зразків не завжди може бути критерієм якості границь поміж частинками у зразку. Висока міцність зразка свідчить про високу міцність міжчастинкових границь навіть за незначної

пластичності. Тому високий рівень міцності срібло-нікелевих зразків, які отримані ударним ущільненням порошків при температурах 450-550 °С свідчить про прояв процесу схоплювання між частинками та утворення міцного між ними зв'язку за тисячні частки секунди. У той же час у досліджуваному композиті при об'ємному вмісті нікелю близько 34% можуть зустрічатися границі між частинками нікелю. Але температура ущільнення 550 °С, не кажучи вже про температуру 450 °С, низька для схоплювання між собою нікелевих частинок. І границі між частинками нікелю у цьому випадку повинні бути ослабленими. Але в даному випадку або в даному композиті границі між частинками нікелю, або дуже рідко зустрічаються, або взагалі відсутні. Тому міцність композиту досить висока.

Інтерес у зв'язку з цим викликає зіставлення міцності композиту з міцністю чистого срібла, тобто міцністю матриці, і міцністю нікелю, тобто міцністю

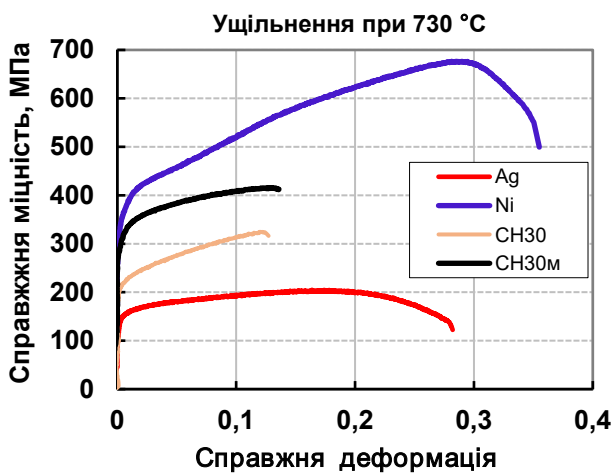


Рис. 5.21. – Діаграми випробування на розтяг порошкових зразків із срібла, нікелю та сумішей із порошків срібла та нікелю різної зернистості, які ущільнені під дією удару при температурі 730 °С

нікелевих частинок, хоча міцність нікелевих частинок і міцність монолітного нікелю може істотно відрізнятися. Тим не менш, з порошку срібла і порошку нікелю були отримані ударним ущільненням при температурі 730 °С щільні зразки, які потім випробовували на розтяг. Діаграми випробування цих зразків та діаграми випробування композитів з цих порошків з крупно- та дрібнозернистою структурою були зіставлені та показані на рис. 5.21. З цього досить цікавого

рисунок видно, що срібний зразок має найнижчу міцність на розтяг, 200 МПа, а чисто нікелевий зразок має найвищу міцність, 670 МПа. Міцність композиту займає проміжне положення між міцністю срібла і міцністю нікелю. Причому композит із крупною структурою має міцність 320 МПа, а міцність композиту із дрібною структурою має більш високу міцність, що дорівнює 415 МПа. Отже, розташовані у сріблі нікелеві частинки сприяють збільшенню міцності композиту зі срібною

матрицею. Але не менш цікавим є й інший факт. Це те, що пластичність композиту як крупнозернистого, так і дрібнозернистого значно нижче, майже вдвічі, пластичності чистого срібла. При цьому пластичність нікелевого зразка також є високою і навіть вищою за пластичність срібного зразка. Тобто нікелеві частинки збільшують міцність композиту, але знижують його пластичність. Проте для збільшення електроерозійної стійкості композитів важливим параметром виявилася міцність композиту, а не його пластичність. Але ця інформація відома із порівняння стійкості зазвичай спечених композитів зі стійкістю срібла. А експериментальні композити, які отримані за нестандартною технологією і які мають вищу міцність, ніж традиційні композити, на жаль, не були затребувані і випробувані, хоча вони мають показати ще вищу стійкість.

### **Композити мідь-вольфрам**

При дослідженні ударного ущільнення мідно-вольфрамового композиту з невеликим вмістом високодисперсних частинок вольфраму, 2, 5 і 10 об.%, не було можливості виявити вплив температури на щільність і міцність зразків в зв'язку з невеликою кількістю порошкової суміші. Але вибрана відносно невисока температура ущільнення 850 °C показала, що зразки мають високу щільність, більше 99%, і відносно високу міцність на розтяг, при якій тимчасовий опір збільшувався від 285 МПа для міді з 2 об. % W до 359 МПа для міді з 10 об. % W. Виходячи з цього результату можна припустити, що ударне ущільнення міді з вольфрамовими частинками при температурі 850 °C забезпечує утворення досить міцної міжфазної границі поміж міддю та вольфрамом. Однак важливо при цьому відмітити, що утворенню міцної міжфазної границі при ударному ущільненні передувало очищення поверхні частинок міді та вольфраму від кисню шляхом водневої обробки при температурі 850 °C протягом 2 годин. За відсутності такої обробки брикетів ударне ущільнення не забезпечувало високу міцність границі поміж міддю та вольфрамом навіть при нагріванні у вакуумі, оскільки міцність зразків композиту Cu-5%W була меншою від міцності такого ж композиту, але обробленого у водні, на 7% (296 проти 319 МПа). Відсутність водневої обробки більш істотно проявилася на зниженні пластичності зразків, оскільки відносне звуження зразків впало з 40 до 8%. Спроба введення сахарози в порошковий брикет з метою очищення поверхні

частинок від кисню шляхом взаємодії його з вуглецем сахарози також не призвела до позитивного результату, оскільки і міцність, і пластичність зразків були зниженими і такими за величиною, як на зразку без водневої обробки.

Відсутність впливу сахарози на якість поверхні порошків або на видалення кисню з поверхні порошків можливо обумовлено двома причинами. Або кількість сахарози і, отже, кількість високодисперсного вуглецю було недостатнім для видалення всього кисню, або температура 850 °С не є достатньою для видалення вуглецем кисню з оксиду вольфраму. Однак розрахунок зміни енергії Гіббса при взаємодії оксиду вольфраму з воднем і вуглецем, проведений у параграфі 3.1.2, показує, що при температурі нагрівання оксиду вольфраму вище 705 °С енергетично вигідніше відновлювати вольфрам із оксиду вуглецем, а не воднем. Значить кількість доданої до мідно-вольфрамової порошкової суміші сахарози була недостатньою для видалення всього кисню з порошкової суміші.

Як вже зазначалося, найбільший тимчасовий опір отриманих зразків досягається при додаванні в мідь 10 об. % вольфрамових частинок, 365 МПа (див. табл. 4.3.3). Але такий самий і навіть більший рівень міцності, 400 МПа, реалізується і на мідних зразках без зміцнювальних частинок вольфраму, див. рис. 4.1.2(б), які отримані ударним ущільненням при температурі 450 °С. Тобто, збереження дрібної структури в мідних зразках при низькотемпературному спіканні дозволяє отримати матеріал з підвищеною міцністю без зміцнюючих частинок. Але наявність зміцнюючих високодисперсних частинок вольфраму повинна забезпечити більш високе зміцнення міді чим те, що було отримано. Цілком ймовірно, що та структура композиту міді з вольфрамовими частинками, яка отримана в даному дослідженні, далека від оптимальної, і не забезпечує максимально можливого ступеню зміцнення міді. Справа в тому, що високодисперсні частинки вольфраму не розподілені рівномірно в мідній матриці, а розташовуються товстим шаром навколо великих мідних частинок, що добре видно на рис. 4.3.9(в, г). Така структура матеріалу не може призводити до високої міцності, оскільки високою міцністю не можуть володіти прошарки по границях між мідними частинками із слабо зв'язаних між собою частинок вольфраму. Очевидно, тому і не реалізовано максимально можливу ступінь зміцнення міді вольфрамовими частинками. Звідси випливає те, що

механічне розмелювання мідного порошку з високодисперсними частинками вольфраму не є ефективним у плані забезпечення рівномірного розподілу вольфрамових частинок у мідній матриці. І для отримання більш високих результатів зміцнення міді необхідно використовувати інший спосіб підготовки порошкової суміші, наприклад, хімічний, який має можливість отримати суміш порошків з найбільш рівномірним розподілом компонентів.

Рівномірне розподілення компонентів було забезпечено в другому мідно-вольфрамовому композиті з об'ємним вмістом вольфраму 50 % завдяки використанню вихідної суміші порошків у вигляді дрібнозернистих порошків вольфраму і оксиду міді, яку піддавали відновлюванню перед ударним ущільненням. При цьому процес відновлення воднем проводився окремо від процесу ущільнення, а процес відновлення вуглецем сахарози проводився в одному процесі нагрівання і подальшого ущільнення порошкового брикету в діапазоні температур 850 до 1050 °С. При цьому найкращі механічні властивості, такі як границя міцності на вигин та твердість, були отримані на зразках, ущільнених при температурах 900 - 1000 °С, див. параграф 4.3.3. Цей діапазон температур ударного ущільнення даної вольфрам-мідної порошкової суміші виявився оптимальним щонайменше з двох причин. Одна причина пов'язана з відсутністю або з мінімальною кількістю границь між частинками вольфраму, міцність яких не може бути високою за вказаних температур ущільнення. А відсутність таких границь при відносно високому об'ємному вмісті вольфрамових частинок зумовлено рівномірним розподілом мідних частинок або точніше таким розподілом мідних частинок порошкової суміші, яке ізолює або розділяє вольфрамові частинки. Друга причина отримання якісних зразків при температурах 900-1000 °С полягає, ймовірно, в утворенні досить міцної міжфазної границі, тобто границі поміж вольфрамом та міддю. Зараз важко говорити конкретно про міцність або якість міжфазної границі, особливо враховуючи те, що мідь і вольфрам практично не взаємодіють навіть при розплавленні міді, але контакт вольфрамових і мідних частинок при ударному ущільненні є відносно міцним тому, що міцність на вигин зразків виходить досить високою, 1360-1580 МПа, при великій об'ємній частці границь між вольфрамом та міддю. При цьому можна припустити, що при ударному

ущільненні цієї порошкової суміші проявляється така особливість ударної деформації металів з високою швидкістю, при якій відбувається збільшення ступеня розчинення або ступеня взаємодії міді і вольфраму. Про таку можливість згадується у першому розділі дисертації під час розгляду питання прискореної дифузії атомів у випадку високошвидкісної деформації металів, див. параграф 1.4.

### **Композити мідь-хром**

На відміну від композиту мідь-вольфрам композит мідь-хром, який отримано з порошку, має деякі сприятливі для процесу спікання фактори. По-перше, температура плавлення хрому істотно нижча за температуру плавлення вольфраму і, по-друге, хром може незначно розчинятися в міді. Тому логічним було рішення про розширення діапазону температур ударного ущільнення мідно-хромових композитів у бік зменшення нижнього порога температури ущільнення до 750 °С, незважаючи на дослідження ущільнення композитів як з низьким вмістом хрому (35 об. %), так і з високим вмістом хрому (65 об.%). Важливо зазначити, що пористість зразків, ущільнених при температурі 750 °С, становила 2,3 % для композиту Cu-35 об. % Cr та 2,8 % для композиту Cu-65 об.% Cr. Тобто ударне ущільнення порошкових мідно-хромових композитів забезпечує отримання зразків з досить високим рівнем щільності при низькій температурі. Але умови для формування якісних границь за низьких температур ущільнення не дуже сприятливі для міжфазних границь і особливо для границь між частинками хрому. Хоча з іншого боку, хром має низьку енергію активації сублімації, 396,7 кДж/моль, і для утворення між частинками хрому міцного зв'язку при ущільненні за час 0,003 с необхідна температура 763 °С, якщо розрахунок провести за формулою (5.1.3), яка використовується для визначення температури термічної активації захоплення між частинками металу. На жаль можливість утворення між частинками хрому металічного зв'язку в процесі ударного ущільнення при температурі 760 °С залишається поки що нез'ясованою через відсутність відповідного експерименту. Тому про ефективність технології низькотемпературного ударного ущільнення можна судити за результатами визначення механічних властивостей зразків.

Ці результати свідчать про те, що при температурі ущільнення порошкових брикетів 750 °С всі композити мають міцність на вигин трохи менше 800 МПа.

Збільшення температури ущільнення до 950 °С підвищує міцність зразків незначно, але ущільнення брикетів при температурі 1050 °С призводить до найбільш високих значень міцності зразків на вигин, що знаходяться на рівні 1050-1150 МПа. Це означає, що висока якість міжфазних границь і, можливо, границь між частинками хрому з'являється при температурі ущільнення 1050 °С. Впевненість у тому, що ця температура ущільнення забезпечує хорошу якість границь між частинками хрому, заснована на факті високої міцності композиту з високим, 65 об. %, вмістом хрому, коли велику частку границь у такому композиті займають саме границі між частинками хрому, що добре видно на рис. 4.3.22(д, е).

Але більш важливим є інший результат, який показує, що висока міцність як міжфазних границь, так і границь поміж частинками хрому може бути досягнута і при температурі 750 °С. Про це свідчить зразок композиту Cu-65%Cr (№3389), який ущільнено при температурі 750 °С і який має міцність на вигин 1320 МПа, але при цьому він був деформований в радіальному напрямку більшою мірою, ніж інші зразки. Підвищена ступінь радіальної деформації була реалізована за рахунок дворазового пресування, і вона могла вплинути як на поліпшення якості міжфазних границь, так і на поліпшення якості границь поміж частинками хрому, а також на зменшення об'ємної частки границь поміж частинками хрому в зразку шляхом їх розриву і перетворення в міжфазні границі.

Важливо також відмітити і те, що ударне ущільнення брикетів зі збільшеною в 2 і 4 рази ізотермічною витримкою у вакуумі перед ущільненням не призвело до збільшення міцності зразків на вигин. Тому найбільш ефективним прийомом підвищення міцності мідно-хромових композитів при їх ущільненні є збільшення ступеню деформації зразків, а не збільшення ізотермічної витримки перед ударним ущільненням.

Таким чином, застосування технології ударного ущільнення порошкових композитів, що складаються з двох металевих фаз, є доцільним рішенням, оскільки дозволяє отримати в твердій фазі високоякісні зразки за рахунок створення більш щільної і більш дрібнозернистої структури.

## 5.5. Особливості ущільнення та спікання під дією удару метало-карбідних порошкових сумішей Co-WC

Особливий інтерес викликає можливість зниження температури ущільнення двофазних композитів, в яких одна з фаз практично не деформується. До таких композитів відносяться всевітньо відомі і широко поширені карбидовольфрамкові тверді сплави WC-Co, тобто композити з металевою фазою, кобальтом, і твердою фазою, яка не деформується, а саме карбідом вольфраму. Дослідження ударного ущільнення проводили на різних композитах, але для початку інтерес представляли тверді сплави для зубків бурових доліт, з вмістом пластичної фази 25 об. % або 16 мас. % (BK16).

### Композит Co-75 об. % WC (BK16)

Результати дослідження такого композиту після ударного ущільнення у широкому діапазоні температур, поданих у параграфі 4.4.1. дозволили встановити важливі факти як при ударному твердофазному ущільненні, так і при рідкофазному деформуванні. При ущільненні порошкових брикетів із композиту WC-16 мас. % Co у твердій фазі при температурах від 950 °C до 1300 °C було виявлено кілька особливостей у зміні властивостей та структури зразків зі збільшенням температури їх ущільнення. Причому всі виявлені особливості поєднувало те, що вони виявлялися за однієї і тієї ж температури ущільнення. При цьому не менш важливим було й те, що метод ущільнення – ударне навантаження або вільне спікання – не впливали на виявлені особливості чи точніше на температуру їхнього прояву. Доцільно нагадати ці особливості у зміні властивостей і структури зі збільшенням температури ущільнення зразків у твердій фазі: (1) – явний перегин у зміні електроопору зразків; (2) – чіткий перегин в інтенсивності росту частинок карбиду вольфраму; (3) – радикальна зміна у формуванні пористої структури, що полягає у швидкому зменшенні діаметра пор після їх постійного зростання, (4) – різка зміна ступеня контакту карбідних частинок. Всі ці особливості проявлялися при температурі ~1200 °C. Більше того, при вільному спіканні порошкових брикетів максимальна швидкість їх усадки спостерігалася також при температурі 1200 °C, про що свідчили вітчизняні та зарубіжні публікації із твердофазного спікання



сплавів WC-Co [230, 338, 339].

Причиною всіх цих особливостей була одна подія, яка полягала в появі при температурі 1200 °С активної взаємодії між карбідом вольфраму та кобальтом, тобто в початку проходження активної дифузії атомів одного матеріалу в інший. Цей процес забезпечував утворення міцної міжфазної границі у твердій фазі, а не при появі рідкої фази, як це передбачалося раніше. Таким чином було встановлено принципове положення відносно того, що утворення міцної границі між карбідом вольфраму і кобальтом можливе при більш низькій температурі, ніж температура звичайного спікання зразків композиту WC-Co, яка передбачала наявність рідкої фази. У цьому випадку можна говорити про те, що при температурі 1200 °С відбувається термічна активація утворення міцної міжфазної границі WC/Co. Тому, якщо процес схоплювання різнорідних поверхонь або поверхонь пластичного та непластичного матеріалів розглядати як результат механічної та термічної активації, то в даному випадку виявилось, що існує можливість формувати міцні міжфазні границі у твердій фазі за рахунок термічної активації. При цьому виявилось, що створення міцної границі між частинками карбіду вольфраму і кобальту може проходити за дуже короткий час ударного ущільнення, тобто за тисячні частки секунди. Однак виявилось і те, що при ударному ущільненні твердого сплаву з об'ємним вмістом твердих частинок карбіду вольфраму 75 % не вдається в твердій фазі отримати високощільні зразки і реалізувати максимально високу міцність зразків на вигин.

Максимально високу міцність на вигин на рівні 3200 МПа вдалося отримати при ударному ущільненні твердого сплаву BK16 при температурі 1300 °С, тобто при появі в зразках рідкої фази, яка сприяла суттєвому зменшенню пористості зразків. Але ж міцність на вигин зразків була більшою після ударного навантаження за рахунок прояву декількох факторів: (1) – зменшення ступеня контакту карбідних частинок, (2) – зменшення розміру пор або їх виключення, (3) – підвищення міцності кобальту в результаті його зміцнення розчиненим вольфрамом. Тут необхідно відмітити, що вплив ударної обробки в рідкій фазі на структуру та властивості зразків твердого сплаву є аналогічним впливу на спечені зразки додаткової термообробки у вигляді загартування, докладно описаної в книзі М. Г Лошака [340].

Тверді сплави з більш високим вмістом кобальту, тобто із вмістом 30 об. %, використовують для виготовлення інструменту, який працює в важких умовах експлуатації, наприклад, при висаджуванні болтів, заклепок, цвяхів та ін. деталей.

### **Композит Co-70 об. % WC (BK20)**

Цей композит ущільнювали під дією ударного навантаження при трьох температурах – одна в твердофазній області – 1270 °С та дві в рідкофазній – 1330 і 1390 °С. Крім того, враховуючи те, що при температурі 1330 °С рідка фаза має менший об'єм, ніж при температурі 1390 °С, та її розподіл в об'ємі зразка може бути менш рівномірним, важливо було дослідити вплив на властивості зразків тривалості ізотермічної витримки при температурі 1330 °С.

Отримані результати проведеного експерименту важливо проаналізувати з кількох сторін. Насамперед слід зазначити, що ударне ущільнення у твердій фазі композиту Co-WC із вмістом пластичного кобальту 30 об. % ще не дозволяє досягти щільного стану у процесі ущільнення. Зразки мають при цьому пористість на рівні 7,5 %. Більш того, зразки мають пористість близько 3% навіть у разі ущільнення при температурі 1330 °С, коли рідка фаза вже існує. Але через коротку ізотермічну витримку, 10 хв, можна припустити, що рідка фаза розподілена нерівномірно, і це ускладнює ущільнення. Збільшення ізотермічної витримки до 40 хв сприяє зменшенню пористості зразків при ударному ущільненні до 0,8%. Майже 100% щільність при 10-хвилинній ізотермічній витримці досягається лише при температурі ударного ущільнення 1390 °С. Зразки ж, отримані за цієї температури і за такої ж витримки вільним спіканням, мають пористість близько 0,8%. Однак фактор пористості не є єдиним параметром, що впливає на механічні властивості зразків.

Результати ударного ущільнення даного композиту показали, що при всіх температурах ударного ущільнення зразки мають більш високу міцність на вигин в порівнянні з міцністю зразків, які отримані вільним спіканням. Причому найвищий рівень міцності на вигин мають зразки, які ущільнені при температурі 1390 °С з ізотермічною витримкою 10 хв перед ударом, де середня міцність на вигин дорівнює  $3210 \pm 186$  МПа, а у випадку вільного спікання зразків середня міцність відповідає

значенню  $2820 \pm 340$  МПа. Цей факт свідчить про те, що при ударному ущільненні вдається підвищити міцність зразків на вигин лише на 14 %, і можна говорити, що це невисокий показник підвищення міцності на вигин даного композиту. Але при цьому важливо враховувати дві обставини. По-перше, на 14 % підвищується найбільш висока (по середньому значенню) міцність спечених зразків, яка знаходиться на рівні 2800 МПа і відповідає рівню міцності на вигин зарубіжних високоякісних твердих сплавів аналогічного складу [341], а по-друге, навіть незначне підвищення міцності на вигин твердих сплавів може збільшувати експлуатаційну стійкість зразків у кілька разів. Наприклад, у книзі [340] М. Г. Лошак показує, що збільшення міцності на вигин зразків на 5-15% в результаті їх загартування може збільшити довговічність зразків у 2-6 разів. Причинами суттєвого збільшення довговічності твердих сплавів після їх загартування є, на думку М.Г. Лошака, зменшення суміжності (ступеня контакту карбідних частинок) та зміцнення кобальтової фази за рахунок збереження в ній підвищеної концентрації вольфраму. Ці причини спрацьовують і у разі ударного ущільнення в холодній матриці нагрітих до високої температури порошкових зразків з даного композиту. При цьому важливо відмітити, що ударне ущільнення дозволяє більшою мірою зменшити суміжність карбідної фази в зразках, ніж звичайне загартування, завдяки підвищеному ступеню деформації зразків при ущільненні. Зменшення суміжності карбідних частинок сприяє, як вважають автори роботи [342], зниженню рівня залишкових термічних напружень у фазових складових і зменшенню ступеню деформації кобальтових прошарків при охолодженні зразків до кімнатної температури після спікання.

Проведення оцінки статистичної міцності зразків на вигин при випробуванні 10 зразків і побудові кривих розподілу міцності по Вейбуллу показало, що параметр Вейбулла, який характеризує розкид властивостей зразків, отриманих ударним ущільненням, має задовільний рівень значень -  $m = 13,5-14,5$ . Але цей параметр може бути збільшений вдвічі, якщо збільшити час ізотермічної витримки перед ударним ущільненням зразків, що було встановлено на іншому сплаві ВК20. Для порівняння зазначимо, що у зарубіжній статті [343] досліджені спечені тверді сплави WC-Co з масовим вмістом кобальту 7, 15 та 27 % мають значення параметра

Вейбулла відповідно 14,3; 23,5 та 21,6.

Важливо також відмітити і те, що при випробуванні зразків на вигин зменшення відстані (бази) між нижніми опорами призводить до збільшення міцності зразків. Зокрема на досліджуваному сплаві ВК20 середня міцність на вигин з 9 зразків при випробуванні на базі (відстань між опорами) 30 мм була  $3220 \pm 171$  МПа, а середня міцність на вигин з 15 зразків при випробуванні на базі 15 мм була  $3650 \pm 135$  МПа. Цей факт треба мати на увазі при порівнянні міцності на вигин зразків, приведених в роботах зарубіжних дослідників. Для прикладу такого порівняння наведемо дані про міцність на вигин славу WC-20 мас. % Со, які приведені в нещодавно опублікованій статті [341]. В цій статті зразки мали розміри  $6,5 \times 5,25 \times 20$  мм (тип В по ISO 3327) і після випробування на вигин при відстані між опорами 14,5 мм показали середню міцність на вигин 2950 МПа. У нашому випадку зразки зі сплаву ВК20 (п. 2007), які були випробувані при відстані між опорами 15 мм, мали середню міцність 3650 МПа, а максимальна міцність на вигин серед випробуваних зразків досягала 4006 МПа. Тут треба зауважити на те, що такий рівень міцності на вигин реалізується як у зарубіжних фахівців, так і в нашому випадку на зразках з оптимальним вмістом вуглецю в порошковій суміші карбиду вольфраму і кобальту, що дорівнює 5,0 мас. % для сплаву ВК20, тобто практично при стехіометричному вмісті вуглецю в карбіді вольфраму. Але знову ж таки висока міцність реалізується на зразках, оброблених тиском за наявності рідкої фази, оскільки в твердій фазі зразки мають підвищений рівень пористості. Однак з іншого боку умови рідкофазного ущільнення у нашому випадку, тобто при температурі 1340 °С і ізотермічній витримці 10 хв, відрізняються від умов рідкофазного спікання в роботі [341], де спікання проводили при 1450 °С протягом 1 години.

### **Композит Со-62 об. % WC (ВК26)**

Для вирішення питання можливості отримання високощільних зразків в твердій фазі твердих сплавів WC-Со провели дослідження по ударному ущільненню сплаву з більш високим об'ємним вмістом пластичної фази, а саме на композиті з вмістом кобальту 38% або 26 мас. %. В даному випадку щільність зразків на рівні 99,8 % вдалося отримати в твердій фазі при температурі 1250 °С. Практично щільні зразки були отримані також при ще більш низькій температурі, а саме при 1150 °С,

але для цього потрібно було застосувати триразове ударне ущільнення. Таке ущільнення зразків при температурі 1050 °С призвело до отримання пористості на рівні 4,5 %. Тобто високощільні зразки вдалося отримати триразовим ущільненням у твердій фазі при суттєво знижених температурах. Але оскільки ці температури були нижчими за 1200 °С (тобто температури, при якій у твердій фазі утворюються міцні міжфазні границі), то логічним було очікування на таких зразках низького рівня міцності на вигин через слабкі міжфазні границі. Однак міцність на зразку, ущільненому за три рази при температурі 1150 °С., виявилася гранично високою – 3299 МПа. З цього факту випливає, що міцні міжфазні границі можуть формуватися і при нижчій ніж 1200 °С температурі. Можна припустити, що формування високої міцності міжфазних границь при цій температурі зумовлено позитивним впливом на міцність з'єднання кобальту з карбідом вольфраму високого тиску при ущільненні порошкової суміші.

