

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДЕМПФИРУЮЩИХ СВОЙСТВ СУБМИКРОДИСПЕРСНЫХ КОМПОЗИТОВ С УЧЕТОМ СТРУКТУРНОГО СОСТОЯНИЯ ИХ КОМПОНЕНТ

*Л.А. Чиркина, В.С. Оковит, М.А. Тихоновский, О.И. Волчок,
М.Б. Лазарева, В.В. Калиновский, И.В. Колодий*

*Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт»,
Харьков, Украина*

E-mail: tikhonovsky@kipt.kharkov.ua

Проведено сравнение экспериментальной зависимости декремента затухания (δ) естественного композита Cu-25%Nb в области 300...700 К с расчетными значениями $\delta(T)$ по модифицированному правилу смеси. Показано, что для прогнозирования демпфирующих свойств субмикродисперсных композитов, полученных с применением интенсивных пластических деформаций, необходим учет структурного состояния компонент, составляющих композит.

Известно, что металлические композиты с субмикродисперсной структурой наряду с высокими прочностными и электрофизическими свойствами обладают повышенной демпфирующей способностью [1-4]. Последнее определяет их практическое использование в вибрационных устройствах и гасителях шумов. В связи с этим представляется целесообразным осуществлять прогнозирование достигаемой степени демпфирования композитов, которые могут быть получены при конкретном способе их изготовления. В работе [5] предложен способ прогнозирования демпфирующих свойств композитов, учитывающий дополнительную диссипацию энергии на межфазных границах, на примере композита алюминий-бор, полученного диффузионным спеканием под давлением. Согласно же существующим представлениям [3, 5, 6], степень демпфирования материалов зависит от многих структурных параметров: спектра и концентрации дефектов, включая деформационные, протяженности границ раздела и их когерентности, уровня внутренних напряжений и других. Роль этих факторов становится определяющей для субмелкодисперсных композитов, получаемых интенсивной пластической деформацией (ИПД).

Задачи настоящей работы предусматривали изучение роли структурных состояний металлов, составляющих субмелкодисперсный композит, полученный ИПД, как факторов, определяющих его степень демпфирования.

МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

Материалом для экспериментального исследования был естественный композит (ЕК), представляющий собой сплав Cu-25%Nb (по весу), состоящий из двух компонент (металлов) – практически чистых меди и ниобия [2]. Слиток из сплава Cu-25%Nb подвергался ИПД путем волочения при 300 К, а затем при 77 К. При этом формировалась субмикродисперсная (микркомпозиционная) структура волокнистого типа: исходные дендриты ниобия, равномерно распределенные в объеме меди, вытягивались в длинные тонкие волокна лентообразной

формы. Толщина ниобиевых лент ≤ 100 нм, а толщина прослоек меди, разделяющих эти ленты, составляла 200...400 нм. Микроструктура используемого в работе композита подробно описана в работах [2,7]. Волочение при 77 К (в среде жидкого азота) до конечной деформации $\varepsilon=90\%$ осуществлялось по методике, описанной в [8]. Демпфирующие свойства ЕК изучались путем измерения температурной зависимости логарифмического декремента затухания крутильных колебаний $\delta(T)$ в интервале температур 77...700 К. Зависимость $\delta(T)$ определялась на установке типа обратного крутильного маятника [9] в вакууме (10^{-5} Торр) в режиме нагрева в амплитудно-независимой области (амплитуда деформации $8 \cdot 10^{-6}$) на частоте 0,5 Гц. Погрешность измерения декремента затухания крутильных колебаний не превышала 10%. Скорость нагрева – 1,5 град/мин. На период измерения декремента затухания (150 с) температура стабилизировалась. Использовались образцы диаметром 1 мм и длиной 30...40 мм.

