

РАЗДЕЛ ТРЕТИЙ

ФИЗИКА И ТЕХНОЛОГИЯ КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

УДК 621.763; 538.945

О РАЗРАБОТКАХ ПРОЧНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ ТУГОПЛАВКИХ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ, ПРОВОДИМЫХ В ННЦ ХФТИ

О.В. Черный

Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт»

Разработаны методы получения композиций на основе тугоплавких металлов и сплавов, находящихся в пластичной матрице (Cu-Mo, Cu-W, Cu-Nb, Cu-NbTi). Изучено влияние формы, дисперсности и объемного содержания упрочняющего компонента на процессы деформации и разрушения композиционных материалов. Для разных условий и способов обработки композиций определены структурные параметры компонентов и установлена их взаимосвязь с прочностными характеристиками.

ВВЕДЕНИЕ

Идея создания композиционных материалов (композиций, композитов) существует с давних времен. Основная цель композиций состоит в том, чтобы достичь комбинации свойств, не присущей каждому из исходных материалов. Бурное развитие ряда сфер деятельности, в первую очередь космической техники и атомной промышленности, потребовало проведение интенсивных разработок, в частности, в материаловедении и прикладной механике. В ХФТИ исследовательские работы по композиционным материалам были интенсифицированы академиком В.Е.Ивановым в 1965 году. Благодаря его инициативе, в отделе физического материаловедения, руководителем которого он являлся, были выполнены первые работы по композиционным материалам на металлической основе [1-3]. Эти работы в 1966 г. были представлены на 5-й сессии научного совета по проблеме физических и химических основ получения новых жаростойких неорганических материалов (Мозжинка, Московская обл.). Здесь они получили высокую оценку, и при поддержке лауреата Нобелевской премии академика Н.Н.Семенова тематика по разработке высокопрочных композиционных материалов стала плановой для нашего института. Конечно, выбор ХФТИ по выполнению работ по композиционным материалам был не случаен. Действительно, наш институт обладал рядом преимуществ перед другими организациями. Здесь впервые были разработаны уникальные вакуумные технологии при участии высококвалифицированных специалистов, таких как В.Е.Иванов, Г.Ф.Тихинский, И.И.Папилов, А.С.Трость, С.Ф.Ковтун, Г.Е.Плетенецкий и ряд других исследователей, а также получены чистые и сверхчистые металлы и сплавы с использованием новых оригинальных методов плавок. Признанными лидерами в этой области являлись В.М.Амоненко, В.Ф.Зеленский, В.М.Ажажа, А.А.Круглых, В.Г.Иванцов, П.Н.Вьюгов, Г.П.Ковтун и другие сотрудники. На высоком науч-

ном уровне проводились исследования и разработки по физике твердого тела в отделе академика Б.Г.Лазарева такими известными учеными, как И.А.Гиндин, Я.Д.Стародубов, И.М.Неклюдов, В.К.Аксенов, Л.А.Чиркина и другими специалистами. Учитывая все эти богатые возможности, по предложению В.Е.Иванова была сформирована лаборатория по композиционным материалам, научным руководителем которой стал кандидат физ.-мат.наук А.И.Сомов. Дальнейшие разработки и исследования по композиционным материалам протекали в тесном научном сотрудничестве с рядом лабораторий нашего института.

Целью настоящего обзора явилось краткое описание основных результатов по разработке ряда прочных и жаростойких композиционных материалов на основе тугоплавких металлов и сплавов (Cu-Mo,

Cu-W, Cu-Nb, Cu-NbTi), а также рассмотрение механических свойств полученных композиций как с макроскопических позиций теории упругости и механики разрушения, так и с помощью микроскопического подхода, основанного на дислокационных механизмах деформации. Кроме того, в обзоре кратко изложена динамика структурообразования в исследуемых композициях при различных условиях и способах обработки композиционных материалов.

ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ СХЕМЫ ПОЛУЧЕНИЯ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

Метод вакуумной пропитки. Получение металлических композиций с надежной связью между исходными компонентами осуществляли пропиткой упрочняющего каркаса расплавом в вакууме либо в инертной среде на установке, приведенной на рис.1 [4]. Армирующим компонентом в композициях волнообразного типа служила молибденовая или вольфрамовая проволока диаметром от 1 до 10 мкм. Проволока в виде жгута закружалась в графитовый

тигель ($\varnothing 4 \dots 8$ мм) и при температуре 1300°C в течение $15 \dots 20$ мин пропитывалась медью. Оплавление матричного компонента проводили в вакууме с остаточным давлением $\sim 10^{-5}$ мм рт.ст. или в атмосфере аргона при давлении ~ 1 атм. Зонная кристаллизация расплава, достигаемая медленным перемещением тигля в холодную часть печи, позволяла полностью избежать образование усадочных раковин.

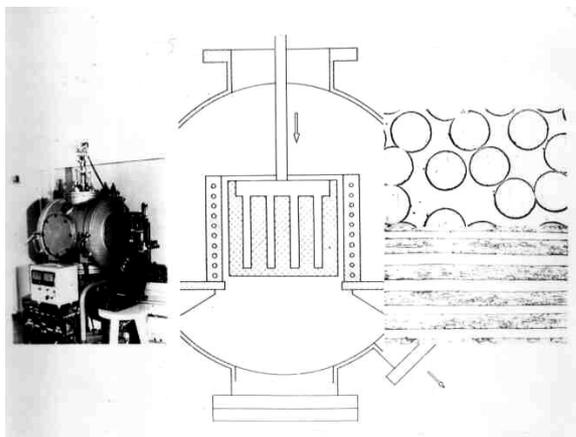


Рис.1. Внешний вид вакуумной установки, схема пропитки и композиционная структура образцов волокнистого и слоистого типов

Аналогичным способом получали композиции слоистого типа. Толщина исходных Mo- и W-фольг составляла от 50 до 200 мкм. Для обеспечения более равномерного и контролируемого расположения Mo- или W-слоев предварительно набирали пакет из чередующихся слоев меди и армирующего компонента, затем этот пакет пропитывали расплавом в графитовом тигле, разборной конструкции. Толщина композиции составляла 2 мм.

Метод вакуумной прокатки и волочения. В качестве исходных материалов использовали медь электронно-лучевой плавки чистотой 99,99%, молибден и ниобий чистотой 99,96% и 99,9% соответственно. Для очистки контактных поверхностей пластины промывали и травили в соответствующих реактивах. Затем пакеты прокатывали на вакуумном стане ДУО-135 конструкции ФТИ АН УССР [5]. Максимальное относительное обжатие компонентов за проход не превышало 5%. Исходная толщина составного пакета равнялась $6 \dots 8$ мм, количество проходов $7 \dots 10$. Температура прокатки поддерживалась постоянной и составляла 1000°C . Прокатку проводили в вакууме $\sim 10^{-5}$ мм рт.ст. Содержание упрочняющего компонента задавали исходными размерами пластин.

