

05;12

Внутреннее трение в направленно закристаллизованных сплавах (Cu–Sn)–Nb

© В.М. Аржавитин, В.Я. Свердлов

Национальный научный центр "Харьковский физико-технический институт",
310108 Харьков, Украина

(Поступило в Редакцию 19 февраля 1997 г.)

Исследованы высокотемпературные (до 400°C) особенности низкочастотного внутреннего трения (ВТ) $Q^{-1}(T)$ композитов составов (Cu–Sn)–Nb в интервале деформаций 10^{-5} – 10^{-4} . Зарегистрированы значительный гистерезис $Q^{-1}(T)$ в цикле нагрев–охлаждение, а также минимум ($\sim 175^\circ\text{C}$) при нагреве и два пика P_2 (280°C) и P_1 ($\sim 100^\circ\text{C}$) ВТ при охлаждении от 400°C. Вычислены энергия активации аномального фона ВТ (до 175°C), параметры диффузии и концентрация кислорода в ниобиевых волокнах (определяющие пик P_2), оценены величина и температурная зависимость предела текучести бронзовой матрицы (определяющие пик P_1).

Введение

В ряде композитов, получаемых направленной кристаллизацией сплавов, существенной деградации прочностных свойств удастся избежать вплоть до предплавленных температур. Столь позитивный результат достигается за счет относительного совершенства (полукогерентности) образующихся межфазных поверхностей. В силу своей высокой жаропрочности подобные композиты используются для изготовления сопловых лопаток газовых турбин, камер сгорания, тепловых экранов и других теплонагруженных деталей. Однако при выборе композитов для работы в нестационарных тепловых режимах необходимо учитывать негативное влияние межфазных термонапряжений на направленную микроструктуру. Величина такого рода напряжений может оказаться достаточной, чтобы вызвать крайне нежелательные нарушения в композитах — фрагментизацию волокон и микропластическую деформацию матрицы [1].

Обширная информация об элементарных актах микропластичности в металлах и сплавах была получена с помощью метода низкочастотного внутреннего трения (ВТ), поскольку любые такие измерения являются по существу прямыми опытами по микродеформации [2]. Напротив, в проблеме микропластичности металлических композитов на сегодняшний день ощущается дефицит исследований амплитудно зависящего ВТ. Названными обстоятельствами продиктованы цель и характер данной работы, в которой анализируются температурные спектры низкочастотного ВТ направленно закристаллизованных композиций составов (Cu–Sn)–Nb, полученные в условиях термоциклирования.

Образцы и методика измерений

Слитки тройных сплавов (Cu–13%Sn)–30%Nb и (Cu–8%Sn)–30%Nb получали методом направленной кристаллизации в высоком температурном градиенте (~ 40 K/mm). Скорость охлаждения при затвердевании

составляла ~ 100 K/s. Столь высокая скорость охлаждения необходима для предотвращения образования хрупкого соединения Nb₃Sn в процессе направленной кристаллизации и обеспечения пластической деформации слитков. Исходные слитки Cu–Nb–Sn имели типичную композиционную микроструктуру в виде бронзовой матрицы с распределенными ниобиевыми дендритами, вытянутыми осью первого порядка вдоль продольной оси слитка. Поперечные размеры ниобиевых дендритов составляли 2–3 μm (рис. 1). Деформацию слитков в провод осуществляли волочением с промежуточными отжигами 350°C/h в вакууме через 30–40% деформации. В процессе деформации ниобиевые дендриты вытягивались в длинные волокна ленточной формы.

Измерения $Q^{-1}(T)$ образцов выполнены методами свободно затухающих крутильных и резонансных изгибных колебаний в интервале амплитуд деформаций 10^{-4} – 10^{-5} на частотах 1–70 Hz в вакууме $\sim 10^{-1}$ Pa. Диапазон термоциклирования ограничен температурами 20–400°C, чтобы избежать образования станнида ниобия (Nb₃Sn), область гомогенности которого в системе Nb–Sn требует определенного уточнения [3].

Результаты и их обсуждение

В экспериментах по кручению проволок (Cu–13%Sn)–30%Nb диаметром 0.5 mm зарегистрированы значительный гистерезис $Q^{-1}(T)$ в цикле нагрев–охлаждение, а также минимум (200°C) при нагреве и два пика P_2 (280°C), P_1 (100°C) ВТ при охлаждении от 400°C (рис. 2, кривые 1, 2). Причем температурные интервалы (20–175°C) снижения ВТ и так называемого "провала пластичности" оловянных бронз перекрываются [4]. До 175°C падение ВТ аппроксимируется обратной аррениусовой зависимостью $Q^{-1} = A \exp(U/RT)$, где R — газовая постоянная, $A = \text{const}$, энергетический параметр $U = 0.1$ eV сравним с энергией активации гистерезисного движения дислокаций в металлических материалах [5].