Для сопоставления полученных экспериментальных данных $\delta(T)$ с расчетными значениями уровня демпфирования композита Cu-25%Nb использована методика, приведенная в [5]. Согласно результатам этой работы предложено прогнозировать степень демпфирования субмикродисперсных композитов, используя модифицированное правило смеси, по формуле:

$$\delta(f_n, T) = \sum_{i=1}^k \delta_i(f_n, T) V_i + \delta_b, \quad (1)$$

где $\delta_i(f_n, T)$ – температурная зависимость декремента затухания колебаний i -й компоненты; V_i – её объемная доля; δ_b – вклад энергии, рассеиваемой на границе волокно-матрица.

В настоящей работе для анализа демпфирующих свойств были использованы три типа структурного состояния меди и ниобия, формирующиеся в результате различных видов термомеханического воздействия.

Первое структурное состояние исследуемых металлов Cu и Nb – рекристаллизованное (после отжига при 873 К, 3 ч) характеризуется формированием

равноосных зерен (50 и 30 мкм в Cu и Nb, соответственно) с низкой плотностью дислокаций ($\sim 8 \cdot 10^8 \text{ см}^{-2}$) [10].

Второе структурное состояние Cu создавалось ИПД путем многоциклового (12 циклов) равноканального углового деформирования (РКУД) при 300 К, что обеспечивало получение наноструктурного состояния со средним размером зерна 250 нм, высокой плотностью дислокаций ($\sim 10^{12} \text{ см}^{-2}$) и микроискажений, измененными параметрами кристаллической решетки и развитой кристаллографической текстурой [11, 12].

Третье структурное состояние Cu и Nb формировалось в тех же температурно-силовых условиях, что и при изготовлении ЕК, т.е. деформирование волочением при 77 К до 90%. В результате проведения в настоящей работе такой обработки создавалась фрагментированная структура с размером фрагмента 300 и 100 нм для меди и ниобия соответственно, с широкими размытыми границами. Угол разориентации между фрагментами в ниобии достигал $25 \dots 30^\circ$, а плотность дислокаций $7,5 \cdot 10^{11}$ и $4,6 \cdot 10^{11} \text{ см}^{-2}$ в Cu и Nb соответственно. Для структурных состояний этих металлов характерно однородное распределение дислокаций с избыточной плотностью дислокаций одного знака [13].

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Для установления корреляции структурного состояния деформированного волочением при 77 К на 90% композита и его составляющих (Cu и Nb) приведем данные электронно-микроскопических исследований структуры ЕК Cu-25%Nb. Согласно этим данным, в результате волочения ЕК при 77 К в ниобиевых волокнах формируется фрагментированная структура с продольными границами [7,14]. Плотность дислокаций внутри фрагмента достигает $4,7 \cdot 10^{11} \text{ см}^{-2}$, дисперсность ниобиевых фрагментов составляет 80 нм с разориентацией между ними до 40° . Кроме того, после низкотемпературной деформации фиксируется существенное азимутальное размытие отдельных рефлексов от разориентированных областей, обусловленных наличием в теле фрагментов размытых скоплений избыточных дислокаций одного знака. В медной матрице ЕК наблюдались клубки и скопления дислокаций, а также обширные участки, свободные от дислокаций, что свидетельствует о неравномерном распределении деформации и о возможном протекании процессов рекристаллизации. Плотность дислокаций в медной матрице ниже, чем в Nb, и не превышает 10^{11} см^{-2} , средний размер зерен 200 нм. Отметим, что особенностью деформирования медь-ниобиевых ЕК является то, что при увеличении степени деформации плотность дислокаций в ниобиевых волокнах возрастает, а в меди снижается, что может быть связано с динамическим возвратом и с частичной рекристаллизацией в меди при отогреве композита от 77 до 300 К. Поскольку Nb имеет более высокую температуру плавления, процессы отжига и возврата в ниобиевых волокнах не наблюдаются вплоть до 600 К [14].

Таким образом, из сравнения приведенных данных микроструктуры ЕК Cu-25%Nb, а также микроструктуры Cu и Nb после трех видов механико-термических воздействий следует, что подобные структуры в ЕК и металлах, его составляющих, формируются при одинаковом виде воздействия – волочением при 77 К.

На рис. 1 приведены результаты измерения температурной зависимости декремента затухания $\delta(T)$ для субмикродисперсного ЕК после волочения при 77 К.

