

УДК 621.791.011, 621.97.357

Н.И.Даниленко<sup>1</sup>, Ю.Н.Подрезов<sup>1</sup>, Б.В. Борц<sup>2</sup>, А.А.Пархоменко<sup>2</sup>, А.А.Лопата<sup>2</sup><sup>1</sup>Институт проблем материаловедения им.И.Н.Францевича НАН Украины<sup>2</sup>Национальный Научный Центр «Харьковский физико-технический институт»

## ИССЛЕДОВАНИЯ МЕТОДОМ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ НАНОПРОСЛОЕК В ЗОНЕ КОНТАКТА БИМЕТАЛЛОВ ПРИ ГОРЯЧЕЙ ПРОКАТКЕ В ВАКУУМЕ

*Методом аналитической трансмиссионной электронной микроскопии на образцах "cross-section" проведено исследование границы раздела медь-ниобий после горячей прокатки в вакууме. Показано, что в процессе пластической деформации формируется переходная зона в несколько межатомных расстояний.*

### Введение

В Харьковском физико-техническом институте НАН Украины создано уникальное оборудование для обработки металлов давлением в вакууме. Под руководством К.Д.Синельникова и В.Е. Иванова впервые в мировой практике обработки металлов давлением были построены вакуумные прокатные станы. Исследования, проведенные в ХФТИ, а позднее и в других организациях, показали высокую эффективность метода для улучшения свойств материалов [1]. Одной из важных особенностей высокотемпературной прокатки в вакууме является значительный рост деформируемости металлов. Она обеспечивает лучшее сочетание прочностных и пластических характеристик материалов. Вакуумная прокатка открыла большие возможности в создании слоистых композиционных материалов. Этим методом получен целый набор многослойных материалов, сочетающих все положительные свойства различных составляющих пакета [2].

В тоже время, многие вопросы, связанные с процессами, протекающими на границах раздела композитов, остаются не выясненными. Среди них – механизмы микро- и наноструктурирования, проходящие вблизи границы раздела металлов - составляющих композита. Эти представления важны как для оптимизации технологии сварки конкретных изделий, так и для понимания физики процесса контактообразования разнородных материалов, которые проявляются не только в условиях сварки, но и в технологиях порошковой металлургии и создании покрытий.

Целью работы было исследование структурной и химической микронеоднородности в зоне контакта биметаллов при горячей прокатке в вакууме и установление влияния этих неоднородностей на условия контактообразования и качество контактов полученных композитов. Для исследований были выбраны биметаллы в пакете St. steel-Cu-Nb-Ti, компоненты которого практически нерастворимы между собой, согласно диаграммам состояния.

### Материалы и методы исследования

Соединение в твердой фазе осуществлялось в общем пакете St. steel-Cu-Nb -Ti деформацией на 27-30%, при температуре 950<sup>0</sup>С на прокатном стане ДУО – 170 в вакууме  $p = 10^{-2} \div 10^{-3}$  Па [2]. Из сваренного пакета на электроискровом станке отрезалась пластина толщиной 0,15 мм из которой изготавливались образцы для электронно-микроскопических исследований. Утонение образца "cross-section" с двух сторон осуществлялось ионным травлением по границе раздела Cu-Nb твердофазного соединения.

Электронная микроскопия высокого разрешения (микроскоп JEM-2100F) была использована для анализа процессов, проходящих на границе раздела биметаллов, соединенных высокотемпературной вакуумной прокаткой. Fast Fourier transform (FFT) была использована для повышения контраста изображений. Анализ распределения компонентов по границе раздела производился с помощью приставки к микроскопу INCA-EDS. Дополнительно были вырезаны образцы 2,5x5x35 таким образом, что границы раздела биметаллов располагались перпендикулярно длинной оси образца. В границу раздела биметаллов вводилась электроискровая трещина.

### Результаты и их обсуждение

На рис.1 представлена структура границы раздела биметаллического композита Cu-Nb, полученная методом ТЭМ. Анализ структур свидетельствует о том, что граница раздела выглядит

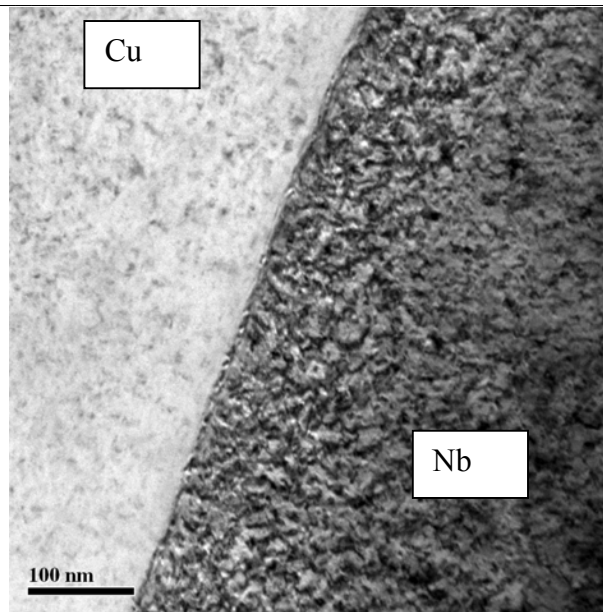


Рис. 1. Структура границы раздела медь-ниобий.

