УДК 539.67:539.376: 669.293

ВПЛИВ ВИСОКОТЕМПЕРАТУРНОЇ ВАКУУМНОЇ ДЕГАЗАЦІЇ НА ВНУТРІШНЄ ТЕРТЯ СПЛАВІВ НІОБІЮ

Бахрушин В.Є. , д.ф.-м.н., *Чиріков О.Ю., аспірант

Гуманітарний університет "Запорізький інститут державного і муніципального управління",

**Запорізький державний університет*

ВСТУП

Завдяки вдалому поєднанню високих механічних і електричних властивостей, корозійної стійкості та надпровідності ніобій і сплави на його основі широко використовуються як конструкційні матеріали у приладобудуванні, хімічному машинобудуванні та інших галузях сучасної техніки. Особливе місце серед них займають сплави впровадження, у яких спостерігається істотне зміцнення за рахунок блокування руху дислокацій домішками впровадження або дрібнодисперсних виділень оксидів, нітридів або карбідів. При виготовленні таких сплавів пред'являються підвищені вимоги до вмісту домішок упровадження, тому їхнє одержання звичайно включає стадії дегазації і послідуючого контрольованого введення заданої домішки. Ці процеси здійснюються при температурах вище 1500 - 2000 ^{o}C і супроводжуються змінами структури сплаву за рахунок рекристалізації, а також утворення і руху дислокацій та інших дефектів, здатних взаємодіяти з атомами впровадження. Така взаємодія може викликати перерозподіл домішок між позиціями різного типу - ізольований атом, атом в атмосфері дислокації, атом, зв'язаний у комплекс з іншим домішковим атомом або точковим дефектом тощо. Це призводить до зміни поведінки домішок і взаємодіючих з ними дефектів. Тому при дослідженні механізмів формування фізичних властивостей сплавів упровадження при високотемпературних обробках необхідно знати характер розподілу впроваджених атомів між позиціями різного типу. Ця задача може бути розв'язана за допомогою методу внутрішнього тертя, що виявляє високу чутливість до характеру оточення домішкового атома впровадження в решітці ОЦК металу. Однією з проблем, які виникають при застосуванні цього методу є те, що в даний час часто неможливо довести відповідність релаксаційних процесів, які спостерігаються, конкретним теоретичним моделям. Проте, одержувана інформація виявляється корисною для розуміння процесів, що відбуваються в сплавах при різного роду обробках.

У зв'язку з цим метою цієї роботи було дослідження впливу високотемпературної вакуумної дегазації на релаксаційні спектри внутрішнього тертя сплавів на основі ніобію.

МАТЕРІАЛИ І МЕТОДИКА ЕКСПЕРИМЕНТУ

Сплави для дослідження готували електронно-променевим витопленням з послідуючою холодною прокаткою злитків у лист до товщини 0,1 мм. За даними хімічного аналізу концентрації домішок у них складало (% по масі): C - 0,01; N - 0,005; O - 0,008; H - 0,001; W - 0,005; Mo - 0,006; Fe - 0,005; Ta - 0,008; Ti - 0,005; Si - 0,005.

Дегазацію зразків здійснювали на установці [1]. Вона являла собою герметично закриту камеру, з'єднану із системами напуску і дозування газу, відкачки і виміру тиску. Вакуум контролювали іонізаційною лампою ПМІ-2. Нагрів здійснювався прямим пропусканням електричного струму через зразок розмірами 100×4×0,1 мм^3, який за допомогою молібденових затискачів закріплювався в молібденових струмовводах, що охолоджувались водою. Температуру зразка визначали оптичним пірометром, градуйованим за термопарою ВР5/ВР20, а також температурами плавлення нікелю і ніобію. Градуювання пірометра періодично перевіряли. Похибка визначення температури не перевищувала 20 К. Дегазацію зразків здійснювали протягом 5 - 180 хв. у вакуумі не гірше 2 · 10^{-3} Па при температурах 1700 - 2000 ^{o}C. Час нагріву зразка до заданої температури не перевищував 1 хв. Після дегазації зразки охолоджували відключенням струму. При цьому середня швидкість їхнього охолодження до температури зникнення світіння складала біля 500 К/с.

