

PACS numbers: 62.20.Qr, 62.23.Pq, 62.25.-g, 62.40.+i, 68.37.Hk, 81.07.Bc, 81.15.Ef

## **Структура и механические свойства наноструктурированных вакуумных конденсатов никеля**

А. И. Устинов, В. С. Скородзиевский\*, Е. В. Фесюн, В. Н. Тараненко

*Институт электросварки им. Е. О. Патона НАН Украины,  
ул. Боженко, 11,  
03680, ГСП, Киев-150, Украина*

*\*Институт металлофизики им. Г. В. Курдюмова НАН Украины,  
бульв. Акад. Вернадского, 36,  
03680, ГСП, Киев-142, Украина*

Исследовано влияние микро- и субструктуры вакуумных конденсатов никеля на их механические свойства при статических (микротвёрдость) и динамических (диссипативные свойства) нагрузках. Вакуумные конденсаты с отличающимися характеристиками микро- и субструктуры получали при вариации температуры подложки в диапазоне 180–800°C. Показано, что уменьшение размера зёрен вакуумных конденсатов, получаемых при низких температурах подложки, сопровождается формированием внутри них наноразмерных фрагментов, разделённых малоугловыми границами. Вакуумные конденсаты с нанофрагментированными зёрнами характеризуются повышенным уровнем прочности по сравнению с крупнозернистыми структурами никеля. Переход никеля в наноструктурированное состояние сопровождается качественными изменениями его диссипативных свойств: резко уменьшается амплитудная зависимость декремента колебаний и возрастает его зависимость от температуры.

Досліджено вплив мікро- і субструктури вакуумних конденсатів нікелю на їхні механічні властивості при статичних (мікротвердість) і динамічних (дисипативні властивості) навантаженнях. Вакуумні конденсати з різними характеристиками мікро- і субструктури одержували при варіації температури підложки в діапазоні 180–800°C. Показано, що зменшення розміру зерен вакуумних конденсатів, одержаних при низьких температурах підложки, супроводжується формуванням у них нанорозмірних фрагментів, розділених малокутовими межами. Вакуумні конденсати з нанофрагментованими зернами характеризуються підвищеним рівнем міцності в порівнянні з великозернистими структурами нікелю. Перехід нікелю в наноструктурований стан супроводжується якісними змінами його дисипативних властивостей: різко зменшується амплітудна залежність декремента коливань і зростає його залежність від температури.

Influence of micro- and substructures of vacuum condensates of a nickel on their mechanical properties under static (microhardness) and dynamic (dissipation properties) loadings is investigated. Vacuum condensates with different characteristics of micro- and substructures are fabricated at variation of a substrate temperature in a range 180–800°C. As shown, the reduction of the size of grains of vacuum condensates fabricated at low temperatures of a substrate is accompanied by formation of nanosize fragments divided by small-angle boundaries within them. Vacuum condensates with nanofragmented grains are characterized by the raised level of strength in comparison with coarse-grained structures of a nickel. Nickel transition into a nanostructured state is accompanied by qualitative changes of its dissipation properties: the amplitude dependence of decrement of vibrations sharply decreases, and its dependence on temperature increases.

**Ключевые слова:** микроструктура, вакуумные конденсаты, твёрдость, логарифмический декремент, диссипативные свойства.

*(Получено 22 октября 2010 г.)*

## 1. ВВЕДЕНИЕ

Как известно, деформационное поведение материала может существенно изменяться в зависимости от его микро- и субструктуры. Это изменение объясняется тем, что в высокодисперсных (наноструктурированных) материалах усиливается роль различных процессов перестройки атомных конфигураций на границах зерен, а также движение зернограницных дислокаций. Также известно, что на характеристики структуры вакуумных конденсатов значительное влияние имеет температура их осаждения. Так, например, в случае вакуумных конденсатов меди при низких температурах подложки формируются конденсаты, зерна которых имеют полидоменную нанодвойниковую субструктуру [1]. Такой структурный переход сопровождается резким повышением твердости конденсатов меди; кроме того, изменяется характер рассеяния в них механической энергии [2]. Очевидно, что вероятность возникновения границ двойникования в ГЦК-металлах зависит от энергии дефектов упаковки. Для никеля она больше, чем для меди [3], следовательно, можно ожидать, что плотность границ двойникования в конденсатах никеля будет меньшей. В данной работе проанализировано влияние элементов микро- и субструктуры вакуумных конденсатов никеля на их механические характеристики.

