

ФИЗИКА ПРОЧНОСТИ И ПЛАСТИЧНОСТИ

PACSnumbers: 61.72.Dd, 61.72.Ff, 61.72.Hh, 62.20.mj, 62.20.mt, 62.20.Qr, 62.23.Pq, 81.10.Jt

Напружено-деформований стан фазових складових керамічного композиту $\text{LaB}_6\text{--TiB}_2$

П. І. Лобода, О. П. Карасевська*, Т. О. Соловійова

Національний технічний університет України «КПІ»,
пр. Перемоги, 37,
03056 Київ, Україна

*Інститут металлофизики ім. Г. В. Курдюмова НАН України,
бульв. Акад. Вернадського, 36,
03142 Київ, Україна

Методами мікроскопічної та рентгенівської дифракційної аналіз проведено дослідження формування структури композитів $\text{LaB}_6\text{--TiB}_2$, одержаних методом безтигельного зонного топлення на монокристалічному заходку і без нього. Визначено залишкові макро- і мікронапруження, вивчено формування текстури в композитах, одержаних різними методами. Встановлено, що в матричній фазі LaB_6 в різних кристалографічних напрямках виникають різні як за знаком, так і за значенням залишкові напруження, а у волокнах TiB_2 спостерігається їх однорідність. В зв'язку з цим, тріщини розповсюджуються в матричній фазі, оминаючи волокна, в напрямках під кутами до максимального навантаження, що пов'язано із наявністю напружень розтягу в композиті.

Ключові слова: композит, нерівноважні фази, залишкові напруження, кристалографічна текстура, багаторівнева структура, крихкість.

Structure formation of $\text{LaB}_6\text{--TiB}_2$ composite obtained by floating zone melting method on the single crystal substrate and without it is studied by meth-

Corresponding author: Olga Pavlivna Karasevska
E-mail: karas@imp.kiev.ua

National Technical University of Ukraine 'KPI', 37 Peremogy Ave., 03056 Kyiv, Ukraine
*G. V. Kurdyumov Institute for Metal Physics, N.A.S. of Ukraine,
36 Academician Vernadsky Blvd., UA-03142 Kyiv, Ukraine

Please cite this article as: P. I. Loboda, O. P. Karasevska, and T. O. Soloviova, Mode of Deformation of Phase Components of a Ceramic Composite $\text{LaB}_6\text{--TiB}_2$, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, 38, No. 9: 1249–1263 (2016) (in Ukrainian), DOI: 10.15407/mfint.38.09.1249.

ods of microscopic and X-ray diffraction analysis. The residual macro- and microstresses are determined; formation of texture in the composites obtained by different methods is investigated. As found, in the matrix LaB_6 phase, the residual stresses different in sign and value appear in different crystallographic directions; contrariwise, in the TiB_2 fibres, residual-stresses homogeneity is observed. Therefore, cracks are extended in the matrix phase (avoid the fibre) in directions at some angles to the maximum load due to the presence of tensile stresses in the composite.

Key words: composite, non-equilibrium phase, residual stresses, crystallographic texture, the multilevel structure, brittleness.

Методами мікроскопічного і рентгеновського дифракційного аналізу проведено дослідження формування структури композитів LaB_6 – TiB_2 , отриманих методом бестигельної зонної плавки на монокристалічній заправці і без неї. Визначено залишкові макро- і мікронапруження, вивчено формування текстури в композитах, отриманих різними методами. Встановлено, що в матричній фазі LaB_6 в різних кристаллографічних напрямках виникають різні як по знаку, так і по значенню залишкові напруження, а в волокнах TiB_2 спостерігається їх однорідність. В зв'язі з цим тріщини розповсюджуються в матричній фазі, минувши волокна, в напрямках під кутами до максимальної навантаження, що пов'язано з наявністю напружень розтягнення в композиті.

Ключевые слова: композит, неравновесные фазы, остаточные напряжения, кристаллографическая текстура, многоуровневая структура, хрупкость.

(Отримано 7 липня 2016 р.; остаточний варіант — 22 серпня 2016 р.)

1. ВСТУП

Спрямованою кристалізацією із розтопів евтектичних стопів систем гексаборид лантану–дібориди перехідних металів одержують керамічні армовані композити, мікроструктура яких представляє собою матрицю із однієї тяжкотопкої сполуки — гексабориду лантану, пронизану рівномірно розташованими волокнами іншої тяжкотопкої сполуки — дибориду титану, цирконію або гафнію [1, 2]. Армування волокнами уможливило підвищити міцність керамічних матеріалів до міцності металевих (1500 МПа). Висока міцність та теплопровідність боридної кераміки забезпечили високу термостійкість таких композиційних матеріалів, хорошу термодинамічну та кінетичну сумісність з одним із найбільш ефективних термоємисійних матеріалів — гексаборидом лантану і тому вони широко застосовуються для виготовлення конструкційних елементів катодних вузлів [3]. Працюють вузли в умовах швидкісного нагрівання та охолодження за температурних градієнтів $\cong 1500^\circ\text{C}/\text{см}$, тому збереження високої термостійкості є однією із важливих умов довгот-

ривалого їх використання. Компоненти кераміки $\text{LaB}_6\text{-Me}_{\text{IV}}\text{B}_2$ мають близькі значення коефіцієнта термічного розширення (КТР) [4, 5], високу в'язкість руйнування ($K_{\text{IC}} = 20 \text{ МПа}/\text{м}^{1/2}$) та додають композитній кераміці в 3–10 разів більше міцності порівняно з LaB_6 [6–8].

Міцність та тріщиностійкість визначають термін експлуатації катодних вузлів і це, в першу чергу, залежить від структурного стану фазових складових, який, в свою чергу, залежить від способу та технологічних параметрів процесу одержання. Як правило, спрямовану кристалізацію евтектичних стопів таких систем проводять в умовах безтигельного зонного топлення (БЗТ). Для формування монокристалічної матриці із гексабориду лантану застосовують зародки із монокристалічного гексабориду лантану. Діаметер (від 0,3 до 1 мкм) і кількість волокон регулюють швидкістю кристалізації. Морфологія фаз, які утворюються при БЗТ, залежить від цілого ряду чинників, але найбільш важливим є співвідношення швидкості їх зародження і росту, які в свою чергу в значній мірі залежать від теплових умов та пересичення компонентами на фронті кристалізації. Дефектність кристалічної будови матричної фази впливає на процес армування, і це може бути використано для одержання керамічних матеріалів із потрібними структурно-геометричними характеристиками поряд із іншими кінетичними параметрами. Під час БЗТ у фазових складових виникають великі термічні напруження, які обумовлені термічними градієнтами вздовж кристалу більшими за $1000^\circ\text{C}/\text{см}$, порівняно високими швидкостями охолодження від температури кристалізації та різницею теплових властивостей фазових складових.

