

УДК 539.3

ПОЛУЧЕНИЕ КОМПОЗИТОВ НА МЕТАЛЛИЧЕСКОЙ ОСНОВЕ, УПРОЧНЕННЫХ НАНОЧАСТИЦАМИ ДИБОРИДА ТИТАНА

М. П. Бондарь, Е. В. Карпов

Институт гидродинамики им. М. А. Лаврентьева СО РАН, 630090 Новосибирск
Новосибирский государственный университет, 630090 Новосибирск
E-mails: bond@hydro.nsc.ru, evkarpov@mail.ru

Исследован механизм получения высокопрочных мезокомпозиционных материалов, имеющих ячеистую микроструктуру. Показано, что формирование микроструктуры мезокомпозиции определяется методом прессования, характеризуемым большими величинами деформации и ее скорости, а также составом мезокомпозиции; высокопластичная матрица и недеформируемые частицы упрочняющей фазы, не имеющие связи с матрицей мезокомпозиции, способствуют процессу самоорганизации — образованию ячеистой микроструктуры. Проведены исследования комплекса свойств мезокомпозиций, позволяющие понять общие закономерности их формирования и оптимизировать их состав. Получен композит оптимального состава, сохраняющий высокую электропроводность меди и значительную пластичность, необходимую для его эффективного использования, обладающий прочностью, на порядок превышающей прочность основы, и значительно превосходящий по прочности и износостойкости дисперсно-упрочненные сплавы, получаемые путем внутреннего окисления. Получены результаты, которые могут быть использованы при создании новых композитных материалов.

Ключевые слова: нанокompозит, мезокомпозиция, квазидинамическое прессование, механизм формирования, микроструктура, механические свойства.

Создание материалов с улучшенными физико-механическими свойствами является одной из фундаментальных задач физического материаловедения. Интерес к исследованию композитных материалов обусловлен тем, что, управляя выбором их компонентов, можно получать необходимое сочетание физических и прочностных свойств (прочность, сопротивление износу, высокие жаропрочность, электро- и теплопроводность), которое нельзя получить традиционными способами. Как правило, выбор компонентов композиционных материалов определяется функциональным назначением материала. Широко изучаются и используются композиты с микрокристаллической металлической основой, упрочняющий компонент которых содержит нанокристаллические включения [1–5]. Материалы такого типа называются также нанокompозитами. Помимо высоких прочности и износостойкости такие материалы должны обладать определенной конструкционной пластичностью. Очевидно, что при формировании композитов необходимо учитывать свойства компонентов, их взаимодействие, а также особенности передачи нагрузки от металлической матрицы к упрочняющему компоненту.

Настоящая работа посвящена исследованию механизма формирования композита на металлической основе, предназначенного для использования в электропромышленности. В качестве материалов матрицы использовались медь (Cu), внутренне окисленная медь

(ВОМ), представляющая собой дисперсно-упрочненный сплав Cu — 3,5 % Al_2O_3 , а также алюминий (Al) и армко-железо (Fe). Для всех основ в качестве упрочняющей фазы использовались агломераты нанокompозита Cu–TiB₂ (28 % Cu — 72 % TiB₂) с размером частиц TiB₂, приближенно равным 100 нм. Объемная доля упрочняющей фазы в композите, определяемая по содержанию TiB₂, менялась в диапазоне 5–18 % общего объема материала. Выбор диборида титана (TiB₂) обусловлен его высокой температурой плавления (от 3123 К), твердостью ($H_v = 33\,700 \pm 600$ МПа) и износостойкостью, а также тепло- и электропроводностью. Исходная порошковая масса для изготовления композита создавалась путем смешивания порошка основы с агломератами нанокompозита в планетарной мельнице [6].

Важным моментом при создании композитов является выбор способа компактирования сплавов, обеспечивающего образование связи между элементами порошковой фракции, а также сохранение наноразмерной структуры упрочняющих фаз. Большая твердость упрочняющего компонента требует применения особых высокоэнергетических способов его компактирования. Известно, что взрывные методы компактирования обеспечивают получение компактов, плотность которых равна плотности монолита. Однако вследствие неоднородности пластической деформации на контактных границах высокая прочность не достигается. Для того чтобы при компактировании на контактных границах происходило образование связи, вблизи них в обоих контактирующих материалах должна одновременно осуществляться пластическая деформация [7].

В настоящей работе использовался квазидинамический метод прессования, характеризующийся большими величинами деформации и ее скорости ($\varepsilon > 300$ %, $\dot{\varepsilon} > 5 \times 10^{-1}$ с⁻¹) [8]. Для получения высокопрочных прутков прессование осуществлялось с помощью гидропресс-молота “Сибирь” в два этапа. На первом этапе изготавливались брикеты высотой и диаметром 50 мм и плотностью порядка 80 % плотности монолита. Прессование осуществлялось при давлении 200 МПа для меди и железа (предел текучести $\sigma_s = 200$ МПа) и давлении 100 МПа для Al ($\sigma_s \approx 90$ МПа). На втором этапе брикеты перед выдавливанием нагревались в индукторе ТПЧТ-120 до температуры, приблизительно равной $0,9T_{пл}$ (температура плавления для меди $T_{пл} = 1000$ °С, для алюминия $T_{пл} = 500$ °С, для железа $T_{пл} \approx 1300$ °С), за время, равное 60 с. Высокая плотность брикетов и малое время нагрева исключали существенное окисление внутренних слоев при проведении процесса без защитной атмосферы. Плотность брикетов порядка 80 % плотности монолита обеспечивала открытую пористость, необходимую для удаления газов при горячем прессовании. Образовавшиеся пленки разрушаются при гидростатических условиях деформирования. При получении прочных прутков с медной и железной основами начальное давление при продавливании нагретых плотных брикетов составляло 700 МПа, с алюминиевой основой — примерно 400 МПа.

Формирование высокопрочных компактов определяется механизмом деформирования исходной порошковой фракции. Изучение этого механизма и оптимизация состава получаемого высокопрочного композита проводились на основе анализа физико-механических свойств композитов после различных видов испытаний и их сопоставления с эволюцией микроструктуры как после деформации при компактировании, так и после различных видов испытаний.

1. Формирование структуры композита при прессовании. Композит изготавливается из порошков материалов основы и упрочняющей фазы, смесь которых после механоактивации в высокоэнергетической планетарной мельнице подвергается прессованию, а затем горячей экструзии. Характер изменения микроструктуры композитов на различных этапах их изготовления показан на рис. 1. До смешивания в мельнице порошок меди представляет собой дендритообразные скопления (см. рис. 1, а).