Композиции Cu-Nb и Cu-NbTi с волокнистой структурой получали совместным волочением исходных компонент [6]. Предварительно изготавливали биметаллическую конструкцию, состоящую из сердцевин прочного компонента и цилиндрической медной оболочки. При этом тщательное внимание

уделялось очистке поверхностей и созданию надежной связи между компонентами. После волочения (прессования) такой композиционной заготовки до требуемого диаметра проволоку (пруток) разрезали на мерные части и набирали жгут для последующего волочения в новой медной оболочке. Повторяя многократно (2-4 раза) процедуры деформирования и сборки составных заготовок, получали композиции с достаточно тонкими волокнами. В качестве примера на рис.2 приведены поперечные сечения композиций Cu-NbTi с толщиной NbTi жилы 50 и 5 мкм.

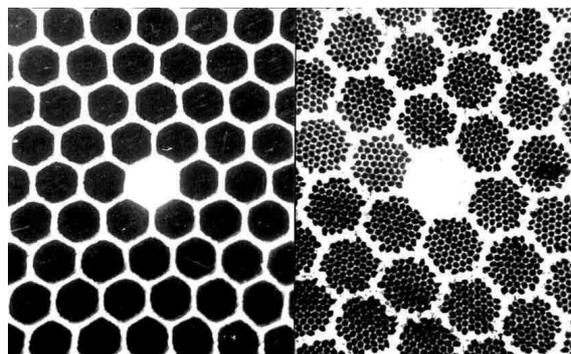


Рис.2. Поперечное сечение 210- и 8910-волоконной композиции Cu-NbTi, ув. 200

Метод порошковой металлургии. Исходными материалами служили порошок электролитической меди с размером частиц < 40 мкм и отрезки вольфрамовой проволоки длиной 3 и диаметром 0,025 мм. Перед составлением композиционной смеси вольфрамовые волокна тщательно очищались в ряде реактивов. Затем компоненты, взятые в требуемых весовых пропорциях, смешивались в смесительном барабане с эксцентрической осью вращения. Продолжительность перемешивания составляла 12 ч. В процессе перемешивания шихта увлажнялась спиртом. Полученную смесь прессовали в замкнутом контейнере при различных давлениях и температурах. Затем изготовленные брикеты спекались при температурах 950 , 850 и 800°C . Во всех случаях, когда требовались повышенные температуры, операции проводились в вакууме $1 \cdot 10^{-4} \dots 5 \cdot 10^{-5}$ мм рт.ст. Объемное содержание волокон в армированных образцах составляло $\sim 25\%$ [7].

Метод направленной кристаллизации сплавов эвтектического типа. Подробно метод получения эвтектических композиций изложен в книге [8]. Здесь только отметим, что для создания дисперсной композиционной структуры в сплавах заэвтектического состава была сконструирована и изготовлена специальная установка (рис.3) [9].

Формирование требуемой однородной микроstructures в сплавах неэвтектического состава основано на известном диспергирующем действии ультразвука в расплаве. Источником ультразвуковых колебаний служил ламповый генератор УЗГ-10М с диапазоном регулируемых частот $18 \dots 25$ кГц. Преобразование электрических колебаний в механи-

ческие производилось с помощью магнитострикционного преобразователя ПМС-6. Трансформаторно-волноводную систему, необходимую для передачи колебаний от преобразователя в расплав, рассчитывали согласно стандартным формулам. В качестве волновода использовали медный цилиндр, охлаждаемый водой. Амплитуду колебаний измеряли датчиком, в котором был использован бесконтактный электродинамический метод измерения вибраций. Кристалл, выращиваемый видоизмененным методом Чохральского, соединялся с волноводной системой посредством молибденовой затравки.

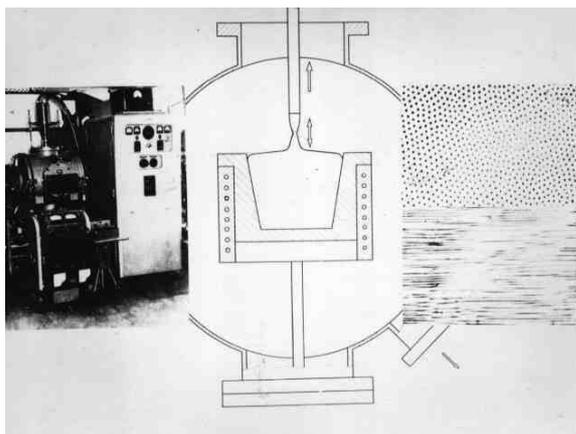


Рис.3. Внешний вид установки, схема вытягивания кристалла из расплава и типичная микроструктура продольного и поперечного сечения эвтектической композиции

Чистота материалов, используемых в работе, составляла 99.95 и 99.99% для Al и Ni соответственно. Из исходных материалов готовили сплавы со следующим содержанием никеля, мас. %: 4.2; 6.2 (эвтектика); 8.2 и 20. Вытягивание кристаллов осуществляли с помощью механизма перемещения со скоростями в интервале 4...1500 мм/час. Диаметр выращиваемых кристаллов составлял 2...4 мм.

НАПРЯЖЕННО-ДЕФОРМИРОВАННОЕ СОСТОЯНИЕ КОМПОЗИЦИЙ

Область упругой деформации компонент. Для изучения распределения напряжений в моделях, приближающихся по строению к реальным композиционным материалам (см. рис1), использовали метод фотоупругости [10]. В качестве оптически чувствительного вещества для матричного материала использовали компаунд на основе эпоксидной смолы ЭД-6М. Армирующим компонентом служили дюралюминиевые пластины, а также вставки из оптически прозрачного материала. Отношение упругих постоянных E_f/E_m волокна и матрицы для используемых моделей составляло 18 и 5.