Метою роботи було визначення напруженого стану фазових складових керамічних армованих композитів $\text{LaB}_6\text{-TiB}_2$, одержаних методом БЗТ на монокристалічному та полікристалічному зародках.

2. МАТЕРІЯЛ ТА МЕТОДИКА ЕКСПЕРИМЕНТУ

За вихідні матеріали бралися порошки LaB_6 та TiB_2 чистотою 98% мас., змішані у евтектичному співвідношенні 89% мас. LaB_6 + 11% мас. TiB_2 . З метою більш глибокої очистки від домішок в процесі БЗТ в вихідну суміш вводилася добавка порошку аморфного бору в кількості 2% об., в якості пластифікатору застосовували полівініловий спирт у вигляді 2,5% водного розчину в кількості 15 мл на 100 г суміші. Після замішування з розчином полівінілового спирту суміш гранулювалася за допомогою крупнозернистого сита (з розміром комірок 1000 мкм), і з неї пресувалися зразки на гідравлічному пресі під тиском 100 МПа. Пресування суміші порошків проводилось в сталевій циліндричній прес-формі з діаметром робочої порожнини 10 мм. Вирощування кристалів проводилося зі швидкістю

3 мм/хв. в індукційній високочастотній установці «Кристал-206» в середовищі інертного газу (гелію) під тиском 0,1 МПа. на монокристалічній підкладинці LaB_6 з орієнтацією $\{111\}$ (І група зразків) і без неї (ІІ група зразків). Мікроскопічні дослідження структури проводили на сканівному електронному мікроскопі XL30 FEG. Рентгенографічні дослідження структури проводили на дифрактометрі Rigaku Ultima IV в CuK_α -випроміненні: за розподілом інтенсивності ($I_{\mathbf{q}}$) вздовж дифракційного вектора (\mathbf{q}) на θ - 2θ -рентгенограмах із кроком пересування зразка по 2θ в $0,02^\circ$, експозицією 4 с та обертанням; за азимутальним розподілом інтенсивності в площині, перпендикулярній дифракційному вектору ($I_{\mathbf{q}_\perp}$) для окремих зерен компонентів композиту LaB_6 та TiB_2 з кроками обертання та нахилу $0,2^\circ$ - $0,1^\circ$ і $0,2^\circ$ - $0,5^\circ$ та експозицією 2 с; за полюсними фігурами із кутами обертання та нахилу по $2,5^\circ$ та експозицією 1 с. Макронапруження визначали за методами « $\sin^2\psi$ » та зсуву дифракційних максимумів. Мікронапруження і області когерентного розсіяння (ОКР) встановлювали за розширенням ліній в різних фазових складових для ІІ групи зразків. Опір пружній та пластичній деформації визначали за допомогою індентора Віккерса. Вимірювання мікротвердості [9] та тріщиностійкості [10] проводили на твердомірі Model FV-700; час витримки — 15 с під навантаженням у 0,5, 1 і 3 Н.

3. РЕЗУЛЬТАТИ ТА ЇХ ОБГОВОРЕННЯ

3.1. Фазова аналіза композитів

Розподіл інтенсивності $I_{\mathbf{q}_\perp}$ для зразків композитів LaB_6 - TiB_2 І та ІІ груп представлено на θ - 2θ -рентгенограмах (рис. 1). Для обох композитів наявні відбиття для матричної фази (LaB_6) та волокон (TiB_2). Об'ємна доля матричної фази складає $\cong (80-84)\%$ мас., а волокон — $\cong (11-13)\%$ мас. Крім того, для зразків І групи композитів спостерігаємо відбитки від нерівноважної фази LaB_4 при об'ємній долі цієї фази $\cong (3-5)\%$ мас. та рентгенографічно невизначеної фази (або фаз) із об'ємом $\leq (2-3)\%$ мас. із міжплощинними відстанями 2,7519 Å, 2,5799 Å, 2,1882 Å, 2,0864 Å, тому загалом нерівноважних фаз $\cong (6-8)\%$ мас. Для зразків композиту ІІ групи додатково до основних компонентів композиту також спостерігаються нерівноважні фази (LaB_4 та ін.) із загальним об'ємом $\leq 5\%$ мас.

Мікроскопічною аналізою показано, що композити І і ІІ груп (рис. 2) представляють собою матрицю із гексабориду лантану пронизану волокнами дибориду титану. Волокна TiB_2 в поперечному перерізі мають діаметер 0,2 мкм та 0,2-0,8 мкм відповідно для композитів І та ІІ груп. Відстань між включеннями становить $\cong 0,8$ мкм. У випадку використання монокристалічного зародку (рис. 2, а) в матричній фазі сформувалася комірчаста структура,

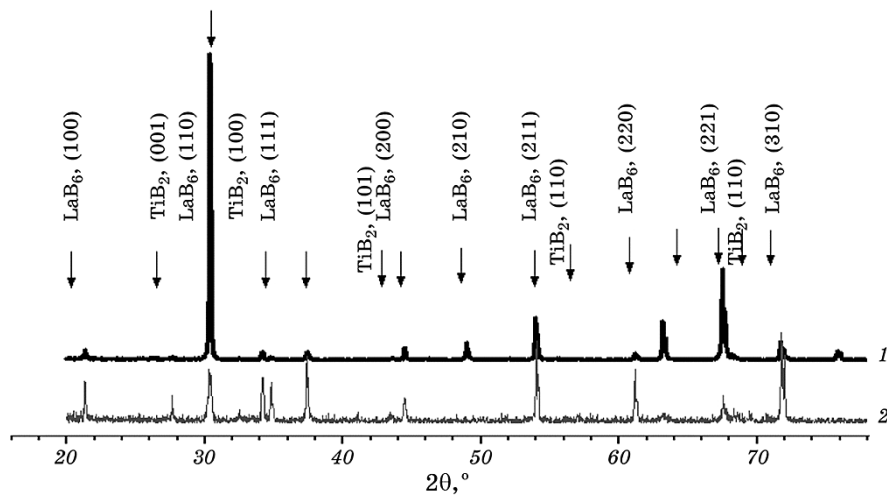


Рис. 1. θ - 2θ -рентгенограми композитів $\text{LaB}_6\text{-TiB}_2$ I (1) і II (2) груп.