как узкая область, с особым контрастом. Обращает на себя внимание, что область, в которой происходит смешивание атомов меди и ниобия составляет несколько нанометров. Наблюдаемый

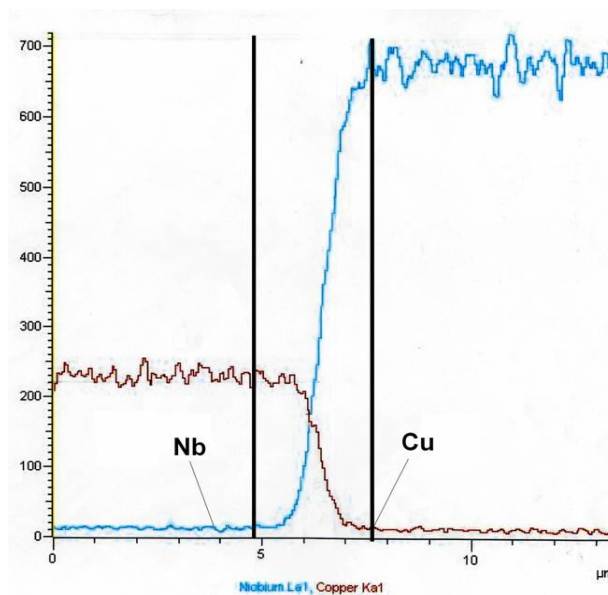


Рис. 2. Распределение элементов вблизи границы раздела [3].

визуально размер переходной зоны значительно меньше, чем размер зоны определенной по данным рентгеновского микроанализа со шлифа [3]. Согласно [4] анализ химической неоднородности в прослойках может давать существенное завышение толщины слоя, если эксперимент проводится на массивном образце (например, на шлифе). Значительно повысить точность можно, если анализ проводить на тонких объектах, например, на тонких фольгах для ТЭМ, толщина которых составляет 100 нм. Поэтому нами были дополнительно выполнены прецизионные исследования химической микрон неоднородности вблизи границы раздела на образце "cross-section" методом аналитической просвечивающей электронной микроскопии.

