

ВЗРЫВНОЕ КОМПАКТИРОВАНИЕ АМОРФНОГО ПОРОШКА Cu—Sn, ПОЛУЧЕННОГО МЕТОДОМ МЕХАНИЧЕСКОГО СПЛАВЛЕНИЯ

*Н. Н. Горшков, Е. Ю. Иванов, А. В. Пластинин,
В. В. Сильвестров, Т. М. Соболенко, Т. С. Тесленко*

(Новосибирск)

Основной способ получения аморфных сплавов — быстрая закалка из жидкого состояния. Однако этот метод накладывает определенные ограничения на состав аморфных сплавов, и, кроме того, имеется сравнительно небольшой набор сплавов, выпуск которых освоен промышленностью. В [1—4] предложен совсем другой механизм образования аморфных сплавов, включающий твердофазные реакции — механическое сплавление, при котором смесь порошков исходных материалов нужного состава подвергают интенсивной обработке в шаровой мельнице. В отличие от быстрозакаленных сплавов, исследованию которых посвящено много работ, аморфные сплавы, полученные методом механического сплавления, изучены мало.

Для практического применения аморфных сплавов и исследования их свойств требуется создание из них прочных объемных изделий. Вследствие сравнительно низких температур кристаллизации аморфных сплавов получать изделия из них в большинстве случаев можно только с помощью взрывного компактирования [5—7]. Таким способом нами были изготовлены образцы из синтезированного механическим сплавлением аморфного сплава Cu — 25 ат. % Sn, изучен ряд свойств этих образцов.

Исходный материал. Проведенная оценка для системы $\text{Cu}_{100-x}\text{Sn}_x$ по критерию [8] показала, что наиболее вероятно образование аморфного сплава в области $20 \leq x \leq 50$ %. Экспериментально аморфизация сплава достигнута при $x = 25$ %, что хорошо согласуется с оценочным значением.

Аморфный сплав Cu — Sn (25 %) синтезирован в шаровой планетарной мельнице с барабанами объемом до 200 см^3 из порошков меди (ПМС-1) и олова (ПО-1) с размерами частиц 50—100 мкм. Синтез порошков проводился на воздухе в течение 30—90 мин. В результате получен порошок с размером частиц от 0,5 до 300 мкм, средний размер 15 мкм. Большие частицы — это прочные конгломераты частиц меньшего размера (рис. 1). Рентгеноструктурный анализ проводился на дифрактометре ДРОН-3 в монокроматизированном $\text{CuK}\alpha$ -излучении.

Исходный порошок, полученный методом механического сплавления, представлял существенно аморфизированное вещество, дающее один широкий дифракционный пик при $2\theta = 38 \div 50^\circ$ с максимумом при $2\theta \approx 43^\circ$, интегральная полуширина $B \approx 4^\circ$. Однако структура этого пика (рис. 2) позволяет предполагать, что он состоит из нескольких сильно размытых максимумов, соответствующих межплоскостным расстояниям

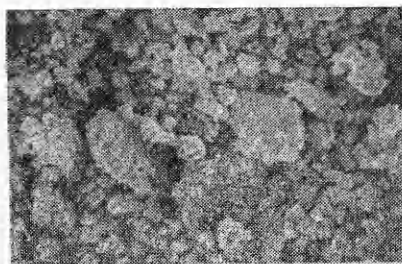


Рис. 1. Фотография частиц порошка, полученная с помощью растрового микроскопа JSMT-20 ($\times 100$).

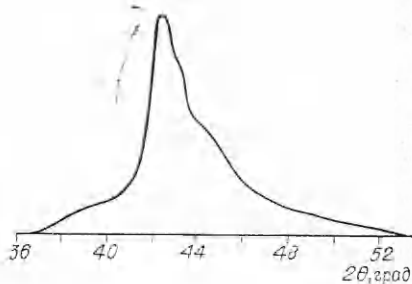


Рис. 2. Схема рентгеновской линии аморфного порошка.