## 2. МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Вакуумные конденсаты никеля получали в виде покрытий толщиной 45–55 мкм на подложках толщиной 1,8 мм, изготовленных из

титанового сплава ВТ1-0, методом электронно-лучевого испарения и конденсации из паровой фазы в вакууме никеля чистотой 99,9%. Для изменения структурного состояния вакуумных конденсатов никеля температуру подложки изменяли в интервале  $T_c = 180\text{--}800^\circ\text{C}$ .

Микроструктуру никеля исследовали в планарном сечении отделенных от подложки конденсатов на растровом микроскопе Cam-Scan4, а их субструктуру — в поперечном сечении конденсатов на электронном микроскопе НТАСНІ-800.

Микротвердость конденсатов измеряли на поперечных шлифах образцов при нагрузке на индентор 5 г длительностью 10 с использованием оптического микроскопа PolyvarMet.

Диссипативные свойства конденсатов исследовали при температурах  $20\text{--}400^\circ\text{C}$  на установке [4]. Изменялись амплитудные зависимости логарифмического декремента (ЛД) для образцов с покрытиями  $\delta_1(A)$ , где  $A$  — амплитуда колебаний свободного конца консолидно закрепленного образца. Измерения выполняли в режиме затухания изгибных колебаний образцов частотой 130–140 Гц. Значения ЛД определялись по формуле

$$\delta_1(A) = \frac{1}{n} \ln \frac{A_i}{A_{i+n}},$$

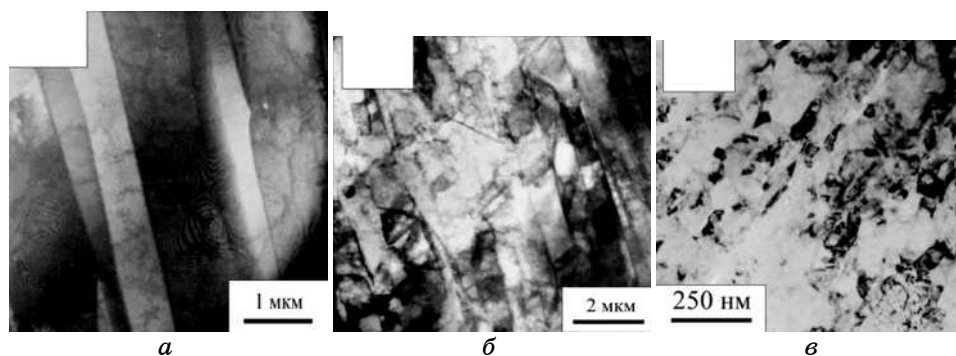
где  $A_i$  и  $A_{i+n}$  — амплитуды колебаний  $i$ -го и  $n$ -го циклов.

Амплитудные зависимости логарифмического декремента  $\delta(\varepsilon)$ , относящиеся к конденсатам никеля, определяли расчетно-экспериментальным методом, используя исходные амплитудные зависимости ЛД  $\delta_1(A)$  для образцов с покрытиями и без покрытия [5].

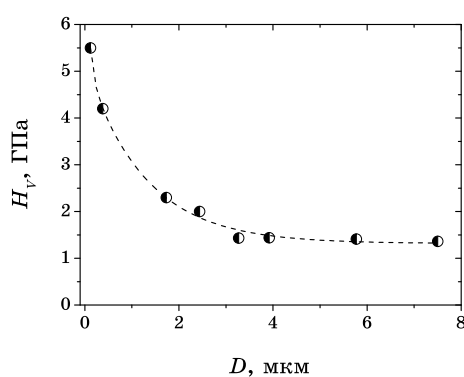
### 3. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

