



УДК 669.187.58

ДИССИПАТИВНЫЕ СВОЙСТВА НАНОКОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ СИСТЕМЫ Fe–Cu

А. И. Устинов, В. С. Скородзиевский,
В. Н. Тараненко, В. А. Теличко

Исследованы механические и диссипативные свойства наноструктурированных вакуумных конденсатов Fe–Cu с содержанием меди 19 и 40 мас. % в их исходном состоянии (осаждение при $T_c = 270$ °C) и после изотермического отжига при $T = 650$ °C. Микротвердость HV обоих конденсатов в исходном состоянии составляла 5,5 ГПа и не изменялась после отжига, тогда как рассеяние механической энергии в отожженных конденсатах увеличивалось, причем уровень логарифмического декремента для конденсата Fe–40 % Cu в 2,0...2,5 раза превышал соответствующие его значения для конденсата Fe–19 % Cu. Отмечается также относительно высокая устойчивость значений логарифмического декремента для конденсатов обоих составов при циклической деформации в температурном интервале 20...300 °C.

Mechanical and dissipative properties of nanostructured vacuum condensates Fe–Cu with 19 and 40 mas. % content of copper in their initial state (deposition at $T_c = 270$ °C) and after isothermal annealing at $T = 650$ °C are studied. Microhardness HV of both condensates in initial state was 5.5 GPa and was not changed after annealing, whereas dissipating of mechanical energy in annealed condensates increased, the level of logarithmic decrement for condensate Fe–40 % Cu 2.0...2.5 times increased the relative its values for condensate Fe–19 % Cu. The relatively high stability of values of logarithmical decrement for condensates of both compositions at cyclical deformation in the temperature interval 20...300 °C is also noted.

Ключевые слова: вакуумные конденсаты Fe–Cu; наноструктура; микротвердость; логарифмический декремент

Композитные сплавы Fe–Cu отличаются сочетанием хороших механических свойств и повышенной демпфирующей способности при температурах до 450 °C [1, 2]. Низкая взаимная растворимость меди и железа [3] способствует устойчивости их структуры и, следовательно, термической стабильности механических свойств, которые, кроме состава композита, определяются размерами его структурных элементов, зависящими в значительной мере от технологии получения материала.

В работе [4] показано, что в вакуумных конденсатах Fe–Cu, осаждаемых при температурах подложки ниже 400 °C, формируется зерно размером 0,3...0,5 мкм. Для них зависимость микротвердости HV от состава описывается широким максимумом (5,5 ГПа), а положение отвечает содержанию меди 30 мас. %*. Показано также, что исходные конденсаты на основе железа (содержание меди 20...40 %)

находятся в неравновесном состоянии: методами рентгеновского анализа и электронной микроскопии для них обнаружены только рефлексы ОЦК-железа. Отжиг конденсатов указанных составов при $T = 420$ °C приводил к выделению в матричном ОЦК-зерне наноразмерных частиц меди с ГЦК-решеткой [4].

В работе [6] показано, что вакуумные конденсаты Cu–Fe на основе меди (содержание железа до 7 %) отличаются высоким уровнем рассеяния механической энергии, однако их микротвердость HV составляет 2,0...2,2 ГПа, т. е. в 2,0...2,5 раза меньше, чем таковая конденсатов Fe–(20...40) % Cu. В настоящей работе исследовано влияние содержания меди на диссипативные свойства конденсатов Fe–19 % Cu и Fe–40 % Cu в исходном состоянии (после осаждения) и после термической обработки.

Объекты и методы исследования. Конденсаты Fe–19 % Cu и Fe–40 % Cu толщиной 60 мкм получены способом электронно-лучевого осаждения в ваку-

*Для сравнения, микротвердость композитов Fe–30 % Cu, получаемых способами порошковой металлургии, составляет 2,3 ГПа [5].
**Сплав ВТ1-0 характеризуется повышенной упругостью и низким уровнем рассеяния механической энергии в интервале $T = 20...400$ °C [1], необходимыми при исследовании диссипативных свойств конденсатов, осаждаемых на подложку в качестве покрытий.

