

## **Использование скорости ультразвука для исследования особенностей формирования структуры псевдосплава Fe—Cu—Mo**

Е. А. Козирацкий, А. Н. Колесников, О. И. Гетьман,  
П. Я. Радченко, О. В. Талько

Институт проблем материаловедения им. И. Н. Францевича НАН  
Украины, Киев, e-mail: otchel57@ipms.kiev.ua

*Представлены результаты исследования процесса формирования псевдосплавов на основе системы Fe—Cu—Mo при разных технологических режимах. Исследования проведены по следующей методологии: анализ образцов материала как объекта акустического контроля, акустическое моделирование, измерение акустических характеристик, определение характеристик упругости, сопоставительный анализ теоретических и экспериментальных результатов. Показано, что корректная постановка акустических исследований позволяет эффективно использовать ультразвуковые методы для отработки технологии формирования многофазных порошковых материалов.*

**Ключевые слова:** акустические методы, псевдосплав, медь, модуль Юнга.

### **Введение**

Псевдосплавы на основе Fe—Cu применяют в качестве материалов для электрических компонентов устройств, плавких вставок, а также для изготовления деталей, подверженных ударным нагрузкам, что требует от них высокой электропроводности, прочности и пластичности. Такие материалы относятся к системе с ограниченной растворимостью компонентов, поэтому отработка их состава предполагает контроль за изменением свойств в ходе технологического процесса. [1] Такой контроль может быть осуществлён по результатам измерения скоростей распространения упругих волн на разных стадиях изготовления материала [2].

### **Объект исследования**

Образцы исследуемых материалов (таблица) изготовлены методами порошковой металлургии путём прессования в цилиндрической пресс-форме смеси порошков железа, меди и молибдена с последующим спеканием. Размер исходных порошков составлял 0,5—5,0 мкм. Порошковые смеси приготовлены методом механического легирования в диспергаторе при совместном помоле промышленных порошков исходных металлов. Объемное соотношение Fe : Cu во всех смесях равно 2,33. Твердофазное спекание спрессованных образцов из приготовленных шихт с пористостью 27% осуществлено в водороде при температуре 1000 °С. Пористость образцов после спекания находилась в диапазоне 4—6%. Диаметр образцов составлял 9, а высота 3—4 мм, размер пор не превышал 6 мкм.

© Е. А. Козирацкий, А. Н. Колесников, О. И. Гетьман, П. Я. Радченко,  
О. В. Талько, 2018

**Т а б л и ц а 1. Плотность образцов в зависимости от длительности спекания**

Состав образца, % (мас.)	Плотность, г/см <sup>3</sup>				
	Время спекания, ч				
	0	1	2	4	8
70Fe—30Cu	7,0	7,2	7,35	7,49	7,68
68,6Fe—29,4Cu—2Mo	7,13	7,31	7,41	7,52	7,73
66,5Fe—28,5Cu—5Mo	7,32	7,48	7,61	7,74	7,88
63Fe—27Cu—10Mo	7,4	7,55	7,73	7,88	8,03

На рис. 1 приведена микроструктура образцов с различным содержанием молибдена после спекания в течение 8 ч. По данным рентгенофазового анализа образцов, после спекания молибден полностью растворяется в железе, а для образцов с 10% (мас.) Мо, что ниже предела растворимости Мо в Fe, фиксируется слабый пик  $Fe_3Mo_{(110)}$ , то есть наблюдается выделение интерметаллида. Кроме этого, образуются твердые растворы железа в меди и меди в железе. Однако с увеличением количества молибдена в образцах в медной фазе растворяется меньшее количество железа [3].

Таким образом, неоднородность сред исследуемых материалов на мезоуровне обусловлена наличием не только трех исходных фаз (Fe—Cu—Mo) и пористости, но и новых образований. Размеры этих структурных элементов (рис. 1) не превышают несколько десятков микрометров, значения акустических характеристик известны [4], поэтому такую среду на частотах менее 10 МГц упругая волна будет воспринимать как квазиоднородную, а скорость её распространения отображать эффективные свойства материала [5].