Важливо зазначити ще один цікавий факт. Тріщиностійкість зразків, отриманих ударним ущільненням у твердій фазі при температурі 1150 °С та зразків, отриманих звичайним спіканням у рідкій фазі при температурі 1350 °С, однакова і знаходиться на рівні 22,0-22,2 МПа·м<sup>0,5</sup>. У той же час структура цих зразків, яка показана на рис. 4.4.18, суттєво відрізняється. Зразки, отримані у твердій фазі, мають більш дрібнозернисту структуру з більш тонкими прошарками кобальту. У цьому випадку тріщиностійкість дрібнозернистих зразків повинна бути меншою за тріщиностійкість крупнозернистих зразків, але вона не менша у зразка після ударного ущільнення в твердій фазі. Це, ймовірно, обумовлено тим, що більш тонкі прошарки кобальту в ударно ущільнених зразках мають більш високу міцність через швидке охолодження і підвищений вміст вольфраму, ніж міцність товстіших прошарків кобальту в спечених зразках, які охолоджувалися повільніше і тому є менш міцними. Про вплив на тріщиностійкість композитних зразків міцності, а точніше границі текучості прошарків металевої фази можна говорити, спираючись на наведену нижче формулу з роботи [344]:

$$K_{1c} = \sigma_T \left( 2,57 + 0,17 \frac{d_{WC}}{l_{Co}} \right) \sqrt{3\pi l_{Co}} \quad (5.5.1),$$

де  $\sigma_T$  – границя текучості пластичного прошарку (кобальту) у твердому сплаві,  $d_{WC}$  – середній розмір частинок карбіду вольфраму,  $l_{Co}$  – середня товщина прошарку

кобальту.

З цієї формули слідує, що тріщиностійкість композиту прямо пропорційно залежить від границі текучості пластичної фази в композиті.

### **Композит Co-54 об. % WC (BK40)**

Дослідження ударного ущільнення даного композиту в твердій фазі в діапазоні температур від 1150 до 1290 °C дозволило остаточно зрозуміти що, високощільні зразки з порошоків непластичного карбїду вольфраму і пластичного кобальту можна отримати при об'ємному вмісту пластичної фази не менше половини. При цьому важливо підкреслити, що за дуже короткий час ударного ущільнення при температурі 1150 °C високопористого брикету встигають утворитися міцні границі поміж кобальтом і карбїдом вольфраму, про що свідчить висока міцність на вигин зразків, яка знаходиться на рівні 2850 МПа. Раніше ми відзначали, що висока міцність між кобальтом і карбїдом вольфраму може утворитися при температурі 1200 °C, оскільки при цій температурі карбїд вольфраму починає активно розчинятися в кобальті. Але насправді утворення міцного зв'язку між фазами відбувається при температурі 1150 °C. Це може бути пов'язано як з тим, що карбїд вольфраму починає активно взаємодіяти з кобальтом при 1150 °C, так і з тим, що високий тиск при ущільненні порошоків сприяє підвищенню хімічної активності контактуючих фаз при зниженій температурі.

На даному етапі ми ще не можемо точно вказати причину утворення міцного зв'язку між кобальтом та карбїдом вольфраму за температури ущільнення 1150 °C. У той же час точно відомо, що середній рівень міцності на вигин зразків, які ущільнені при 1150 °C, менше середнього рівня міцності зразків, ущільнених при 1200 °C і ще менше середньої міцності зразків, ущільнених при 1250 °C. З цього факту можна припустити, що причина більш низької середньої міцності зразків, ущільнених при 1150 °C, пов'язана з більш низькою міцністю міжфазних границь WC/Co. Однак, побудова графіка розподілу міцності зразків по Вейбуллу показала, що зразки, які ущільнені при 1150 °C, мають ширший розкид міцності на вигин (параметр Вейбулла  $m=8,8$ ), ніж зразки, які ущільнені при 1200 °C і у яких  $m=20,2$ . При цьому максимальне значення міцності у зразків, ущільнених за низької температури, є навіть більш високим, ніж у зразків, ущільнених при 1200 і 1250 °C.

Співвідношення між середнім значенням міцності на вигин та максимальним значенням міцності для зразків, які ущільнені при різних температурах, показано в табл. 5.1.

Таблиця 5.1. – Значення середньої та максимальної міцності на вигин зразків композиту ВК40, які отримані за різних температур ударного ущільнення

Характеристика міцності на вигин	Температура ударного ущільнення, °С		
	1150	1200	1250
Середня, МПа	2855	3114	3144
Максимальна, МПа	3410	3372	3366

Високий рівень максимальної міцності на вигин зразків, які отримані при температурі 1150 °С, свідчить про те, що і при даній температурі ударного ущільнення встигають сформуватися міцні границі поміж карбідом вольфраму і кобальтом. Можна припустити, що утворення міцної границі поміж пластичною та твердою фазами в композиті Co-WC при досить низькій температурі відбувається якоюсь мірою і за рахунок механічної активації поверхонь, що контактують при стисканні. На даному етапі досліджень поки що важко оцінити реальну міцність або енергію міжфазної границі у зразків, які ущільнені при температурі 1150 °С. Але абсолютно зрозуміло те, що міцність цих границь не гірша за міцність границь, сформованих при рідкофазному спіканні за тривалий час, оскільки міцність зразків, отриманих у твердій фазі, вища за міцність зразків, спечених у рідкій фазі.

При розгляді факторів, що впливають на міцність на вигин композитів Co-WC і враховуючи ту обставину, що руйнування зразків проходить в основному по кобальтовому прошарку, стає зрозумілим, що не тільки міцність міжфазної границі впливає на міцність зразків, але і міцність кобальтового прошарку. У зразків, ущільнених як у твердій, так і рідкій фазах під дією ударного навантаження в холодній матриці, в кобальтовому прошарку зберігається підвищений ступінь розчинення карбіду вольфраму. Це збільшує міцність прошарку та зразка в цілому.

Ще один фактор викликає зацікавленість. Він стосується структури зразків і, зокрема, зернистості та рівномірності розподілу карбідних частинок у кобальтовій матриці. Цілком ймовірно те, що більш висока міцність на вигин зразків даного композиту, отриманого в твердій фазі, в порівнянні з міцністю зразків, які спечені в рідкій фазі, обумовлена не тільки більш дрібнозернистою структурою, але і більш

рівномірним розподілом карбідних частинок в матриці з кобальту. У той же час серед тенденцій удосконалення твердих сплавів WC-Co є напрям створення зразків з так званою гібридною структурою [326], яка відрізняється від звичайної структури нерівномірним розподілом частинок карбиду вольфраму в кобальті і яка призводить, як правило, до більш низької міцності на вигин.

І, нарешті, найголовніше питання, яке постає до композиту з дуже високим вмістом кобальту, це його практична корисність. Такі композити у промисловості не застосовують переважно через низьку твердість. Але при отриманні зразків

Таблиця 5.2. Механічні властивості стандартних твердих сплавів BK20, BK20КС, BK20К, BK25, а також експериментальних сплавів WC-40Co, які одержані ударним ущільненням у твердій фазі

Властивості та умови ущільнення	Сплав							
	BK20 (WC-20 мас. %Co)			BK25	BK40		BK40	
	Звичайний	Середньозернистий (BK20КС)	Крупнозернистий (BK20К)	Звичайний	Дрібнозернистий		Звичайний	
Вміст кобальту, $V_{Co}$ , об.%	30			37	54		54	
Температура ущільнення, °C	~1380			~1370	1150	1250	1150	1200
Середній розмір частинок WC, $D_{WC}$ ( $L_{WC}$ ), мкм	2,2	3,7	11	2	(0,37)	(0,43)	–	–
Міцність на вигин, $R_{bm}$ , МПа	2360	2400	1700	2000	3350	3150	2860	3115
Міцність на стискання, $R_{cm}$ , МПа	3600	3000	2430	3300	2800	2705	3108	3095
Границя текучості при стисканні: $\sigma_{тек}^{0.2\%}$ , МПа	1800	1380	1100	1600	2400	2280	1800	1680
Твердість по Віккерсу, $HV_{30}$ ( $HV_{10}$ ), МПа	9320	8850	7170	8830	7770	7470	(7560)	(7740)
Тріщиностійкість, $K_{Ic}$ , МПа·м <sup>1/2</sup>	17	–	27	23	25,3	27,5	27,7	30,3
Пластичність при стисканні, $\epsilon$ , %	3,0	4,5	9,5	4,5	6,3	5,9	10,7	11,9
Робота пластичної деформації, $A$ , Дж/см <sup>3</sup>	93	160	220	130	184	154	280	302
Джерело	[325, 345]	[346, 347]	[347, 348]	[325, 345]	[332, 349]		Дана робота	



даного композиту у твердій фазі та збереженні дрібнозернистої структури твердість зберігається на досить високому рівні і не поступається твердістю промисловим твердим сплавам з меншим вмістом кобальту. Для порівняння твердості та інших механічних властивостей зразків даного композиту із зразками стандартних твердих сплавів із меншим вмістом кобальту наведено табл. 5.2. З цієї таблиці слідує, що досліджуваний композит із вмістом кобальту за обсягом більше половини може мати таку ж твердість, як і крупнозернистий твердий сплав ВК20К з більш низьким вмістом кобальту. Але при цьому експериментальний композит має вищі значення міцності на вигин, міцності на стискання, границі текучості при стисканні, пластичності при стисканні, тріщиностійкості та роботи руйнування. Тобто експериментальний твердий сплав або даний композит є унікальним за поєднанням високих значень різних механічних властивостей і може скласти гідну конкуренцію традиційним твердим сплавам.

## 5.6. Особливості ущільнення та спікання під дією удару композитів на основі карбиду вольфраму з різними зв'язками

### Дрібнозернистий композит WC-38 об. %Ni (BH26)

Нікель, як і кобальт, є сприятливою зв'язкою для карбиду вольфраму, оскільки він при розплавленні змочує карбід вольфраму з нульовим кутом і, отже, утворює з карбідом вольфраму низькоенергетичні та міцні границі. Але нікель у порівнянні з кобальтом має нижчу твердість і підвищену пластичність. Ці властивості нікелю є дуже сприятливими для низькотемпературного ударного ущільнення композиту з частинками, що не деформуються. Тому цей композит ущільнювали в твердій фазі в широкому діапазоні температур, починаючи з температури 950 °C і закінчуючи температурою 1250 °C. Як і слід було очікувати, ударне ущільнення карбидововольфрамового композиту з нікелевою зв'язкою дозволило отримати високощільні зразки при досить низьких температурах. Нагадаємо, що практично щільні зразки можна отримати ударним ущільненням за температури 1150 °C, а при триразовому ударному ущільненні - при температурі 1000 °C. При цьому вільне спікання у вакуумі брикетів даного композиту при 1150 °C призводить до пористості 7,5 %, а спікання при 1000 °C - до пористості 42%. Отже, ефективність ударного ущільнення двофазного композиту з нікелевою зв'язкою в плані забезпечення високої щільності очевидна навіть за наявності в композиті карбідних частинок більше половини за об'ємом. Але умова забезпечення високої щільності, як ми вже знаємо, є недостатньою для забезпечення високої міцності границь у зразку та високої міцності зразка загалом. У той же час при визначенні міцності на вигин та тріщиностійкості зразків даного композиту виявилось, що досить міцні границі, принаймні, міжфазні границі виходять міцними вже при температурі 950 °C, оскільки міцність зразків, які отримані ударним ущільненням при цій температурі, дорівнює 2185 МПа, тобто така ж, як міцність зразка, спеченого в рідкій фазі при температурі 1300 °C, 2145 МПа. Тріщиностійкість зразка, отриманого ущільненням при 950 °C, дорівнює 18,4 МПа·м<sup>0,5</sup>, а тріщиностійкість зразка, спеченого при 1350 °C, дорівнює 18,2 МПа·м<sup>0,5</sup>. Це свідчить про те, що висока якість міжфазних границь між карбідом вольфраму та нікелем може сформуватися при температурі 950 °C. При цьому з огляду на те, що формування більшості міжфазних границь

відбувається за тисячні частки секунди, напрошується і такий висновок, що формуванню міцного зв'язку між пластичною і твердою фазами сприяє високий рівень напруження при ударному ущільненні зразків, що призводить до реалізації механізму схоплювання. Як ми вже раніше обговорювали, для реалізації явища схоплювання між пластичною і непластичною фазами повинна проходити як механічна активація поверхонь, що контактують, так і термічна активація, яка в даному випадку активує поверхню карбіду вольфраму. Але для термічної активації поверхні карбіду вольфраму потрібна температура близько 1200 °С. Насправді ж міцні міжфазні границі утворюються і за нижчої температури. В даному випадку необхідно звернутися до статті [350], в якій автори досліджували поширення атомів кобальту, нікелю та заліза по поверхні пластини з карбіду вольфраму при різних температурах нагріву карбіду вольфраму з металевими частинками. Авторами [350] було встановлено, що при температурі 900 °С спостерігається поширення атомів кобальту, нікелю та заліза по поверхні як пластини, так і частинок карбіду вольфраму. Вони припускають, що поширення металу по поверхні карбіду вольфраму відбувається завдяки поверхневої дифузії атомів, але намагаються залучити до пояснення цього явища і механізм в'язкого течії, що викликає ряд питань. Проте важливим є той факт, що взаємодія між карбідом вольфраму та металами групи заліза відбувається за дуже низької температури в порівнянні з температурою звичайного спікання таких порошків. Очевидно, з цієї причини зразки з карбіду вольфраму і нікелю, які ущільнені під дією удару при температурі 950 °С, мають високі значення міцності і тріщиностійкості.

Важливо також відзначити, що крім міцності на вигин та тріщиностійкості композит WC 26 мас. %Ni, який отримано ударним ущільненням у твердій фазі, має більш високі значення міцності на стискання і твердості в порівнянні з міцністю на стискання і твердістю спечених в рідкій фазі зразків, див. рис. 4.5.5. Це зумовлено збереженням у зразках, які ущільнені у твердій фазі, більш дрібнозернистої структури, що забезпечує як підвищену міцність при стисканні, так і підвищену твердість. Отже, твердофазне ущільнення дрібнозернистої порошкової суміші карбіду вольфраму і нікелю дозволяє отримати більш якісний матеріал, ніж матеріал, який отримано за технологією рідкофазного спікання.

Вище ми обговорювали властивості зразків, які отримані при дуже низькій температурі ударного ущільнення, 950 °С, при якій властивості виходять такі ж, як при рідкофазному спіканні зразків при температурах 1300-1350 °С. Але підвищення температури ударного ущільнення до 1100-1200 °С призводить до підвищення міцності на вигин, тріщиностійкості, міцності на стискання зразків, але до зниження їх твердості. Тобто, підвищення температури твердофазного ущільнення сприяє все ж таки збільшенню характеристик міцності композиту. Однак інтерес викликає порівняння характеристик міцності даного композиту з аналогічним за кількістю зв'язки композитом WC-26 мас. % Co, який також був ущільнений у твердій фазі за таких же температур. Порівняння проведемо для зразків, ущільнених при 1100 °С під дією триразового удару, оскільки ці зразки мають найвищі показники міцності на вигин. Це порівняння показує, що композит з кобальтовою зв'язкою має нижчу міцність на вигин (2430 МПа проти 2640 МПа), нижчу тріщиностійкість (19,0 МПа·м<sup>0,5</sup> проти 20,3 МПа·м<sup>0,5</sup>), та вищу твердість (9,4 ГПа проти 8,9 ГПа). Але все ж таки слід сказати, що властивості зразків з кобальтовою і нікелевою зв'язками, які отримані в твердій фазі, відрізняються не дуже суттєво, і можуть лежати в межах звичайного розкиду властивостей. Правда, не можна не відзначити, що максимальна міцність на вигин зразків такого ж композиту з кобальтовою зв'язкою досягає рівня 3300 МПа, а максимальна міцність на вигин композиту з такою ж кількістю нікелевої зв'язки була 2640 МПа.

### **Надрібнозернистий композит на основі карбїду вольфраму та мідної зв'язки з об'ємним вмістом 50 % (36 мас. %)**

Особливістю даного композиту є те, що компоненти не взаємодіють між собою і, отже, не забезпечують при вільному спіканні як активне ущільнення пористого брикету, так і утворення міцних міжфазних границь, що призводить до низької міцності композиту в цілому. Проведене дослідження твердофазного ущільнення порошкової суміші WC-50 об. % Cu показало, що ударне ущільнення призводить до отримання зразків з високою щільністю (92%) навіть при температурі 750 °С, але міцність таких зразків знаходиться на низькому рівні, близько 600 МПа. Зауважимо, що температура ущільнення 750 °С цілком прийнятна для формування

міцного зв'язку між мідними частинками, що було показано в параграфі 4.1.1. Але оскільки в даному композиті, крім мідного порошку, присутні частинки карбиду вольфраму, то крім границь поміж мідними частинками присутня велика кількість міжфазних границь і якась кількість границь між частинками карбиду вольфраму. Для утворення цих границь міцними температура 750 °С є недостатньою. Тому міцність зразків, ущільнених за температури 750 °С є низькою. Підвищення температури ударного ущільнення призводить до збільшення міцності зразків, і максимальна міцність зразків на вигин виходить при температурі ударного ущільнення 1050 °С. Рівень міцності є досить високим, близько 1800 МПа. Зазначимо, що міцність на вигин зразків, які спечені у рідкій фазі, дорівнює 800 МПа, але зразки мають пористість 12%. Цю міцність можна екстраполювати на нульову пористість, використовуючи рівняння Є. Ришкевича або М. Ю. Бальшина, представлених у роботі [351] та які мають відповідно вигляд:

$$\sigma = \sigma_k \cdot \exp(-B\theta) \quad (5.6.1),$$

$$\sigma = \sigma_k \cdot (1 - \theta)^m \quad (5.6.2),$$

де  $\sigma$  і  $\sigma_k$  – міцність пористого та компактного матеріалу,  $\theta$  – пористість,  $B$  та  $m$  – постійні параметри, різні для конкретних матеріалів.

Для композиту WC 50 об. % Си параметри  $B$  і  $m$  невідомі. Тому для проведення наближеної оцінки міцності досліджуваного пористого композиту приймемо параметр  $B=7$ , який раніше був визначений для пористих зразків з тугоплавких сполук, серед яких був і карбід вольфраму, при їх стисканні [351]. Тоді міцність на вигин спеченого в рідкій фазі композиту при нульовій пористості має бути 1853 МПа. Майже така ж міцність вийшла і на зразках, ущільнених у твердій фазі. Це свідчить про те, що міцність міжфазних границь, утворених за тисячні частки секунди у твердій фазі дорівнює міцності міжфазних границь, сформованих за наявності рідкої фази за більш тривалий час.

Отриманий рівень міцності на вигин даного композиту значно вищий за міцність суто мідних зразків, що видно на рис. 5.22. Враховуючи те, що руйнування композитних зразків відбувається по мідній складовій композиту, а не по частинкам карбиду вольфраму, виходить, що така висока міцність композиту забезпечується мідними прошарками. Якщо ж руйнування насправді йде по міжфазній границі, а не

по мідної фазі (що важко точно ідентифікувати), то міцність на розтяг мідних прошарків тоді ще більше, ніж 1800 МПа. Як відомо, звичайна і навіть зміцнена

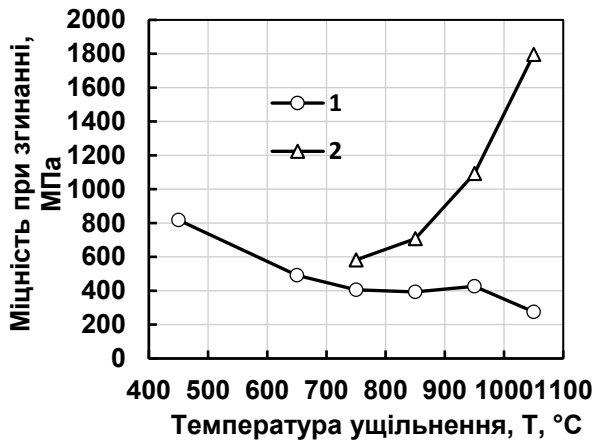


Рис.5.22. – Зміна міцності на вигин зразків із чистої міді (1) та зразків композиту WC-50 об. % Cu (2) залежно від температури ударного ущільнення пористих брикетів

міцності мідних ниткоподібних кристалів або вусів, яка за даними роботи [352] може досягати 2100 МПа. Таким чином, міцність даного композиту обумовлена або високою міцністю міжфазних границь, або високою міцністю тонких мідних прошарків між частинками карбіду вольфраму, яка близька або дорівнює міцності ниткоподібних кристалів і перевищує міцність звичайної міді, як правило, в кілька разів. Отриманий результат щодо досягнутої міцності даного композиту свідчить про ефективність ударного ущільнення у вакуумі наддрібнозернистої суміші порошків карбіду вольфраму і міді. Такі композити можуть скласти конкуренцію подібним матеріалам, які використовуються в електротехнічній промисловості для отримання зносостійких контактів та електродів.

### **Середньозернистий композит на основі карбіду вольфраму та інтерметалідної зв'язки Ni<sub>3</sub>Al з об'ємним вмістом 55 % (37 мас. %)**

На відміну від попереднього композиту, де в якості зв'язки була використана пластична і малоактивна до карбіду вольфраму мідь, в даному випадку була використана неметалічна зв'язка з інтерметаліду, яка не має високої пластичності, але здатна утворювати з карбідом вольфраму досить міцну границю через хороше змочування рідким інтерметалідом карбіду вольфраму (кут змочування дорівнює

деформацією мідь немає такої міцності. Максимальна справжня міцність на розтяг мідних зразків у нашому дослідженні, показаному раніше, була на рівні 640 МПа. Можна припустити, що деяке розчинення кобальту в міді може підвищити міцність міді, але не настільки, щоб досягти 1800 МПа. Тому виникає питання, що це за міцність. Відповіддю на це питання може бути та обставина, що тонкі прошарки міді можуть мати міцність, що дорівнює

нулю) [353]. Крім того, карбід вольфраму може незначно розчинятися в інтерметаліді, що також сприяє утворенню якісної границі між карбідом вольфраму та інтерметалідом. Однак, незважаючи на відносно хорошу хімічну спорідненість між карбідом вольфраму і даним інтерметалідом, їх спікання необхідно проводити в рідкій фазі для забезпечення мінімальної пористості у зразках. Рідкофазне спікання сприяє зростанню частинок карбиду вольфраму, оскільки має місце процес перекристалізації частинок карбиду вольфраму через рідку фазу.

Результати дослідження ударного ущільнення даного композиту в твердій фазі показали, що досить щільні зразки (96,5%) вдається отримати вже при температурі 1160 °С, причому щільність зразків трохи збільшується при підвищенні температури ущільнення до 1330 °С. Вільне спікання зразків за цієї температури зберігає пористість на рівні 6,6 %. Важливо відзначити, що спікання пористого брикету з порошку одного інтерметаліду (без частинок карбиду вольфраму) при температурі 1300 °С збільшує початкову щільність сирих брикетів (63 %) всього на 5 %, що свідчить про низьку здатність до ущільнення одних частинок інтерметаліду. Частинки карбиду вольфраму активують процес ущільнення інтерметаліду, але не здатні у твердій фазі забезпечити високу щільність. Завдання щодо підвищення щільності зразків вирішує, як було показано, технологія ударного ущільнення у вакуумі.

Однак висока щільність, як відомо, не є достатньою умовою для забезпечення високої міцності зразків, оскільки слабка міцність границь між частинками визначає низьку міцність зразка в цілому. При ущільненні порошкового композиту в твердій фазі, та ще й при істотно знижених температурах, границі поміж частинками інтерметаліду і карбиду вольфраму можуть бути істотно ослабленими. Проте випробування зразків на триточковий вигин показали, що міцність зразків, які отримані ударним ущільненням за найнижчої температури, тобто при температурі 1160 °С, є найвищою, близько 1600 МПа, і вищою, ніж міцність спечених в рідкій фазі зразків, що дорівнює 1450 МПа. При цьому щільність зразків, які ущільнені при низькій температурі у твердій фазі та які спечені у рідкій фазі, однакова. Дане порівняння міцності на вигин зразків дозволяє стверджувати, що низькотемпературне твердофазне ущільнення даного композиту забезпечує

утворення якісних тобто міцних міжфазних границь, по-перше, при температурі 1160 °С, а по-друге, за час ударного ущільнення порядку 0,003-0.005 с. Цей нетривіальний факт свідчить про ефективність методу ударного ущільнення у вакуумі порошкового композиту WC-55 об. % Ni<sub>3</sub>Al за знижених температур. При цьому важливо наголосити на тому, що майже миттєве утворення міцних міжфазних границь відбувається при використанні інтерметаліду з підвищеним вмістом шкідливих домішок, що було показано в параграфі 4.2.4. Більше того, досить висока міцність на вигин досягається на зразках, що мають не дуже високу ступінь рівномірності розподілу частинок карбїду вольфраму в інтерметалїдній матриці. У разі усунення таких недолїків можна очїкувати отримання методом ударного ущїльнення ще бїльш мїцних зразкїв даного композиту.

Порївняння мїцностї на вигин дослїджуваного композиту з мїцностю на вигин вїдомих з лїтератури подїбних композитїв показує, що рївень мїцностї у них є сумїрним, але при ударному ущїльненнї може застосовуватися температура на 200 °С нижча, нїж температура спїкання при звичайному методї їх виготовлення.

Ще один момент заслуговує на особливу увагу при дослїженнї даного композиту. Зїставлення мїцностї на вигин зразкїв композиту з мїцностю на вигин зразкїв з одного їнтерметалїду показує, що мїцность композиту вища в 2,5 рази. Бїльш того, границя текучостї при стисканнї даного композиту вище границї текучостї аналогїчного композиту з кобальтовою зв'язкою в 1,5 рази. Це свїдчить про високу якїсть композиту, що мїстить карбїд вольфраму та їнтерметалїд, ї який отримано ударним ущїльненням у твердїй фазї при досить низькїй температурї. А враховуючи, що границя текучостї їнтерметалїду збїльшується при пїдвищеннї температури до 800 °С, можна очїкувати вїд такого композиту високої експлуатацїйної стїйкостї при використаннї його як їнструмент для їзотермїчного штампування.