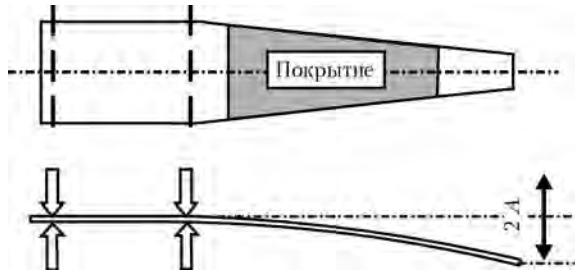


Рис. 1. Схематическое изображение формы и знакопеременной деформации образца с покрытием; A – амплитуда колебаний свободного конца образца

уме паровых фаз компонентов при их совместном испарении из двух независимых испарителей. Осаждение конденсатов производили при температуре 270 °С на подложки толщиной 1,8 мм, изготовленные из листа титанового сплава ВТ1-0**. При двукратной разнице в содержании меди полученные конденсаты характеризовались примерно одинаковой микротвердостью $HV \approx 5,2$ ГПа.

Диссипативные свойства конденсатов исследовали на лабораторной установке [7] при консольном закреплении образцов с конденсатами, осажденными в виде покрытий (рис. 1). Исходные данные, амплитудные зависимости логарифмического декремента (ЛД) $\delta_1(A)$ для образцов с покрытиями получали из осциллограмм затухающих изгибных колебаний частотой 130... 140 Гц.

Амплитудные зависимости $\delta_1(A)$ измеряли при нагреве конденсатов в интервале 20... 450 °С. Амплитудные зависимости ЛД, относящиеся к материалу конденсатов $\delta(\epsilon)$, где ϵ – амплитуда деформации однородно деформируемого покрытия, определяли расчетным методом [8] на основе экспериментальных данных $\delta_1(A)$.

Микротвердость конденсатов измеряли на их поперечных шлифах по методу Виккерса с использованием оптического микроскопа «Polyvar Met» при постоянной нагрузке на индентор 49 мН длительностью 10 с. Погрешность измерений не превышала $\pm 10\%$.

Конденсаты исследовали в исходном состоянии и после термической обработки, изотермического отжига в вакууме при $T = 650$ °С в течение 2 ч. С целью учета вклада подложки в общее рассеяние энергии

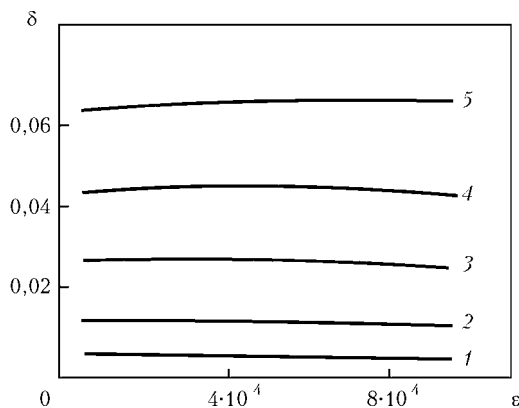


Рис. 2. Влияние температуры на амплитудную зависимость ЛД конденсата Fe–19 % Cu в исходном состоянии кривые: 1–5 – соответствуют значениям температуры 20, 250, 350, 400, 450 °С

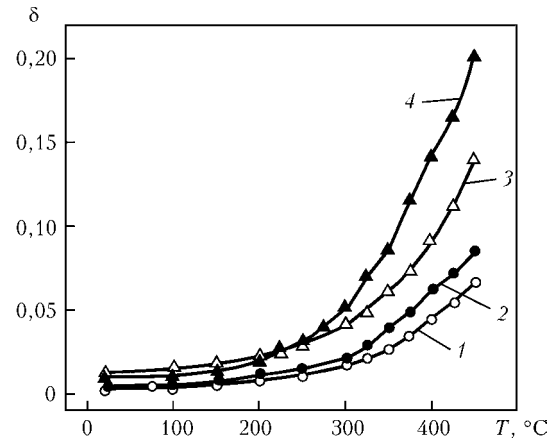


Рис. 3. Температурная зависимость ЛД для конденсатов Fe–19 % Cu (1, 2) и Fe–40 % Cu (3, 4) в исходном состоянии (1, 3) и после отжига при $T = 650$ °С (2, 4); сечение кривых $\delta(\epsilon)|_T$ на уровне $\epsilon = 6 \cdot 10^{-4}$

образцами с покрытиями измеряли амплитудные зависимости ЛД для образцов без покрытия в исходном состоянии и после их изотермического отжига.