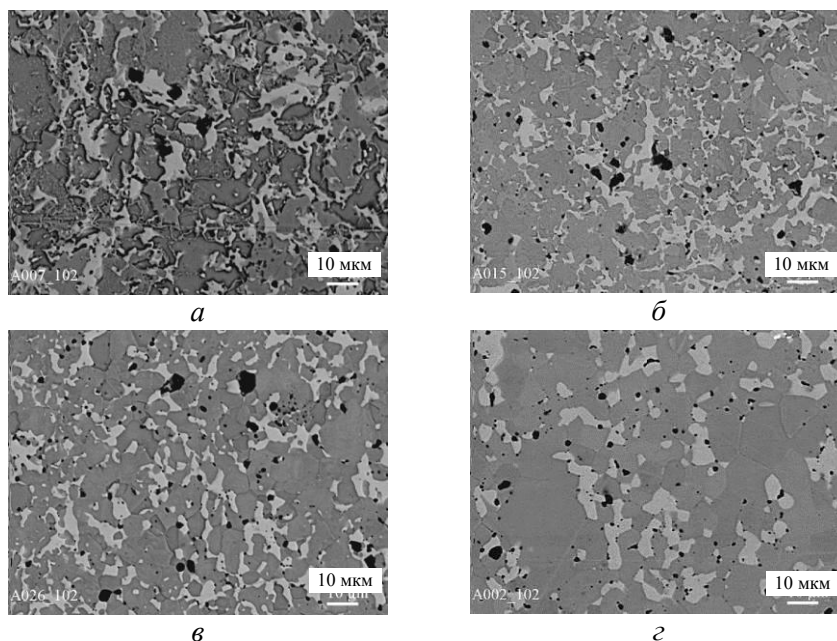


Рис. 1. Микроструктуры композитов с содержанием молибдена 0 (а), 2 (б), 5 (в) и 10% (г).

Для постановки измерительного эксперимента выбрана модель квазиоднородного трансверсально-изотропного упругого тела [6], позволяющая отображать порошковые материалы, получаемые по разным технологиям изготовления [7]. В рамках этой модели среду описывают характеристиками упругости в двух направлениях. Применительно к порошковым материалам — это направление прессования и перпендикулярное ему. Для оценки свойств упругости в заданном направлении используют жёсткость [8], связанную со скоростью распространения продольных упругих волн  $c_1$  в этом направлении формулой

$$\rho (c_1)^2, \quad (1)$$

где  $\rho$  — плотность материала.

### Методика и результаты измерений

Акустические исследования проводили на спеченных образцах. Скорость распространения продольной упругой волны измеряли на частоте 5 МГц импульсным методом калиброванного времени задержки [9] с ударным возбуждением колебаний излучающего преобразователя [10] при сквозном прозвучивании образца в направлении прессования  $F$  и в перпендикулярном ему (рис. 2). Метод реализован на базе комплекса для прецизионных акустических измерений, разработанного в ИПМ НАН Украины [11]. В качестве контактной жидкости применяли воду. Для защиты образца от воздействия контактной жидкости использовали пленку толщиной 0,13 мм. Толщину образцов  $h$  измеряли микрометром.

Скорости распространения упругой волны в направлении прессования  $c_{11}$  и в перпендикулярном ему  $c_{12}$  рассчитывали по формуле

$$C = \frac{h}{t_{\text{изм}} - t_0}, \quad (2)$$

где  $t_{\text{изм}}$  и  $t_0$  — измеряемое время и время систематической погрешности соответственно.

Для описанной методики погрешность определения скорости распространения упругой волны в исследуемых образцах составляла не более 1%. По результатам измерений оценивали степень анизотропии образцов как отношение скоростей, измеренных в двух направлениях [12]. Кинетика изменения анизотропии материала в процессе спекания показана на рис. 3. Видно, что при малых временах спекания наблюдается зависи-

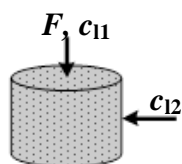


Рис. 2. Форма образцов в направлении прессования и прозвучивания.