Определение компонент напряжения проводили при помощи метода компенсации на установке КСП-6. В качестве компенсатора использовали сло-

истой компенсатор Краснова СКК-2. При фотоупругих испытаниях порядок интерференционной полосы n пропорционален разнице главных напряжений, т. е. максимальному касательному напряжению $\tau_{max} = n\tau_0/t$, где t - толщина модели, а τ_0 - цена полосы материала равная 6.3 кг/см. Эксперимент показывает, что наибольшая концентрация касательных напряжений $k_m = \tau_{max} / \tau_{max}^c$ (где τ_{max} - максимальное касательное напряжение в изучаемой точке, а τ_{max}^c - максимальное касательное напряжение в матричном элементе при непрерывных волокнах) возникает в точках A и B (рис. 4). Точка A расположена на расстоянии $\sim 0,1d$ от конца волокна и лежит на поверхности раздела компонент, точка B находится на горизонтальной симметричной линии и несколько удалена от торца волокна. При изменении параметров «окна» a и b величина k_m в этих точках также изменяется (табл.1), причем влияние параметров a и b более существенно в точке B , чем в точке A . Отметим также, что величина k_m тем выше, чем меньше отношение l/d . Максимальное значение k_m , которое нами наблюдалось, составляло 16. Итак, с увеличением объемного содержания волокон, что соответствует уменьшению площади «окна», и повышением степени их дискретности концентрация напряжений в упругой матрице может достигать высоких значений. Характер изменения максимальных касательных напряжений вдоль поверхности раздела компонент иллюстрирует рис.5,а. Из рисунка видно, что скорость падения k_m при удалении от конца волокна уменьшается.

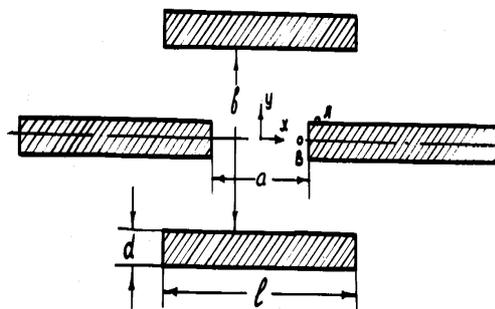


Рис. 4. Схематическое изображение волокон с перекрытием

Таблица 1
Концентрация напряжений в композициях со сложными рядами дискретных волокон

l/d	a/d	b/d	k_{mA}	k_{mB}	l/d	a/d	b/d	k_{mA}	k_{mB}
13	1	7	8	12-13.	20	1	7	8	12
14		2	~11	15-16			2	9	13-14

Для изучения распределения напряжений в волокне использовались модели с прозрачными вставками. Отношение E_f/E_m в них составляло 5. Изменение этого отношения достигалось изменением состава смоляного компаунда. Уменьшение отношения E_f/E_m приводит к снижению уровня концентрации

напряжений. Полученные результаты выявляют прямую зависимость между величиной возникающих касательных напряжений и отношением E_f/E_m .

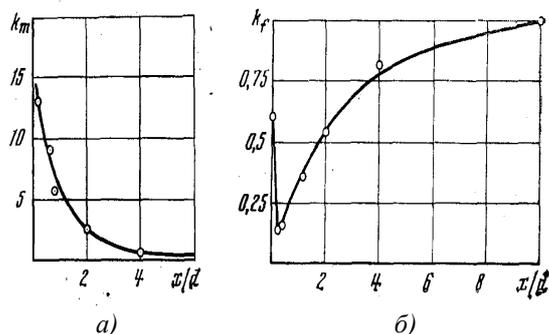


Рис. 5. Изменение концентрации максимальных касательных напряжений k_m вдоль поверхности раздела компонент (x/d — расстояние от конца волокна) - $l/d = 20$; $a/d = 0,5$; $b/d = 3$ (а); изменение величины концентрации напряжения k_f вдоль оси волокна - $l/d = 20$; $a/d = 1$; $b/d = \infty$ (б)

Использование оптически прозрачных вставок позволило изучить распределение τ_{max} по длине волокна. Оно нелинейно растет от конца волокна (см. рис.5,б). У конца волокон наблюдается некоторое увеличение $k_f = \tau_{max} / \tau_{max}^f$ (где τ_{max} - максимальное касательное напряжение в исследуемой точке волокна, а τ_{max}^f - максимальное касательное напряжение в центральной части волокна), вероятно, связанное с условием неразрывности сдвиговых деформаций на поверхности раздела. С уменьшением величины a концентрация напряжений во включении может достигать больших значений и вызывать разрушение волокна вблизи его конца.

Разрушение моделей вызывалось двумя причинами. Либо касательное напряжение на поверхности раздела компонентов превышало прочность связи на сдвиг, либо растягивающее напряжение на поверхности раздела превышало прочность на отрыв клеявого соединения. Разрушение сложных моделей с перекрывающимися волокнами происходит в центральной части образца лишь тогда, когда параметр l/d мал.

Итак, в упругой области концентрация максимальных касательных напряжений может достигать высоких значений, например, при отношении упругих модулей компонентов от 5 до 18 (параметр, характерный для таких материалов, как: алюминий — усы окиси алюминия; алюминий — борволокно; полимерная матрица, армированная стеклянными волокнами) величина k возрастает в 15 раз. При этом оказывается, что отношение упругих модулей не является единственным, а при определенных условиях и решающим фактором, влияющим на уровень концентрации напряжений. Не менее существенными являются геометрические параметры системы: степень дисперсности упрочняющего элемента и характер его пространственного распределения.

Область упруго-пластической деформации компонент. Возникновение высоких значений концентрации напряжения в упругой области может способствовать преждевременному разрушению композиционных материалов. Для релаксации напряжений высокого уровня целесообразно использовать пластичные матрицы. Рассмотрим для таких композиций напряженно-деформированное состояние матричного компонента, используя метод микротвердости [11]. В качестве критерия текучести для упруго-пластичной матрицы использовали условие Мизеса. Напряженно-деформированное состояние при этом характеризуется значениями интенсивности напряжений и деформаций.

Объектом исследования была слоистая композиция медь-молибден, полученная методом вакуумной пропитки. Деформирование образцов осуществляли растяжением при температуре 77К, при которой молибденовая пластина деформируется только упруго. Микротвердость измеряли на приборе ПМТ-3 под нагрузкой 20 Г, при этом разброс чисел твердости не превышал 5%. Микротвердость замеряли на электролитической отполированной медной поверхности на различных расстояниях от молибденовой пластины. Предварительно в условиях одноосного растяжения медного образца был построен тарировочный график: интенсивность напряжения-микротвердость-интенсивность деформации.

С увеличением степени деформации композиции наблюдается дробление молибденовой пластины. Металлографический анализ выявляет в медной матрице полосы скольжения, а вблизи мест разрыва молибденовой пластины образуются пакеты скольжения, направленные приблизительно под углом 45° к оси растяжения. Величина микротвердости существенно изменяется вблизи этих мест как вдоль, так и поперек поверхности раздела. По найденным значениям H_u из тарировочного графика определяли соответствующие значения интенсивности напряжения и деформации в медной матрице. В качестве примера на рис.6 приведены распределения этих интенсивностей.