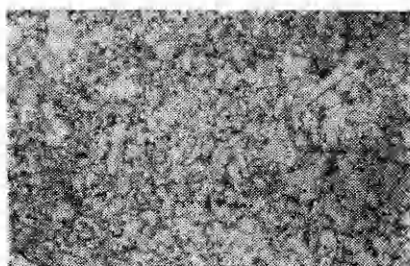


Рис. 3. Фотография поверхности шлифа статически спрессованного порошка ($\times 100$).

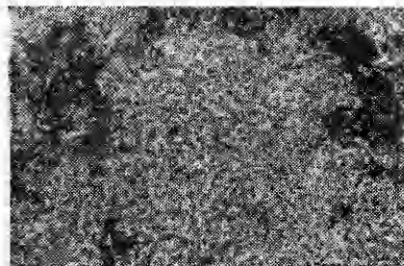


Рис. 4. Центр шлифа ампулы спрессованного взрывом аморфного порошка после химического травления с подогревом ($\times 100$).

$d = 2,26$ (сл.); 2,13 (с.); 2,11 (с.); 2,01 (ср.). Соединение $\text{Cu}_{10}\text{Sn}_3$ (ξ -фаза) содержит эти линии, и можно предполагать, что при механическом сплавлении аморфизация идет через эту фазу. Термическая стабильность сплава исследовалась методом дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК), проведенной на приборе DSC-111 Setaram. Экзотермический пик, соответствующий кристаллизации исходного порошка сплава, один, сильно размыт, с максимумом при 250°C .

Согласно данным работы [9], при кристаллизации аморфного сплава примерно того же состава, но закаленного из расплава при высоком давлении наблюдается хорошо выраженный расщепленный пик.

Прессование. Аморфные сплавы на основе меди хорошо прессуются на статических прессах при сравнительно небольших давлениях и комнатной температуре. Возможность такого прессования порошка $\text{Cu} - \text{Ti}$ отмечена в [10], компакты обладали механической прочностью. Аналогичные образцы из $\text{Cu} - \text{Sn}$ получены нами на прессе с усилием 50 т при комнатной температуре. Плотность образцов $0,9\rho_r$ ($\rho_r = 8,6 \text{ г/см}^3$ — расчетная плотность беспористого материала). Взрывное прессование проводили по стандартной цилиндрической схеме [11]. Контейнер и медная трубка с внутренним диаметром 14 мм и толщиной стенки 3 мм помещались в заряд ВВ (аммонит 6ЖВ, $\rho_0 = 1 \text{ г/см}^3$) диаметром 55 мм. Порошок в контейнере предварительно подпрессовывался до $\rho = (0,6 - 0,7)\rho_r$. После взрыва плотность компактов — $0,98\rho_r$.

Структура и микротвердость компактов. Микроструктурные исследования статически спрессованного и скомпактированного взрывом аморфного порошка $\text{Cu} - \text{Sn}$ показали, что общий вид шлифов похож на обычные компакты. На статически спрессованном цилиндре много пор, зоны контакта между порошинками легко наблюдаются в оптический микроскоп (рис. 3), что позволяет оценить линейный размер спрессованных частиц от 5 до 300 мкм. Таким образом, во время статического прессования формы и размер исходных частиц не меняются. Микротвердость статически спрессованного порошка $H_v = 350 \div 380$. Рентгеноструктурный анализ показал, что статическое прессование исходного порошка не приводит к какому-либо изменению дифракционной картины.

Шлифы образцов аморфного порошка, спрессованного взрывом в ампуле сохранения (при общей длине 40 мм), практически не имели пористости. Следы исходных частиц на шлифах скомпактированного взрывом сплава $\text{Cu} - \text{Sn}$ не наблюдались, в том числе и после травления обычными травителями на медь и ее сплавы (8% CuCl_2 в аммиаке; персульфат аммония и т. д. вплоть до 35% HNO_3). На поверхностях шлифов образовывались окисные пленки, более плотные в области центра и иногда имеющие следы типа двойниковых или сдвиговых полос на других участках окисной пленки. Микротвердость в сечении не была постоянной: в центре $H_v = 500 \div 590$, у основной спрессованной части $H_v = 550 \div 650$, у края поверхности защитной ампулы $H_v = 300 \div 390$.