Виміри внутрішнього тертя здійснювали на установці [2] методами змушених і вільних коливань вертикального консольно закріпленого зразка при частоті 30 - 50 Гц. Температуру вимірювали хромель-алюмелевою термопарою з помилкою ± 1 К. Помилка виміру висот максимумів внутрішнього тертя не перевищував 15 %. Усі виміри здійснювали у вакуумі не гірше 1·10^{-2} Па. Зміна концентрацій кисню й азоту в процесі виміру внутрішнього тертя не перевищувала 0,01 ат. %.

Металографічне дослідження зразків здійснювалося на оптичному мікроскопі NEOPHOT-2 і растровому електронному мікроскопі JSM-35. Структура була добре виявлена вакуум-травленням у процесі дегазації. На поверхні зразків є велике число огранованих ямок. Крім того спостерігається істотне зменшення густини зразків, що може бути викликано утворенням пор. Відповідно до [3] вони утворюються в процесі дегазації за рахунок сублімації ніобію і його летучих оксидів. У нашому випадку

протікання сублімації підтверджувалося утворенням нальоту на стінках камери, де здійснювалася дегазація.

РЕЗУЛЬТАТИ Й ОБГОВОРЕННЯ

На початковому етапі дегазації зразків (перші 10 - 15 хв) спостерігається (рис.1) різке зростання концентрації атомів упровадження (кисню, вуглецю й азоту) у твердому розчині, про що свідчить зростання пропорційних концентраціям висот відповідних сноєківських релаксаційних піків. Коефіцієнт пропорційності складає для різних домішок 0,02 - 0,1 ат. $\%^{-1}$ і істотно залежить від умов обробки, тому при аналізі відносних змін концентрації в дегазованих зразках більш надійні результати дає зіставлення висот відповідних максимумів внутрішнього тертя. Зміни, що спостерігаються, очевидно, можуть бути обумовлені розчиненням виділень оксидної, карбідної і нітридної фаз, які утримувалися в зразку.

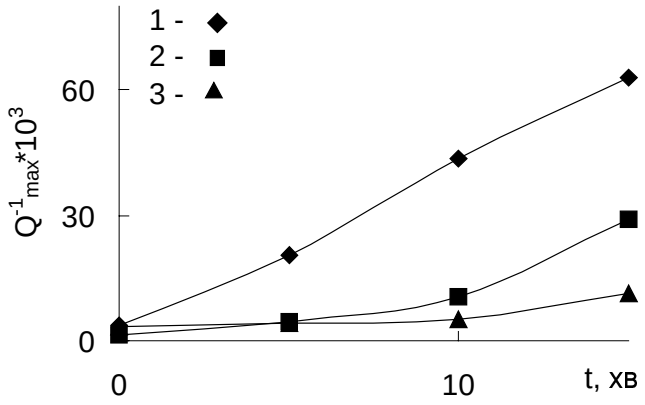


Рис.1. Зміна висот кисневого (1), вуглецевого (2) і азотного (3) сноєківських піків після дегазації при 2000 °С.

Максимальна концентрація кисню після дегазації при 1700 - 1800 °С приблизно однакова, а після дегазації при 1900 - 2000 °С істотно вище (рис. 2), що може свідчити про більш повне видалення атомів кисню, які знаходилися до дегазації у зв'язаному стані. Максимальні концентрації вуглецю й азоту, що досягаються при дегазації, зростають із ростом температури дегазації, але при цьому вони залишаються більш низькими, ніж концентрація кисню (рис. 2).

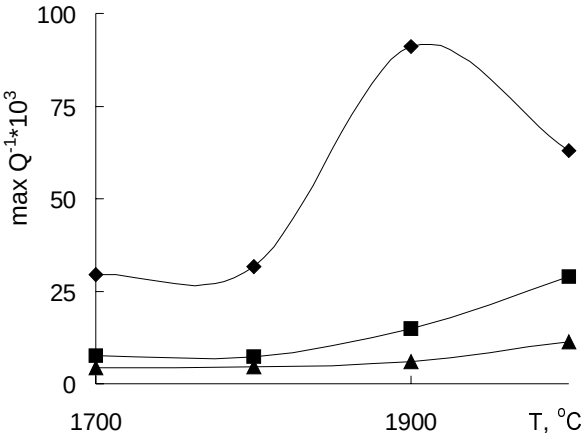


Рис.2. Залежність максимальних значень висот сноєківських піків від температури дегазації (позначення відповідають рис. 1).