Отметим, что величина декремента затухания колебаний с ростом температуры от 77 до 700 К повышается на два порядка. Согласно [3] степень демпфирования материалов, определенная по данным измерениям внутреннего трения, может быть разделена на три группы: низкодемпфирующие при $0,51 \cdot 10^{-6} < \delta < 5,1 \cdot 10^{-4}$, среднедемпфирующие при $5,1 \cdot 10^{-4} < \delta < 5,1 \cdot 10^{-3}$ и высокодемпфирующие при $5,1 \cdot 10^{-3} < \delta < 5,1 \cdot 10^{-2}$. Исходя из этой классификации, а также результатов работы [4], исследуемый медь-ниобиевый ЕК в области 77...200 К относится к материалам среднедемпфирующим, а при $T > 200 \text{ К}$ – к высокодемпфирующим.

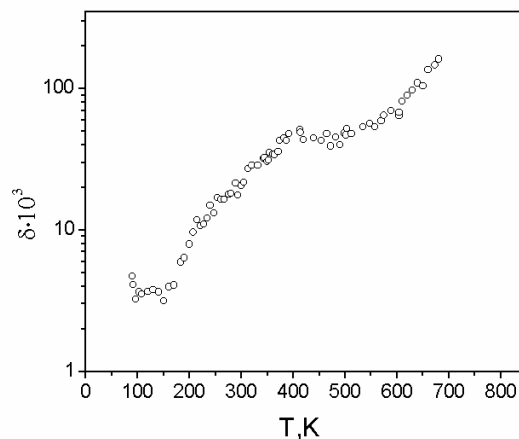


Рис. 1. Температурная зависимость декремента затухания композита Cu-25%Nb после деформации волочением при 77 К на 90%

Для расчета демпфирующих свойств композита в настоящей работе были использованы зависимости $\delta(T)$ для указанных выше трех структурных состояний Cu и Nb. Для рекристаллизованных Cu и Nb данные $\delta(T)$ взяты из работы [10]. Для Cu после РКУД при 300 К $\delta(T)$ – из работы [11]. Измерения $\delta(T)$ Cu и Nb после деформации волочением при 77 К проводились в настоящей работе.

На рис. 2 приведены зависимости $\delta(T)$ меди для трех рассматриваемых структурных состояний. Видно, что качественно характер зависимости $\delta(T)$ для меди после разных обработок практически одинаков. Однако величина диссипации энергии крутильных колебаний в исследуемой области температур существенно отличается. Этот факт, как уже отмечалось, может быть следствием различия в плотности и спектре дефектов кристаллической решетки, протяженности границ раздела и их напряженном состоянии.

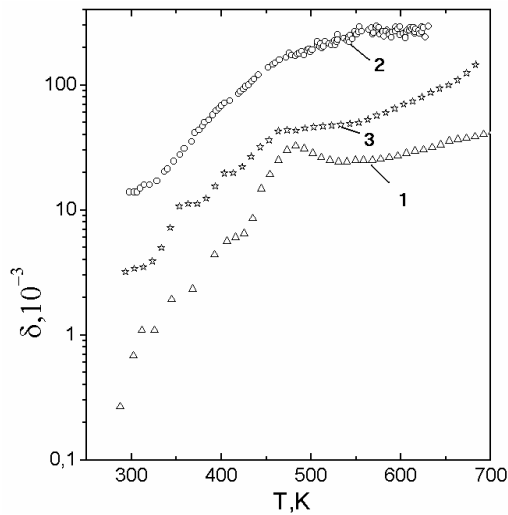


Рис. 2. Температурная зависимость декремента затухания меди в различных структурных состояниях: рекристаллизованном (1) [10]; после равноканального углового деформирования при 300 К (2) [11]; после волочения при 77 К на 90% (3)

