

УДК 620.178.1:620.191.32

ОСОБЕННОСТИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТВЕРДОСТИ И ТРЕЩИНОСТОЙКОСТИ ТВЕРДЫХ СПЛАВОВ ПРИ РАЗНЫХ НАГРУЗКАХ ВДАВЛИВАНИЯ ПИРАМИДЫ¹

© М. И. Дворник², Т. Б. Ершова², Е. А. Михайленко², В. О. Крутикова³*Статья поступила 2 апреля 2016 г.*

Рассмотрен размерный эффект, возникающий при уменьшении нагрузки с 50 до 0,05 кгс в процессе измерения твердости по Виккерсу среднезернистого (WC-8Co), субмикронного (WC-8Co-1Cr₃C₂) и ультрамелкозернистого (WC-8Co-0,4VC-0,4Cr₃C₂) твердых сплавов, а также стандартных твердых сплавов BK60M и T15K6. Прирост твердости в результате размерного эффекта достигает 14–16 %. Показано, что возле отпечатков твердомера возникают возвышения, которые искажают результаты измерений. Установлено наличие обратной зависимости твердости от размера отпечатка индентора. Наибольший размерный эффект наблюдается у более твердого ультрамелкозернистого сплава. Проведено сравнение результатов измерения трещиностойкости методом Палмквиста с помощью оптического и растрового микроскопов. Отмечено, что формирование трещин по схеме Палмквиста происходит под воздействием нагрузок, превышающих определенную величину, которая зависит от трещиностойкости сплава. Отжиг не оказывает значительного влияния на результаты измерения твердости и трещиностойкости. Полученные результаты подтверждают снижение трещиностойкости при повышении твердости за счет уменьшения среднего размера зерна WC при переходе от среднезернистых твердых сплавов к субмикронным и ультрамелкозернистым сплавам.

Ключевые слова: твердость Виккерса; трещиностойкость Палмквиста; индентирование; размерный эффект; ультрамелкозернистый твердый сплав.

Вольфрамкобальтовые твердые сплавы широко используют для изготовления инструментов, предназначенных для обработки материалов резанием, что обусловлено их свойствами — сочетанием твердости и трещиностойкости. Более половины добываемого вольфрама расходуется на производство твердых сплавов [1], годовой объем рынка которых составляет 22 млрд \$ [2]. Со времени получения твердых сплавов производители пытались увеличить их твердость для повышения износостойкости за счет уменьшения размеров зерен и введения дополнительных фаз [3]. В последнее время появилось много работ, посвященных созданию и исследованию свойств перспективных субмикронных (СМ) и ультрамелкозернистых (УМЗ) твердых сплавов [4–12], которые значительно превосходят среднезернистые (СЗ) аналоги по твердости. Исследование влияния структуры на твердость и трещиностойкость УМЗ и СМ твердых сплавов в настоящее время является актуальной задачей, над решением которой работают многие исследователи [13–25]. В настоящее время некоторые ученые указы-

вают на наличие одновременного роста трещиностойкости и твердости при уменьшении зерен при приближении к нанодиапазону [17, 18, 21, 22], другие же считают эту тенденцию лишь разбросом результатов измерений [26].

Благодаря простоте измерения и широкому диапазону твердость по Виккерсу является основной характеристикой твердых сплавов, керамических, инструментальных алмазов и алмазоподобных материалов. Исследователи применяют различные нагрузки для измерения твердости из-за наличия различных твердомеров и ограничений, которые накладывают образцы. Для измерения твердости отдельных фаз, покрытий и слоев используют микротвердомер (нагрузка не превышает 0,2 кгс). Наличие размерного эффекта при использовании различных нагрузок затрудняет сравнение полученных результатов. Известно множество исследований размерного эффекта твердости сталей и карбидов [27–30].

Трещиностойкость твердых сплавов в большинстве случаев оценивают по результатам индентирования методом Палмквиста (ИСО 28079–2009). Полученное значение является самостоятельной характеристикой материала, близкой к результатам, полученным при статическом нагружении образцов (ГОСТ 25.506–85) [31–33]. Кроме трудоемкости, ограничивающей количество измерений [34], методика статического нагружения приводит к значительному раз-

¹ Работа выполнена при поддержке гранта № 9.251.2014/К, код проекта 251.

² Институт материаловедения Хабаровского научного центра ДВО РАН, г. Хабаровск, Россия; e-mail: sekretar@im.febras.net, infarest@infarest.khv.ru

³ Институт тектоники и геофизики ДВО РАН, г. Хабаровск, Россия; e-mail: nick@itig.as.khb.ru

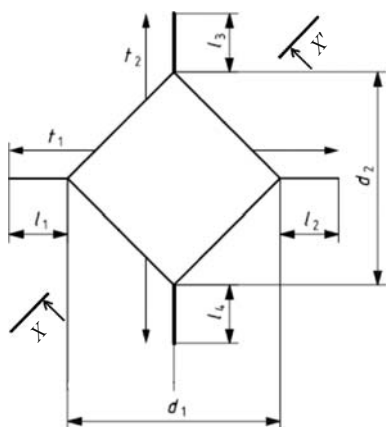


Рис. 1. Схема измерения твердости и трещиностойкости согласно ИСО 28079–2009

бросу значений трещиностойкости, полученных при использовании различных способов подготовки образцов [33].

Несмотря на широкое применение метода Палмквиста для измерения трещиностойкости твердых сплавов остается ряд нерешенных вопросов. Не определены возможности современного оптического микроскопа для измерения реальных длин трещин, которые могут не полностью выявляться из-за недостатка увеличения [35]. Поверхностные напряжения, для устранения которых рекомендуется проводить отжиг, также могут влиять на результаты измерения. Величина нагрузки оказывает значительное влияние — при малых ее значениях формирование трещин невозможно. Интерпретация и анализ полученных значений твердости и трещиностойкости осложнены отсутствием влияния условий измерения на полученный результат. Это относится к основным видам твердых сплавов, отличающихся различной дисперсностью (СЗ, СМ и УМЗ твердые сплавы), составом (одно- и двухкарбидные) и условиями измерения (наличие или отсутствие отжига, применение оптического либо растрового микроскопа). Цель данной работы — исследование влияния условий измерения на значения твердости и трещиностойкости СЗ, СМ и УМЗ твердых сплавов.

Методика исследования. Были получены три твердых сплава с одинаковым содержанием кобальта (8 % масс.): СЗ — WC-8Co; СМ — WC-8Co-1Cr₃C₂; УМЗ — WC-8Co-0,4VC-0,4Cr₃C₂. Для создания СЗ и СМ твердых сплавов использовали порошки WC (ТУ

6-09-03-360–78). Для получения субмикронного твердого сплава данный порошок измельчали в течение 160 мин. Для создания ультрамелкозернистого сплава использовали нанодисперсный порошок фирмы Hongwu (Китай) со средним диаметром частиц 80–100 нм. Порошки с кобальтом и ингибиторами роста зерен (VC и Cr₃C₂) измельчали и смешивали в мельнице Retsch PM-400 при 250 об/мин в твердосплавных стаканах при добавлении этилового спирта. Соотношение масс шаров и порошка в мельнице составило 10:1; время смешивания — 40 мин. Спекание каждой партии из пяти образцов проводили в трубчатой печи Carbolite STF в вакууме. Максимальная температура спекания среднезернистого и субмикронного сплавов — 1450 °С, ультрамелкозернистого — 1430 °С. Время выдержки при максимальной температуре — один час. В процессе спекания недостаток углерода в субмикронном и ультрамелкозернистом сплавах восполняли по методике работы [5]. Размер полученных образцов (20 × 6,5 × 5,25 мм) и шероховатость поверхности (Ra 0,16) соответствовали ИСО 3327–82. Стандартный особомелкозернистый (ОМ) сплав ВК6ОМ и двухкарбидный СЗ сплав Т15К6 соответствовали ГОСТ 3882–74. Поверхности образцов шлифовали и полировали алмазной пастой с диаметром частиц 1 мкм.