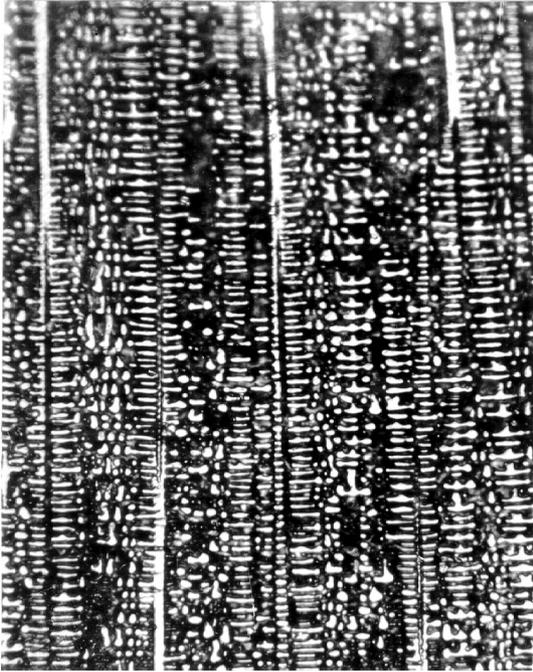


Рис. 1. Микроструктура направленно закристаллизованного сплава (Cu–13%Sn)–30%Nb (продольный шлиф).

Пик P_2 не наблюдается в чистой меди, но выявляется при кручении проволоки диаметром 0.5 mm композита Cu–25%Nb (рис. 2, кривая 3) уже в цикле ее нагрева, что позволяет отнести его (пик) к волокнам Nb. Вычисленные термоактивационных параметров сложного пика P_2 проводились по данным резонансных измерений образца (вставка рис. 2) (Cu–8%Sn)–30%Nb по температурному положению соответствующего пика ВТ. Полученные величины энергии активации процесса $U = 1.07$ eV и предэкспоненты времени релаксации $\tau_0 = 2.4 \cdot 10^{-14}$ s типичны для явлений, обусловленных миграцией точечных дефектов. Коэффициент диффузии точечных дефектов оценивался по формуле Эйнштейна $D = \alpha \cdot a^2/\tau$, где время релаксации $\tau = \tau_0 \exp(U/RT)$, для Nb межплоскостное расстояние $a = 3 \cdot 10^{-10}$ m, геометрический коэффициент для ОЦК решеток $\alpha = 1/24$ [5]. Вычисленная температурная зависимость коэффициента диффузии точечных дефектов $D(T) = 2 \cdot 10^{-7} \exp(1.07 \text{ eV}/RT)$ m²/s удовлетворительно совпадает с уравнением диффузии кислорода в ниобии, рассчитанным посредством компьютерной оптимизации кривых упругого последствия [6]. Как известно, в случае "диффузии под напряжением" растворенных атомов в ОЦК решетке (релаксации Снукса) можно оценить их концентрацию c по простой формуле

$$c(\% \text{ wt}) = K \cdot Q_p^{-1},$$

в которой Q_p^{-1} — высота пика ВТ за вычетом фона; K — коэффициент пропорциональности, принимаемый обычно ~ 1 . Такой пересчет дает значение концентрации кислорода O (% wt) в волокнах композита

тов (Cu–8%Sn)–30%Nb и (Cu–13%Sn)–30%Nb соответственно 0.013 (%wt) и 0.035 (%wt). Согласно сертификату, на исходные компоненты в ниобиевом листе вакуумной плавки и ниобия в штабиках растворено кислорода 0.01 и 0.02 (%wt) соответственно, т. е. оценочные и сертификатные значения содержания кислорода в Nb достаточно близки между собой.