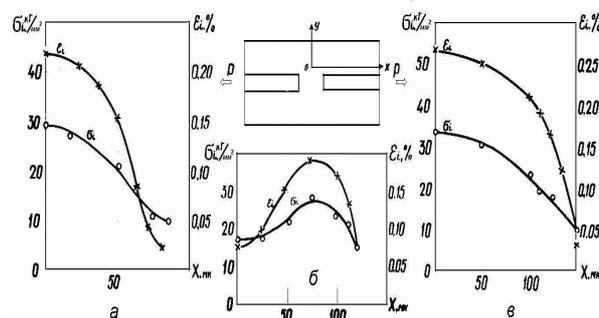


Рис.6. Эпюры интенсивности напряжения и деформации для слоистой композиции Си-Мо:

а) — и б) — соответственно на расстоянии 30 и 70 мк от молибденовой пластины после одноосного растяжения композита на 2,5%; в) — на расстоянии 70мк при относительном удлинении 11%

Анализ полей интенсивности напряжений и деформаций позволяет оценить степень нагружения армирующего компонента и определить такие важные параметры композиций как минимальное содержание упрочняющей фазы, выше которого при испытаниях на растяжение для прочностных характеристик выполняется "правило смеси", а также критическую длину передачи нагрузки, ту минимальную длину упрочняющего компонента, необходимую для его эффективного нагружения [4,12]. Для исследуемой композиции эти ключевые параметры соответственно были равны: $V_{\min}=20...25\%$ и $l_c=2...3h$, где h - толщина армирующего компонента.

Для более полного описания напряженно-деформированного состояния композиций в упруго-пластической области необходимо учесть также влияние поперечных напряжений. Действительно, величина этих напряжений зависит от разности коэффициентов Пуассона, составляющих композицию компонент. Поэтому, когда матрица становится пластичной ($\mu=0,5$), а упрочняющая фаза остается упругой ($\mu < 0,5$), следует ожидать максимального реологического взаимодействия на поверхности раздела компонент. Как мы увидим ниже, этим объясняется смещение порога хрупкости в компонентах на основе ОЦК-металлов.

Область пластической деформации компонента. Если предположить, что составляющие композицию элементы ведут себя как идеально пластичные материалы, т.е. сохраняется постоянство объема, то дальнейшая деформация композиции должна протекать без появления компоненты поперечных напряжений, без реологического взаимодействия матрицы и включения. Однако, когда в более прочном включении израсходуется ресурс пластичности и в нем начинается шейкообразование, то матрица препятствует этому процессу и во включении возникает нормальная компонента напряжения. Эффект пластифицирующего действия матрицы на включение будет рассмотрен ниже.

СТРУКТУРА И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КОМПОЗИЦИЙ

Механические свойства композиций при комнатной, пониженных и повышенных температурах. Механические характеристики (предел текучести $\sigma_{0,2}$, предел прочности σ_b , относительное удлинение ϵ) композиций и ее отдельных составляющих существенно зависят от температуры испытания и от содержания упрочняющей компоненты. С понижением температуры армирующие материалы с ОЦК-структурой испытывают хрупкопластичный переход, и диаграмма растяжения композиций с невысокой долей упрочняющей фазы имеет скачкообразный вид [4,13]. В качестве примера на рис.7 для Cu-Mo слоистой композиции представлены кривые растяжения в интервале температур испытания от 300 до 77К. Деформация этих композиций носит не-

регулярный характер (кривые 2-4) и напоминает неустойчивое течение, вызванное механическим двойникованием. С ростом содержания армирующей фазы при низких температурах композиты разрушаются хрупко, как и сам упрочнитель (кривые 5 и 6).

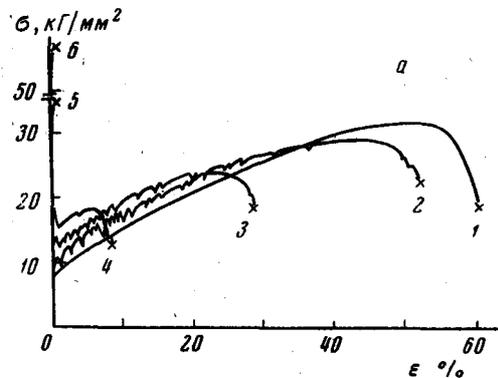


Рис. 7. Диаграммы растяжения композиции Cu-Mo: Cu- 6 об.% Mo при температурах 300 К (кривая 1), 210К (2), 170К (3) и 77К (4); Cu - 57 об.% Mo (кривая 5) и молибден (кривая 6) при 77К

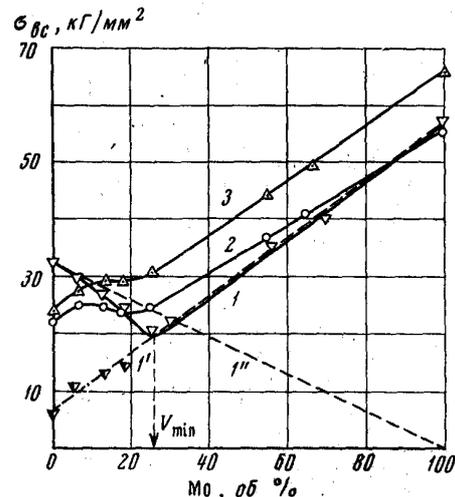


Рис. 8. Зависимость предела прочности композиции Cu-Mo от содержания упрочняющего компонента при температуре 77, 210 и 300К (кривые 1, 3 и 2 соответственно)

Характер изменения прочностных характеристик слоистой композиции Cu-Mo от объемной доли упрочнителя для разных температурах испытания показан на рис.8. Начиная с содержания упрочняющего компонента $V_f \sim 25\%$ и выше независимо от температуры испытания для данной композиции выполняется "правило смеси" - $\sigma_{bc} = \sigma_{bf} V_f + \sigma_{bm} V_m$, тогда как ниже этой доли наблюдается отступление от приведенного соотношения. Действительно, когда упрочняющий элемент становится хрупким (температура низкая) и его доля мала, нагрузку практически несет только матрица, так что величина $\sigma_{bc} = \sigma_{bm}(1 - V_f)$ (см. пунктирная прямая 1'', рис.8). При повышении температуры испытания, когда упрочняющий элемент является пластичным, при малом содержании упрочняющей фазы также наблюдается

отклонение от “правила смеси” (кривые 2 и 3). Причиной такого отклонения является сложное реологическое взаимодействие матрицы и упрочняющего элемента, тормозящее процесс шейкообразования в прочном компоненте, причем в большей степени с уменьшением его содержания [4]. Сложный характер зависимости σ_{bc} от V_f в пластической области деформации компонент наблюдался и для других композиций (Cu-W, Cu-Nb) слоистого и волокнистого типов [6,14].