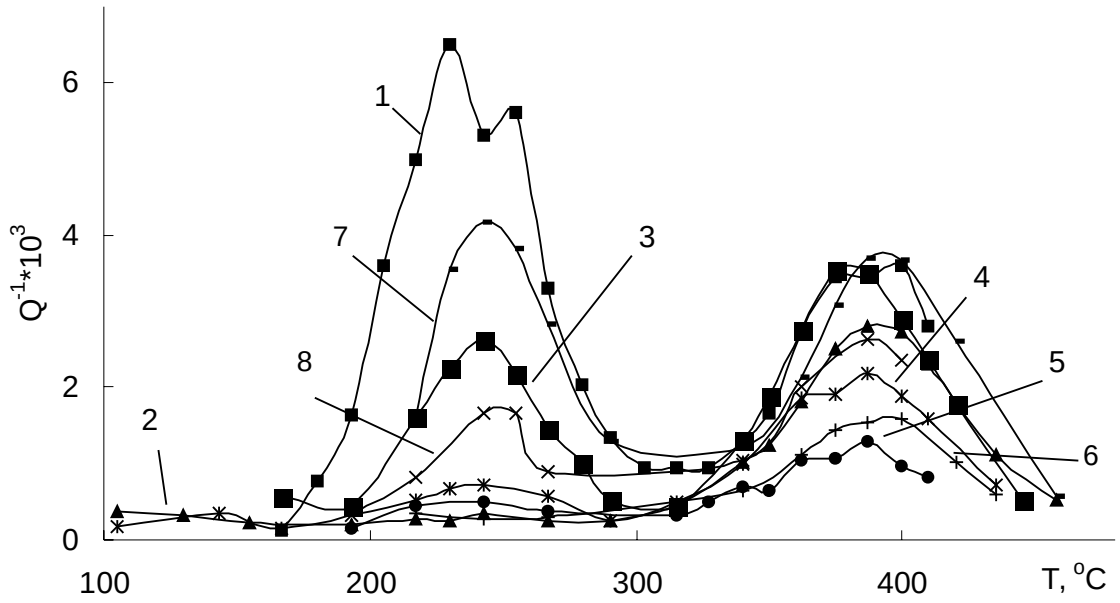


Рис. 3. Температурні залежності внутрішнього тертя ніобію після тривалої дегазації: 1 - 1700 °С, 120 хв, 2 - 1700 °С, 180 хв, 3 - 1800 °С, 120 хв, 4 - 1800 °С, 180 хв, 5 - 1900 °С, 120 хв, 6 - 1900 °С, 180 хв, 7 - 2000 °С, 120 хв, 8 - 2000 °С, 180 хв.

На рис. 3 показаний вплив температури і часу дегазації на релаксаційні спектри внутрішнього тертя ніобію. Як видно з поданих даних, найбільш повне очищення відбувається при температурі дегазації 1900 °С. У цьому випадку залишкові концентрації домішок не перевищують 0,02 ат. %. Найбільш стійкою до дегазації домішкою є азот, який після тривалих високотемпературних відпалів виявляється основною домішкою упровадження в ніобії.

ВИСНОВКИ

1. На початковому етапі високотемпературної вакуумної дегазації концентрація розчинених у ніобії кисню, вуглецю й азоту може підвищуватися за рахунок розчинення присутніх у матеріалі виділень фаз упровадження;
2. Найбільш стійкою до високотемпературної вакуумної дегазації домішкою упровадження в ніобії є азот.

ПОДЯКА

Автори вдячні О.В. Новикову за обговорення результатів і допомогу під час проведення експериментів.

ЛІТЕРАТУРА

1. Мозжухин Е.И., Новиков А.В., Варенков А.Н. Высокотемпературная установка для изучения ползучести и равновесия между азотом и сплавами ниобия// Известия вузов. Черная металлургия.- 1981.- № 5.- С. 172 – 173.
2. Установка для изучения температурной и амплитудной зависимости внутреннего трения методом вынужденных колебаний консольного образца/ Елютин В.П., Мозжухин Е.И., Пигузов Ю.В. и др.// Заводская лаборатория.- 1969.- Т. 35.- № 10.- С. 1261 – 1262.
3. Влияние высокотемпературного высоковакуумного отжига на структуру и свойства слитков ниобия высокой чистоты/ Елютин А.В., Шишков В.В., Вороненко Л.И. и др.// Научные труды ГИРЕДМЕТ.- М., 1982.- Т. 114.- С. 3 – 7.