Микроструктуру образцов исследовали на растровом микроскопе EVO 40. Средние диаметры зерен WC в сплавах определяли методом секущих [36] (см. таблицу). Твердость (HV) измеряли с помощью твердомера HVS-50 при нагрузках P, равных 1, 5, 10, 20, 30 и 50 кгс с относительной погрешностью 2 %, микротвердость — при нагрузках 0,1 и 0,2 кгс на микротвердомере ПМТ-3М. Профиль отпечатков анализировали с помощью профилометра TR-200. Твердость во всех случаях рассчитывали по результатам измерения диагоналей отпечатка d:

$$HV = \frac{1,854P}{\left(\frac{d_1 + d_2}{2}\right)^2}. \quad (1)$$

Диагонали отпечатка и длины трещин возле отпечатка измеряли по стандартной схеме (рис. 1) как на растровом микроскопе ZEISS EVO 40, так и на оптическом микроскопе «Альтами МЕТ 3 АПО». Трещиностойкость (K_{1c}) рассчитывали по суммарной дли-

Состав и структура исследуемых образцов твердого сплава

Сплав	Содержание компонентов, % масс.						Средний диаметр зерен WC, мкм
	WC	TaC	TiC	Cr ₃ C ₂	VC	Co	
WC-8Co	92					8	1,65
WC-8Co-1Cr ₃ C ₂	91			1	—	8	0,75
WC-8Co-0,4VC-0,4Cr ₃ C ₂	91,2			0,4	0,4	8	0,37
ВК6ОМ	92	2				6	0,91
Т15К6	79		15			6	1,12

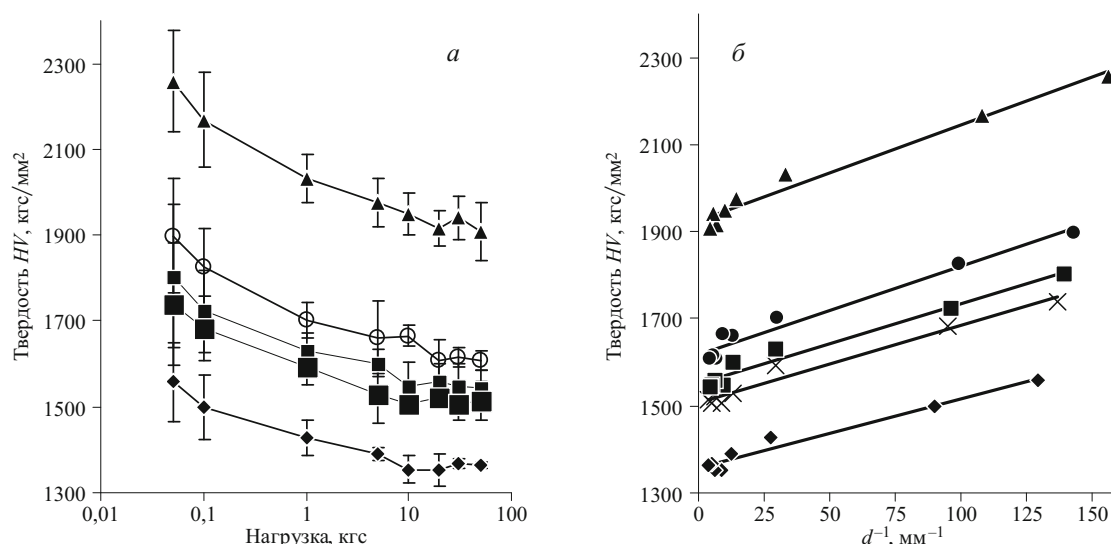


Рис. 2. Зависимости твердости СЗ сплава TC WC-8Co (◆), СМ сплава WC-8Co-1-Cr₃C₂ (■) и УМЗ сплава WC-8Co-0,4VC-0,4Cr₃C₂ (▲), ОМ сплава ВК6ОМ (×), СЗ двухкарбидного сплава Т15К6 (○) от нагрузки (а) и величины d^{-1} (б)

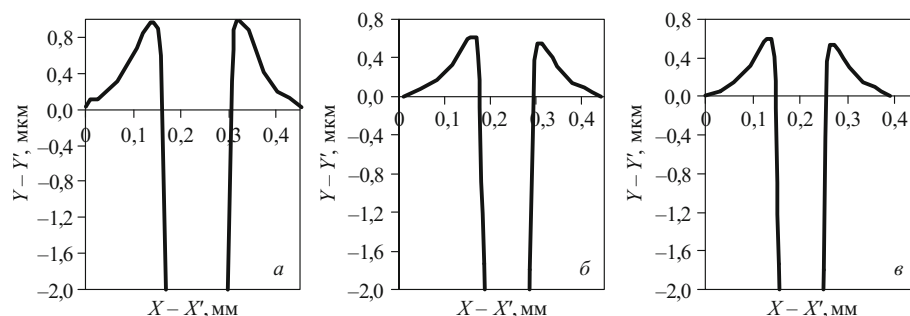


Рис. 3. Профили отпечатков сплавов WC-8Co (а), WC-8Co-1-Cr₃C₂ (б), WC-8Co-0,4VC-0,4Cr₃C₂ (в) в сечении $X-X'$ (см. рис. 1)

не трещин (l_i или t_i) на основе схемы Палмквиста (см. рис. 1) и по результатам измерения твердости после перевода кгс/мм² (HV) в МПа (HV) с помощью уравнения Шетти [37]:

$$K_{1c} = 0,889 \sqrt{HV \frac{P}{l_1 + l_2 + l_3 + l_4}}. \quad (2)$$

Погрешности определения твердости и трещиностойкости рассчитывали для каждого образца по результатам пяти измерений для доверительной вероятности 90 %.

Зависимости твердости от нагрузки для всех сплавов. Результаты измерения твердости твердых сплавов (рис. 2) подтверждают наличие размерного эффекта, заключающегося в увеличении значений HV сплавов на 14 – 16 % при уменьшении нагрузки с 50 до 0,05 кгс. Это можно объяснить следующим образом — по мере снижения нагрузки уменьшается область нагружения материала, что приводит к сокращению количества дислокаций в нагруженном объеме и повышению твердости вплоть до значений, близких к теоретической прочности [30]. Значения твердости, близкие к теоретической прочности материалов, наблюдаются как для кобальта (8 – 27 ГПа), так и карби-

да вольфрама (20 – 60 ГПа) при наноиндентировании УМЗ и СЗ твердых сплавов [38, 39].