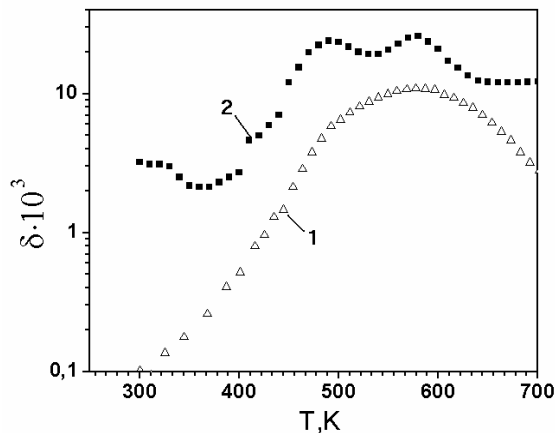


Рис. 3. Температурная зависимость декремента затухания ниобия в разных структурных состояниях: рекристаллизованном (1) [10]; после волочения при 77 К на 90% (2)

На рис. 3 приведены зависимости $\delta(T)$ для ниобия в двух структурных состояниях: рекристаллизованном [10] и после деформации волочением при 77 К.

По данным $\delta(T)$ для Cu и Nb, приведенным на рис. 2 и 3, был проведен расчет степени демпфирования прогнозируемого композита для трех структурных состояний металлов его составляющих с использованием модифицированного правила смеси по формуле (1).

Параметр δ_b , входящий в модифицированное правило смеси для определения степени демпфирования, можно представить в виде двух слагаемых: $\delta_b = \delta_b^I + \delta_b^{II}$, где δ_b^I – диссипация энергии крутильных колебаний, обусловленная релаксационным процессом на межфазных границах при температурах более высоких, чем температура проявления зернограничной релаксации; δ_b^{II} – дополнительная диссипация энергии крутильных колебаний, обусловленная значительным увеличением протяженности границ раздела в субмикродисперсном ЕК, приводящая к

росту фона внутреннего трения во всем исследованном температурном интервале.

Поскольку температурная область исследований в данной работе не превышает 700 К, и при этом не достигались температурные условия реализации высокоэнергетичных релаксационных процессов на межфазных границах, то при расчете демпфирующих свойств композита по формуле (2) рассматривалась лишь вторая составляющая δ_b^{II} . Параметр δ_b^{II} определялся отдельно для каждой пары металлов (Cu и Nb) для всех трех рассматриваемых структурных состояний. Значения δ_b^{II} определялись из выражения

$$\delta_b^{II} = (\delta_{d_K}^{Cu} - \delta_{d_i}^{Cu}) + (\delta_{d_K}^{Nb} - \delta_{d_i}^{Nb}), \quad (2)$$

где $\delta_{d_K}^{Cu}$ и $\delta_{d_K}^{Nb}$ – уровни декремента затухания для Cu и Nb с размерами зерен, формирующимися в композите (для рассматриваемого ЕК $d_K^{Cu} = 200$ нм, $d_K^{Nb} = 80$ нм при 300 К); $\delta_{d_i}^{Cu}$ и $\delta_{d_i}^{Nb}$ – уровни декремента затухания колебаний Cu и Nb соответственно с размерами зерен, образовавшимися после i -й обработки.

Для оценки величины $\delta_{d_i}^{II}$ с целью исключения вклада внутренних напряжений образцы Cu и Nb после волочения при 77 К и РКДУ отжигались при температурах, не вызывающих изменения размеров субзерен, но приводящих к релаксации внутренних напряжений за счет перераспределения, рекомбинации и миграции точечных дефектов на стоки, т.е. при $T < 0,25 T_{пл}$, что соответствует третьей стадии возврата.

Такие релаксационные отжиги для Cu и Nb, прошедших волочение при 77 К на 90%, были проведены в течение 1 ч при 360 и 420 К соответственно. Затем для определения δ_{d_i} проводились измерения декремента колебаний при 300 К. Для меди, прошедшей ИПД методом РКУД, величина декремента затухания (δ_{d_i}) после отжига (360 К, 5 ч) взята из работы [11]. Поскольку для Cu и Nb в рекристаллизованном состоянии внутренние напряжения уже сняты, значения δ_{d_i} при 300 К были взяты из кривых 1 на рис. 2 и 3.

