

УДК 541.64

ИЗМЕРЕНИЕ МИКРОТВЕРДОСТИ КОМПОЗИТНЫХ ОБРАЗЦОВ, УПРОЧНЕННЫХ УГЛЕРОДНЫМИ НАНОВОЛОКНАМИ

© В.Ф. Попов, А.В. Попов

Ключевые слова: микромеханические испытания; композитный материал; конгломераты углеродных нановолокон; прочностные характеристики; дислокации.

В данной работе предпринята попытка создания нового композитного материала, полученного методом порошковой металлургии из медного порошка и армированного углеродными нановолокнами в виде конгломератов. Показано, что наличие включений нановолокон увеличивает прочностные характеристики в локальных участках, непосредственно примыкающих к конгломерату, примерно на 40 % по сравнению с матричными участками. Данный эффект объясняется с позиций дислокационной теории. В работе используется широкий спектр современного экспериментального оборудования.

Появление материалов с новыми свойствами в значительной мере связано с прогрессом в области создания нанообъектов. Однако их большая удельная стоимость в значительной мере ограничивает создание деталей, целиком состоящих из подобных структур. В этой связи весьма перспективным представляются способы изготовления элементов конструкций из композитных материалов, в которых традиционные составляющие армированы объектами наноразмерных масштабов. Данная работа является попыткой реализовать подобный подход в области порошковых технологий.

Образцы диаметром $16 \cdot 10^{-3}$ м и толщиной $2 \cdot 10^{-3}$ м изготавливались из медного порошка дисперсностью 0,1 мкм. Порошковые материалы являются одним из перспективных материалов в современном машиностроении. Гибкая технология, позволяющая создавать изделия весьма сложной формы, сравнительная простота используемого оборудования и оснастки, низкая себестоимость процессов – вот далеко не полный перечень преимуществ данного метода создания деталей конструкций и механизмов. В этой связи представляется особо перспективным путь создания порошковых металлических материалов, дополнительно армированных нановолокнами для получения конструктивных элементов, обладающих новым набором эксплуатационных характеристик.

Нановолокна получались методом каталитического пиролиза метана, в котором возможно реализовать гибкое и раздельное управление условиями образования нанообъектов.

В качестве катализатора использовался порошок никеля, который находился в реакторе на кварцевом поддоне, установленном на весах (рис. 1). Время разогрева реактора составляло 40 мин. Далее при температуре 600 °С происходил пиролиз углеводорода и образование на частицах металла нановолокон в виде конгломератов нанотрубок. Диаметр каждой нанотрубки не превышал нескольких десятков нанометров. Отработанный газ затем выводился из реактора. Время проте-

кания процесса при рабочей температуре составляло 1 час.

Для изготовления образцов использовался медный порошок с дисперсностью 0,1 мкм. Его смешивали с нановолокнами в различных весовых соотношениях в контейнере, выполненном из фторопласта (рис. 2), содержащем мелющие тела, представляющие собой шарики диаметром 6 мм, выполненные из меди.

Процесс смешивания осуществлялся на установке «Турбула» (рис. 3). Время смешивания составляло 1 час. Данная установка позволяет эффективно производить смешивание сыпучих тел различного размера и происхождения благодаря тому, что переворачивание контейнера осуществляется в различных плоскостях.

