

УДК 621.386.8:621.793.1

РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ ВАКУУМНЫХ КОНДЕНСАТОВ Al-Fe

Е.В. Луценко, асп., В.В. Белозеров, проф., к.т.н., А.В. Субботин, н.с.,
А.И. Зубков, доц., к.ф.-м.н.,
Национальный технический университет
«Харьковский политехнический институт»

Аннотация. Исследована структура и удельное электросопротивление конденсатов Al-Fe, полученных электронно-лучевым испарением с последующей конденсацией в вакууме. Показано, что легирование алюминия железом приводит к понижению размеров областей когерентного рассеивания (блоков), расширению границ растворимости железа в ГЦК решетки алюминия, увеличению электросопротивления конденсатов.

Ключевые слова: вакуумные конденсаты, сегрегация, электронно-лучевое испарение, текстура, электросопротивление.

РЕНТГЕНОГРАФІЧНІ ДОСЛІДЖЕННЯ СТРУКТУРИ ВАКУУМНИХ КОНДЕНСАТІВ Al-Fe

Є.В. Луценко, асп., В.В. Білозеров, проф., к.т.н., А.В. Субботін, н.с.,
А.І. Зубков, доц. к.ф.-м.н.,
Національний технічний університет «Харківський політехнічний інститут»

Анотація. Досліджено структуру та питомий електроопір конденсатів Al-Fe, отриманих електронно-променевою випаровуванням з наступною конденсацією у вакуумі. Показано, що легування алюмінію залізом призводить до зниження розмірів областей когерентного розсіювання (блоків), розширення межі розчинності заліза в ГЦК ґратки алюмінію, збільшення електроопору конденсатів.

Ключові слова: вакуумні конденсати, сегрегація, електронно-променеве випаровування, текстура, електроопір.

X-RAY STUDIES OF THE STRUCTURE OF VACUUM Al-Fe CONDENSATES

E. Lutsenko, P. G., V. Belozеров, Prof., Ph. D. (Eng.), A. Subbotin, Sr. Researcher,
A. Zubkov, Assoc. Prof., Ph. D. (Phys.-Math.),
National Technical University «Kharkiv Polytechnic Institute»

Abstract. The structure and the resistivity of Al-Fe condensates produced by electron-beam evaporation, followed by vacuum condensation are analyzed. It is shown that alloying of aluminum with iron leads to a decrease of coherent scattering regions (blocks) size, expands the boundaries of the iron solubility in the fcc of the aluminum lattice, increases the electrical resistance of condensates.

Key words: vacuum condensates, segregation, electron-beam evaporation, texture, resistivity.

Вступлення

Повышение физико-механических свойств металлических материалов связано с увеличением степени дисперсности их структур-

ных элементов, образованием пересыщенных твердых растворов легирующими элементами с матричным металлом, повышением когезионной прочности границ зерен и т.д. В этом плане перспективной технологией, поз-

воляющей реализовать в полном объеме указанные подходы, является высокоскоростное электронно-лучевое испарение и последующая конденсация смеси паров составляющих компонентов на твердых поверхностях. Вместе с тем закономерности формирования структуры таких объектов, влияние технологических условий получения, их состава, реализуемое структурное состояние и функциональные свойства к настоящему времени изучены недостаточно. В этой связи данная работа посвящена изучению структуры вакуумных конденсатов алюминия легированных железом.

Анализ публикаций

Железо считается вредной примесью в алюминиевых сплавах. Например, в металлургических сплавах на основе алюминия содержание железа как вредной примеси ограничивается 0,5–0,7 вес. % [1]. Это связано с особенностями бинарной системы Al–Fe, заключающиеся в отсутствии растворимости железа в алюминии при температурах ниже $\sim 650^\circ\text{C}$ и образованием интерметаллидных соединений различного стехиометрического состава, которые снижают пластичность, вязкость разрушения, сопротивление развитию трещин. Однако, в настоящее время в литературе [1] имеется противоречивая информация о характере влияния железа как легирующего элемента на структуру и физико-механические свойства алюминия. В работах [2–3] указывают на положительную роль железа, которая заключается в диспергировании зеренной структуры алюминия и, следовательно, в повышении его прочностных свойств. Публикации [2–6] посвящены расширению границы растворимости железа в алюминии путем высокоскоростного охлаждения расплавов [5,6], интенсивной пластической деформацией [2,6] и осаждением из паровой фазы в вакууме [3].