Рентгеноструктурный анализ спрессованного взрывом аморфного

порошка показал, что на периферии ампулы дифракционная картина почти неизменна, только немного уменьшена ширина пика, т. е. на периферии присутствует в основном аморфная фаза. В центре, где при компактировании было маховское отражение и, следовательно, значительно выше давление и температура, структура частично кристаллизована, присутствуют в небольшом количестве соединения $\text{Cu}_{31}\text{Sn}_8$ (δ -фаза) и твердый раствор олова в меди (α -фаза) с ГЦК-структурой и параметром решетки $a = 3,69 \text{ \AA}$, что соответствует содержанию $\sim 8 \text{ ат. \% Sn}$. Нужно отметить, что эти фазы имеют сильные интенсивные линии в диапазоне углов дифракции $2\theta = 42,5 \div 43,5^\circ$, т. е. там, где наблюдается широкий пик аморфного состояния, поэтому невозможно проследить последовательность выделения кристаллических фаз при взрывном компактировании и связанном с ним нагреве материала.

Для оценки степени сохранения аморфного состояния можно измерять интегральную полуширину B размытого дифракционного пика $2\theta = 38 \div 50^\circ$. Для исходного аморфного порошка характерна величина $B = 3,2 \div 4^\circ$, статическое прессование не изменяет B , а после взрывного компактирования величина B уменьшается до $2,6\text{--}3^\circ$ на периферии ампулы и до $0,8\text{--}1^\circ$ в центре (в последнем случае измерялась суммарная ширина линий $d = 2,13$ α -фазы и $d = 2,11$ δ -фазы). Уменьшение интегральной ширины дифракционного пика говорит о начинающемся процессе кристаллизации при взрывном компактировании. ДСК-анализ скомпактированного взрывом порошка показывает термическую стабильность сплава, аналогичную исходному аморфному состоянию материала. Отжиг аморфного порошка в вакууме при 300°C в течение 1 ч приводит к кристаллизации в δ - и α -фазу. Микротвердость отожженного порошка $200\text{--}350$. Взрывное компактирование отожженного кристаллического порошка $\text{Cu}\text{--}\text{Sn}$ не изменило его фазовый состав. Микротвердость компакта $300\text{--}350$.

Другой тип кристаллизации спрессованного взрывом аморфного порошка возник при травлении шлифа в следующих условиях: смесь из 10 мл уксусной кислоты (90%), 20 мл азотной кислоты (35%) и 0,04 г хлористого аммония подогрелась на водяной бане до $60\text{--}80^\circ\text{C}$, затем шлиф погружался в этот раствор, снятый с бани на 30 с, причем в отличие от других применявшихся травителей возникала довольно бурная реакция. Такое травление, по данным рентгеноструктурного анализа, сопровождалось резким увеличением количества кристаллических фаз α , γ и δ не только в центре, но и по всему сечению образцов. Травление выявило структуры, характерные для прессования взрывом обычных металлических порошков: дендритную кристаллизацию в центре (рис. 4), несколько переходных сильно затравленных слоев и основную спрессованную массу с намеченными контурами мелких и средних частиц, напоминающих об исходном порошке (ср. рис. 3 и 5). Микротвердость после этого травления тем не менее изменилась только в центре образца, снизившись до твердости кристаллизованного компакта: $H_v = 310 \div 350$. Таким образом, химическая и термическая стабильность аморфизированного материала, тем более скомпактированного взрывом, должны изучаться весьма широко и разносторонне.

Механические свойства. В литературе очень мало данных о систематических исследованиях механических свойств образцов, полученных взрывом или ударным прессованием. Обычно ограничиваются измерениями предела прочности при статическом сжатии и микротвердости. В полной мере это относится и к компактам из аморфных сплавов. Известно, что предел прочности на сжатие для хороших компактов $\sim 0,5\sigma_{\text{п}}$ ($\sigma_{\text{п}}$ — предел прочности ленты из данного сплава на растяжение). Поверхности разлома на разрушенных образцах характерны для хрупкого разрушения.