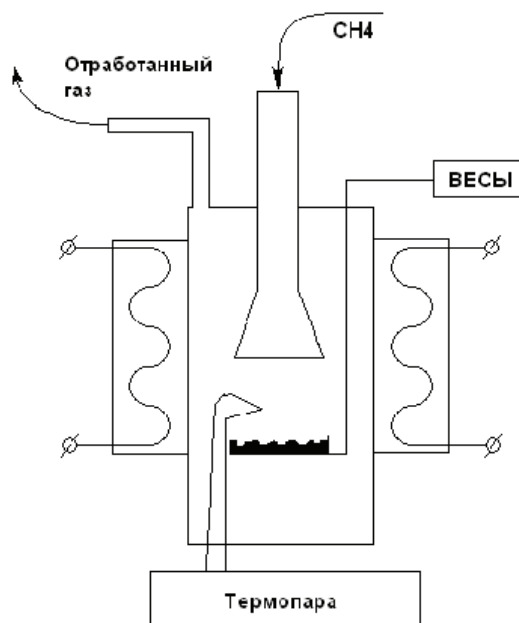


Рис. 1. Установка для получения нановолокон

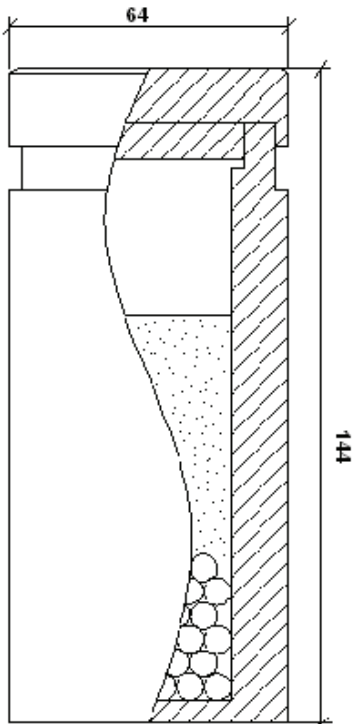


Рис. 2. Контейнер для смешивания медного порошка и нановолокон

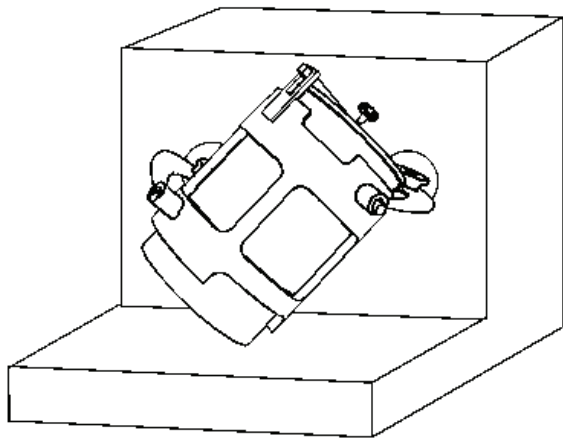


Рис. 3. Смеситель «Турбула» с контейнером

На следующем этапе происходил процесс прессования образцов в специальной пресс-форме, состоящей из матрицы 1 и двух пуансонов (рис. 4). Прессование извлеченной из контейнера смеси осуществлялось на гидравлическом прессе с давлением $3 \cdot 10^8$ Па. Изготовленные образцы диаметром 16 мм и высотой 5 мм подвергались спеканию в вакуумной печи СНВЭ-1,31/16-44 УХЛ 4.1 при вакууме $\sim 1 \cdot 10^{-3}$ Па.

Спекание проводилось при температуре 800 °С в течение 3 часов. В результате получались образцы новых материалов для дальнейших исследований.

Целью микромеханических испытаний являлось выявление прочностных свойств локальных участков композита, непосредственно в районе контакта медь – конгломерат нановолокон. Для этого использовался микротвердомер ПМТ-3.