Fig. 1. θ - 2θ X-ray patterns of composites $\text{LaB}_6\text{-TiB}_2$ of I (1) and II (2) groups.

причиною утворення якої є викривлення і втрата стабільності плоского фронту кристалізації композиту. В напрямку росту $\langle 111 \rangle$ комірочки мають вигляд тригранних пірамід. Кожне зерно відокремлене широкою межею з фази LaB_4 , що відрізняє їх від зразків II групи. Одержана структура відповідає доєвтектичному стопу з характерним надлишком (в порівнянні з евтектичним стопом) фази дібориду титану.

На мікроструктурі поперечного перерізу зразка II групи (рис. 2, б, з) видно волокна, які проростають в поперечному і повздовжньому напрямку відносно осі вирощування. Відстань між включеннями неоднорідна і відрізняється в різних зернах, які розділені між собою смугами матричної фази. Для композиту II групи під час БЗТ виникає значно більше зародків кристалізації. Причиною виникнення смуг, що порушують однорідність структури кристалу є природні конвективні потоки розтопу, що омивають фронт кристалізації. Металографічно виявлено, що в межах цих смуг істотно змінюється напрямку росту діборидних включень. Фаза LaB_4 з'являється в структурі значно в меншій кількості порівняно із композитами I групи і розташована вона окремими ділянками як всередині зерен, так і на їх межах, що пояснюється відхилом на фронті кристалізації хемічного складу від стехіометричного. Надлишок бору в LaB_6 не фіксується до $\text{LaB}_{6,1}$, а в роботі [11] рентгєнівська аналіза не виявила різниці в міжфазних відстанях навіть для фаз LaB_6 і LaB_9 , що автори пояснюють розупорядкуванням вакансій металевої підґратниці гексабориду лантану.

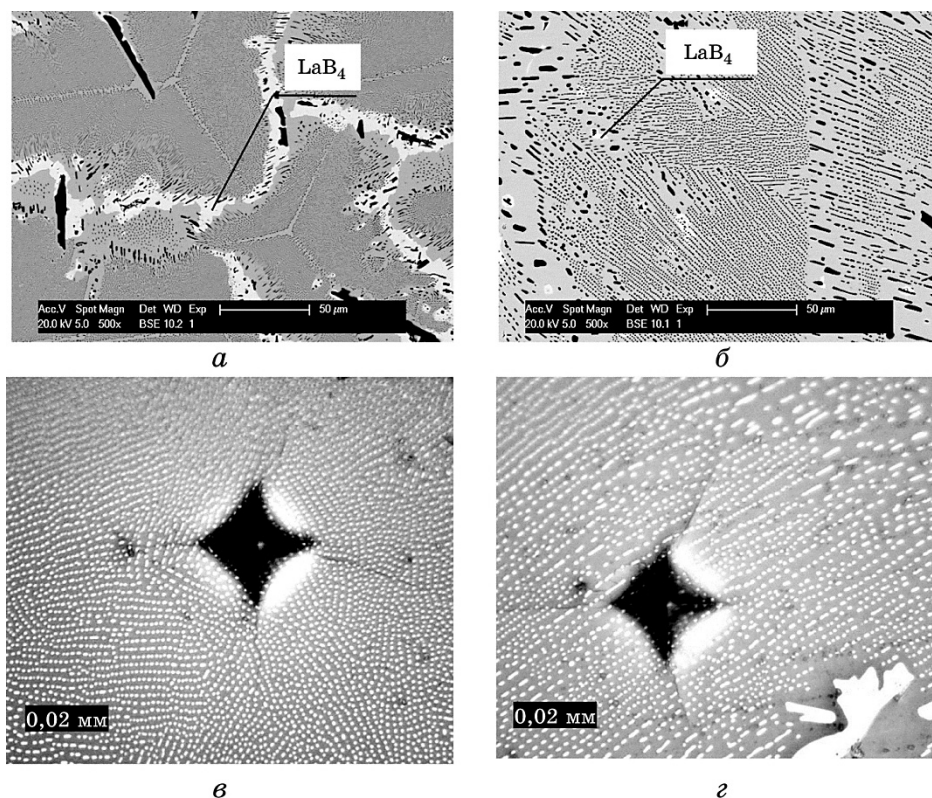


Рис. 2. Мікроструктура поперечних перерізів композитів $\text{LaB}_6\text{-TiB}_2$ I (а, в) та II (б, г) груп із індентуванням (в, г).

Fig. 2. The microstructure of cross sections of the $\text{LaB}_6\text{-TiB}_2$ composite of I (a, в) and II (б, г) groups with imprints of Vickers pyramid (в, г).

3.2. Текстурні дослідження компонент композиту

На полюсних фігурах для матричної фази LaB_6 в зразках I групи (рис. 3, а) спостерігається переважна орієнтація зерен $\{110\}$, а зерна цієї ж фази в зразках II групи (рис. 3, в) розподілені в композиті хаотично.

На полюсних фігурах для волокон I та II груп зразків орієнтація зерен відсутня, що відображає хаотичний їх розподіл в матричній фазі та відповідає мікроструктурним дослідженням (рис. 3, б, г).