Измерения профилей отпечатков, полученных при нагрузке 30 кгс, параллельно краям индентора (см. сечение $X-X'$ на рис. 1) показали, что на границе возникает возвышение, которое составляет 0,6 – 1,0 мкм (рис. 3). Из-за данного возвышения возникает дополнительное сопротивление деформации, уменьшается размер отпечатка и результаты измерения твердости оказываются завышенными. Именно увеличением отношения высоты наплыва к размерам отпечатков d при их уменьшении можно объяснить размерный эффект [28]. Таким образом, размерный эффект становится больше при уменьшении размера отпечатка [27, 28]:

$$HV(P) = 1,854 \left(\frac{a_1}{d} + a_2 \right), \quad (3)$$

где a_1 — коэффициент, описывающий скорость роста твердости при уменьшении размера отпечатка; a_2 — коэффициент, соответствующий постоянному значению твердости при бесконечной нагрузке.

Нетрудно заметить, что в используемой закономерности при увеличении нагрузки значение твер-

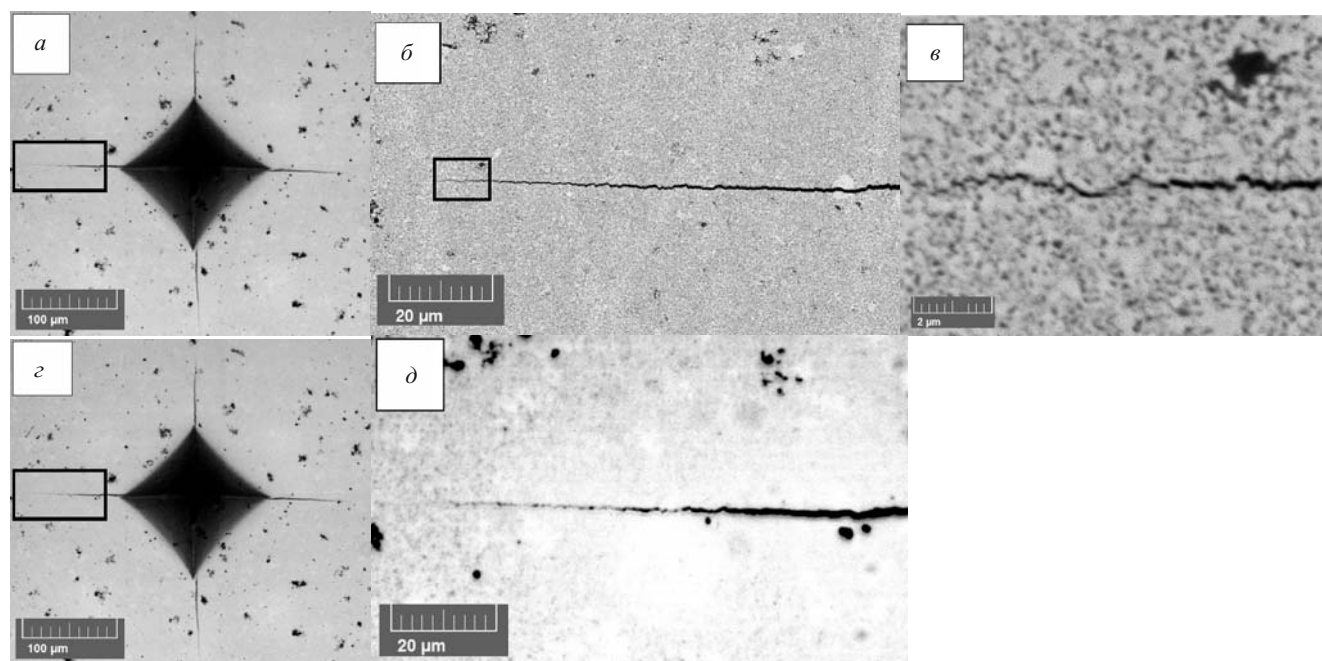


Рис. 4. Фотографии результатов индентирования (нагрузка 30 кгс) УМЗ сплава WC-8Co-0,4VC-0,4Cr₃C₂, полученные с помощью растрового (а – в) и оптического (з, д) микроскопов при увеличениях 500 (а, з), 2000 (б, д) и 25 000 (в, е)

дости стремится к постоянной величине [$HV(P = \infty) = 1,854a_2$], которая является истинным значением твердости, на которое не оказывают влияние образующиеся возвышения. Представленная закономерность (3) хорошо описывает полученные результаты измерения твердости ($R_2 = 0,95 - 0,97$). При нагрузках более 10 кгс размерный эффект становится незначительным по сравнению с погрешностью измерения. Это можно объяснить тем, что прирост длин диагоналей отпечатков и соответствующий прирост твердости, вызванный возвышениями, будут незначительными. Наименьший размерный эффект наблюдается у среднезернистого сплава WC-8Co ($a_1 = 0,85$ кгс/мм), обладающего наименьшей твердостью (1366HV). У СМ твердых сплавов ВК60М и WC-8Co-1Cr₃C₂, обладающих повышенными значениями твердости (1506HV и 1548HV), размерный эффект оказался выше (a_1 равно 0,95 и 0,99 кгс/мм соответственно). Наибольший размерный эффект обнаруживается у двухкарбидного сплава Т15К6 ($a_1 = 1,09$ кгс/мм) и ультрамелкозернистого сплава WC-8Co-0,4VC-0,4Cr₃C₂ ($a_1 = 1,18$ кгс/мм), которые обладают наиболее высокими значениями твердости (1615HV и 1941HV соответственно). Таким образом, чем выше твердость сплава, тем больше проявляется размерный эффект при уменьшении нагрузки.

Измерения трещиностойкости на оптическом микроскопе. При измерении трещиностойкости наибольшую проблему представляет относительно высокая погрешность. Разброс получаемых методом Палмквиста данных объясняется разбросом значений твердостей и длин трещин, а также точностью их измерения (согласно стандарту ИСО 28079–2009 общая

длина таких трещин должна быть не менее 40 мкм). Для определения систематической погрешности, вызванной недооценкой длин трещин на оптическом микроскопе, мы сравнили значения трещиностойкости, полученные по результатам измерения длин трещин на растровом микроскопе, разрешающая способность которого многократно превышает толщину кончика трещины и на оптическом микроскопе при увеличении 1000. На рис. 4 показаны фотографии трещин, полученные с помощью растрового (а, б, в) и оптического (з, д) микроскопов при различных увеличениях. Многократные измерения показали, что длины одних и тех же трещин, измеренные на современном оптическом микроскопе, лишь на 1–2 мкм меньше, чем полученные на растровом микроскопе при увеличении 1000. Значение систематической погрешности для субмикронного сплава WC-8Co-0,4VC-0,4Cr₃C₂, определенное как разница между средними значениями трещиностойкости, найденными по результатам измерения трещин на оптическом ($8,54 \pm 0,64$ МПа · м^{1/2}) и на растровом ($8,35 \pm 0,57$ МПа · м^{1/2}) микроскопах, составило 0,19 МПа · м^{1/2}. Из-за меньшей длины трещин систематическая погрешность для наиболее вязкого сплава WC-8Co ($23,98 \pm 6,75$ МПа · м^{1/2}) возросла до 0,72 МПа · м^{1/2}. Тем не менее данная систематическая погрешность оказалась в несколько раз ниже, чем случайная погрешность измерения для исследованных сплавов, поэтому мы не проводили корректировку результатов измерений на оптическом микроскопе, как предложено в работе [35]. Для остальных измерений использовали оптический микроскоп при максимальном увеличении

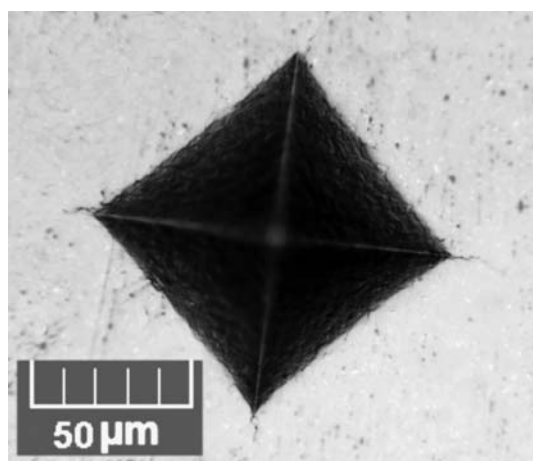


Рис. 5. Результат индентирования сплава WC-8Co при нагрузке 10 кгс, $\times 500$

2000, что немного выше требований стандарта ИСО 28079–2009 ($\times 500$).