Особый интерес представляло изучение механических характеристик композиций, полученных в условиях высоких пластических деформаций. Так, для одно- и многоволоконных (61-, 210-, 1045-, 2970-, 8910-) сверхпроводящих композиций Cu-NbTi на различных стадиях многоступенчатой термомеханической обработки ниобий-титанового сплава довольно тщательно были изучены прочностные и пластические характеристики [15,16]. В широком интервале объемного содержания волокон и различной степени их дисперсности для исследуемых композиций был подтвержден принцип аддитивности механических свойств, используемых компонентов. Исключение, как и раньше, выявляли композиции с малым V_f . Так, при $V_f=14\%$ измеренная величина $\sigma_{bc}=37,1$ кГ/мм² и $\epsilon_c \sim 15\%$, а расчетная была ниже и составляла 25...30 кГ/мм² при $\epsilon_f=5...6\%$. Повышение прочностных и пластических характеристик композиций при малых V_f обусловлено тормозящим влиянием пластичной матрицы на процесс шейкообразования прочных волокон.

Микроструктурные особенности ниобий-титанового сплава в процесс его старения мы рассмотрим ниже. Здесь только оценим значение σ_{bf} для тонких $\sim 5...20$ мкм волокон, исходя из данных σ_{bc} . Расчет, проведенный по “правилу смеси”, дал очень высокое значение предела прочности для тонкого волокна, $\sigma_{bf}=160$ кГ/мм² [15]. Эта величина соответствует значениям прочности нитевидных кристаллов. Заметим, что теоретическая прочность, найденная из соотношения $G/15$, где G -модуль сдвига ниобий-титанового сплава равный 3000...3500 кГ/мм², составляет для данного материала 200...230 кГ/мм². Таким образом, в данной композиции реализуются высокие прочностные характеристики, близкие к теоретическому значению, и этот материал может быть использован не только для сверхпроводящих систем, но и для ряда прочностных конструкций.

Важным моментом изучения температурной зависимости характеристик пластичности композиций явилось установление смещения порога хрупкости армирующего компонента (рис. 9) [4]. Испытания показали, что ресурс пластичности молибдена, находящегося в композиции, значительно больше, чем молибдена, подвергнутого растяжению в свободном состоянии. При этом не только возрастает его удлинение при постоянной температуре, но и смещается порог хрупкости в сторону более низких температур. Так, полная потеря пластичности молибденовых включений в композициях с $V_f=0.06$ об.% Мо

наблюдается при 170 К, а отдельно испытанных молибденовых образцов при 207 К. Пластифицирующее действие матрицы на хрупкие включения объясняется всесторонним обжатием армирующего компонента матрицей вследствие различия их коэффициентов Пуассона. Такое обжатие препятствует преждевременному разрушению включений. С ростом V_f действие этого эффекта снижается.

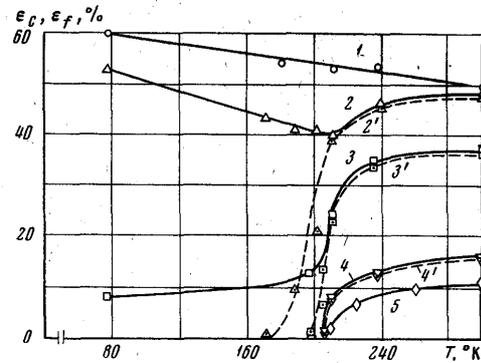


Рис. 9. Зависимость относительного удлинения композиции (сплошные линии) с 6, 25 и 57 об.% Мо от температуры испытания (кривые 2, 3 и 4). Кривые 1 и 5 соответствуют чистым компонентам; пунктирные линии - удлинение молибдена в композициях до его первого разрушения

С повышением температуры испытания композиционных материалов уменьшается влияние реологического воздействия матрицы на включение. Поэтому механические характеристики композиций в этой области температур удовлетворительно описываются соотношениями аддитивного характера [17].

В области повышенных температур были исследованы особенности процесса рекристаллизации металлической матрицы, армированной тонкими волокнами [18]. Температуру начала рекристаллизации меди определяли рентгеновским методом по появлению первых четких рефлексов на линиях (400) и (331). Установлено, что температура начала рекристаллизации матрицы зависит от дисперсности включений: с повышением последней $T_{рекр}$ понижается. Так, в случае композиции Cu-W при уменьшении диаметра вольфрамовых волокон с 50 до 10 мкм температура начала рекристаллизации снижается с 260 до 230°C ($T_{рекр}$ -чистой меди равна 280°C). Это обусловлено тем, что инородные включения вызывают локальную концентрацию искажений решетки матрицы, что приводит к облегчению формирования центров рекристаллизации. Конечный размер зерен определяется межволоконным расстоянием, т.е. процесс собирательной рекристаллизации в рассматриваемых системах затруднен.

Испытания на ползучесть и длительную прочность показали, что скорость установившейся ползучести $\dot{\epsilon}$ и длительная прочность композиций σ_t удовлетворительно подчиняется степенному закону [19]. Кроме того, скорость ползучести и длительная прочность композиционных материалов линейно за-

висят от содержания армирующего компонента в соответствии с "правилом смеси". Для примера в табл. 2 приведены расчетные данные напряженного состояния в композиции, полученные с учетом долевого вклада составляющих компонентов. Как видно из этой таблицы, совпадение расчетных и экспериментальных данных является удовлетворительным.

Таблица 2

Скорость установившейся ползучести композиций Cu-Mo при 600°C

Содержание армирующего компонента $V_f, \%$	Скорость установившейся ползучести $\dot{\epsilon}, \text{с}^{-1}$	Приложенное напряжение $\sigma_0, \text{кГ/мм}^2$	Расчетное напряжение $\sigma_{ор}, \text{кГ/мм}^2$
5	$1,4 \cdot 10^{-7}$	0,6	0,63
	$4 \cdot 10^{-6}$	2,0	2,1
70	$1,4 \cdot 10^{-7}$	27	23,9
	$4 \cdot 10^{-6}$	30	33,3