### 5.7. Механізм міцності на вигин композитів на основі карбіду вольфраму з різними зв'язками та умови отримання композиту з найбільш високою міцністю

Проведені нами досить детальні дослідження з ударного ущільнення композитів на основі карбіду вольфраму з кобальтовою зв'язкою та додаткові дослідження композитів на основі карбіду вольфраму з іншими металевими та неметалевими зв'язками дозволили підійти до деякого розуміння механізму міцності на вигин таких композитів. Для початку необхідно показати наявні результати по міцності на вигин різних композитів. Найбільша інформація є по композитам WC-Co. Насамперед нас цікавили передусім максимальні значення міцності на вигин різних зразків, оскільки ці значення міцності відображають, по суті, справжню міцність зразка без внутрішніх дефектів. Як відомо, міцність на вигин твердих сплавів WC-Co з різним вмістом кобальту в багатьох випадках визначається наявністю внутрішніх дефектів, таких як, сукупності пор і великих зерен WC, острівці кобальтової зв'язки, а також крупні частинки домішкових включень. Такі дефекти, розташовані на розтягнутій при вигину грані зразка, призводять до високої концентрації напруження та передчасного руйнування зразка. У цьому випадку міцність на вигин зразків,  $R_{bm}$ , може бути виражена як функція двох величин - тріщиностійкості,  $K_{1c}$ , і розміру дефекту,  $a_c$ , розташованого в зоні дії максимальних розтягуючих напружень:

$$R_{bm} \sim K_{1c} / \sqrt{a_c} \quad (5.7.1)$$

де  $a_c$  - розмір дефекту структури (пора, включення, велика частинка), що ініціює руйнування, тобто розмір критичного дефекту структури.

З цієї залежності випливає, що чим менше розмір критичного дефекту структури, тим вище буде міцність зразка. При цьому висока міцність може бути досягнута і на зразках з низькою тріщиностійкістю, але які не мають великих дефектів структури. Зокрема, для твердих сплавів WC-Co з рівнем тріщиностійкості 10-15 МПа·м<sup>1/2</sup> і границею міцності на вигин 3000 МПа розмір дефекту структури, що призводить до руйнування, матиме розмір приблизно 11-25 мкм. З цього випливає, що високий рівень міцності на вигин на твердих сплавах буде забезпечений при розмірі, наприклад, ізольованих пор менше 10 мкм. Більш

детальний аналіз міцності на вигин у твердих сплавах з внутрішніми структурними дефектами було дано в роботі [354] з посиланням на дослідження японських фахівців [355], які показали, що співвідношення різних дефектів в структурі зразків залежить від об'ємного вмісту кобальту та середнього розміру карбідних частинок. Якби внутрішні дефекти в сплавах були відсутні, то на думку авторів роботи [355], міцність на вигин сплаву WC-10% Co була б 8000 МПа. Насправді ж реальна міцність на вигин кращих твердих сплавів нижче більш ніж удвічі. У науково-технічній літературі є кілька публікацій, що показують значення міцності на вигин понад 3000 МПа. Зокрема, у роботі [356] за рахунок використання спікання зразків у вакуумі досягнуто міцність на вигин 3430 МПа на сплаві WC-15 мас.% Co, у той час як при спіканні у водні він мав міцність 2100 МПа. В іншому випадку сплав WC-10 мас. % Co, який було спечено у вакуумі шведськими фахівцями, показував міцність на вигин 3500-3600 МПа [357]. Ще більш висока міцність на вигин, а саме, 4300 МПа була отримана японськими дослідниками на такому самому по складу сплаві (WC-10Co) при спіканні у вакуумі [358]. І нарешті, у літературі є поодинокі публікації, у яких міцність на вигин на сплавах WC-Co може досягати 5000 МПа. Зокрема, у роботі [359] міцність на вигин сплаву WC-15 мас. % Co з розміром частинок WC 0,6 мкм дорівнює 5000 МПа, а в недавній роботі [360] представлені дані по міцності на вигин твердого сплаву WC-12 мас. % C (з добавкою 0,4 мас. % VC) із середнім значенням міцності на рівні 5095 МПа. Поки що важко коментувати такий високий рівень міцності середньокобальтових твердих сплавів, тим більше, що така інформація носить епізодичний характер, але можна припустити, що ці значення є завищеними за рахунок використання відповідної методики випробування зразків. Більшість максимальних значень міцності на вигин закордонних марок твердих сплавів з невисоким вмістом кобальту знаходяться в інтервалі 3300-3600 МПа. Зауважимо, що наші дослідження щодо ударного ущільнення твердих сплавів із вмістом кобальту 15 та 20 мас. % показують максимальну міцність від 3200 до 3500 МПа, див. параграф 4.4.1 та 4.4.2. Такий рівень максимальної міцності на вигин композитів WC-Co досягається на зразках з розмірами 5×5×35 мм (відстань між опорами 30 мм), і він по суті відображає граничну міцність на триточковий вигин твердих сплавів WC-Co з вмістом кобальту

від 10 до 55 об. %, оскільки досліджений композит WC-40 мас. % Co (54 об. %) після ударного ущільнення у твердій фазі при температурі 1150 °C досягав рівня міцності на вигин 3410 МПа. Якщо ж використовувати зразки для випробування на вигин з меншою довжиною (20 мм) і відстань між нижніми опорами брати 15 мм, то максимальна або гранична міцність на вигин, наприклад, дослідженого твердого сплаву ВК20 досягала 4000 МПа.

Поняття про граничну міцність на вигин малокобальтових твердих сплавів було введено в маловідомій статті В. Роебук [361], що описує і моделює граничну міцність твердих сплавів з невеликим вмістом кобальту. У цій роботі показано, що у сплавах з 6 і 11 мас. % Co існує максимальна або гранична міцність на вигин, яка відповідає рівню 2800-3000 МПа. Дуже характерним у зв'язку з наявністю граничної міцності є графік, що показує зміну міцності на вигин на сплаві з 11% Co в залежності від зворотної величини кореня четвертого ступеня з площі дефекту структури, що рівносильно зворотній величині кореня квадратного з розміру дефекту. Цей графік відтворено на рис. 5.23 і він свідчить про те, що міцність на вигин збільшується зі зменшенням кореня квадратного з розміру дефекту. Але при

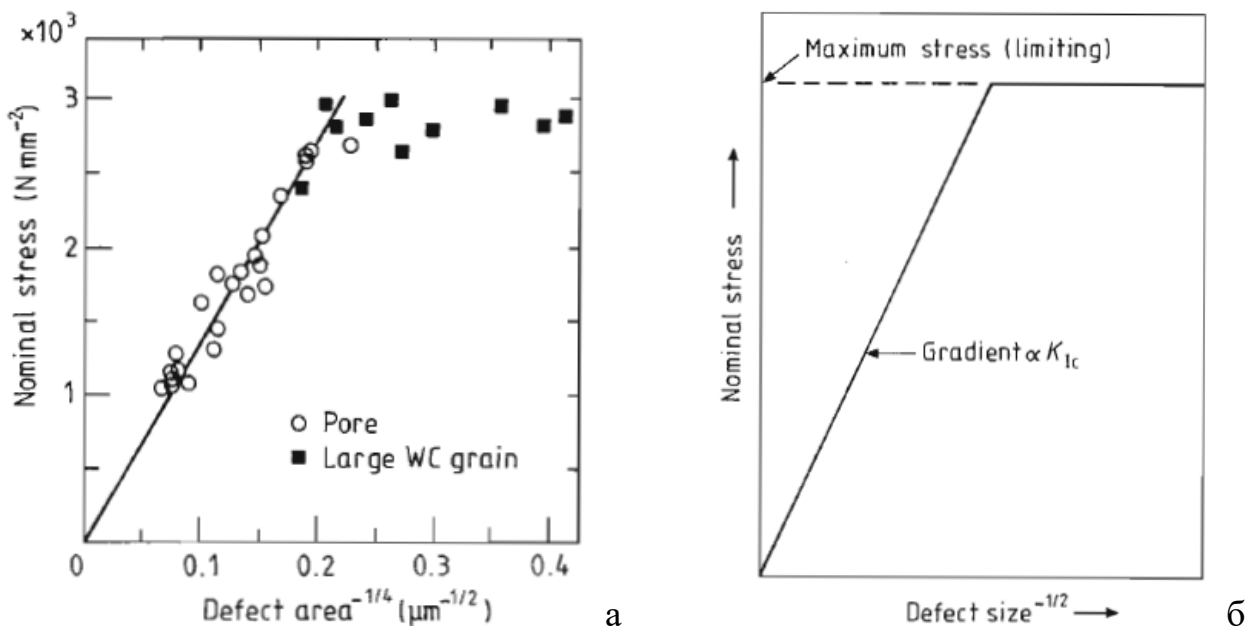


Рис. 5.23. – Залежність міцності на вигин сплаву з 11 мас. %Co від зворотної величини кореня четвертого ступеня з площі дефекту структури, що ініціює руйнування (а) і схематичний графік, що ілюструє концепцію граничної міцності твердих сплавів (б) [361]

певному значенні розміру дефекту або за певної міцності настає інша залежність або точніше незалежність міцності на вигин від розміру дефекту. Тобто, в даному

випадку зменшення розміру дефекту структури нижче за певне значення не призводить до підвищення міцності на вигин, і ця міцність є максимальною або граничною. У цьому випадку руйнування зразків з максимальною міцністю було визначено автором [361] як «руйнування, яке ініційоване мікроструктурою» (microstructure-initiated fracture). При цьому важливо зауважити, що та сама гранична міцність, що дорівнює 3000 МПа, була на сплавах з різним вмістом кобальту, хоча ця відмінність у вмісті кобальту була невеликою. Важливо також зазначити, що при руйнуванні зразків з максимальною міцністю, тобто коли немає явного дефекту структури, існує ніби умовний дефект структури, який визначається за допомогою значень міцності на вигин та тріщиностійкості зразків за формулою (5.7.1) або більш точною формулою, що використовується в роботі [361].

$$\sigma = A_1 K_{1c} / \sqrt{C} \quad (5.7.2),$$

де  $A_1$  - константа,  $C$  - розмір умовного дефекту структури, що ініціює руйнування.

У формулі (5.7.2) питання викликає величина константи  $A_1$ , але в роботі [361] вона обрана рівною 1,17, що задовільно відповідало розрахунковим та експериментальним значенням максимальної міцності на вигин зразків. При відомій тріщиностійкості сплаву з 11% Со, що дорівнює 15,2 МПа м<sup>1/2</sup>, максимальна міцність в 3000 МПа буде реалізована при розмірі умовного мікроструктурного дефекту розміром 35 мкм. Автором роботи [361] розмір умовного мікроструктурного дефекту названо як «характеристична довжина» (characteristic length). З наведеного матеріалу статті [361] випливає, що гранична або максимальна міцність на вигин в твердих малокобальтових сплавах реалізується в зразках, що не мають великих, тобто більше 20-30 мкм дефектів структури.

Є ще одна характерна ознака руйнування зразків з максимальною міцністю на вигин. Цю ознаку не вдалося зустріти в жодній вітчизняній та зарубіжній публікації з випробування твердих сплавів на вигин. Вона свідчить про те, що зразки, що мають граничну або досить високу міцність на вигин, руйнуються в багатьох випадках з утворенням на розтягнутій грані зразка двох поверхонь руйнування, які сходяться вище нейтральної лінії і утворюють третій шматочок зразка. При руйнуванні високоміцних зразків може утворюватися і четвертий шматочок зразка, розташований під верхнім ножем, що навантажує зразок. Вигляд таких зразків

показано на рис. 5.24. Як правило, у таких зразків явне джерело руйнування відсутнє, і реалізується висока міцність на вигин, властива реальній міцності конкретного зразка з мікроструктурою без великих внутрішніх дефектів.

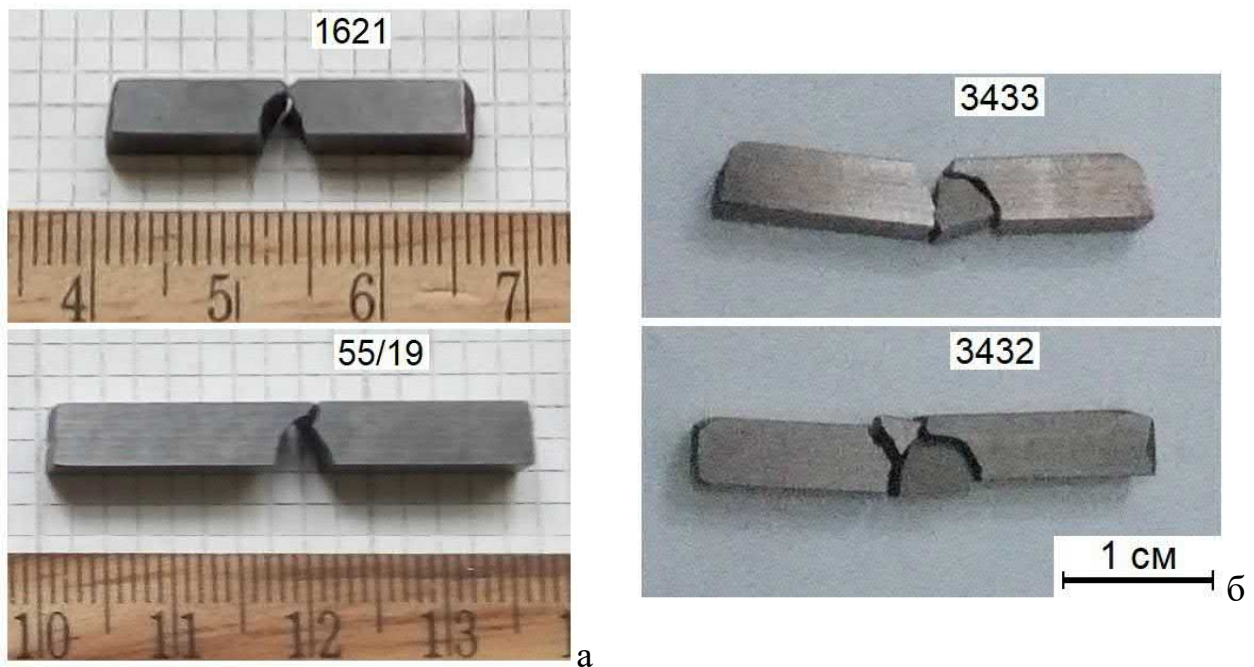


Рис. 5.24. – Вигляд зруйнованих зразків із твердих сплавів ВК16 (а) та ВК25УМ (б) після вигину з відколом окремих шматків у зоні максимального розтягуючого напруження. Міцність зразків на вигин, МПа: №1621 – 3023, №55/19 -2804; №3433 - 2938; №3432 – 3334

Поки що незрозуміло, як для розрахунку міцності таких зразків використовувати формулу (5.7.2) і що розуміти під мікроструктурою, що ініціює руйнування. Загальним явищем для таких зразків можна вважати високий рівень міцності на вигин, що лежить в області 3000-3500 МПа. Причому цей рівень міцності характерний для твердих сплавів як з низьким, так і з високим вмістом кобальту з дрібнозернистою структурою. У зв'язку з цим виникає закономірне питання, чим визначається такий рівень міцності для твердих сплавів з різним вмістом кобальту.

Відповідь на це питання може бути заснована на гіпотезі В. А. Івенсена, висловленої ним у мало цитованих роботах [362] або [363]. Він припустив, що міцність тонкого кобальтового прошарку може істотно відрізняється від міцності звичайного кобальту через відсутність можливості пластичного деформування і може досягати міцності ниткоподібних кристалів, що дорівнює 3300 МПа. Якщо таке припущення відповідає дійсності, тоді міцність твердих сплавів з тонкими прошарками кобальту визначається в основному міцністю цих прошарків і близька

до міцності цих прошарків. У зв'язку з таким припущенням інтерес викликає ще одна відносно недавня робота [364], в якій було досліджено міцність кобальту з

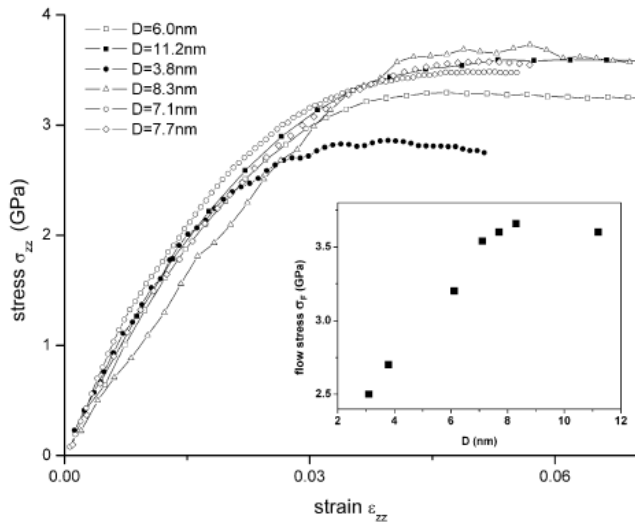


Рис. 5.25. – Зміна міцності на розтяг нанокристалічного кобальту з різним розміром зерен залежно від ступеня деформації. Внутрішній малюнок показує відношення між напруженням текучості та розміром зерна [364]

кристалів, наприклад, роботи [365], підтвердив, що міцність ниткоподібних кристалів кобальту відповідає міцності 3300-3500 МПа при товщині ниток або вусів 3-4 мкм, що видно на рис. 5.26. В даному випадку товщина вусів набагато більша за

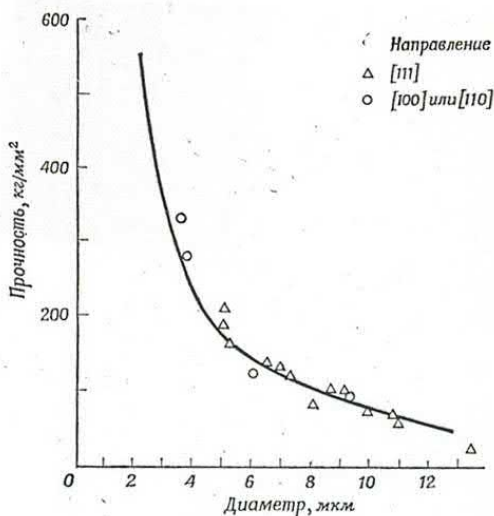


Рис. 5.26. – Масштабна залежність міцності на розтяг ниткоподібних кристалів кобальту [365]

нанокристалічною структурою. Важливо надати рисунок із цієї статті, який показує граничну міцність кобальту з нанокристалічною структурою, рис. 5.25. Як видно з цього рисунку, гранична міцність кобальту дорівнює 3600 МПа. І тоді стає зрозумілою міцність твердих сплавів з тонкими кобальтовими прошарками та з аналогічною міцністю на вигин. Додатково до цієї інформації відзначимо, що перегляд літератури з міцності ниткоподібних

кристалів, наприклад, роботи [365], підтвердив, що міцність ниткоподібних кристалів кобальту відповідає міцності 3300-3500 МПа при товщині ниток або вусів 3-4 мкм, що видно на рис. 5.26. В даному випадку товщина вусів набагато більша за розмір зерен у нанокристалічному кобальті, показаному на рис. 5.25, але їхня міцність така ж висока.

Враховуючи припущення, що максимальна міцність твердих сплавів визначається міцністю вусів кобальту, впливають ще два важливі висновки. Один висновок стосується того, що твердий сплав з будь-яким вмістом кобальту, але який має структуру з тонкими прошарками кобальту (порядку декількох мікрон), матиме максимальну

міцність на вигин 3300-3600 МПа. І другий висновок зводиться до того, що будь-які тверді сплави WC-Co мають граничну міцність на вигин, рівну міцності вусів кобальту, і цю міцність важко перевищити за рахунок будь-яких структурних змін у сплаві.

Ці висновки викликають інтерес до величини міцності ниткоподібних кристалів інших металів, наприклад, нікелю, заліза та міді, які можуть використовуватися як зв'язки для частинок карбиду вольфраму і які визначатимуть граничну міцність таких сплавів. Ця інформація є в роботах [352, 365, 366], а дані щодо міцності ниткоподібних кристалів цих металів, а також вольфраму наведено на рис. 5.27. З цього рисунку видно, що міцність ниткоподібних кристалів нікелю

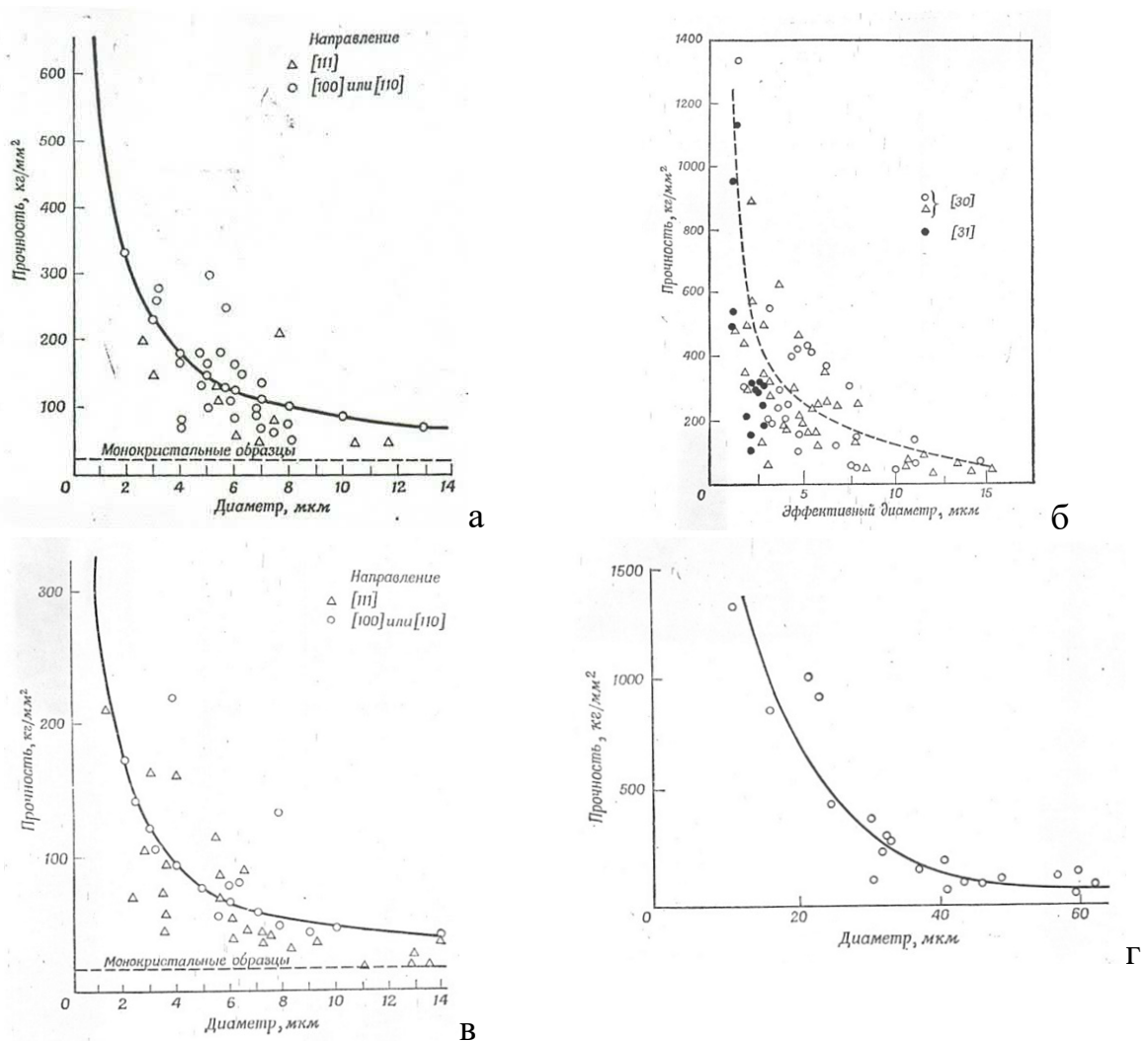


Рис. 5.27. – Масштабна залежність міцності на розтяг ниткоподібних кристалів нікелю (а), заліза (ефективний діаметр визначали, як корінь квадратний із площі) (б), міді (в) та вольфраму (г) [365]

коливається від 2900 до 3300 МПа, міцність ниткоподібних кристалів міді становить 2100 МПа, а міцність ниткоподібних кристалів заліза дорівнює в більшості випадків

6000 МПа, але може досягати і 9000 МПа. Найбільша міцність ниткоподібних кристалів виходить на вольфрамі, досягаючи значень 13000 МПа. Зауважимо також, що у роботі [367] міцність ниткоподібних кристалів заліза становить 13500 МПа, а міцність ниткоподібних кристалів міді – 4500 МПа.

Спираючись на наведену вище інформацію можна припустити, що якщо використовувати зв'язки для карбіду вольфраму із зазначених металів, то гранична міцність композитів з нікелевою зв'язкою теоретично повинна бути на рівні 3000 МПа, із залізною зв'язкою щонайменше – в області 6000 МПа, з мідною зв'язкою – реально близько 2100 МПа, і зі зв'язкою з вольфраму - близько 13000 МПа. Насправді таких даних немає, і навіть спечені тверді сплави з нікелевою та залізною зв'язкою мають набагато нижчі значення міцності на вигин, ніж сплави з кобальтовою зв'язкою. Наші ж дослідження з ударного ущільнення в твердій фазі сплавів з нікелевою зв'язкою показали, що міцність на вигин досягає значень 2800-3000 МПа [368], а міцність на вигин композитів з мідною зв'язкою має міцність 1800 МПа, що близько до теоретичної граничної міцності. Даних щодо міцності композитів із залізною та вольфрамовою зв'язкою поки що немає, але дослідження у напрямі отримання композитів з такими зв'язками становлять великий інтерес і зараз проводяться незважаючи на припинення фінансування досліджень у цьому напрямку.