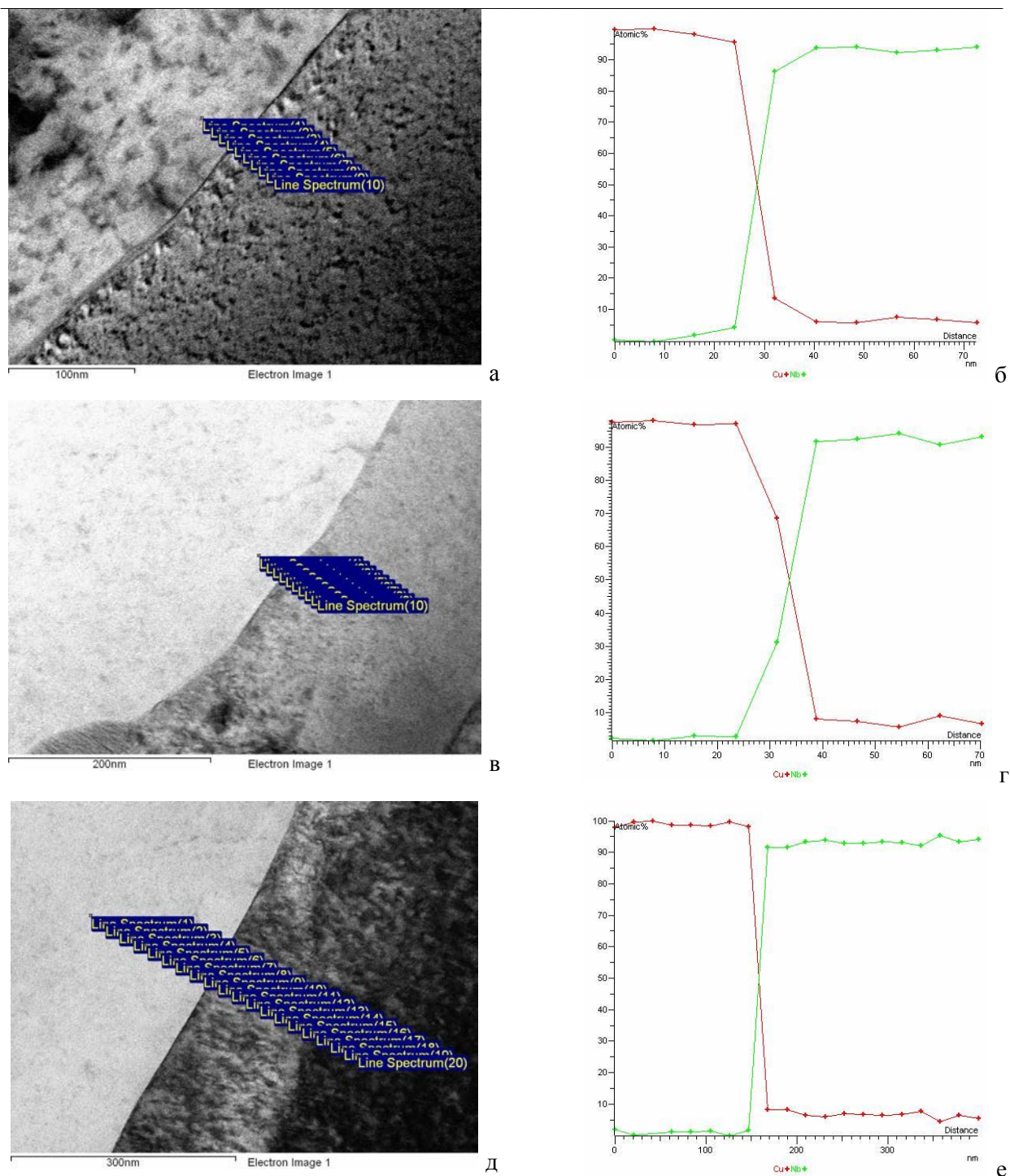


Рис.3. Распределение элементов у границы раздела медь-ниобий : а, в, д -

Применение современных методов аналитической электронной микроскопии с позволяет строить профиль распределения элементов вдоль какого-либо направления с шагом в несколько нанометров. На рис.3а,в,д представлены характерные структуры с указанием точек, в которых производился локальный рентгеновский микроанализ. Как правило, направление, вдоль которого изучалось распределение элементов, было перпендикулярно границе раздела биметалла.

На рис. 3б,г,е представлено изменение концентрации Cu и Nb в области границы раздела. Анализ спектров показывает, что даже при малом шаге между точками (5-10 нм) ширину участка, где концентрационный переход точно определить достаточно сложно: на двух спектрах (3б,г) в диапазоне толщин порядка 10 нм наблюдаются участки с концентрацией Cu и Nb, соответствующие их взаимному смешению (15-85, 70-30), а в двух других случаях точек, соответствующих взаимному смешению не обнаружено вообще (рис 3е). Таким образом,

результаты анализа, полученные методом аналитической электронной микроскопии, свидетельствуют о том, что толщина переходной области имеет размеры  $\sim 3-5$  нм. Поэтому дальнейший анализ целесообразно проводить с применением электронной микроскопии высокого разрешения.