В результате изменения температуры осаждения были получены конденсаты никеля, микрофотографии поперечных сечений которых приведены на рис. 1. Видно, все они имеют столбчатое строение. Конденсаты, осажденные при высоких температурах, имеют крупное зерно размером 5–10 мкм, причем, для них доминирующим элементом субструктуры являются дислокации (рис. 1, а). При средних температурах осаждения конденсатов происходит уменьшение размера зерен до 2–4 мкм, и на некоторых участках кристаллитов образуются двойники, границы которых ориентированы перпендикулярно к направлению фронта роста кристаллитов (рис. 1, б). При низких температурах осаждения конденсатов толщина кристаллитов в поперечном сечении уменьшается до субмикронного, а их фрагменты — до наномасштабного размера (рис. 1, в).

Изменение микротвердости  $H_V$  конденсатов в зависимости от размера зерна  $D$  немонотонное (рис. 2). В интервале  $D = 7,5\text{--}2,2$  мкм



**Рис. 1.** Поперечная субструктура конденсатов никеля, осажденных при температурах подложки 500°C (а), 275°C (б) и 200°C (в). Стрелками указано направление роста кристаллитов.



**Рис. 2.** Изменение микротвердости в зависимости от средней толщины кристаллитов в конденсатах никеля.

ее величина увеличивается незначительно — от 1,36 до 1,45 ГПа, в интервале  $D = 2,2-1,5$  мкм увеличивается до 2,8 ГПа, затем резко возрастает до 5,5 ГПа при  $D = 0,2$  мкм.

При  $T = 20^\circ\text{C}$  конденсаты с субмикронным зерном характеризуются линейной зависимостью ЛД, максимальное значение которого составляет 0,04 при  $\varepsilon = 9 \cdot 10^{-4}$  (рис. 3). Для конденсатов с зерном  $D = 1,6$  мкм значения ЛД увеличиваются на всем интервале амплитуд деформации, при этом линейный характер зависимостей  $\delta(\varepsilon)$  несколько нарушается. При размере зерна  $D = 3,8$  мкм нелинейность кривых  $\delta(\varepsilon)$  усиливается на участке  $\varepsilon \geq 4 \cdot 10^{-4}$ , а ЛД возрастает до 0,12 при  $\varepsilon = 8 \cdot 10^{-4}$ .

С повышением температуры конденсатов до 400°C наблюдалась одинаковая для всех них закономерность: в интервале  $T = 20-180^\circ\text{C}$  значения ЛД оставались практически постоянными, затем резко

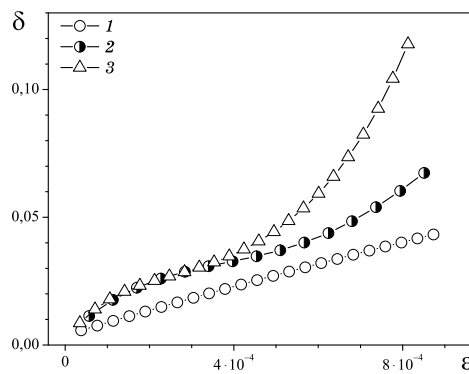


Рис. 3. Амплитудные зависимости ЛД при  $T = 20^\circ\text{C}$  для конденсатов никеля с размером зерна 0,2 мкм (1), 1,6 мкм (2), 3,8 мкм (3).