3.3. Субструктура фазових складових композиту

Внутрішньозеренна структура компонентів композитів визначалася по розподілу $I_{q\perp}$ в окремих зернах у відповідності із [12, 13]; ти-

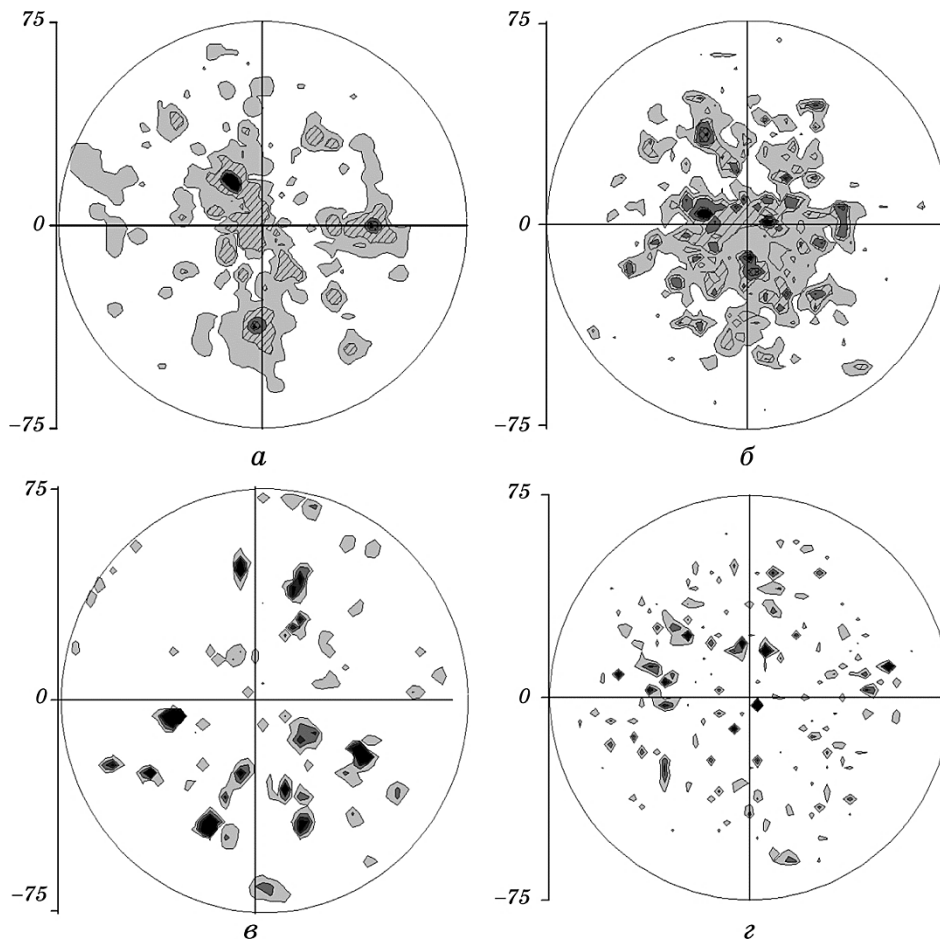


Рис. 3. Полюсні фігури композиту $\text{LaB}_6\text{-TiB}_2$ для компоненти $\text{LaB}_6 \{110\}$ (а, в) та компоненти $\text{TiB}_2 (101)$ (б, г); а, б — композит одержано на монокристалічному підложжі, в, г — без нього.

Fig. 3. Pole figures of $\text{LaB}_6 \{110\}$ (а, в) and $\text{TiB}_2 (101)$ (б, г) components; а, б — composite obtained on the single-crystal substrate, в, г — without it.

пові результати представлено на рис. 4, 5.

Субструктура зерен матричних компонентів в групах I і II подібна (рис. 4). Для неї характерним є утворення відбиттів, видовжених (на $14^\circ \pm 4^\circ$) в одному із азимутальних напрямків ($\delta\mathbf{q}_{\perp 1}$) і значно менше ($6^\circ \pm 2,5^\circ$) в перпендикулярному ($\delta\mathbf{q}_{\perp 2}$) напрямку. Видовжені розподіли $I_{\mathbf{q}_{\perp}}$ легко розділяються на окремі частини із значним падінням інтенсивності між ними, яке на деяких ділянках дорівнює фону. Окремі частини загального відбивання в азимутальній площині також видовжені і мають форму, близьку до еліпсів, де

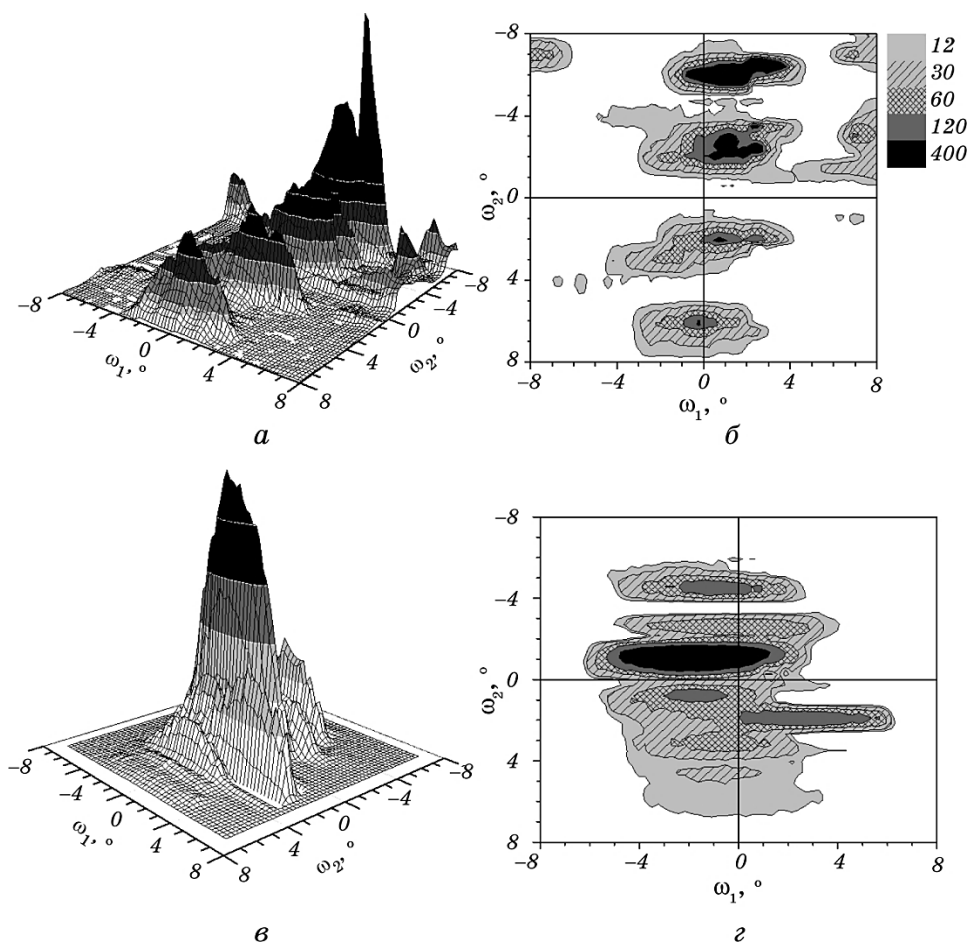


Рис. 4. Типові розподіли $I_{q_{\perp}}$ для компоненти LaB_6 композитів на монокристалічному зародку (*a, б*) та без нього (*в, г*); *a, в* — $3D$ - та *б, г* — $2D$ -розподіли.

