

Методика фрактографических исследований порошковых пермаллоев

Работа выполнена Аль-Джебур Х.Х. под руководством канд. техн.наук, доцент кафедры "Материалы и технологии" Шелохвостов В.П.

ТГТУ Кафедра «МиТ»

Аннотация

Разрабатывали методику электронномикроскопического анализа поверхностей разрушения порошковых пермаллоев. Исследовали характер изломов в зависимости от температуры спекания ($900 - 1300^{\circ}\text{C}$). Показано, что все изломы имеют чашечное строение (волоконистый излом), более грубый рельеф для 900°C связан с наличием повышенной пористости, создающей высокий уровень внутренних напряжений, для 1300°C – с крупнозернистой структурой; мелкий однородный рельеф соответствует оптимальной температуре спекания $1250-1270^{\circ}\text{C}$.

Введение

Характер изломов различных материалов зависит от их структурных особенностей и отражает уровень механических и электрофизических свойств. Для высокопластичных и вязких материалов характерно наличие волоконистого (вязкого) излома в виде «чашечных» элементов, менее вязкие материалы имеют в изломе элементы в виде плоских полей и «террас», которые определяют в макромасштабе «кристаллический излом». На стадии оптимизации техпроцесса порошковых пермаллоев характер рельефа в изломе образцов после механических испытаний может помочь в выборе наиболее оптимальной температуры спекания порошковых заготовок (прессовок).

В этой связи в работе поставлена задача разработки методики электронномикроскопических исследований рельефа поверхностей разрушения и фрактографические исследования изломов спеченных в диапазоне температур $900 - 1300^{\circ}\text{C}$ образцов пермаллоя после их механических испытаний на растяжение.

Методика электронной микроскопии поверхностей разрушения

В просвечивающей электронной микроскопии исследуется структура объектов, толщина которых не превышает долей микрона ($30-40\text{нм}$).

Для исследования поверхностей массивных образцов необходимо использование специальной техники препарирования, включающей создание промежуточного объекта в виде тонкой пленки (реплики), отражающей рельеф исследуемой поверхности и доступной для просвечивания.

В данной работе для исследований выбрана одноступенчатая угольная реплика. Для напыления углерода использовалась угольная дуга, создаваемая в рабочем пространстве установки УВР-3М между электродами диаметром 10 мм с заточкой торца площадкой с углом $40-45^{\circ}$ относительно продольной оси и 5 мм с заточкой на «карандаш». Рабочий образец (излом) располагался на расстоянии $100-120\text{ мм}$ от дуги и отделялся от нее заслонкой. После создания стабильной дуги при подобранных режимах по току $50-100\text{ А}$ открывалась заслонка и осуществлялось напыление углерода в течение $30-60$ секунд. Для контроля толщины пленки достаточно было визуального контроля цвета образующейся пленки. Коричнево-желтый цвет соответствовал толщине пленки углерода в $20-22\text{ нм}$, достаточно прочной и просвечивающейся при ускоряющих напряжениях 75 и 100 кэВ (синий цвет соответствовал толщине $40-45\text{ нм}$, слабо просвечивался).

Отделение угольной пленки (реплики) выполнялось травлением в смеси соляной, серной, азотной и уксусной кислот с практически подобранным соотношением $1:1:1:3$. Отделенные углеродные пленки осаждались на дно и обнаруживались в объеме, в дальнейшем вылавливались проводочной петлей и отмывались переносом через $5-7$ бюкс с дистиллированной водой, затем извлекали их

пластиковой сеткой с размером ячейки 0,1x0,1 мм, вырубали рабочий объект диаметром 3 мм.

Исследование рабочих образцов осуществлялось в электронном микроскопе ЭМ-100А при ускоряющем напряжении 75 кэВ, просматривали 20 – 50 полей сетки рабочего образца, характерные структуры фиксировались съемкой цифровой камерой непосредственно с люминисцентного экрана. Для определения увеличения использовали градуировочный график «увеличение – ток промежуточной линзы», увеличение варьировалось в диапазоне 20000-80000^x.