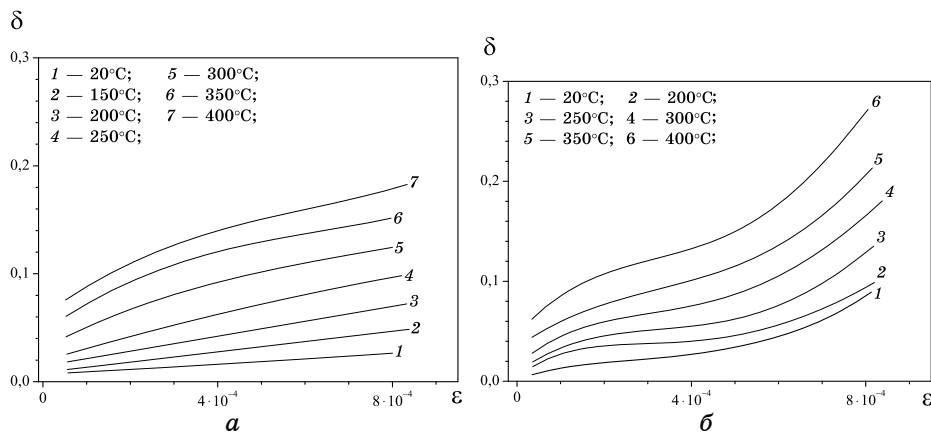


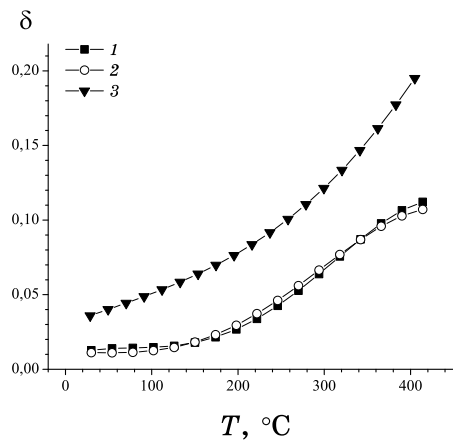
Рис. 4. Влияние нагрева на амплитудную зависимость ЛД конденсатов никеля с размером зерна 0,2 мкм — (а) и 3,8 мкм — (б).

увеличивались (рис. 4 и рис. 5).

При этом относительное увеличение ЛД (по сравнению с его величиной при  $T = 20^\circ\text{C}$ ) изменялось в зависимости от размера зерна: наибольшее увеличение ЛД проявлялось для конденсатов с зерном 0,2 мкм, в меньшей мере при  $D = 1,6$  мкм и ещё в меньшей при  $D = 3,8$  мкм. Кроме того, конденсаты с зерном 0,2 мкм характеризовались меньшим, чем конденсаты с зерном 3,8 мкм, наклоном кривых  $\delta(\epsilon)$  при повышенных температурах (рис. 4).

#### 4. АНАЛИЗ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ РЕЗУЛЬТАТОВ

Известно, что механизмы рассеяния энергии в ферромагнитных ме-



**Рис. 5.** Изменение ЛД на уровне  $\varepsilon = 2 \cdot 10^{-4}$  при нагреве конденсатов никеля с зерном 0,2 мкм — (1), 0,8 мкм — (2) и наноструктурированной меди [11] — (3).

таллах (магнитомеханический или дислокационный) определяются соотношением их магнитных и структурных характеристик [6]. В крупнозернистом никеле с совершенным зерном преобладает магнитомеханическое затухание колебаний (ММЗ), обусловленное необратимым смещением стенок магнитных доменов в переменном силовом поле. В никеле с субмикронным зерном эффект ММЗ незначителен или совсем не проявляется [6, 7].

При сравнении амплитудных зависимостей  $\delta_1(A)$  в условиях воздействия на вакуумные конденсаты магнитного поля и без него, было установлено, что для конденсатов с зерном 0,2 мкм обе эти зависимости не отличались между собой, что согласуется с данными авторов [8] для электролитических конденсатов никеля. Конденсаты с зерном  $D > 2,7$  мкм характеризовались максимумом ММЗ, однако при их нагреве в интервале  $T = 200\text{--}400^\circ\text{C}$  значения ЛД для них увеличивались (рис. 5), а не уменьшались, что следовало бы ожидать по мере приближения к точке Кюри ( $T_K = 360^\circ\text{C}$ ) в том случае, когда рассеяния энергии реализуется за счет магнитомеханического затухания [9]. То есть при повышенных температурах рассеяние энергии в никеле осуществляется, преимущественно, за счет движения дислокаций.

Диссипативные свойства металлов зависят от размерного фактора, главным образом, вследствие ослабления источников Франка–Рида по мере уменьшения размера зерна, а также из-за усиления торможения дислокаций межзеренными границами. Это приводит, в конечном итоге, к ослаблению амплитудной зависимости ЛД [10]. Отмеченные особенности механизмов рассеяния энергии, присущие немагнитным металлам, характерны также и для исследуемых конденсатов

никеля. Для конденсатов, с крупным зерном наблюдается отчетливо выраженная нелинейная амплитудная зависимость ЛД (рис. 3, кривая 3), усиливающаяся с повышением их температуры (рис. 4, б), что характерно для дислокационных механизмов рассеяния энергии.