З наведеної вище інформації можна зробити висновок про те, що максимальна міцність на вигин композитів на основі карбіду вольфраму і металеві зв'язки визначається міцністю ниткоподібних кристалів з металів, які використовуються як зв'язка. Однак такий висновок, заснований на тому, що металеві прошарки повинні бути тонкими (кілька мікрон) і в структурі не повинно бути великих дефектів, передбачає виконання ще однієї важливої умови - міцність міжфазної границі в досліджуваних композитах має бути більшою або дорівнювати міцності ниткоподібних кристалів із металу зв'язки. Якщо ж міцність міжфазної границі буде меншою за міцність металевих прошарку, то і міцність композиту буде меншою, оскільки міцність композиту в цьому випадку буде визначатися міцністю міжфазної границі. Міцність міжфазної границі залежить від температури спікання або температури ущільнення суміші порошків карбіду вольфраму і металу. Чим менша



температура ущільнення, тим гірше або слабше буде міжфазна границя, і тим нижче буде міцність композиту, незважаючи на те, що міцність границь поміж металевими частинками буде високою і міцність металевого прошарку буде високою.

Таким чином, міцність на вигин композиту на основі карбїду вольфраму з металевою зв'язкою визначається за умови відсутності в об'ємі зразків великих дефектів структури двома факторами: міцністю металевого прошарку та міцністю міжфазної границі. Якщо міцність міжфазної границі буде вищою за міцність металевого прошарку, то в композиті можна реалізувати максимальну і граничну міцність на вигин рівну міцності тонких ниткоподібних кристалів даного металу. В зв'язку з цим для отримання композиту з найбільш високою абсолютною міцністю на вигин необхідно підбирати зв'язку, яка має найвищу міцність ниткоподібних кристалів. Такими зв'язками є залізо та вольфрам. При створенні композиту з товстими прошарками металевої фази або крупнозернистих композитів з об'ємним вмістом карбїдних частинок менше половини їх міцність на вигин буде менше міцності ниткоподібних кристалів металу зв'язки. Але міцність такого композиту може бути збільшена за рахунок додаткового зміцнення товстих металевих прошарків. При цьому можна використовувати як твердорозчинне зміцнення, так і зміцнення твердими високодисперсними частинками, а також комбінованим зміцненням, що поєднує твердорозчинне і дисперсне зміцнення.

## РОЗДІЛ 6. ПРАКТИЧНА ЦІННІСТЬ ОТРИМАНИХ РЕЗУЛЬТАТІВ

### 6.1. Перспективні напрямки практичного застосування результатів дослідження

Проведені дослідження з низькотемпературного ударного ущільнення різних порошків та порошкових сумішей показали можливість отримання зразків з більш високою щільністю та з більш нерівноважною структурою. Це забезпечило зразкам мати підвищені механічні властивості, такі як границя текучості, границя міцності на розтяг та вигин, тріщиностійкість та твердість.

У зв'язку з відсутністю в даний час реальних запитів підприємств промисловості на якісніші вітчизняні матеріали та орієнтацією їх на закордонні і, зокрема, відносно дешеві китайські матеріали, важко провести перевірку на експлуатаційну стійкість різних порошкових зразків, які отримані методом низькотемпературного ударного ущільнення і які мають підвищені механічні властивості. Тому в даному випадку для більшості досліджених матеріалів можна говорити лише про декілька перспективних напрямків створення більш якісних виробів.

1. При низькотемпературному ударному ущільненні різних металевих порошків вдається отримати зразки з більш дрібнозернистою структурою та підвищеною міцністю. Причому міцність, наприклад, мідних, нікелевих, титанових зразків із дрібнозернистою структурою досягає значень, що перевищують міцність зразків із звичайною структурою у два і більше разів. Це дає можливість у ряді випадків використовувати у промисловості звичайні метали без їхнього легування та дисперсного зміцнення.

2. Технологія низькотемпературного ущільнення металевих порошків суттєво розширює можливості в отриманні високоміцних та високотвердих дисперсно-зміцнених матеріалів за рахунок, з одного боку, збільшення об'ємного вмісту дисперсних частинок, а, з іншого боку, використання високотвердих, але хімічно активних частинок, які неможливо застосувати за звичайних температур спікання порошків. Зокрема:

- низькотемпературне ущільнення титану при температурах 750-850 °С дозволить використовувати в якості наддрібнозернистих зміцнюючих частинок такі

високотверді сполуки як  $TiB_2$ ,  $SiC$ ,  $B_4C$ , які при високих температурах активно взаємодіють з титаном, утворюючи небажані шкідливі фази;

- низькотемпературне ущільнення порошку нікелю дозволить розробити конкурентний відомому дисперсно-зміцненому нікелю (ТД-нікель) матеріал, що містить в якості дисперсних частинок карбіди титану, ніобію, вольфраму, які мають більш міцний зв'язок з нікелевою матрицею;

- результати низькотемпературного ущільнення порошку ніхрому створюють передумови для створення більш жароміцних, ніж ТД-ніхром, матеріалів за рахунок підвищеного вмісту зміцнюючих частинок, що перешкоджають високотемпературній рекристалізації матеріалу;

- особливу увагу викликає можливість отримання більш зносостійких алмазовмісних композитів, оскільки низькотемпературне, нижче  $900\text{ }^\circ\text{C}$ , ущільнення металевих матриць дозволить виключити графітизацію алмазу і забезпечити більш міцне з'єднання алмазних частинок з матрицею.

3. Дуже обнадійливими є результати низькотемпературного ущільнення біметалічних композитів. Наприклад:

- композит для електричних контактів на основі срібла та нікелю, який отримано низькотемпературним ударним ущільненням, має у порівнянні з традиційними зразками більш високу міцність на вигин – у 2.9 рази для зразків із крупнозернистою структурою та у 1,6 рази для зразків із дрібнозернистою структурою, що повинно забезпечити більш високу електроерозійну стійкість електричних контактів із срібно-нікелевих композитів;

- композити на основі міді та вольфраму, ущільнені в твердій фазі мають більш високу щільність і більш дрібнозернисту структуру, що забезпечує їм також більш високу міцність і твердість. Такі зразки можуть володіти підвищеною експлуатаційною стійкістю в декількох застосуваннях, а саме, у випадках їх використання в якості електричних контактів, електродів для точкового зварювання, електродів для електроерозійної обробки матеріалів таких як жароміцні сплави та тверді сплави;

- композити на основі міді та хрому, які отримані ударним ущільненням у твердій фазі, можуть бути ефективними, як мінімум, з трьох причин: 1 – за рахунок

відсутності практично пористості; 2 – за рахунок збереження дрібнозернистої структури; 3 – завдяки створенню зразків з підвищеним об'ємним вмістом частинок хрому.

4. Великий резерв у підвищенні експлуатаційної стійкості композитів на основі міді або срібла при використанні їх в якості електричних контактів є у зразках з градієнтною структурою. Створення градієнтних структур істотно спрощується при твердофазному і низькотемпературному ущільненні порошків, при якому загальмовані активні дифузійні процеси між частинками у зразку з різною концентрацією елементів. Одним із прикладів зразків з градієнтною структурою є кільцеві зразки, наприклад, з мідною матрицею і різним по діаметру об'ємним вмістом зміцнюючих частинок хрому. Такі градієнтні електричні контакти можуть мати підвищену стійкість через формування, як встановлено японськими дослідниками, «розтягнутої» по поверхні електричної дуги. Ескізний малюнок зразка, що складається з трьох мідно-хромових кілець з різним вмістом хрому, який досліджували японські фахівці [369], показано на рис. 6.1а, а фотографія кільцевого зразка, який складається з різних матеріалів і який отримано в цій роботі низькотемпературним ударним ущільненням, представлена на рис. 6.1б.

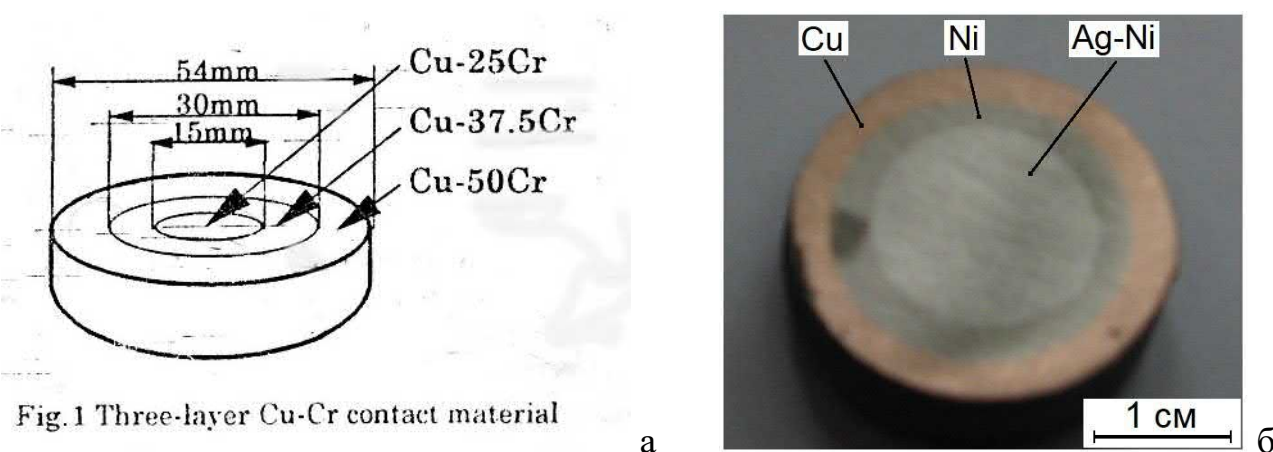


Рис. 6.1. – Конструкція градієнтного кільцевого зразка, що складається з трьох мідно-хромових кілець з різним вмістом хрому в кожному кільці та дослідженого японськими фахівцями [369] (а), та зразка, який складається з різних матеріалів і який отримано низькотемпературним ударним ущільненням (б)

5. Висока короткочасна міцність виробів необхідна для випадків їх використання у подоланні перешкод. Тому метод ударного ущільнення в твердій фазі може забезпечити отримання високоміцних сплавів на основі вольфраму як за

рахунок збереження ультрадрібнозернистої структури, так і за рахунок використання високоміцних вольфрамових волокон.

6. Технологія ударного ущільнення у вакуумі може бути ефективною для отримання високоякісних композитів на основі карбиду вольфраму з різними зв'язками. Дослідження ударного ущільнення у твердій та рідкій фазах традиційних твердих сплавів WC-Co із вмістом кобальту 15-25 мас. % показало можливість отримання зразків з граничною міцністю на вигин на рівні 3000-3500 МПа при знижених енергетичних витратах. Крім того, у зразках зберігається дрібнозерниста структура без використання інгібіторів росту частинок карбиду вольфраму та забезпечується більш низький ступінь контакту карбідних частинок, що може значно збільшити втомну міцність або циклічну стійкість виробів з даних твердих сплавів.

7. Ефективність застосування методу ударного ущільнення композитів на основі карбиду вольфраму може бути радикально збільшена при використанні замість кобальту інших зв'язок. Тут є, щонайменше, два напрямки: одержання композитів з більш високою міцністю на вигин, ніж 3500 МПа, та одержання композитів з високою жароміцністю для ізотермічного штампування. Перший напрямок передбачає отримання високоміцних композитів з матрицею на основі заліза, міцність ниткоподібних кристалів якого вище міцності ниткоподібних кристалів кобальту в два рази. А другий напрямок пов'язаний з отриманням більш жароміцних композитів на основі карбиду вольфраму з інтерметалідною сполукою  $Ni_3Al$ . Дослідження такого композиту показало наявність у нього дуже високої границі текучості на стискання, яка здатна збільшуватися при підвищенні температури випробування виробів. Тому такий матеріал для ізотермічного штампування титанових сплавів та нікелевих суперсплавів може бути гранично стійким.

8. Метод низькотемпературного ударного ущільнення металевих порошків дозволив отримати велику різноманітність структур у зразках з одного і того ж самого матеріалу за рахунок зміни температури ударного ущільнення. Такі зразки мали різну міцність і пластичність, що відобразилося на діаграмах випробування зразків. Наявна різноманітність поведінки зразків з одного матеріалу не завжди

можна зустріти в підручниках з матеріалознавства, і тому воно може бути корисним як для навчання студентів, так і для фахівців з матеріалознавства. Для яскравого прикладу того, як поведуться при розтягуванні чи стисканні залізні зразки, які отримані за різних температур і з різних порошків досить подивитися на рис. 4.1.15 та рис. 4.1.20.

9. Ще один результат, що має важливе значення для студентів та для фахівців у галузі порошкової металургії, отримано у цій дисертаційній роботі. Мається на увазі нове рівняння під номером (2.34), що дозволяє описати, а точніше апроксимувати весь процес ущільнення металевих порошків у жорсткій матриці (від початку до кінця ущільнення) з надзвичайно високою точністю. Нове рівняння має чотири константи, які визначаються шляхом комп'ютерної апроксимації експериментальних даних щодо ущільнення металевих порошків. Це рівняння дає у багатьох випадках більш високу точність апроксимації експериментальних даних, якщо його перетворити у напрямку обліку початкової щільності порошку, який засипано у матрицю. Перетворене рівняння надано в роботі за номером (2.39).

10. Розроблено методику обліку сил тертя між зразком та стискаючими плитами при розрахунку напруження у процесі стискання зразків. Методика дозволяє визначити нижню границю міцності зразків при стисканні, яка реалізується при дії максимальних сил тертя між стискаючими плитами та торцевими поверхнями зразка, а також виявити максимум міцності при випробуванні зразків.

## **6.2. Конкретні вироби, які отримані методом ударного ущільнення для практичного застосування у виробництві**

У ряді випадків при використанні стандартних виробів з твердих сплавів WC-Co існує не стільки завдання отримання виробів з підвищеною міцністю на вигин або стискання, скільки завдання отримання виробів без наявності в них великих пор, а також завдання отримання заготовок з мінімальним припуском на механічну обробку. Таке завдання свого часу було поставлено перед нами одним із підприємств по випуску стволів вогнепальної зброї. При виготовленні стволів на такому підприємстві використовували спеціальний інструмент, виготовлений із твердого сплаву BK20. Цей інструмент називається "дорн" і його креслення показано на рис. 6.2. Для виготовлення такого інструменту використовували

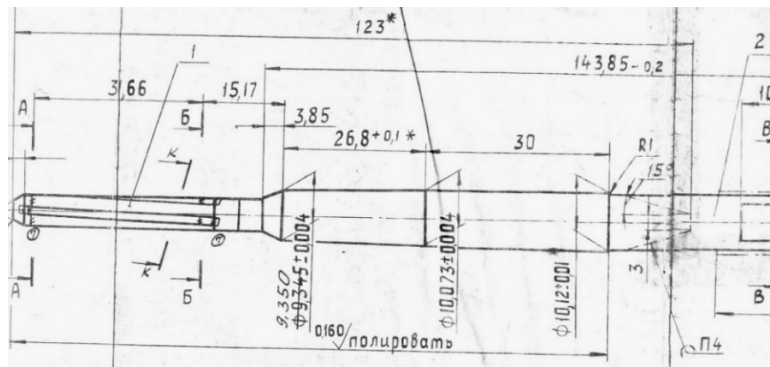


Рис. 6.2. – Креслення інструменту з твердого сплаву ВК20 для виготовлення стволів вогнепальної зброї шляхом радіального обтиснення трубчастої заготовки ствола довгомірну конічну заготовку з твердого сплаву, який отримували методом рідкофазного спікання порошкових брикетів. При цьому заготовки отримували з підвищеним припуском на механічну обробку (шліфування) через викривлення зразків при спіканні. Крім того, після шліфування заготовки та отримання деталі з остаточними розмірами на поверхні робочої частини інструменту іноді були великі пори, що навіть за наявності однієї пори не дозволяло використовувати дорогий і трудомісткий інструмент для роботи. Тому на прохання підприємства нами була зроблена спроба отримання довгомірних заготовок з твердого сплаву ВК20 шляхом ударного видавлювання у відповідний приймач. При цьому передбачалося одержання заготовок двох видів – ступінчастої та конічної, у яких припуск на механічну обробку заготовки було мінімізовано. Проведені дослідження з ударного видавлювання твердого сплаву дозволили встановити умови (температурно-часовий та енергетичний режими), за яких вдавалося отримати повноцінну довгомірну заготовку. Вигляд довгомірних заготовок двох типів, які отримані за різних умов ударного видавлювання, представлено на рис. 6.3.



Рис. 6.3. – Зовнішній вигляд довгомірних заготовок ступінчастої та конічної форми із твердого сплаву ВК20, які отримані методом ударного видавлювання у вакуумі

З різних довгомірних заготовок були вирізані електроіскровим способом прямокутні штабики для проведення випробувань матеріалу на міцність при вигину та стисканні. Ці випробування показали наявність у зразків високих значень

міцності на вигин (3000-3200 МПа) та міцності на стискання (3400-3600 МПа). Однак отримані за нестандартною технологією твердосплавні заготовки не вдалося використати для виготовлення інструменту та випробувати їх на експлуатаційну стійкість через необхідність проведення додаткових досліджень для уточнення деяких температурно-часових та енергетичних параметрів процесу ударного видавлювання твердого сплаву ВК20. Але ці дослідження були перервані через необхідність виконання інших завдань.

Ще одна спроба була зроблена для виготовлення конкретних деталей із твердого сплаву ВК20, який було отримано ударним ущільненням при зниженій температурі та скороченій ізотермічній витримці. У даному випадку інтерес викликали твердосплавні матриці для холодної висадки болтів і заклепок. Як відомо,



велика кількість болтів і заклепок використовується в авіаційній промисловості. Тому після консультацій з представниками Київського авіаційного заводу було ухвалено рішення щодо виготовлення трьох циліндричних заготовок матриць для висадки болтів діаметром 6мм. Заготовки були

Рис.6.4. – Зовнішній вигляд заготовок матриць із твердого сплаву ВК20, які отримані ударним ущільненням при зниженій температурі та короткій ізотермічній витримці

попередньо прошліфовані та їх зовнішній вигляд представлено на рис. 6.4. Але виробництво на Київському авіаційному заводі суттєво скоротилося і зараз у них,

за словами головного технолога, немає можливості провести випробування цих матриць на стійкість при висаджуванні болтів. Тому було знайдено інший завод по виготовленню металовиробів, здатний в даний час провести випробування експериментальних матриць з твердого сплаву ВК20. Завод, який погодився провести випробування двох матриць з висаджування болтів, був Дружківський завод металевих виробів у м. Дружківка. Матриці були підготовлені для експлуатації та запущені на початку 2022 року у роботу. Але випробування було перервано через агресію Російської Федерації.



## ЗАГАЛЬНІ ВИСНОВКИ

1. На основі відомого фізичного явища миттєвого з'єднання (схоплювання) поверхонь металів при їх спільній пластичній деформації, а також явища прискореної дифузії атомів при високій швидкості деформації розроблено та реалізовано процес ударного ущільнення металевих порошоків, який забезпечує утворення металічного зв'язку між частинками при гомологічних температурах 0,5-0,55.

2. Встановлено, що ударне ущільнення дрібнозернистих порошоків металів при температурах 0,5–0,55  $T_{пл}$  і за час ущільнення, яке триває кілька тисячних часток секунди, забезпечує отримання зразків з дрібнозернистою структурою, високою міцністю і задовільною пластичністю. Ударне ущільнення порошоків при більш високих, ніж 0,55  $T_{пл}$  температурах, призводить до рекристалізації та укрупнення структури, що в результаті знижує міцність і збільшує пластичність зразків.

3. Показано, що процес рекристалізації проходить досить швидко, тобто за короткий час охолодження зразків після ударного ущільнення, що дорівнює 10-30 с, і чим вище температура ударного ущільнення, тим більшою мірою проходить процес рекристалізації і тим більш крупнозернистою стає структура зразків.

4. При ущільненні металевих порошоків у вакуумі під дією ударного навантаження і при температурах 0,5-0,55  $T_{пл}$  в зразках може зберігатися невеликий рівень пористості (до 1-2 %), але ця пористість складається з розташованих на міжчастинкових границях і потрійних стиках мікропор, які принципово не впливають на характеристики міцності та пластичності зразків.

5. Порошки жароміцної нержавіючої сталі X17H2, жаростійкого сплаву X20H80, а також жароміцного інтерметаліду  $Ni_3Al$ , тобто порошки, які при вільному спіканні в твердій фазі мають високий рівень пористості, можна суттєво ущільнити під дією ударного навантаження при температурах від 0,7 до 0,9  $T_{пл}$ . і отримати зразки з високим рівнем міцності.

6. Біметалічні композити, що складаються з металів, які суттєво відрізняються температурою плавлення, наприклад, такі як Ag-Ni, Cu-W, Cu-Cr і які одержані ударним ущільненням у твердій фазі є практично безпористими, у той час як вільне спікання навіть за наявності рідкої фази зберігає певну пористість. Крім того, ударне

ущільнення забезпечує більш дрібнозернисту та рівномірну структуру у зразках і в результаті підвищені міцність і твердість.

7. Метод ударного твердофазного ущільнення дозволяє отримувати комбіновані зразки, що складаються з різних матеріалів, або з частин одного матеріалу, але які мають різну структуру. Додаткові можливості в поліпшенні функціональних властивостей комбінованих зразків пов'язані з варіацією співвідношення в розмірах складових частин, які входять у комбінований виріб.

8. Детальні дослідження ударного ущільнення металево-карбідних композитів Co-WC як у твердій, так і рідкій фазах дозволили встановити низку важливих закономірностей:

- встановлена принципова можливість утворення у твердій фазі міцних міжфазних границь у діапазоні температур 1150-1250 °С. При цьому утворення міцного зв'язку між кобальтом і карбідом вольфраму проходить у процесі ударного ущільнення, тобто за тисячні частки секунди.

- щільний стан зразків при одноразовому ударному ущільненні в твердій фазі досягається на композитах з об'ємним вмістом твердих частинок карбіду вольфраму 50 % і менше. При більш високому об'ємному вмісті карбідних частинок у композиті формується жорсткий карбідний каркас, що перешкоджає усуненню пористості навіть при тиску ущільнення 1280 МПа.

- ударне ущільнення композитів з високим вмістом карбідних частинок або класичних твердих сплавів WC-Co доцільно проводити в присутності рідкої фази при зниженій на 50-70 °С температурі і скороченій до 10-20 хв ізотермічній витримці. Це забезпечує отримання у зразках більш дрібнозернистої структури, зниженого ступеня контакту карбідних частинок та зміцненої металевої зв'язки, що сприяє підвищенню границі міцності на вигин та ударній в'язкості зразків.

9. Ударне ущільнення у твердій та рідкій фазах композитів WC-Co з вмістом кобальту від 25 до 55 об. % показало, що максимальна міцність на вигин зразків незалежно від кількості пластичної фази становить 3200-3400 МПа. Ця міцність відповідає міцності ниткоподібних кристалів кобальту, і можна говорити про існування граничної міцності на вигин композитів на основі карбіду вольфраму з кобальтовою зв'язкою.

10. Спостерігається кореляція максимальної міцності на вигин композитів WC-Ni та WC-Cu з міцністю ниткоподібних кристалів нікелю та міді, рівними 2900 і 2100 МПа відповідно. Очікується, що міцність композитів із залізною матрицею переважатиме міцність композитів з кобальтовою матрицею, оскільки міцність ниткоподібних кристалів заліза може досягати 6000 МПа, що майже вдвічі вище міцності ниткоподібних кристалів кобальту.

11. Досить ефективним є метод ударного ущільнення у вакуумі для отримання композиту на основі карбиду вольфраму та інтерметаліду  $Ni_3Al$  з об'ємним вмістом 55%. Ущільнення зразків у твердій фазі при температурах 1160-1330 °C забезпечує відносну щільність композиту на рівні 97 % і високі механічні властивості, серед яких особливу увагу привертає границя текучості при стисканні, що дорівнює 2500-2700 МПа, і яка перевищує границю текучості аналогічного композита з кобальтовою зв'язкою у 1,5 рази. Більш того, ефективність цього методу ущільнення при отриманні композиту WC-37 мас. %  $Ni_3Al$  повною мірою не реалізована, оскільки використаний інтерметалід мав невисоку якість, а підготовлена порошкова суміш не мала рівномірного розподілу компонентів.

12. Запропоноване в даній роботі нове рівняння ущільнення порошків у жорсткій матриці, що містить чотири постійні параметри, дозволяє описати з високою точністю увесь процес ущільнення порошків при зміні відносної щільності від початкової до максимально можливої. При цьому значення постійних параметрів визначаються шляхом комп'ютерної апроксимації експериментальних даних по ущільненню порошків. Єдиною умовою під час проведення апроксимації є припущення про сталість границі текучості матеріалу порошків протягом усього процесу ущільнення.

13. Розроблено методику визначення міцності зразків при стисканні, що враховує дію максимальних сил тертя між стискаючими опорами і торцями зразка. Ця методика дозволяє оцінити верхній і нижній поріг границі міцності зразків на стискання, а також виявити в ряді випадків на діаграмі деформації зразків максимальне напруження та встановити величину пластичності, що відповідає цьому максимальному напруженню.

**ПЕРЕЛІК ПОСИЛАНЬ**

1. Францевич И. Н., Плоткин С. Я. П. Г. Соболевский-основоположник современной порошковой металлургии. // Порошковая металлургия-1977, Киев: Наукова думка, 1977.– С. 7-18.
2. Gay P. Brit. Patent No. 5255, 1883.
3. Самсонов Г. В., Ковальченко М. С. Горячее прессование. Киев: Госиздат техн. литер. УССР, 1962.– 212 с.
4. In-Jin Shon, In-Kyoon Jeong, In-Yong Ko, Jung-Mann Doh, Kee-Do Woo. Sintering behavior and mechanical properties of WC–10Co, WC–10Ni and WC–10Fe hard materials produced by high-frequency induction heated sintering // Ceramics International 35 (2009) 339–344.
5. Меерсон Г. А., Шабалин В. И. Цветные металлы, 1940.–№ 3.–С. 442.
6. Смирнова Ю. В., Бойцов В. В., Фиглин С. З., Петрова Н. А., Старченков В. Н. Об улучшении эксплуатационных характеристик штампов для изотермического деформирования. Кузнечно-штамповочное производство, 1982.– № 6.– С. 34-36. (Пресс-формы из жаропрочного сплава)
7. Гессингер Г. Х. Порошковая металлургия жаропрочных сплавов / Пер. с англ. В. С. Казанского; под ред. Ю. В. Манегина и В. Н. Плечева. – Челябинск: Металлургия, Челябинское отделение, 1988. – 320 с.
8. Моргунова И. Н., Клыпин Б. А., Бояршинов В. А. и др. Сплавы молибдена. / М.: Металлургия, 1975.– 392 с.
9. Бутыленко А. К., Соколовский В. Н. Уплотнением карбидов вольфрама, титана и их смесей с никелем при нагреве под высоким давлением. // Порошковая металлургия, 1981.– №7.– С. 28-32.
10. Бугаков В. И., Елютин А. В., Караваев К. М., Лаптев А. И., Полушин Н. И. Свойства связок алмазного камнеразрушающего инструмента. // Изв. ВУЗов. Цветная металлургия, 1998.– № 4.– С.54-57.
11. Бугаков В. И., Елютин А. В., Караваев К. М., Лаптев А. И., Полушин Н. И. Новый тип связок на основе никеля, легированного диборидами титана и хрома, для алмазного камнеразрушающего инструмента. // Изв. ВУЗов. Цветная металлургия, 1998.– № 5.– С.61-68.