Fig. 4. Typical distributions of $I_{q_{\perp}}$ for LaB_6 component of composites obtained on the single-crystal substrate (*a, б*) and without it (*в, г*); *a, в*— $3D$ - and *б, г*— $2D$ -distributions.

$$\delta q_{\perp 2} \cong 4,5^{\circ} \pm 1,5^{\circ}, \text{ а } \delta q_{\perp 1} \cong 2,1^{\circ} \pm 1,1^{\circ}.$$

Розподіл $I_{q_{\perp}}$ цих окремих частин вздовж $q_{\perp 2}$ наближений до банястої форми, а вздовж $q_{\perp 1}$ до Лоренцевої кривої. Згідно із [12] такий розподіл означає утворення багаторівневої субструктури, де зерно чітко розділено межами в $1,7^{\circ} \pm 1,1^{\circ}$ на розорієнтовані фрагменти, які мають внутрішню субзеренну (комірчасту) структуру.

Субзерна (комірки) розорієнтовані надлишковими («геометрично необхідними») дислокаціями переважних систем ковзання щільні-

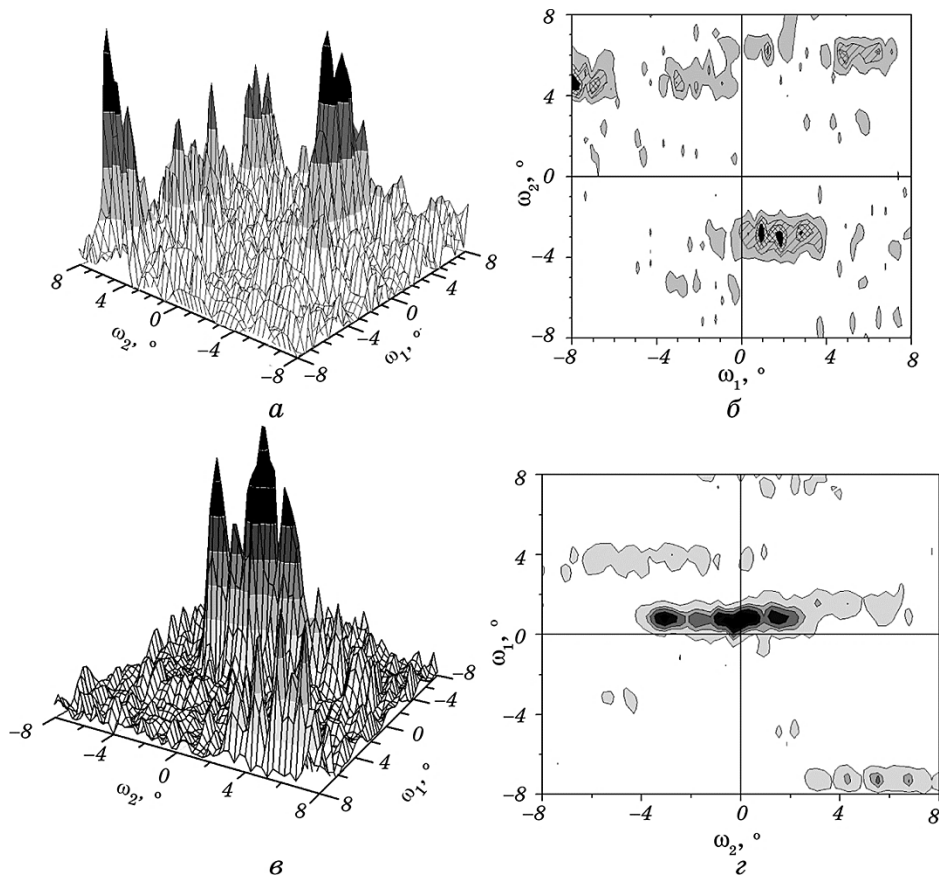


Рис. 5. Типові розподіли $I_{q\perp}$ для компоненти TiB_2 композитів на монокристалічному зародку (а, б) та без нього (в, г); а, в — 3D- та б, г — 2D-розподіли.

Fig. 5. Typical distributions of $I_{q\perp}$ for TiB_2 components of composites obtained on the single-crystal substrate (а, б) and without it (в, г); а, в—3D- and б, г—2D-distributions.

стю $(2-8)\cdot 10^7 \text{ см}^{-2}$, які утворюють 12 ± 5 дрібно кутових меж ($15' \pm 5'$). Інтегральна природа вимірювання кутів розорієнтації сусідніх фрагментів (а також комірок) передбачає необхідність збільшення обчислених по розподілам $I_{q\perp}$ характеристик субструктури на фактор усереднення $\cong 1,4$ [14].

Розподіл $I_{q\perp}$ для волокон відрізняється від аналогічного для матричної фази. Для волокон відбивання, значно менші за розмірами, розташовуються окремо один від одного, та не мають розорієнтації на окремі фрагменти. Розподіл $I_{q\perp}$ окремих відбивань неоднорідний як по «площинній формі», так і по розподілу інтенсивності в них. Є

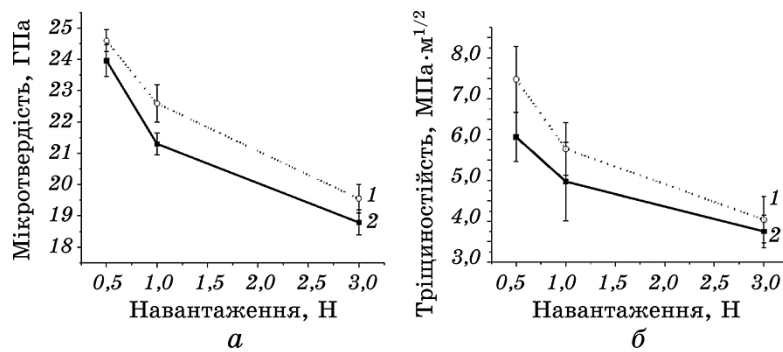


Рис. 6. Зміна мікротвердості (а) та тріщиностійкості (б) композитів $\text{LaB}_6\text{-TiB}_2$: 1 — зразки I групи, 2 — зразки II групи.