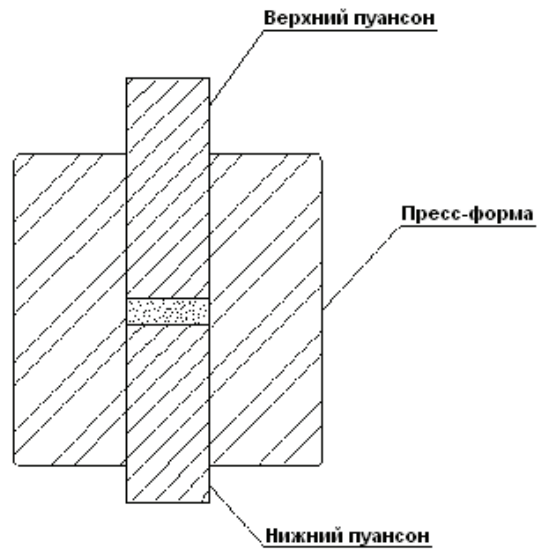
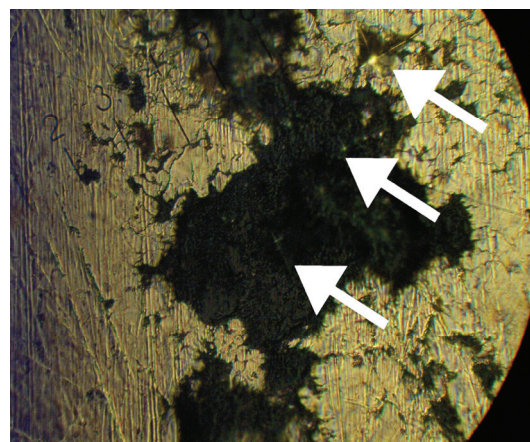


Рис. 4. Пресс-форма для прессования образцов



а)



б)

Рис. 5. К описанию методики микромеханических испытаний: а) схема испытаний; б) фотография поля испытаний ($\times 600$)

При вдавлении алмазной пирамидки в образце происходила пластическая деформация и образовывался отпечаток. Мерой твердости в этом методе являлась площадь поверхности отпечатка. Чем легче в материале перемещались дислокации, тем выше его пластичность и меньше число твердости.

Микротвердость вычислялась по формуле:

$$H_{\mu} = \frac{P}{F_{omn}} = 2 \frac{P}{a^2} \sin \frac{\alpha}{2} = 18,54 \frac{P}{a^2} \frac{MH}{M^2},$$

где P – нагрузка на индентор, H (нагрузка на индентор P составляла $0,2H$), $\alpha = 136^{\circ}$ – угол при вершине алмазной пирамидки, a – размер диагонали отпечатка.

На рис. 5а представлена схема, по которой проводились исследования. Так как второй составляющей композита является конгломерат нановолокон, необходимо задаться отправной точкой, наличие которой позволило бы систематизировать микромеханические испытания.

Конгломерат представляет собой фрактальный объект, поэтому представлялось рациональным провести первое испытание в центральной части конгломерата (данный отпечаток выполнял роль отправной точки). Следующее испытание, т. е. создание отпечатка индентора, проводилось на определенном расстоянии и т. д. В результате получалась цепочка отпечатков (рис. 5б, края отпечатков обозначены стрелками). По результатам испытаний определялось число твердости H_{μ} и строился график распределения микротвердости по расстоянию от отправной точки (рис. 6).

Из рис. 6 видно, что максимум кривой соответствует $\approx 1 \cdot 10^{-7}$ м от центрального отпечатка, что соответствует периферийной части конгломерата нановолокон.

На рис. 7 представлена фотография подобного объекта, полученная с помощью электронного микроскопа ЭМВ-100А. Из нее следует, что он выглядит как довольно плотный «клубок» нановолокон, а его периферия – это в основном пучки переплетенных и единичных нанотрубок. При изготовлении образцов методом порошковой металлургии с их добавками они фиксировались в спеченном медном порошке, образуя по краям конгломератного включения особую структуру – медную основу с вкраплениями сплетенных нановолокон.

Во время испытания на микротвердость при вдавлении алмазной пирамидки происходила пластическая деформация в области, непосредственно примыкающей к району испытания. Как известно, она представляет собой не что иное, как движение дислокаций. Их распространение происходило сравнительно легко в довольно мягкой медной составляющей спеченного композита. Доходя до нанотрубок, дислокации тормозились в своем движении. Этот процесс неминуемо сопровождался увеличением плотности дислокаций у подобных «барьеров», что в свою очередь приводило к увеличению прочности и, как следствие, к возрастанию микротвердости, что и фиксировалось во время проведения опытов (уже упоминавшиеся возрастание кривой на рис. 6).