При малых нагрузках не происходит формирования трещин по схеме Палмквиста либо их величина оказывается значительно ниже ожидаемых значений (рис. 5). Причина — невыполнение условий формирования трещины при малых нагрузках, например, нехватка локальных значений деформации, недостаток напряжения и др. Поскольку основные характеристики твердого сплава, отражающие способность сопротивляться деформации и формированию трещин, однозначно взаимосвязаны, то можно допустить, что минимальная нагрузка, необходимая для формирования трещины, зависит от одной из характеристик сплава (трещиностойкости). Из рис. 6 видно, что минимальная нагрузка повышается при увеличении трещиностойкости. Данная тенденция лишь показывает, что нагрузка, которая обеспечивает формирование трещины, возрастает при увеличении трещиностойкости исследуемых образцов. При значениях нагруз-

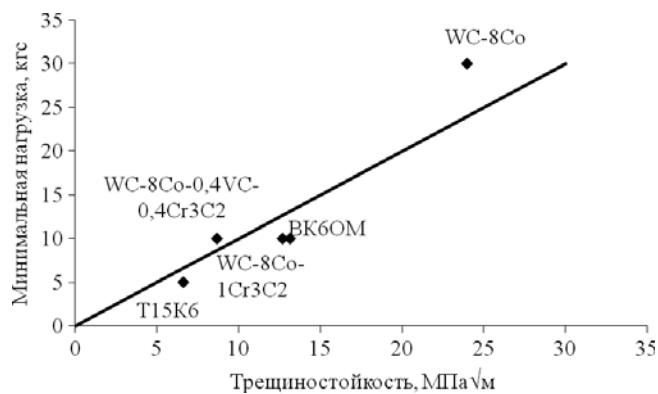


Рис. 6. Зависимость минимальной нагрузки, при которой происходит формирование трещин Палмквиста, от трещиностойкости сплавов

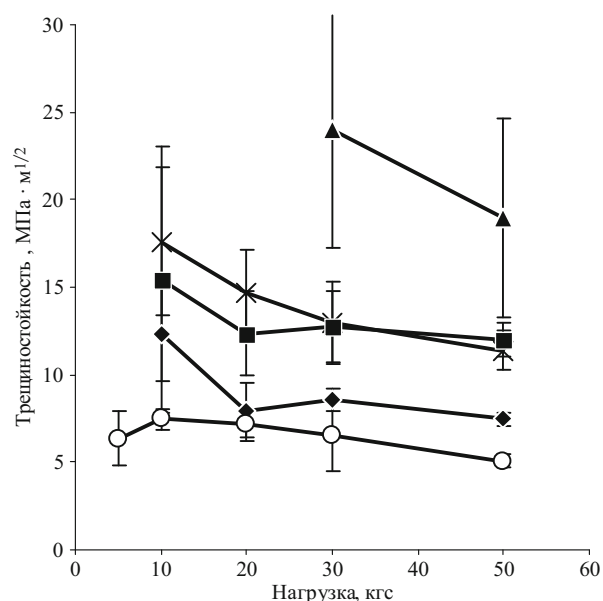


Рис. 7. Зависимость трещиностойкости СЗ сплава WC-8Co (◆), СМ сплава WC-8Co-1-Cr₃C₂ (■) и УМЗ сплава WC-8Co-0,4VC-0,4Cr₃C₂ (▲), ОМ сплава BK6OM (×), СЗ двухкарбидного сплава TC T15K6 (○) от нагрузки

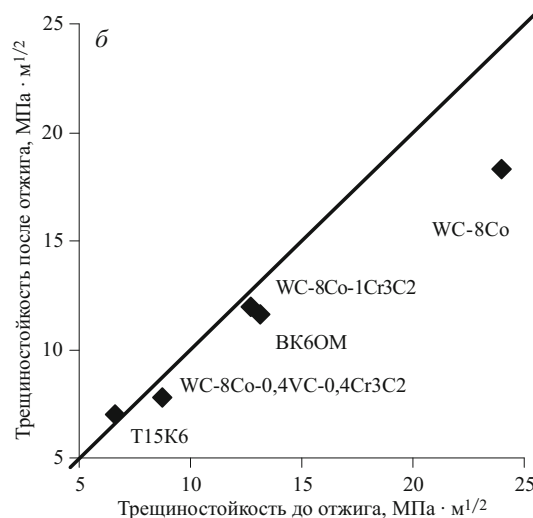
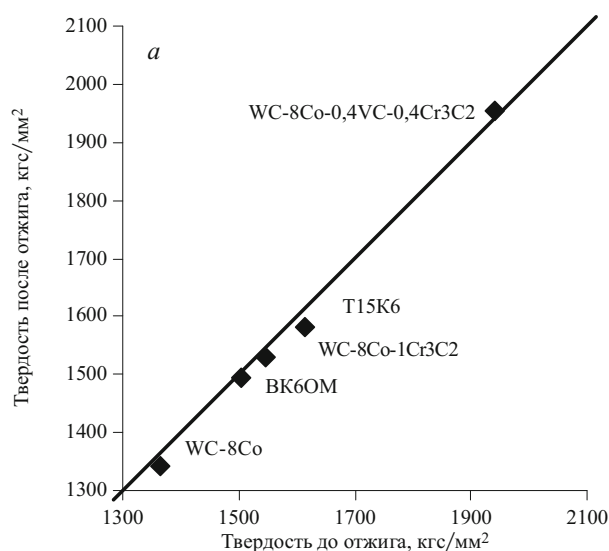


Рис. 8. Зависимость твердости (а) и трещиностойкости (б) после отжига от значений твердости и трещиностойкости до отжига

