



УДК 669.187.826

ВЗАИМОСВЯЗЬ СТРУКТУРЫ, МИКРОСКОПИЧЕСКОГО ПРЕДЕЛА УПРУГОСТИ И ВНУТРЕННЕГО ТРЕНИЯ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ, ПОЛУЧЕННЫХ СПОСОБАМИ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ ТЕХНОЛОГИИ

Т. Т. Могильникова, Л. М. Нероденко, Б. А. Мовчан

Представлены результаты определения микроскопического предела упругости и характеристик внутреннего трения чистых металлов, дисперсно-упрочненных и микрослойных материалов, полученных способами электронно-лучевого испарения и конденсации в вакууме. Установлено существование немонотонной зависимости характеристик рассеяния энергии и микроскопического предела упругости от структуры, формирующейся в процессе получения и последующей обработки материала.

Results of determination of a microscopic limit of elasticity and characteristics of internal friction of pure metals, dispersion-strengthened and micro-layer materials, produced by methods of electron beam evaporation and condensation in vacuum, are presented. The existence of non-monotonous dependence of characteristics of energy dissipation and microscopic limit of elasticity on structure, formed in the process of producing and subsequent processing of material, was established.

Ключевые слова: электронно-лучевое испарение; конденсированные материалы; микроскопический предел упругости; логарифмический декремент затухания; фон внутреннего трения

Микроскопический предел упругости, характеризующий начало развития необратимых пластических изменений в материале, определяется в значительной мере дислокационной структурой, формирующейся в процессе получения и последующей обработки материала. Внутреннее трение также является наиболее структурно чувствительным свойством металлов и сплавов.

В работах [1–4] установлена немонотонная зависимость микроскопического предела упругости τ_s ряда металлических материалов с разной предысторией от уровня предварительной пластической деформации, осуществляемой одноосным растяжением чистых металлов (медь, никель), концентрации фазы в двухфазных NiCr–Al₂O₃, Fe–Pb и толщины слоя в микрослойных Fe/Cu конденсированных материалах.

В данной статье представлены результаты исследования взаимосвязи структуры, микроскопического предела упругости и внутреннего трения различных материалов.

Чистые металлы (медь, никель) получены способом электронно-лучевого переплава; двухфаз-

ные NiCr–Al₂O₃, Fe–Pb и микрослойные Fe/Cu — способом электронно-лучевого испарения с последующей конденсацией на металлическую подложку, на которую наносили разделительный слой ZrO₂. Детальнее методика получения материалов изложена в работах [1–4].

Микроскопический предел упругости τ_s определяли с помощью внутреннего трения, измеряемого в условиях одновременного воздействия на образец периодических, возникающих под влиянием крутильных свободно затухающих колебаний и монотонно нарастающих с течением времени дополнительных касательных напряжений [5]. Измеряемое внутреннее трение δ состоит из фона внутреннего трения δ_0 (определяется движением дислокаций) и потерь энергии на микропластическую деформацию $\delta_{пл}$. Затраты упругой энергии в основном связаны с образованием новых дислокаций [6]: $\delta = \delta_0 + \delta_{пл}$. Значения τ_s принимались как наибольшие упругие напряжения, при которых потери на микроскопическую деформацию равны нулю [5]. Начальная амплитуда деформации, возникающая под действием знакопеременного напряжения, не превышала $1 \cdot 10^{-5}$ отн. ед.

Дополнительное касательное напряжение было значительно ниже макроскопического предела упругости и не превышало $1/3 \tau_{0,2}$. В экспериментах с



различными материалами скорость нарастания дополнительного напряжения составляла 1,23... 6,00 МПа/с. Частота крутильных колебаний изменялась от 0,5 до 12,8 кол/с. Опыты проводили в амплитудно-независимой области при комнатной температуре.

Структуру образцов изучали с помощью электронного микроскопа JSEM-200 [2, 7].