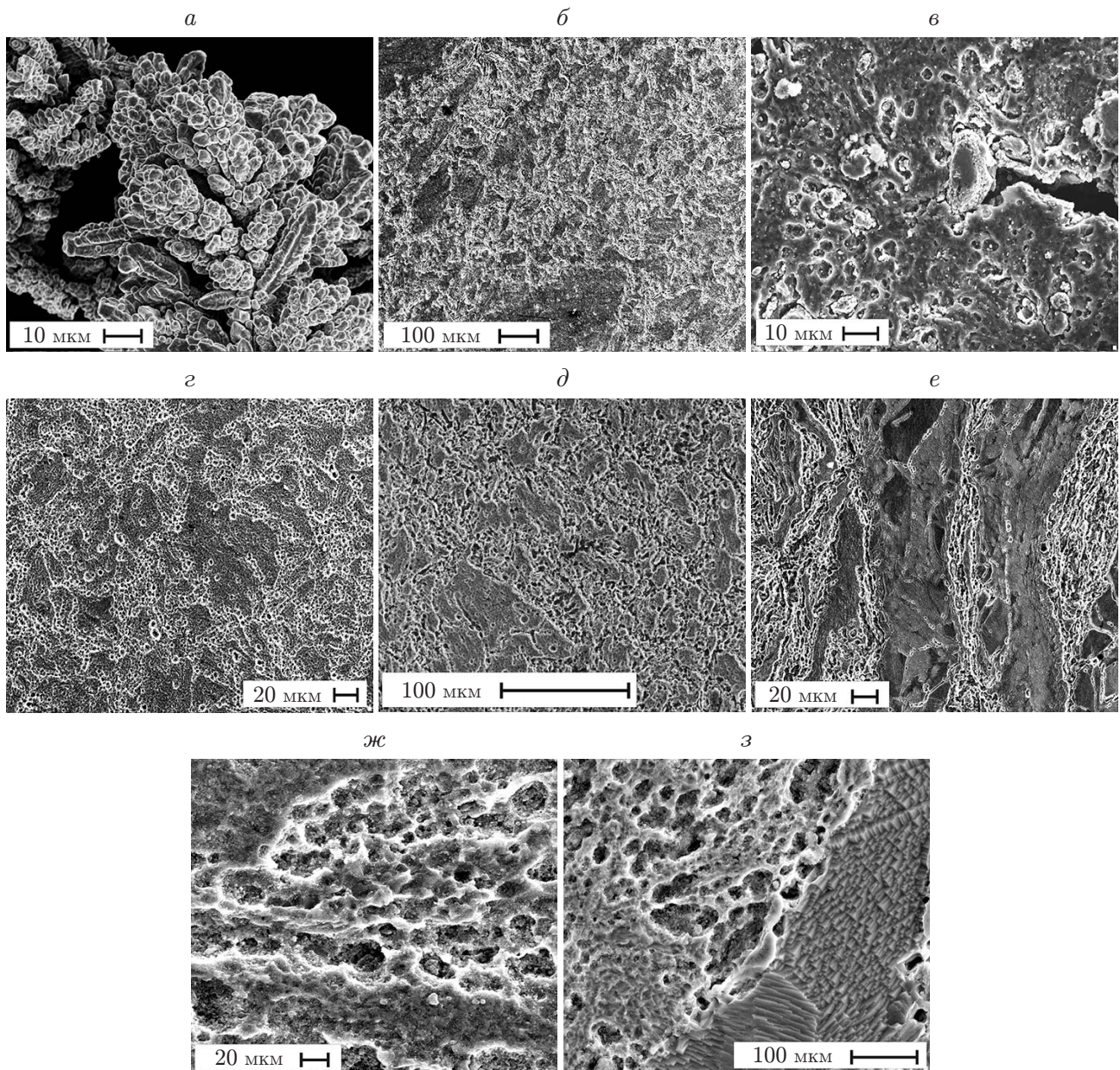


Рис. 1. Микроструктура мезокомпозитов с основой из Al, Cu и VOM на различных этапах изготовления:

а — порошок Cu, *б* — брикет Cu — 10 % TiB₂, *в* — пруток Al — 10 % TiB₂, *г* — пруток Cu — 10 % TiB₂, *д* — пруток Cu — 18 % TiB₂, *е* — пруток VOM — 10 % TiB₂, *ж* — Cu-МК — 10 % TiB₂ при большом увеличении, *з* — VOM-МК — 10 % TiB₂ при большом увеличении

В результате перемешивания в мельнице порошок меди теряет исходную форму. Вследствие высокой пластичности меди уже на этапе перемешивания происходит ее соединение с упрочняющей фазой. Образуется качественно новая фракция. На рис. 1,б показана структура спрессованного брикета с плотностью, приблизительно равной 80 % плотности монолита из фракции смешанных порошков состава $\text{Cu} - 10\% \text{TiB}_2$. На данной стадии прессования прочной связи вдоль всех границ фракции не образуется, между частицами фракции имеются границы в виде тонких полос несплошности.

Второй этап прессования характеризуется высокой энергией ударного элемента гидропресс-молота, обеспечивающей начальное давление 700 МПа для экструдирования брикетов композитов с основой из Cu и Fe и давление 500 МПа — с основой из Al . Оснастка для продавливания прутка имела диаметр, равный 16 мм. Вследствие того что при изготовлении прутков происходило гидростатическое нагружение материала, обеспечивались условия для сверхпластического деформирования.

Структуры прутков композитов с разными основами представлены на рис. 1,в–е. Микроструктура спрессованных образцов мезокомпозита (МК) представляет собой металлическую матрицу с распределенными в ней включениями-агломератами. Характер распределения включений определяется свойствами основы получаемого мезокомпозита. В мезокомпозите с алюминиевой основой (Al-MK) $\text{Al} - 10\% \text{TiB}_2$ агломераты упрочняющей фазы собираются в беспорядочно расположенные скопления, на границах которых в процессе прессования прутков образуются трещины (см. рис. 1,в). Причиной появления трещин являются бесструктурные слои на границах Al с агломератами, состоящие, как показали результаты рентгеноструктурного анализа, из химического соединения CuAl , представляющего собой хрупкий интерметаллид. Композит такого состава имеет низкую прочность.

Прутки с основой из армко-железа (Fe-MK) $\text{Fe} - 10\% \text{TiB}_2$ в процессе экструдирования растрескивались на отдельные фрагменты. Вероятно, это обусловлено как трещинообразованием [9], которым сопровождается сверхпластическое деформирование металлов с включениями, обладающих объемно центрированной кубической решеткой, так и слабым взаимодействием железа с медью, являющейся связующим материалом частиц диборида титана в агломератах. Железо и медь имеют ограниченную растворимость, при температуре 20 °С она практически равна нулю.

Основой Cu-MK и ВOM-MK , как и упрочняющей фазы (агломератов нанокомпозита Cu-TiB_2), является медь, что обеспечивает хорошее взаимодействие компонентов в этих композитах. Исследования в основном проводились на композитах с медной основой, так как высокая пластичность меди позволяет использовать ее в качестве модельного материала.

Общий вид микроструктуры мезокомпозитов с основами из меди и ВOM представлен на рис. 1,г–е. В этих материалах распределение включений-агломератов создает своеобразную ячеистую структуру, в которой границы, разделяющие материал на ячейки, состоят из относительно крупных включений; расстояние между включениями сопоставимо с их размерами (1 ÷ 5 мкм). Ячейки содержат, как правило, редкие мелкие включения размером приблизительно 1 мкм.

Метод квазидинамического прессования, характеризующийся большими деформациями, определил самоорганизацию микроструктуры при сохранении размера упрочняющих частиц TiB_2 в сформировавшейся структуре включений.

Характер ячеистой структуры зависит как от количества упрочняющей фазы, так и от свойств основы мезокомпозита. Так, при увеличении объемной доли упрочняющей фазы в Cu-MK увеличивается степень текстурированности, уменьшаются размер ячеек и расстояние между агломератами упрочняющей фазы на их границах (см. рис. 1,г,д).

Для того чтобы определить, какое влияние свойства основы оказывают на формирование композита, необходимо сравнить структуры ВОМ–МК и Cu–МК с одинаковым количеством упрочняющего компонента. ВОМ–МК имеет более крупные ячейки, более четко выраженную текстуру границ ячеек и эти границы имеют бóльшую ширину и бóльшую плотность агломератов в них (см. рис. 1,2). Также следует отметить меньшую степень фрагментации материала основы в ВОМ–МК. Указанные различия в основном обусловлены тем, что ВОМ–МК сохраняет признаки микроструктуры, возникающей при высокотемпературном процессе внутреннего окисления. Высокая плотность частиц Al_2O_3 на поверхности фракции, обусловленная кинетикой этого процесса, способствует сохранению контуров крупных зерен в процессе компактирования, а также ухудшает адгезию упрочняющей фазы. Вследствие плохой адгезии агломератов упрочняющей фазы границы ячеек имеют высокую пористость. Очевидно, что при формировании мезокомпозита в процессе интенсивной пластической деформации в приграничных зонах создается высокий уровень локальных напряжений, релаксация которых осуществляется за счет фрагментации структуры в объеме зерен. Наблюдаемая фрагментация основы (ВОМ) в приграничной зоне (см. рис. 1,3) также свидетельствует о локализации деформации на границах ячеек в процессе формирования материала.

На рис. 1,ж,з при большом разрешении показаны микроструктуры вблизи границ скопления агломератов Cu–МК и ВОМ–МК. Видно, что в процессе компактирования материалы-основы композита испытывают интенсивное пластическое течение. О степени развития деформации в основе композита свидетельствует также фрагментация микроструктуры, особенно в окрестности границ включений (см. рис. 1,ж,з).