12. Rahaei M. B., Kazemzadeh A., Yazdani rad R., Ebadzadeh T. Sintering behaviour of NiAl-xTiC nanostructured composite powders (x = 0, 1, 3, 6 and 10 wt. %) during hot pressing. // Powder Metallurgy, 2013.– vol. 56, No.1.– P. 67-76. <http://dx.doi.org/10.1179/1743290112Y.0000000039>
13. Sun P. Q. et al., "In Situ Synthesis of TiB<sub>2</sub>-TiC<sub>0.8</sub>-40 vol. % SiC by Hot Pressing", Advanced Materials Research, 2013.–Vol. 813, pp. 179-187.
14. Shih-Hsien Chang, Po-YuChang. Study on the mechanical properties, microstructure and corrosion behaviors of nano-WC-Co-Ni-Fe hard materials through HIP and hot-press sintering processes. // Materials Science & Engineering A618 (2014) 56–62. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2014.08.081>
15. Chang S.-H., C. Liang, Huang J.-R. & Huang K.-T. Cr50Cu50 alloys produced from submicrometre structured powders through hot pressing at different pressures. // Powder Metallurgy, 2016.–vol.59, No. 2.–P. 142-147. <http://dx.doi.org/10.1080/00325899.2015.1132033>
16. X. Luo, H. Ma, M. Huang, M. Tang, Research and application of cobalt-substitute prealloy powder for diamond tools. // Diamond Abrasives Eng. 1(2006) 18-24.
17. B. Xiang, Z. Xie, Y. He, Y. Huang, Preparation of prealloyed powder for matrix of diamond tools. // Diamond Abrasives Eng. 2(2007) 34-38.
18. Зайцев А. А., Сидоренко Д. А., Левашов Е. А., Курбаткина В. В., Рупасов С. И., Андреев В. А., Севастьянов П. В. Разработка и применение дисперсно-упрочненной связки на основе сплава Cu-Ni-Fe-Sn для режущего инструмента из сверхтвердых материалов. // Сверхтвердые материалы, 2012.–№ 4.– С. 75-88.
19. Simsir M., Öksüz K. E. Effects of sintering temperature and addition of Fe and B<sub>4</sub>C on hardness and wear resistance of diamond reinforced metal matrix composites // Сверхтвердые материалы, 2013.– № 6.– С. 52-68.
20. Фишмейстер Х. Горячее изостатическое прессование. (Обзор). // Порошковая металлургия-1977, Киев: Наукова думка, 1977.– С. 87-110.
21. Fischmeister H. Isostatic hot compaction - a review. // Powder Metallurgy Intern., 1978.–vol.10, No. 3.– P. 119-123.
22. Christoph Broeckmann. Hot isostatic pressing of near net shape components –

- process fundamentals and future challenges. // Powder Metallurgy, 2012.– vol. 55, No. 3.– P. 176-179.
23. Dugdale H. R. & Borradaile J. B. Development of hot isostatically pressed nickel based alloys for nuclear applications // Powder Metallurgy, 2013.–vol.56, No. 5.– P. 374-381.
24. Ванецев А. С. 1. Спекание оксидных порошков с использованием микроволнового воздействия, С. 131-157.  
[http://www.chem.msu.su/rus/teaching/kaul/8\\_Microwave\\_red.pdf](http://www.chem.msu.su/rus/teaching/kaul/8_Microwave_red.pdf)
25. Ming Hou, Shenghui Guo, Li Yang, Jiyun Gao, Jinhui Peng, Tu Hu, Liang Wang, Xiaolei Ye. Fabrication of Fe–Cu matrix diamond composite by microwave hot pressing sintering // Powder Technology, 2018.–vol. 338.–P. 36-43.
26. Анненков Ю. М., Акарачкин С. А., Ивашутенко А. С. Физический механизм искрового плазменного спекания керамики // Бутлеровские сообщения.2012. Т.31, №9. С.130-137. <https://butlerov.com/files/reports/2012/vol31/9/93/130-137.pdf>
27. Современные SPS-технологии на пути к производству новых материалов (Sintered Materials on the Way to Production by Means of Modern SPS Technologies) Хайнц У. Кессель, компания FCT Systeme GmbH, г.Rauenstein, Германия, www.fct-systeme.de cfi/Ber. DKG 86 (2009) No. 10  
[http://www.fct-systeme.de/uploads/files/20110208082651\\_Sintered-materials-on-the-way-to--cfi-Ber\\_DKG86\\_10-2009--Rus.pdf](http://www.fct-systeme.de/uploads/files/20110208082651_Sintered-materials-on-the-way-to--cfi-Ber_DKG86_10-2009--Rus.pdf)  
<https://applied-research.ru/ru/article/view?id=8498>
28. Mirva Eriksson, Mohamed Radwan, Zhijian Shen, Spark plasma sintering of WC, cemented carbide and functional graded materials. // Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 2013, v.36. – P. 31-37.
29. Faming Zhang, Suli Liu, Peipei Zhao, Tengfei Liu, Jing Sun. Titanium/nanodiamond nanocomposites: Effect of nanodiamond on microstructure and mechanical properties of titanium // Materials & Design 131 (2017) 144–155.
30. Zhanzhan Zhang, Yunbo Chen, Lingli Zuo, Yang Zhang, Yesi Qi, Kewei Gao. The effect of volume fraction of WC particles on wear behavior of in-situ WC/Fe

- composites by spark plasma sintering. // *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, 2017, v.69. – P. 196-208.
31. Zhu Huang, Xingrun Ren, Meixia Liu, Chang Xu, Xuehui Zhang, Shengda Guo, Hao Chen. Effect of Cu on the microstructures and properties of WC-6Co cemented carbides fabricated by SPS. // *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, 2017, v.62. – P. 155-160.
  32. Jonghyun Choi, Hyun-Min Sung, Ki-Baek Roh, Seong-Hyeon Hong, Gon-Ho Kim, Heung Nam Han. Fabrication of sintered tungsten by spark plasma sintering and investigation of thermal stability. // *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, 2017, v.69. – P. 164-169.
  33. Shengda Guo, Rui Bao, Jiangao Yang, Hao Chen, Jianhong Yi. Effect of Mo and  $Y_2O_3$  additions on the microstructure and properties of fine WC-Co cemented carbides fabricated by spark plasma sintering. // *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, 2017, v.69. – P. 1-10.
  34. Wei Tang, Li Zhang \*, Ji-fei Zhu, Yi Chen, Wei Tian, Ting Liu. Effect of direct current patterns on densification and mechanical properties of binderless tungsten carbides fabricated by the spark plasma sintering system. // *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, 2017, v.64. – P. 90-97.
  35. Changji Wang, Laiqi Zhang, Shizhong Wei, Kunming Pan, Mark Aindow, Yanping Yang. Microstructure and preparation of an ultra-fine-grained W- $Al_2O_3$  composite via hydrothermal synthesis and spark plasma sintering. // *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, 2018, v.72. – P. 149-156.
  36. Hafiz Muzammil Irshad, Abbas Saeed Hakeem, Bilal Anjum Ahmed, Sharafat Ali, Sadaqat Ali, Sameer Ali, Muhammad Ali Ehsan, Tahar Laoui. Effect of Ni content and  $Al_2O_3$  particle size on the thermal and mechanical properties of  $Al_2O_3/Ni$  composites prepared by spark plasma sintering. // *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, 2018, v.76. – P. 25-32.
  37. Changji Wang, Laiqi Zhang, Shizhong Wei, Kunming Pan, Xiaochao Wu, Qingkui Li. Effect of  $ZrO_2$  content on microstructure and mechanical properties of W alloys fabricated by spark plasma sintering. // *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, 2019, v.79. – P. 79-89.

38. Gutmanas E. Y., Rabinkin A., Roitberg M. Cold sintering under high pressure // Scripta Metallurgica, 1979.–vol. 13.– P. 11-15.
39. Lerner M. I., Psakhie S. G., Lozhkomoev A. S., Sharipova A. F., Pervikov A. V., Gotman I., Gutmanas E. Y. Fe–Cu Nanocomposites by High Pressure Consolidation of Powders prepared by Electric Explosion of Wires // Advanced Engineering Materials, 2018–1701024.–P. 1-6.  
DOI: 10.1002/adem.201701024, [www.advancedsciencenews.com](http://www.advancedsciencenews.com)
40. Torre C. Berg - und Hutten. Monatshefte, Montan. Hochschule Leoben, 93, 62(1948].
41. Gutmanas E. Y. Cold sintering under high pressure – mechanisms and application. // Powder Metallurgy Int. , 1983.– vol. 15, No. 3.– P. 129-132.
42. Gutmanas E. Y. Materials with fine microstructures by advanced powder metallurgy. // Progress in Materials Science, 1990.– vol. 34.– P. 261-366.
43. Gutmanas E. Y., Trusov L. I., Gotman I. Consolidation, microstructure and mechanical properties of nanocrystalline metal powders //- Nanostructured materials, 1994. vol. 4.–No. 8.–P. 893-901.
44. Levin E., Gutmanas E. Y. Solid-state bonding of diamond to Nichrome and Co-20wt% W alloys //- Journal of Materials Science Letters, 1990.–vol. 9.–P.726-730.
45. Sharipova A., Swain S. K., Gotman I., Starosvetsky D., Psakhie S. G., Unger R., Gutmanas E.Y. Mechanical, Degradation and Drug-Release Behavior of Nano-Grained Fe-Ag Composites for Biomedical Applications // Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials, 2018 -vol. 86, No. –P. 240-249.
46. Дорофеев Ю. Г. Динамическое горячее прессование пористых материалов. М.: Наука, 1968.– 120с.
47. Дорофеев Ю. Г. Динамическое горячее прессование в металлокерамике. - М: Металлургия, 1972.-176с.
48. Дорофеев Ю. Г. Динамическое горячее прессование нагретых пористых порошковых заготовок. -М.: Металлургия, 1977.-216 с.
49. Sethi G., Hauck E., German R. M. High velocity compaction compared with conventional compaction. // Materials Science and Technology, 2006.– vol. 22, No 8.– P. 955-959.



50. Кононенко В. Г., Федосенко И. Г. О высокоскоростной обработке металлов давлением на пневмоимпульсных машинах. // В кн: Высокоскоростная обработка материалов давлением. Харьков: ХАИ, 1975.– вып.4.– С. 15-23.
51. Согришин Ю. П., Гришин Л. П., Воробьев В. М. Штамповка на высокоскоростных молотах. – М.: Машиностроение, 1978.– 168 с.
52. Тылкин М. А., Васильев Д. И., Рогалев А. М., Шкатов А. П., Бельский Е. И. Штампы для горячего деформирования металлов. – М.: Высшая школа, 1977.– 496 с.
53. Бочаров Ю. А. Перспективы совершенствования кузнечно-штамповочных машин ударного действия. // Кузнечно-штамповочное производство, 1981.– № 8.– С. 36-38.
54. Raybould D., Morris D. G., Cooper G. A. A new powder metallurgy method. // J.Mater. Sci., 1979.–vol. 14.– P. 2523-2526.
55. Raybould D. The properties of stainless steel compacted dynamically to produce cold interparticle welding. // J. Mater. Sci., 1981.– vol. 16.– P. 589-598.
56. Сердюк Г. Г. Методы формования конструкционных порошковых изделий. // Кузнечно-штамповочное производство, 1982.– № 8.– С. 7-9.
57. Свеженцев А. И., Минаков Н. А., Шеленков О. Н. Молот-автомат высокоскоростного прессования изделий из металлопорошков. // Кузнечно-штамповочное производство, 1982.– № 8.– С. 18-19.
58. Skoglung P. High Density PM Parts by High Velocity Compaction. Powder metallurgy, 2001, vol. 44, no. 3, pp. 199–201.
59. Höganäs is promotes potential of high velocity compaction // Metal Powder Report, 2001.–vol.59, No. 9.–P.6.
60. Petrie M. W. and Page N. W.: J. Appl. Phys., 1991, 69, 3517–3524.
61. Raybould D.: Proc. 15th Int. Conf. on ‘Machine tool design and research’, 627; 1974, Birmingham, Halsted Press, John Wiley.
62. Rusnak R. M. Energy relationships in the high velocity compaction of copper powder. // Int. J. Powder Metall. Powder Technol., 1976/– vol. 12, No 2.– P. 91–99.
63. Sano Y. A continuum approach to dynamic compaction of metal powder. // Int. J. Powder Metall. Powder Technol., 1977.– vol. 13, No 2.– P. 81–98.

64. Barendvanden Bos, Christer Fors & Tomas Larsson. Industrial implementation of high velocity compaction for improved properties. // Powder Metallurgy 2006.–vol. 49, No. 2.– P. 107.-109.
65. Wang J. Z., Qu X. H., Yin H. Q., Yi M. J., Yuan X. J. High velocity compaction of ferrous powder. // Powder Technology, 2009.–vol. 192.– P. 131–136.
66. Cuiyong TANG, Zhiyu XIAO, Jin CHEN, Chaojie LI, Tungwai Leo NGAI. Compaction Experiment on the Newly Designed Warm High Velocity Compaction Equipment. // Advanced Materials Research, 2010.– vols. 139-141.– P. 485-488.
67. Zhang H., Zhang L., Dong G., Liu Z., Qin M., Qu X. Effects of warm die on high velocity compaction behaviour and mechanical properties of iron based PM alloy. // Powder Metallurgy, 2016.– vol. 59, No. 2.– P. 100-106.
68. Majzoobi G. H., Bakhtiari H., Atrian A., Pipelzadeh M.K., Hardy S. J. Warm dynamic compaction of Al6061/SiC nanocomposite powders. // Proc. Inst. Mech. Eng. L: J. Materials: Design and Applications, 2015.– vol. 0(0).– P. 1-13. DOI: 10.1177/1464420714566628.
69. Brown G. T. The powder-forging process: a review of the basic concept and development prospects, Powder Metallurgy, 1971.–vol. 14, No. 27.–P. 124-143. <http://dx.doi.org/10.1179/pom.1971.14.27.010>
70. Huppmann W. J., Hirschvogel M. Powder forging. // Int. Metals Reviews, 1978. (No 233).– vol. 23, No 5.– P. 209-239. <http://dx.doi.org/10.1179/imtr.1978.23.1.209>
71. Bockstiegel G., Dittrich E., Cremer H. Experiences with an automatic powder forging line. // Proc. P/M 78, European Symposium on Powder Metallurgy, Stockholm, June 4-8, 1978.– P. 32-51.
72. Дорофеев Ю. Г., Песков Ю. А., Жердицкий Н. Т., Клименко О. Г., Мищенко В. Н., Великохатный Г. Г., Костенко А. В. Опыт эксплуатации автоматической установки ДПП на заводе «Ростсельмаш». // В кн: Горячее прессование.– Киев-1977.– С. 76-78.
73. Дорофеев Ю. Г., Клименко О. Г., Мищенко В. Н., Петрова М. С., Ясько П. Г. Опыт применения динамического горячего прессования на заводе «Ростсельмаш». // Порошковая металлургия, 1981.– №6.– С. 92-97.

74. Hendrickson A.A., Machmeier P.M., Smith D.W. Impact forging of sintered steel preforms. // Powder Metallurgy, 2000.– vol. 43, No. 4.–P. 327-344.
75. Davies R., Dixon R. H. T. The forging of powder preforms using petro-forge machines. // Powder Metall., 1971.–vol. 14, No. 28.–P. 207-234. <https://doi.org/10.1179/pom.1971.14.28.001>
76. Витязь П. А., Дэвис Р. Использование высокоскоростных “Petro-Forge”-машин в порошковой металлургии. // Порошковая металлургия, 1975.– № 4.– С. 102-105.
77. Кононенко В. Г. Оборудование и технология импульсной обработки металлов. –Л.: ЛДНТП, 1968.– 49 с.
78. Кононенко В. Г., Комнатный И. П., Стриженко В. Е. Методика расчета рабочего процесса привода импульсных машин газового действия. // Высокоскоростная обработка материалов давлением. – Харьков: ХАИ, 1975.– вып. 4.– С. 110-115.
79. Kuhn H. A. and Ferguson B. L.: ‘Powder forging’; 1990, Princeton, NJ, MPIF.
80. Бондарев А. А., Ерманок М. З., Соболев Ю. П. Объемная штамповка порошковых материалов в условиях высокого гидростатического давления. // Кузнечно-штамповочное производство, 1982.– № 8.– С. 22-23.
81. Роман О. В., Шуганов А. Д., Смирнов Г. В. Высокоэнергетические технологии, основанные на применении взрывчатых веществ. Гл. 24.– С. 583-601. <http://science.by/upload/iblock/4d2/4d20639f7cc9c7f80efb2be768999bcb.pdf>
82. Hokamoto K., Tanaka S., Fujita M., Itoh S., Meyers M.A., Chen H.-C.. High temperature shock consolidation of hard ceramic powders // Physica B: Condensed Matter, 1997.– vol. 239, No. 1–2.– P. 1-5. [https://doi.org/10.1016/S0921-4526\(97\)00364-5](https://doi.org/10.1016/S0921-4526(97)00364-5)
83. Hokamoto K., Fujita M., Tanaka S., Kodama T., Ujimoto Y. High-temperature shock consolidation of diamond powders using converging underwater shock wave // Scripta Materialia, 1998.–vol. 39, Issue 10.– P. 1383-1388. [https://doi.org/10.1016/S1359-6462\(98\)00311-X](https://doi.org/10.1016/S1359-6462(98)00311-X)
84. Qiang Zhou, Pengwan Chen. Fabrication and characterization of pure tungsten using the hot-shock consolidation. // Int. J. Refract. Met. Hard Mater., 2014.–vol. 42.–P.

215-220.

85. Qiang Zhou, Pengwan Chen. Characterization of fine-grained W-10 wt.% Cu composite fabricated by hot-shock consolidation. // Int. J. Refract. Met. Hard Mater., 2015.–vol. 52.–P. 137-142.
86. Лаптев А. В. Разработка экспериментальной установки для импульсного горячего прессования порошков на основе тугоплавких соединений в вакууме. // В кн.: Разработка и исследование новых материалов и композиций на их основе. – Киев, 1980.– С. 148-152.
87. Авт. свид. № 633200, от 25.04.77. Высокоскоростной молот для прессования сыпучих материалов. / А. В. Лаптев, М. С. Ковальченко. Не опубликовано.
88. Ковальченко М. С., Лаптев А. В. Динамика уплотнения твердых сплавов WC-Co при горячем импульсном прессовании. // Порошковая металлургия, 2004.– № 3/4.– С. 9-20.
89. Винниченко В. Д., Штоколов В. П., Лаптев А. В. Измерение усилий и скорости движения ударных частей молота при импульсном прессовании сыпучих материалов. // Порошковая металлургия, 1980.– №7.– С. 68-72.
90. Авт. свид. № 832864, от 07.12.79. Способ горячего прессования изделий из порошка. / М. С. Ковальченко, А. В. Лаптев. Не опубликовано.
91. Гуревич С. М., Нероденко М. М., Харченко Г. К., Аснис Е. А., Полищук Е. П. Металлургия и технология сварки тугоплавких металлов и сплавов на их основе. Под ред. д.т.н., проф. С.М. Гуревича.- Киев:Наукова думка, 1982.- 304с.
92. Сахацкий Г. П. Технология сварки металлов в холодном состоянии. Киев: Наукова думка. 1979.–396 с.
93. Костецкий Б. И., Ивженко И. П. Дислокационная модель процесса холодной сварки металлов. // Автоматическая сварка, 1964.–№ 5.– С. 18-20.
94. Носовский И. Г. О механизме схватывания металлов при трении. // Трение и износ, 1993.– т. 14, № 1.– С. 19-24.
95. Семенов А. П. Исследование схватывания металлов при совместном пластическом деформировании. М.: Изд-во АН СССР, 1953.– 120 с.
96. Семенов А. П. Схватывание металлов. Москва: Машгиз, 1958.– 280 с.

97. Каракозов Э. С. Соединение металлов в твердой фазе. М.: Metallurgy, 1976.– 264 с.
98. Красулин Ю. Л. Взаимодействие металла с полупроводником в твердой фазе. М.: Наука, 1971.– 119 с.
99. Хренов К. К. Современное состояние холодной сварки металлов // Автоматическая сварка, 1964.–№ 5.– С. 1-3.
100. Айбиндер С. Б. Холодная сварка металлов. Рига:Изд. АН ЛатвССР, 1957.– 162с.
101. Баранов И. Б. Холодная сварка пластичных металлов. — Л.: Машиностроение, 1969. 208 с.
102. Гельман А. С. Основы сварки давлением. М.: Машиностроение, 1970. -312 с.
103. Стройман И. М. Холодная сварка металлов.- Л.: Машиностроение, 1985.-224с.
104. Каракозов Э.С. Сварка металлов давлением. М.:Машиностроение, 1986.- 277с.
105. Свойства элементов. Ч.1. Физические свойства. Справочник. Под ред. Г. В. Самсонова.– Москва. : Metallurgy, 1976.– 600 с.
106. Авт. Свид. № 404588. Игнатенко А. И., Харченко Г. К. Способ сварки давлением. Ин-т электросварки им. Е. О. Патона, заявл. 04.10.1972, опубл. в Бюл. Изобр. 1973, № 44.
107. Ларииков Л. Н., Фальченко В. М., Мазанко В. Ф. и др. Аномальное ускорение диффузии при импульсном нагружении металлов. // Докл. АН СССР, 1975.– т. 221, № 5.– С. 1073-1075.
108. Ларииков Л. Н., Рябов В. Р., Фальченко В. М. Диффузионные процессы в твердой фазе при сварке. М. : Машиностроение, 1975.–192 с.
109. Шевчук Т. В., Харченко Г. К., Каракозов Э. С. Образование соединения при ударной сварке в вакууме. (Аналитический обзор). // Автоматическая сварка, 1981.– № 12.– С. 31-35.
110. Френкель Я. И. Введение в теорию металлов. М.:Л.: Физматгиз, 1958.– 368 с.
111. Харченко Г. К., Шевчук Т. В., Игнатенко А. И. и др. Взаимодействие между ниобием и нержавеющей сталью при ударной сварке с промежуточными прослойками. // Автоматическая сварка, 1977.– № 8.– С. 4-6.
112. Дорофеев Ю. Г., Попов С. Н. Исследование срачивания малоуглеродистой

- стали при динамическом горячем прессовании. // Тр. Новочеркасского политехнического ин-та, Исследование в области порошковой и стружковой металлургии: Новочеркасск, 1969.-С. 120-131
113. Дорофеев Ю. Г., Попов С. Н. Исследование сращивания меди при динамическом горячем прессовании // Исследование в области порошковой и стружковой металлургии: Новочеркасск, 1969.- С. 131 — 141.
114. Дорофеев Ю. Г., Попов С. Н. Исследование сращивания металлов при динамическом горячем прессовании // Порошковая металлургия-1971.-№2.- С.44-51.
115. Sauerwald F. Schlagsinterversuche kurzer dauer. // Zeitschrift für physikalische Chemie, Bd. 209, Heft 3/4, August 1958.–206.
116. Дорофеев Ю. Г., Скориков В. А. О «сращивании» на контактных поверхностях металлических частиц при динамическом горячем прессовании. // Порошковая металлургия-1975.-№ 6.- С.43-47.
117. Дорофеев Ю. Г., Горшков С. А., Егоров С. Н. Особенности формирования порошкового материала методом динамического горячего прессования в вакууме. // Порошковая металлургия-1980.-№5.- С.50-55.
118. Егоров М. С. Межчастичное сращивание при формировании горячедеформированных порошковых сталей, полученных из легированных порошков. Диссертация к. т. н., Новочеркасск, 2004.  
<http://www.dissercat.com/catalog/tekhnicheskie-nauki/metallurgiya/poroshkovaya-metallurgiya-i-kompozitsionnye-materialy/p5#ixzz5ihVYx0r2>
119. Арефьев Б. А., Кулешов В. В., Пановко В. М. Особенности образования соединения при обработке давлением порошковых систем // Известия вузов. Черная металлургия, 1988.– № 5.– С. 147.
120. Арефьев Б. А., Кулешов В. В., Пановко В. М. Закономерности соединения порошковых частиц при пластической деформации. // Порошковая металлургия. 1990.– № 8.– С. 15-20.
121. Журков С. Н., Бетехтин В. И., Бахтитаев А. Н. Временная и температурная зависимости прочности монокристаллов. // ФТТ, 1969.– т. II, вып. №3.– С. 690-

- 699.
122. Сторожев М. В., Попов Е. А. Теория обработки металлов давлением. М.: Машиностроение. 1977.– 424 с.
  123. Мартынова И. Ф., Штерн М. Б. Уравнение пластичности пористого тела, учитывающее истинные деформации материала основы. // Порошковая металлургия, 1978.– № 1.–С.23-29.
  124. Мартынова И. Ф., Скороход В. В, Штерн М. Б. Исследование радиального и осевого уплотнения пористого тела методами механики сжимаемого континуума. 1. Уплотнение пористых цилиндров в отсутствие ограничения пассивной деформации. // Порошковая металлургия, 1979.– № 9.– С. 69-75.
  125. Штерн М. Б., Сердюк Г. Г., Максименко Л. А., Трухан Ю. В., Шуляков Ю. М. Феноменологические теории прессования порошков // Киев: Наукова думка, 1982.–139с.
  126. Штерн М. Б. Модель процессов деформирования сжимаемых материалов с учетом порообразования. 1. Определяющие уравнения и поверхность нагружения. // Порошковая металлургия, 1989.– № 5.– С. 28-34.
  127. Жданович Г. М. Теория прессования металлических порошков. – М.: Металлургия, 1969.– 263 с.
  128. Жданович Г. М. Сопротивление порошковых материалов.– Минск: ПК ООО «Бестпринт», 1999.– 340 с.
  129. Бальшин М. Ю. Новые принципы расчета и анализа процесса прессования порошков // Порошковая металлургия, 1965.– №12.–С. 20-30.
  130. Дорофеев Ю. Г., Гасанов Б. Г. Определение степени деформации материала при динамическом горячем уплотнении пористых заготовок. // Порошковая металлургия, 1976.– № 8.– С. 33-39.
  131. Скороход В. В. Реологические основы теории спекания // Киев: Наукова думка, 1972.–152с.
  132. Ковальченко М. С. О механических свойствах спеченных материалов // Порошковая металлургия, 1991.– №3.–С. 101-106.
  133. Ковальченко М. С. Механические свойства изотропных пористых материалов. 1. Упругие и реологические свойства // Порошковая металлургия, 1993.– №3.–

С.89-96.