Влияние предварительной пластической деформации на структуру, микроскопический предел упругости и внутреннее трение. Никель. Массивные образцы из никеля чистотой 99,99 % отжигали в вакууме при 700 °С в течение 1 ч, затем деформировали одноосным растяжением при 20 °С в интервале деформаций 0... 24 %. Изменение значений микроскопического предела упругости τ_s , внутреннего трения δ и фона внутреннего трения δ_0 в зависимости от предварительной пластической деформации показаны на рис. 1. Из работы [7] следует, что при деформации 2... 8 % образуется ячеистая структура со средним размером ячейки 1,3 мкм. При увеличении деформации до 16 % происходит уменьшение размера ячейки с 1,3 до 0,6 мкм. По-видимому, при напряжениях, превышающих значение τ_s , срабатывают наиболее длинные источники дислокаций. По мере упрочнения образца напряжение τ_s возрастает, в работу включаются новые, более короткие источники, значения длины сегментов которых удовлетворяют условиям, обеспечивающим генерацию дислокаций. Одновременно могут возобновить работу заблокированные источники.

При $\epsilon \approx 16\%$ τ_s имеет максимальное значение. По мере повышения τ_s уровень внутреннего трения снижается и достигает минимального значения при деформации, соответствующей максимальному значению τ_s . При указанной деформации зафиксированы структурные изменения, связанные с динамическим возвратом: частичный распад ячеистой структуры и образование плотных вытянутых дислокационных скоплений (фрагментов) с угловой разориентацией 3... 5°.

Наибольшая ширина фрагментов составляет 0,95... 1,00 мкм. Указанные процессы обуславли-

ют снижение значения τ_s (рис. 1). Не исключено при увеличении деформации возникновение нарушений сплошности различного рода, которые могут стать концентраторами напряжений и сопровождаться снижением уровня τ_s , поскольку микропластическая деформация будет происходить в наиболее перенапряженных микрообластях при более низких значениях τ_s . Эти предположения согласуются с экспериментальными данными, приведенными в работах [8–11]. Так, в [8] понижение плотности материала объясняется наличием микротрещин, образовавшихся в процессе пластической деформации аустенитной стали. В работах [9, 10] зафиксировано рассеяние света на ультрамикроскопических неоднородностях, образовавшихся в процессе пластической деформации. Наличие микротрещин обнаружили также в процессе автоионно-микроскопического изучения структуры предварительно деформированного растяжением вольфрама при деформациях, соответствующих III стадии упрочнения [11].

Одновременно со снижением значения τ_s при деформации более 16 % отмечено возрастание внутреннего трения δ , а также фона внутреннего трения δ_0 . Очевидно, микроструктура, формирующаяся в результате предварительной пластической деформации, определяет фон внутреннего трения при каждой заданной деформации. Таким образом, повышение рассеяния энергии происходит не только за счет потерь на микропластическую деформацию $\delta_{пл}$, но и увеличения фона внутреннего трения.

Медь. Массивные образцы из бескислородной меди чистотой 99,85 % отжигали в вакууме при 700 °С в течение 1 ч, затем подвергали предварительному деформированию растяжением 0... 35 %. Представленные на рис. 1, б результаты определения зависимости τ_s , δ и δ_0 от степени деформации меди аналогичны данным, полученным для никеля (рис. 1, а).

Согласно результатам электронно-микроскопических исследований [2], при деформации около 2 % образуется ячеистая структура со средним размером ячейки 1,8... 2,0 мкм. По мере увеличения деформации примерно до 8 % размер ячейки умень-