Формирование показанных на рис. 1 структур материалов при указанных условиях прессования обусловлено влиянием механизма деформации предварительно спрессованных брикетов. Пластическая деформация нагруженного материала рассматривается как релаксационный диссипативный процесс высокоэнергетического состояния. Согласно современным представлениям в процессе развития необратимых деформаций поликристаллических материалов происходит последовательная трансформация механизмов деформирования. Установлено существование однозначной связи между зависимостью σ – ε и механизмами деформации. На начальном этапе пластическая деформация осуществляется вследствие движения единичных дислокаций. С ростом внешнего напряжения σ увеличиваются плотность дислокаций, внутренние напряжения τ , и при выполнении равенства $\tau = \sigma$ деформирование осуществляется за счет коллективного движения дислокаций и образования дислокационных диссипативных субструктур.

В условиях динамического нагружения активизируется такой механизм деформации, как проскальзывание по границам зерен [10]. Вследствие этого происходит фрагментация структуры, зарождение новых фрагментов наблюдается в местах концентрации напряжений: на стыках зерен и на границах включений [11]. В процессе трансформации структуры возможно перемещение объемных структурных элементов различного масштаба: субзерен, зерен, их конгломератов, протяженных блоков материала [11]. При этом имеют место значительные повороты зерен как целого и экструзия образовавшихся фрагментов материала [12]. Характер релаксационных процессов и тип диссипативных структур, за счет которых осуществляется деформация при прессовании, зависят от свойств основы и упрочняющей фазы. Реализация указанных механизмов при высокоскоростной деформации в процессе формирования ячеистой структуры мезокомпозитного материала с основой из пластичной меди и упрочняющей фазой из недеформируемых частиц TiB_2 подтверждается типом его микроструктуры. В цилиндрических образцах мезокомпозитов, подвергнутых обжатию при их изготовлении, наблюдается текстурирование микроструктуры основы и включений мезокомпозитов в направлении максимальных касательных напряжений.

Включения наследуют изменения матрицы вследствие подвижности наночастиц TiB_2 , обусловленной отсутствием связи с медью.

Образование ячеистой структуры в мезокомпозитах (см. рис. 1, *з, д*) при высокоэнергетическом прессовании свидетельствует о том, что одним из механизмов релаксации внутренних напряжений в материале является самоорганизация структуры. Этому способствует механизм деформации, осуществляемой за счет перемещения диссипативных структурных элементов различного масштаба.

2. Зависимость прочностных свойств мезокомпозита от содержания упрочняющей фазы. Для того чтобы лучше понять принципы создания новых композиционных материалов, помимо изучения их микроструктуры необходимо исследовать комплекс физико-механических свойств, в частности проанализировать прочностные характеристики Cu-MK и BOM-MK при однократном одноосном сжатии до больших значений пластической деформации, микротвердость, износостойкость, сопротивление усталостному разрушению по результатам малоциклового одноосного сжатия различной продолжительности. Эксперименты по квазистатическому и малоцикловому сжатию проводились на электромеханической испытательной машине Zwick/Roell Z100. Микротвердость измерялась на приборе ПМТ-3 при нагрузке $P = 0,5 \text{ Н}$. Износостойкость материалов исследовалась по результатам испытаний на трение на машине СМТ-1 по схеме “вал — колодка”. Проведены также исследования материала с помощью рентгеновского дифрактометра Shimadzu XRD-6000 и исследования эволюции микроструктуры при деформировании с помощью сканирующего электронного микроскопа LEO-420 (разрешение 4 нм) и оптического микроскопа Carl Zeiss Stemi 2000-C. На основе анализа результатов исследований предложен оптимальный состав мезокомпозита.

Для определения механизма формирования мезокомпозита большое значение имеет исследование закономерностей изменения его прочностных характеристик в зависимости от изменения состава. На рис. 2 представлены $(\sigma-\varepsilon)$ -диаграммы статического одноосного

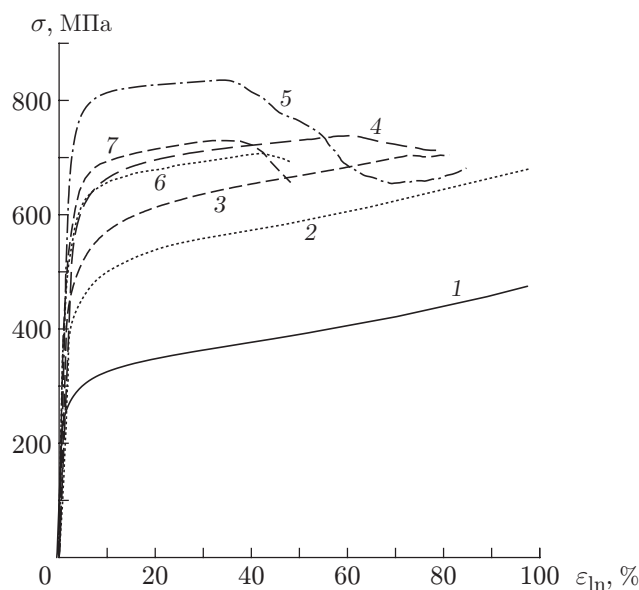


Рис. 2. Зависимость напряжения от деформации при жестком нагружении различных мезокомпозитов с упрочняющей фазой Cu-TiB_2 :

1 — BOM, 2 — Cu-MK — 5 % TiB_2 , 3 — Cu-MK — 10 % TiB_2 , 4 — Cu-MK — 13 % TiB_2 , 5 — Cu-MK — 18 % TiB_2 , 6 — BOM-MK — 5 % TiB_2 , 7 — BOM-MK — 10 % TiB_2

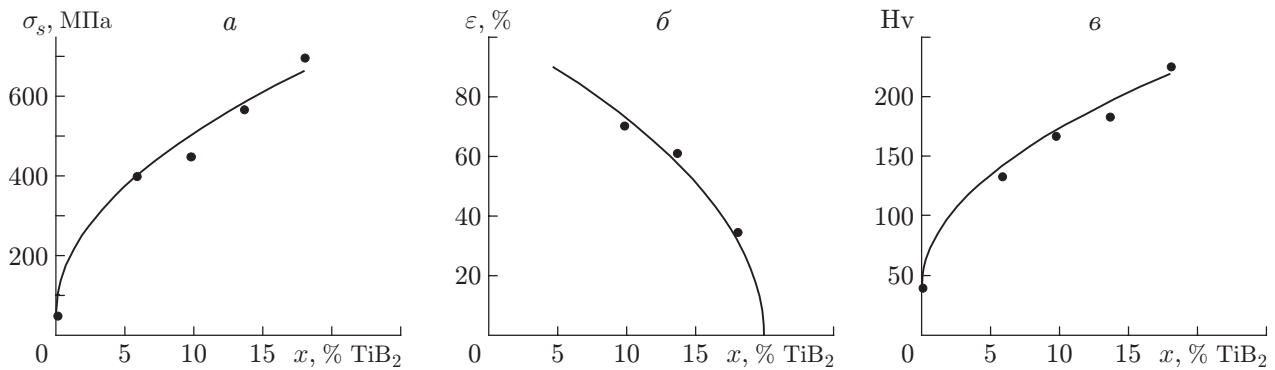


Рис. 3. Зависимости предела текучести σ_s (а), предельной деформации ε (б) и микротвердости Hv (в) Cu–МК от объемной доли упрочняющей фазы x : точки — эксперимент, линии — аппроксимация

Таблица 1
Механические свойства мезокомпозитов

Мезокомпозит	σ_s , МПа	ε , %	Hv
Cu–МК — 5 % TiB_2	400	>80	133
Cu–МК — 10 % TiB_2	450	≈ 70	155
Cu–МК — 13 % TiB_2	570	≈ 60	176
Cu–МК — 18 % TiB_2	700	≈ 33	212
ВОМ–МК — 5 % TiB_2	600	42	181
ВОМ–МК — 10 % TiB_2	650	38	201
ВОМ	270	≈ 80	115

сжатия Cu–МК и ВОМ–МК с различным содержанием упрочняющего компонента [13]. На рис. 3 приведены зависимости предела текучести, предельной деформации до появления трещин при сжатии и микротвердости от объемной доли упрочняющей фазы.

Аппроксимирующие кривые на рис. 3, а–в заданы соответственно функциями $f(x) = 145\sqrt{x} + \sigma_s^{Cu}$, $f(x) = 23\sqrt{20 - x}$, $f(x) = 42\sqrt{x} + Hv^{Cu}$, где x — объемная доля диборида титана, σ_s^{Cu} и Hv^{Cu} — предел текучести и микротвердость чистой меди.