134. Ковальченко М. С. Деформационное упрочнение порошкового тела при прессовании // Порошковая металлургия, 2009.– №3/4.–С.13-27.
135. Скороход В. В. Вязкое течение и спекание пористых тел. // Порошковая металлургия, 1968.– № 12.–С.18-21.
136. Ларииков Л. Н., Фальченко В. М., Мазанко В. Ф., Гуревич С. М., Харченко Г. К., Игнатенко А. И. Особенности массопереноса при сварке железа армко в твердом состоянии с импульсным нагружением. // Автоматическая сварка, 1974.– № 5.– С. 19-21.
137. Грузин П. Л. Применение искусственно-радиоактивных индикаторов для изучения процессов диффузии в сплавах. // ДАН СССР, 1952.– № 2.– С. 289
138. Ларииков Л. Н., Фальченко В. М., Мазанко В. Ф., Гуревич С. М., Харченко Г. К., Игнатенко А. И. Аномальное ускорение диффузии при импульсном нагружении металлов. // Доклады АН СССР, 1975.– т. 221, № 5.– С. 1073-1075.
139. Ларииков Л. Н., Фальченко В. М., Мазанко В. Ф. Прискорення самодифузії у кобальті та нікелі при пластичній деформації. // Доповіді АН УРСР, 1975.– Серія А.– №2.– С. 167-169.  
(Ларииков Л. Н., Фальченко В. М., Мазанко В. Ф. Ускорение самодиффузии в кобальте и никеле при пластической деформации. // Доклады АН УССР, 1975.– № 2.– С. 169-171.)
140. Немошкаленко В. В., Ларииков Л. Н., Мазанко В. Ф., Томашевський М. А., Фальченко В. М., Игнатенко А. И., Харченко Г. К. Дослідження механізму аномального массопереносу в умовах швидкісної пластичної деформації. // Доповіді АН УССР, 1978.– № 9, серія А.– С. 830-834.
141. Ларииков Л. Н., Мазанко В. Ф., Немошкаленко В. В., Томашевский Н. А., Фальченко В. М. Исследование аномального массопереноса в условиях ударного нагружения разнородных металлов. // ФиХОМ, 1981.–№ 4.– С. 128-132.
142. Немошкаленко В. В., Арсенюк В. В., Мазанко В. Ф., Миронов В. М., Филатов А. В. Общие закономерности массопереноса при различных видах импульсного нагружения. // Доповіді НАН України, 2002.– № 10.–С. 78-83.



143. Мазанко В. Ф., Михаленков В. С., Цапко Е. А., Богданов Е. И., Бевз В. П., Ворона С. П. Особенности дефектообразования при импульсном ударном сжатии. // Доповіді НАН України, 2007.– № 5.–С. 92-96.
144. Герцрикен Д. С., Мазанко В. Ф. и Фальченко В. М. Импульсная обработка и массоперенос в металлах при низких температурах. Киев: Наукова думка, 1991.– 208 с.
145. Герцрикен Д. С., Мазанко В. Ф. и Фальченко В. М. Некоторые закономерности миграции атомов в условиях скоростной пластической деформации. // Металлофизика, 1983.– т.5, №4.- С. 74-80.
146. Лариков Л.Н., Беякова М. Н., Жолудь В. В. Роль локализованного течения материалов при сварке давлением. // ФиХОМ, 1987.– № 6.– С. 108-113.
147. Гаврилюк В. Г., Герцрикен Д. С., Полушкин Ю. А., Фальченко В. М. Механизм распада цементита при пластической деформации стали. // Физика металлов и металловедение, 1981.– т. 51, вып. 1.– С. 147-152.
148. Марковский Л. И., Марковский В. А. Исследование плотности дислокаций фазовых составляющих в поверхностях трения высокопрочных чугунов. // Литые износостойкие материалы.– Киев: Наукова думка. 1969.– С. 36-41.
149. Займовский В. А., Мартинович И. И., Самедов О. В., Фалдин С. А. О причинах ускорения бейнитного превращения при низкотемпературной деформации аустенита. // ФММ, 1986.– т. 61, вып.4.– С. 760-768.
150. Кучук-Яценко С. И., Харченко Г. К., Миронов В. М., Миронов Д. В. , Мазанко В. Ф., Герцрикен Д. С. Богданов С. Е. Диффузия при действии ударного сжатия и переменного электрического тока в условиях высоких температур. // Металлофиз. новейшие технол., 2014, т. 36, № 9, С. 1171—1187.
151. Троицкий О. А., Розно Л. Т. Электропластический эффект в металлах. // Физика твердого тела, 1970.– т. 12, № 1.–С. 203-210.
152. Васильев Л. С. К теории аномально высокой скорости диффузии в металлах при ударных воздействиях. 1. Основные уравнения диффузионного массопереноса при пластическом деформировании материалов. // ФММ, 2009.– т. 107, № 4.– С. 353-363.

153. Васильев Л. С. К теории аномально высокой скорости диффузии в металлах при ударных воздействиях. 2. Влияние сдвиговых напряжений и структурно-фазового состояния диффузионной зоны на скорость массопереноса. // ФММ, 2009.– т. 107, № 5.– С. 459-467.
154. Нечаев Ю. В., Владимиров С. А., Ольшевский Н. А., Хломов В. С. К вопросу о диффузии в деформируемых металлах // Известия вузов. Черная металлургия, 1984.– № 9.– С. 1-5.
155. Гостомельский В. С., Ройтбурд А. Л. Дислокационный массоперенос вблизи границы раздела разнородных материалов при их пластической деформации. // Доклады АН СССР, 1986.– т. 288, № 2.– С. 366-369.
156. Бальшин М. Ю. Порошковая металлургия. М.: Машгиз, 1948.– 332 с.
157. Кунин Н. Ф., Юрченко Б.Д. Закономерности прессования порошков различных материалов. // Порошковая металлургия, 1963.– № 6.–С. 3-10.
158. Николаев А. Н. Связь между давлением и плотностью прессовок из металлических порошков // Порошковая металлургия, 1962.–№3.–С. 3-9.
159. Знатокова Т. Н., Лихтман В. И. О закономерностях прессования металлокерамической композиции медь-графит // ДАН СССР, 1954.–т. 96, №3.–С. 577-580.
160. Parilak L. and Dudrova E. New pressing equation // Proc. PM'94, Powder Metallurgy World Congress, Paris, 6-9 june, 1994.–vol.1.– P. 737-740.
161. Panelli R. and Filho F. Ambrozio. A study of a new phenomenological compacting equation // Powder Technology, 2001.– vol. 114, .– p. 255-261.
162. Secondi J. Modelling powder compaction. From a pressure-density law to continuum mechanics // Powder metallurgy, 2002.–vol. 45, No. 3.– P. 213-217.
163. Kawakita K., Lüdde K. H. Some consideration on powder compression equations. Powder Technology, 1970/1971.– No. 4.– P. 61-68.
164. Aryanpour G., Farzaneh M. Application of a piston equation to describe die compaction of powders // Powder Technology, 2015.–vol. 277.–P. 120-125.
165. Kuhn H. and Downey C. L. Deformation characteristics and plasticity theory of sintered powder materials. // Int. J. Powder Met. 1971.– v.7, No1.– P.15-25.
166. Грин Р. Дж. Теория пластичности пористых тел. // Механика.– М.: Мир, 1973.–

- Вып. 4.– С. 109-120.
167. Лаптев А. М. Деформирование пористого металла в закрытой матрице. // Известия вузов. Машиностроение, 1979.– №7.– С. 89-94.
168. Лаптев А. М. Критерии пластичности пористых металлов // Порошковая металлургия, 1982.–№7.–С. 12-18.
169. Прогрессивные технологические процессы штамповки деталей из порошков и оборудование. Под ред. А. М. Дмитриева и А. Г. Овчинникова.– М.: Машиностроение, 1991.–320с.
170. Штерн М. Б. К теории пластичности пористых тел и уплотняемых порошков. // Реологические модели и процессы деформирования пористых, порошковых и композиционных материалов.– Киев: Наукова думка, 1985.– С. 12-23.
171. Смыслов А. Ю. К теории пластичности пористых сред // Изв. Вузов. Машиностроение, 1980.– №4.– с. 107-110.
172. Kieffer R., Hotoz W. Sintereisen und Sinterstahl, Wien, Springer, 1948.– 556 p.
173. Lenel F. V. Powder metallurgy, Principles and Applications, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, 1980.– 593p.
174. Бальшин М. Ю. Научные основы порошковой металлургии и металлургии волокна М.: Металлургия, 1972.– 336 с.
175. Добронравов В. В., Никитин Н. Н., Дворников А. Л. Курс теоретической механики. – М.: Высшая школа, 1974.– 528 с.
176. Выгодский М. Я. Справочник по высшей математике. – М.: Изд. Наука, 1975.– 872 с.
177. Бокштейн Б. С. Диффузия в металлах. М.: Металлургия, 1978.–248 с.
178. Лобанов М. Л., Зорина М. А. Методы определения коэффициентов диффузии. Учебное пособие. Екатеринбург Издательство Уральского университета, 2017. [http://elar.urfu.ru/bitstream/10995/53038/1/978-5-7996-2098-1\\_2017.pdf](http://elar.urfu.ru/bitstream/10995/53038/1/978-5-7996-2098-1_2017.pdf)
179. Павлинов Л. В. Диффузия в двойных и многокомпонентные сплавах на основе железа в области  $\alpha$  и  $\gamma$ -твердых растворов. Обнинск —1976. <https://inis.iaea.org/collection/NCLCollectionStore/Public/09/349/9349512.pdf>
180. Ларионов Л. Н., Исачев В. И. Диффузия в металлах и сплавах. // Киев: Наукова думка, 1987.– 512 с.

181. Немошкаленко В. В., Арсенюк В. В., Мазанко В. Ф., Миронов В. М., Филатов А. В. Общие закономерности массопереноса при различных видах импульсного нагружения. // Доповіді НАН України, 2002.– № 10.–С. 78-83.
182. Герцрикен Д. С., Мазанко В. Ф. и Фальченко В. М. Импульсная обработка и массоперенос в металлах при низких температурах. Киев: Наукова думка, 1991.– 208 с.
183. Порошковая металлургия. Материалы, технология, свойства, области применения: Справочник. Отв. Ред. И. М. Федорченко.– Киев: Наукова думка, 1985.– 624 с.
184. Порошок медный электролитический. ГОСТ 4960-75.  
<https://docs.cntd.ru/document/1200009341>
185. Carbonyl-iron-powder with a particle size of app. 4 to 7  $\mu\text{m}$   
[https://dr-fritsch-india.com/fileadmin/user\\_upload/downloads/specifications\\_powder/Spec\\_Diafe-5000\\_EN.pdf](https://dr-fritsch-india.com/fileadmin/user_upload/downloads/specifications_powder/Spec_Diafe-5000_EN.pdf)
186. Порошок кобальта. (ООО «Укрсплав»). – <https://ukrsplav.in.ua/>
187. Порошок карбонильного кобальта. (ООО «Оргсинтез») – [https://youcontrol.com.ua/catalog/company\\_details/31280645/](https://youcontrol.com.ua/catalog/company_details/31280645/)
188. Обзор рынка титановых порошков в СНГ, Отчет ИНФОМАЙН, 2 издание, Москва, 2016, <http://www.infomine.ru/research/5/479>
189. Порошки титана и титановых сплавов / <http://www.polema.net/titan-i-ti-splavy.html>
190. Дзеналадзе Ж. И., Щеголева Р. П., Голубева Л. С. и др. Порошковая металлургия сталей и сплавов.– М.: Металлургия, 1978. – 264 с.
191. Жаростойкие сплавы на основе никеля и железа для покрытий.  
<http://www.polema.net/nikelevye-zharostojkie-splavy-dlja-pokrytij.html>
192. Белов А. Ф. Металлургия гранул – новый путь повышения качества конструкционных материалов // Вестник АН СССР. – 1975. – № 5. – С. 74–84.
193. Гарибов Г. С. Металлургия гранул – основа создания перспективных авиационных двигателей // Технология легких сплавов. – 2007. – № 1. – С. 66–78.

194. Казберович А. М. Перспективные технологии металлургии гранул жаропрочных никелевых сплавов // там же. – С. 79–83.
195. Намитоков К. К., Юдин Б. А. Технологические особенности изготовления контактов из мелкодисперсных смесей для сильноточных электрических аппаратов. В сб. Сильноточные электрические контакты. – Киев: «Наукова думка», 1970.– с.16-24.
196. Смага Н.Н., Юдин Б. А. Характеристика, условия работы и результаты испытания металлокерамических серебро-никелевых контактов из мелкодисперсной шихты. Там же – с. 34-38.
197. Колесников В. Н., Юдин Б. А., Корниенко В. П. Влияние технологических факторов на свойства тонкодисперсной шихты и контактов композиции серебро-никель. Сообщение 2. // Порошковая металлургия, 1974.– № 8.– с. 36-40.
198. Мелашенко И. П., Губарь К. В., Бродов В. А., Трофимова В. В., Коган В. И. Металлокерамические размыкаемые контакты с мелкодисперсной структурой. // В кн.: Электротехнические металлокерамические изделия, М.: ВНИИЭМ, 1965.– с. 57-61.
199. Смага Н. Н., Юдин Б. А., Марков Е. В. Метод изготовления и результаты испытаний мелкодисперсных металлокерамических композиций для контактов электрических аппаратов. // Там же.– с. 61-68.
200. Корниенко В. П., Юдин Б. А., Колесников В. Н. Мелкозернистые композиционные контакты для низковольтной аппаратуры. // В кн.: Электрические контакты и электроды.– Киев: Наукова думка, 1977.– с. 70-79.
201. Найдич Ю. В., Лавриненко И. А., Еременко В. Н. Изучение роли капиллярных явлений в процессе уплотнения при спекании в присутствии жидкой фазы. // Порошковая металлургия. – 1964. – № 1. – С. 5-11.
202. U. U. Gomes, F. A. da Costa, A. G. P. da Silva. On sintering of W-Cu composite alloys // Refractory Metals & Hard Materials. – 2001. – V. 1. – P. 177–189.
203. Найдич Ю. В., Лавриненко И. А., Евдокимов В. А. Исследование процесса уплотнения при жидкофазном спекании под давлением в системе вольфрам-медь. // Порошковая металлургия. – 1974. – № 1. – С. 34-39.

204. Li Daren, Liu Zuyan, Yu Yang, Wang Erde. Research on the densification of W–40 wt. % Cu by liquid sintering and hot-hydrostatic extrusion // *Refractory Metals & Hard Materials*. – 2008. – V. 26. – P. 286–289.
205. Bhalla A. K., Williams J. D. A Comparative Assessment of Explosive and Other Methods of Compaction in the Production of Tungsten-Copper Composites. // *Powder Metallurgy*. – 1976. – № 1. – P. 31-37.
206. Shao F., Chen W., Zhang H., Ding B. Microstructure Evolution of W–Cu Alloy Wire after Hot-Swaging. // *Materials Sciences and Applications*. – 2012. – V. 3. – P. 157–162.
207. F. A. da Costa, A.G.P. da Silva, U. U. Gomes. The influence of the dispersion technique on the characteristics of the W–Cu powders and on the sintering behavior // *Powder Technology*. – 2003. – 134. – P. 123–132.
208. Maneshian M. H., Simchi A., Hesabi Z. R. Structural changes during synthesizing of nanostructured W–20 wt % Cu composite powder by mechanical alloying // *Materials Science and Engineering*. – 2007. – V. 445-446. – P. 86–93.
209. Nicolicescu C., Ciupitu C. I., Stefan I. et al. Researches regarding the elaboration of W-Cu nanocomposites powders // *Optoelectronics and advanced materials – rapid communications*. – 2010. – V. 4. – N. 9. –P. 1408–1414.
210. Alam S. N. Synthesis and characterization of W–Cu nanocomposites developed by mechanical alloying // *Materials Science and Engineering, A*. – 2006. – V. 433. – Issues 1–2. – P. 161–168.
211. Raghu T., Sundaresan R., Ramakrishnan P., Rama Mohan T. R. Synthesis of nanocrystalline copper–tungsten alloys by mechanical alloying / // *Materials Science and Engineering: A*. – 2001. – V. 304–306. – P. 438–441.
212. Паничкина В. В., Сиротюк М. М., Скороход В. В.. Жидкофазное спекание высокодисперсных смесей вольфрам-медь // *Порошковая металлургия*. – 1982. – № 6. – С. 27-31.
213. Скороход В. В., Солонин Ю. М., Филиппов Н. И. Твердофазное спекание ультрадисперсных композиций W (Mo)-Cu. // *Порошковая металлургия*. – 1984. – № 1. – С. 19-25.

214. Электронный учебно-методический комплекс «Процессы порошковой металлургии»: [http://files.lib.sfukras.ru/ebibl/umkd/63/u\\_lectures.pdf](http://files.lib.sfukras.ru/ebibl/umkd/63/u_lectures.pdf)
215. Темкин М. И., Шварцман Л. А. Вспомогательная таблица для расчетов по химической термодинамике. // Успехи химии. 1948.– т. XVII, вып. 2.– С. 259-262.
216. Уикс К. Е., Блок Ф. Е. Термодинамические свойства 65 элементов, их окислов, галогенидов, карбидов и нитридов. Перевод П. С. Арсентьева / Изд-во «Металлургия», 1965.– 240 с.
217. Белкин Г. С., Дробышевский А. А., Ивакин В. Н. и др. Перспективные виды электротехнического оборудования. // Электротехника. — 2006. — №9. — С. 2–10.
218. Лафферти Д. Вакуумные дуги. Теория и приложения. — М: Мир, 1988. — 428с.
219. Karpov M. I., Korzhov V. P., Vnukov V. I. et al. Powder and Smelting Metallurgy for Cu–30%Cr Alloy // Euro PM2004, PM Non Ferrous, — 2004. — P. 805–810.
220. Liu Jinglei, Liu Zuyan, Wang Erde. Deformation processed Cu–15 wt pct Cr composite synthesized by hot hydrostatic extrusion of mechanical milled powders. // J. Mater. Sci. and Technol. — 2003. — V.19. — No.5. — P. 507–508.
221. Zhang C.Y., Wang Y.P., Yang Z.M., Ding B.J., Li Y.L. Microstructure and properties of CuCr25 alloys with different Ni content // Acta Met. Sin. — 2003. — V.16. — No.2. — P. 151–154.
222. Suzuki H. G., Ma J., Mihara K., Sakai S., Sun S. // Trans. Nonferrous Metals Soc. China. — 2004. — V.14. — No.2. — 284-290.
223. Аксенов А. А., Просвиряков А. С., Кудатов Д. В., Гершман И. С. Структура и свойства композиционных материалов на основе системы Cu–Cr, полученных методом механического легирования. // Изв. Вузов. Цветная металлургия. — 2004. — №6. — С. 39–46.
224. Lee K. L. The thermo-mechanical behaviour of Cu–Cr in situ composite // J. Mater. Sci. — 2004. — V.39. — No.9. — P. 3047–3055.
225. He Dai, Limin Wang, Jingguo Zhang, Yibo Liu, Yuefa Wang, Lei Wang & Xinliang Wan. Iron based partially pre-alloyed powders as matrix materials for diamond tools

- // Powder Metallurgy, 2015.–vol. 58.– No. 2.–P. 83-86.
226. Креймер Г. С. Прочность твердых сплавов. М.: Металлургия, 1971.– 248 с.
227. Фальковский В. А. Твердые сплавы для обработки давлением. М.: НИИМАШ, 1978.– 44 с.
228. Prakash L. A review of the properties of tungsten carbide hardmetals with alternative binder systems // Proc 13th Int. Plansee Seminar, Reutte, Tirol, – 1993. – V.2. – P.80–109. (WC-20 wt.%Co -  $3380 \pm 160$  МПа, K<sub>1c</sub> -  $16,8 \pm 0.3$  МПа м<sup>1/2</sup>)
229. Чапорова И. Н., Чернявский К. С. Структура спеченных твердых сплавов. – М.: Металлургия, 1975.– 248 с.
230. Бабич М. М. Неоднородность твердых сплавов по содержанию углерода и ее устранение. – Киев: Наукова думка, 1975. – 176 с.
231. Silva V.L., Fernandes C. M., Senos A. M. R. Copper wettability on tungsten carbide surfaces // Ceramic International, 2016.–vol. 42.–P. 1191-1196.
232. Ramqvist L. Wetting of metallic carbides by liquid copper, nickel, cobalt and iron. Int. J. Powder Metallurgy, 1965.–vol.1, No 4.– P. 1965, 2-21.
233. Warren R. Solid-liquid interfacial energies in binary and pseudo-binary systems. J. Mater. Sci., 1980.– vol.15.–P. 2489-2496.
234. Ясинская Г. А. Смачиваемость тугоплавких карбидов, боридов и нитридов расплавленными металлами // Порошковая металлургия, 1966.– №7.– С. 53-55.
235. Deshpande P. K., Li J. H., Lin R. Y. Infrared processed Cu composites reinforced with WC particles // Mater. Sci. Eng., A, vol. 429.–P. 58-65.
236. Францевич И. Н. Металлокерамические материалы в электротехнике. // Современные проблемы порошковой металлургии.—Сб. трудов. Под ред. акад. И. М. Федорченко.—Киев: Наукова думка, 1970.—с. 190—205.
237. Флис А. А., Минакова Р. В., Теодорович О. К., Ворона Д. С., Антошина Р. И. Псевдосплавы на основе карбида вольфрама и перспективы их использования. // Порошковая металлургия, 1980.– № 2.– С. 50-56.
238. Flávio Diogo Gonçalves Guerreiro. WC-Cu cermet materials: production and characterization, 2015.  
[https://fenix.tecnico.ulisboa.pt/downloadFile/1126295043835128/WC-Cu cermet materials production and characterization.pdf](https://fenix.tecnico.ulisboa.pt/downloadFile/1126295043835128/WC-Cu_cermet_materials_production_and_characterization.pdf)



239. Мечник В. А. Одержання композиційних матеріалів алмаз-(Fe-Cu-Ni-Sn) підвищеної зносостійкості // Порошковая металлургия, 2013.–№ 9-10.–С. 115-127.
240. Мечник В. А. Вплив технологічних параметрів гарячої допресовки на формування структури та властивості композитів -(Fe-Cu-Ni-Sn-CrB<sub>2</sub>). // Порошковая металлургия, 2013.–№ 11-12.–С. 123-137.
241. Sidorenko D. A., Zaitsev A. A., Kirichenko A. N. et al. Interaction of diamond grains with nanosized alloying agents in metal–matrix composites as studied by Raman spectroscopy // *Diamond Relat. Mater.* – 2013. – 38, N 9. – P. 59–62.
242. Ming Hou, Shenghui Guo, Li Yang, Jiyun Gao, Jinhui Peng, Tu Hu, Liang Wang, Xiaolei Ye. Fabrication of Fe–Cu matrix diamond composite by microwave hot pressing sintering // *Powder Technology*, 2018.–vol. 338.–P. 36-43.
243. Гавриленко А. П., Ковальченко М. С., Кравченко А. А., Солонин Ю. М. Влияние величина зерна вольфрама на эрозионную стойкость псевдосплавов вольфрам-медь. // Порошковая металлургия, 1988, №10, с. 86-88.
244. Скороход В. В., Солонин Ю. М., Филиппов Н. И., Роцин А. Н. Спекание вольфрам-медных композиций различного происхождения // Порошковая металлургия, 1983.–№9.–С. 9-13.
245. Hong E., Kaplin B., You T., Suh M. S., Kim Y. S., Choe H. Tribological properties of copper alloy-based composites reinforced with tungsten carbide particles. // *Wear*, 2011.–vol. 270, No. 9–10.– P. 591–597.
246. Wang W.-F. Effect of tungsten particle size and copper content on working behaviour of W-Cu alloy electrodes during electrodischarge machining // *Powder Metallurgy* 1997.– vol. 40, No.4.– P. 295-300.
247. Deshpande P.K., Lin R.Y. Wear resistance of WC particle reinforced copper matrix composites and the effect of porosity // *Mater. Sci. Eng. A*, 2006.–vol. 418.–P. 137-145.
248. Tiegs T. N., Alexander K. B., Plucknett K. P., Menchhofer P. A., Becher P. F., Waters S.B. Ceramic composites with a ductile Ni<sub>3</sub>Al binder phase. // *Materials Science and Engineering A*209 (1996) 243-247.
249. Ahmadian M., Wexler D., Calka A., Chandra T. Liquid phase sintering of WC-FeAl

- and WC-Ni<sub>3</sub>Al composites with and without boron. // Materials Science Forum, 2003.– vols. 426-432.– P. 1951-1956.
250. Ahmadian M., Wexler D., Calka A., Chandra T. The Effect of Boron on the Hardness and Fracture Toughness of WC-FeAl-B and WC-Ni<sub>3</sub>Al-B Composites// Materials Science Forum, 2007.– vols. 539-543.– P. 962-967.
251. Ahmadian M., Chandra T., Wexler D., Calka A. The effect of boron on the grain size of the aluminides matrix in hot pressed WC composites. // Powder Metallurgy Progress, Vol.9 (2009), No 3. –P. 173-177.
252. Long Jian-zhan, Zhang Zhong-jian, Xu Tao, Peng Wen, Wei Xiu-yu, Lu Bi-zhi, Li Ren-qiong. WC-Ni<sub>3</sub>Al-B composites prepared through Ni+Al elemental powder route. // Trans. Nonferrous Met. Soc. China, 2012.–vol. 22.–P. 847-852.
253. Jianzhan Long, Zhongjian Zhang, Tao Xu, Bizhi Lu. Microstructure, mechanical properties and fracture behavior of WC-40 vol.% Ni<sub>3</sub>Al composites with various carbon contents. // Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 2013.– vol. 40.– P. 2–7.
254. Kai Zhang, Zhongjian Zhang, Xingxu Lu, Kai Li, Yong Du, Jianzhan Long, Tao Xu, Hong Zhang, Li Chen, Yi Kong. Microstructure and composition of the grain/binder interface in WC–Ni<sub>3</sub>Al composites. // Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 2014.–vol. 44.–P. 88–93.
255. Subramanian R. Schneibel J. H. Intermetallic bonded WC-based cermets by pressureless melt infiltration. // Intermetallics, 1997.–vol. 5.– P. 401-408.
256. Liang Liang, Jiandong Yuan, Xiaoqiang Li, Fan Yang, Lelun Jiang. Wear behavior of the micro-grooved texture on WC-Ni<sub>3</sub>Al cermet prepared by laser surface texturing. // Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 2018.–vol. 72.– P. 211–222.
257. Roebuck B. Notched bend tests on WC-Co hardmetals. // J. Mater. Science, 1988.– vol. 23.– P. 281-287.
258. Timoshenko S. Strength of Materials. 3rd Edn edited by R. F. Kreiger (New York, 1976) pp. 57-59.
259. Щеголев Б. М. Математическая обработка наблюдений. – М.: Физматгиз, 1962.– 162 с.