Подобный процесс реализуется тем более активно, если принять во внимание то обстоятельство, что нановолокна в диаметре сравнимы по размерам с размерами дислокаций. Процесс упрочнения традиционных по-

рошковых материалов на стадии их изготовления представляется в этой связи довольно перспективным. При том условии, что отдельные нанотрубки равномерно распределены по всему объему детали, они являются весьма дисперсными барьерами на пути движения дислокаций. Если преодолеть технологические трудности в процессе получения обособленных углеродных нанобъектов в промышленном количестве по доступным ценам, откроется перспектива создания нового класса порошковых материалов – с заранее запланированной плотностью упрочняющих нановключений.

Это значение представляется вполне объяснимым в рамках классической теории дислокаций, если мы представим себе структуру углеродного конгломерата.

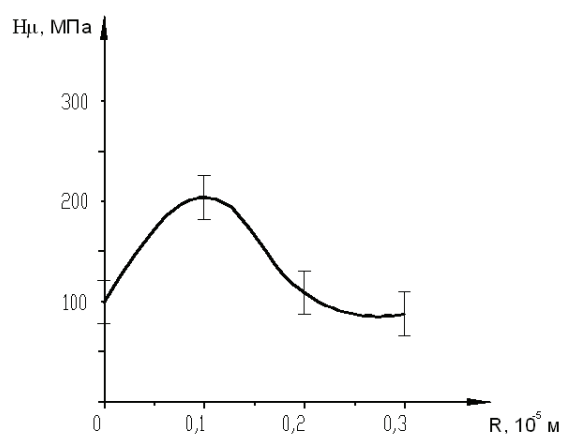


Рис. 6. Распределение числа твердости H_{μ} по расстоянию от центрального отпечатка

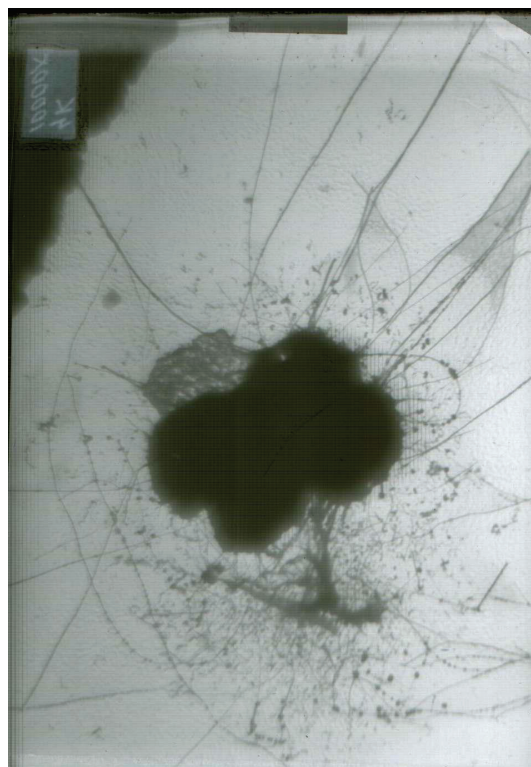


Рис. 7. Конгломерат нановолокон ($\times 10000$)

ЛИТЕРАТУРА

1. Либерсон Г.А., Лопатин В.Ю., Комарницкий Г.В. Процессы порошковой металлургии: в 2 т.: учебник для вузов. Т. 2: Формование и спекание. М.: МИСИС, 2001. 320 с.
2. Нанотехнология в ближайшем десятилетии. Прогноз направления исследований / под ред. М.К. Роко, Р.С. Уильямса и П. Аливисатоса; пер. с англ. М.: Мир, 2002. 292 с.

Поступила в редакцию 20 ноября 2009 г.

Popov V.F., Popov A.V. Measurement of microhardness of the composite samples strengthened by carbon nano-fibres.