Небольшое количество экспериментальных точек не позволяет однозначно выбрать аппроксимирующую функцию, выражающую зависимость механической характеристики от концентрации упрочняющего компонента композита. Однако выбор такой функции может быть основан на сопоставлении с известными теориями упрочнения для дисперсно-упрочненных сплавов. Согласно рис. 3 приведенные характеристики могут быть описаны функциями вида $f(x) \sim \sqrt{x}$, что позволяет провести аналогию с известными формулами упрочнения дисперсно-упрочненных материалов [14]. Это следует из того, что основой включений и МК в целом является один и тот же металл, в силу чего МК может рассматриваться как дисперсно-упрочненный сплав, состоящий из областей, различающихся плотностью упрочняющей фазы.

В табл. 1 приведены значения предела текучести σ_s , предельной деформации ε и микротвердости Hv для Cu–МК и ВОМ–МК.

Величина предела текучести мезокомпозита зависит от уровня внутренних напряжений, обусловленных свойствами основы композита, а также от количества и распределения агломератов упрочняющей фазы. Существует взаимно однозначное соответствие между механизмами деформирования и структурой материала (исходной и текущей). Различия

кривых на рис. 2 обусловлены эволюцией дислокационного ансамбля и соответственно изменением механизма деформации в зависимости от состава мезокомпозита. Этим обусловлены также многочисленные количественные и качественные различия свойств и поведения материалов с различным содержанием упрочняющей фазы и различными свойствами основы композита [13]. Форма $(\sigma-\varepsilon)$ -диаграммы на начальном этапе определяется величиной σ_s и характером развития стадии упрочнения. Наклон кривой относительно оси ε характеризует степень упрочнения материала на различных стадиях деформирования. Сравнение $(\sigma-\varepsilon)$ -диаграмм двух групп мезокомпозитов (см. рис. 2) показывает, что при одинаковой объемной доле упрочняющей фазы композиты с основой из ВОМ имеют более высокую прочность, чем композиты с медной матрицей. Однако для Cu-МК различие между прочностью композита и прочностью его основы значительно больше, чем для ВОМ-МК (для меди $\sigma_s \approx 50 \div 70$ МПа, для ВОМ $\sigma_s = 270$ МПа (см. табл. 1)). Следует отметить также более низкую пластичность ВОМ-МК по сравнению с Cu-МК при равной объемной доле упрочняющей фазы. Высокая пластичность спрессованного ВОМ (при сжатии более 90 % образования макротрещин не происходит) обусловлена тем, что границы фракции ВОМ содержат большое количество пор (см. п. 1).

Для определения основ формирования композиционных материалов представляет интерес сравнение прочностных характеристик Cu-МК — 5 % TiB₂ с чистой ВОМ. Различия $(\sigma-\varepsilon)$ -диаграмм для этих образцов на начальном этапе обусловлены различными значениями σ_s . Одинаковый наклон кривых на участке упрочнения характеризует равную степень упрочнения. При этом ВОМ — дисперсно-упрочненный сплав Cu — 3,5 % Al₂O₃ (размер частиц Al₂O₃ приблизительно равен 200 Å), Cu-МК — 5 % TiB₂ — композит с ячеистой структурой, границы которой образуют в совокупности каркас из агломератов размером 1 ÷ 5 мкм, что обуславливает более высокие прочностные свойства композита. В обоих материалах в условиях испытаний деформирование происходит вследствие движения дислокаций. Одинаковый наклон кривых на стадии упрочнения свидетельствует о тождественности механизмов деформирования в этих материалах. Следовательно, малая плотность агломератов на границах ячеистой структуры Cu-МК — 5 % TiB₂ создает такой же барьер для дислокаций, как границы фракции в ВОМ.

На рис. 2 видно, что при увеличении объемной доли TiB₂ во всех мезокомпозитах форма $(\sigma-\varepsilon)$ -диаграмм меняется: уменьшается степень деформационного упрочнения, сокращается длина участка, соответствующего стадии упрочнения. Для того чтобы определить причины такого поведения, помимо исследования прочности и пластичности мезокомпозитов при одноосном сжатии проводились исследования других свойств, необходимых для определения функциональных свойств материала.

3. Исследование сопротивления усталостному разрушению и износостойкости МК. При эксплуатации детали машин и механизмов, для изготовления которых предназначены мезокомпозиты, подвергаются воздействию меняющихся со временем напряжений. Это могут быть периодические циклы нагружения и разгрузки, колебания напряжения вблизи среднего значения, циклы типа сжатие — растяжение. Величина разрушающих напряжений в значительной степени зависит от характера микроструктуры, которая определяет процесс деформирования и соответственно характер накопления повреждений. Поэтому при исследовании механических свойств особый интерес представляет поведение мезокомпозитов при малоцикловом деформировании, позволяющее сравнить интенсивности усталостного разрушения материалов при нагрузках, превышающих исходный предел текучести. В соответствии с этим испытания на малоцикловое одноосное сжатие с разгрузкой проводились при постоянном максимальном напряжении $\sigma_{\max} > \sigma_s$, обеспечивающем остаточную деформацию после первого нагружения порядка 1 % [15]. В качестве доступной для измерения величины, определяющей накопление повреждений

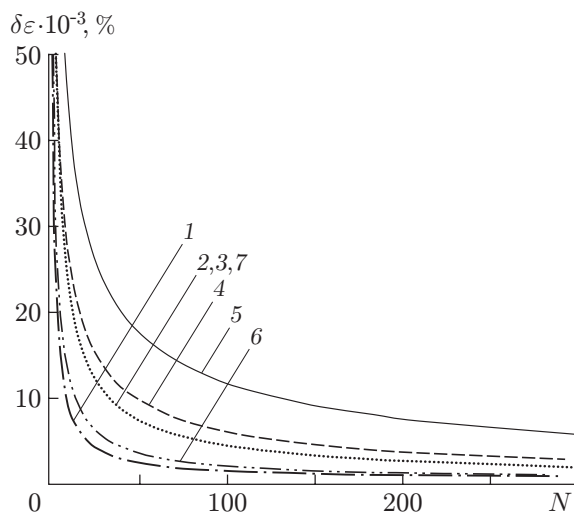


Рис. 4. Зависимости прироста остаточной деформации $\delta\varepsilon$ на каждом цикле от числа циклов N для различных мезокомпозиций:

1 — ВОМ, 2 — Cu–МК — 5 % TiB₂, 3 — Cu–МК — 10 % TiB₂, 4 — Cu–МК — 13 % TiB₂, 5 — Cu–МК — 18 % TiB₂, 6 — ВОМ–МК — 5 % TiB₂, 7 — ВОМ–МК — 10 % TiB₂

в материале, использовался прирост остаточной относительной деформации образца $\delta\varepsilon$ за один цикл нагружения. Образцы подвергались малоцикловому нагружению с различным числом циклов $N = 5000 \div 20\,000$, что соответствует этапу циклического упрочнения и последующему стабилизированному накоплению повреждений.

Результаты экспериментов, проводившихся для других материалов (сталей, сплавов, композитов с полимерной матрицей) [16–19], показали, что кривые такого рода, описывающие накопление остаточной деформации на этапе циклического упрочнения, имеют для одного и того же материала одинаковый вид (с точностью до расположения кривой на координатной плоскости), не зависящий от значения максимального напряжения цикла. Таким образом, различия полученных кривых обусловлены свойствами рассмотренных материалов, что позволяет использовать их для сравнения сопротивляемости различных видов мезокомпозиций усталостному разрушению.

Приведенные на рис. 4 результаты испытаний [20] показывают, что зависимость остаточной относительной деформации $\delta\varepsilon$ от объемной доли упрочняющей фазы TiB₂ в ВОМ–МК значительно сильнее (кривые 1, 6, 7), чем в Cu–МК (кривые 2–5). Следует отметить, что при увеличении числа циклов в ВОМ–МК на начальном этапе испытаний $\delta\varepsilon$ резко уменьшается. Это свидетельствует об уменьшении деформируемости материала, предшествующем разрушению. Высокое сопротивление усталостному разрушению наблюдается у Cu–МК — 13 % TiB₂ (кривые 2–4 на рис. 4), при этом у образцов Cu–МК — 10 % TiB₂ после 20 000 циклов наклон кривой $\delta\varepsilon-N$ не меняется. В случае объемной доли TiB₂ $x > 13$ % в Cu–МК сопротивление усталостному разрушению уменьшается. Так, способность сопротивляться усталостному разрушению у Cu–МК — 18 % TiB₂ такая же, как у ВОМ–МК — 5 % TiB₂. Таким образом, степень сопротивления усталостному разрушению Cu–МК выше, чем у ВОМ–МК.