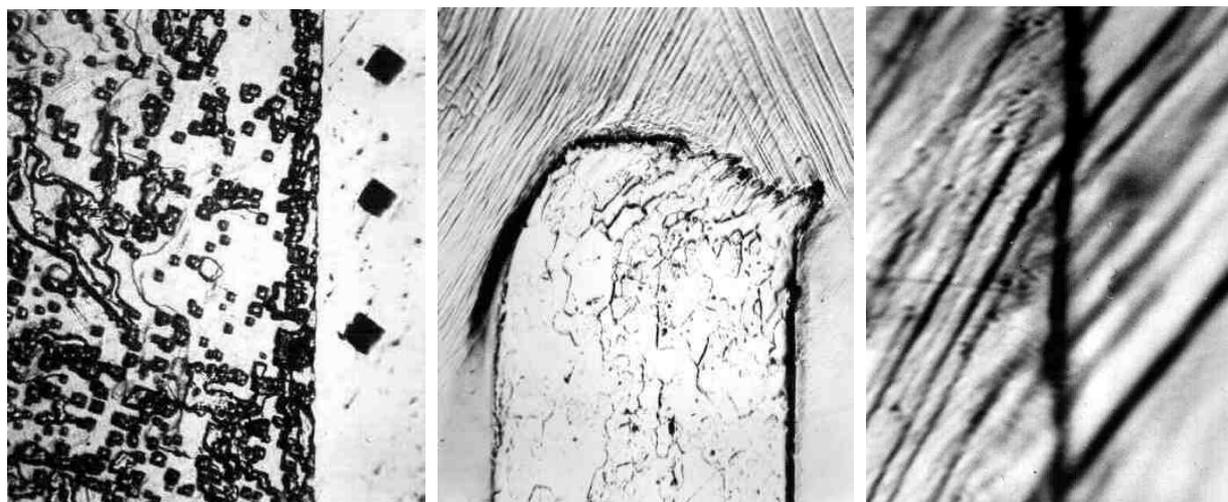
Оценка полученных высокотемпературных механических характеристик модельных композиционных материалов на медной основе указывает, что по ряду прочностных характеристик они превосходят известные медные сплавы. Действительно, сравнение данных по длительной прочности некоторых жаропрочных сплавов на медной основе, например, меди, легированной цирконием, а также меди, упрочненной частицами окиси алюминия, показало, что армирование меди прочным элементом приводит к значительно большему эффекту.

Структура композиционных материалов. Изучение макро- и микроструктуры полученных композиций, а также влияние различных условий и видов обработки на структуру и свойства композиционных материалов проводили с использованием комплекса

металлографических, электронно-микроскопических и рентгеноструктурных методов исследования.

Металлографическое изучение полученных образцов выявило в матрице скопление ямок травления вблизи поверхности раздела фаз (рис.10а) [20]. Плотность ямок травления, т.е. плотность дислокаций возле этой границы составляла $10^7 \dots 10^8 \text{ см}^{-2}$, а вдали от нее $\sim 10^5 \text{ см}^{-2}$. Повышенная плотность дислокаций вблизи границы раздела обусловлена деформацией, возникающей при остывании композиции в следствие разницы коэффициентов термического расширения компонент.

Непосредственное наблюдение за полированной боковой поверхностью слоистой композиции в процессе ее растяжения позволило изучить характер деформации и разрушения упрочняющего компонента [19]. Первые признаки пластической деформации - наличие линий скольжения, ориентированных в направлении наибольших касательных напряжений (примерно под углом 45° к оси растяжения), уже наблюдаются в матрице вблизи торца включения (см. рис.10,б). Затем линии скольжения довольно однородно заполняют сечение матрицы. Если включение является пластичным, то напряжения, возникающие на границе раздела фаз, способны активировать источники дислокаций, и линии скольжения заполняют включение (см. рис.10в). Если прочная компонента является хрупкой, то в зависимости от объемного содержания упрочняющей фазы наблюдается полное либо частичное разрушение композиций. Электронно-микроскопическое исследование изломов таких композиций выявляет хрупкое разрушение армирующего компонента. В основном наблюдаются изломы транскристаллического типа. Разрушение пластичной медной матрицы происходит вязко. Вытянутые ступенчатые узоры на фрактограммах указывают на сдвиговый механизм разрушения матричной составляющей.



а

б

в

Рис.10. Ямки травления в медной матрице вблизи молибденовой пластины, ув.200 (а), линии скольжения в медной матрице вблизи торца молибденовой пластины, ув.40 (б) и линии скольжения вблизи поверхности раздела фаз композиции Си-Мо, ув.4000 (в)

Анализ микроструктурных данных совместно с диаграммами растяжения указывает, что одной из причин повышения сопротивления деформированию композиций является торможение дислокаций межфазными границами. Механические характеристики напряжения течения композиций σ_{yc} удовлетворительно описываются степенным уравнением типа Холла-Петча: $\sigma_{yc} = \sigma_0 + K\lambda^{-n}$, где σ_0 - напряжение течения массивной матрицы; K - коэффициент разблокировки, пропорциональный отношению упругих постоянных составляющих композицию компонент, и λ - расстояние между включениями. При одинаковом объемном содержании упрочняющей фазы напряжение течения композиции тем больше, чем выше степень дисперсности компонент. Так, для модельной системы Cu-Mo при $V_f \sim 20\%$ за счет уменьшения λ от нескольких сот мкм до десяти величина σ_{yc} увеличилась с 18 до 24 кГ/мм² [19]. Аналогичная зависимость прочностных характеристик от расстояния между центрами волокон наблюдается и для эвтектических композиций. Так, при увеличении скорости направленной кристаллизации Al-Ni расплава эвтектического состава с 8,6 до 82 мм/ч расстояние между волокнами уменьшается с 6,2 до ~1 мкм, а предел прочности композиции Al-Al₃Ni возрастает с 25 до 35 кГ/мм² [19].

В процессе интенсивной пластической деформации композиции в самих компонентах формируется высокодисперсная микроструктура, приводящая к росту прочностных характеристик материала. Субструктурное упрочнение композиционных материалов является эффективной возможностью дальнейшего роста характеристик прочности. Так, деформирование эвтектической композиции Al-Al₃Ni прокаткой способствует диспергированию матричной структуры [21]. В алюминиевой матрице при степени обжатия композиции 3...70 % формируется ячеистая структура без существенного нарушения степени совершенства композиционной структуры. Например, при обжатии 50% предел прочности композиции Al-Al₃Ni повышается с 25 до 40...45 кГ/мм². Аналогичное структурообразование в композиции Al-Al₃Ni наблюдается в процессе ее обработки гидроэкструзией [22]. Заметим, что размер ячеек при различных видах обработки композиций давлением лимитируется межволоконным расстоянием и, следовательно, может быть задан начальными условиями изготовления материала. Заметим также, при высокотемпературных испытаниях композиций упрочняющие волокна препятствуют укрупнению ячеек, способствуя тем самым стабилизации заданного субструктурного состояния. Последнее обстоятельство представляется исключительно важным в плане повышения уровня жаропрочности композиционных материалов.