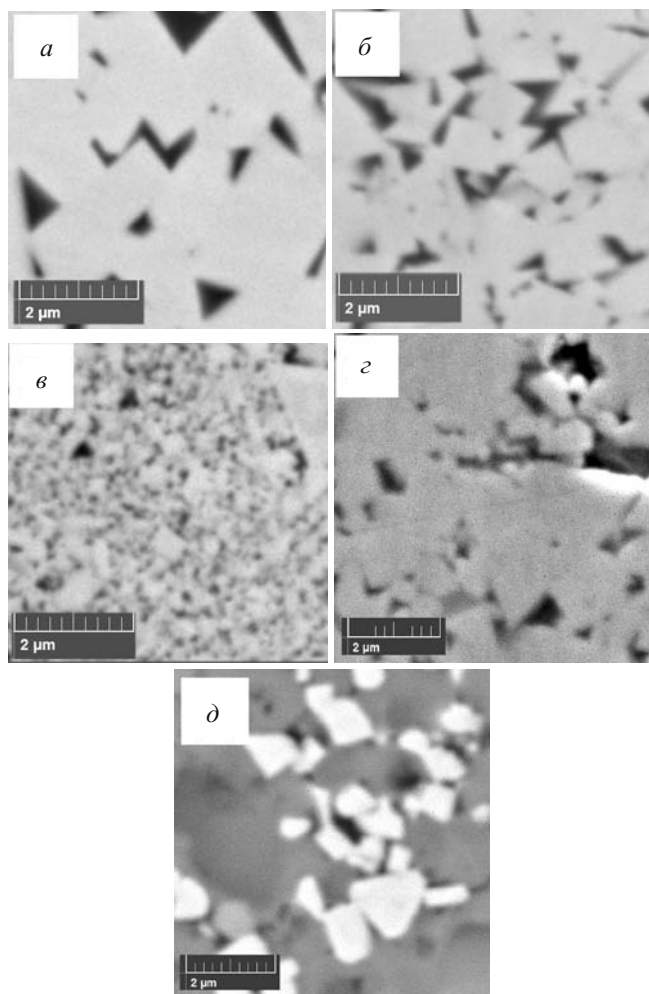


Рис. 9. Микроструктуры СЗ сплава WC-8Co (а), СМ сплава WC-8Co-1-Cr₃C₂ (б) и УМЗ сплава WC-8Co-0,4VC-0,4Cr₃C₂ (в), ОМ сплава BK6OM (з), СЗ двухкарбидного сплава T15K6 (д)

ки, близких к минимальной, у большинства сплавов трещиностойкость оказалась завышенной по сравнению с остальными измерениями. Погрешность измерения при этом оказалась высокой (22 – 50 %), снижение погрешности до 5 – 20 % наблюдалось при повышении нагрузки (рис. 7).

Отжиг исследуемых образцов практически не повлиял на их твердость и трещиностойкость (рис. 8). Лишь у наиболее вязкого среднезернистого сплава WC-8Co происходит снижение трещиностойкости до ожидаемых значений.

На рис. 9 видно, что при переходе от среднезернистых твердых сплавов (WC-8Co и T15K6) к субмикронному ТС (WC-8Co-1Cr₃C₂) и ультрамелкозернистому ТС (WC-8Co-0,4VC-0,4Cr₃C₂) размер зерен значительно уменьшается. Именно это уменьшение зерен является основной причиной роста твердости вольфрамокобальтовых ТС. Это происходит благодаря увеличению твердости компонентов за счет блокирования деформации согласно закономерностям Холла – Петча. Уменьшение средней длины прослоек кобальта, в которых локализуется деформация, при сокраще-

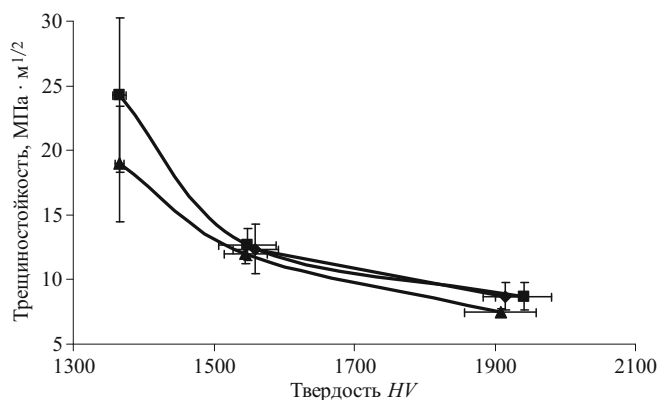


Рис. 10. Зависимости трещиностойкости от твердости, полученные в результате индентирований при нагрузках 20 (◆), 30 (■), 50 кгс (▲)

нии среднего диаметра зерен приводит к снижению трещиностойкости. Высокая твердость и относительно низкая трещиностойкость двухкарбидного сплава T15K6 обусловлена высоким содержанием карбида титана, твердость которого выше твердости карбида вольфрама, а трещиностойкость, соответственно, значительно ниже.

Полученная зависимость трещиностойкости от твердости соответствует теориям Герленда, Лии, Годса и др. [40 – 42], а также более поздним моделям [13 – 16]. При этом гипотеза об одновременном росте твердости и трещиностойкости [17, 18, 21, 22] не подтверждается полученными результатами в диапазоне нагрузок от 20 до 50 кгс (рис. 10).

На основании проведенных исследований можно сделать следующие выводы.

1. При уменьшении нагрузки индентирования с 50 до 0,05 кгс измеренные значения твердости по Виккерсу твердых сплавов увеличились на 14 – 16 %. Рост твердости происходит обратно пропорционально размеру отпечатка индентора, возле которого наблюдается возвышение высотой 0,6 – 1 мкм, искажающее результаты измерения. Наибольший прирост значений твердости происходит в ТС, обладающих более высокой твердостью. При нагрузках, больших 10 кгс, размерный эффект не превышает погрешности измерения.

2. Длина одних и тех же трещин по результатам измерения на оптическом микроскопе при увеличении 2000 на 1 – 2 мкм ниже значений, полученных по результатам измерений на растровом микроскопе при увеличении 25 000, что приводит к завышению трещиностойкости на 1 – 2 %.

3. Формирование трещин Палмквиста для всех сплавов происходит лишь при нагрузках, превышающих критическую величину, зависящую от трещиностойкости сплава. Из-за малой длины трещин случайная погрешность измерения трещиностойкости твердых сплавов при этой нагрузке находится в диапа-

зоне от 22 до 50 %. При дальнейшем увеличении нагрузки погрешность снижается до 5 – 20 %.

4. Изменение твердости и трещиностойкости большинства образцов после отжига не превышает погрешности измерения. Лишь у наиболее вязкого сплава (WC-8Co) наблюдалось снижение трещиностойкости на 24 %.

5. Во всем диапазоне твердости среднезернистых, субмикронных и ультрамелкозернистых твердых сплавов ее рост приводит к снижению трещиностойкости.