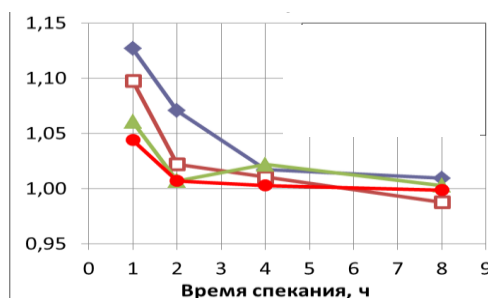


Рис. 3. Зависимости анизотропии от времени спекания для различных концентраций молибдена (% (мас.)): 0 (♦), 2 (□), 5 (Δ) и 10 (○).

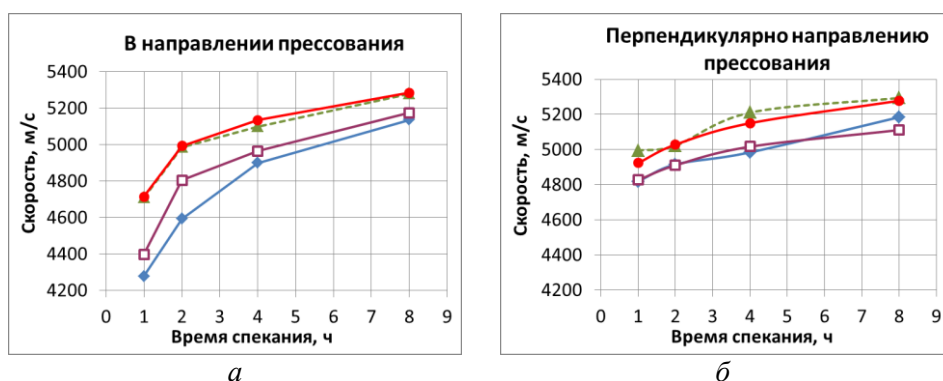


Рис. 4. Экспериментальные зависимости скорости распространения упругой волны, полученные в двух направлениях, от времени спекания для различных концентраций молибдена (% (мас.)):  $\blacklozenge$  — 0;  $\square$  — 2;  $\triangle$  — 5;  $\bullet$  — 10.

мость степени анизотропии от концентрации молибдена. Степень анизотропии образцов  $70\text{Fe}-30\text{Cu}$  без молибдена, спеченных в течение 1 ч, не превышает 1,15, в образцах состава  $63\text{Fe}-27\text{Cu}-10\text{Mo}$  она близка к величине 1,05. Однако с увеличением времени спекания с 2 до 8 ч анизотропия скорости распространения упругой волны практически отсутствует во всех образцах.

Зависимости скорости распространения упругой волны в образцах  $c_{11}$  и  $c_{12}$ , полученных при разном времени спекания для различных концентраций молибдена, приведены на рис. 4. Обе скорости для всех концентраций молибдена растут с увеличением длительности спекания. При малом времени спекания величины скорости в направлении прессования существенно меньше, чем в противоположном для всех концентраций молибдена. Начиная с 4 ч спекания их значения выравниваются, что можно объяснить более сильно выраженными релаксационными процессами при малом времени спекания. Увеличение концентрации молибдена до 5% (мас.) для любого времени спекания в обоих направлениях приводит к повышению скорости, но дальнейшее увеличение концентрации (до 10% (мас.)) уже не влияет.

### Оценка характеристик упругости

Учитывая незначительную анизотропию или её практическое отсутствие в спеченных образцах, для расчёта модулей упругости по экспериментальным значениям скоростей распространения упругих волн и оценки влияния на них пористости, а также для теоретических расчётов характеристик упругости по свойствам исходных компонентов использовали модель квазиоднородного изотропного линейно-упругого твёрдого тела, состояние которого описывают эффективными характеристиками упругости [5]:

$$c_1 = \left( \sqrt{\frac{E(1-\mu)}{\rho(1+\mu)(1-2\mu)}} \right), \quad (3)$$

где  $E$  — модуль упругости;  $\mu$  — коэффициент Пуассона. При расчётах экспериментальных значений модуля упругости принимали  $\mu = 0,3$  [4].