Другой путь повышения прочностных характеристик в эвтектических композициях состоял в изыскании возможности увеличения высокопрочной фазы [9]. Это достигалось в сплавах заэвтектического состава (с повышенным содержанием упрочняющего компонента) при направленной кристаллизации с одновременным воздействием на затвердевающий расплав ультразвукового поля. Установлено, что введение ультразвука в расплав позволяет увеличить содержание высокопрочной фазы в слитке без заметного ухудшения фазовой однородности структуры. При этом прочность композиций возрастает по сравнению с прочностью "неозвученных" слитков того же состава. Наблюдаемый эффект пропорционален мощности ультразвукового поля.

Особый интерес в плане субструктурного упрочнения представляют композиции с упрочняющей фазой, состоящей из сплава стареющего типа, например, Cu-NbTi. Как мы видели выше, прочность NbTi волокон может достигать очень высоких значений, близких к теоретической. Ответственной за такое состояние является наноструктура, сформированная в процессе интенсивной пластической деформации сплава совместно с многостадийной термической обработкой материала. В качестве примера на рис. 11 приведена последовательность структурообразования в ниобий-титановом сплаве. При пластической деформации волочением в сплаве образуется типичная ячеистая структура (продольное сечение образца, рис.11,а). Характерный поперечный размер дислокационных ячеек до термических обработок составляет 40...50 нм [23]. В процессе тепловых обработок в соответствии с равновесной фазовой диаграммой состояния ниобий-титанового сплава происходит диффузионный распад пересыщенного твердого раствора и наблюдается рост многокристалльных частиц α -Ti фазы на границах ячеек (субзерен) преимущественно в узлах тройных точек (см. рис.11,б). Заметим, что вследствие явления полигонизации азимутальная разориентация ячеек растет, и они становятся субзернами.

После многократных циклов термообработок и деформирования сплава удается выделить достаточное количество α -Ti-фазы (20...30 об.%) поперечным размером 70...160 нм [24]. Для дальнейшего измельчения гетерофазной структуры и повышения плотности критического тока NbTi-сверхпроводник волочат с коэффициентом обжатия ~100 [25]. При этом α -Ti-частицы уплощаются вплоть до толщин 1...5 нм (см. рис.11в). На этом снимке видна структура ленточного типа, состоящая из чередующихся фаз α -Ti и β -NbTi, произвольно ориентированных в поперечном сечении волокна. Таким образом, упрочняющее волокно композиции Cu-NbTi само является сложной композицией и, как показывает эксперимент, имеет очень высокую прочность.

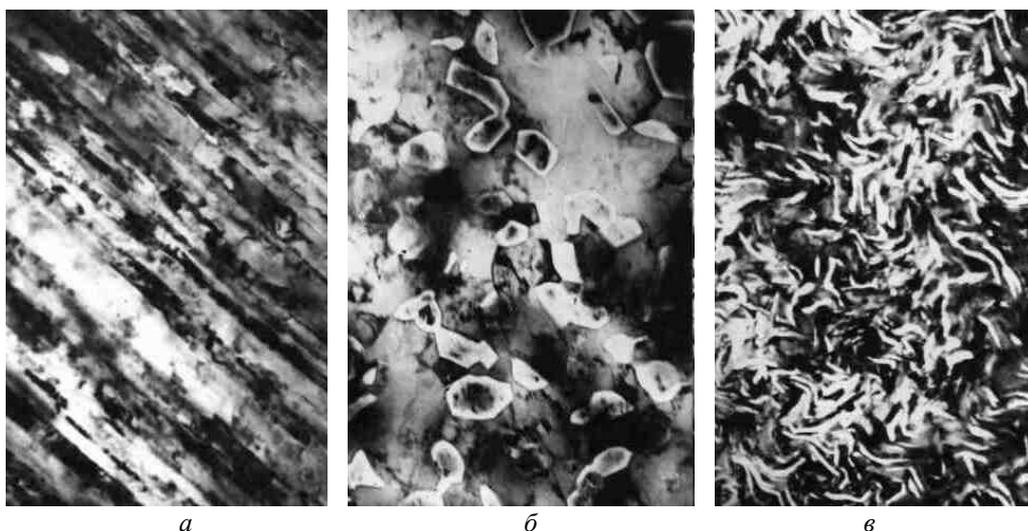


Рис.11. Микроструктура деформированного ниобий-титанового сплава (а), деформированного и отожженного (б) и деформированного и отожженного и вновь деформированного (в), ув.30000

В заключение необходимо перечислить ряд сотрудников ННЦ ХФТИ, которые принимали активное участие в выполнении исследований и разработок по композиционным материалам: А.И.Сомов, Г.Ф.Тихинский, Б.Г.Лазарев, И.А.Гиндин, Я.Д.Стародубов, В.М.Ажажа, М.А.Тихоновский, Ю.П.Курило, А.С.Тронь, В.Г.Яровой, В.Н.Головин, О.М.Утва, Л.С.Ожигов, В.И.Савченко, В.В.Мухин, Б.Я.Кан, Г.Е.Сторожилов, А.В.Рыбка, В.В.Резниченко, Т.Ю.Рудычева, Л.А.Корниенко, Н.Ф.Андриевская, В.О.Ильичева, З.Г.Карлина, М.Б.Лазарева, В.К.Аксенов, О.И.Волчек, В.С.Оковит, Л.А.Чиркина, В.В.Слезов, В.В.Сагалович, С.И.Савченко и другие.