Одной из возможных причин гистерезисного поведения $Q^{-1}(T)$ в композиционных материалах могут служить потери при термопластической деформации, которая обусловлена возникающими в процессе охлаждения термическими напряжениями вследствие разницы коэффициентов термического расширения компонент [7,8]. Оценка внутренних напряжений в композитах в неравновесных термических условиях может быть проведена согласно формулам [1]

$$|\sigma_m| = V_f E_f E_m \Delta \alpha \Delta T / V_m E_m + V_f E_f,$$

$$|\sigma_f| = V_m E_m E_f \Delta \alpha \Delta T / V_m E_m + V_f E_f,$$

где σ_m и σ_f — напряжения в матрице и волокнах соответственно, V_m и V_f — объемные доли материалов

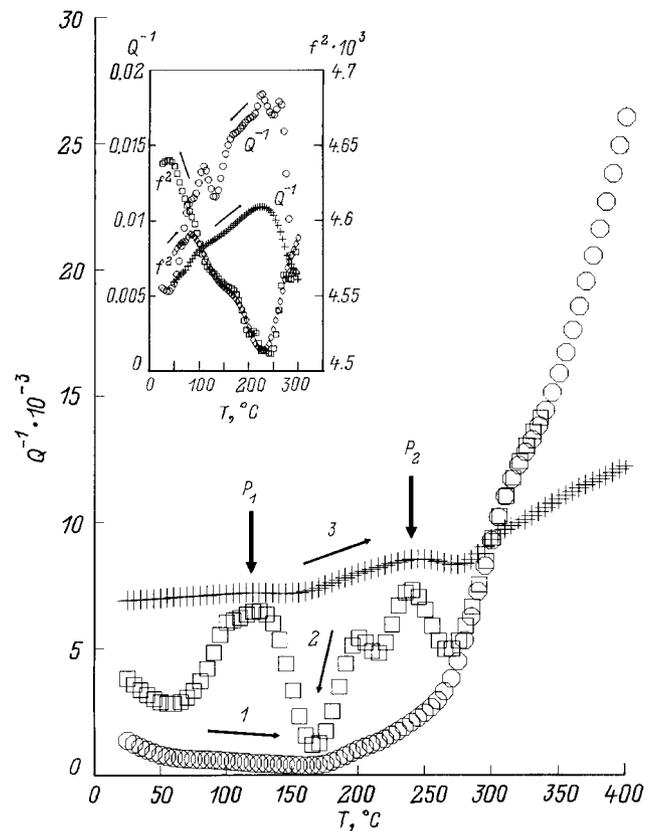


Рис. 2. Температурные зависимости ВТ проволок диаметром 0.5 mm составов (Cu–13%Sn)–30%Nb и Cu–25%Nb: 1 — линия нагрева (Cu–13%Sn)–30%Nb, 2 — линия охлаждения (Cu–13%Sn)–30%Nb, 3 — линия нагрева 25%Nb–Cu. На вставке помещены кривые ВТ и квадрата частоты изгибных резонансных колебаний охлаждаемого от 550°C композита (Cu–8%Sn)–30%Nb.

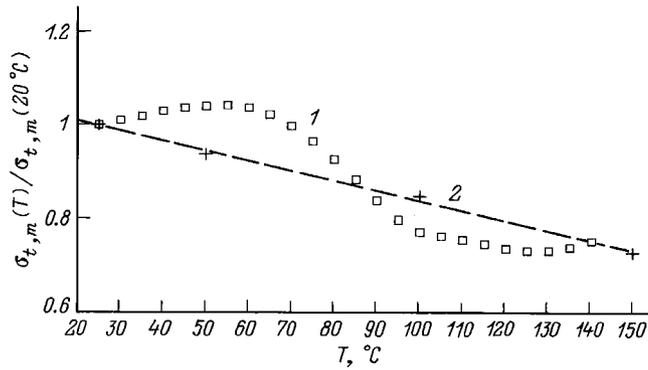


Рис. 3. Температурная зависимость нормированного предела текучести $\sigma_{t,m}(T)/\sigma_{t,m}(20^\circ\text{C})$ оловянных бронз, сопоставимых по концентрации Sn: 1 — расчетный предел текучести бронзы (Cu–13%Sn)–30%Nb, 2 — экспериментальный предел текучести бронзы БР 014 [4].

матрицы и волокон, E_m и E_f — их модули Юнга, $\Delta\alpha = (\alpha_m - \alpha_f)$ — разность коэффициентов термического расширения матрицы и волокон, ΔT — разность температур.

В случае волокнистых композиций предполагается, что напряжения возникают только вдоль оси волокон и постоянны по сечению компонентов. Для интервала охлаждения $400\text{--}100^\circ\text{C}$ применительно к (Cu–13%Sn)–30%Nb композиту оценка дает значения примерно 9 kg/mm^2 для бронзовой матрицы и 21 kg/mm^2 для ниобиевых волокон. В сумме с напряжениями ($0.1\text{--}1\text{ kg/mm}^2$), при которых производились измерения ВТ, развивающиеся термонапряжения способны вызвать пластическое течение обоих компонент композитов [9] при охлаждении образцов от 400 до температуры 100°C пика P_1 .