Fig. 6. Change of the microhardness (a) and fracture toughness (b) of $\text{LaB}_6\text{-TiB}_2$ composites: 1—samples of I group, 2—samples of II group.

відбивання розорієнтовані на субзерна межами $0,2^\circ\text{--}0,5^\circ$ та відбивання із плавною розорієнтацією. Згідно з [12], це відповідає матеріялу із субструктурою, для якої розміри та кути розорієнтації субзерен різного структурного рівня є близькими.

3.4. Властивості композитів

Значення мікротвердості та тріщиностійкості показано на рис. 6. Для зразків I групи їх значення дещо вищі, ніж на зразків II групи, а збільшення навантаження призводить до падіння величин HV та K_{IC} для обох груп зразків. Різниця цих значень, ймовірно, залежить від анізотропії механічних властивостей (модуля пружності) [15]. Максимальні значення твердості композит має на грані $\{111\}$, тому мікротвердість зразків групи I, що мають значну текстурованість зерен в цьому напрямку є дещо вищою за мікротвердість композиту із полікристалічною поверхнею. Розмір волокон в полікристалічному композиті знаходиться в межах $0,2\text{--}0,8$ мкм. По мірі зростання діаметра відбитку пірамідки та кількості армувальних включень твердість зростає у всіх кристалографічних напрямках, що дає відносно високу мікротвердість і для композиту II групи (рис. 6, а).

Мікроструктурні дослідження зразків I та II групи із відбитками після вимірювання мікротвердості (рис. 2, в, г) показують, що тріщини виникають біля вершин відбитків. Розповсюджуються тріщини в композиті під кутом до діагоналей відбитків і проходять в матричній фазі, огинаючи волокна. Підвищення навантаження на індентор від $0,5$ Н до 3 Н збільшує площу відбитку в $\cong 6,5$ разів і, відповідно, кількість фрагментів, субзерен та комірок, що охоплені деформацією. Згідно з рентгеноструктурними даними композити

мають багаторівневу структуру із значними коливаннями орієнтації фрагментів при загальній їх розорієнтації до $12^\circ\text{--}15^\circ$, міжзеренні прошарки та розорієнтовані субзерна. Орієнтаційна та структурна неоднорідності і призводять до зменшення HV та K_C зі збільшенням навантаження на пірамідку.

3.5. Залишкові напруження в компонентах композиту

Для визначення залишкових напружень в композиті були досліджені зміни міжплощинних відстаней матричної фази (d_m) і волокон (d_v) порівняно із рівноважними фазами LaB_6 (d_{rm}) та TiB_2 (d_{rv}) в залежності від кута відбиття ($\Delta d \propto f(\theta)$), що показані на рис. 7. Міжплощинна відстань матричної фази $\{100\}$ (тобто її параметер ґратниці) в обох групах зразків менша за рівноважний параметер ґратниці LaB_6 ($d_{m\{100\}} - d_{rm\{100\}} < 0$). Із збільшенням кута відбивання зростають міжплощинні відстані матричної фази і вони перевищують міжплощинні відстані рівноважної фази. Для матричної фази зразків групи I характерним є суттєво нерівномірна залежність $\Delta d_{\text{LaB}_6} \propto f(\theta)$ і більш плавна для зразків групи II. Аналогічні зміни міжплощинних відстаней спостерігаються для волокон в зразках композитів I і II груп, але вони більш однорідні і близькі по значенню і кутових залежностям до $\Delta d_{\text{TiB}_2} \propto f(\theta)$.

Зміна міжплощинних відстаней із кутом відбивання в обох групах зразків приблизно однакова. Крім того, є значні коливання значень $\Delta d_{\text{LaB}_6} \propto f(\theta)$; тому оцінку залишкових макронапружень для матричної фази обох груп композитів проведемо за лінією (400) за законом Гука по формулі:

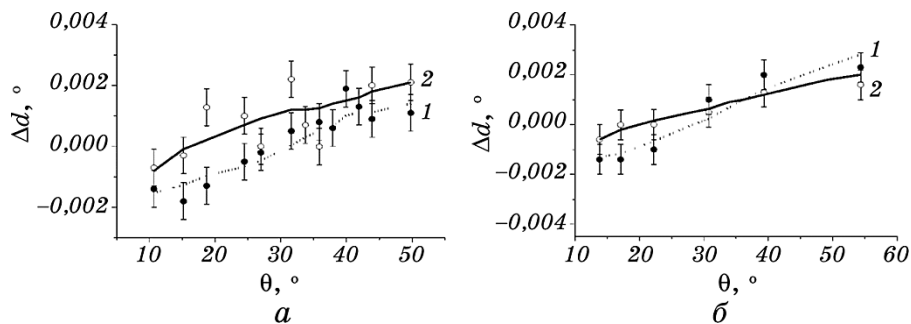


Рис. 7. Зміна міжплощинних відстаней компонентів LaB_6 (а) і TiB_2 (б) композиту $\text{LaB}_6\text{-TiB}_2$ порівняно із теоретичними даними для рівноважних фаз: 1 — зразки I групи, 2 — зразки II групи.

Fig. 7. Change of interplanar distances for components LaB_6 (a) and TiB_2 (b) of $\text{LaB}_6\text{-TiB}_2$ composite compared with theoretical data for equilibrium phases: 1—samples of I group, 2—samples of II group.

$$\sigma = -(E/\mu)(\Delta d/d), \quad (1)$$

де E — модуль пружности, μ — Пуассонів коефіцієнт.

За використання табличних значень $E = 490$ ГПа, $\mu = 0,3$ та експериментальних величин $\Delta d = -0,003$ Å, $d = 1,038$ Å оцінка макронапруження складає $\sigma \cong 4,7$ ГПа.

