

PACS numbers: 61.46.Bc, 62.23.Pq, 64.75.Jk, 64.75.St, 68.37.Lp, 81.15.Ef, 82.80.Ej

## Сегрегационные явления в вакуумно-осаждённых нанокompозитах Fe–W

А. Е. Бармин, А. И. Ильинский, А. И. Зубков

*Национальный технический университет  
«Харьковский политехнический институт»,  
ул. Фрунзе, 21,  
61002 Харьков, Украина*

Методами просвечивающей электронной микроскопии и рентгеновской дифрактометрии исследована исходная структура вакуумных конденсатов Fe–W. Показано, что микролегирование железа вольфрамом путём совместной конденсации смеси их паров в вакууме приводит к формированию сегрегаций легирующего компонента на границах зёрен матричного металла.

Методами провітної електронної мікроскопії та Рентгенової дифрактометрії досліджено вихідну структуру вакуумних конденсатів Fe–W. Показано, що мікролегкування заліза вольфрамом шляхом спільної конденсації суміші їх пари у вакуумі призводить до формування сегрегації легувального компонента на межах зерен матричного металу.

The initial structure of vacuum condensates of Fe–W by the methods of transmission electron microscopy and x-ray diffraction is investigated. As shown, the microalloying of iron with tungsten by the co-condensing a mixture of their vapours in a vacuum leads to formation of segregations of the alloying component on the grain boundaries of a matrix metal.

**Ключевые слова:** вакуумные конденсаты, микролегирование, сегрегация, нанокристаллические материалы.

*(Получено 7 июня 2011 г.)*

### 1. ВВЕДЕНИЕ

Ранее было показано [1], что при легировании железа вольфрамом (менее 1 ат.%) путём совместного осаждения и кристаллизации паров испаряемых металлов (PVD-технология) образуется нанокристаллическая структура с размером зерна около 50 нм и твёрдостью

4,5 ГПа, близкой к твердости среднеуглеродистой стали. При этом наблюдаемое сильное диспергирование структуры железной матрицы предположительно связывалось с образованием сегрегаций вольфрама по границам зёрен.

В связи с этим целью данной работы являлось изучение возможности сегрегационных процессов в нанокompозитах Fe–W.

## 2. МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Фольги Fe–W толщиной  $\cong 30$  мкм получали электронно-лучевым испарением компонентов из различных источников в вакууме  $\cong 1,3 \cdot 10^{-3}$  Па с последующим осаждением смеси их паров на неориентированные ситалловые подложки в интервале температур 500–550°C.

Структурные исследования проводили методами рентгеновской дифрактометрии на ДРОН-3М и просвечивающей электронной микроскопии на JEM-2100 с приставкой для определения элементного и химического состава локальных участков образцов с помощью энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (EDS). Средняя по объёму конденсата концентрация W составляет 0,15 ат. %.

## 3. РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Отметим, что с целью детального изучения характера распределения вольфрама в железной матрице объекты получали при температурах выше  $0,3T_{пл}$  матричного металла. В исходном состоянии наблюдается разноразмерность — на фоне мелких зёрен проявляются большие зёрна размером до 1 мкм (рис. 1), что связано, по-видимому, с рекристаллизационными процессами, происходившими во время конденсации. Заслуживает внимания тот факт, что

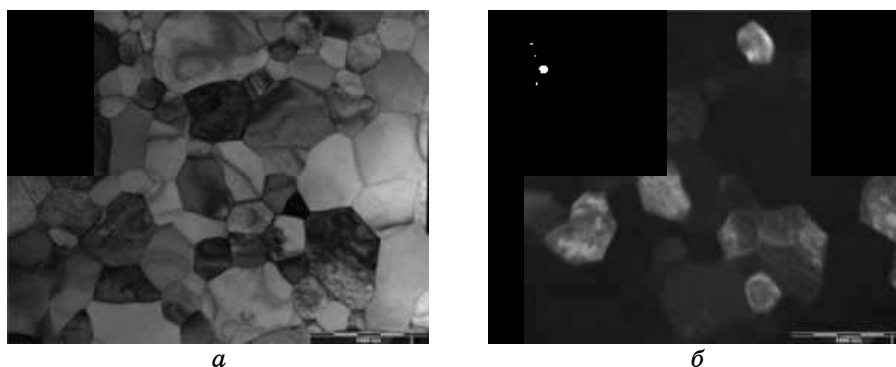


Рис. 1. Зёрненная структура фольг Fe–W: (а) светлое поле, (б) тёмное поле.