Экспериментальные результаты. Рассеяние энергии для конденсата Fe–19% Cu в исходном состоянии характеризовалось амплитудной независимостью ЛД. С повышением температуры до 450 °С отмечено приблизительно одинаковое его увеличение во всем интервале амплитуд деформации (рис. 2). При комнатной температуре значения ЛД не превышали $2 \cdot 10^{-3}$. С повышением температуры они несколько увеличивались, начиная с $T = 250$ °С, а затем резко возрастали до $6,5 \cdot 10^{-2}$ при $T = 450$ °С (рис. 3, кривая 1).

Для конденсата Fe–40 % Cu в исходном состоянии ЛД в 2,0... 2,5 раза превышали соответствующие его значения, полученные для конденсата Fe–19 % Cu. Кроме того, рассеяние энергии в конденсате Fe–40 % Cu приобретало амплитудно-зависимый вид при повышенных температурах (рис. 4, кривая 3). Как и для конденсата Fe–19 % Cu, при его нагреве зафиксировано резкое увеличение ЛД, начиная с $T = 250$ °С (рис. 3, кривая 3).

Влияние изотермического отжига конденсатов Fe–19 % Cu и Fe–40 % Cu на их характеристики рассеяния механической энергии отражено на рис. 3 и 4. Видно, что для обоих конденсатов ЛД превышает соответствующие его значения, полученные для их исходного состояния, в особенности со стороны больших амплитуд деформации. Для них, как и в исходном состоянии, зафиксировано резкое нарастание ЛД при $T > 250$ °С (рис. 3, кривые 2, 4).

Следует отметить, что микротвердость обоих конденсатов практически не изменилась в результате термической обработки. Для отожженных конденсатов ее значения (5,2 и 5,15 ГПа соответственно для Fe–19 % Cu и Fe–40 % Cu) не отличались в пределах погрешности измерений $\Delta HV = \pm 0,5$ ГПа от микротвердости в их исходном состоянии (соответственно 5,3 и 5,2 ГПа для Fe–19 % Cu и Fe–40 % Cu).

Стабильность характеристик рассеяния энергии. Исследовали влияние термических циклов нагрев–

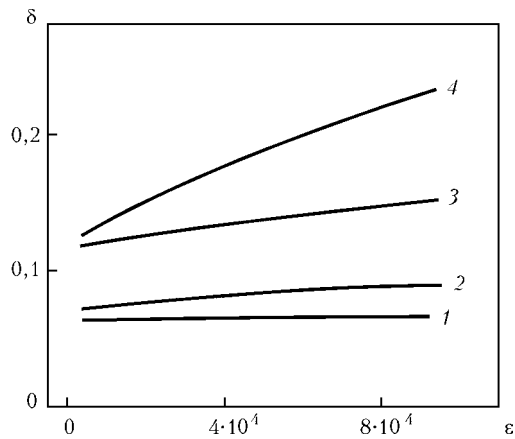


Рис. 4. Амплитудные зависимости ЛД конденсатов Fe-19 % Cu (1, 2) и Fe-40 % Cu (3, 4) при $T = 450$ °C: 1, 3 — исходное состояние; 2, 4 — после отжига при $T = 650$ °C

охлаждение и длительности знакопеременной деформации образцов с покрытиями на рассеяние в них механической энергии. Термическую устойчивость характеристик рассеяния энергии конденсатов оценивали путем сравнения промежуточных зависимостей $\delta_1(A)|_T$, полученных при одинаковых температурах в ходе нагрева образцов до 450 °C и последующего охлаждения.