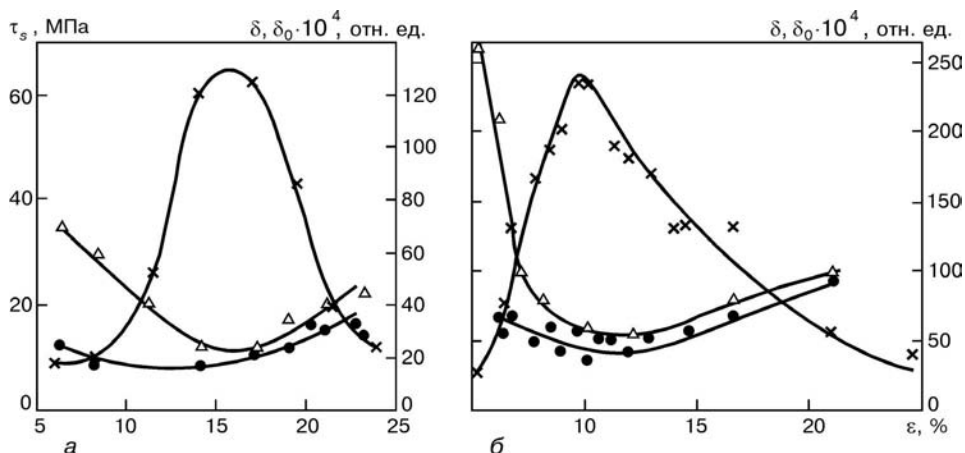


Рис. 1. Зависимость τ_s , δ и δ_0 от предварительной пластической деформации никеля (а) и меди (б); здесь и на рис. 2–4: Δ — δ ; \bullet — δ_0 ; \times — τ_s

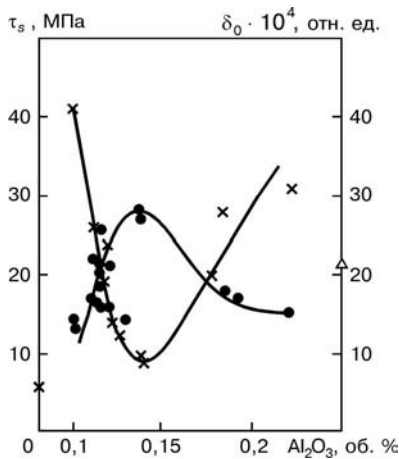


Рис. 2. Влияние низкого содержания второй фазы на τ_s и δ_0 в конденсированных материалах NiCr-Al₂O₃

шается до 1,2 мкм. Величина τ_s достигает своего максимального значения при $\epsilon \sim 10\%$. При деформации более 10% происходит частичный распад ячеистой структуры, появляются границы фрагментов с углом разориентации примерно 1°.

Образование фрагментированной структуры, как и в никеле, сопровождается одновременным снижением значений τ_s , возрастанием фона внутреннего трения δ_0 и внутреннего трения δ . Исходя из того, что микропластическая деформация обусловлена в основном размножением дислокаций и предполагая, что оно происходит по механизму Франка-Рида, по значению τ_s оценили длину дислокационной петли, способной генерировать дислокации:

$$L_c = \frac{Gb}{\tau_s}, \quad (1)$$

где L_c — длина источника дислокаций; G — модуль сдвига; \mathbf{b} — вектор Бюргера.

При $\epsilon = 2\%$ $L_c = 2,05$ мкм, что совпадает с размером ячейки 1,8... 2,0 мкм. Деформация $\epsilon = 8\%$ соответствует $L_c = 0,61$ мкм, т. е. примерно в 2 раза меньше среднего размера ячейки. Это, по-видимому, обусловлено наличием значительного количества дислокаций во внутренних областях ячеек, которые могут служить стоками движению дислокаций, что приводит к повышению τ_s и обеспечивает работу источников при меньших значениях L_c .

Аналогично приведенной выше зависимости δ_0 в никеле и меди при механико-термической обработке (МТО) обнаружено [12] снижение фона внутреннего трения сплава ЭИ437А в зависимости от степени деформации. При этом значение δ_0 изменяется немонотонно, оно снижается при малых значениях МТО, а затем достигает минимума и снова возрастает.