средний размер зерна матрицы, определённый по тёмнопольным и светлопольным снимкам, совпадает и составляет  $\cong 0,33$  мкм.

Качественный анализ светлопольных изображений при более высоком увеличении указывает на присутствие частиц второй фазы в приграничных областях зёрен железной матрицы (на рис. 2 указаны стрелками). Оценка их размеров даёт значение порядка 5 нм. В тоже время, отсутствие дифракционных рефлексов вольфрама и интерметаллидов ( $\text{Fe}_2\text{W}$ ,  $\text{Fe}_7\text{W}_6$ ) на рентгенограммах и на электронограммах (рис. 3) может быть связано как с высокой степенью дисперсности частиц, приводящей к размытию дифракционных линий, так и их малым объёмным содержанием, снижающим интенсивность отражений.

Детальные исследования изучаемых образцов в режиме микро-

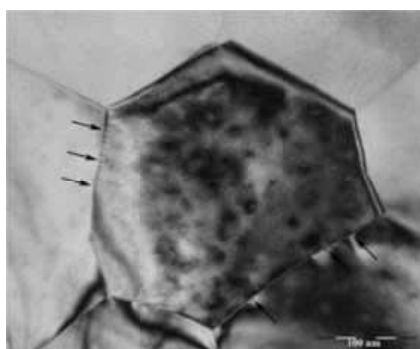


Рис. 2. Электронно-микроскопическое светлопольное изображение тонкой структуры фольг Fe–W.

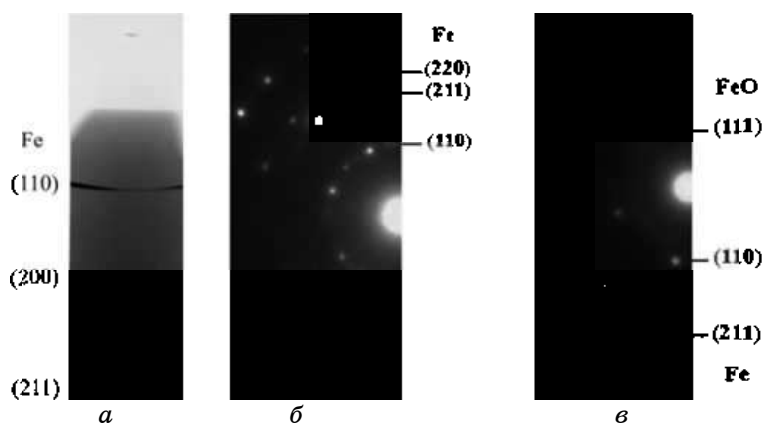


Рис. 3. Рентгенограмма (а), общая дифракция (б) и микродифракция (в) фольг Fe–W.

дифракции, выявили на электронограммах рефлексы соответствующие железу, а также размытые линии FeO (рис. 3, в). Отметим, что электронограммы, полученные в режиме, как общей дифракции, так и микродифракции, содержат не все разрешённые структурным фактором отражения железа, что может свидетельствовать о наличии текстуры.

Интересным фактом является необычный характер процесса электролитического утонения при пробоподготовке образцов для электронной микроскопии. Вопреки обычному явлению, преимущественному травлению по границам зёрен, при утонении конденсатов Fe–W наблюдается обратная картина (рис. 4). Тело зерна утончается с большей скоростью, чем граница зерна. Отметим, что аналогичное явление наблюдал Г. Тамман [2] при исследовании сегрегационных процессов в различных сплавах. Известно также [3], что легирование железа вольфрамом резко снижает скорость растворения сплавов Fe–W в различных кислотах (рис. 5).