Для волокон обох груп композитів аналогічні розрахунки по лінії (211) із використанням значень $E = 570$ ГПа і $\mu = 0,3$ та за експериментальних даних $\Delta d = 0,0016$ Å і $d = 0,947$ Å, оцінка макронапруження становить $\sigma \cong 3,2$ ГПа.

За нашими даними в матричній фазі і волокнах після БЗТ утворюються усереднені макронапруження розтягу. Але по різних напрямках вони можуть суттєво відрізнятися, тому методом нахилу були одержали додаткові результати відносно макронапруження в різних кристалографічних площинах (рис. 8).

Значення макронапруження за методом нахилу більші порівняно з методом зсуву. Можливо, і для полікристалічних композитів II групи із розміром зерен $\cong 250 \times 80$ мкм² є недостатнім усереднення по зернах за методом нахилу, оскільки зйомка виконується без обертання зразка. На наш погляд, важливим є різний знак для макронапружень (розтяг і стиснення) по різних кристалографічних напрямках. Крім того, методом « $\sin^2\psi$ » було визначено нелінійну змі-

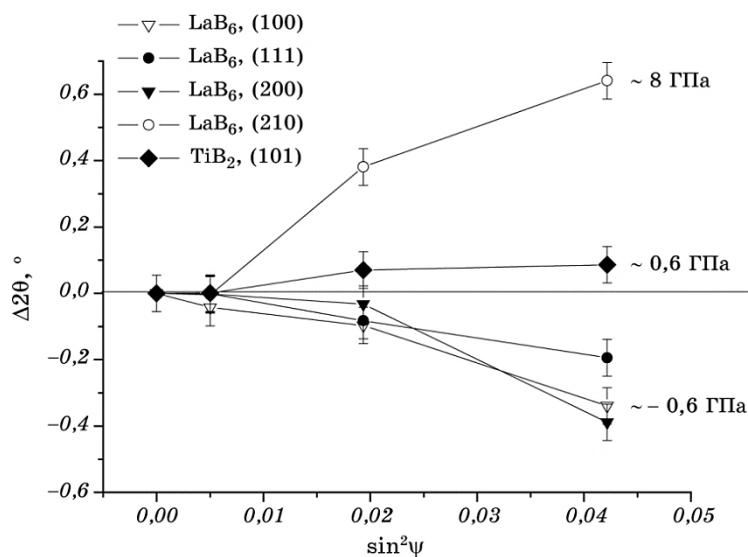


Рис. 8. Зміна макронапружень в різних площинах визначена методом нахилу для композитів II групи.

Fig. 8. Change of macrostresses in different planes determined by tilting method for composites of II group.

ну положення центру ваги (а також максимуму інтенсивності) відбиття із кутом нахилу, що означає або велику похибку визначання макронапружень (до 50%) або існування зсувних напружень. Можна припустити, що методом нахилу в даному разі вимірюються макронапруження окремих зерен, а не усереднене значення, і зерна мають складно напружений стан, що пов'язаний із конкретною кристалографічною орієнтацією зерен в зразку відносно напрямку максимального температурного градієнту, який спричиняє дії різних систем ковзання.

За розширенням ліній в залежності від кута відбивання для різних фазових складових зразків II групи (рис. 9) визначали мікронапруження та розмір областей когерентного розсіяння (ОКР) за формулою Селякова–Шеррера:

$$D_{\text{окр}} = K\lambda / (\text{FWHM} \cdot \cos \theta), \quad (2)$$

де коефіцієнт $K \cong 1$, $\lambda(\text{CuK}\alpha) = 1,54 \text{ \AA}$, FWHM (full width at half maximum) — повна ширина рефлексу на рівні половинної амплітуди.

Для матричної фази композиту LaB_6 через значне коливання ширини ліній при зміні кута відбивання $D_{\text{окр}}$ знаходиться в межах $650 \pm 150 \text{ \AA}$, що, можливо, відбувається внаслідок переважного напрямку росту. Для волокон зміна ширини ліній із кутом θ не має значних коливань, і форма ОКР близька до сферичної з $D_{\text{окр}} \cong 400 \text{ \AA}$.

Величина мікронапружень ($\sigma_{\text{мікр}}$) визначалася за формулою:

$$\sigma_{\text{мікр}} \cong (-E / \mu)(\text{FWHM} / 4\text{tg}\theta). \quad (3)$$

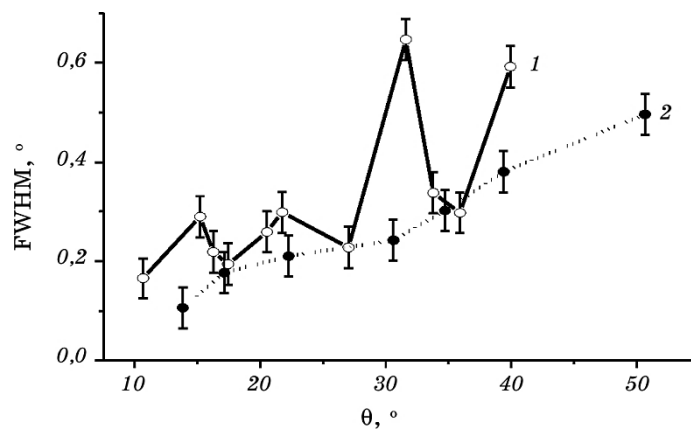


Рис. 9. Зміна FWHM в компонентах полікристалічного композиту LaB_6 та TiB_2 : 1 — матрична фаза, 2 — волокна.

Fig. 9. FWHM change in the components of the polycrystalline composite LaB_6 and TiB_2 : 1 — matrix phase, 2 — fibres.

Для матричної фази $\sigma_{\text{мікр}}$ знаходиться в межах 2,45–1,04 ГПа, а для волокон $\sigma_{\text{мікр}} \cong 1,75$ ГПа.

Згідно з експериментальними рентгенівськими даними за методом зсуву в площині, перпендикулярній осі зразка, в матричній фазі і волокнах після БЗТ утворюються усереднені макронапруження розтягу, які в матриці перевищують напруження волокон. Складнонапружений стан матриці, висока анізотропія її властивостей та різниця коефіцієнтів термічного розширення волокон і матриці сприяють поширенню тріщин у композиті.