Влияние концентрации упрочняющей фазы в дисперсно-упрочненных материалах на структуру, микроскопический предел упругости и внутреннее трение. Конденсированные материалы NiCr-Al₂O₃. В работах [3, 13] показана взаимосвязь между структурой материала и механическими свойствами

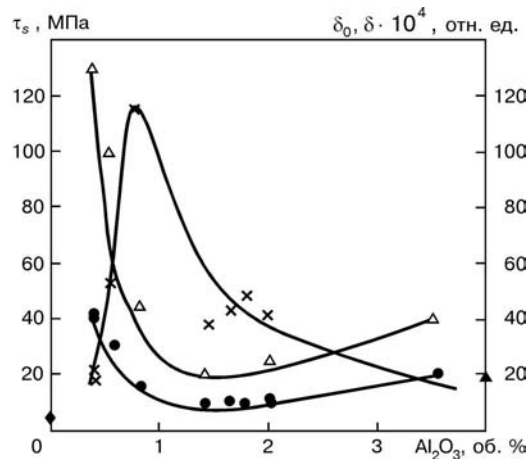


Рис. 3. Влияние высокого содержания второй фазы на τ_s , δ и δ_0 в конденсированных материалах NiCr-Al₂O₃

двухфазных материалов NiCr-Al₂O₃ (микроскопическим пределом упругости τ_s , пластичностью ϵ при одноосном растяжении, пределом текучести $\sigma_{0,2}$).

Материалы получены осаждением из паровой фазы с использованием электронно-лучевого испарения слитков Ni20Cr и прессованных штабиков Al₂O₃. Конденсаты имеют столбчатую структуру, частицы Al₂O₃ расположены в матрице Ni20Cr достаточно равномерно и отличаются практически сферической формой. С ростом содержания Al₂O₃ размер d частиц увеличивался от 10 до 50 нм, размер зерна матрицы Ni20Cr, определяемый шириной столбчатых кристаллитов, уменьшался от 60 мкм в матрице Ni20Cr примерно до 2,0... 2,5 мкм при массовой доле Al₂O₃ около 0,5... 0,7% [3, 13].

В данной работе исследовали взаимосвязь τ_s и характеристик δ и δ_0 . Экспериментально установлено, что при содержании упрочняющей фазы Al₂O₃ от 0 до приблизительно 0,8 об. % микроскопический предел упругости τ_s и внутренне трение изменяются немонотонно (рис. 2, 3). При этом следует отметить, что поведение τ_s , δ и δ_0 при малом содержании Al₂O₃ (0,1... 0,2 об. %) и более высоком (свыше 0,2 об. %) значительно отличается. При 0,1... 0,2 об. % Al₂O₃ τ_s резко снижается, достигая минимального значения около 0,15%. В предположении, что на начальной стадии микропластической деформации границы зерен могут служить источниками дислокаций и с учетом того, что с повышением количества упрочняющей фазы происходит измельчение зерна (увеличивается протяженность их границ), не исключено, что снижение τ_s обусловлено ростом интенсивности генерирования дислокаций. При объемной доле Al₂O₃ приблизительно 0,15% достигается такой размер зерна D и частиц Al₂O₃, когда выполняется соотношение

$$D = \Lambda; \quad \Lambda = \frac{2}{3} \frac{d}{f}, \quad (2)$$

где Λ — среднее свободное расстояние между частицами ($D = 8$ мкм; $\Lambda = 7,5$ мкм).

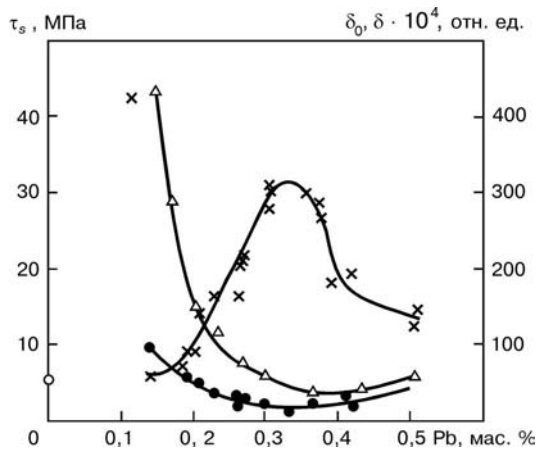


Рис. 4. Зависимость τ_s , δ и δ_0 от содержания свинца в конденсированных материалах Fe–Pb