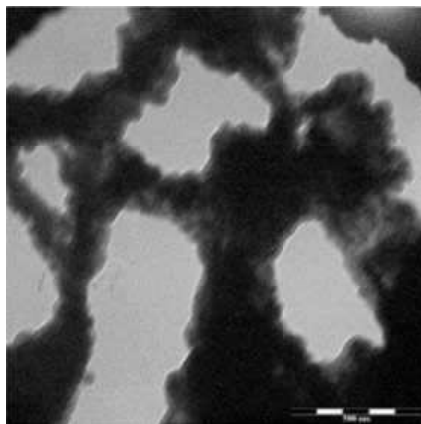


Рис. 4. Результат электролитического утонения фольг Fe–W.

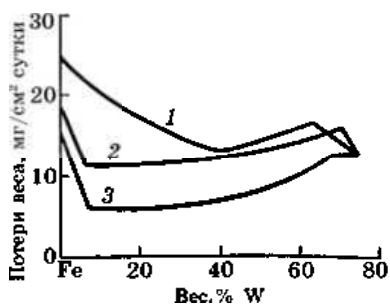


Рис. 5. Влияние содержания вольфрама на скорость растворения сплавов Fe–W в кислотах: 1 — 0,1N HNO<sub>3</sub>, 2 — 1N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 3 — 1N HCl.

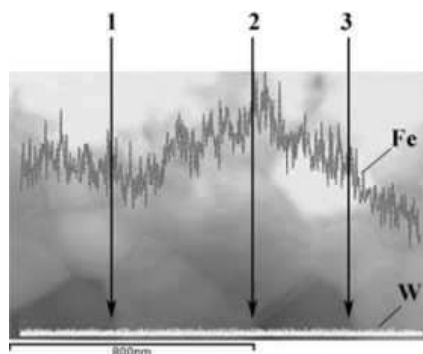


Рис. 6. Распределение железа и вольфрама по сечению трёх зёрен.

Сказанное выше подтверждается более высокой интенсивностью спектра характеристического излучения железа на границах зёрен (рис. 6; особенно наглядно это видно на границе 2).

#### 4. ВЫВОДЫ

Таким образом, полученные экспериментальные результаты свидетельствуют в пользу формирования сегрегаций тугоплавкого легирующего компонента на границах зёрен матричного металла при совместной конденсации смеси их паров в вакууме. Этим явлением объясняется как сильное диспергирование зёрновой структуры матричного материала при его легировании небольшим количеством тугоплавкого металла [1, 4], так и высокая стабильность зёрновой структуры основного металла при последующем нагреве [5].

Авторы выражают благодарность Р. О. Кайбышеву за содействие в проведении электронно-микроскопических исследований.

#### ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. А. Е. Бармин, А. И. Ильинский, А. И. Зубков, *Наносистемы, наноматериалы, нанотехнологии*, **8**, вып. 3: 547 (2010).
2. М. В. Классен-Неклюдова, Т. А. Конторова, *УФН*, № 7: 249 (1939).
3. А. Е. Вол, *Строение и свойства двойных металлических систем* (Москва: Гос. изд. физ.-мат. лит.: 1962).
4. А. И. Зубков, А. И. Ильинский, Э. В. Зозуля, А. Е. Бармин, Г. И. Зеленская, *Вестник Тамбовского университета. Сер. Естественные и технические науки*, **15**, вып. 3: 844 (2010).
5. А. И. Зубков, А. И. Ильинский, Э. В. Зозуля, А. Е. Бармин, А. А. Островерх, *50-й Международный научный симпозиум «Актуальные проблемы прочности» (27 сентября–1 октября 2010 г., Витебск, Беларусь)* (Витебск: УО «ВГТУ»: 2010), ч. 2, с. 82.