В данной работе исследовано поведение полученных взрывным прессованием образцов при одноосном сжатии при скоростях деформации

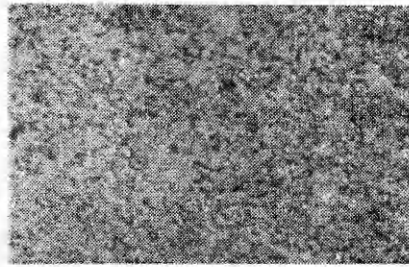


Рис. 5. Микроструктура основного спрессованного взрывом порошка Cu — Sn после химического травления с подогревом ($\times 100$).

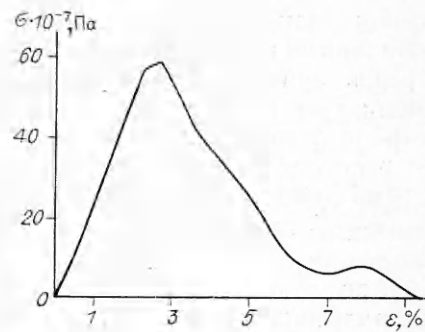


Рис. 6. $\sigma - \epsilon$ -диаграмма, полученная при динамических испытаниях ($\epsilon_{ср} = 2 \cdot 10^3 \text{ с}^{-1}$).

$\sim 10^{-3}$ и $\sim 10^3 \text{ с}^{-1}$. При динамических испытаниях материалов использовался известный метод разрезного стержня Гопкинсона [11]. Цилиндрический образец зажимается между торцами подводящего и отводящего стержней. Ударом стержня-бойка по свободному торцу подводящего стержня в нем создается упругий импульс сжатия, распространяющийся вдоль стержня. Достигнув образца, импульс распадается на отраженный и прошедший в отводящий стержень. Метод позволяет восстановить деформацию и напряжение в образце (в приближении квазистатичности и одноосности напряженного состояния образца) из известных профилей падающего, прошедшего и отраженного импульсов.

В установке импульс сжатия длительностью ~ 50 мкс создавался ударом стального стержня диаметром 20 мм, который разгонялся пневматическим устройством до 5—50 м/с. Длина измерительных (подводящего и отводящего) стержней из закаленной стали ХВГ 500, диаметр 20 мм. Профили волн регистрировались тензодатчиками, наклеенными на расстоянии 200 мм от образца. Использовалась цифровая регистрация сигналов с помощью АЦП 10/1 с частотой дискретизации 1 МГц. Образец — таблетка диаметром 10 и высотой 5 мм, скорость бойка 19,5 м/с.

$\sigma - \epsilon$ -диаграмма (рис. 6) имеет форму равностороннего треугольника и подобна соответствующей диаграмме, полученной при испытаниях аморфных лент на растяжение в статических условиях на испытательной машине с высокой жесткостью [12]. Участок пластического течения отсутствует. Максимальное напряжение, которое выдерживает образец, $\sigma_{\max} = 610$ МПа, модуль Юнга равен 26 ГПа. Статические испытания проводились на разрывной машине с максимальным усилием 10 т. Измерялось только напряжение разрушения при одноосном сжатии образца, которое оказалось равным $\sigma_p = 650$ МПа. Обычно металлы и сплавы имеют динамическую прочность значительно выше статической. В данном случае $\sigma_p \approx \sigma_{\max}$, т. е. в статических условиях аморфные, скомпактированные взрывом образцы выдерживают такие же нагрузки, как и при динамических испытаниях. Аналогичная зависимость от скорости деформации получена при испытании аморфных лент $\text{Pd}_{80}\text{Si}_{20}$ на растяжение [12]. По-видимому, в том и другом случае механизм разрушения общий. Разрушение происходит по полосам локализованной пластической деформации, образование которых может даже облегчаться при повышении скорости деформации.