В соответствии с [13], в этой области зафиксировано максимальное значение пластичности. При содержании 0,15 об. % Al_2O_3 рассеянная энергия достигает максимального значения, что согласуется с представленными в работе [3] минимальными значениями τ_s и $\sigma_{0,2}$, а также максимальными ϵ на кривой концентрационной зависимости $\sigma_{0,2}$ и ϵ . Эффект аномального снижения критической амплитуды напряжения γ'' , определяющей начало микропластического течения, выявлен при исследовании влияния незначительной доли примеси цинка на амплитудную зависимость внутреннего трения алюминия [14]. Снижение значения γ'' свидетельствует о разупрочнении материала, что подтверждается уменьшением уровня микротвердости.

Следует отметить, что атомы цинка в данном случае образуют когерентно связанные с матрицей сегрегации, генерирующие новые дислокации подобно карбидным включениям.

При содержании Al_2O_3 0,2... 0,6 об. % в структуре конденсатов выявлены скопления дислокаций вокруг частиц Al_2O_3 , что приводит к упрочнению материала и повышению значения τ_s вследствие уменьшения количества источников, способных генерировать дислокации при заданном напряжении. При содержании Al_2O_3 примерно 0,8... 1,0 об. % τ_s достигает максимального значения (рис. 3), рассеяние энергии при этом снижается, внутреннее трение достигает минимального уровня.

При объемной доле Al_2O_3 более 0,8 % значение τ_s снижается вследствие смены механизма, обеспечивающего начало микропластической деформации. В структуре матрицы материала появляются микродвойники. Поскольку критическое напряжение двойникования меньше критического скалывающего напряжения, процесс размножения дислокаций происходит при более низких значениях τ_s , при этом он сопровождается повышением рассеянной энергии. Вновь появившиеся дислокации могут задерживаться на границах двойников, образуя скопления с высокой локальной концентрацией напряжений. Если сумма напряжений (локальные + приложенные к образцу) достигнет уровня, необходимого

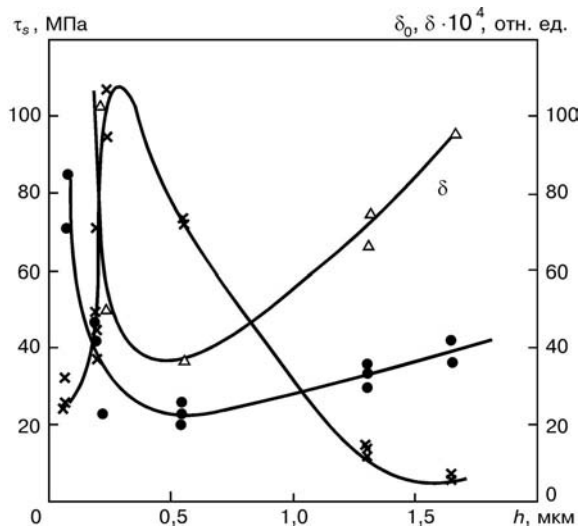


Рис. 5. Зависимость τ_s , δ и δ_0 от толщины h слоя в конденсированных микрослойных материалах Fe–Cu

для зарождения новых дислокаций, энергия, расходуемая на движение рожденных дислокаций, значительно возрастет, о чем свидетельствует увеличение значений δ по мере роста содержания Al_2O_3 .

Конденсированные материалы Fe–Pb. Конденсаты Fe–Pb с содержанием свинца до 2 % имеют двухфазную структуру, состоящую из твердой матрицы железа и мягких частиц свинца. Металлографические исследования показали, что частицы свинца распределены равномерно в железной матрице и имеют сферическую форму и средний размер частиц $d = 0,15$ мкм.

Следует отметить, что характер зависимости τ_s , δ и δ_0 от содержания свинца (рис. 4) аналогичен таковой для конденсата NiCr– Al_2O_3 (см. рис. 3), где матрица NiCr упрочняется твердыми частицами Al_2O_3 .