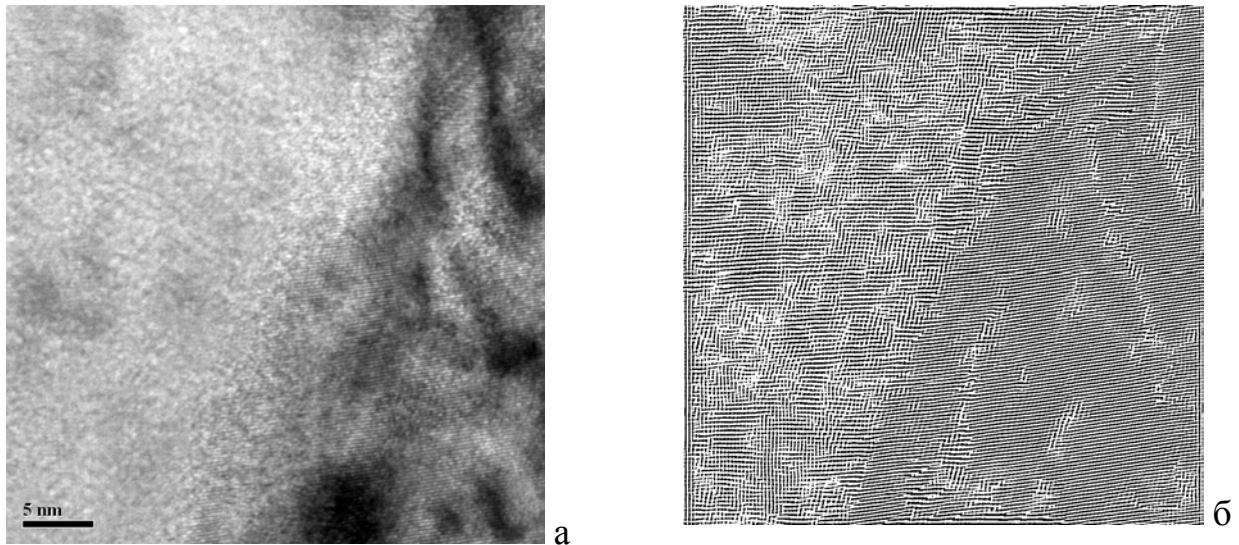


Рис.4. Прямое разрешение границы раздела медь-ниобий –а, изображение после Фурье-обработки FFT.

На рис. 4а приведена структура границы раздела между Cu и Nb при увеличении, соответствующему прямому разрешению. Использование метода FFT позволяет улучшить качество изображение межатомных плоскостей (4б) [5]. Анализ полученного изображения позволяет утверждать, что процесс взаимного проникновения элементов происходит на глубину нескольких межатомных расстояний. По-видимому, такой вывод достаточно логичен, поскольку время нахождения образца в активной зоне деформации достаточно мало и степень деформации невелика (30%). Однако, даже таких тонких слоев достаточно для создания физического контакта, где связи между разнородными элементами настолько сильны, что их прочность практически не уступает прочности однокомпонентных связей. Для проверки этого утверждения нами были проведены испытания на изгиб образца с трещиной, введенной в плоскость контакта. В данном случае использовалось классическое представление из теории межкристаллитного разрушения, согласно которому при наличии границы раздела трещина распространяется в направлении требующем минимальных затрат для разрыва межатомных связей. Как видно из фрактографического анализа (рис.5) трещина, введенная в границу раздела не распространяется вдоль этой плоскости, а предпочитает вскрывать более слабый структурный элемент (в данном случае медь).

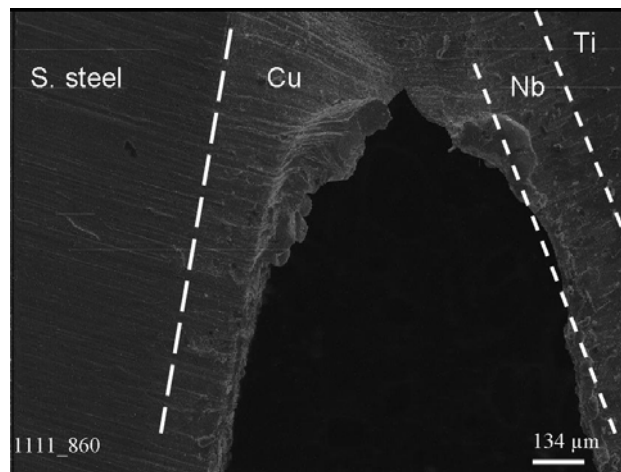


Рис.5. Разрушение образца с трещиной в плоскости контакта медь-ниобий.

**Выводы**

1 Данные аналитической электронной микроскопии показывают, что при прокатке формируется переходная зона шириной несколько межатомных расстояний

2. Такой тонкой прослойки достаточно, чтобы сформировать совершенные связи между разнородными элементами, прочность которых оказывается, как минимум, не ниже, чем связь между однородными атомами

3. Введение трещины в межфазную границу с последующим испытанием такого образца на изгиб показало, что трещина не распространяется по области контакта, а смещается в более слабый структурный элемент, которым является медь.

1. 50 лет Харьковскому физико-техническому институту АН УССР.- Киев, «Наукова Думка». 1978.-320с
2. В.Е.Иванов, В.М.Амоненко, А.С.Тронь Высокотемпературная прокатка в вакууме металлов, сплавов и многослойных материалов. УФЖ.1978.Т.23, №11,с.1782-
3. Борц Б.В. Экспериментальное и теоретическое исследование зависимости предела прочности границы соединения разнородных металлов в твердой фазе от диапазона изменения их пластичности, ВАНТ №5(69) 2010, 108-118с.
4. Голдстейн Дж., Ньюбери Д., Элчин П., Джой Д., Фиори Ч., Лифшин Э., Растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ. В 2-х книгах. Пер. с англ. – М.: Мир, 1984. – 303с.
5. D.V. Williams, C. B. Carter, Transmission Electron Microscopy, Plenum Press, New York and London, (1996).