В таблице приведены значения декремента колебаний δ_{d_i} для Cu и Nb после разных термомеханических воздействий и значения δ_{d_K} для Cu и Nb в составе ЕК, используемые при расчете величины δ_b^{II} по формуле (2).

Исходя из приведенных в таблице данных, значение δ_b^{II} при 300 К для случая рекристаллизованного Cu и Nb в соответствии с (2) равно: $\delta_b^{II} = (\delta_{200 \text{ нм}}^{Cu} - \delta_{50 \text{ мкм}}^{Cu}) + (\delta_{80 \text{ нм}}^{Nb} - \delta_{30 \text{ мкм}}^{Nb}) = 17,2 \cdot 10^{-3}$.

Таким же образом, вычисленное значение δ_b^{II} при 300 К для Cu и Nb после волочения при 77 К равно $13,5 \cdot 10^{-3}$; для Cu после РКУД при 300 К и Nb после волочения при 77 К значение $\delta_b^{II} = 10,0 \cdot 10^{-3}$.

Размеры зерен и уровни декремента затухания для Cu и Nb в композите (δ_{dk}) и после разных обработок (δ_{di}), используемые для оценки параметра δ_b^{II} при расчете демпфирующих свойств ЕК Cu-25%Nb

Вид обработки	Металл	Размер зерна d	Уровень декремента затухания колебаний (δ_{di} и δ_{dk}) при 300 К	Примечание
Рекристаллизационный отжиг (873 К, 3 ч)	Cu	50 мкм	$\delta_{di} = 0.7 \cdot 10^{-3}$	[10]
	Nb	30 мкм	$\delta_{di} = 0.1 \cdot 10^{-3}$	
Волочение при 77 К до 90%	Cu	300 нм	$\delta_{di} = 1.5 \cdot 10^{-3}$	Результаты данной работы
	Nb	100 нм	$\delta_{di} = 3.0 \cdot 10^{-3}$	
РКУД при 300 К, 12 циклов	Cu	250 нм	$\delta_{di} = 5.0 \cdot 10^{-3}$	[11,15]
ЕК Cu-25%Nb, полученный волочением при 77 К $\varepsilon = 90\%$	Cu	200 нм	$\delta_{dk} = 8.0 \cdot 10^{-3}$	[11,14,15]
	Nb	80 нм	$\delta_{dk} = 10.0 \cdot 10^{-3}$	

Окончательный расчет демпфирующих свойств прогнозируемого композита с учетом разных структурных состояний Cu и Nb осуществлялся по формуле (1) при подстановке вычисленных значений δ_b^{II} вместо δ_b . При этом величина первого слагаемого формулы (1) определяется суммарным влиянием спектра дефектов, их концентрацией, уровней внутрен-

них напряжений, размером зерен, степенью когерентности границ раздела в конкретном металле после разных видов обработки. Для вычисления этого слагаемого использовались экспериментальные данные $\delta(T)$ для Cu и Nb после рекристаллизационного отжига, РКУД при 300 К (12 циклов) и волочения при 77 К ($\varepsilon=90\%$), (см. рис. 2 и 3).