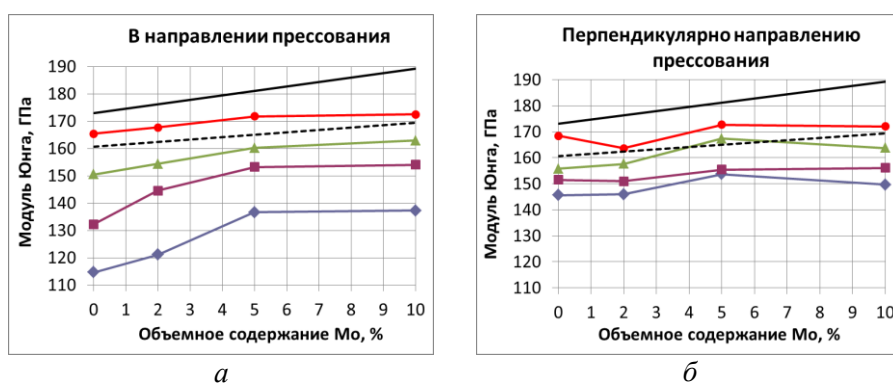


Рис. 5. Зависимости модуля упругости от концентрации молибдена в двух направлениях для разного времени спекания: экспериментальные (ч):  $\blacklozenge$  — 1;  $\blacksquare$  — 2;  $\blacktriangle$  — 4;  $\bullet$  — 8; теоретические: — — по Фойхту; - - - — по Рейессу.

Экспериментально полученные значения модуля упругости были приведены к беспористому состоянию в соответствии с формулой [7]

$$E = E_0(1 - \theta)^2, \quad (4)$$

где  $E_0$  — модуль Юнга беспористого материала;  $\theta$  — пористость. Это позволило сопоставить их с теоретическими значениями по вилке Фойхта и Рейесса [13], которые учитывают только свойства исходных компонентов и их напряжённое состояние. Экспериментальные значения модуля упругости в зависимости от концентрации молибдена для разного времени спекания и результаты теоретических расчетов приведены на рис. 5.

Модуль упругости повышается с увеличением времени спекания для всех образцов и достигает значения  $170 \pm 3$  ГПа при времени спекания 8 ч. Объемное содержание молибдена приводит к увеличению модуля упругости только при малых (до 5% (об.)) значениях со скоростью тем ближе к теоретической, чем больше время спекания, а затем  $E$  перестаёт расти, что согласуется с результатами рентгенофазового анализа. Отличие теоретических зависимостей от экспериментальных, особенно при малом содержании молибдена, может быть обусловлено тем, что расчет проводили для чистых металлов, а образцы состоят из твердых растворов металлов.

### Выводы

Подтверждено, что комплексный экспериментально-теоретический подход и корректная постановка эксперимента позволяют повысить информативность и надёжность акустических измерений.

В результате акустические исследования позволили определить характеристики упругости псевдосплавов на основе системы Fe—Cu—Mo. Спеченные образцы, полученные твердофазным спеканием, характеризуются изотропной величиной модуля Юнга, равной  $170 \pm 3$  ГПа.

Установлено влияние состава, структуры и технологии изготовления псевдосплавов на основе системы Fe—Cu—Mo на их характеристики упругости.

1. Безимянный Ю. Г. Акустичний контроль матеріалів з розвинутою мезоструктурою // Фізико-хімічна механіка матеріалів. — 2007. — № 4. — С. 53—65.