Влияние температуры спекания на структуру рельефа изломов пермаллоя

Разработанная методика использовалась для исследования поверхностей разрушения стандартных образцов (ГОСТ 115-65) пермаллоя после спекания в диапазоне 900 – 1300^oC. Испытания до разрушения проводились на машине ИМ-4Р со скоростью 5 мм/мин. Средние результаты в зависимости от температуры спекания находились в диапазоне: $\sigma_b = 33,5 - 46,5 \cdot 10^{-7} \text{ Н/м}^2$; $\delta = 5 - 14,3 \%$; $\phi = 13,3 - 33,2 \%$

Изображение рельефа изломов для температур спекания 900, 1200 и 1300^oC приведены на рисунке 1

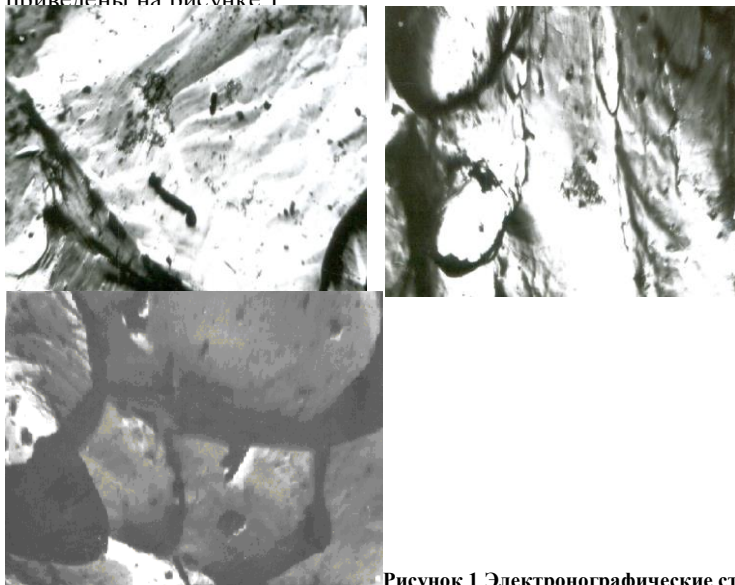


Рисунок 1 Электронографические структуры изломов: а, б, в – температуры спекания 900, 1200, 1300^oC

Рельеф излома поверхности образцов (рисунок 1а), спеченных при 900^oC, грубый, не отличается многообразием, характеризуется полями скола достаточно больших размеров с мелким рельефом по полю. Предположительно это связано с еще существующими крупными порами неравновесной конфигурации (несферическими), которые являются концентраторами напряжений при испытании образцов на растяжение. Это сдвигает тип напряженного состояния с плоского в сторону объемного, что подавляет процессы пластического деформирования, уменьшается слой (глубина) пластической деформации, примыкающий к излому, и меняется характер распространения трещины.

Излом образцов (рисунок 1б), спеченных при температуре 1200^oC, отличается наличием «чашечной» структуры в виде полусфер различного размера, в

макомасштабе такой рельеф называют волокнистым или «вязким». Разноразмерность элементов рельефа характеризует неоднородность твердого раствора, свидетельствует о незаконченности формирования равновесного состояния.

Структура излома образцов (рисунки 1в) после спекания при 1300⁰С отличается наличием крупных полусфер. В центре каждой из них просматриваются дефекты (включения или поры), инициировавшие начало пластического деформирования перед распространяющейся трещиной. Крупный размер этих элементов рельефа свидетельствует о достаточно большом сопротивлении распространению трещины. Наличие такого рельефа поверхности разрушения указывает на равновесность образовавшейся структуры, законченность формирования твердого раствора.

Таким образом, анализ поверхности разрушения позволяет по появлению однородного «чашечного» рельефа определить оптимальную температуру спекания, в данном случае она, располагается между 1200⁰С и 1300⁰С. Экстраполяцией оптимальная температура спекания в данном случае может оцениваться в пределах 1270 -1290⁰С .

Выводы

Разработана методика электронномикроскопического фрактографического анализа поверхностей изломов порошковых пермаллоев, включающая формирование на поверхности изломов угольной реплики, ее отделение химическими методами, создание рабочего объекта, анализ его структуры в электронном микроскопе.

Показаны возможности предложенной методики исследования изломов образцов, спеченных при различных температурах, и позволяющей по результатам анализа характера рельефа оптимизировать температуру спекания прессовок пермаллоя.

Литература

1. Приборы и методы физического металловедения. Электронная микроскопия//Э.Смит/перев.с англ., под ред. Ф.Вейнберга, Т.2, М.: Мир, 1974.- С. 9-64.
- 2.Панченко, Е.В. Лаборатория металлографии//Е.В.Панченко, Ю.А.Скаков, Б.И.Кример, П.П.Арсентьев, К.В.Попов, М.Я.Цвиллинг/ учеб.пособ.: ред.Б.Г.Лившиц, М.: Металлургия, 1965.- 440 с.