ЛИТЕРАТУРА

- Liu Xuemei, Song Xiaoyan, Zhang Jiuxing, Zhao Shixian. Temperature distribution and neck formation of WC-Co combined particles during spark plasma sintering / *Mater. Sci. Engin. A*. 2008. Vol. 488. P. 1 – 7.
- Fukatsu Tamotsu, Kobori Keiichi, Ueki Mitsuo. Micro-grained cemented carbide with high strength / *Int. J. Refract. Met. Hard Mater*. 1991. Vol. 10. Issue 2. P. 57 – 60.
- Spriggs G. E. A History of Fine Grained Hardmetal / *Int. J. Refract. Met. Hard Mater*. 1995. Vol. 13. P. 241 – 255.
- Gille G., Szesny B., Dreyer K., Van den Berg H., Schmidt J., Gerlich T., Leitner G. Submicron and ultrafine grained hardmetals for microdrills and metal cutting inserts / *Int. J. Refract. Met. Hard Mater*. 2002. Vol. 20. P. 3 – 22.
- Дворник М. И., Зайцев А. В., Ершова Т. Б. Повышение прочности и твердости субмикронного твердого сплава WC-8 %Co-1 %Cr₃C₂ за счет докарбидизации в процессе спекания / *Вопросы материаловедения*. 2011. Т. 68. № 4. С. 81 – 88.
- Suna H. Q., Irwana R., Huang H., Stachowiak G. W. Surface characteristics and removal mechanism of cemented tungsten carbides in nanoscratching / *Wear*. 2010. Vol. 268. P. 1400 – 1408.
- Saito Hiroyuki, Iwabuchi Akira, Shimizu Tomoharu. Effects of Co content and WC grain size on wear of WC cemented carbide / *Wear*. 2006. Vol. 261. P. 126 – 132.
- Jia K., Fischer T. E. Sliding wear of conventional and nanostructured cemented carbides / *Wear*. 1997. Vol. 203 – 204. P. 310 – 318.
- Bonny K., Baets P. D., Vleugels J., Huang S., Wan der Biest O., Lauwers B. Impact of Cr₃C₂ VC additions on dry sliding friction and wear response of WC-Co cemented carbides / *Wear*. 2009. Vol. 267. Issue 9 – 10. P. 1642 – 1652.
- Krakhmalev P. V., Adeva Rodil T., Bergstrom J. Influence of microstructure on the abrasive edge wear of WC-Co hardmetals / *Wear*. 2007. Vol. 263. P. 240 – 245.
- Allen C., Sheen M., Williams J., Pugsley V. A. The wear of ultrafine WC-Co hard metals / *Wear*. 2001. Vol. 250. P. 604 – 610.
- Abele E., Frohlich B. High speed milling of titanium alloys / *Adv. Prod. Engin. Management*. 2008. N 3. P. 131 – 140.
- Engqvist H., Jacobson S., Axen N. A model for the hardness of cemented carbides / *Wear*. 2002. Vol. 252. P. 384 – 393.
- Xu Zhi-Hui, Agren John. A modified hardness model for WC-Co cemented carbides / *Mater. Sci. Engin. A*. 2004. Vol. 386. P. 262 – 268.
- Cha Seung I., Lee Kyong H., J. Ryu Ho, Hong Soon H. Analytical modeling to calculate the hardness of ultra-fine WC-Co cemented carbides / *Mater. Sci. Engin. A*. 2008. Vol. 489. P. 234 – 244.
- Makhele-Lecala L., Luiyckx S., Nabarro F. R. N. Semi-empirical relationship between hardness, grain size and mean free path of WC-Co / *Int. J. Refract. Met. Hard Mater*. 2001. Vol. 19. P. 245 – 249.
- Jia K., Fischer T. E., Gallois B. Microstructure, hardness and toughness of nanostructured and conventional WC-Co composites / *Nanost. Mater*. 1998. Vol. 10. Issue 5. P. 875 – 891.
- Liu Binghai, Zhang Yue, Ouyang Shixi. Study on the relation between structural parameters and fracture strength of WC-Co cemented carbides / *Mater. Chem. Phys*. 2000. Vol. 62. Issue 1. P. 35 – 43.
- Wei Chongbin, Song Xiaoyan, Fu Jun, Liu Xuemei, Wang Haibin, Gao Yang, Wang Yao. Simultaneously high fracture toughness and transverse rupture strength in ultrafine cemented carbide / *Cryst. Eng. Comm*. 2013. Vol. 15. P. 3305 – 3307.
- Shawa Leon L., Luob Hong, Zhong Yang. WC-18 wt. % Co with simultaneous improvements in hardness and toughness derived from nanocrystalline powder / *Mater. Sci. Engin. A*. 2012. Vol. 537. P. 39 – 48.
- Fang Z. Zak, Wang Xu, Ryu Taegong, Hwang Kyu Sup, Sohn H. Y. Synthesis, sintering, and mechanical properties of nanocrystalline cemented tungsten carbide — A review / *Int. J. Refract. Met. Hard Mater*. 2009. Vol. 27. P. 288 – 299.
- Mukhopadhyay A., Basu B. Consolidation-microstructure-property relationships in bulk nanoceramics and ceramic nanocomposites: a review / *Int. Mater. Rev*. 2007. Vol. 52. N 5. P. 257 – 288.
- Shatov A. V., Ponomarev S. S., Firstov S. A. Fracture and Strength of Hardmetals at Room Temperature / *Compreh. Hard Mater*. 2014. Vol. 1. P. 303 – 343.
- Mukhopadhyay A., Basu B. Consolidation-microstructure-property relationships in bulk nanoceramics and ceramic nanocomposites: a review / *Int. Mater. Rev*. 2007. Vol. 52. N 5. P. 257 – 288.
- Дворник М. И., Михайленко Е. А. Моделирование процесса распространения трещины в субмикронных и наноструктурных твердых сплавах / *Механика композиционных материалов и покрытий*. 2014. Т. 20. № 1. С. 197 – 210.
- Armstrong R W., Cazacu O. Indentation fracture mechanics toughness dependence on grain size and crack size: Application to alumina and WC-Co / *Int. J. Refract. Met. Hard Mater*. 2006. Vol. 24. Issue 2. P. 129 – 134.
- Nino Akihiro, Tanaka Ayumi, Sugiyama Shigeaki, Taimatsu Hitoshi. Indentation Size Effect for the Hardness of Refractory Carbides / *Mater. Trans*. 2010. Vol. 51. N 9. P. 1621 – 1626.
- Lost A., Bigot R. Indentation size effect: reality or artefact? / *J. Mater. Sci*. 1996. Vol. 31. P. 3573 – 3577.
- Мошенков В. И., Дошечкина И. В., Ляпин А. А. Размерный эффект в значениях твердости материалов / *Вестник Харьковского национального автомобильно-дорожного университета*. 2008. № 41. С. 71 – 76.
- Матюнин В. М. Размерный эффект и его влияние на свойства материалов / *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. 2012. № 2. Т. 78. С. 64 – 68.
- Spiegler R., Schmadder S., Sigl L. S. Fracture Toughness Evaluation of WC-Co Alloys by Indentation Testing / *J. Hard Mater*. 1990. Vol. 1. N 3.
- Rudnayova E., Dusza J., Kupkova M. Comparison of fracture toughness measuring methods applied on silicon nitride ceramics / *J. Physique*. 1993. Vol. 3. P. C7-1273 – C7-1276.
- Torres Y., Casellas D., Anglada M., Llanes L. Fracture toughness evolution of hardmetals: influence of testing procedure / *Int. J. Refract. Met. Hard Mater*. 2001. Vol. 19. P. 27 – 34.
- Felten F., Schneider A., Sadowski T. Estimation of R-curve in WC/Co cermet by CT test / *Int. J. Refract. Met. Hard Mater*. 2008. Vol. 26. P. 55 – 60.
- А. с. 1364956 СССР, А1 G 01 N 3/42 Способ определения вязкости разрушения материалов / В. И. Туманов, Л. А. Конюхова, К. С. Чернявский. № 4049014/25-28; Заявл. 01.04.1986; опубл. 07.01.88, Бюл. № 1.
- Yuan Yigao, Zhang Xiaoxiao, Ding Jianjun, Ruan Jun. Measurement of WC grain size in ultrafine grained WC-Co cemented carbides / *Appl. Mech. Mater*. 2013. Vol. 278 – 280. P. 460 – 463.
- Shetty D. K., Wright I. G., Mincer P. N., Clauer A. H. Indentation fracture of WC-Co cermets / *J. Mater. Sci*. 1985. Vol. 20. P. 1873 – 1882.
- Bonache V., Rayon E., Salvador M. D., Busquets D. Nanoindentation study of WC-12Co hardmetals obtained from nanocrystalline powders: Evaluation of hardness and modulus on individual phases / *Mater. Sci. Engin. A*. 2010. Vol. 527. P. 2935 – 2941.
- Engqvist H., Wiklund U. Mapping of mechanical properties of WC-Co using nanoindentation / *Tribol. Lett*. 2000. Vol. 8. P. 147 – 152.
- Lee H. C., Gurland J. Hardness and deformation of cemented tungsten carbide / *Mater. Sci. Engin*. 1978. Vol. 33. Issue 1. P. 125 – 133.
- Osterstock F., Chermant J.-L. Some Aspects of the Fracture of WC-Co Composites / *Sci. Hard Mater*. 1983. P. 615 – 629.
- Godse R., Gurland J. Applicability of the critical strain fracture criterion to WC-Co hard metals / *Mater. Sci. Engin. A*. 1988. Vol. 105 – 106. Part 2. P. 331 – 336.