Известно [12, 13], что пластическая деформация гомогенных металлических стекол (фольг, проволоки) при комнатной температуре происходит только путем сдвига по полосам скольжения. При взрывном прессовании быстрозакаленных металлических порошков наблюдался аналогичный механизм деформации [14]. В [15] отмечено, что сдвиговый тип деформации при взрывном прессовании характерен для высокотвердых металлов и керамик.

В настоящих экспериментах также появлялись характерные ступени высотой ~ 50 мкм на поверхности спрессованных взрывом образцов порошков Cu—Sn, причем не только в аморфном состоянии, когда твердость сплава очень высокая, но и на предварительно закристаллизованном порошке сплава с $H_v = 280$.

Таким образом, с помощью взрывного прессования удалось скомпактировать аморфный порошок Cu—Sn (25 ат. %), полученный методом механического сплавления, причем в компакте сохранена аморфная структура. Компакты проявляют достаточно высокие механические свойства как при статическом, так и динамическом нагружении, и поведение их подобно поведению металлических стекол, полученных быстрой закалкой.

ЛИТЕРАТУРА

1. Yen X. L., Samber K., Johnson W. L. Appl. Phys. Lett., 1983, 42, 2, 242.
2. Ермаков А. Е., Юрчиков Е. Е., Баринов В. А. Физика металлов и металловедение, 1981, 52, 1184.
3. Ермаков А. Е., Баринов В. А., Юрчиков Е. Е. Физика металлов и металловедение, 1982, 54, 935.
4. Koch C. S., Cavin O. V. Appl. Phys. Lett., 1983, 43, 11, 1017.
5. Нестеренко В. Ф. ФГВ, 1985, 21, 6, 85.
6. Glue C. F., Hopper P. W. Scripta Met., 1977, 11, 1137.
7. Кирко В. И., Кузовников А. А.—Красноярск, 1985.— (Препр./Ин-т физики им. Киренского; № 358ф).
8. Miedema A. R., Less G. Common Met., 1975, 41, 283.
9. Александрова М. М., Бражкин В. В., Попова С. В. Металлофизика, 1986, 6.
10. Politis I., Johnson W. L. J. Appl. Phys., 1986, 60, 3.
11. Дерибас А. А., Ставер А. М. ФГВ, 1974, 10, 4, 568.
12. Linholm P., Meeh G. Phys. Solids, 1964, 12, 317.
13. Судзуки К., Фудзимори Х., Хасимото Х. Аморфные металлы.— М.: Металлургия, 1987.
14. Металлические стекла/Под ред. Д. Гилмана, Х. Лимм.— М.: Металлургия, 1984.
15. Нестеренко В. Ф., Першин С. А. ФГВ, 1987, 23, 5, 159.
16. Prummer R. High Energy Rate Fabrication: Proc. of the 9th Intern. Conf.—Novosibirsk, 1986.

Поступила в редакцию 16/V 1988

УДК 534.222.1 + 533.6

ИЗМЕРЕНИЕ ДАВЛЕНИЯ И ТЕМПЕРАТУРЫ ПРИ УДАРНОМ НАГРУЖЕНИИ ПОРИСТЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

Ю. В. Загарин, Г. Е. Кузьмин, И. В. Яковлев
(Новосибирск)

Развитие современной техники связывается с получением новых материалов, обладающих сложной структурой и широким спектром физико-механических характеристик. Металлургические методы создания многокомпонентных композиций оказываются ограниченными по существу часто ввиду несовместимости ожидаемых свойств.

Большие возможности для конструирования материалов, обладающих сложным комплексом свойств, открывают композиционные материалы (КМ) слоистой, волокнистой и пористой структур [1]. В настоящее время известны ряд экспериментальных работ, посвященных вопросам получения армированных КМ с использованием сварки металлов взрывом [2—4]. В них установлены механизмы взаимодействия армирующих волокон с матричными пластинами при скользящей взрывной нагрузке, определены необходимые и достаточные условия образования прочного соединения волокон с матрицей, изучены характерные структуры и свойства межфазной границы.