260. Касандрова О. Н., Лебедев В. В. Обработка результатов наблюдений. – М.: Наука, 1970. – 140 с.
261. Roebuck B. Effect of Testpiece Geometry on the Flexural Strength of Representative Hardmetals and Cermets. // Proc. 14 Int. Plansee Seminar, 1997.– vol. 2.– P. 352-365.
262. Хан. Г., Шапиро С. Статистические модели в инженерных задачах. – М.: Мир, 1969.– 396 с.
263. Larson F. G., Hong J., Goodson R., Voytek M. Hot isostatic pressing of Cemented Carbides // Int. J. Refract. Met. Hard Mater., 1984.– vol. 3, No 1.– P. 30-34.
264. Pickens J. R., Gurland J. The Fracture Toughness of WC-Co Alloys Measured on Single-edge Notched Beam Specimens Pre-cracked by Electron Discharge Machining. // Materials Science and Engineering, 1978.– vol. 33.– P. 135-142.
265. Чернявский К. С. Стереология в металловедении. – М.: Metallurgy, 1977. – 280 с.
266. Салтыков С. А. Стереометрическая металлография. – М.: Metallurgy, 1976. – 272 с.
267. Чернявский К. С. Стереологические характеристики гетерофазных материалов // Порошковая металлургия. – 1985. – № 1. – С. 81–86.
268. Лаптев А. В., Толочин А. И., Хоменко Е. В. Влияние температуры ударного прессования в вакууме на плотность, структуру и свойства порошковой меди // Электрические контакты и электроды. Труды ИПМ НАНУ. Серия «Композиционные, слоистые и градиентные материалы и покрытия». – Киев, 2012. – С. 117–124.
269. Кондряков Е. А., Жмака В. Н., Харченко В. В., и др. Система измерения деформаций и усилий при динамических испытаниях // Проблемы прочности. – 2005. - №3. – С. 140-146.
270. Anatolii Laptiev, Barbara Romelczyk, Oleksandr Tolochyn, Tomasz Brynk, Zbigniew Pakiela. Influence of the impact sintering temperature on the structure and properties of samples from the different iron powders // Advanced Powder Technology. – 2017. – vol. 28.–P. 363-374.
271. Tabor D. Hardness of Metals, ed. by “Clarendon Press”, London, 1951.–130 p.

272. Tomasz Brynk, Barbara Romelczyk, Anatolii Laptiev, Oleksandr Tolochyn, Zbigniew Pakiela. Fatigue crack growth in Fe mini-samples consolidated by means of impact sintering // *Key Engineering Materials*, 2014. – Vols. 577–578. – P. 245–248.
273. Толочин А. И., Лаптев А. В., Окунь И. Ю., Евич Я. И. Ударное уплотнение порошка вольфрама в широком диапазоне температур. I. Плотность и структура // *Металлофизика и новейшие технологии*, 2014. – Т. 36. – №1. – С. 17–29.
274. Толочин А. И., Лаптев А. В., Окунь И. Ю., Евич Я. И. Ударное уплотнение порошка вольфрама в широком диапазоне температур. II. Механические свойства // *Металлофизика и новейшие технологии*, 2014. – Т. 36. – №2. – С. 217–228.
275. Радченко П. Я., Подрезов Ю. Н., Паничкина В. В., Скороход В. В. Связь структурообразования при спекании с механическими свойствами спеченного вольфрама. // *Порошковая металлургия*, 1990.– №8.–С. 36-41.
276. Гнюсов С. Ф., Кульков С. Н., Мельников А. Г., Севостьянова И. Н. Способ горячего прессования порошков тугоплавких металлов, Патент RU 2252838, Опубл. 27.05.2005, Бюл. №15.
277. Баранов Ю. В. Эффект А. Ф. Иоффе на металлах. Монография. – Москва: МГИУ, 2005. – 136 с.
278. Лаптев А.В., Толочин А.И., Ковыляев В.В., Вербилло Д.Г., Кондряков Е.А. Ударное спекание порошка жаропрочной нержавеющей стали X17H2. I. Плотность и структура образцов // *Металлофизика и новейшие технологии*. – 2012. – Т. 34. – №2. – С. 195–208.
279. Сорокин В. Г., Волосникова А. В., Веткин С. А. и др. Марочник сталей и сплавов. Под ред. В. Г. Сорокина.– М.: Машиностроение, 1989.– 530 с.
280. Зубченко А. С., Колосков М. М., Каширский Ю. В. и др. Марочник сталей и сплавов. Под ред. А. С. Зубченко.– М.: Машиностроение, 2003.– 430 с.
281. Jellinghaus W. Die Eisenecke des Vierstoffsystems Eisen-Wolfram-Chrom-Kohlenstoff bei 700 °C. *Arch. Eisenhüttenwesen*, 1971.–No. 11.– S. 829-836.

282. Лаптев А.В., Толочин А.И., Ковыляев В.В., Вербило Д.Г., Кондряков Е.А. Ударное спекание порошка жаропрочной нержавеющей стали X17H2. II. Механические свойства образцов и оценка коэффициентов диффузии при изотермической выдержке и ударном уплотнении // *Металлофизика и новейшие технологии.* – 2012. – Т.34. – №4. – С. 521–540.
283. Хоникомб Р. Пластическая деформация металлов. М.: Мир, 1972.– 320 с.
284. Химушин Ф. Ф. Нержавеющие стали. Москва: Металлургия, 1967.– 480 с.
285. Лаптев А. В., Толочин А. И., Вербило Д. Г., Окунь И. Ю. Структура и свойства нихрома X20H80, полученного из порошка ударным спеканием при различных температурах // *Порошковая металлургия*, 2015.– №7/8.–С. 44-58.
286. Усов В. В., Займовский А. С. Проводниковые, реостатные и контактные материалы. – М.–Л.: Госэнергоиздат, 1957. – 184 с.
287. Химушин Ф. Ф. Жаропрочные стали и сплавы.– М.:Металлургия, 1969.– 749 с.
288. Лаптев А. В., Толочин А. И., Ковальченко М. С., Евич Я. И., Окунь И. Ю. Структура и свойства интерметаллида  $Ni_3Al$ , спеченного в вакууме под действием удара // *Порошковая металлургия.*–2015.–№9/10.–С. 60-79.
289. Грейль Е. М. Исследование  $NiAl$  и  $Ni_3Al$ . В кн: Механические свойства металлических соединений. / Перевод с англ. Под ред. И. И. Корнилова. – М.: Металлургиздат, 1962. – С. 266–300.
290. Синельникова В. С., Подергин В. А., Речкин В. Н. Алюминиды. – Киев: Наукова думка, 1965. – 244с.
291. Скороход В. В. Теория физических свойств пористых и композиционных материалов // *Порошковая металлургия.* – 1995. – № 1/2. – С. 53–71.
292. Dey G. K. Physical metallurgy of nickel aluminides // *Sadhana.* – 2003. – Vol. 28. – Iss. 1–2. – P. 247–262.
293. Korznikov A. V., Pakiel Z., Kurzydowski K. J. Influence of long-range ordering on mechanical properties of nanocrystalline  $Ni_3Al$  // *Scripta Materialia.* – 2001. – Vol. 45. – P. 309–315.
294. Malcharzikova J., Kursa M. Mechanical characteristics of  $Ni_3Al$  based alloys with stoichiometric and hypo-stoichiometric composition // *19 ročník mezinárodní*

konference metalurgie a materiálů METAL 2010, 18–20 května 2010, Rožnov pod Radhoštěm, Česká Republika – E55.

295. Гринберг Б. А., Иванов М. А. Интерметаллиды  $Ni_3Al$  и  $TiAl$ : микроструктура, деформационное поведение. – Екатеринбург: УрО РАН. – 2002. – 360 с.
296. Inoue M., Suganuma K., Niihara K. Toughening mechanism of  $Ni_3Al$  alloys by B-doping // *Journal of materials science letters*. – 1998. – Vol. 17. – P. 1967–1969.
297. Rigney J. D., Lewandowski J. J. Fracture toughness of monolithic nickel aluminide intermetallics // *Materials Science and Engineering A*. – 1992. – Vol. 149. – P. 143–151.
298. Guo J. T., Sheng L. Y., Xie Y., Zhang Z. X., Ovcharenko V. E., Ye H. Q. Microstructure and mechanical properties of  $Ni_3Al$  and  $Ni_3Al-1B$  alloys fabricated by SHS/HE // *Intermetallics*. – 2011. – Vol. 19. – P. 137–142.
299. Shee S. K., Pradhan S. K., De M. Effect of alloying on the microstructure and mechanical properties of  $Ni_3Al$  // *Journal of Alloys and Compounds*. – 1998. Vol. 265. – P. 249–256.
300. Sheng Li-yuan, Xi Ting-fei, Lai Chen, Guo Jian-ting, Zheng Yu-feng. Effect of extrusion process on microstructure and mechanical properties of  $Ni_3Al-B-Cr$  alloy during self-propagation high-temperature synthesis // *Trans. Nonferrous Metals Society of China*. – 2012. – Vol. 22. – P. 489–495.
301. Лаптев А. В., Крячко Л. А., Толочин А. И., Вербило Д. Г., Головкова М.Е. Сравнение структуры и механических свойств обычного и ультрамелкозернистого композитов  $Ag-30Ni$ , полученных методом ударного спекания // *Металлофизика и новейшие технологии*, 2012. – Т.34. – №10. – С. 1001–1018.
302. Аппараты электрические коммутационные. Контакты на основе серебра. Технические условия. ГОСТ 19725-74.
303. Подрезов Ю. М., Лаптев А. В., Толочин О. И., Свич Я. И. Контактотворення при імпульсному пресуванні в порошкових двокомпонентних системах  $Cu-Ni$  та  $Ag-Ni$  // *Электронная микроскопия и прочность материалов*. Вып. 18. Труды ИПМ НАНУ. Серия «Физическое материаловедение, структура и свойства материалов». – Киев, 2012. – С. 139–149.

304. Радченко П. Я, Гетьман О. И., Паничкина В. В., Скороход В. В., Подрезов Ю. Н., Вербило Д. Г., Лаптев А. В., Толочин А. И. Структура и свойства порошковой меди, упрочненной дисперсными частицами вольфрама // Порошковая металлургия, 2014. – №7/8. – С. 34–42.
305. Оделевский В. И. Расчет обобщенной проводимости гетерогенных систем. 2. Статистические смеси невытянутых частиц. // ЖТФ, 1951.–т. 21, вып. 6.–С. 678-685.
306. Ильинский А. И., Зубков А. И., Субботин А. В., Русинова С. В. О структуре пересыщенных сплавов меди с тугоплавкими металлами. // Функциональные материалы. – 1992. – Т. 6. – № 5. – С. 677–679.
307. Крячко Л. А., Лаптев А. В., Толочин А. И., Бега Н. Д., Евич Я. И., Головкова М. Е., Лебедь А. В. Структура и свойства композита W–50об.%Cu, полученного с применением порошка вольфрама, активированного размолотом в шаровой мельнице // Труды Института проблем материаловедения им. И. Н. Францевича НАН Украины. Серия "Композиционные слоистые и градиентные материалы и покрытия. Электрические контакты и электроды", ИПМ НАН Украины, Киев, 2014. – С. 75–89.
308. Павлов И. М., Ушаков Е. В., Дробышева Е. К. Хладноломкость и структура вольфрама. // М.: Наука, 1984. – 126 с.
309. Хоменко Е. В., Лаптев А. В., Толочин А. И., Минакова Р. В., Ковальченко М. С. Структура и свойства композитов Cu – Cr различного состава, полученных твердофазным прессованием в вакууме. // Электрические контакты и электроды: Труды Института проблем материаловедения им. И. Н. Францевича НАН Украины. Серия "Композиционные, слоистые и градиентные материалы и покрытия" – Киев, 2008 г. – С. 110–115.
310. Толочин А. И., Хоменко Е. В., Лаптев А. В., Анализ прочности и пластичности композитов Cu–35Cr и Cu–65Cr, полученных прессованием в твердой фазе // "Электрические контакты и электроды". Сб. трудов ИПМ НАНУ. Киев, 2010.– С. 189–197.
311. Толочин А. И., Лаптев А. В., Хоменко Е. В. Влияние температуры ударного прессования в вакууме на физико-механические свойства композитов Cu–Cr

- // Электрические контакты и электроды. Труды Института проблем материаловедения им. И. Н. Францевича НАН Украины. Серия "Композиционные слоистые и градиентные материалы и покрытия». – Киев, 2014. – С. 65–74.
312. Лаптев А. В., Пономарев С.С., Очкас Л.Ф. Особенности структуры и свойств сплава 84% WC-16% Co, полученного горячим прессованием в твердой и жидкой фазах. Сообщение 1. Влияние температуры получения образцов на их плотность и структуру. // Порошковая металлургия, 2000.– № 11/12.– С. 103-116.
313. Роман О. В., Скороход В. В., Фридман Г. Р. Ультразвуковой и резистометрический контроль в порошковой металлургии. – Минск: Высшая школа, 1989. – 182 с.
314. Лаптев А. В. Уплотнение сплавов WC-Co при твердофазном спекании (Обзор). // Порошковая металлургия, 2007. — № 7\8. — С. 8—18.
315. Лаптев А. В. Особенности формирования структуры и свойств сплавов WC-Co при твердофазном спекании. 1. Эволюция геометрической структуры. // Порошковая металлургия, 2007. — № 9\10. — С. 3—13.
316. Лаптев А. В., Пономарев С.С., Очкас Л.Ф. Особенности структуры и свойств сплава 84% WC-16% Co, полученного горячим прессованием в твердой и жидкой фазах. Сообщение 2. Влияние температуры получения образцов на их физико-механические свойства. // Порошковая металлургия, 2001.– № 1/2.– С. 100-109.
317. Laptev A. V., Ponomarev S.S., Ochkas L.F. Solid-Phase Consolidation of fine-grained WC-16%Co hardmetal. // Journal of Advanced Materials, 2001.–vol. 33, No 3.–P. 42-51.
318. Ковальченко М.С., Лаптев А.В., Юрчук Н.А., Свердел В.В. Анализ физико-механических свойств твердого сплава на основе карбида вольфрама, полученного спеканием и горячим прессованием в вакууме. // Сб. Карбиды и материалы на их основе, Киев, ИПМ, 1991.– С. 110-117.
319. Лаптев А. В. Возможности метода высокоэнергетического горячего прессования в вакууме для создания материалов с ультратонкой структурой и



- высокой прочностью. // Порошковая металлургия, 2001, – №3/4.– С. 8-19.
320. Лаптев А. В. Особенности формирования структуры и свойств сплавов WC-Co при твердофазном спекании. 2. Механические свойства образцов. // Порошковая металлургия, 2007 .— № 11/12 .— С. 3—13.
321. Laptev A., Pakielka Z., Tolochyn O., Brynk T. Microstructure and mechanical properties of WC-40Co composite obtained by impact sintering in solid state // Journal of Alloys and Compounds. – 2016. – Vol. 687. – P. 135–142.
322. Третьяков В. И. Основы металловедения и технологии производства спеченных твердых сплавов. – М.: Металлургия, 1976. – 528 с.
323. Chermant I. L., Osterstock F. J. Fracture Toughness and Fracture of WC-Co Composites // J. Mat. Sci., 1976. — v.11, N2. — P.1939-1951.
324. Кудрявцева В. И., Вараксина А. В. Структура и свойства высококобальтовых сплавов Co(W,C) // Современные инструментальные материалы на основе тугоплавких соединений.– М.: Металлургия, 1985.– с.25-28.
325. Ивенсен В. А., Гольдберг З. А., Эйдук О. Н., Фальковский В. А. О сопротивлении твердых сплавов разрушению при ударе // Сб. Твердые сплавы, 1965.–№6.–с. 190–208.
326. Лаптев А. В. Некоторые тенденции в улучшении твердых сплавов WC-Co. I. Гибридные и крупнозернистые твердые сплавы. // Порошковая металлургия, 2019.– № 1/2.– С. 57-76.
327. Лаптев А. В. Некоторые тенденции в улучшении твердых сплавов WC-Co. II. Функционально-градиентные твердые сплавы. // Порошковая металлургия, 2019.– № 3/4.– С. 60-79.
328. Laptev A. V., Ochka L.F. Study of Solid-Phase Consolidation of Ultrafine Grained WC-26% Ni Hardmetal During High-Energy Hot Pressing. // Proc. PM2001, European Congress and Exhibition on Powder Metallurgy, France, Nice 2001.– vol.1.– P. 187-193.
329. Скороход В. В., Солонин Ю. М. О соотношении интегрального и локального уплотнения при спекании пористых тел. // Порошковая металлургия, 1983.– № 12.– С. 25-30.

330. Laugier M. T. Coercivity, hardness and microstructure in WC-Co composites // I. Mater. Science Lett., 1985. - №4. - pp.211-216.
331. Лаптев А. В., Толочин А. И., Крячко Л. А., Вербило Д. Г., Окунь И. Ю. Свойства ультрамелкозернистого композита Cu-64WC, полученного вакуумным горячим прессованием // "Электрические контакты и электроды". Сб. трудов ИПМ НАНУ. Киев, 2010. – С. 198–206.
332. Толочин А. И., Лаптев А. В., Головова М. Е., Ковальченко М. С. Ультрамелкозернистый высококобальтовый твердый сплав ВК40. 1. Структура и свойства сплава. — Порошковая металлургия, 2008 .— №3/4. — С. 27–36.
333. Verezub O. N., Zoltai L., Kapray G.. Wettability and joining of cobalt sintered tungsten carbide by liquid copper.  
<https://www.kfki.hu/~anyag/tartalom/2003/nov/verezub.pdf>
334. Лаптев А.В., Толочин А.И., Карпец М.В., Мысливченко А.Н., Окунь И.Ю., Евич Я.И. Влияние температуры ударного спекания на плотность, структуру и свойства композита Ni<sub>3</sub>Al – 45 об. % WC. // НАУКОВІ НОТАТКИ, Луцьк, 2019. Вип. № 66.– С. 195-207.
335. Елизаветин М. А. Повышение надежности машин. М.: Машиностроение, 1973.– 430 с.
336. Радомысльский И. Д., Сердюк Г. Г., Ковалева Ю. В. Исследование величины коэффициента бокового давления при прессовании железных порошков. // Порошковая металлургия, 1966.– №9.– С. 6 – 10.
337. Хансен М., Андерко К. Структуры двойных сплавов. Том.1 / Москва: Гостехиздат, 1962.– 608 с.
338. Gille G., Szesny B., Leitner G. A new 0,4 μm WC powder as well as powder-related properties and sintering behaviour of 0,6 to 30 μm WC-Co hardmetals // Proc. 14th Int. Plansee Seminar (May 12–16, 1997). – Reutte, Tirol, 1997. – Vol. 2. —P. 139–167.
339. Porat R., Berger S., Rosen A. Syntesis and processing of nanocrysstalline WC-Co powders. // Proc. 14th Int. Plansee Seminar (May 12–16, 1997). – Reutte, Tirol, 1997. – Vol. 2. — P. 582–595.

340. Лошак М. Г. Прочность и долговечность твердых сплавов. Киев: Наукова думка, 1984.– 328 с.
341. Lining Gu a,\*, Jiwu Huanga,b, Chenhui Xie. Effects of carbon content on microstructure and properties of WC–20Co cemented carbides. // Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 2014.– vol. 42.–P. 228–232.
342. Лошак М. Г., Полотняк С. Б., Александрова Л. И. Влияние степени смежности карбидной фазы на формирование в твердых сплавах при охлаждении после спекания напряженно-деформированного состояния. // Сверхтвердые материалы, 2006.– № 1.– С. 30-37.
343. Kursawe S., Potta Ph., Sockela H. G., Heinrichb W., Wolfb M. On the influence of binder content and binder composition on the mechanical properties of hardmetals. // Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 2001.– Vol. 19, No. 4-6.– P. 335-340.
344. Новиков Н. В., Девин Л. Н., Левитас В. И. Анализ напряженного состояния пластичных прослоек между жесткими зернами. // Сверхтвердые материалы, 1980.– № 2.– С. 16-23.
345. Баженов М. Ф., Байчман С. Г., Карпачев Д. Г. Твердые сплавы. Справочник. – М.: Металлургия, 1978. – 184 с.
346. Ивенсен В. А., Гольдберг З. А., Эйдук О. Н., Фальковский В. А. К вопросу о сопротивлении твердого сплава разрушению при ударных нагрузках // Порошковая металлургия. – 1965. – №12. – С. 69–72.
347. Травушкин Г. Г., Чернявский К. С., Фальковский В. А., Ковальская Н. Ф. Экспериментальное изучение структурного аспекта зарождения трещины в образцах из твердых сплавов WC–20%Co, нагруженных одноосным сжатием // Проблемы прочности. – 1977. №7. – С. 95–97.
348. Фальковский В. А., Куралина М. В., Травушкин Г. Г., Тябликов Ю. Е. Контактная усталость при малоцикловом нагружении WC–Co твердых сплавов, предназначенных для обработки металлов давлением // Проблемы прочности. – 1985. №8. – С. 39–42.
349. Толочин А. И., Лаптев А. В., Головова М. Е., Ковальченко М. С. Ультрамелкозернистый высококобальтовый твердый сплав ВК40. 2. Связь

- механических свойств со структурой — Порошковая металлургия, 2008 .– №5/6. – С. 66–76.
350. H.R. de Macedo, A.G.P. da Silva, D.M.A. de Melo. The spreading of cobalt, nickel and iron on tungsten carbide and the first stage of hard metal sintering. // *Materials Letters*, 2003.– vol. 57/– P. 3924-3932.
351. Мильман Ю. В. Механические свойства спеченных материалов. 1. Прочностные характеристики спеченных материалов. // *Порошковая металлургия*, 1991.– №1.– С. 34-45.
352. Бокштейн С. З., Кишкин С. Т., Светлов И. Л. Испытания нитевидных кристаллов меди, никеля и кобальта на разрыв при растяжении // *Физика твердого тела*. – 1962. – Т. 4, № 7. – С. 1735–1742.
353. Панов В. С., Гольдберг М. А. Характер взаимодействия карбида вольфрама с никелидом алюминия  $Ni_3Al$ . // *Порошковая металлургия*, 2009.– №7-8.– С.100-104.
354. Чернявский К. С., Травушкин Г. Г. Современные представления о связи структуры и прочности твердых сплавов WC-Co. // *Проблемы прочности*, 1980.– С. 11-19.
355. Suzuki H., Tanase T. Effect of carbide grain size and binder content on the strength of the WC-Co cemented carbides relating to structural defects. // *Planseeberichte fur Pulvermetallyrgy*, 1976.–vol. 24.– P. 271-279.
356. Пельц Д. И., Хохлов А. М., Логунов Б.Я., Механошина Н. П. Спекание сплава BK15 в вакууме. // *Цветная металлургия*, 1983.– № 18.–С. 25-27.
357. Qvick J., Snell P.-O., Lundstrom T. The influence of porosity, carbon content and grain size on some mechanical properties of WC-10 % Co alloy. // *Scand. J. Met.*, 1985.–vol. 14, No. 2.– P. 69-70.
358. Патент 58-18422 Япония, заявлено 17.06.74, МКИ C22C 29/00, Спеченный сверхтвердый сплав на базе карбида вольфрама. / Судзуки Хисаси, Хаяси Кодзи, Мияке Кудзуо, опубл. 13.04.83.
359. *J. Toshiba Revue*, 1987. – Vol. 42, No. 6. – P. 481. (РЖ Металлургия, 1987, 1E189).
360. Xingwei Liu, Xiaoyan Song, Haibin Wang, Xuemei Liu, Xilong Wang and

- Guangsheng Guo. Preparation and mechanisms of cemented carbides with ultrahigh fracture strength. // *J. Appl. Cryst.* (2015). 48, 1254–1263.
361. Roebuck B. A model for the limiting strength of hardmetals. // *J. Hard Metal.*, 1995.– No. 6.– P. 1-15.
362. Ивенсен В. А. Связь механических свойств твердых сплавов с технологическими режимами их изготовления и некоторые вопросы прочности этих сплавов. // *Тр. III Межд. конф. по порошковой металлургии, Карловы Вары, ЧССР, 1970.–т. III, кн. 4.– С. 64-73.*
363. Ивенсен В. А., Чистякова В. А., Эйдук О. Н. О зависимости прочности твердого сплава WC-Co от содержания кобальта. // *Твердые сплавы и тугоплавкие металлы, 1971.–№ 11.– С. 25-39.*
364. Guang-Ping Zheng. Grain-size effect on plastic flow in nanocrystalline cobalt by atomistic simulation. // *Acta Materialia*, 2007.– vol. 55.–P. 149–159.
365. Механ Р., Герцог Н. Механические свойства нитевидных кристаллов. // *Монокристалльные волокна и армированные ими материалы, (Сб. статей) пер. с англ. М.: Мир, 1973.– С. 148-183.( 464 с).*
366. Бокштейн С. З., Светлов И. Л. Нитевидные кристаллы и их свойства. Москва: 1966.– 44 с. (книга есть в ЦНБ – Ва 29674)
367. Надгорный Э. М. Свойства нитевидных кристаллов. // *Успехи физических наук, 1962.– т. LXXVII, вып.2.– С. 201-227.*
368. Laptev A., Tolochyn A. Properties of WC-35%Ni Composite Prepared from Ultrafine WC–NiO–C Powders // *Proc. PM2004, Powder Metallurgy World Congress & Exhibition, Austria Centre Vienna, Austria, 17-21 October 2004. - Vol. 3.- p.427-433.*
369. Kusano T., Seki T., Yamamoto A., Okutomi T., Sato J., Homma M., Ohshima I. Control of Vacuum Arc Motion by Three-Layer Cu–Cr Contacts in Concentric Circles // *19th International Conference on Electric Contact Phenomena, 14–17 September, 1998, Nurenberg, Germany. –p. 253-257.*

## Додаток А

## СПИСОК ОПУБЛІКОВАНИХ ПРАЦЬ ЗА ТЕМОЮ ДИСЕРТАЦІЇ

*Статті у наукових фахових виданнях*

1. **Laptiev A.**, Pakiela Z., Tolochyn O., Brynk T. Microstructure and mechanical properties of WC–40Co composite obtained by impact sintering in solid state // Journal of Alloys and Compounds. – 2016. – Vol. 687. – P. 135–142. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.05.343> (*Особистий внесок здобувача: вибір температурного діапазону пресування зразків та їх ударне ущільнення, дослідження та аналіз структури і властивостей зразків, підготовка рукопису статті*).