Термическое испарение алюминия контролируемой чистоты в вакууме и легирование его парового потока железом, с последующей конденсацией смеси их паров на неориентирующих подложках, позволяет получить сплавы Al–Fe заданного состава. Важным является то обстоятельство, что в этом случае удастся минимизировать влияние неконтролируемых примесей, обычно присутствующих в металлургических сплавах на основе алюминия.

Цель и постановка задачи

Целью данной работы являлось изучить структуры вакуумных конденсатов Al–Fe с различным содержанием железа; установить фазовый состав и возможность образования пересыщенных твердых растворов, определить субструктурные характеристики.

Методика исследования

Объектами исследования являлись конденсаты алюминия и Al–Fe, полученные электронно-лучевым испарением из различных источников и последующей конденсацией их паровых смесей на ситалловых подложках в вакууме 10^{-3} Па. Толщина образцов составляла 20–50 мкм. Содержание железа варьировали от 1 до 3,5 ат.%. Элементный состав контролировали рентгенофлуоресцентным анализом. Рентгеноструктурный анализ проведен на дифрактометре ДРОН-3. Период решетки алюминиевой матрицы определялся прецизионным методом с поточечной регистрацией профиля дифракционной линии (511) в монохроматическом излучении $k_\alpha\text{-Cu}$ ($2\theta \sim 162,5^\circ$) и в излучении $k_\alpha\text{-Fe}$ по линии (400) – $2\theta \sim 146,2^\circ$. Точность определения периода решетки составила $\pm 2 \cdot 10^{-4}$ Å. Для учета смещения линии за счет макронапряжений и ориентированных микронапряжений проводились наклонные съемки. Размер блоков определялся по формуле Селякова–Шеррера. Текстурированность образцов анализировалась по соотношению интенсивностей дифракционных линий (111) и (200) и методом обратных полюсных фигур.

Результаты исследования

На рис. 1 приведена концентрационная зависимость периода кристаллической решетки алюминиевой матрицы и удельного электро-сопротивления конденсатов Al–Fe. Как следует из приведенных данных (рис.1 кривая 2), период решетки нелегированного конденсата алюминия соответствует значению, характерному для чистого алюминия металлургического происхождения, и составляет 4,0488 Å. Обращает на себя внимание характер концентрационной зависимости периода решетки. Наблюдаются два участка: до содержания железа примерно 2 ат.% не происходит заметного изменения периода решетки. При концентрации Fe > 2 ат.% период

решетки алюминия уменьшается, что свидетельствует об образовании пересыщенного твердого раствора [7].

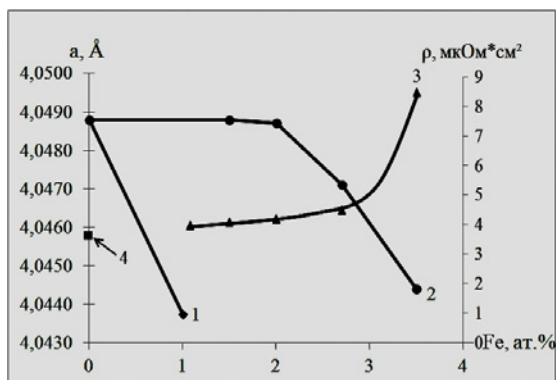


Рис. 1. Концентрационные зависимости периода кристаллической решетки и удельного электросопротивления конденсатов Al–Fe: 1 – прямая Vegарда; 2 – период решетки; 3 – электросопротивление; 4 – конденсат нелегированного Al