Конденсированные микрослойные материалы Fe/Cu. Микрослойные конденсаты Fe/Cu получены одновременным электронно-лучевым испарением в вакууме железа и меди из двух независимых источников с последующей конденсацией паров на предварительно нагретую до 600 °С вращающуюся подложку по способу, описанному в работе [15]. Объемная доля железа и меди составляет приблизительно 50 %. Слои железа и меди имели примерно равную толщину, которая изменяется от 0,07 до 32,00 мкм.

Исследованные конденсаты представляют собой поликристаллический материал с различной структурой железа и меди [16]. Микрослой железа отличаются столбчатой структурой, а высота зерен примерно равна их толщине. Слои меди характеризуются равноосными зернами. Структура поверхности раздела между слоями различных металлов, входящих в состав конденсата, подобна большеугловой межзеренной границе в поликристалле.

В работе [4] установлена немонотонная зависимость микроскопического предела упругости τ_s от толщины слоев Fe/Cu. Внутреннее трение при этом также изменяется немонотонно (рис. 5), характер



зависимости τ_s , δ_0 и δ обусловлен спецификой структуры конденсата.

Значение τ_s в пределах $h = 1,5 \dots 32,0$ мкм перестает зависеть от толщины слоев Fe/Cu. В этой области толщин конденсата являются структурно стабильными. Длина источника, способного генерировать дислокации, рассчитанная по значению микроскопического предела упругости (1) составляет $3 \dots 4$ мкм, что соизмеримо с размером зерен (субзерен) конденсата. В данном случае границы раздела между слоями не являются препятствиями для движения и размножения дислокаций, что приводит как к увеличению фона внутреннего трения δ_0 , так и к росту общего рассеяния энергии δ .

При $h = 1,30 \dots 0,23$, когда L_c практически совпадает с толщиной слоя, материал упрочняется вследствие того, что границы раздела между слоями ограничивают размер зерна и являются эффективным барьером для движения дислокаций. Упрочнение сопровождается возрастанием микроскопического предела упругости, τ_s достигает максимального значения при $h = 0,23$ мкм. Зафиксированное при этом снижение внутреннего трения происходит до тех пор, пока микроструктура конденсатов характеризуется структурной стабильностью. Минимальное значение δ соответствует максимуму τ_s . Следует отметить, что в минимуме фон внутреннего трения практически достигает значения δ_0 для чистого железа, что свидетельствует о том, что оно является несущим слоем в микрослойном конденсате Fe/Cu.

При $h \leq 0,19$ мкм происходит распад несущего слоя (железа), между слоями меди образуются «мостики». Этот процесс сопровождается разупрочнением и соответствующим резким снижением значения τ_s . Длина источника дислокаций L_c значительно превосходит толщину слоя h ($L_c = 0,76$ и $0,46$ мкм соответственно при $h = 0,07$ и $0,27$). Это свидетельствует о наличии источников, способных генерировать дислокации при более низких значениях τ_s , поскольку в данном случае граница между слоями железа и меди не является препятствием для движения вновь появившихся дислокаций и их проникновения в соседние слои.

Не исключено, что количество таких источников дислокаций может увеличиваться при распаде структуры микрослойных конденсатов. Более свободное перемещение дислокаций приводит к значительному повышению фона внутреннего трения δ_0 и росту затрат энергии на микропластическую деформацию $\delta_{пл}$. Общий уровень рассеянной энергии $\delta = \delta_0 + \delta_{пл}$ значительно возрастает.

С полученными экспериментальными данными согласуются результаты работы [3], в которой зафиксировано значительное повышение микротвердости микрослойных конденсатов Fe/Cu при $h = 0,20$ мкм, а также резкое возрастание прочности при $h = 1,00$ мкм с достижением ее максимального значения при $h = 0,45 \dots 0,50$ мкм.

Выводы

1. Общее рассеяние энергии, как и другие механические свойства материалов, определяются его структурой. Фон внутреннего трения δ_0 зависит от движения дислокаций, а потери на микропластическую деформацию $\delta_{пл}$ — в основном от размножения дислокаций.

2. Показано, что существует немонотонная зависимость характеристик рассеяния энергии при низкочастотных колебаниях от параметров структуры, полученной в материалах с различной предысторией.