ЛИТЕРАТУРА

1. В.Е. Иванов, А.И. Сомов. Получение и свойства жаропрочных волокнистых материалов на металлической основе // *Физико-химические основы получения новых жаростойких неорганических материалов*: Сборник Академия Наук СССР. Харьков, 1966, с.26-41.
2. Ю.П. Курило, А.И. Сомов, О.В. Черный. Образование волокнистых структур при направленной кристаллизации сплавов эвтектического типа // *Там же*. с.174-177.
3. В.Н. Головин, В.И. Савченко, А.И. Сомов, О.М. Утва, О.В. Черный. Экспериментальное определение критических параметров композиции медь-вольфрамовое волокно // *Там же*. с.178-184.
4. И.А. Гиндин, А.И. Сомов, Я.Д. Стародубов, О.В. Черный. Концентрационная зависимость прочности пластинчатой композиции молибден-медь // *ФХОМ*. 1970, №6, с.82-86.
5. Б.Я. Кан, О.В. Черный, В.В. Мухин, А.И. Сомов. Механические свойства пластинчатых Cu-Nb композиций // *Электронная техника. Серия "Материалы"*. 1974, т.6, №2, с.9-14.
6. В.Н. Головин, Г.Е.Плетенецкий, А.И. Сомов, О.В. Черный. Механические свойства комбинированной медно-ниобиевой проволоки // *Проблемы прочности*. 1970, №4, с.100-101.
7. В.Е. Иванов, А.И. Сомов. Спеченные композиции на основе меди, армированной вольфрамовыми волокнами // *Порошковая металлургия*. 1970, №6 (90), с.69-74.
8. А.И. Сомов, М.А. Тихоновский. *Эвтектические композиции*. М., "Наука", 1975.
9. А.И. Сомов, О.В. Черный, В.Т. Петренко, Н.Ф. Андреевская. Влияние ультразвука на направленную кристаллизацию Al-Ni сплавов // *ФХОМ*. 1975, №4, с.36-39.
10. Л.Г. Бесценный, И.Б. Волькович, А.И. Сомов, О.В. Черный. Исследование напряженно-деформированного состояния композиций с перекрывающимися волокнами // *Волокнистые и дисперсно-упрочненные композиционные материалы*: Сборник. М.: "Наука", 1976, с.71-75.
11. И.А. Гиндин, А.И. Сомов, Я.Д. Стародубов, О.В. Черный. Исследование напряженно-деформированного состояния Cu-Mo композиции методом микротвердости // *Проблемы прочности*. 1972, №9, с.56-59.
12. А.И. Сомов, О.В. Черный. Напряженное состояние и механические свойства композиционных материалов. *Термопрочность материалов и конструктивных элементов*: Сборник. Киев: Наукова думка, 1967, вып.4, с.76-85.
13. А.И. Сомов, О.В. Черный. О прерывистом течении композиционных материалов // *ФХОМ*. 1971, №5, с.147-148.
14. И.А. Гиндин, А.И. Сомов, Я.Д. Стародубов, О.В. Черный. Пластические свойства и характер разрушения пластинчатой композиции молибден-медь // *ФХОМ*. 1970, №2, с.138-145.
15. Г.Ф. Тихинский, О.В. Черный, А.И. Сомов, В.Г. Яровой, Г.Е. Сторожилов, Н.Ф. Андреевская, А.В. Рыбка. О влиянии структуры армирующего компонента на механические свойства компози-

- ционных материалов // *ВАНТ, Серия ОЯФ*. 1980, № 3(13), с.17-22.
16. А.В. Рыбка, О.В. Черный, Г.Е. Сторожилов, В.Г. Яровой. Механические характеристики сильнодеформированной композиции Cu-Ni-50 // *ВАНТ, Серия ОЯФ*. 1987, № 2 (8), с.37-40.
 17. В.В. Резниченко, А.И. Сомов, А.С. Тронь, О.В. Черный. Особенности деформации и разрушения слоистых Cu-Mo и Cu-W композиций при повышенных температурах // *ФХОМ*. 1970, №6, с.93-96.
 18. Л.С. Ожигов, А.И. Сомов, О.В. Черный. Рекристаллизация меди, армированная вольфрамом // *ФММ*. 1970, т.30, №2, с.447-448.
 19. О.В. Черный. Влияние формы, дисперсности и объемного содержания упрочняющего компонента на процессы деформации и разрушения композиционных материалов. Автор. Дис. на соиск. ученой степени канд. техн. наук, 1974.
 20. А.И. Сомов, О.В. Черный, З.Г. Карлина. Исследование структуры межфазных границ композиции медь-молибден, полученной методом вакуумной пропитки // *ВАНТ, Серия ФТВВ*. 1976, №1(5), с.55-57.
 21. В.К. Аксенов, Н.Ф. Андриевская, А.И. Сомов, О.В. Черный. Субструктурное упрочнение эвтектической Al-Al₃Ni композиции // *ФХОМ*. 1976, №5, с.118-120.
 22. В.Т. Петренко, Л.М. Поляков, Т.Ю. Рудычева, А.И. Сомов, О.В. Черный. Гидроэкструзия эвтектической Al-Al₃Ni композиции // *ФХОМ*. 1976, №4, с.118-122.
 23. Н.Ф. Андриевская, О.В. Черный, Г.Ф. Тихинский. Электронномикроскопическое изучение структуры Cu-NbTi проволоки // *Физика прочности композиционных материалов*: Сборник. Л.: Академия Наук СССР, 1980, с.160-164.
 24. O.V. Chernyj, G.F. Tikhinskij, G.E. Storozhilov, M.B. Lazareva, L.A. Kornienko, N.F. Andrievskaya, V.V. Slezov, V.V. Sagalovich, Ya.D. Starodubov and S.I. Savchenko. Nb-Ti superconductors of a high current-carrying capacity // *Supercond. Sci. Technol.* 1991, №4, p. 318-323.
 25. О.В. Черный. О разработках Nb-Ti-сверхпроводников с высоким значением J_c, проводимых в ННЦ ХФТИ // *ВАНТ. Серия: «Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники»* 1999, вып. 1(9), с.10-18.

ПРО РОЗРОБКИ МІЦНИХ КОМПОЗИЦІЙНИХ МАТЕРІАЛІВ НА ОСНОВІ ТУГОПЛАВКИХ МЕТАЛІВ І СПЛАВІВ, ЩО ПРОВОДЯТЬСЯ В ННЦ ХФТІ

О.В. Чорний

Національний науковий центр «Харківський фізико-технічний інститут»

Розроблені методи одержання композицій на базі тугоплавких металів і сплавів, які знаходяться в пластичній матриці (Cu-Mo, Cu-W, Cu-Nb, Cu-NbTi). Вивчено вплив форми, дисперсності й об'ємного вмісту зміцнювального компонента на процеси деформації і руйнування композиційних матеріалів. Для різних умов і способів обробки композицій визначені структурні параметри компонентів, і встановлено їхній взаємозв'язок із міцнісними характеристиками.

DEVELOPMENT OF STRENGTH COMPOSITIONS ON BASE OF REFRACTORY METALS AND ALLOYS, CARRIED OUT IN NCS KIPT

O.V. Chernyi

National science center "Kharkov Institute of Physics and Technology"

The methods for obtaining of the compositions on the base of refractory metals and the alloys which are placed in a plastic matrix (Cu-Mo, Cu-W, Cu-Nb, Cu-NbTi) are developed. Influence of the form, the dispersivity and the volume content of a strengthening component on processes of the deformation and failure of composite materials is investigated. For different conditions and ways of compositions' processing the structural parameters of components are determined and their interrelation with characteristics of the strength is established.