2. **Anatolii Laptiev**, Barbara Romelczyk, Oleksandr Tolochyn, Tomasz Brynk, Zbigniew Pakiela. Influence of the impact sintering temperature on the structure and properties of samples from the different iron powders // Advanced Powder Technology. – 2017. – vol. 28.–P. 363-374. <https://doi.org/10.1016/j.appt.2016.10.007> (*Особистий внесок здобувача: вибір температурного діапазону пресування зразків та їх ударне ущільнення, дослідження та аналіз структури і властивостей зразків, підготовка рукопису статті*).

3. Tomasz Brynk, Barbara Romelczyk, **Anatolii Laptiev**, Oleksandr Tolochyn, Zbigniew Pakiela. Fatigue crack growth in Fe mini-samples consolidated by means of impact sintering // Key Engineering Materials, 2014. – Vols. 577–578. – P. 245–248. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/kem.577-578.245> (*Особистий внесок здобувача: вибір параметрів ударного ущільнення зразків, підготовка зразків для випробування, обговорення тексту статті*).

4. Brynk T., **Laptiev A.**, Tolochyn O. Pakiela Z. The method of fracture toughness measurement of brittle materials by means of high-speed camera and DIC // Computational Materials Science, 2012 – vol.64 – P. 221–224. <https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2012.05.025> (*Особистий внесок здобувача: вибір температурного діапазону пресування зразків та їх ударне ущільнення, підготовка зразків для випробування, обговорення тексту статті*).

5. **Laptev A. V.**, Ponomarev S.S., Ochkas L.F. Solid-Phase Consolidation of fine-grained WC-16%Co hardmetal. // Journal of Advanced Materials, 2001.–vol. 33, No 3.– P. 42-51. (*Особистий внесок здобувача: вибір параметрів пресування зразків та їх отримання, дослідження та аналіз структури і властивостей зразків, корегування тексту статті*).

6. **Laptev A.V.**, Ponomarev S.S., Ochkas L.F. Structural Features and Properties of Alloy 84% WC — 16% Co, Obtained by Hot Pressing in the Solid and Liquid Phases. Part 1. Effect of the Temperature at which the Specimens are Prepared on Their Density and Structure. Powder Metallurgy and Metal Ceramics 39, 607–617 (2000). <https://doi.org/10.1023/A:1011388400293> (*Особистий внесок здобувача: вибір*

*параметрів пресування зразків та їх отримання, дослідження структури зразків, підготовка рукопису статті).*

7. **Laptev A.V.**, Ponomarev S.S., Ochkas L.F. Structural Features and Properties of Alloy 84% WC — 16% Co, Obtained by Hot Pressing in the Solid and Liquid Phases. Part 2. Influence of the Temperature at which the Specimens are Made on Their Physicomechanical Properties. Powder Metallurgy and Metal Ceramics 40, 77–83 (2001). <https://doi.org/10.1023/A:1011368124481> (*Особистий внесок здобувача: вибір параметрів пресування зразків, дослідження та аналіз властивостей зразків, підготовка рукопису статті).*

8. **Laptev A.V.** Potential of the High-Energy Hot Compaction in a Vacuum for Creating Materials with an Ultrafine Structure and High Strength. Powder Metallurgy and Metal Ceramics 40, 103–111 (2001). <https://doi.org/10.1023/A:1011963019060>

9. Koval'chenko M.S., **Laptev A.V.** Dynamics of WC – Co Hard Alloy Compaction with Hot Pulsed Pressing. Powder Metallurgy and Metal Ceramics 43, 117–126 (2004). <https://doi.org/10.1023/B:PMMC.0000035698.34943.c6> (*Особистий внесок здобувача: підготовка принципової схеми конструкції експериментальної установки для динамічного ущільнення порошків у вакуумі).*

10. **Laptev A.V.** Theory and technology of sintering, thermal and chemicothermal treatment. Densification of WC–Co alloys in solid-phase sintering (review). // Powder Metall Met Ceram 46, 317–324 (2007). <https://doi.org/10.1007/s11106-007-0051-3>

11. **Laptev A.V.** Structure and properties of WC-Co alloys in solid-phase sintering. I. Geometrical evolution. Powder Metall Met Ceram 46, 415–422 (2007). <https://doi.org/10.1007/s11106-007-0065-x>

12. **Laptev A.V.** Structure and properties of WC-Co alloys in solid-phase sintering. II. Mechanical properties of samples. Powder Metall Met Ceram 46, 517–524 (2007). <https://doi.org/10.1007/s11106-007-0080-y>

13. **Лаптев А. В.**, Толочин А. И., Ковыляев В. В., Вербило Д. Г., Кондряков Е. А. Ударное спекание порошка жаропрочной нержавеющей стали X17H2. I. Плотность и структура образцов // Металлофизика и новейшие технологии. – 2012. – Т. 34. – №2. – С. 195–208. (*Особистий внесок здобувача: вибір параметрів пресування зразків та їх отримання, дослідження та аналіз структури і властивостей зразків, підготовка рукопису статті).*

14. **Лаптев А.В.**, Толочин А.И., Ковыляев В.В., Вербило Д.Г., Кондряков Е.А. Ударное спекание порошка жаропрочной нержавеющей стали X17H2. II. Механические свойства образцов и оценка коэффициентов диффузии при изотермической выдержке и ударном уплотнении // Металлофизика и новейшие технологии. – 2012. – Т.34. – №4. – С. 521–540. (*Особистий внесок здобувача: вибір параметрів пресування зразків та їх отримання, дослідження та аналіз структури і властивостей зразків, підготовка рукопису статті).*

15. **Лаптев А. В.**, Крячко Л. А., Толочин А. И., Вербило Д. Г., Головкова М.Е. Сравнение структуры и механических свойств обычного и ультрамелкозернистого

композитов Ag–30Ni, полученных методом ударного спекания // *Металлофизика и новейшие технологии*, 2012. – Т.34. – №10. – С. 1001–1018. (*Особистий внесок здобувача: вибір температурного діапазону пресування зразків та їх ударне ущільнення, дослідження та аналіз структури і властивостей зразків, підготовка рукопису статті*).

16. Толочин А. И., **Лаптев А. В.**, Окунь И. Ю., Евич Я. И. Ударное уплотнение порошка вольфрама в широком диапазоне температур. I. Плотность и структура // *Металлофизика и новейшие технологии*, 2014. – Т. 36. – №1. – С. 17–29. (*Особистий внесок здобувача: вибір параметрів ударного ущільнення зразків, аналіз впливу температури на структуру зразків, корегування тексту статті*).

17. Толочин А. И., **Лаптев А. В.**, Окунь И. Ю., Евич Я. И. Ударное уплотнение порошка вольфрама в широком диапазоне температур. II. Механические свойства // *Металлофизика и новейшие технологии*, 2014. – Т. 36. – №2. – С. 217–228. (*Особистий внесок здобувача: вибір параметрів ударного ущільнення зразків, аналіз впливу температури на властивості зразків, корегування тексту статті*).

18. Radchenko P.Y., Get'man O.I., Panichkina V.V., Skorokhod V. V., Podrezov Yu. N., Verbilo D. G., **Laptev A. V.**, and Tolochin A. I. The Structure and Properties of Powder Copper Hardened by Fine Tungsten Particles. *Powder Metall Met Ceram* 53, 404–410 (2014). <https://doi.org/10.1007/s11106-014-9631-1> (*Особистий внесок здобувача: підготовка та ударне ущільнення зразків, аналіз структури та властивостей зразків, обговорення тексту статті*).

19. **Laptev A.V.**, Tolochin A.I., Verbilo D.G. and Okun' I. Yu. Structure and Properties of Kh20N80 Alloy Powders Produced by Impact Sintering at Different Temperatures. *Powder Metall Met Ceram* 54, 416–427 (2015). <https://doi.org/10.1007/s11106-015-9731-6> (*Особистий внесок здобувача: вибір температурного діапазону пресування зразків та їх ударне ущільнення, дослідження та аналіз структури і властивостей зразків, підготовка рукопису статті*).

20. **Laptev A.V.**, Tolochin A.I., Kovalchenko M.S., Evich Ya. I. and Okun' I. Yu. Structure and Properties of Ni3Al Intermetallic Under Vacuum Impact Sintering. *Powder Metall Met Ceram* 54, 554–567 (2016). <https://doi.org/10.1007/s11106-016-9749-4> (*Особистий внесок здобувача: вибір температурного діапазону пресування зразків та їх ударне ущільнення, дослідження та аналіз структури і властивостей зразків, підготовка рукопису статті*).

21. **Laptev A.** Some Trends in Improving WC–Co Hardmetals. I. Hybrid and Coarse-Grained Hardmetals. *Powder Metall Met Ceram* 58, 42–57 (2019). <https://doi.org/10.1007/s11106-019-00046-3>

22. **Laptev A.** Some Trends in Improving WC–Co Hardmetals. II. Functionally Graded Hardmetals. *Powder Metall Met Ceram* 58, 170–183 (2019). <https://doi.org/10.1007/s11106-019-00061-4>



23. **Лаптев А.В.**, Толочин А.И., Карпец М.В., Мысливченко А.Н., Окунь И.Ю., Евич Я.И. Влияние температуры ударного спекания на плотность, структуру и свойства композита  $Ni_3Al$  – 45 об. % WC. // НАУКОВІ НОТАТКИ, Луцьк, 2019. Вип. № 66.– С. 195-207. (*Особистий внесок здобувача: вибір параметрів пресування зразків та їх отримання, дослідження та аналіз структури і властивостей зразків, підготовка рукопису статті*).

24. Хоменко Е. В., **Лаптев А. В.**, Толочин А. И., Минакова Р. В., Ковальченко М. С. Структура и свойства композитов Cu – Cr различного состава, полученных твердофазным прессованием в вакууме. // Электрические контакты и электроды: Труды Института проблем материаловедения им. И. Н. Францевича НАН Украины. Серия "Композиционные, слоистые и градиентные материалы и покрытия" – Киев, 2008 г. – С. 110–115. (*Особистий внесок здобувача: вибір параметрів пресування зразків та їх отримання, підготовка зразків для механічних випробувань, корегування тексту статті*).

25. **Лаптев А. В.**, Толочин А. И., Крячко Л. А., Вербило Д. Г., Окунь И. Ю. Свойства ультрамелкозернистого композита Cu–64WC, полученного вакуумным горячим прессованием // "Электрические контакты и электроды". Сб. трудов ИПМ НАНУ. Киев, 2010. – С. 198–206. (*Особистий внесок здобувача: вибір параметрів пресування зразків та їх отримання, дослідження та аналіз структури і властивостей зразків, підготовка рукопису статті*).

26. Толочин А. И., Хоменко Е. В., **Лаптев А. В.**, Анализ прочности и пластичности композитов Cu–35Cr и Cu–65Cr, полученных прессованием в твердой фазе // "Электрические контакты и электроды". Сб. трудов ИПМ НАНУ. Киев, 2010.– С. 189–197. (*Особистий внесок здобувача: підготовка зразків для випробування, дослідження структури і властивостей зразків, участь у написанні тексту статті*).

27. **Лаптев А. В.**, Толочин А. И., Хоменко Е. В. Влияние температуры ударного прессования в вакууме на плотность, структуру и свойства порошковой меди // Электрические контакты и электроды. Труды ИПМ НАНУ. Серия «Композиционные, слоистые и градиентные материалы и покрытия». – Киев, 2012. – С. 117–124. (*Особистий внесок здобувача: вибір параметрів пресування зразків та їх отримання, дослідження та аналіз структури і властивостей зразків, підготовка рукопису статті*).

28. Подрезов Ю. М., **Лаптев А. В.**, Толочин О. І., Євич Я. І. Контактотворення при імпульсному пресуванні в порошкових двокомпонентних системах Cu–Ni та Ag–Ni // Електронна мікроскопія і прочність матеріалів. Вип. 18. Труды ИПМ НАНУ. Серия «Физическое материаловедение, структура и свойства материалов». – Киев, 2012. – С. 139–149. (*Особистий внесок здобувача: підготовка зразків для механічних випробувань, виготовлення пристрою для випробування зразків, корегування тексту статті*).

29. Толочин А. И., **Лаптев А. В.**, Хоменко Е. В. Влияние температуры ударного прессования в вакууме на физико-механические свойства композитов Cu–Cr // Электрические контакты и электроды. Труды Института проблем материаловедения им. И. Н. Францевича НАН Украины. Серия ”Композиционные слоистые и градиентные материалы и покрытия». – Киев, 2014. – С. 65–74. (*Особистий внесок здобувача: вибір параметрів ударного ущільнення зразків, аналіз впливу структури на властивості зразків, участь у написанні тексту статті*).

30. Крячко Л. А., **Лаптев А. В.**, Толочин А. И., Бега Н. Д., Евич Я. И., Головова М. Е., Лебедь А. В. Структура и свойства композита W–50 об.% Cu, полученного с применением порошка вольфрама, активированного размолотом в шаровой мельнице // Электрические контакты и электроды. Труды Института проблем материаловедения им. И. Н. Францевича НАН Украины. Серия ”Композиционные слоистые и градиентные материалы и покрытия». – Киев, 2014. – С. 75–89. (*Особистий внесок здобувача: вибір параметрів ударного ущільнення зразків, аналіз впливу структури на властивості зразків, участь у написанні тексту статті*).

31. Ковальченко М.С., **Лаптев А.В.**, Юрчук Н.А., Свердел В.В. Анализ физико-механических свойств твердого сплава на основе карбида вольфрама, полученного спеканием и горячим прессованием в вакууме. // Сб. Карбиды и материалы на их основе, Киев, ИПМ, 1991.– С. 110-117. (*Особистий внесок здобувача: пресування зразків та їх підготовка для випробувань, обробка та аналіз результатів випробування зразків, підготовка рукопису статті*).

#### *Матеріали конференцій*

32. **Laptev A. V.** Intercarbide surface is the main obstacle to increase fracture toughness and strength of hardmetals. // Proc. PM'94, Powder Metallurgy World Congress, Paris, France, 1994.– vol.1.– P. 103-106.

33. **Laptev A. V.** Influence of porosity on transverse rupture strength and fracture toughness of two-phase alloy. // Proc.1996 Eur. Conf. on Advances in Hard Materials Production, Stockholm, Sweden, May 27-29, 1996.– P. 313-320.

34. **Laptev A. V.** Strength and fracture toughness of the WC-16 % Co fine grained cemented carbide obtained under high pressure in solid phase. // Proc.14-th International Plansee Seminar '97, May 12-16, Austria, 1997.– vol.2.–P. 665-679.

35. **Laptev A. V.**, Ponomarev S.S., Ochkas L.F. Study of Possibility of Solid Phase Producing Poreless WC-25% Co Hard Metal at High Energy Pressing. // Proc.EURO PM'99 Conf. On Advances in Hard Materials Production, Turin, Italy, November 8-10, 1999.– P. 205-212. (*Особистий внесок здобувача: вибір температурного діапазону пресування зразків та їх ударне ущільнення, дослідження та аналіз структури і властивостей зразків, корегування тексту статті*).

36. **Laptev A. V.**, Ochkas L.F. Study of Solid-Phase Consolidation of Ultrafine Grained WC-26% Ni Hardmetal During High-Energy Hot Pressing. // Proc. PM2001, European Congress and Exhibition on Powder Metallurgy, France, Nice 2001.– vol. 1.– P.

187-193. (*Особистий внесок здобувача: вибір температурного діапазону пресування зразків та їх ударне ущільнення, дослідження та аналіз структури і властивостей зразків, підготовка рукопису статті*).

37. **Laptev A. V.**, Solid – state consolidation of WC-Co hardmetals. Peculiarities and prospects. // Proc. Int. Conference “Science for Materials in the Frontier of Centuries: Advantages and Challenges”, 4-8 Nov., 2002, Kyiv, Ukraine.– vol.2.– P. 491-492.

38. Homenko E.V., Minakova R.V., **Laptev A.V.** Study of the densification process and mechanical properties of Cr-Cu composite, obtained by sintering and pressing. // Proc. PM2004, Powder Metallurgy World Congress & Exhibition, Austria Centre Vienna, Austria, 17-21 October 2004. - Vol. 5.- P. 577-583. (*Особистий внесок здобувача: вибір параметрів пресування зразків та їх отримання, підготовка зразків для механічних випробувань, корегування тексту статті*).

39. **Laptev A.V.** High-energy (impact) vacuum pressing of powders. //Proceeding of 4th Int. Conference "Welding and Powder Metallurgy-2005", Riga, Jurmala, April 28-29, 2005, Latvia. - ISBN 9984-32-179-7 (in Russian) - P. 175-184.

40. Толочин, А. И., **Лаптев А. В.** Преимущества ультрамелкозернистых твердых сплавов WC-Co с высоким содержанием связки. // Матер. 27-й межд. конф. и выставки "Композиционные материалы в промышленности". – Ялта – Киев, 2007.– С. 184-187. (*Особистий внесок здобувача: аналіз впливу структури зразків на їх механічні властивості, участь у підготовці тексту статті*).

41. **Laptev A. V.**, Khomenko E. V., Tolochin A. I., Yevich Ya. I. Influence of Pressing Temperature on the Structure and Properties of the Cu – 50Cr Composite // Proc. EURO PM2008, International Powder Metallurgy Congress and Exhibition, – Mannheim, Germany. – 29th September – 1st October 2008.– vol.1.– P. 51-56. (*Особистий внесок здобувача: вибір температурного діапазону пресування зразків та їх ударне ущільнення, дослідження та аналіз структури і властивостей зразків, підготовка рукопису статті*).

42. Tolochin A. I., **Laptev A. V.** Relationship between hardness and structure of ultra-fine grained WC–Co alloys rich in binder // 17-th Plansee Seminar 2009 – Int. Conf. on High Performance P/M Materials, Reutte, Austria, May 25–29. – 2009. – Vol.2. – HM52A. (*Особистий внесок здобувача: вибір параметрів пресування зразків, підготовка зразків для механічних випробувань, корегування тексту статті*).

43. **Лаптев А. В.**, Толочин А. И., Хоменко Е. В. Анализ прочности и пластичности композитов Cu–35Cr и Cu–65Cr, полученных прессованием в твердой фазе // Международная Конференция “Электрические контакты и электроды”, 21–27 сентября, Кацивели, Крым, Украина, 2009. – С.37. (*Особистий внесок здобувача: вибір температурного діапазону пресування зразків та їх ударне ущільнення, дослідження та аналіз структури і властивостей зразків, підготовка тез*).

44. **Лаптев А.В.**, Толочин А.И., Ковальченко М.С. Ударное спекание в вакууме одно- и многофазных порошковых материалов // Материалы конференции ПМ2012

«Порошковая металлургия: ее сегодня и завтра», Киев, Украина, 27-30 ноября, 2012. – С. 152. (*Особистий внесок здобувача: аналіз особливостей ударного ущільнення і спікання порошків у вакуумі, підготовка тез*).

45. Brynk T., Romelczyk B., **Laptiev A.**, Tolochyn O., Pakiela Z. Fatigue crack growth in Fe mini-samples consolidated by means of impact sintering // 12th International Conference on Fracture and Damage Mechanics (FDM2013), Sardinia, Italy, September 17–19, 2013. (*Особистий внесок здобувача: вибір параметрів ударного ущільнення зразків, підготовка зразків для випробування, участь у підготовці тез*).

46. **Лаптев А. В.**, Толочин А. И., Крячко Л. А., Евич Я. И., Головкова М. Е. Структура и свойства композита W–50 об.% Cu, полученного из мелкозернистой смеси W–Cu<sub>2</sub>O // Международная конференция «Электрические контакты и электроды», Украина, АР Крым, Кацивели, 23–27 сентября, 2013 г. – С.26. (*Особистий внесок здобувача: вибір параметрів ударного ущільнення зразків, аналіз впливу структури на властивості зразків, підготовка тез*).

47. Толочин А. И., **Лаптев А. В.**, Хоменко Е. В. Влияние температуры ударного прессования в вакууме на структуру и физико-механические свойства композитов Cu–Cr // Международная конференция «Электрические контакты и электроды», Украина, АР Крым, Кацивели, 23–27 сентября, 2013 г. – С.27. (*Особистий внесок здобувача: вибір параметрів ударного ущільнення зразків, аналіз впливу структури на властивості зразків, підготовка тез*).

48. **Anatolii Laptiev**, Oleksandr Tolochyn, Olena Khomenko, Lidia Kryachko. Solid-state impact sintering in vacuum of composites based on copper and silver // 27th International Conference on Electrical Contacts, June 22 – 26, 2014, Dresden, Germany. – P. 457–462. (*Особистий внесок здобувача: вибір параметрів ударного ущільнення зразків, аналіз впливу структури на властивості зразків, підготовка статті*).

49. Barbara Romelczyk, **Anatolii Laptiev**, Oleksandr Tolochyn, Tomasz Brynk, Zbigniew Pakiela. Influence of the impact sintering temperature on the properties of the samples from coarse and fine Fe powders // European Materials Research Society (E-MRS) Fall Meeting and Exhibit, September 15–19, Warsaw, Poland, 2014. (*Особистий внесок здобувача: вибір температурного діапазону пресування зразків та їх ударне ущільнення, дослідження та аналіз структури і властивостей зразків, підготовка доповіді*).

#### **Список публікацій здобувача, які додатково відображають наукові результати дисертації**

50. Патент UA 80215 C2 B22F 3/16, C22C 1/05. Інститут проблем матеріалознавства НАН України, **Лаптев А. В.**, Толочин О. І., Ковальченко М. С. Спосіб одержання твердих сплавів з ультрадисперсною структурою, які містять зв'язуюче. Заявл. 04.04.2006, опубл. 27.08.2007, Бюл. № 13.

**Апробація роботи.** Результати роботи доповідалися на таких наукових конференціях: Powder Metallurgy World Congress, PM'94, Paris, France, 1994 (стендова доповідь); European Conference on Advances in Hard Materials Production, Stockholm, Sweden, 1996 (стендова доповідь); 14<sup>th</sup> International Plansee Seminar '97, Tirol, Austria, 1997 (стендова доповідь); Powder Metallurgy World Congress and Exhibition, Granada, Spain, 1998 (стендова доповідь); Conference on Advances in Hard Materials Production, EURO PM'99, Turin, Italy, 1999 (стендова доповідь); Міжнародна конференція «Материалы и покрытия в экстремальных условиях», Кацивелі, Автономна Республіка Крим, Україна, 2000 (усна доповідь); European Congress and Exhibition on Powder Metallurgy, PM2001, Nice, France, 2001 (стендова доповідь); International Conference “Science for Materials in the Frontier of Centuries: Advantages and Challenges” Kyiv, Ukraine, 2002 (усна доповідь); Powder Metallurgy World Congress & Exhibition, PM2004, Vienna, Austria, 2004 (стендова доповідь); 4<sup>th</sup> International Conference "Welding and Powder Metallurgy-2005", Riga, Jurmala, Latvia, 2005 (стендова доповідь); 27-а міжнародна конференція "Композиционные материалы в промышленности" Ялта – Київ: УНЦ «Наука. Техника. Технология», 2007 (стендова доповідь); International Powder Metallurgy Congress and Exhibition, EURO PM2008, Mannheim, Germany, 2008 (стендова доповідь); 17th Plansee Seminar 2009 – International Conference on High Performance P/M Materials, Reutte, Austria, 2009 (стендова доповідь); Міжнародна конференція “Электрические контакты и электроды”, Кацивели, АР Крим, Україна, 2009 (усна доповідь); Матеріали конференції ПМ2012 «Порошковая металлургия: ее сегодня и завтра», Київ, Україна, 2012 (усна доповідь); 12th International Conference on Fracture and Damage Mechanics - FDM2013, Sardinia, Italy, 2013 (стендова доповідь); Міжнародна конференція «Электрические контакты и электроды», Кацивелі, АР Крим, Україна, 2013 (усна доповідь); 27th International Conference on Electrical Contact, Dresden, Germany, 2014 (стендова доповідь); European Materials Research Society (E-MRS) Fall Meeting and Exhibit, Warsaw, Poland, 2014 (усна доповідь).