Уменьшение толщины кристаллитов (рис. 1, б, в), а также их фрагментация малоугловыми границами и наличие на отдельных участках кристаллитов границ двойникования затрудняют работу источников Франка–Рида. Поэтому такие материалы не отличаются высоким уровнем рассеяния энергии при комнатных температурах, а сами кривые  $\delta(\epsilon)$  принимают вид близкий к линейным зависимостям (рис. 3, кривые 1, 2).

С повышением температуры конденсатов усиливается диффузионный фактор, способствующий структурной перестройке в приграничных слоях, например, проскальзыванию дислокаций вдоль границ зерен [11]. Очевидно, что в материалах с субмикронным зерном роль зернограничных центров рассеяния энергии с повышением температуры должна возрастать, но сами они не могут быть источниками новых дислокаций. Этим, по-видимому, обусловлено существенное возрастание значений ЛД при нагреве конденсатов с сохранением, в основном, линейного характера зависимостей  $\delta(\epsilon)$  (рис. 4, а). Необходимо отметить, что аналогичное влияние температуры на уровень и амплитудную зависимость ЛД наблюдалось также для наноструктурированных конденсатов меди [1], состоящих из столбчатых кристаллитов субмикронной толщины, фрагментированных наноразмерными двойниками. Следовательно, можно полагать, что влияние двойниковой субструктуры на механические свойства ГЦК-конденсатов проявляется, в основном, в корреляционной зависимости их предела текучести от плотности границ двойникования, тогда как диссипативные свойства таких конденсатов определяются, преимущественно, термически активированными процессами атомной перестройки на границах зерен.

## 5. ВЫВОДЫ

Показано, что уменьшение поперечного сечения столбчатых кристаллитов вакуумных конденсатов никеля до субмикронного размера, которое сопровождается формированием внутри них наноразмерных фрагментов, приводит к увеличению их микротвердости и уменьшению зависимости логарифмического декремента от амплитуды деформации в интервале температур измерений ЛД до 400°C.

При нагреве конденсатов наблюдается резкое увеличение ЛД, начиная с  $T = 180^\circ\text{C}$ , что можно объяснить термической активацией атомной перестройки на границах зерен, а не движением дислокаций, как у крупнокристаллических конденсатов.

## ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. A. I. Ustinov, V. S. Skorodzievski, and E. V. Fesiun, *Acta Mater.*, **56**: 3770 (2008).
2. A. I. Ustinov and O. V. Fesiun, *Surface & Coatings Technology*, **204**: 1774 (2010).
3. P. Humble and C. T. Forwood, *phys. status solidi*, **29**: 99 (1968).
4. А. И. Устинов, Б. А. Мовчан, В. С. Скородзиевский, *Пробл. прочности*, **4**: 55 (2001).
5. А. И. Устинов, В. С. Скородзиевский, Н. С. Косенко, *Пробл. прочн.*, **6**: 134 (2007).
6. Р. Бозорт, *Ферромагнетизм* (Москва: Иностр. лит.: 1956).
7. В. Н. Гриднев, А. И. Ефимов, Н. П. Кушнарера, *Украинский физический журнал*, **14**, № 12: 1937 (1969).
8. A. Fleiszar, A. Mielcharek, G. Vidrich, and W. Riehemann, *Materials Science and Engineering A*, **521**: 299 (2009).
9. И. Б. Кекало, Б. Г. Лифшиц, В. А. Лобов, В. Л. Столяров, *Механизмы внутреннего трения в полупроводниковых и металлических материалах* (Москва: Наука: 1972), с. 137.
10. С. А. Головин, А. Пушкар, Д. М. Левин, *Упругие и демпфирующие свойства конструкционных материалов* (Москва: Металлургия: 1987).
11. Э. В. Козлов, А. Н. Жданов, Н. А. Конева, *Физическая мезомеханика*, **9**, № 3: 81 (2006).