2. *Безымянный Ю. Г.* Дослідження впливу структури композита на основі мідного порошку із вольфрамовими вкрапленнями на швидкість поширення пружної хвилі / Ю. Г. Безымянный, Т. А. Епіфанцева, Є. О. Козирацький // Вестник Национального технич. ун-та "ХПИ": Сб. науч. трудов "Электроэнергетика и преобразовательная техника". — 2010. — № 12. — С. 148—155.
3. *Скорород В. В.* Механизм повышения физико-механических свойств спеченных железомедных композитов при легировании молибденом / [В. В. Скорород, О. И. Гетьман, В. В. Паничкина, и др.] // Порошковая металлургия. — 2017. — № 7/8. — С. 10—20.
4. *Физические величины: (Справ.)* / Под ред. И. С. Григорьева, Е. З. Мейлихова. — М. : Энергоатомиздат, 1991. — 1232 с.
5. *Безымянный Ю. Г.* Акустическое отображение материалов с развитой мезоструктурой // Акустичний вісник. — 2006. — 9, № 2. — С. 3—16.
6. *Алешин А. П.* Методы акустического контроля металлов / [А. П. Алешин, В. Е. Белый, А. Х. Вовилкин и др.]. — М. : Машиностроение, 1989. — 456 с.
7. *Роман О. В.* Ультразвуковой и резистометрический контроль в порошковой металлургии / О. В. Роман, В. В. Скорород, Г. Р. Фридман. — Минск : Вышэйш. школа, 1989. — 182 с.
8. *Тимошенко С. П.* Курс теории упругости. — Киев : Наук. думка, 1972. — 508 с.
9. *Труэлл Р.* Ультразвуковые методы в физике твёрдого тела / Р. Труэлл, Ч. Эльбаум, Б. Чик. — М. : Мир, 1972. — 308 с.
10. *Неразрушающий контроль: (Справ.)*. В 7 т. / Под общ. ред. В. В. Клюева. Т. 3: И. Н. Ермолов, Ю. В. Ланге. Ультразвуковой контроль. — М. : Машиностроение, 2004. — 864 с.
11. *Безымянный Ю. Г.* Возможности акустических методов при контроле структуры и физико-механических свойств пористых материалов // Порошковая металлургия. — 2001. — № 5/6. — С. 23—33.
12. *Безымянный Ю. Г.* Исследование анизотропии свойств порошкового железа / [Ю. Г. Безымянный, В. В. Скорород, О. В. Талько, Г. Р. Фридман] // Там же. — 2006. — № 3/4. — С. 88—97.
13. *Скорород В. В.* Теория физических свойств пористых и композиционных материалов и принципы управления их микроструктурой в технологических процессах // Там же. — 1995. — № 1—2. — С. 53—70.

### **Використання швидкості ультразвуку для дослідження особливостей формування структури псевдосплаву Fe—Cu—Mo**

Є. О. Козирацький, А. М. Колесніков, О. І. Гетьман,  
П. Я. Радченко, О. В. Талько

*Представлено результати дослідження процесу формування псевдосплавів на основі системи Fe—Cu—Mo за різних технологічних режимів. Дослідження проведено за такою методологією: аналіз зразків матеріалу як об'єкта акустичного контролю, акустичне моделювання, вимір акустичних характеристик, визначення характеристик пружності, порівняльний аналіз теоретичних і експериментальних результатів. Показано, що коректна постановка акустичних досліджень дозволяє ефективно використовувати ультразвукові методи для відпрацювання технології формування багатозональних порошкових матеріалів.*

**Ключові слова:** акустичні методи, псевдосплав, мідь, модуль Юнга.

## **Use of the ultrasound for the study of the formation features of the structure of pseudo-alloy Fe—Cu—Mo**

E. A. Koziratskiy, A. N. Kolesnikov, O. I. Getman,  
P. Ya. Radchenko, O. V. Talco

*The paper presents the results of the study of the formation of pseudo-alloys based on the Fe—Cu—Mo system under different technological modes. The studies were carried out according to the following methodology: analysis of material samples as an object of acoustic control, acoustic modeling, measurement of acoustic characteristics, determination of elastic characteristics, comparative analysis of theoretical and experimental results. It is shown that the correct formulation of acoustic research makes it possible to effectively use ultrasonic methods for developing the technology of forming multiphase powder materials.*

**Keywords:** *acoustic methods, pseudo-alloy, copper, Young's modulus.*