Содержание железа в кристаллической решетке алюминия в виде раствора замещения, оцененное по закону Vegарда, при общей концентрации Fe 3,5 ат.% составляет ~ 1 ат.%, что более чем на порядок превышает растворимость железа в алюминии в равновесном состоянии [1]. Концентрационная зависимость удельного электросопротивления (рис. 1, кривая 3) коррелирует с аналогичной зависимостью периода решетки. Видно, что при содержании железа менее ~ 3 ат.% наблюдается незначительное изменение удельного электросопротивления, при большей концентрации происходит рост этой величины. Повышенное значение $\rho \sim 3,7$ мкОм*см² конденсатов алюминия по сравнению с аналогичным металлургическим алюминием ($\rho \sim 2,7$ мкОм*см²), такой же чистоты, может быть объяснено повышенной концентрацией дефектов структуры, обычно присутствующих в таких объектах [7].

Концентрация железа оказывает существенное влияние на размер блоков алюминиевой матрицы (рис. 2). Железо вызывает диспергирование блочной структуры алюминиевой матрицы, при содержании более 2 ат.% размер блоков уменьшается на порядок по сравнению с нелегированным алюминием.

О степени текстурированности наглядное представление дает отношение интегральных интенсивностей дифракционных линий (200) и (111) (рис. 3).

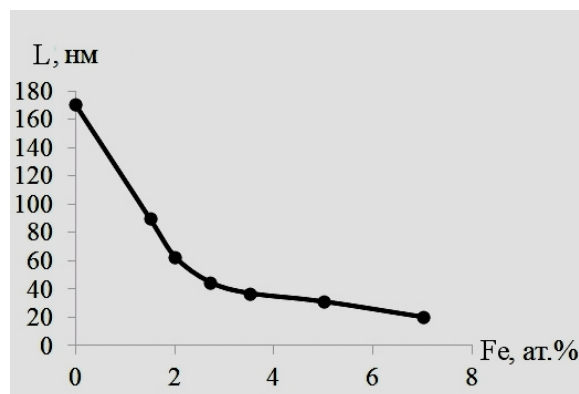


Рис. 2. Концентрационная зависимость размера блоков (L) конденсатов Al–Fe

Выявлено, что во всех конденсатах отношение интенсивностей отличается от теоретической, интенсивность $I(200)$ значительно больше $I(111)$, что может свидетельствовать о наличии аксиальной текстуры типа $\langle 100 \rangle$ в направлении, перпендикулярном поверхности образцов. Анализ обратных полюсных фигур подтвердил наличие указанной текстуры $\langle 100 \rangle$, которая является текстурой роста. Степень текстурированности зависит от концентрации Fe.

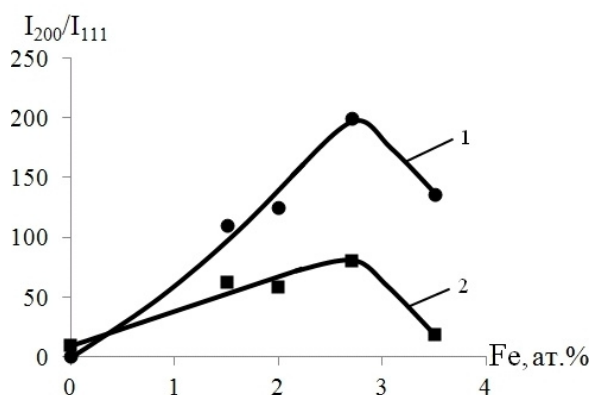


Рис. 3. Влияние концентрации Fe на отношение интенсивности линий алюминия: 1 – со стороны испарителя; 2 – со стороны подложки

Дифрактограммы пленок (см. рис. 4), показывают, что наряду с линиями Al имеются дополнительные дифракционные линии при содержании железа более 1 ат.%, что указывает на формирование интерметаллидных фаз. Основным интерметаллидом является фаза $Al_{13}Fe_4$.