Поскольку объемная доля материала матрицы составляет $V_m \cdot 100\% = 70\%$, то естественно предположить, что ниже 140°C вклад микропластических деформаций матрицы в суммарное ВТ охлаждаемых композитов является доминирующим. В таком приближении можно оценить температурную зависимость относительного предела текучести $\sigma_{t,m}(T)/\sigma_{t,m}(20^\circ\text{C})$ матрицы в интервале температур существования пика пластичности P_1 . В теоретической модели, рассматривающей диссипацию упругой энергии как функцию вероятности возникновения пластических деформаций в микрообъемах [10], ВТ пропорционально отношению степенных зависимостей напряжения в материале к его пределу текучести

$$Q^{-1} \sim \sigma_{av,m}^{n-2} / \sigma_{t,m}^n,$$

где n — константа, зависящая от дисперсии функции распределения напряжений по микрообъемам, выбранная для оценочных расчетов равной 3; $\sigma_{av,m}$ — среднее напряжение в матрице на поверхности измеряемого образца; $\sigma_{t,m}$ — предел текучести матрицы.

Наиболее существенный вклад в уровень ВТ статистический механизм возникновения микропластичности может внести в композиционных материалах, компоненты которых значительно различаются механическими свойствами [11].

В первом приближении примем средние $\sigma_{av,m}$ и термические напряжения в матрицы совпадающими по порядку величины

$$\sigma_{av,m} \simeq V_f E_f E_m \Delta\alpha \Delta T / V_m E_m + V_f E_f.$$

Отсюда, зная параметры термоцикла и пользуясь предыдущей формулой для Q^{-1} , получим искомый нормированный предел текучести $\sigma_{t,m}(T)/\sigma_{t,m}(20^\circ\text{C})$. Результаты соответствующих расчетов представлены на рис. 3. Из кривых данного графика следует, что зарегистрированному уровню ВТ в диапазоне температур $20\text{--}140^\circ\text{C}$ соответствует расчетное и экспериментально наблюдаемое изменение предела текучести матрицы приблизительно на 20%.

Заключение

В проведенных исследованиях температурно зависимо ВТ направленно закристаллизованных сплавов системы (Cu–Sn)–Nb выявлены минимум ВТ ($\sim 175^\circ\text{C}$), скоррелированный по температурному положению с ”провалом пластичности” оловянных бронз, а также релаксация Снука в ниобиевых волокнах, связанная с растворенным в ниобии кислородом. Использованный здесь прием расчета остаточных термических напряжений указывает на важную возможность метода ВТ — достоверную оценку величины предела текучести материала матрицы. При условии же существования развитой теории акустических потерь на микропластичность, адаптированной к структурам направленного строения, открывается возможность для количественных расчетов температурной зависимости пределов текучести компонент ”составных” материалов.

Список литературы

- [1] Портной К.И., Бабич Б.Н., Светлов И.А. Композиционные материалы на никелевой основе. М.: Металлургия, 1979.
- [2] Головин С.А., Пушкар А. Микропластичность и усталость металлов. М.: Металлургия, 1980.
- [3] Suenaga M., Jansen W. // Appl. Phys. Lett. 1983. Vol. 43. N 8. P. 791–793.
- [4] Никольская И.М., Шпичинецкий Е.С. Металловедение и обработка цветных металлов и сплавов. М.: Металлургия, 1968. С. 7–10.
- [5] Кристалл М.А., Головин С.А. Внутреннее трение и структура металлов. М.: Металлургия, 1976. 475 с.
- [6] Baratto F.J.M., Reed-Hill R.E. // Scripta Metall. 1977. Vol. 11. N 8. P. 709–712.
- [7] Постников В.С., Аммер С.А., Качевский А.Н. // Письма в ЖТФ. 1979. Т. 5. Вып. 9. С. 560–563.

- [8] Аржавитин В.М., Шаповал Б.И., Свердлов В.Я., Тортика А.С. // ВАНТ. Сер. ядерно-физические исследования (теория и эксперимент). 1989. Вып. 3(3). С. 66–68.
- [9] Тихонов Л.В., Кононенко В.А. и др. Структура и свойства металлов и сплавов (Механические свойства металлов и сплавов). Киев: Наукова думка, 1986. 568 с.
- [10] Трощенко В.Т. // ФТТ. 1960. Т. 2. Вып. 6. С. 1060–1063.
- [11] Ренне И.И., Юркин И.Н. Внутреннее трение и дислокационная структура металлов. Тула, 1990. С. 79–82.