In the given work attempt of creation of the new composite material received by a method of powder metallurgy from a copper powder and reinforced with carbon nano-fibers in the form of conglomerates is undertaken. It is shown that presence of inclusions of nano-fibers increases strengths characteristics in the local sites directly adjoining the conglomerate, approximately by 40 % in comparison with matrix sites. The given effect is explained from the positions of dislocation theory. In the work the wide spectrum of the modern experimental equipment is used.

Key words: micromechanical tests; composite material; conglomerates of carbon nano-fibers; strength characteristics; dislocations.

УДК 620.162

ОСОБЕННОСТИ ДВОЙНИКОВАНИЯ В ЗЕРНАХ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО СПЛАВА Fe + 3,25 % Si

© А.М. Кириллов, Т.Н. Плужникова, Д.Е. Долгих, В.А. Федоров

Ключевые слова: двойникование; поликристалл; деформация и разрушение.

Исследованы количественные характеристики двойникования в зависимости от скорости деформирования, температуры и размера зерна поликристаллического сплава Fe + 3,25 % Si.

Механическое двойникование является одним из распространенных видов пластической деформации металлов с различными типами кристаллических решеток, а при ударном нагружении оно выступает в качестве основного деформационного механизма. Информация о влиянии различных факторов на двойникование и о влиянии последнего на процесс разрушения крайне интересна и полезна. До настоящего времени одни исследователи считают двойникование ответственным за инициирование микроразрушений, тогда как другие склонны приписывать ему свойство пластифицировать материал при определенных условиях. Работ, посвященных исследованиям двойникования, относительно мало, и в количественном отношении они практически не рассматриваются.

Испытания на растяжение поликристаллического ОЦК сплава Fe + 3,25 % Si проводили на механической машине Instron-5565 со скоростями относительной деформации $\dot{\epsilon} \approx 0,002 \div 0,66 \text{ с}^{-1}$ при температурах 183–393 К. В образцах порядка 80 % всех зерен лежат в интервале $0,025 \div 0,175 \text{ мм}$, а среднестатистический размер зерна: $d_{cp} = 0,12 \text{ мм}$.

Выявлено, что максимум распределения сдвойникованных зерен смещается в сторону более крупного зерна, относительно общего распределения зерен поликристалла по размерам (рис. 1а). Среднестатистический размер сдвойникованных зерен смещен в сторону более крупных размеров относительно среднестатистического размера зерна поликристалла. Это позволило сделать вывод о том, что крупное зерно в отличие от мелкого больше подвержено не только деформации скольжением, но и двойникованием.

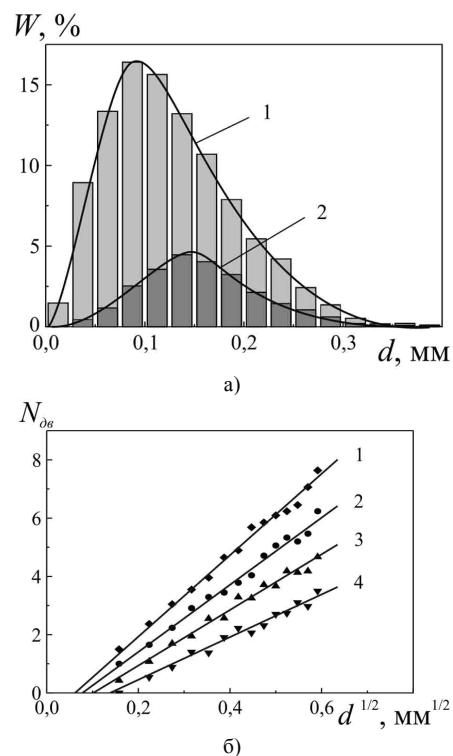


Рис. 1. а) Гистограммы распределения частоты зерен по размерам: 1 – общего числа зерен в рабочей зоне образца, 2 – числа сдвойникованных зерен при заданной температуре и скорости деформирования; б) зависимость среднего числа двойников в зерне от размера зерна при $\dot{\epsilon} = 0,211 \text{ с}^{-1}$ и различных температурах: 1 – 183 К; 2 – 243 К; 3 – 293 К; 4 – 343 К