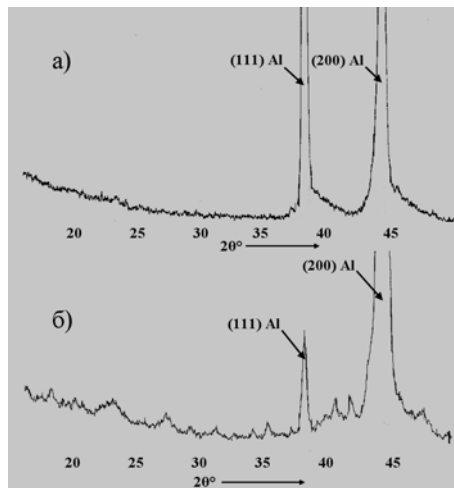


Рис. 4. Фрагменты дифрактограмм пленок Al и Al-Fe (λ -Cu излучения): а – Al, б – Al – 3,5 ат.% Fe

Полученные результаты позволяют отметить то обстоятельство, что существенное изменение периода решетки, фазового состава и удельного электросопротивления происходит при содержании железа более 2 ат. %.

Выводы

Анализ полученных результатов позволяет проследить последовательность формирования структуры пленок при легировании алюминия железа путем смешивания их паровых потоков с последующей конденсацией на неориентирующей подложке. Приведенные экспериментальные данные позволяют предположить, что в процессе конденсации смеси паров алюминия и железа происходит обогащение границ алюминиевой матрицы атомами железа, которые блокируют их рост. После насыщения их адсорбционной емкости, по мере увеличения концентрации железа, часть атомов железа образует интерметаллиды, а часть «замуровывается» фронтом кристаллизации, что приводит к образованию пересыщенных растворов железа в алюминиевой матрице. Аналогичные процессы были обнаружены при изучении структуры конденсатов бинарных систем на основе меди [8].

Диспергирование блочной структуры алюминиевой матрицы, образование пересыщенного твердого раствора, создание определенной текстурированности позволяет существенно влиять на физико-механические свойства путем легирования алюминия железом.

Литература

1. Алюминий: свойства и физическое металловедение: Справ. изд. Пер. с англ./ под ред. Хэтча Дж. Е. – М.: Metallurgia, 1989 – 422 с.
2. Валиев Р.З. Наноструктурные металлические материалы: полученные, структура и свойства / Р.З. Валиев, И.В. Александров. – М.: ИКЦ «Академкнига», 2007. – 398 с.
3. Sakurai M. EXAFS and SAXS analysis for nano-structural origin of high strength for supersaturated $Al_{100-x}Fe_x$ ($x = 1, 2.5$) / M. Sakurai, M. Matsuura, K. Kita, H. Sasaki, J. Nagahora, T. Kamiyama, E. Matsubara // *Materials Science and Engineering: A* 375–377 (2004) P. 1224–1227.
4. Беляев А.И. Металловедение алюминия и его сплавов: справ. изд. – 2 изд., перераб. и доп./ А.И. Беляев, О.С. Бочвар, Н.Н. Буйнов, и др. – М.: Metallurgia, 1983. – 280 с.
5. Tcherdyntsev V.V. Phase composition and microhardness of rapidly quenched Al-Fe alloys after high pressure torsion deformation / V.V. Tcherdyntsev, S.D. Kaloshkin, D.V. Gunderov, // *Materials Science and Engineering A* 375–377 (2004) P. 888–893.
6. Луценко Е. В. Прочность и электропроводность вакуумных конденсатов Al-Fe / Е.В. Луценко, А.И. Зубков // Сборник тезисов докладов 54 Международной конференции «Актуальные проблемы прочности». – Екатеринбург: ФГБУН ИФМ УрО РАН. 11-15 ноября 2013 г. – С. 73.
7. Палатник Л.С. Механизм образования и субструктура конденсированных пленок / Л.С. Палатник, М.Я. Фукс, В.М. Косевич. – М.: Наука, 1972. – 320 с.
8. Зубков А. И. Структура вакуумных псевдосплавов Cu-Mo. Влияние концентрации молибдена и условий конденсации / А.И. Зубков, М.А. Глушенко, А.А. Островерх // *Вестник НТУ «ХПИ»*; сборник трудов. – 2012. – № 66(972). – С. 186–189.

Рецензент: В.И. Мощенко, профессор, к.т.н., ХНАДУ.

Статья поступила в редакцию 2 сентября 2015 г.