3. Установлен размерный эффект механических свойств (прочности, пластичности) при условии равенства линейных размеров элементов структуры (ячеек, зерен, толщины микрослоев) и длины свободного пробега дислокации.

1. Влияние предварительной пластической деформации на микроскопический предел упругости // Р. И. Гарбер, Т. Т. Могильникова, Л. М. Нероденко, Б. А. Мовчан // Докл. АН УССР. Сер. А. — 1977. — № 7. — С. 662–665.
2. Сравнительный анализ влияния пластической деформации на микроскопический предел упругости меди и никеля // Т. Т. Могильникова, Т. А. Молодкина, Л. М. Нероденко, Б. А. Мовчан // Пробл. прочности. — 1988. — № 7. — С. 47–49.
3. Взаимосвязь структуры и механических свойств дисперсно-упрочненных конденсированных материалов // Л. М. Нероденко, Б. А. Мовчан, Т. Т. Могильникова, Т. А. Молодкина // Пробл. спец. электротехнологии. — 1989. — № 3. — С. 44–51.
4. Могильникова Т. Т., Нероденко Л. М., Мовчан Б. А. Исследование микроскопического предела упругости микрослойных конденсатов Fe/Cu // Там же. — 1987. — № 1/2. — С. 37–40.
5. Гарбер Р. И., Могильникова Т. Т. К вопросу об определении предела упругости реальных твердых тел // Физика металлов и металловедение. — 1962. — Т. 13, вып. 2. — С. 314–316.
6. Гарбер Р. И., Могильникова Т. Т. Размножение дислокаций при совместном воздействии периодических и нарастающих напряжений // Кристаллография. — 1969. — 14, № 1. — С. 137–139.
7. Мовчан Б. А., Молодкина Т. А. Структурный анализ природы уменьшения микроскопического предела упругости никеля после больших пластических деформаций // Металлофизика. — 1981. — 3, № 3. — С. 95–99.
8. Garofalo F., Wriedt H. A. Density change in austenitic stainless steel deformed in tension or compression // Acta. Met. — 1962. — 10, № 11. — P. 1007–1012.
9. Гарбер Р. И., Обреимов И. В., Поляков Л. М. Образование ультрамикроскопических неоднородностей при пластической деформации каменной соли // Докл. АН СССР. — 1956. — 108, № 3. — С. 425–426.
10. Рыскин В. С., Бетехтин В. И., Слуцкер А. И. Обнаружение субмикроскопических трещин в подвергнутых нагрузке кристаллов каменной соли // Физика твердого тела. — 1973. — Т. 15, вып. 11. — С. 3420–3422.
11. Ширяев П. П. Автоионно-микроскопическое исследование дефектов решетки при различных видах пластической деформации: Автореф. дис. ... канд. техн. наук. — М., 1974. — 16 с.
12. Гордиенко Л. К. Внутреннее трение субструктурно упрочненных материалов // Механизмы релаксационных явлений в твердых телах. — М.: Наука, 1972. — С. 178–185.
13. Мовчан Б. А. Структурные условия максимальной пластичности двухфазных поликристаллических материалов // Металлофизика. — 1985. — 7, № 6. — С. 75–83.
14. Влияние примесей цинка на амплитудную зависимость внутреннего трения (АЗВТ) субструктурно-упрочненного алюминия // Л. К. Гордиенко, Б. Г. Стронгин, П. М. Зюзак, В. И. Солоненко // Внутреннее трение в металлах и неорганических материалах. — М.: Наука, 1982. — С. 43–45.
15. Bunshan R. J., Nimmagada R. R., Doerr H. et al. Structure and property relationship in microlaminate Ni/Cu and Fe/Cu condensates // Thin Solid Films. — 1980. — № 72. — P. 261–275.
16. Нероденко Л. М., Бернадская И. В., Мовчан Б. А. Исследование структуры и ползучести микрослойных конденсатов Fe/Cu // Металлофизика. — 1985. — 7, № 2. — С. 97–101.

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

Поступила 15.11.2007