Подобные преимущества Cu–МК имеет и по износостойкости. Результаты испытаний на трение показали, что при увеличении объемной доли TiB₂ износостойкость МК уменьшается. При одинаковом пути трения, равном 2,92 км, у ВОМ–МК — 10 % TiB₂ толщина унесенного слоя равна 49,6 мкм, у Cu–МК — 10 % TiB₂ — 46,2 мкм. Даже при большей объемной доле TiB₂ в Cu–МК толщина унесенного слоя меньше, чем в ВОМ–МК.

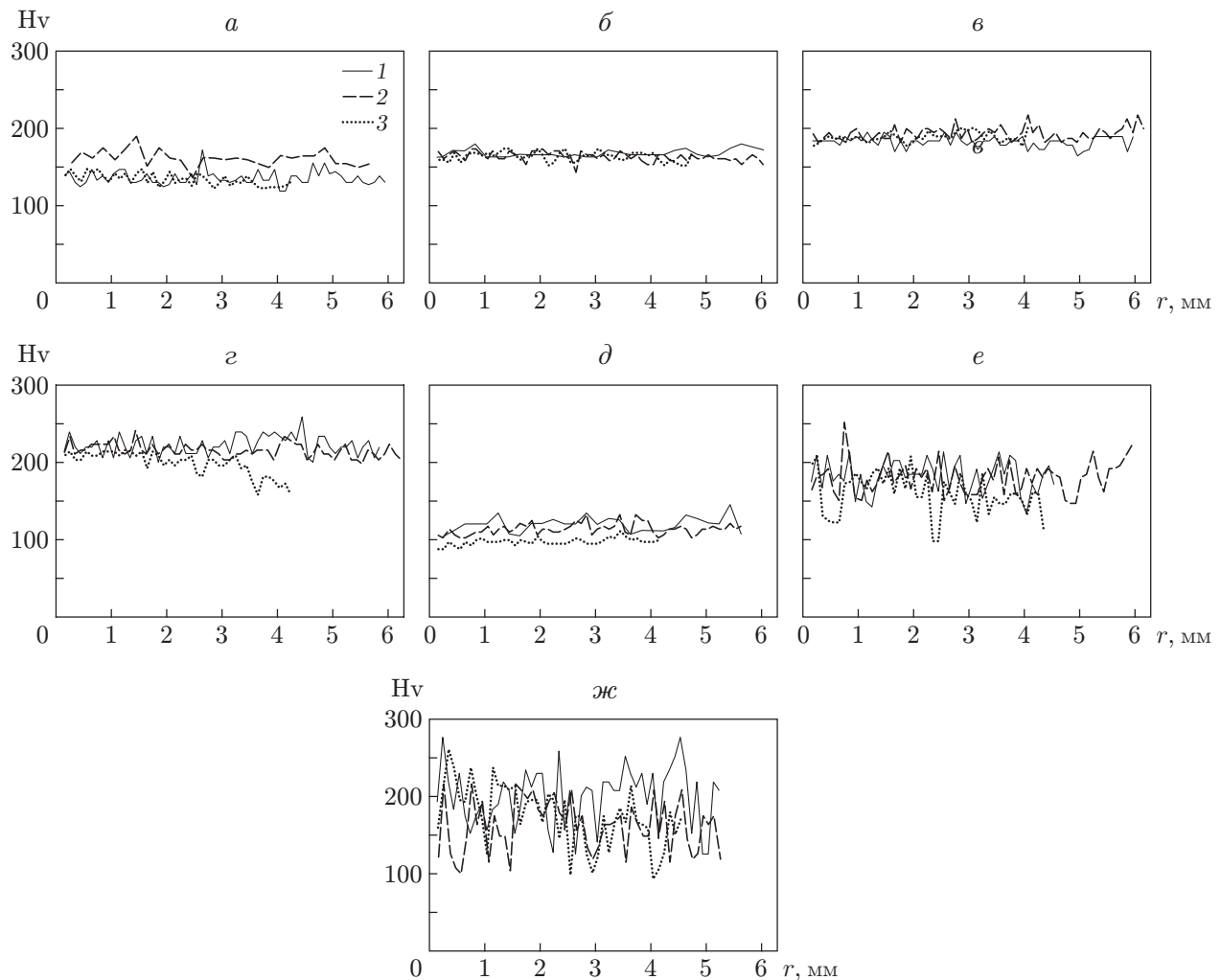


Рис. 5. Зависимости микротвердости от расстояния от центра образца r для различных материалов в различных состояниях:
a — Cu-MK — 5 % TiB_2 , *б* — Cu-MK — 10 % TiB_2 , *в* — Cu-MK — 13 % TiB_2 ,
г — Cu-MK — 18 % TiB_2 , *д* — BOM, *е* — BOM-MK — 5 % TiB_2 , *ж* — BOM-MK —
 10 % TiB_2 ; 1 — исходное состояние материала, 2 — после однократного сжатия, 3 —
 после 5000 циклов сжатия

4. Микротвердость и электросопротивление. Мезокомпозит представляет собой структурно-неоднородную среду, в которой включения-агломераты, являющиеся концентраторами напряжений, создают дополнительное сопротивление сдвигу. Степень неоднородности напряженного состояния в мезокомпозите можно определить путем измерения микротвердости H_v на различных расстояниях от центра образца r (рис. 5). Видно, что микротвердость зависит от объемной доли в МК TiB_2 и основы мезокомпозита.

Из всех исследованных видов Cu-MK наибольшую однородность распределения значений H_v по сечению образцов имеют МК с объемными долями упрочняющей фазы 10 и 13 % (см. рис. 5, *б, в*). Следует отметить, что в этих образцах высокая степень однородности распределения H_v сохраняется после одноосного сжатия и после малоциклового нагружения. Наибольший разброс значений H_v характерен для Cu-MK — 18 % TiB_2 (см. рис. 5, *г*). Кроме того, для данного материала на распределение микротвердости существенное влияние оказывает малоциклового нагружение: по мере приближения к периферийной области

Таблица 2

Средние значения микротвердости для различных мезокомпозитов в различных состояниях

Материал	Hv		
	Исходное	При сжатии	После 5000 циклов
Cu-МК — 5 % TiB ₂	133	146	136
Cu-МК — 10 % TiB ₂	155	165	160
Cu-МК — 13 % TiB ₂	176	190	183
Cu-МК — 18 % TiB ₂	212	198	198
ВОМ	115	180	200
ВОМ-МК — 5 % TiB ₂	113	180	160

Таблица 3

Электросопротивление образцов

Материал	R_{cp}	R_{min}	R_{max}	$R_{ВОМ-МК}/R_{ВОМ}$	$R_{Cu-МК}/R_{ВОМ}$
ВОМ	25,68	29,91	36,00	—	—
ВОМ-МК — 10 % TiB ₂	26,72	28,00	32,37	2 ÷ 4	—
Cu-МК — 18 % TiB ₂	27,74	32,09	39,30	—	7,8

образца увеличивается неоднородность и одновременно уменьшается микротвердость Hv. Увеличение неоднородности в Cu-МК — 5 % TiB₂ обусловлено, по-видимому, тем, что при малой объемной доле упрочняющей фазы используемая технология создания материала не позволяет получить достаточно однородное ее распределение по объему.

Для группы ВОМ-МК следует, прежде всего, отметить, что степень неоднородности распределения значений Hv в матрице этих композитов ВОМ близка к степени неоднородности в Cu-МК — 18 % TiB₂ (см. рис. 5, з, д). При создании на основе ВОМ композита степень неоднородности распределения значений Hv существенно возрастает (см. рис. 5, е, ж). При этом наблюдается значительное уменьшение средней микротвердости образцов ВОМ-МК — 10 % TiB₂ как при однократном сжатии, так и при циклическом нагружении (табл. 2). Аналогичная картина наблюдается при различных способах нагружения Cu-МК — 18 % TiB₂ (см. рис. 5, табл. 2). Причиной этого, как показано ниже при исследовании микроструктуры, является трещинообразование при циклическом нагружении и квазистатическом сжатии.