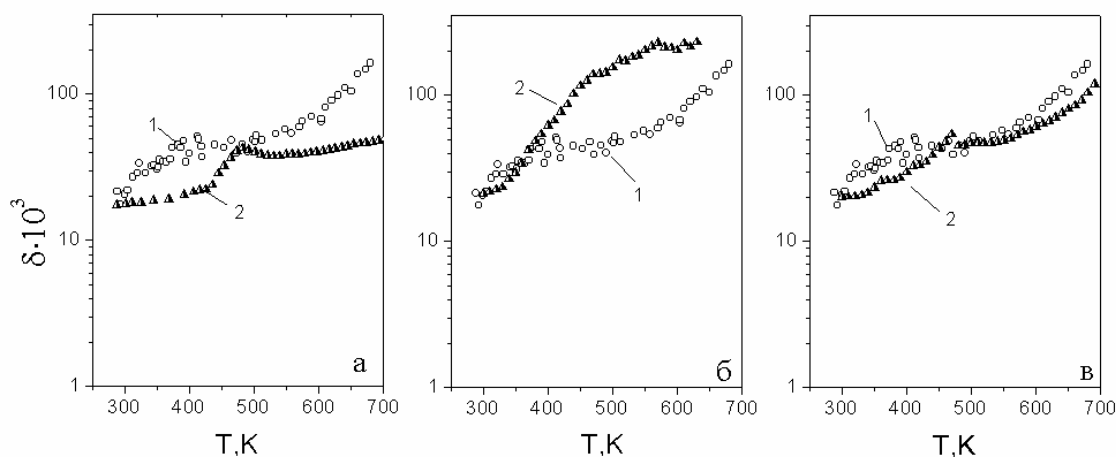


Рис. 4. Экспериментальная (1) и расчетные (2) температурные зависимости декремента затухания для композита Cu-25%Nb с учетом структурного состояния металлов, входящих в его состав: а – кривая 2 получена по данным $\delta(T)$ для Cu и Nb после рекристаллизационного отжига; б – кривая 2 получена по данным $\delta(T)$ для Cu, прошедшей РКУД (12 циклов при 300 К), и Nb, деформированного волочением при 77 К на 90%; в – кривая 2 получена по данным $\delta(T)$ для Cu и Nb, деформированных волочением при 77 К на 90%.

Второе слагаемое δ_b^{II} в расчетной формуле учитывает разницу уровней декремента колебаний для разных размеров зерен в Cu и Nb после указанных видов обработки по сравнению с размерами зерен в Cu и Nb в составе композита. Результаты расчета уровня демпфирования прогнозируемого композита в сравнении с экспериментальной зависимостью уровня демпфирования исследуемого ЕК в области 300...700 К приведены на рис.4, а,б,в.

Из сопоставления экспериментальной кривой $\delta(T)$ для ЕК Cu-25%Nb и расчетных кривых $\delta(T)$ для трех рассматриваемых структурных состояний вид-

но, что наилучшее соответствие эксперимента и расчета наблюдается для структурных состояний Cu и Nb, полученных после волочения при 77 К на 90%, т.е. при одинаковых режимах ИПД как для этих металлов, так и для ЕК.

Таким образом, из приведенных результатов можно заключить, что при расчете демпфирующих характеристик субмикродисперсных композитов следует учитывать структурное состояние компонент (в нашем случае, металлов), входящих в состав композита. Для удовлетворительного прогнозирования демпфирующих свойств субмикродисперсных

композитов, полученных путем ИПД, необходимо использовать характеристики металлов, находящихся в таком структурном состоянии, которое максимально близко к их состоянию в композите.

Работа выполнена при поддержке НТЦ в Украине (Проект № 4135).