Для образцов с конденсатами обоих составов в исходном состоянии и после их изотермического отжига зафиксировано практически полное совпадение кривых $\delta_1(A)|_T$, как это показано на примере образца с покрытием Fe-19 % Cu (рис. 5).

Испытания на циклическую устойчивость характеристик рассеяния энергии конденсатов проводили при нагреве образцов до 200 и 300 °C, после чего их подвергали знакопеременной деформации с амплитудой $\epsilon_m = 7 \cdot 10^{-4}$ и длительностью до $N = 5 \cdot 10^5$ цикл. (ϵ_m — максимальная амплитуда деформации покрытия вблизи корневого участка образца).

Полученные зависимости $\delta_1(A)$ до начала и в ходе циклической деформации образцов полностью совпадали в интервале значений амплитуды деформации $5 \cdot 10^{-5} < \epsilon_m < 5 \cdot 10^{-4}$ (рис. 6, кривые 1-3). Частичное уменьшение ЛД при значении амплитуды

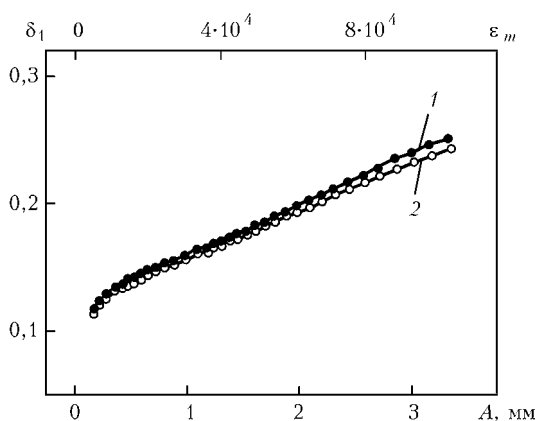


Рис. 5. Амплитудные зависимости ЛД для образца с неотожженным покрытием Fe-19 % Cu, измеренные при промежуточной температуре 250 °C в ходе нагрева образца до 450 °C (1) и последующего охлаждения (2)

ды $\epsilon_m > 6 \cdot 10^{-4}$ объясняется уменьшением вклада подложки в общее рассеяние энергии образца с покрытием в результате наклепа подложки в месте ее зажима (рис. 6, кривые 1', 3').

Анализ экспериментальных данных. Линейная, слабо выраженная амплитудная зависимость ЛД характерна для упрочненных металлов, когда действующие напряжения недостаточны для срыва и перемещения дислокаций [2] или их перемещение становится невозможным в среде плотной сетки дислокаций [9]. Подобный характер рассеяния энергии в исследуемых конденсатах Fe-Cu может также свидетельствовать об ограниченном в пространстве действии центров рассеяния энергии.

Упрочнение металлов с уменьшением размера зерна связывают со снижением количества дислокаций, способных перемещаться в теле зерен [10], в результате механические свойства металлов с субмикронным и меньшим зерном становятся зависимыми и от сопротивления деформации по границам зерен [11]. Для таких материалов рассеяние механической энергии, связанное с перестройкой атомных конфигураций на их границах, может становиться соизмеримым с рассеянием, обусловленным движением дислокаций внутри зерен, или превышать его [12].

В исследуемых конденсатах с размером матричного зерна 0,3...0,5 мкм зернограницный фактор усиливается наличием в них наноразмерных частиц меди, сопряженных с ОЦК-матрицей или выделившихся в ней при изотермическом отжиге. Разрыв их когерентной связи приводит к образованию дополнительных структурных нарушений на границах железо-медь и в результате — к увеличению рассеяния энергии в отожженных конденсатах.