Электросопротивление образцов измерялось с использованием четырехзондового метода и измерителя иммитанса E7-20. Результаты измерений, приведенные в табл. 3, показывают, что электросопротивление мезокомпозитов по сравнению с электросопротивлением ВОМ увеличилось незначительно. При этом механические свойства мезокомпозитов существенно превосходят механические свойства материалов, использовавшихся в качестве их основы.

5. Исследование микроструктуры. Для объяснения наблюдаемых особенностей макромеханического поведения материалов проведено исследование эволюции микроструктуры МК при различных видах нагружения. Изменение микроструктуры в результате различных видов механических испытаний позволяет по состоянию материала основы определить механизм влияния объемной доли упрочняющей фазы.

Наиболее показательным сравнением мезокомпозитов, один из которых имеет высокую прочность и высокую пластичность (Cu-МК — 10 % TiB₂: $\sigma_s \approx 450$ МПа, $\varepsilon \approx 70$ %), второй — более высокую прочность, но значительно меньшую пластичность (Cu-МК — 18 % TiB₂: $\sigma_s \approx 700$ МПа, $\varepsilon \approx 30$ %). Во внутренних областях образцов Cu-МК — 10 % TiB₂ после сжатия сохраняется исходная микроструктура, изменяющаяся лишь в пе-

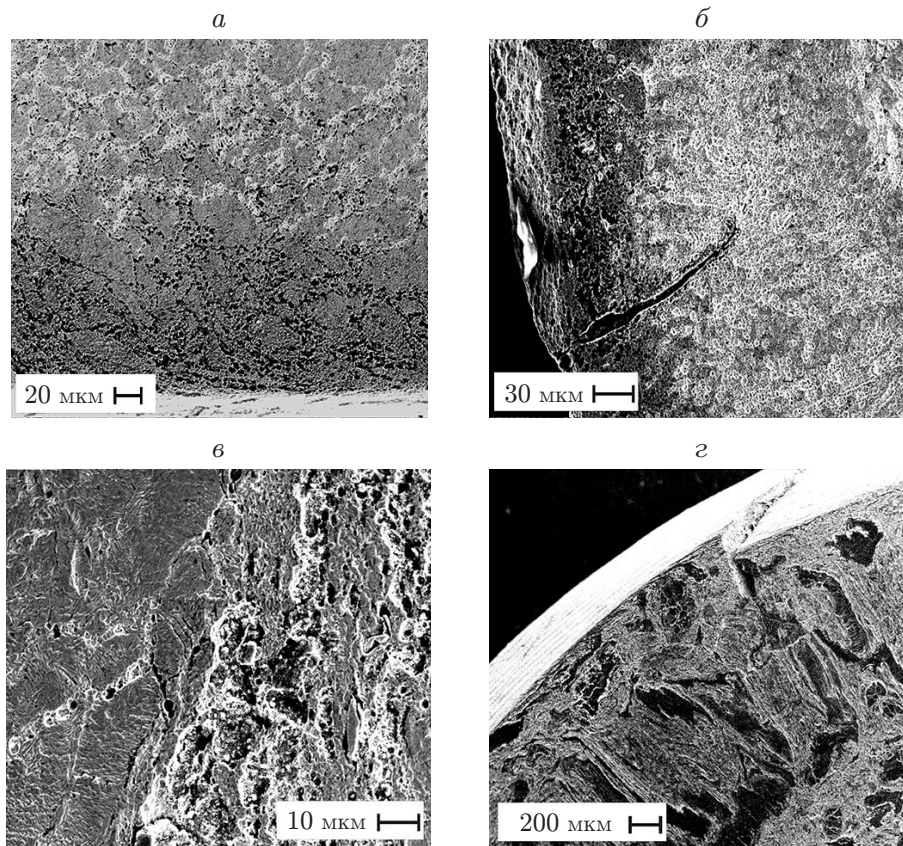


Рис. 6. Микроструктура образцов МК после сжатия (периферийная область образца):

a — Cu-МК — 10 % TiB₂, *б* — Cu-МК — 18 % TiB₂, *в* — BOM-МК — 5 % TiB₂, *г* — BOM-МК — 5 % TiB₂

риферийной области, где образуется узкий пояс пор, которые выстраиваются в полосы, ориентированные вдоль направлений максимальных касательных напряжений (рис. 6, *a*). При приближении к краям образцов поры объединяются, что приводит к зарождению трещин. Следует отметить, что такой характер изменений микроструктуры при сжатии сохраняется у образцов Cu-МК — 13 % TiB₂.

В образце Cu-МК — 18 % TiB₂ при сжатии всюду в материале происходит образование локализованных пор, развитие которых с ростом деформации сопровождается появлением микротрещин внутри объема. На периферии образуется слой с высокой плотностью крупных пор, не имеющих явно выраженной ориентации в расположении. После сжатия до предельной деформации в образце Cu-МК — 18 % TiB₂ на большей части границ матрица — включение образуются разрывы (рис. 6, *б*).

В исходном BOM-МК на межфазных границах имеются микротрещины (см. рис. 1, *з*). Исследование микроструктуры образцов BOM-МК — 5 ÷ 10 % TiB₂ после испытаний на сжатие показало раннее возникновение локализованных сдвигов в объеме основы, сопровождаемое образованием трещин и расслоением на границах матрица — включение (рис. 6, *в*). Интенсивность этих процессов в BOM-МК — 10 % TiB₂ существенна: возникающие микропустоты и трещины настолько велики и многочисленны, что поэтапное исследование динамики их развития затруднительно. Поэтому исследования эволюции микроструктуры до разрушения проводились в основном для образцов BOM-МК — 5 % TiB₂. В периферийной области образцов в результате объединения микропустот наблюдается

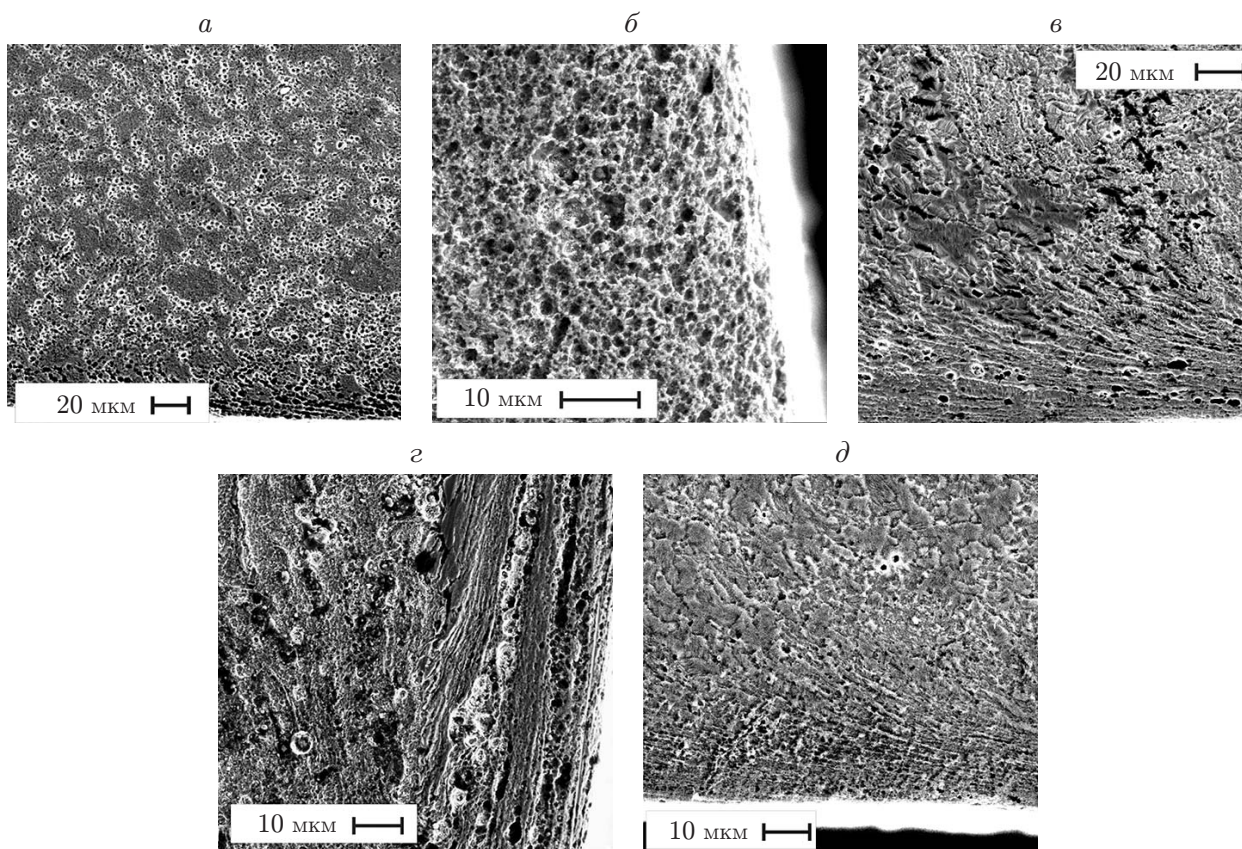


Рис. 7. Микроструктура образцов МК после 5000 циклов нагружения:
 а — Cu-МК — 10 % TiB_2 , б — Cu-МК — 18 % TiB_2 , в — BOM-МК — 10 % TiB_2 ,
 г — BOM-МК — 10 % TiB_2 , д — BOM