ЛИТЕРАТУРА

1. М.М. Олексенко, В.Т. Петренко, А.И. Пикалов, и др. *Влияние дисперсности и объемной доли упрочняющей фазы на механические свойства композитов медь–ниобий*. // В кн.: “Физика прочности композиционных материалов”, Ленинград, Изд-во ЛФТИ, 1980, с. 53-58.
2. М.А.Тихоновский. Исследование направленных фазовых превращений и разработка микрокомпозитных материалов в ННЦ ХФТИ // *Вопросы атомной науки и техники. Серия: «Вакуум, чистые металлы, сверхпроводники»*. 2004, (14), №6, с.115-127.
3. Zheng Cheng-gi, Cheng Xiao-nong. Высокая демпфирующая способность сплавов Cu-Al-Mn с эффектом памяти формы // *J. Nonferrous Metals* 2004, v.14, №2, p. 194.
4. О.И.Волчок, В.С.Оковит, Л.А.Чиркина и др. Исследование механических и демпфирующих свойств микро- и нанокомпозитов медь-ниобий после интенсивной пластической деформации волочением при температурах 77 и 300 К // *Вісник ХНУ, сер. «Фізика»*, 2008, №821, вип.11, с.97-106.
5. В.С.Беленький, В.С.Постников. Демпфирующие свойства металлических конструкционных материалов // *Физика и химия обработки материалов*. 1969, №4, с.110.
6. В.С.Постников, С.А.Аммер, А.Н.Качевский. Структурная нестабильность и демпфирующие свойства композиционного материала алюминий-бор // *Физика и химия обработки материалов*, 1981, №3, с.130-133.
7. В.К.Аксенов, Н.Ф.Андреевская, О.И.Волчок и др. Микроструктура и физико-механические свойства естественного композита Cu-Nb после волочения при 77 К // *Металлофизика*, 1991, т.13, №5, с.24-28.
8. О.И.Волчок, Л.И.Дмитренко, В.А.Емлянинов и др. Установка для деформирования волочением в криогенных условиях // *Вопросы атомной науки и техники. Серия: «Вакуум, чистые металлы, сверхпроводники»*. 2003, №5(13), с.159-161.
9. И.А.Гиндин, Л.А.Чиркина, В.И.Коваленко и др., Установка для измерения низкочастотного внутреннего трения и модулей упругости в интервале 10-1100 К. // *Заводская лаборатория*. 1970, №11, с.1397-1399.
10. В.М.Аржавитин, В.Я.Свердлов. Упругие и неупругие свойства микрокомпозитов на медной основе // *Металлофизика и новейшие технологии*. 2003, (25), №4, с. 545-552 .
11. М.Ю.Грязнов, А.Н.Сысоев, В.Н.Чувильдеев. Экспериментальные исследования внутреннего трения в микрокристаллической меди // *Физика металлов и металловедение*, 1999, т.87, № 2, с. 84 - 89.
12. И.В.Александров, Р.М.Мазитов, А.Р.Кильмаметов и др. Рентгеноструктурный анализ термического поведения наноструктурной меди, полученной интенсивной пластической деформацией // *ФММ*, 2000, т. 90, №2, с. 77-82 .
13. И.А.Гиндин, Я.Д.Стародубов, В.К.Аксенов, Структура и прочностные свойства металлов с предельно искаженной кристаллической решеткой // *Металлофизика*, 1980, т.2, №2, с.49-67.
14. Е.Н.Попова, Л.А.Родионова, В.В.Попов и др. Микроструктура и механизмы упрочнения композитов Cu-Nb // *ФММ*, 1997, **84**, вып.5, с.114-130.
15. Р.Р. Мулюков Внутреннее трение субмикроструктурного металла. // *МиТОМ*, 1999, №5, с.14-17.

Статья поступила в редакцию 14.10.2009 г.

ВИЗНАЧЕННЯ ДЕМПФУВАЛЬНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ СУБМІКРОДИСПЕРСНИХ КОМПОЗИТІВ З ВРАХУВАННЯМ СТРУКТУРНОГО СТАНУ ЇХ КОМПОНЕНТ

*Л.А. Чиркіна, В.С. Оковит, М.А. Тихоновський, О.І. Волчок,
М.Б. Лазарева, В.В. Калиновський, І.В. Колодій*

Проведено порівняння експериментальної залежності декременту загасань (δ) природного композиту Cu-25%Nb в області 300...700 К з розрахованими значеннями $\delta(T)$ по модифікованому правилу суміші. Показано, що для прогнозування демпфувальних властивостей субмікродисперсних композитів, отриманих за допомогою інтенсивної пластичної деформації, необхідно враховувати структурний стан компонентів, що входять до складу композиту.

DETERMINATION OF DAMPING PROPERTIES OF FINE-DISPERSED COMPOSITES TAKING INTO ACCOUNT STRUCTURAL STATE OF ITS COMPONENTS

*L.A. Chirkina, V.S. Okovit, M.A. Tikhonovsky, O.I. Volchok,
M.B. Lazareva, V.V. Kalinovsky, I.V. Kolodiy*

The experimental dependency of the damping decrement (δ) of in situ composite Cu-25%Nb at 300...700 K was compared with an estimated values $\delta(T)$ by the modified mixture's rule. It is shown, to predict damping properties of the fine-dispersed composites, produced by severe plastic deformation, we have to take into account structural state of metals the composite consists of.