Из сравнения амплитудных зависимостей $\delta(\epsilon)$ для конденсатов обоих составов (рис. 4) видно, что рассеяние энергии в значительной мере зависит от содержания в них меди; причем резкое увеличение ЛД проявляется при температурах более 250 °C,

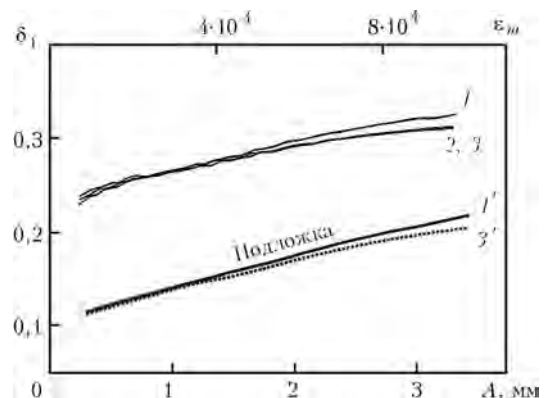


Рис. 6. Амплитудная зависимость ЛД образца без покрытия и с покрытием Fe-40 % Cu, отожженного при $T = 650$ °C, от длительности циклической деформации при $T = 250$ °C: 1, 1' — исходное состояние образца соответственно с покрытием и без; 2 — образец после $N = 1 \cdot 10^5$ цикл.; 3, 3' — образец соответственно с покрытием и без после $N = 3 \cdot 10^5$ цикл.; максимальная амплитуда деформации покрытия $\epsilon_m = 7,5 \cdot 10^{-4}$



Модули упругости конденсатов Fe–Cu и амплитуды действующих знакопеременных напряжений при их испытаниях в интервале температуры 20... 450 °С

T, °С	Fe–19 % Cu			Fe–40 % Cu		
	E, ГПа	σ, МПа		E, ГПа	σ, МПа	
		min	max		min	max
20	200	10,0	200	180	9,0	180
250	185	9,0	185	170	8,0	170
450	170	8,0	170	150	7,5	150

Примечание. Оценку модулей упругости конденсатов проводили в приближении правила смесей, $E(T) = (1 - \nu)E_{Fe}(T) + \nu E_{Cu}(T)$, где ν — объемная доля меди в конденсате, а также с использованием литературных данных для модулей упругости меди [2] и железа [15] в интервале значений температуры 20... 450 °С.

что указывает на термически активированный характер процессов перестройки атомной структуры.

Следует отметить, что интенсивное рассеяние энергии при $T = 230... 350$ °С, обусловленное зернограничной диффузией, присуще чистой меди и зафиксировано как на образцах с крупным зерном [13], так и на ее пленках [14]. Приведенные данные позволяют полагать, что важным фактором, определяющим вклад медной компоненты в рассеяние энергии конденсатами Fe–Cu, является низкая, по сравнению с железом, температура плавления меди.

Необходимо также отметить, что с повышением температуры конденсатов значения ЛД для них увеличиваются во всей области амплитуд деформации, начиная с наименьших — примерно $\varepsilon \approx 5 \cdot 10^{-5}$ (рис. 2, 4), что свидетельствует об иницировании зернограничных процессов в полях малых внешних напряжений с амплитудой $\sigma \approx 7... 10$ МПа, где $\sigma = \varepsilon \cdot E$; E — модуль упругости конденсата (таблица).

Тем не менее, можно предположить, что дальнейшее увеличение прилагаемых напряжений, вплоть до $\sigma = 200$ МПа ($\varepsilon \approx 1 \cdot 10^{-3}$), не приводит к разрушению конденсатов по границам зерен. Такое предположение представляется оправданным, если принять во внимание циклическую устойчивость амплитудных зависимостей δ_1 (рис. 6), а также достаточно большую разницу между максимальной амплитудой прилагаемых напряжений и пределом текучести ($\sigma = 200$ МПа и $\sigma_T = 1,8$ ГПа)*.

Наноразмерный масштаб сегрегаций или выделившихся частиц меди позволяет рассматривать конденсаты Fe–Cu как дисперсно-упрочненные системы. Вместе с тем отсутствие заметной разницы микротвердости в неотожженном и отожженном состояниях указывает на то, что их прочностные свойства в значительной мере обусловлены размером структурных элементов.

Выводы

1. Установлено, что увеличение содержания меди в осажденных при температуре подложки 270 °С вакуумных конденсатах Fe–Cu от 19 до 40 % обуславливает двукратное повышение их характеристик рассеяния механической энергии в интервале температур 250... 450 °С.