4. ВИСНОВКИ

Встановлено, що армовані керамічні матеріали $\text{LaV}_6\text{-TiV}_2$ одержані в умовах зонного топлення складаються із матричної фази, волокон та нерівноважних фаз із загальним об'ємом до 8% мас. В зернах матричної фази утворюється багаторівнева внутрішньозеренна структура із великими кутами розорієнтації фрагментів та дрібнокристалічна — в волокнах.

Доведено, що матрична фаза композиту має складно напружений стан із значною компонентою розтягу. Неоднорідність мікронапружень в матричній фазі композиту разом із макронапруженнями визначають крихкість композиту та параметри розповсюдження тріщин.

Визначено вплив кристалографічної орієнтації матричної фази на залишкові напруження фазових складових композиту. Показано, що в полікристалічній матриці рівень неоднорідності залишкових напружень менший порівняно із монокристалічною матрицею.

ЦИТОВАНА ЛІТЕРАТУРА

1. P. Loboda, *Powder Metall. Met. Ceram.*, **39**, Iss. 9–10: 480 (2000).
2. I. M. Low, Y. Sakka, and C. F. Hu, *MAX Phases and Ultra High Temperature Ceramics for Extreme Environments* (Hershey: IGI Global: 2013).
3. П. І. Лобода, *Фізико-хімічні основи створення нових боридних матеріалів для електронної техніки і розробка керамічних катодних вузлів з підвищеною ефективністю* (Дис. ... д-ра техн. наук) (Київ: Інститут проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича НАН України: 2004).
4. R. Riedel, *Handbook of Ceramic Hard Materials* (Weinheim: Wiley-VCH: 2000), vol. 1.
5. F. Cardarelli, *Materials Handbook* (London–New York: Springer: 2000).
6. Yu. Bogomol, T. Nishimura, O. Vasylykiv, Y. Sakka, and P. Loboda, *J. Alloys Compd.*, **505**, Iss. 1: 130 (2010).
7. П. І. Лобода, Ю. І. Богомол, М. О. Сисоев, Г. П. Кисла, *Сверхтвёрдые материалы*, **5**: 30 (2006).
8. I. Bogomol, T. Nishimura, Y. Nesterenko, O. Vasylykiv, Y. Sakka, and P. Loboda, *J. Alloys Compd.*, **509**, Iss. 20: 6123 (2011).

9. *Standard Test Method for Vickers Indentation Hardness of Advanced Ceramics* (West Conshohocken, PA: ASTM International: 1999).
10. W. Li, R. Tu, and T. Goto, *Mater. Trans.*, **46**: 2067 (2005).
11. В. С. Кресанов, Н. П. Малахов, В. В. Морозов, Н. Н. Семашко, В. Я. Шлюко, *Высокоэффективный эмиттер электронов на основе гексаборида лантана* (Москва: Энергоатомиздат: 1987).
12. М. А. Кривоглаз, *Дифракция рентгеновских лучей и нейтронов в неидеальных кристаллах* (Киев: Наукова думка: 1983).
13. О. П. Карасевская, *Металлофиз. новейшие технол.*, **22**, № 11: 44 (2000).
14. М. М. Мышляев, В. И. Бетехтин, *Физ. мет. металловед.*, **22** № 1: 142 (1966).
15. P. I. Loboda, *Mater. Sci.*, **35**, No. 4: 552 (1999).

REFERENCES

1. P. Loboda, *Powder Metall. Met. Ceram.*, **39**, Iss. 9–10: 480 (2000).
2. I. M. Low, Y. Sakka, and C. F. Hu, *MAX Phases and Ultra High Temperature Ceramics for Extreme Environments* (Hershey: IGI Global: 2013).
3. P. I. Loboda, *Fizyko-Khimichni Osnovy Stvorenniya Novykh Borydnykh Materialiv dlya Elektronnoyi Tekhniki i Rozrobka Keramichnykh Katodnykh Vuzliv z Pidvyshchenoyu Efektyvnistyu* [Physicochemical Basis for Formation of New Boride Materials for Electronic Engineering and Development of Ceramic Cathode Units with Advanced Efficiency] (Disser. for Dr. Techn. Sci.) (Kyiv: I. M. Frantsevych Institute for Problems in Materials Science, N.A.S. of Ukraine: 2004) (in Ukrainian).
4. R. Riedel, *Handbook of Ceramic Hard Materials* (Weinheim: Wiley-VCH: 2000), vol. 1.
5. F. Cardarelli, *Materials Handbook* (London–New York: Springer: 2000).
6. Yu. Bogomol, T. Nishimura, O. Vasyukiv, Y. Sakka, and P. Loboda, *J. Alloys Compd.*, **505**, Iss. 1: 130 (2010).
7. P. I. Loboda, Yu. I. Bogomol, M. O. Sysoev, and H. P. Kysla, *Sverkhтвердые Materialy*, **5**: 30 (2006) (in Ukrainian).
8. I. Bogomol, T. Nishimura, Y. Nesterenko, O. Vasyukiv, Y. Sakka, and P. Loboda, *J. Alloys Compd.*, **509**, Iss. 20: 6123 (2011).
9. *Standard Test Method for Vickers Indentation Hardness of Advanced Ceramics* (West Conshohocken, PA: ASTM International: 1999).
10. W. Li, R. Tu, and T. Goto, *Mater. Trans.*, **46**: 2067 (2005).
11. V. S. Kresanov, N. P. Malakhov, V. V. Morozov, N. N. Semashko, and V. Ya. Shlyuko, *Vysokoeffektivnyy Emitter Elektronov na Osnove Geksaborida Lantana* [High-Performance Electron Emitter on the Basis of Lanthanum Hexaboride] (Moscow: Energoatomizdat: 1987) (in Russian).
12. М. А. Кривоглаз, *Дифракция Рентгеновских Лучей и Нейтронов в Неидеальных Кристаллах* [X-Ray and Neutron Diffraction in Nonideal Crystals] (Kiev: Naukova Dumka: 1983) (in Russian).
13. О. П. Карасевская, *Металлофиз. Новейшие Технол.*, **22**, No. 11: 44 (2000) (in Russian).
14. М. М. Мышляев and В. И. Бетехтин, *Физ. Мет. Металловед.*, **22**, No. 1: 142 (1966) (in Russian).
15. P. I. Loboda, *Mater. Sci.*, **35**, No. 4: 552 (1999).