UDC 620.178.1:620.191.32

FEATURES OF HARDNESS AND CRACK RESISTANCE DETERMINATION IN HARD ALLOYS UNDER DIFFERENT LOADING OF INDENTING PYRAMID

© M. I. Dvornik, T. B. Ershova, E. A. Mikhailenko, and V. O. Krutikova

Submitted April 2, 2016.

The size effect arising upon the load decrease from 50 kgf up to 0.05 kgf in measurements of the Vickers hardness for medium-grained (WC-8Co), submicron (WC-8Co-1Cr₃C₂) and ultrafine-grained (WC-8Co-0.4VC-0.4Cr₃C₂) hard alloys, as well as standard hard alloys T15K6 and VK6OM is considered. An increase in hardness resulting from the size effect attains 14 – 16%. Presence of the elevations near the penetrator indentation distorts the measurement results. The inverse dependence of hardness on the size of indentation is demonstrated. The largest dimensional effect is observed for the hardest ultrafine-grained alloy. The results of the fracture resistance measurements using Palmquist method for optical and raster microscopes are compared. It is shown that crack formation in the Palmquist scheme occurs under the impact of loads exceeding a critical value, which depends on the fracture toughness of the alloy. Annealing does not have a significant effect on the results of hardness and fracture toughness measurements. The results confirm a decrease in the crack resistance with increasing hardness due to reduction in the average grain size of WC sample when going from medium-grained hard alloys to submicron and ultrafine-grained alloys.

Keywords: Vickers hardness; Palmquist crack toughness; indentation; size effect; ultrafine hard alloy.

REFERENCES

- Liu Xuemei, Song Xiaoyan, Zhang Jiuxing, Zhao Shixian. Temperature distribution and neck formation of WC-Co combined particles during spark plasma sintering / *Mater. Sci. Engin. A*. 2008. Vol. 488. P. 1 – 7.
- Fukatsu Tamotsu, Kobori Keiichi, Ueki Mitsuo. Micro-grained cemented carbide with high strength / *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 1991. Vol. 10. Issue 2. P. 57 – 60.
- Spriggs G. E. A History of Fine Grained Hardmetal / *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 1995. Vol. 13. P. 241 – 255.
- Gille G., Szesny B., Dreyer K., Van den Berg H., Schmidt J., Gestrich T., Leitner G. Submicron and ultrafine grained hardmetals for microdrills and metal cutting inserts / *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 2002. Vol. 20. P. 3 – 22.
- Dvornik M. I., Zaytsev A. V., Ershova T. B. Improvement of strength and hardness of submicron cemented carbide WC-8%Co-1%Cr₃C₂ due to the carbonization during sintering process / *Vopr. Materialoved.* 2011. Vol. 68. N 4. P. 81 – 88 [in Russian].
- Suna H. Q., Irwana R., Huang H., Stachowiak G. W. Surface characteristics and removal mechanism of cemented tungsten carbides in nanoscratching / *Wear*. 2010. Vol. 268. P. 1400 – 1408.
- Saito Hiroyuki, Iwabuchi Akira, Shimizu Tomoharu. Effects of Co content and WC grain size on wear of WC cemented carbide / *Wear*. 2006. Vol. 261. P. 126 – 132.
- Jia K., Fischer T. E. Sliding wear of conventional and nanostructured cemented carbides / *Wear*. 1997. Vol. 203 – 204. P. 310 – 318.
- Bonny K., Baets P. D., Vleugels J., Huang S., Wan der Biest O., Lauwers B. Impact of Cr₃C₂ VC additions on dry sliding friction and wear response of WC-Co cemented carbides / *Wear*. 2009. Vol. 267. Issue 9 – 10. P. 1642 – 1652.
- Krakhmalev P. V., Adeva Rodil T., Bergstrom J. Influence of microstructure on the abrasive edge wear of WC-Co hardmetals / *Wear*. 2007. Vol. 263. P. 240 – 245.
- Allen C., Sheen M., Williams J., Pugsley V. A. The wear of ultrafine WC-Co hard metals / *Wear*. 2001. Vol. 250. P. 604 – 610.
- Abele E., Frohlich B. High speed milling of titanium alloys / *Adv. Prod. Engin. Management*. 2008. N 3. P. 131 – 140.
- Engqvist H., Jacobson S., Axen N. A model for the hardness of cemented carbides / *Wear*. 2002. Vol. 252. P. 384 – 393.
- Xu Zhi-Hui, Agren John. A modified hardness model for WC-Co cemented carbides / *Mater. Sci. Engin. A*. 2004. Vol. 386. P. 262 – 268.
- Cha Seung I., Lee Kyong H., J. Ryu Ho, Hong Soon H. Analytical modeling to calculate the hardness of ultra-fine WC-Co cemented carbides / *Mater. Sci. Engin. A*. 2008. Vol. 489. P. 234 – 244.
- Makhele-Lecala L., Luiyckx S., Nabarro F. R. N. Semi-empirical relationship between hardness, grain size and mean free path of WC-Co / *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 2001. Vol. 19. P. 245 – 249.
- Jia K., Fischer T. E., Gallois B. Microstructure, hardness and toughness of nanostructured and conventional WC-Co composites / *Nanostruct. Mater.* 1998. Vol. 10. Issue 5. P. 875 – 891.
- Liu Binghai, Zhang Yue, Ouyang Shixi. Study on the relation between structural parameters and fracture strength of WC-Co cemented carbides / *Mater. Chem. Phys.* 2000. Vol. 62. Issue 1. P. 35 – 43.
- Wei Chongbin, Song Xiaoyan, Fu Jun, Liu Xuemei, Wang Haibin, Gao Yang, Wang Yao. Simultaneously high fracture toughness and transverse rupture strength in ultrafine cemented carbide / *Cryst. Eng. Comm.* 2013. Vol. 15. P. 3305 – 3307.
- Shawa Leon L., Luob Hong, Zhong Yang. WC-18 wt. % Co with simultaneous improvements in hardness and toughness derived from nanocrystalline powder / *Mater. Sci. Engin. A*. 2012. Vol. 537. P. 39 – 48.
- Fang Z. Zak, Wang Xu, Ryu Taegong, Hwang Kyu Sup, Sohn H. Y. Synthesis, sintering, and mechanical properties of nanocrystalline cemented tungsten carbide — A review / *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 2009. Vol. 27. P. 288 – 299.
- Mukhopadhyay A., Basu B. Consolidation-microstructure-property relationships in bulk nanoceramics and ceramic nanocomposites: a review / *Int. Mater. Rev.* 2007. Vol. 52. N 5. P. 257 – 288.
- Shatov A. V., Ponomarev S. S., Firstov S. A. Fracture and Strength of Hardmetals at Room Temperature / *Compreh. Hard Mater.* 2014. Vol. 1. P. 303 – 343.
- Mukhopadhyay A., Basu B. Consolidation-microstructure-property relationships in bulk nanoceramics and ceramic nanocomposites: a review / *Int. Mater. Rev.* 2007. Vol. 52. N 5. P. 257 – 288.
- Dvornik M. I., Mikhailenko E. A. The modeling of the crack propagation process in submicron and nanostructured hard alloys / *Nanomech. Sci. Technol. Int. J.* 2013. Vol. 4. Issue 3. P. 127 – 210.
- Armstrong R W., Cazacu O. Indentation fracture mechanics toughness dependence on grain size and crack size: Application to alumina and WC-Co / *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 2006. Vol. 24. Issue 2. P. 129 – 134.