2. Показано, что выделение наноразмерных частиц меди в зерне железа при отжиге конденсатов Fe–19 % Cu и Fe–40 % Cu обуславливает увеличение характеристик рассеяния энергии на 15... 25 % без заметного уменьшения их твердости.

1. Писаренко Г. С., Яковлев А. П., Матвеев В. В. Вибропоглощающие свойства конструкционных материалов. — Киев: Наук. думка, 1971. — 375 с.
2. Головин С. А., Пушкар А., Левин Д. М. Упругие и демпфирующие свойства конструкционных металлических материалов. — М.: Металлургия, 1987. — 192 с.
3. Elliot R. P. Constitution of binary alloys, 1st Suppl., McGraw-Hill. — New York, 1965. — 674 p.
4. Структура и механические свойства нанокомпозитов Fe–Cu, полученных осаждением паровых фаз / А. И. Устинов, Л. А. Олиховская, Т. В. Мельниченко и др. // HighMatTech-2009: Тез. докл. (Киев, 19–23 окт. 2009). — Киев, 2009. — С. 295.
5. Филиппов Н. И. Получение и свойства сверхмелкозернистых железомедных псевдосплавов. — Киев: ИПМ НАН Украины, 2002. — С. 67–80.
6. Influence of Fe-additives on the microstructure and mechanical properties of vacuum condensates of copper // A. I. Ustinov, V. S. Skorodzievskii, O. V. Feslun et al. // Material engineering. — 2010 (to be published).
7. Устинов А. И., Мовчан Б. А., Скороdzievский В. С. Исследование демпфирующей способности плоских образцов из титанового сплава Ti–6 % Al–4 % V с покрытиями из олова и иттрия // Пробл. прочности. — 2001. — № 4. — С. 55–61.
8. Устинов А. И., Скороdzievский В. С., Косенко Н. С. Изучение диссипативных свойств однородных материалов, осажденных в виде покрытий. Сообщение 2. Метод определения амплитудной зависимости истинного декремента колебания материала покрытия // Там же. — 2007. — № 6. — С. 134–143.
9. Валиев Р. З., Корзников А. В., Мулюков Р. Р. Структура и свойства металлических материалов с субмикроструктурной структурой // Физика металлов и металлургия. — 1992. — № 4. — С. 70–86.
10. Андриевский Р. А., Глезер А. М. Размерные эффекты в нанокристаллических материалах. 1. Особенности структуры. Термодинамика. Фазовые равновесия. Кинетические явления // Там же. — 1999. — № 1. — С. 50–73.
11. Фирстов С. А. Особенности деформации и разрушения микро- и нанокристаллических материалов // Прогрессивные материалы и технологии: Сб. науч. ст. — Киев, 2003. — Т.2. — С. 610–630.
12. Ke T. Модель границ зерен и механизм вязкого межкристаллитного скольжения // Упругость и неупругость металлов: Сб. ст. — М.: Инстр. лит-ра, 1954. — С. 271–306.
13. Choi D-H., Nix W. D. Anelastic behavior of copper thin films on silicon substrates: Damping associated with dislocations // Acta Materialia. — 2006. — № 54. — P. 679–687.
14. Warner D. H., Sansoz F., Molinari J. F. Atomistic based continuum investigation of plastic deformation in nanocrystalline copper // Intern. J. of Plasticity. — 2006. — № 22. — P. 754–774.
15. Бозорт Р. Ферромагнетизм. — М.: Инстр. лит-ра, 1956. — 784 с.

Ин-т электросварки им. Е. О Патона НАН Украины, Киев

Ин-т металлофизики им. Г. В. Курдюмова

НАН Украины, Киев

Поступила 14.12.2009

*Оценку предела текучести металлов можно производить по данным микротвердости, используя приближение $\sigma_T \approx HV/3$ (например для меди в работе [14]). При таком подходе для исследуемых конденсатов Fe–Cu получим $\sigma_T \approx 1,8$ ГПа при $T = 20$ °С, что на порядок больше, чем максимальная амплитуда прилагаемого знакопеременного напряжения.