образование полос макропустот, увеличивающихся по мере приближения к краям. Вблизи поверхности образца макропустоты растут в радиальном направлении, превращаясь в трещины и создавая очаги разрушения (рис. 6,г). Количество зародившихся трещин тем больше, а их рост тем интенсивнее, чем больше объемная доля упрочняющей фазы в составе BOM-МК. Следует отметить, что очаги развития локализованной сдвиговой деформации образовались на стадии изготовления материала (см. рис. 1,з).

При испытании МК на малоцикловое сжатие существенные изменения в микроструктуре происходят на периферии всех образцов (рис. 7). Как и при однократном сжатии, по периметру образцов образуются полосы пористой микроструктуры; после большого числа циклов ($N \approx 20\,000$) часто поры объединяются в микротрещины. Ширина полос, расположение и размер пор в полосах зависят от объемной доли TiB_2 в мезокомпоните и от того, какой материал используется в качестве основы.

После малоциклового нагружения образцов Cu-МК — 10 % TiB_2 микроструктура в основном объеме материала совпадает с исходной, на периферии, как и при квазистатическом сжатии, расположение пористых полос совпадает с направлением максимальных касательных напряжений (см. рис. 7,а). После 20 000 циклов поры в полосах сливаются в микротрещины и происходит отслаивание материала. Так, на некоторых участках поверхности появляются впадины глубиной до 1 мкм.

В образцах Cu-МК — 18 % TiB_2 после малоциклового сжатия ширина полосы пористой микроструктуры в поверхностном слое существенно больше, чем в образцах Cu-МК — 10 % TiB_2 (см. рис. 7,а,б), наблюдаются крупные поры, часто сливающиеся в мик-

ротрещины. Вследствие слияния пор полосы пористой структуры в образцах Cu–МК — 18 % TiB₂ имеют менее выраженные очертания. Образование микропор наблюдается по всему объему образцов Cu–МК — 18 % TiB₂. В образцах Cu–МК — 18 % TiB₂ характер повреждений обусловлен исходной микроструктурой (см. рис. 1,б), характеризуемой малым размером ячеек и высокой плотностью агломератов на границах ячеек, т. е. большей мощностью концентраторов напряжений, создающих сопротивление распространению пластических сдвигов по объему и обуславливающих зарождение дефектов в объеме деформируемого материала.

После малоциклового сжатия микроструктура периферийной полосы образцов ВОМ–МК — 5 ÷ 10 % TiB₂ имеет особенности, обусловленные свойствами их основы (ВОМ) и в большой степени тем, выходит ли на поверхность внутренняя часть ячейки (зерно ВОМ) или граница ячеистой структуры, состоящая, в отличие от Cu–МК, не только из агломератов, но и из приповерхностных областей фракций ВОМ, отличающихся высоким содержанием частиц Al₂O₃. В первом случае полоса состоит из линий локализации деформации, чередующихся порами, сливающимися в продольные трещины (см. рис. 7,б). После испытаний подобная структура образуется на периферии образцов из ВОМ (см. рис. 7,д). Следует отметить существенную деформацию внутренних объемов границ зерен ВОМ и образование трещин вдоль полос локализации. Такой механизм определяет большое значение предельной деформации при механических испытаниях и приводит к быстрой стабилизации прироста ε при циклических испытаниях и прогнозируемому катастрофическому разрушению. В случае когда на поверхность образца выходит граница ячеистой структуры, наблюдаются более широкие полосы локализованной деформации, внутри которых агломераты-включения разделены пустотами и трещинами (см. рис. 7,е).

Сравнение микроструктур образцов МК после одноосного и малоциклового сжатия с результатами механических испытаний позволяет выявить характер процессов, определяющих зависимость свойств МК от свойств основы и объемной доли упрочняющей фазы. Следует отметить, что с увеличением объемной доли TiB₂ уменьшается деформационное упрочнение Cu–МК. В Cu–МК с объемной долей TiB₂ ≤ 13 % наблюдается упрочнение матричного материала. Расположение полос пор, направленных вдоль максимальных касательных напряжений в периферийной части образцов в Cu–МК с объемной долей TiB₂ ≤ 13 %, испытанных на квазистатическое и малоцикловое сжатие (см. рис. 6,а, 7,а), свидетельствует о движении дислокаций по образцу с выходом на поверхность. При деформировании в образцах Cu–МК — 18 % TiB₂ упрочнения не происходит, участок (σ – ε)-диаграммы, характеризующий стадию упрочнения, практически параллелен оси ε . Наблюдаемая зависимость степени упрочнения от объемной доли упрочняющей фазы обусловлена исходным уровнем внутренних напряжений τ деформируемого материала, зависящим от количества упрочняющей фазы. При определенных значениях объемной доли роста плотности дислокаций в основе мезокомпозита не происходит. В образцах Cu–МК — 18 % TiB₂ свободное движение дислокаций ограничено высокой плотностью агломератов. Границы ячеистой структуры определяют характер распределения концентраторов напряжений и являются причиной зарождения дефектов в объеме деформируемого материала. Изменения микроструктуры, обусловленные деформированием Cu–МК — 18 % TiB₂ при сжатии и малоцикловом нагружении, показывают, что релаксация приложенных напряжений происходит вследствие образования микропор и микротрещин и их роста (см. рис. 6,б, 7,б).

Очевидно, что различие свойств и характера формируемой структуры Cu–МК и ВОМ–МК обусловлено разным уровнем внутренних напряжений в исходном состоянии основы. Это утверждение основано на результатах рентгеноструктурного анализа. Методом анализа уширения рентгеновских дифракционных линий $\Delta d/d$ (d — параметр решетки) медной основы и упрочняющей фазы (TiB₂) определены значения напряжений кристал-

Таблица 4

Результаты рентгеноструктурного анализа

Образец	Фаза	$(\Delta d/d) \cdot 10^3$	
		до трения	в дорожке трения
Cu–МК — 10 % TiB ₂	Cu	0,2	0,8
ВОМ–МК — 10 % TiB ₂	ВОМ	0,1	0,1

лической решетки основы до и после испытаний. Данные рентгеноструктурного анализа исходных и испытанных образцов представлены в табл. 4. Из табл. 4 следует, что в основе Cu–МК относительный уровень напряжений при испытании растет, в ВОМ–МК он практически не меняется. Изменение уровня напряжений в Cu–МК обусловлено накоплением дефектов кристаллической решетки основы при деформировании. Уровень напряжений в исходном Cu–МК зависит от объемной доли TiB₂. Увеличение объемной доли TiB₂ приводит к росту уровня напряжений кристаллической решетки, в результате чего при объемной доле TiB₂ 18 % макромеханические свойства Cu–МК становятся близкими к свойствам ВОМ–МК.

ВОМ–МК имеет матрицу с высоким уровнем напряжений кристаллической решетки, что обусловлено процессом внутреннего окисления. Релаксация напряжений в ВОМ и ВОМ–МК при нагружении происходит вследствие образования микротрещин на границах фракции ВОМ и границах между ВОМ и агломератами упрочняющей фазы.