27. Nino Akihiro, Tanaka Ayumi, Sugiyama Shigeaki, Taimatsu Hitoshi. Indentation Size Effect for the Hardness of Refractory Carbides / Mater. Trans. 2010. Vol. 51. N 9. P. 1621 – 1626.
28. Lost A., Bigot R. Indentation size effect: reality or artefact? / J. Mater. Sci. 1996. Vol. 31. P. 3573 – 3577.
29. Moshchenok V., Doschechkina I., Lyapin A. Indentation size effect in hardness of materials / Vest. Kharkov. Nats. Avtomob.-Dorozh. Univ. 2008. N 41. P. 71 – 76 [in Russian].
30. Matyunin V. M. The Influence of Scale Effect on the Mechanical Properties of Materials / Zavod. Lab. Diagn. Mater. 2012. Vol. 78. N 2. P. 64 – 68 [in Russian].
31. Spiegler R., Schmadder S., Sigl L. S. Fracture Toughness Evaluation of WC-Co Alloys by Indentation Testing / J. Hard Mater. 1990. Vol. 1. N 3.
32. Rudnayova E., Dusza J., Kupkova M. Comparison of fracture toughness measuring methods applied on silicon nitride ceramics / J. Physique. 1993. Vol. 3. P. C7-1273 – C7-1276.
33. Torres Y., Casellas D., Anglada M., Llanes L. Fracture toughness evolution of hardmetals: influence of testing procedure / Int. J. Refract. Met. Hard Mater. 2001. Vol. 19. P. 27 – 34.
34. Felten F., Schneider A., Sadowski T. Estimation of R-curve in WC/Co cermet by CT test / Int. J. Refract. Met. Hard Mater. 2008. Vol. 26. P. 55 – 60.
35. USSR Inventor's Certificate, A1G 01 N 3/42. Method of determination of fracture toughness of materials / V. I. Tumanov, L. A. Konyukhova, K. S. Chernyavskiy. N 4049014/25-28; appl. 01.04.86; publ. 07.01.88. Byull. Otkryt. Izobret. 1988. N 1 [in Russian].
36. Yuan Yigao, Zhang Xiaoxiao, Ding Jianjun, Ruan Jun. Measurement of WC grain size in ultrafine grained WC-Co cemented carbides / Appl. Mech. Mater. 2013. Vol. 278 – 280. P. 460 – 463.
37. Shetty D. K., Wright I. G., Mincer P. N., Clauer A. H. Indentation fracture of WC-Co cermets / J. Mater. Sci. 1985. Vol. 20. P. 1873 – 1882.
38. Bonache V., Rayon E., Salvador M. D., Busquets D. Nanoindentation study of WC-12Co hardmetals obtained from nanocrystalline powders: Evaluation of hardness and modulus on individual phases / Mater. Sci. Engin. A. 2010. Vol. 527. P. 2935 – 2941.
39. Engqvist H., Wiklund U. Mapping of mechanical properties of WC-Co using nanoindentation / Tribol. Lett. 2000. Vol. 8. P. 147 – 152.
40. Lee H. C., Gurland J. Hardness and deformation of cemented tungsten carbide / Mater. Sci. Engin. 1978. Vol. 33. Issue 1. P. 125 – 133.
41. Osterstock F., Chermant J.-L. Some Aspects of the Fracture of WC-Co Composites / Sci. Hard Mater. 1983. P. 615 – 629.
42. Godse R., Gurland J. Applicability of the critical strain fracture criterion to WC-Co hard metals / Mater. Sci. Engin. A. 1988. Vol. 105 – 106. Part 2. P. 331 – 336.

СООБЩЕНИЕ ОБ ОШИБКЕ

В номере 8 тома 83 за 2017 год журнала в статье В. И. Гладштейна «Влияние микроповреждений металла на ресурс литых корпусов арматуры» допущен брак при печати рисунков 1 и 2 на стр. 45 и 46. Эти рисунки должны выглядеть как приведено ниже:

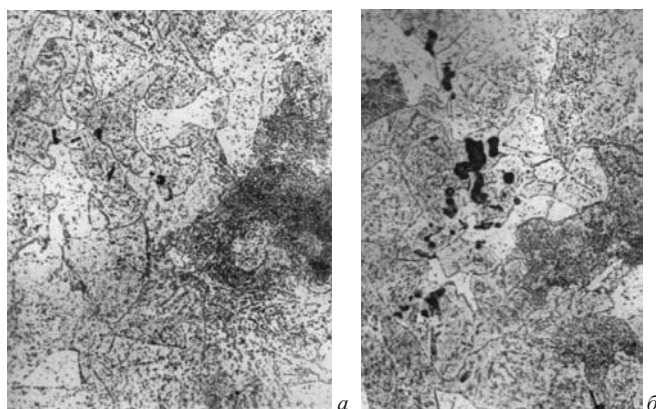


Рис. 1. Микроповреждения от ползучести в стали 15X1M1ФЛ при увеличении 500: *а* — единичные поры; *б* — цепочки пор

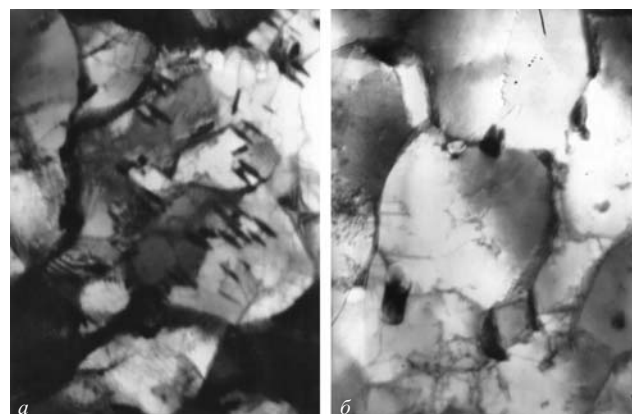


Рис. 2. Зернограницные поры, наблюдаемые на фольгах при увеличении 30 000 (*а*) и 50 000 (*б*)