Заключение. Механизм формирования прочного мезокомпозиционного материала обусловлен методом высокоэнергетического прессования, характеризуемым большими величинами деформации и ее скорости. Высокие гидростатические напряжения экструдирования прутков определяют условия сверхпластического деформирования основы композитов. Показано, что при производстве прутков мезокомпозитов из брикетов активизируется проскальзывание по границам зерен (механизм деформирования, обуславливающий фрагментацию структуры, а также зарождение новых фрагментов в областях концентрации напряжений) на стыках зерен и на границах между включениями и упрочняющей фазой. В процессе трансформации структуры возможно перемещение объемных структурных элементов различного масштаба: субзерен, зерен, их конгломератов, протяженных блоков материала. При этом имеют место значительные повороты зерен как целого и экструзия материалов [12]. Высокопластичная матрица и недеформируемые частицы упрочняющей фазы, не имеющие связи с основой МК, способствуют процессу самоорганизации — образованию ячеистой микроструктуры.

Исследована зависимость свойств мезокомпозитов от концентрации упрочняющей фазы. Установлена корреляция между влиянием количества упрочняющей фазы на размер ячеек в сформированной структуре МК и его влиянием на прочностные характеристики. Определен диапазон значений объемной доли упрочняющей фазы ($5\% < \text{TiB}_2 \leq 13\%$) в мезокомпозитах, позволяющий получить сочетание высокой прочности и пластичности, обеспечивающей рабочий ресурс материала. В мезокомпозитах с содержанием TiB₂ вне указанного диапазона наблюдается неоднородность в распределении агломератов по объему.

Показано влияние свойств основы и объемной доли упрочняющей фазы на тип ячеистой структуры мезокомпозита, определившей вид $(\sigma-\varepsilon)$ -диаграмм. Чем меньше неоднородность распределения упрочняющей фазы, тем в меньшей степени проявлены стадии пластической деформации, характерные для конструкционных материалов [21].

Результаты исследования показали, что замена медной основы мезокомпозита на внутренне окисленную медь при одинаковой объемной доле упрочняющей фазы приводит к некоторому повышению прочности, сопровождающемуся значительным снижением пластичности.

Повышение прочности ВОМ–МК не приводит к соответствующему повышению сопротивления усталости. Наоборот, при использовании в качестве матричного материала мезокомпозита ВОМ вместо чистой меди как при деформировании сжатием, так и при малоцикловом нагружении существенно увеличивается повреждаемость.

Результаты исследования показали, что использование ВОМ в качестве основы мезокомпозита не только не дает преимуществ, но даже не позволяет получить столь же хорошего сочетания прочности и пластичности, как использование чистой меди, делая ВОМ–МК малопригодными с технологической точки зрения.

Показано, что при выборе состава композитов, изготавливаемых методом квазидинамического прессования, необходимо учитывать взаимодействие материала основы композита с материалом упрочняющей фазы. Компоненты композитов должны обладать взаиморастворимостью, не должны образовывать химических соединений типа хрупких интерметаллидов. При создании мезокомпозитов наиболее целесообразно в качестве матричного материала и материала основы упрочняющей фазы использовать один и тот же материал. При этом уровень внутренних напряжений в основе высокопрочного композита определяет запас пластичности, обеспечивающий его рабочий ресурс.

Проведенные исследования позволили получить новые данные о закономерностях формирования композиционных материалов, необходимые для определения оптимального состава композита на основе соотношения механических свойств матричного материала и упрочняющей фазы и имеющие большое значение при создании новых функциональных композитов.

ЛИТЕРАТУРА

1. **Debdas Roy, Bikramjit Basu, Amitava Basu Mallick, et al.** Understanding the unlubricated friction and wear behavior of Fe-aluminide reinforced Al-based in-situ metal-matrix composite // *Composites. Pt A. Appl. Sci. Manufact.* 2006. V. 37, iss. 9. P. 1464–1472.
2. **Liu Y. Q., Cong H. T., Wang W., et al.** AlN nanoparticle-reinforced nanocrystalline Al matrix composites: Fabrication and mechanical properties // *Mater. Sci. Engng. A.* 2009. V. 505, iss. 1/2. P. 151–156.
3. **Abdizadeh H., Baharvandi H. R., Shirvani Moghaddam R.** Comparing the effect of processing temperature on microstructure and mechanical behavior of (ZrSiO₄ or TiB₂)/aluminum composites // *Mater. Sci. Engng. A.* 2008. V. 498, iss. 1/2. P. 53–58.
4. **Kyung Tae Kim, Seungii Cha, Seong Hyeon Hong, Soon Hyung.** Microstructures and tensile behavior of carbon nanotube reinforced Cu matrix nanocomposites // *Mater. Sci. Engng. A.* 2007. V. 471, iss. 1/2. P. 22–27.
5. **Yuying Wu, Xiangfa Liu, Junqing Zhang, et al.** In situ formation of nano-scale Cu–Cu₂O composites // *Mater. Sci. Engng. A.* 2010. V. 527, iss 6. P. 1544–1547.
6. **Бондарь М. П., Корчагин М. А., Ободовский Е. С.** Высокоэнергетические методы создания мезокомпозиционного материала с включениями, содержащими нанокристаллические частицы // *Физика горения и взрыва.* 2010. Т. 46, № 1. С. 126–131.
7. **Бондарь М. П.** Тип локализации пластической деформации на контактах, определяющий образование связи // *Физика горения и взрыва.* 1995. Т. 31, № 5. С. 122–128.
8. **Бондарь М. П., Панин В. Е., Корчагин М. А. и др.** Мезоструктурный материал с включениями, содержащими нанокристаллические частицы, полученный квазидинамическим методом прессования // *Физ. мезомеханика.* 2008. Т. 11, № 6. С. 39–44.
9. **Полухин П. И.** Физические основы пластической деформации / П. И. Полухин, С. С. Горелик, В. К. Воронцов. М.: Металлургия, 1982.

10. **Бондарь М. П., Мержиевский Л. А.** Эволюция микроструктуры металла и условия локализации деформаций при высокоскоростном нагружении // Физика горения и взрыва. 2006. Т. 42, № 3. С. 121–131.
11. **Meyers M. A.** Mechanical properties of nanocrystalline materials // Progr. Mater. Sci. Elsevier. 2006. V. 51. P. 427–566.
12. **Панин В. Е., Строкотов Р. Д.** Динамика мезоскопической структуры и сверхпластичность аустенитных сплавов и сталей // Физическая мезомеханика и компьютерное конструирование материалов. Новосибирск: Наука. Сиб. издат. фирма, 1995. Т. 1. С. 208–241.
13. **Бондарь М. П., Карпов Е. В., Панин С. В., Гордовская И. В.** Мезокомпозитный материал Cu–TiB₂: механические свойства // Перспектив. материалы. 2011. № 4. С. 54–61.
14. **Эшби М. Ф.** О напряжении Орована // Физика прочности и пластичности. М.: Металлургия, 1972. С. 88–107.
15. **Бондарь М. П., Карпов Е. В.** Мезокомпозитный материал Cu–TiB₂: механизмы накопления повреждений при малоцикловом деформировании // Перспектив. материалы. 2012. № 3. С. 56–64.
16. **Карпов Е. В.** Деформирование и разрушение сферопласта в условиях малоциклового нагружения при различных температурах // ПМТФ. 2009. Т. 50, № 1. С. 197–204.
17. **Демешкин А. Г., Карпов Е. В., Корнев В. М.** Малоцикловая усталость образцов с краевой трещиной из сталей с разными степенями предварительного деформирования // Физ. мезомеханика. 2009. Т. 12, № 3. С. 91–99.
18. **Kornev V., Karpov E., Demeshkin A.** Damage accumulation in the pre-fracture zone under low-cyclic loading of specimens with the edge crack // Procedia Engng. 2010. V. 2, N 1. P. 465–474.
19. **Kornev V. M., Karpov E. V., Demeshkin A. G.** Interrelation between failure and damage accumulation in the pre-fracture zone under low-cycling loading // Recent trends in casting, welding and degradation of aluminium alloys / Ed. by Zaki Ahmad. C. Engng. Dhahran: King Fahad Univ. of Petroleum and Minerals, 2011. P. 407–422.
20. **Бондарь М. П., Карпов Е. В.** Влияние структуры основы на характеристики мезокомпозита, содержащего TiB₂ // Физ. мезомеханика. 2012. Т. 15, № 3. С. 91–100.
21. **Конева Н. А., Козлов Э. В.** Физическая природа стадийности пластической деформации // Изв. вузов. Физика. 1990. № 2. С. 89–106.

*Поступила в редакцию 10/VI 2013 г.,
в окончательном варианте — 27/VI 2013 г.*
